

Série Agilent 5977B MSD

Manuel d'utilisation



Mentions préalables

© Agilent Technologies, Inc. 2019

Conformément aux lois nationales et internationales relatives à la propriété intellectuelle, toute reproduction totale ou partielle de ce manuel sous quelque forme que ce soit, par quelque moyen que ce soit, voie électronique ou traduction, est interdite sans le consentement écrit préalable de la société Agilent Technologies, Inc.

Référence du manuel

G7077-93034

Édition

Première édition, janvier 2019

Imprimé aux États-Unis

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

Garantie

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

Mentions de sécurité

ATTENTION

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

AVERTISSEMENT

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

À propos de ce manuel

Ce 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 de colonnes sur le GC 8890 »

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

3 « Installation de colonnes GC Intuvo 9000 »

Le chapitre 3 explique comment installer une colonne Agilent Intuvo, comment connecter le circuit allant de l'injecteur à travers la puce Guard Chip, les composants du bus et la colonne jusqu'au module de l'extrémité du MS et comment entretenir la puce Guard Chip de protection de la colonne.

4 « Installation des colonnes GC 7890 »

Le chapitre 4 décrit comment installer une colonne capillaire dans le four du GC 7890, comment la connecter au MSD via l'interface GC/MSD, comment conditionner la colonne et étalonner son débit.

5 « Utilisation en mode EI »

Le chapitre 5 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).

6 « Utilisation en mode CI »

Le chapitre 6 présente les tâches supplémentaires à accomplir dans le cadre du fonctionnement en mode CI.

7 « Maintenance générale »

Le chapitre 7 décrit les procédures de maintenance communes aux instruments EI et CI.

8 « Maintenance en mode CI »

Le chapitre 8 décrit les procédures de maintenance 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 :

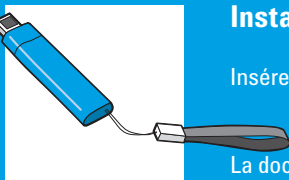
- outils DVD et manuels d'utilisation des systèmes GC/MS et GC Agilent ;
- Clé USB contenant les manuels et informations logicielles relatifs au système GC/MS Agilent;



Installation de la bibliothèque sur votre matériel

Insérez le disque 1 dans le lecteur DVD et suivez les invites.

La documentation peut être installée par toute personne autorisée à copier des informations sur l'ordinateur utilisé.



Installation de la bibliothèque sur vos logiciels

Insérez la clé USB dans le port USB et suivez les invites.

La documentation peut être installée par toute personne autorisée à copier des informations sur l'ordinateur utilisé.

Pour plus d'informations sur la recherche et l'installation de la documentation présente sur cette clé USB et ces DVD, voir le guide de démarrage rapide du MSD Agilent 5977B avec MassHunter.

Sommaire

À propos de ce manuel	3
Informations sur le matériel	4
1 Introduction	
Version des MSD série 5977B	14
Abréviations utilisées	15
Le MSD série 5977B	17
Description physique	18
Dépressiomètre	19
Description du matériel MSD	20
Avertissements importants relatifs à la sécurité	22
Des tensions dangereuses sont présentes sur de nombreuses pièces internes du MSD	22
Les décharges électrostatiques constituent une menace pour les circuits électroniques du MSD	23
De nombreuses parties sont dangereusement chaudes	23
Le bac d'écoulement d'huile située sous la pompe primaire peut représenter un risque d'incendie	24
Précautions relatives à l'hydrogène	25
Précautions d'utilisation du GC	26
Risques spécifiques à l'utilisation du GC/MSD	26
Accumulation d'hydrogène dans un MSD	26
Précautions	28
Attestations réglementaires et relatives à la sécurité	30
Informations	31
Symboles	31
Compatibilité électromagnétique	32
Déclaration d'émissions sonores	32

Utilisation prévue	33
Nettoyage et recyclage du produit	33
Déversements de liquide accidentels	33
Déplacement et entreposage du MSD	33
Remplacement des fusibles primaires	34

2 Installation de colonnes sur le GC 8890

Colonnes	38
Conditionnement des colonnes	39
Conditionnement des ferrules	39
Conseils et astuces	40
Installation d'une colonne capillaire dans un injecteur split/splitless (avec/sans division)	41
Conditionnement d'une colonne capillaire	44
Installation d'une colonne capillaire dans l'interface GC/MSD à l'aide de l'écrou autoserrant de colonne	45
Installation d'une colonne capillaire dans l'interface GC/MSD à l'aide d'un écrou de colonne standard	50
Installation du cône d'étanchéité de l'interface GC/MSD	54
Interface GC/MSD pour un GC série 8890	56

3 Installation de colonnes GC Intuvo 9000

Colonnes	60
Conditionnement des colonnes	61
Conseils et astuces	61
Remplacement d'une colonne de GC Intuvo	63
Remplacement d'un joint d'étanchéité du GC Intuvo 9000	67
Installation d'une puce Jumper ou de protection de colonne	69

Pour remplacer l'extrémité du GC/MS 9000	73
Pour préparer une colonne capillaire Intuvo	78
Installation du cône d'étanchéité de l'interface GC/MSD	80
Interface GC/MSD pour un GC série 9000	82

4 Installation des colonnes GC 7890

Colonnes	84
Conditionnement des colonnes	85
Conditionnement des ferrules	85
Conseils et astuces	86
Installation d'une colonne capillaire dans un injecteur split/splitless (avec/sans division)	87
Conditionnement d'une colonne capillaire	90
Installation d'une colonne capillaire dans l'interface GC/MSD à l'aide de l'écrou autoserrant de colonne	91
Installation d'une colonne capillaire dans l'interface GC/MSD à l'aide d'un écrou de colonne standard	96
Installation du cône d'étanchéité de l'interface GC/MSD	100
Étalonnage de la vitesse linéaire du débit de la colonne dans un GC 7890	102
Interface GC/MSD pour un GC série 7890B	105

5 Utilisation en mode EI

Exploitation du MSD depuis le DS	109
Utilisation du MSD à partir du panneau de commande du GC 7890	110
Configuration du MSD via l'interface utilisateur Web (WUI)	114
Modification des paramètres réseau du MSD	114

Lecture du mini-affichage de l'eModule	118
DEL d'état de l'instrument du panneau avant	119
Avant de mettre le MSD en marche	120
Mise sous vide	122
Contrôle des températures	122
Contrôle du débit de la colonne	123
Contrôle du débit d'hydrogène du système JetClean	123
Mise à pression atmosphérique du MSD	124
Affichage de la température et du vide du MSD en réglage manuel	126
Réglage des moniteurs du MSD pour qu'ils affichent l'état du vide et la température	128
Réglage des températures de l'analyseur à partir de la vue Instrument Control (Pilotage de l'instrument)	131
Réglage des températures de l'interface GC/MSD à partir de MassHunter	133
Surveillance de la pression du vide poussé	135
Réglage du MSD en mode EI	138
Configuration du mode de fonctionnement du système JetClean (en option)	140
Configuration des paramètres du système JetClean pour le mode nettoyage uniquement	141
Vérification de la performance du système EI	143
Test des masses élevées	145
Ouverture des couvercles du MSD	148
Mise à pression atmosphérique du MSD	149
Mise du MSD sous vide	152

6 Utilisation en mode CI

- Recommandations générales **156**
- Réglage Autotune en mode CI **157**
- Fonctionnement du MSD CI **159**
- Mise sous vide du MSD en mode CI **160**
- Configuration du logiciel pour un fonctionnement en mode CI **161**
- Utilisation du module de régulation du débit de gaz réactif **163**
- Configuration d'un flux de gaz réactif de méthane **166**
- Utilisation d'autres gaz réactifs **169**
- Réalisation d'un autotune PCI (méthane uniquement) **172**
- Réalisation d'un autotune NCI (gaz réactif de méthane) **174**
- Vérification de la performance PCI **176**
- Vérification de la performance NCI **177**
- Surveillance de la pression du vide poussé du mode ionisation chimique **178**

7 Maintenance générale

- Avant de commencer **182**
- Maintenance du système de vide **188**
- Maintenance de l'analyseur **190**
- Ouverture de la chambre de l'analyseur **192**
- Dépose de la source EI HES **194**
- Branchement/débranchement des fils de la source EI HES **196**
- Démontage de la source EI HES **197**

Nettoyage de la source EI HES	200
Montage de la source EI HES	203
Dépose des filaments de la source EI HES	208
Installation du filament EI HES	210
Installation de la source EI HES	211
Dépose de la source EI XTR, SS ou Inert	212
Branchement/débranchement du câblage des sources EI XTR, SS et Inert	213
Démontage de la source EI SS ou EI Inert	215
Démontage de la source EI XTR	218
Nettoyage d'une source EI XTR, SS ou Inert	221
Montage d'une source EI SS ou Inert	226
Montage de la source EI XTR	229
Remplacement d'un filament dans une source EI XTR, SS ou Inert	232
Installation de la source EI XTR, SS ou Inert	234
Remplacement du multiplicateur d'électrons	235
Fermeture de la chambre de l'analyseur	237

8 Maintenance en mode CI

Informations générales	240
Configuration du MSD pour un fonctionnement en mode CI	240
Passage de la source EI HES à la source CI	241
Dépose du radiateur de la source EI HES	242
Branchement/débranchement du câblage du radiateur de la source EI HES	243

Installation du radiateur de la source à CI	245
Passage de la source CI à la source EI HES	247
Dépose du radiateur de la source à CI	249
Installation du radiateur de la source EI HES	251
Passage d'une source EI XTR, SS ou Inert à la source CI	252
Passage de la source CI à une source EI XTR, SS ou Inert	253
Dépose de la source CI	254
Branchement/débranchement des fils provenant de la source CI pour les modèles non équipés de source HES	256
Branchement/débranchement du câblage d'un modèle EI HES à la source CI	258
Démontage de la source CI	260
Nettoyage de la source CI	263
Montage de la source CI	266
Dépose du filament de la source CI	269
Installation du filament de la source CI	271
Installation de la source CI	272

1

Introduction

Version des MSD série 5977B	14
Abréviations utilisées	15
Le MSD série 5977B	17
Description du matériel MSD	20
Avertissements importants relatifs à la sécurité	22
Précautions relatives à l'hydrogène	25
Attestations réglementaires et relatives à la sécurité	30
Utilisation prévue	33
Nettoyage et recyclage du produit	33
Déversements de liquide accidentels	33
Déplacement et entreposage du MSD	33
Remplacement des fusibles primaires	34

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.

Si vous utilisez le *chromatographe en phase gazeuse Agilent Intuvo 9000* avec votre MSD, le fonctionnement en mode ionisation chimique (CI) n'est actuellement pas pris en charge.

1 Introduction

Version des MSD série 5977B

Version des MSD série 5977B

Les MSD série 5977B sont équipés d'une pompe turbomoléculaire (turbo) et d'un choix de trois pompes primaires (Pfeiffer Duo, Pfeiffer MVP-070-3x ou Agilent IDP-3 24V) ou d'une pompe à diffusion appariée avec une pompe primaire Pfeiffer Duo. Trois types de sources d'ionisation par impact électronique (EI) sont disponibles sur le MSD de série 5977B, une source EI standard en acier inoxydable (SS), une source EI avec extracteur (XTR) disponible sur le modèle MSD Inert+ et une source à haute efficacité d'ionisation (HES). Le système d'ionisation chimique (CI) en option sur le 5977B comprend une source d'ionisation à ionisation chimique positive/ionisation chimique négative (PCI/NCI), un système de régulation du débit de gaz réactif, un système d'étalonnage de l'ionisation chimique et d'autres caractéristiques instrumentales nécessaires. L'étiquette portant le numéro de série indique la référence de produit, qui indique de quel type de détecteur de masse MSD il s'agit exactement. (Voir **Tableau 1**.)

Tableau 1 Modèles de MSD disponibles

Dénomination du modèle	Référence produit	Description	Mode / type ionisation
Pompe à diffusion MSD 5977B	G7080B	Pompe à diffusion	EI/SS
Pompe turbo MSD 5977B	G7081B	Pompe turbo	EI/SS
5977B Inert+ MSD EI Turbo	G7077B	Pompe turbo	EI/XTR
MSD EI/CI 5977B	G7078B	Pompe turbo	EI/XTR CI (PCI/NCI)
MSD 5977B HES	G7079B	Pompe turbo	EI HES Mise à jour possible sur le terrain à CI.

Abréviations utilisées

Les abréviations figurant dans le **Tableau 2** sont utilisées dans le présent manuel. Elles sont répertoriées ici pour être consultées facilement.

Tableau 2 Abréviations

Abréviation	Définition
CA	Courant alternatif
ALS	Injecteur automatique d'échantillons liquides
BFB	Bromofluorobenzène (étalon)
CI	Ionisation chimique
DA	Traitement des données (Data analysis)
CC	Courant continu
DFTPP	Décafluorotriphénylphosphine (étalon)
Diff	Diffusion
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
GC	Chromatographe en phase gazeuse
HED	Dynode à haute énergie (acronyme de High-Energy Dynode), qualifie le détecteur et son alimentation
HES	Source à haute efficacité. Source EI nouvelle génération fabriquée avec des matériaux inertes
Inert	Source EI standard fabriquée à base de matières inertes
Inert+	Désignation du modèle MSD équipé d'une source EI XTR
d.i.	Diamètre intérieur
LAN	Réseau local

1 Introduction

Abréviations utilisées

Tableau 2 Abréviations (suite)

Abréviation	Définition
LVDS	Signalisation différentielle à basse tension (Low-voltage differential signaling)
<i>m/z</i>	Rapport masse/charge
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
SS	Acier inoxydable
Torr	Unité de pression, 1 mmHg
Turbo	Turbomoléculaire, pompe turbomoléculaire
WUI	Interface utilisateur Web (Web user interface)
XTR	Source EI avec extracteur

Le MSD série 5977B

Le MSD série 5977B est un système GC/MS simple quadripôle à utiliser avec les GC Agilent 8890, 9000 ou 7890. Caractéristiques principales du MSD (voir **Tableau 3** page 19) :

- Un système JetClean (en option) pour le nettoyage de la source en place sous vide
- Interface utilisateur WEB (WUI) pour la surveillance et le fonctionnement au niveau local du MSD
- Une pompe à vide turbo avec l'une des trois pompes primaires différentes (Pfeiffer Duo, Pfeiffer MVP-070-3x ou Agilent IDP-3 24V) ou une pompe à vide à diffusion couplée à une pompe primaire Pfeiffer Duo
- Cinq types différents de sources d'ionisation disponibles :
 - Source standard en acier inoxydable (SS)
 - Source standard en matériau inerte
 - Source XTR
 - HES
 - Source CI (PCI/NCI)
- Les modèles 5977B équipés de pompes turbomoléculaires, lorsqu'ils sont utilisés avec un GC 7890 ou 8890, peuvent être mis à niveau vers les modes CI (PCI/NCI). Cette mise à niveau rajoute une source CI, un radiateur de source CI pour les systèmes à source HES, un module de régulation du débit CI doté d'un débitmètre massique (MFC), les tubes nécessaires et l'étalonnage de réglage CI.
- Filtre de masse quadripolaire hyperbolique à chauffage indépendant commandé par le MSD
- Source d'ionisation à chauffage indépendant commandé par le MSD
- Un multiplicateur d'électrons à dynode haute énergie
- Interface GC/MSD à chauffage indépendant commandé par le GC

Description physique

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

Les principaux sous-ensembles de l'instrument sont :

- Ensembles cadre/capot
- Système de vide
- Interface GC/MSD
- Électronique
- Analyseur

Dépressiomètre

Le MSD peut être équipé (ou commandé) avec un dépressiomètre d'ions. Le logiciel d'acquisition GC/MS Agilent 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 CI.

Tableau 3 Fonctionnalités du MSD série 5977B

Fonctionnalité		
Pompe secondaire	Diffusion	Turbo
Débit de colonne optimal, He, mL/min	1	1 à 2
Débit gazeux maximal recommandé (mL/min)*	1,5	4
Flux gazeux maximal (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 GC	Séries 9000/8890/ 8860/7890	Séries 9000/8890/ 8860/7890
Pompes primaires disponibles	Pfeiffer Duo	Pfeiffer Duo, Pfeiffer MVP-070-3x, Agilent IDP-3 24V
DIP** (sonde non Agilent)	Oui	Oui

* Débit 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 débit maximal est variable.

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

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

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

Description du matériel MSD

Le MSD Agilent 5977B peut être couplé à l'un des GC Agilent compatibles (voir **Figure 1**).

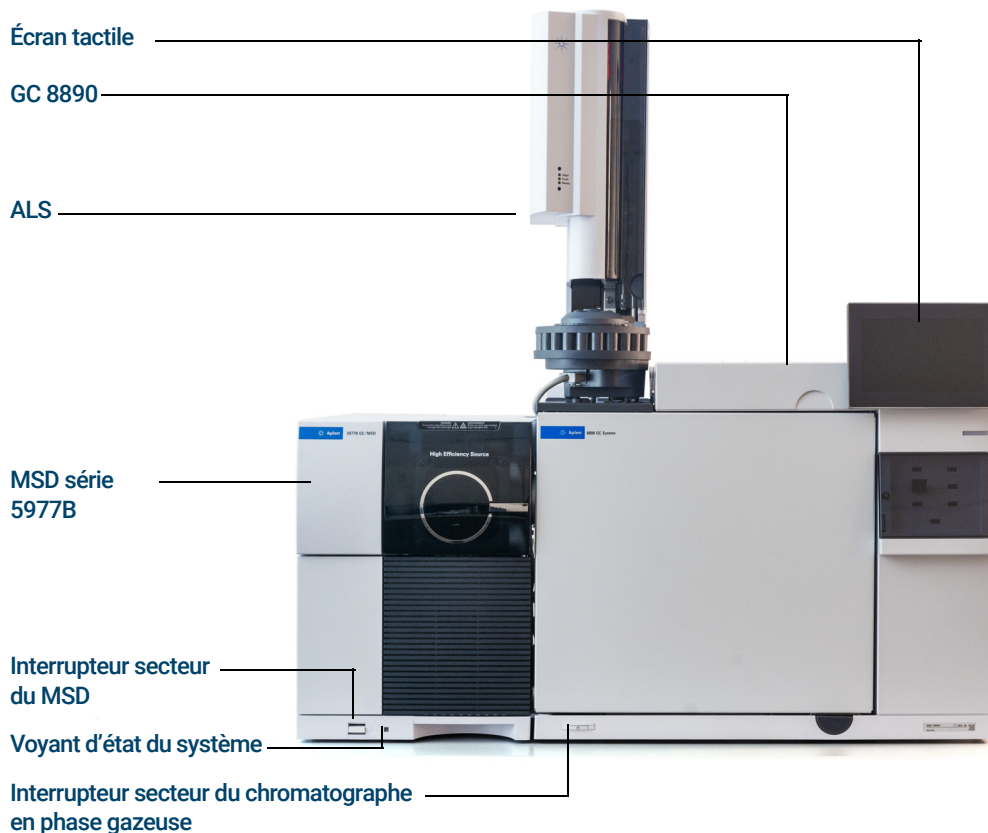


Figure 1. Système GC/MSD série 5977B, représenté avec un GC Agilent 8890

Dans ce manuel, le terme « MSD CI » fait référence au MSD G7078B ou aux modèles G7077B, G7079B et G7081B mis à niveau sur le terrain pour fonctionner en mode CI. Sauf indication contraire, ceci est également valable pour le module de régulation des gaz de ces instruments.

1 Introduction

Description du matériel MSD

La mise à niveau du matériel CI est conçue pour que le MSD fournisse des spectres de CI classiques de haute qualité comportant des ions adduits moléculaires. Plusieurs gaz réactifs peuvent être utilisés. (Voir **Chapitre 6**, « Utilisation en mode CI » **page 155**.)

La mise à niveau sur le terrain du système CI série 5977B ajoute les éléments suivants au MSD série 5977B :

- Interface GC/MSD EI/CI,
- Option JetClean partageant la même interface GC/MSD EI/CI du système MFC
- Source CI avec le nouveau cône d'étanchéité d'interface commune pouvant être utilisée avec une source EI XTR ou HES
- MFC à gaz réactif
- 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 CI et recommandée pour l'EI également.

Le système 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 côté source d'ionisation de l'interface GC/MSD.

Il faut moins d'une heure pour passer de la source CI à la source EI. Cependant, une à deux heures sont nécessaires pour purger le circuit de gaz réactif et éliminer l'eau et d'autres contaminants.

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 :

- Le câblage entre le câble d'alimentation du MSD et l'alimentation CA
- L'alimentation CA elle-même
- Le câblage entre l'alimentation CA et l'interrupteur d'alimentation

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.

1 Introduction

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

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 faut 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 GC/MSD fonctionnent à des températures suffisamment élevées pour provoquer de graves brûlures. En voici une liste non exhaustive :

- Injecteurs du GC
- Le four du GC et son contenu, y compris les écrous de colonne fixant la colonne à un injecteur du GC, l'interface GC/MSD ou le détecteur du GC
- Détecteur du GC
- Compartiment de vannes du GC
- Pompe primaire
- Pompe à diffusion
- Source d'ionisation du MSD, interface GC/MSD et quadripôle, tous chauffés

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 GC évacue des gaz chauds susceptibles d'occasionner des brûlures.

1 Introduction

Le bac d'écoulement d'huile située sous la pompe primaire peut représenter un risque d'incendie

AVERTISSEMENT

L'isolant situé autour des injecteurs, détecteurs, boîte de vanne et bagues isolantes du GC est constitué de fibres céramiques réfractaires. Pour éviter l'inhalation de particules de fibres, il est conseillé de respecter les consignes de sécurité suivantes :

- Ventiler la zone de travail
- Porter des manches longues, des gants, des lunettes de sécurité et un respirateur anti-poussière/aérosol jetable
- Jeter les isolants dans un sac en plastique hermétiquement fermé.
- Après avoir manipulé l'isolant, se laver les mains à l'eau froide avec un savon doux

Le bac d'écoulement d'huile située sous la pompe primaire peut représenter 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

La présence de matériaux combustibles (ou les matériaux à effet mèche inflammables ou non) sous le four ou autour de la pompe primaire peut provoquer un 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 d'hydrogène (H₂) comme gaz vecteur de GC, gaz combustible dans le détecteur ou dans le système JetClean optionnel est potentiellement dangereuse.

AVERTISSEMENT

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

L'hydrogène est hautement inflammable. Toute fuite d'hydrogène confinée dans un espace fermé peut entraîner des risques d'incendie ou d'explosion. À chaque utilisation d'hydrogène, 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 fréquemment utilisé comme gaz vecteur, combustible du détecteur et gaz réactif de nettoyage pour le système JetClean (en option). 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 à haute pression peut s'enflammer spontanément.
- La flamme de l'hydrogène est peu lumineuse et peut passer inaperçue sous un bon éclairage ambiant.

Précautions d'utilisation du GC

Lorsque le gaz vecteur utilisé est l'hydrogène, enlever le grand couvercle en plastique de l'interface GC/MSD situé sur le panneau gauche du GC. Dans l'éventualité peu probable d'une explosion, ce couvercle risquerait de se déplacer.

Risques spécifiques à l'utilisation du GC/MSD

L'hydrogène présente de nombreux risques. Certains sont d'ordre général, d'autres sont spécifiques à l'utilisation d'un GC ou GC/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 GC et la combustion ultérieure (voir la documentation du GC et l'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 de gaz qui pourraient se produire au niveau de l'injecteur ou 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.

AVERTISSEMENT

Le MSD ne peut pas détecter les fuites au niveau des vannes pour le système JetClean (en option). L'hydrogène peut fuir dans le MSD à partir de ce système de nettoyage. Toujours éteindre le système JetClean, fermer la vanne d'arrêt manuelle de l'hydrogène vers le débitmètre massique du JetClean et s'assurer qu'un niveau de vide adéquat est obtenu avant la mise à pression atmosphérique du MSD.

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

1 Introduction

Accumulation d'hydrogène dans un MSD

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 une fonctionnalité de sécurité qui arrête le débit de gaz vecteur en cas d'arrêt de la pompe primaire. Cependant, en cas d'échec de cette fonctionnalité, de l'hydrogène peut s'accumuler lentement dans le spectromètre de masse.
Fermeture des vannes d'arrêt automatiques du MS	Les spectromètres de masse sont équipés de vannes d'arrêt automatisées pour le flacon d'étalonnage, le système JetClean (en option) et les gaz réactifs. Une action volontaire de l'opérateur ou des défaillances diverses peuvent entraîner 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 des vannes automatisées d'arrêt du spectromètre de masse	Certains spectromètres de masse sont équipés de vannes automatisées 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 des vannes d'arrêt manuelles 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 GC	Il est possible d'arrêter volontairement un GC. Celui-ci peut aussi s'arrêter fortuitement en raison d'une défaillance interne ou externe. La façon dont le GC réagit dépend du modèle. Si un GC série 8890/9000/7890 équipé d'un système de régulation électronique de la pression (EPC) est arrêté, l'EPC coupe le débit du gaz vecteur. Si le débit de gaz vecteur d'un GC n'est pas sous le contrôle de l'EPC, le débit augmente jusqu'à atteindre sa valeur maximale. 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 GC et le spectromètre de masse s'arrêtent tous deux. Toutefois, l'alimentation en gaz vecteur n'est pas nécessairement coupée. Dans certains GC, la coupure de l'alimentation électrique peut entraîner l'augmentation du débit de gaz vecteur jusqu'à sa valeur maximale. En conséquence, de l'hydrogène peut s'accumuler dans le spectromètre de masse.

AVERTISSEMENT

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

AVERTISSEMENT

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

Précautions

Prendre les précautions suivantes lors de l'utilisation d'un système GC/MSD avec de l'hydrogène comme gaz vecteur ou lors de l'utilisation d'un MSD avec l'option JetClean qui fournit de l'hydrogène depuis le débitmètre massique situé sur le MSD.

AVERTISSEMENT

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

AVERTISSEMENT

Il est IMPÉRATIF de s'assurer que la vis moletée supérieure du plateau latéral de l'analyseur est serrée à la main. Ne pas trop serrer la vis ; cela pourrait entraîner des fuites d'air.

AVERTISSEMENT

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

Précautions générales relatives au laboratoire

- Veillez à éliminer toute fuite sur les lignes de gaz vecteur. S'assurer périodiquement de l'absence de fuite d'hydrogène avec un détecteur de fuites.
- Éliminer autant que possible les sources 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).
- Préférer l'utilisation d'un générateur à celle d'une bouteille d'hydrogène.

Précautions d'exploitation

- Fermer l'hydrogène à sa source chaque fois que le GC ou le MSD sont arrêtés.
- Fermer l'hydrogène à sa source chaque fois que le MSD est mis sous pression atmosphérique. (Ne pas chauffer la colonne capillaire sans flux de gaz vecteur.)
- Fermer l'hydrogène à sa source chaque fois que les vannes d'arrêt d'un MSD sont fermées. (Ne pas chauffer la colonne capillaire sans flux de gaz vecteur.)
- Fermer l'hydrogène à sa source en cas de panne secteur.
- Si une panne secteur est survenue alors que le système GC/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 pièce.
 - 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 GC 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. S'assurer que les émissions de la pompe primaire et des événements des injecteurs du GC sont évacuées vers une hotte aspirante.

1 Introduction


Attestations réglementaires et relatives à la sécurité

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.



Déclaration EMC pour la Corée du Sud

Cet équipement a été évalué pour sa capacité d'utilisation dans un environnement commercial. Utilisé dans un environnement commercial, il existe un risque d'interférence radio.

사용자안내문

이 기기는 업무용 환경에서 사용할 목적으로 적합성평가를 받은 기기로서 가정용 환경에서 사용하는 경우 전파간섭의 우려가 있습니다 .

※ 사용자 안내문은 " 업무용 방송통신기자재 " 에만 적용한다 .

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, le débrancher de toutes les sources d'alimentation et veiller 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.



ou



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 Éloignez l'instrument du récepteur radio ou du téléviseur.
- 3 Branchez l'instrument sur une autre prise de courant, afin de séparer son circuit électrique de celui du récepteur radio ou du téléviseur.
- 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.

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.

Utilisation prévue

Les produits Agilent doivent être utilisés uniquement de la manière indiquée dans les modes d'emploi des produits Agilent. Toute autre utilisation risque d'endommager l'appareil ou d'entraîner des blessures. Agilent n'est pas responsable de tout dommage causé, en tout ou partie, par une utilisation inadaptée des produits, des altérations non autorisées, des ajustements ou modifications des produits, le non-respect des procédures indiquées dans les modes d'emploi des produits Agilent ou l'utilisation des produits en violation des lois, règles ou réglementations applicables.

Nettoyage et recyclage du produit

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

Déversements de liquide accidentels

Ne pas éclabousser le MSD. Si du liquide est accidentellement renversé sur le MSD, couper tout d'abord l'alimentation. Une fois le MSD débranché de toute source d'alimentation, sécher toutes les parties affectées. Si le déversement de liquide atteint l'électronique, attendre au moins 24 heures selon le degré d'humidité ambiante. En attendant que les pièces sèchent, contacter votre technicien Agilent local.

Déplacement et entreposage du MSD

La meilleure façon de maintenir le MS en bon état de marche est de le laisser sous vide à température de service avec un flux 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, le débit d'hydrogène doit être arrêté avant d'éteindre 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» page 25 avant de faire fonctionner le MSD avec de l'hydrogène.

- 2 Tourner l'un des porte-fusibles dans le sens inverse des aiguilles d'une montre jusqu'à ce qu'il sorte. Les porte-fusibles sont à ressort. (Voir **Figure 2** page 35.)
- 3 Sortir l'ancien fusible du porte-fusible.
- 4 Installer un nouveau fusible dans le porte-fusible.
- 5 Réinstaller le porte-fusible.

1 Introduction

Remplacement des fusibles primaires

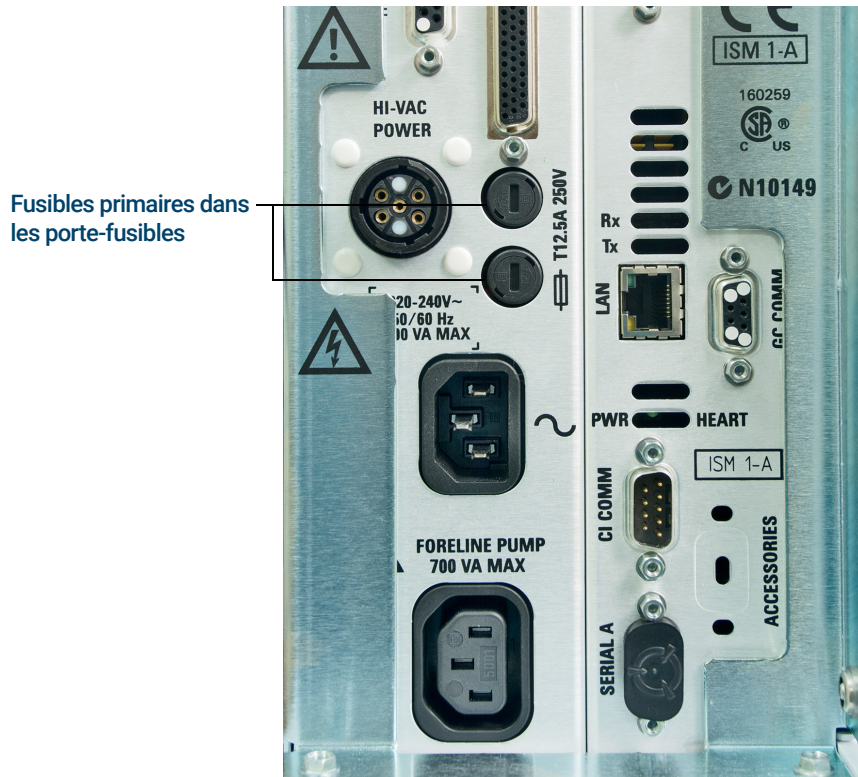


Figure 2. Fusibles primaires

- 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.

1 Introduction

Remplacement des fusibles primaires

2

Installation de colonnes sur le GC 8890

Colonnes 38

Installation d'une colonne capillaire dans un injecteur split/splitless (avec/sans division) 41

Conditionnement d'une colonne capillaire 44

Installation d'une colonne capillaire dans l'interface GC/MSD à l'aide de l'écrou autoserrant de colonne 45

Installation d'une colonne capillaire dans l'interface GC/MSD à l'aide d'un écrou de colonne standard 50

Installation du cône d'étanchéité de l'interface GC/MSD 54

Interface GC/MSD pour un GC série 8890 56

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 GC 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, à son diamètre 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. Utiliser le logiciel de calcul de débit et le **Tableau 5** pour déterminer si une colonne donnée aura un débit acceptable avec une pression en tête de colonne réaliste.

Tableau 5 Flux gazeux

Fonctionnalité	Flux gazeux	
Pompe secondaire	Diffusion	Turbo
Débit de colonne optimal, He, mL/min	1	1 à 2
Débit gazeux max. recommandé, mL/min*	1,5	4
Flux gazeux maximal (mL/min)†	2	6,5
DI max. de colonne	0,53 mm (30 m)	0,53 mm (30 m)
Cl	Non	Oui
Débits de réactifs Cl, mL/min	S/O	1 à 2
Débit de H ₂ pour l'option JetClean	S/O	0,4 mL/min

* Débit gazeux total dans le MSD : débit de colonne plus débit de gaz réactifs (le cas échéant) plus débit de H₂ pour JetClean (le cas échéant). Basé sur l'utilisation de gaz hélium. Pour les autres gaz, le débit maximal est variable.

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

Conditionnement des colonnes

Il est très important de conditionner une colonne avant de la connecter à l'interface GC/MSD. (Voir « **Conditionnement d'une colonne capillaire** » page 44.)

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 le ressuage des colonnes, toutes les colonnes capillaires doivent être conditionnées **avant** d'être installées dans l'interface GC/MSD.

Conditionnement 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. La réalisation de ces cycles thermiques pour les ferrules jusqu'à leur température maximale de fonctionnement avant d'exécuter l'application permet de réduire les fuites au niveau de l'assemblage.

2 Installation de colonnes sur le GC 8890

Conseils et astuces

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.

AVERTISSEMENT

Si de l'hydrogène est utilisé comme gaz vecteur, le débit d'hydrogène doit être arrêté avant d'éteindre 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](#) » page 25 avant de faire fonctionner le MSD avec de l'hydrogène.

AVERTISSEMENT

Toujours porter des lunettes de protection lors de la manipulation des colonnes capillaires. L'utilisateur doit veiller à ne pas se blesser avec l'extrémité de la colonne.

2 Installation de colonnes sur le GC 8890

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

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

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 d.i., pour colonnes de 0,10 mm de d.i. (5062-3518)
 - 0,37 mm de d.i., pour colonnes de 0,20 mm de d.i. (5062-3516)
 - 0,40 mm de d.i., pour colonnes de 0,25 mm de d.i. (5181-3323)
 - 0,5 mm de d.i., pour colonnes de 0,32 mm de d.i. (5062-3514)
 - 0,8 mm de d.i., pour colonnes de 0,53 mm de d.i. (5062-3512)
- Écrou de colonne côté injecteur (5181-8830 pour GC Agilent 7890/7820 et 8890/8860)
- Loupe
- Septum (peut être un septum d'injecteur utilisé, ancien)

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

AVERTISSEMENT

Le chromatographe en phase gazeuse fonctionne à haute température. Ne toucher aucune pièce du GC à moins d'être sûr qu'elle est suffisamment refroidie.

AVERTISSEMENT

Toujours porter des lunettes de protection lors de la manipulation des colonnes capillaires. L'utilisateur doit veiller à ne pas se blesser avec l'extrémité de la 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.

2 Installation de colonnes sur le GC 8890

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



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 glisser l'écrou de colonne et la ferrule préparée sur le côté libre de la colonne. (Voir **Figure 3**.) Le côté conique de la ferrule doit être orienté vers l'extérieur de l'écrou de colonne.

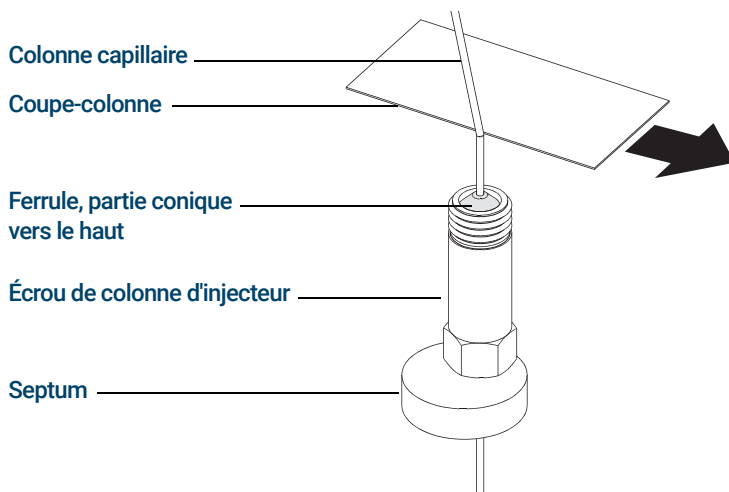


Figure 3. Préparation d'une colonne capillaire pour son installation

- 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 non pelucheux humidifié de méthanol.
- 7 Positionner la colonne pour qu'elle dépasse de 4 à 6 mm l'extrémité de la ferrule. (Voir **Figure 4**.)

2 Installation de colonnes sur le GC 8890

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

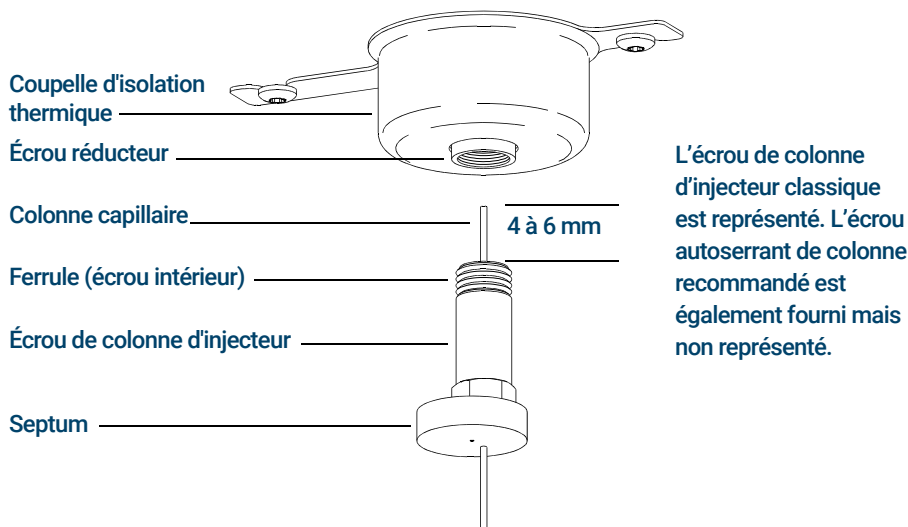


Figure 4. Installation d'une colonne capillaire dans un injecteur avec/sans division (split/splitless)

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

Voir aussi

Pour en savoir plus sur l'installation d'une colonne capillaire, reportez-vous au document *Optimisation des injections sans division sur le GC pour des analyses par MS de hautes performances*, numéro de publication Agilent Technologies 5988-9944EN.

Conditionnement d'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 GC 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. Ne toucher aucune des pièces du chromatographe en phase gazeuse à moins d'être sûr qu'elle est suffisamment refroidie.



Procédure

- 1 Installer la colonne dans l'injecteur du chromatographe en phase gazeuse. (Voir « **Installation d'une colonne capillaire dans un injecteur split/splitless (avec/sans division)** » page 41.)
- 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 maximale autorisée pour la colonne dans l'interface GC/MSD, le four du GC et l'injecteur.

- 6 Régler la température du four du GC sur 30 °C et attendre que ce dernier soit prêt.
- 7 Fixer la colonne à l'interface GC/MSD. (Voir « **Installation d'une colonne capillaire dans l'interface GC/MSD à l'aide de l'écrou autoserrant de colonne** » page 45.)

2 Installation de colonnes sur le GC 8890

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

Installation d'une colonne capillaire dans l'interface GC/MSD 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.

Matériel nécessaire

- Cône d'étanchéité de l'interface (G3870-20542) (Voir **Figure 6** page 48.) (non utilisé avec la source EI SS ou Inert)
- Pièce de retenue du cône d'étanchéité à tête moletée (G3870-20547) (non utilisée avec une source EI SS ou Inert)
- Ressort du cône d'étanchéité (G7005-20024) (non utilisé avec une source EI SS ou Inert)
- 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/MSD (5190-5233)
- Ferrules, Vespel
 - 0,27 mm de d.i., pour colonnes de 0,10 mm de d.i. (5062-3518)
 - 0,37 mm de d.i., pour colonnes de 0,20 mm de d.i. (5062-3516)
 - 0,40 mm de d.i., pour colonnes de 0,25 mm de d.i. (5181-3323)
 - 0,5 mm de d.i., pour colonnes de 0,32 mm de d.i. (5062-3514)
 - 0,8 mm de d.i., pour colonnes de 0,53 mm de d.i. (5062-3512)
- Septum (peut être un septum d'injecteur utilisé, ancien)
- Lunettes de protection

2 Installation de colonnes sur le GC 8890

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



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/MSD et d'autres composants de la chambre de l'analyseur fonctionnent à très haute température. Ne pas toucher les pièces à moins d'être sûr qu'elles sont suffisamment refroidies.

- 1 Conditionner la colonne. (Voir « [Conditionnement d'une colonne capillaire](#) » page 44.)

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 Mettre le MSD à pression atmosphérique et ouvrir la chambre de l'analyseur. (Voir « [Mise à pression atmosphérique du MSD](#) » page 149 et « [Ouverture de la chambre de l'analyseur](#) » page 192.) Vérifier que l'extrémité de l'interface GC/MSD est visible.

AVERTISSEMENT

Le chromatographe en phase gazeuse fonctionne à haute température. Ne toucher aucune des pièces du GC à moins d'être sûr qu'elle est suffisamment refroidie.

- 3 Si installés, retirer le cône d'étanchéité de l'interface, le ressort et la pièce de retenue du cône d'étanchéité moletée de l'extrémité de l'interface GC/MSD.
- 4 Enfiler l'extrémité libre de la colonne GC à travers un écrou d'interface et une ferrule conditionnée. L'extrémité conique de la ferrule doit pointer vers l'écrou.
- 5 Faire glisser la colonne dans l'interface GC/MSD.

ATTENTION

Ne pas raccourcir la colonne à l'intérieur du module d'extraction sous vide. Des morceaux de colonne pourraient tomber ou être aspirés dans la pompe turbomoléculaire et l'endommager.

- 6 Utiliser le coupe-colonne pour entailler la colonne à 2 cm de son extrémité.

2 Installation de colonnes sur le GC 8890

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

- 7 Tout en maintenant la colonne contre le coupe-colonne avec le pouce, couper la colonne avec la lame du coupe-colonne.
- 8 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 6 et 7.
- 9 Essuyer l'extrémité avec de l'alcool.
- 10 Ajuster la colonne afin qu'elle dépasse de l'extrémité de l'interface GC/MSD de la distance indiquée.

Pour l'installation d'une source EI XTR, SS, Inert ou CI (voir Figure 5), la colonne dépasse d'environ 1 mm du tube de guidage de la colonne.

Pour l'installation d'une source EI HES (voir Figure 6), la colonne dépasse de 4 à 5 mm du tube de guidage de la colonne.

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/MSD pour une source EI EXT, SS, Inert ou CI.

2 Installation de colonnes sur le GC 8890

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

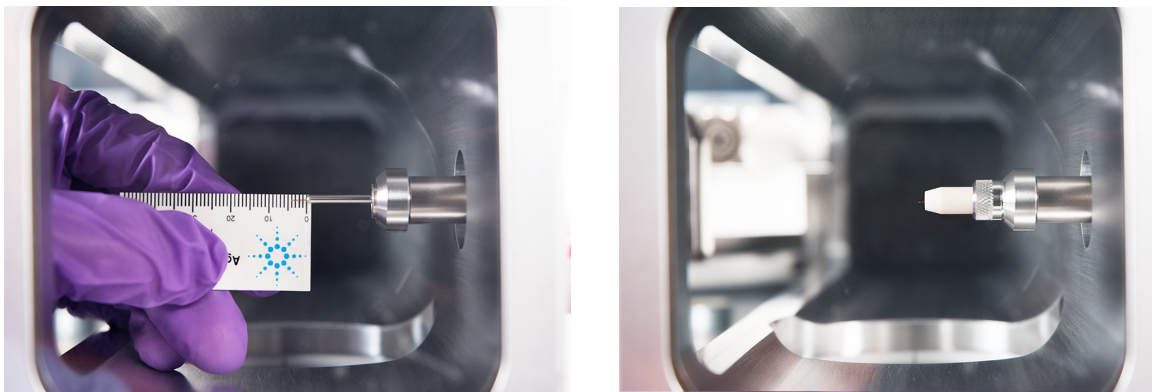


Figure 6. Installation d'une colonne capillaire dans l'interface GC/MSD pour une source EI HES.

- 11 Serrer l'écrou à la main. (Voir **Figure 7.**) S'assurer que la position de la colonne ne change pas lors du serrage de l'écrou. Ne pas serrer excessivement l'écrou.
- 12 Serrer l'écrou dans le sens des aiguilles d'une montre. Continuer à serrer jusqu'à sentir la ferrule enserrer la colonne.
- 13 Vérifier le four du chromatographe en phase gazeuse pour s'assurer que la colonne ne touche pas les parois du four.



Figure 7. Installation d'une colonne capillaire dans l'interface GC/MSD

2 Installation de colonnes sur le GC 8890

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

ATTENTION

Faire attention lors du positionnement du cône d'étanchéité sur l'interface GC/MSD afin d'éviter d'endommager la colonne.

- 14 Installer le ressort, le cône d'étanchéité et la pièce de retenue du cône d'étanchéité moletée sur l'interface GC/MSD. (Voir « **Installation du cône d'étanchéité de l'interface GC/MSD** » page 54.) Ne pas utiliser de cône d'étanchéité, de ressort ou de pièce de retenue du cône d'étanchéité à tête moletée avec une source EI SS ou Inert. Sur ces sources, le cône d'interface ne permet pas l'installation d'un cône d'étanchéité. (Voir **Figure 64** page 216.)

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 Vérifier **doucement** l'alignement de la source d'ions et du cône d'étanchéité de l'interface.

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

- 16 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.
- 17 Refermer la porte de la chambre de l'analyseur. (Voir « **Fermeture de la chambre de l'analyseur** » page 237.)

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

Cette procédure est destinée à l'installation d'une colonne capillaire directement dans l'analyseur. Deux types d'écrou de colonne peuvent être utilisés dans l'interface GC/MSD : L'écrou de colonne standard décrit ici et l'écrou autoserrant de colonne décrit dans « **Installation d'une colonne capillaire dans l'interface GC/MSD à l'aide de l'écrou autoserrant de colonne** » page 45.

Matériel nécessaire

- Cône d'étanchéité de l'interface (G3870-20542) (voir **Figure 5** page 47 et **Figure 6** page 48.) (non utilisé avec la source EI SS ou Inert)
- Pièce de retenue du cône d'étanchéité à tête moletée (G3870-20547) (non utilisée avec une source EI SS ou Inert)
- Ressort de cône d'étanchéité (G7005-20024) (non utilisé avec une source EI SS ou Inert)
- 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 d.i., pour colonnes de 0,10 mm de d.i. (5062-3507)
 - 0,4 mm de d.i., pour colonnes de 0,20 et 0,25 mm de d.i. (5062-3508)
 - 0,5 mm de d.i., pour colonnes de 0,32 mm de d.i. (5062-3506)
 - 0,8 mm de d.i., pour colonnes de 0,53 mm de d.i. (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)

2 Installation de colonnes sur le GC 8890

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



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/MSD et d'autres composants de la chambre de l'analyseur fonctionnent à très haute température. Ne pas toucher les pièces à moins d'être sûr qu'elles sont suffisamment refroidies.

- 1 Conditionner la colonne. (Voir « **Conditionnement d'une colonne capillaire** » page 44.)

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 Mettre le MSD à pression atmosphérique et ouvrir la chambre de l'analyseur. (Voir « **Mise à pression atmosphérique du MSD** » page 149 et « **Ouverture de la chambre de l'analyseur** » page 192.) Vérifier que l'extrémité de l'interface GC/MSD est visible.

AVERTISSEMENT

Le chromatographe en phase gazeuse fonctionne à haute température. Ne toucher aucune des pièces du chromatographe en phase gazeuse à moins d'être sûr qu'elle est suffisamment refroidie.

- 3 Si installés, retirer la pièce de retenue du cône d'étanchéité moletée, le cône d'étanchéité de l'interface et le ressort de l'extrémité de l'interface GC/MSD.
- 4 Enfiler l'extrémité libre de la colonne GC à travers un écrou d'interface et une ferrule conditionnée. L'extrémité conique de la ferrule doit pointer vers l'écrou.
- 5 Faire glisser la colonne dans l'interface GC/MSD.

ATTENTION

Ne pas raccourcir la colonne à l'intérieur du module d'extraction sous vide. Des morceaux de colonne pourraient tomber ou être aspirés dans la pompe turbomoléculaire et l'endommager.

- 6 Utiliser le coupe-colonne pour entailler la colonne à 2 cm de l'extrémité.

2 Installation de colonnes sur le GC 8890

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

- 7 Tout en maintenant la colonne contre le coupe-colonne avec le pouce, couper la colonne avec la lame du coupe-colonne.
- 8 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 6 et 7.
- 9 Essuyer l'extrémité avec de l'alcool.
- 10 Régler la colonne afin qu'elle étende cette distance spécifiée depuis l'extrémité de la ligne de transfert.
 - **Pour l'installation d'une source XTR, SS, Inert ou CI** (voir **Figure 5** page 47), la colonne dépasse d'environ 1 mm.
 - **Pour l'installation d'une source EI HES** (voir **Figure 6** page 48), la colonne dépasse de 4 à 5 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.

- 11 Serrer l'écrou à la main. S'assurer que la position de la colonne ne change pas lors du serrage de l'écrou. Ne pas serrer excessivement l'écrou.
- 12 Vérifier le four du chromatographe en phase gazeuse pour s'assurer que la colonne ne touche pas les parois du four.
- 13 Resserrer l'écrou de 1/4 à 1/2 tour supplémentaire.
- 14 Vérifier le serrage de l'écrou après un ou deux cycles thermiques ; resserrer encore si nécessaire.

ATTENTION

Faire attention lors du positionnement du cône d'étanchéité sur l'extrémité de l'interface GC/MSD afin d'éviter d'endommager la colonne.

- 15 Installer le ressort, le cône d'étanchéité et la pièce de retenue du cône d'étanchéité moletée sur l'interface GC/MSD. (Voir « **Installation du cône d'étanchéité de l'interface GC/MSD** » page 54.) Ne pas utiliser de cône d'étanchéité, de ressort ou de pièce de retenue du cône d'étanchéité à tête moletée avec une source EI SS ou Inert. Sur ces sources, le cône d'interface ne permet pas l'installation d'un cône d'étanchéité. (Voir **Figure 64** page 216.)

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.

2 Installation de colonnes sur le GC 8890

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

- 16 Vérifier **doucement** l'alignement de la source d'ions et du cône d'étanchéité de l'interface.

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

- 17 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.
- 18 Refermer la porte de la chambre de l'analyseur. (Voir « **Fermeture de la chambre de l'analyseur** » page 237.)

Installation du cône d'étanchéité de l'interface GC/MSD

Matériel nécessaire

- Cône d'étanchéité de l'interface (G3870-20542)
- Ressort du cône d'étanchéité (G7005-20024)
- Pièce de retenue du cône d'étanchéité à tête moletée (G3870-20547)

Le cône d'étanchéité de l'interface doit être en place pour les sources CI, EI XTR et HES. Le cône d'étanchéité, le ressort et la pièce de retenue du cône d'étanchéité à tête moletée ne sont pas utilisés avec la source EI SS ou Inert.

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

ATTENTION

Toute décharge électrostatique 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.

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 Vérifier que la source CI, EI XTR ou HES est installée. Ce cône d'étanchéité et son ressort ne doivent pas être installés lorsqu'une source EI SS ou Inert est installée (voir **Figure 8** page 55).
- 2 Retirer le cône d'étanchéité de l'interface, le ressort et la pièce de retenue de l'écrou à tête moletée de la boîte de rangement de la source. Dans cet ordre, faire glisser le ressort, le cône d'étanchéité et la pièce de retenue de l'écrou à tête moletée sur le manchon de la colonne.

2 Installation de colonnes sur le GC 8890

Installation du cône d'étanchéité de l'interface GC/MSD

- 3 Visser la pièce de retenue du cône d'étanchéité à tête moletée dans le support du cône et serrer à la main.

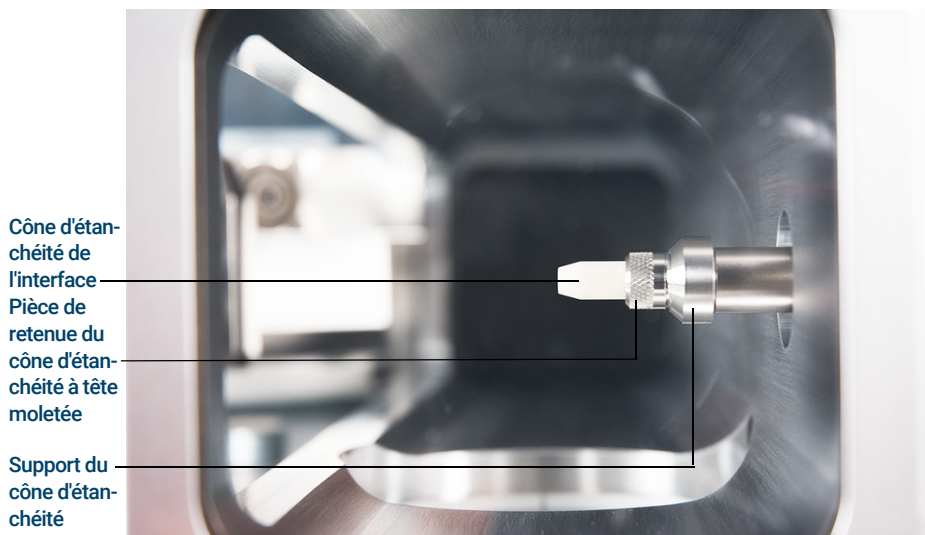


Figure 8. Cône d'étanchéité de l'interface

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 Vérifier **délicatement** 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.
- 5 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.

Interface GC/MSD pour un GC série 8890

L'interface GC/MSD est un conduit chauffé entre la colonne capillaire et le MSD. (Voir **Figure 9**.) 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 traverse la paroi latérale du GC et pénètre dans le four. Cette extrémité 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. L'extrémité de la colonne capillaire dépasse légèrement de l'extrémité du tube de guidage de la colonne et pénètre dans la chambre d'ionisation.

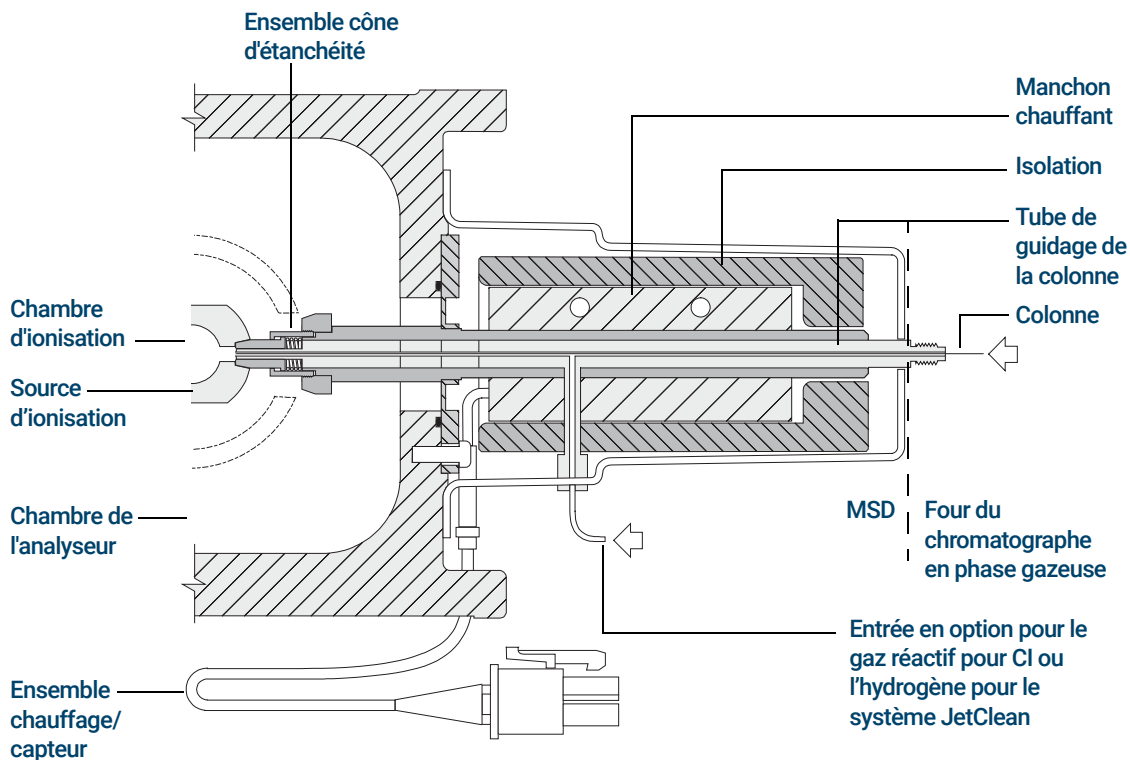


Figure 9. Interface GC/MSD pour un GC 8890 avec source EI XTR, HES ou CI

2 Installation de colonnes sur le GC 8890

Interface GC/MSD pour un GC série 8890

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 GC. La température de l'interface est réglable depuis le logiciel d'acquisition GC/MS Agilent MassHunter ou depuis le GC. Un capteur de thermocouple situé dans l'interface surveille la température.

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

L'interface GC/MSD peut être utilisée avec des sources EI et CI. Les sources EI XTR, HES et CI nécessitent un ensemble cône d'étanchéité. Le cône d'étanchéité, le ressort et la pièce de retenue du cône d'étanchéité à tête moletée ne sont pas compatibles avec les sources EI SS et Inert et doivent être retirés quand ces sources sont utilisées.

(Voir « **Installation d'une colonne capillaire dans l'interface GC/MSD à l'aide de l'écrou autoserrant de colonne** » page 45 et « **Installation d'une colonne capillaire dans l'interface GC/MSD à l'aide d'un écrou de colonne standard** » page 50.)

AVERTISSEMENT

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

2 Installation de colonnes sur le GC 8890

Interface GC/MSD pour un GC série 8890

3

Installation de colonnes GC Intuvo 9000

Colonnes 60

Remplacement d'une colonne de GC Intuvo 63

Remplacement d'un joint d'étanchéité du GC Intuvo 9000 67

Installation d'une puce Jumper ou de protection de colonne 69

Pour remplacer l'extrémité du GC/MS 9000 73

Installation du cône d'étanchéité de l'interface GC/MSD 80

Interface GC/MSD pour un GC série 9000 82

Ce chapitre explique comment installer une colonne Agilent Intuvo, connecter un circuit allant de l'injecteur à travers la puce Guard Chip, les composants du bus et la colonne jusqu'au module de l'extrémité du MS et comment entretenir la puce de protection de la colonne Guard Chip.

Si vous utilisez le *chromatographe en phase gazeuse Agilent Intuvo 9000* avec votre MSD, le fonctionnement en mode ionisation chimique (CI) n'est actuellement pas pris en charge. Le système de source autonettoyante JetClean Agilent est compatible.

Colonnes

De nombreux types de colonnes GC Intuvo 9000 peuvent être utilisés avec le MSD, mais il existe 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.

Ne pas oublier que le débit de la colonne varie de manière importante en fonction de la température, ce qui nécessite des mesures du flux en cours. Utiliser le **Tableau 6** pour établir un débit de colonne acceptable.

Tableau 6 Flux gazeux

Fonctionnalité	Flux gazeux	
Pompe secondaire	Diffusion	Turbo
Débit de colonne optimal, He, mL/min	1	1 à 2
Débit gazeux max. recommandé, mL/min*	1,5	4
Flux gazeux maximal (mL/min)†	2	6,5
DI max. de colonne	0,53 mm (30 m)	0,53 mm (30 m)
Débit de H ₂ pour l'option JetClean	S/O	0,4 mL/min

* Débit gazeux total dans le MSD : débit de colonne plus débit de gaz réactifs (le cas échéant) plus débit H₂ pour JetClean (le cas échéant). Basé sur l'utilisation de gaz hélium. Pour les autres gaz, le débit maximal est variable.

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

Conditionnement des colonnes

Il est très important de conditionner une colonne avant de la connecter à l'interface GC/MSD.

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 le ressuage des colonnes, toutes les colonnes capillaires doivent être conditionnées avant d'être installées dans l'interface GC/MSD. (Voir « [Pour préparer une colonne capillaire Intuvo](#) » à la page 78.)

Conseils et astuces

- Utiliser toujours un gaz vecteur pur à 99,9995 % minimum.
- Toujours porter des gants propres pour manipuler les raccords autobloquants d'un composant.
- Toujours porter des gants propres pour manipuler un joint d'étanchéité.
- Toujours porter des gants propres pour manipuler l'extrémité du système GC/MS 9000.

AVERTISSEMENT

Si de l'hydrogène est utilisé comme gaz vecteur, le débit d'hydrogène doit être arrêté avant d'éteindre 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](#) » page 25 avant de faire fonctionner le MSD avec de l'hydrogène.

3 Installation de colonnes GC Intuvo 9000

Manipulation de la colonne de GC Intuvo 9000 et des composants du bus

Manipulation de la colonne de GC Intuvo 9000 et des composants du bus

Le Chromatographe de phase gazeuse Agilent Intuvo 9000 (GC Intuvo 9000) n'utilise pas de ferrules et de boulons traditionnels pour la plupart des joints de colonne et de circuit. Dans une connexion de chromatographie en phase gazeuse traditionnelle, le joint se fait en déformant une ferrule souple autour d'une colonne ou d'un tube, et en ajoutant un deuxième joint entre la ferrule et le raccord. En revanche, les raccords autobloquants du système de GC Intuvo 9000 utilisent un système d'étanchéité basé sur le contact entre des surfaces planes. Comparés aux joints traditionnels de type ferrule, ces raccords sont faciles à réaliser et ne présentent pas de fuites.

Lors de la fabrication de ces joints, il convient de suivre quelques directives simples :

- Ne pas toucher les surfaces d'étanchéité des raccords autobloquants avec la peau ou des gants sales. Les huiles cutanées et la saleté peuvent contaminer les surfaces du circuit.
- Utiliser uniquement le générateur de couple fourni avec le système de GC Intuvo 9000 pour serrer les boulons de compression Intuvo.
- Éviter de rayer ou de déformer la surface d'étanchéité des raccords autobloquants.
- Si vous avez besoin de nettoyer une surface d'étanchéité, utiliser de l'air comprimé propre.
- Utiliser un nouveau joint à chaque fois que vous installez une colonne ou une puce Intuvo.

Remplacement d'une colonne de GC Intuvo

Cette procédure s'applique aux systèmes de GC à une seule colonne. Pour le remplacement de 2 colonnes, voir le manuel *Agilent Intuvo 9000 Gas Chromatograph Maintaining Your GC* (Maintenance du chromatographe en phase gazeuse Agilent Intuvo 9000).

Matériel nécessaire

- Gants propres, non pelucheux
 - Grande taille (8650-0030)
 - Petite taille (8650-0029)
- Brucelles (8710-2460)
- Joint Intuvo, polyimide 5/pqt, pour températures < 350 °C (5190-9072)
- Joint Intuvo, nickel 5/pqt, pour températures de 350 °C à 450 °C (5190-9073)
- Générateur de couple Intuvo rangé dans la porte du four (5190-9571)



Procédure

AVERTISSEMENT

L'injecteur, le détecteur, les composants du bus et la colonne peuvent être suffisamment chauds pour causer des brûlures. Refroidir les zones chauffées jusqu'à une température permettant une manipulation sans danger avant de continuer.

ATTENTION

Toujours porter des gants propres pour manipuler les différents éléments du circuit vers l'analyseur ou les éléments situés à l'intérieur de l'analyseur.

- 1 Préparation du système de GC pour la maintenance.
À partir du panneau de GC, sélectionner **Maintenance > Column > Perform Maintenance > Install Column > Start Maintenance** (Maintenance > Colonne > Effectuer la maintenance > Installer une colonne > Démarrer la maintenance). Cette procédure refroidit l'injecteur, le détecteur, la colonne, la puce de protection, et d'autres composants des zones chauffées du circuit à < 40 °C et configure le système de GC. Suivre les invites de l'écran du GC.
- 2 Depuis le logiciel d'acquisition des données MassHunter, mettre le MSD à pression atmosphérique (voir « **Mise à pression atmosphérique du MSD** » page 149).

3 Installation de colonnes GC Intuvo 9000

Remplacement d'une colonne de GC Intuvo

- 3 Si de l'hydrogène ou un autre gaz inflammable est utilisé comme gaz vecteur, fermer la valve manuelle d'alimentation en gaz de l'instrument avant de mettre le MSD hors tension.
- 4 Ouvrir la porte avant du GC. (Voir **Figure 10**.)
- 5 Ouvrir la porte du bus et la retirer en soulevant la porte verticalement hors de ses gonds.
- 6 Abaisser la porte du four.



Figure 10. Porte-avant, porte du bus, porte du four et générateur de couple Intuvo du GC 9000

3 Installation de colonnes GC Intuvo 9000

Remplacement d'une colonne de GC Intuvo

- 7 À l'aide du générateur de couple Intuvo, faire tourner les quatre brides pour colonne pour les retirer de la pièce de retenue. (Voir **Figure 11**.)

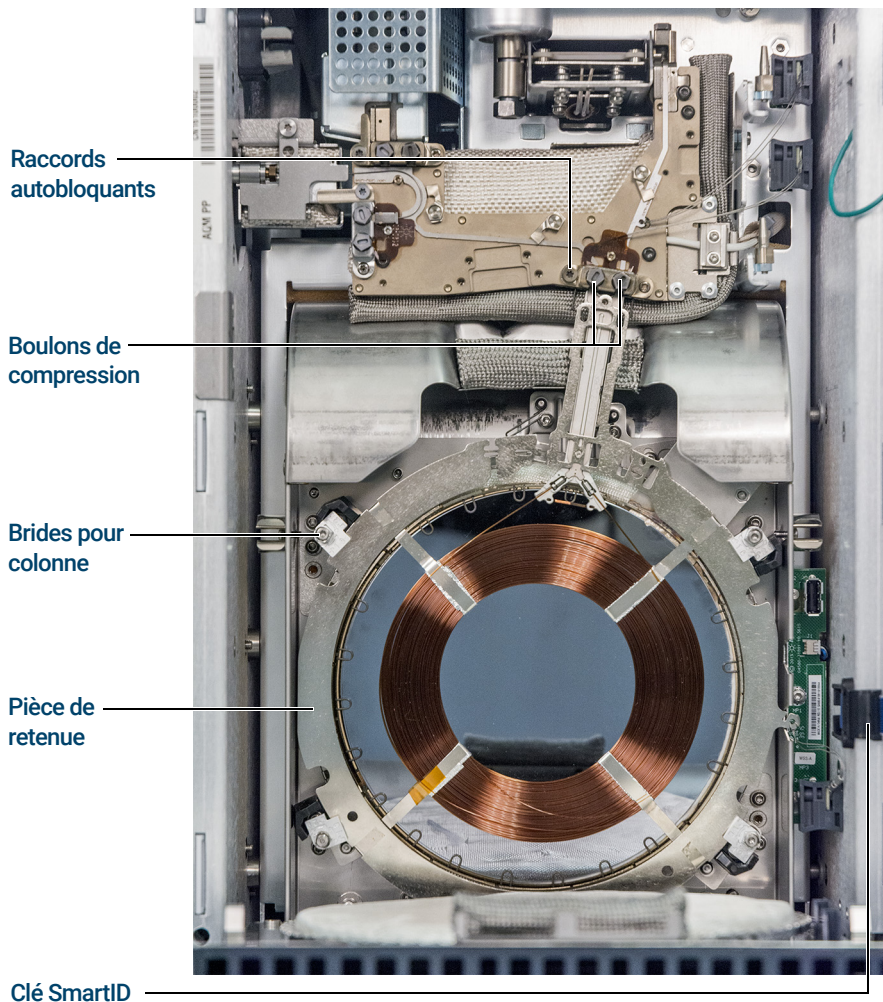


Figure 11. Colonne de GC 9000 et pièces associées

- 8 Débrancher la clé SmartID de la colonne du port USB inférieur.
- 9 À l'aide du générateur de couple Intuvo, retirer les deux boulons de compression qui maintiennent les raccords autobloquants de la colonne sur le bus et les conserver pour une utilisation ultérieure.

3 Installation de colonnes GC Intuvo 9000

Remplacement d'une colonne de GC Intuvo

- 10 Retirer et conserver la colonne pour une utilisation ultérieure conformément aux recommandations du fabricant.
- 11 Remplacer le joint par un nouveau joint d'étanchéité compatible avec la température de colonne maximale prévue dans votre méthode.
(Voir « **Remplacement d'un joint d'étanchéité du GC Intuvo 9000** » page 67.)
- 12 Vérifier que tous les joints Intuvo du circuit sont compatibles avec la température de colonne maximale prévue dans votre méthode. Remplacer les joints d'étanchéité qui ont une cote de température inférieure par des joints compatibles avec la température prévue dans votre méthode.
- 13 Placer les raccords autobloquants de la colonne dans le raccord du bus de la colonne unique (à droite). Voir le manuel de GC pour l'installation de 2 colonnes dans le système de GC.
- 14 Insérer la clé SmartID Intuvo attachée de la colonne dans le port USB inférieur indiqué.
- 15 Fixer la nouvelle colonne en faisant tourner la languette **1 c** des 4 brides pour colonne sur la pièce de retenue de celle-ci à l'aide du générateur de couple Intuvo.
- 16 Vérifier que les raccords autobloquants de la colonne sont bien à plat sur le joint d'étanchéité.
- 17 Installer sans serrer les deux boulons de compression.

ATTENTION

Utiliser le générateur de couple Intuvo pour serrer le boulon de compression jusqu'à ce que vous entendiez un clic. Un serrage excessif peut endommager le circuit, éliminer les raccords et causer ainsi des fuites.

- 18 Serrer les boulons de compression jusqu'à ce que vous entendiez un clic venant du générateur de couple Intuvo.
- 19 Fermer la porte de la colonne.
- 20 Installer la porte du bus.
- 21 Fermer la porte avant du GC.

Remplacement d'un joint d'étanchéité du GC Intuvo 9000

Cette procédure présuppose que vous avez déjà retiré la colonne, l'extrémité du GC/MS 9000 ou une autre pièce située sur la partie supérieure du joint d'étanchéité et que les composants de l'instrument sont à une température inférieure à 40 °C.

Matériel nécessaire

- Gants propres, non pelucheux
 - Grande taille (8650-0030)
 - Petite taille (8650-0029)
- Brucelles (8710-2460)
- Joint Intuvo, polyimide 5/pqt, pour températures < 350 °C (5190-9072)
- Joint Intuvo, nickel 5/pqt, pour températures de 350 °C à 450 °C (5190-9073)

Procédure

AVERTISSEMENT

L'injecteur, le détecteur, les composants du bus et la colonne peuvent être suffisamment chauds pour causer des brûlures. Refroidir les zones chauffées jusqu'à une température permettant une manipulation sans danger avant de continuer.

ATTENTION

Toujours porter des gants propres pour manipuler les différents éléments du circuit vers l'analyseur ou les éléments situés à l'intérieur de l'analyseur.

- 1 Retirer la languette du joint d'étanchéité du goujon d'alignement et éliminer le joint usé. Il est utile de prendre des brucelles si vous portez les gants recommandés.
- 2 Si nécessaire, installer l'injecteur ou les puces du détecteur. Toutes les puces doivent être installées avant d'installer le nouveau joint d'étanchéité.
- 3 Retirer avec précaution le nouveau joint d'étanchéité de son emballage. Inspecter le joint d'étanchéité pour s'assurer qu'il n'est pas déformé. Les deux lobes ronds sont les surfaces d'étanchéité.

3 Installation de colonnes GC Intuvo 9000

Remplacement d'un joint d'étanchéité du GC Intuvo 9000

- 4 Insérer avec précaution les lobes ronds du joint d'étanchéité dans le raccord autobloquant du bus. Il est à noter que le joint d'étanchéité a deux faces.
- 5 Placer le trou du joint d'étanchéité sur le goujon d'alignement dans le raccord du bus et appuyer sur le corps du joint pour qu'il soit à plat sur le bus.
- 6 Vérifier que les lobes circulaires du joint d'étanchéité sont bien à plat sur le raccord autobloquant du bus.

Le nouveau joint d'étanchéité est prêt pour que la puce ou la colonne soit rattachée.

3 Installation de colonnes GC Intuvo 9000

Installation d'une puce Jumper ou de protection de colonne

Installation d'une puce Jumper ou de protection de colonne

La puce de protection de colonne et la puce Jumper sont toutes deux des consommables à usage unique. L'installation déforme une partie de la puce pour obtenir une bonne étanchéité, ce qui implique qu'une puce mal installée ne peut pas être réutilisée. La puce de protection ne peut pas être nettoyée ni conditionnée.

Matériel nécessaire

- Gants propres, non pelucheux
 - Grande taille (8650-0030)
 - Petite taille (8650-0029)
- Brucelles (8710-2460)
- Puce de protection Intuvo de l'injecteur Split/Splitless, 2/pqt (G4587-60565)
- Puce de protection Intuvo de l'injecteur multimode, 2/pqt (G4587-60665)
- Puce Jumper Intuvo pour injecteur Split/Splitless, 2/pqt (G4587-60575)
- Puce Jumper Intuvo pour injecteur multimode, 2/pqt (G4587-60675)
- Joint Intuvo, polyimide 5/pqt, pour températures < 350 °C (5190-9072)
- Joint Intuvo, nickel 5/pqt, pour températures de 350 °C à 450 °C (5190-9073)
- Générateur de couple Intuvo rangé dans la porte du four (5190-9571)
- Clé plate de 7/16"



Procédure

AVERTISSEMENT

L'injecteur, le détecteur, les composants du bus et la colonne peuvent être suffisamment chauds pour causer des brûlures. Refroidir les zones chauffées jusqu'à une température permettant une manipulation sans danger avant de continuer.

ATTENTION

Toujours porter des gants propres pour manipuler les différents éléments du circuit vers l'analyseur ou les éléments situés à l'intérieur de l'analyseur.

3 Installation de colonnes GC Intuvo 9000

Installation d'une puce Jumper ou de protection de colonne

- 1 Préparation du système de GC pour la maintenance. À partir du panneau de GC, sélectionner **Maintenance > Inlets > Guard Chip > Prepare for Maintenance > Replace Liner and Guard Chip > Start Maintenance** (Maintenance > Injecteurs > Puce de protection > Préparer à la maintenance > Remplacer l'insert et la puce de protection > Démarrer la maintenance). Cette procédure refroidit l'injecteur, le détecteur, la colonne, la puce de protection, et d'autres composants des zones chauffées du circuit à < 40 °C et configure le système de GC. Suivre les invites de l'écran du GC.
- 2 Depuis le logiciel d'acquisition des données MassHunter, mettre le MSD à pression atmosphérique (voir « **Mise à pression atmosphérique du MSD** » page 149).
- 3 Attendre que le système de GC soit prêt, indiquant que les composants sont revenus à une température inférieure à 40 °C et que l'instrument est à la pression atmosphérique avant de continuer cette procédure.
- 4 Si de l'hydrogène ou un autre gaz inflammable est utilisé comme gaz vecteur ou pour le système JetClean, fermer la valve manuelle d'alimentation en gaz de l'instrument avant de mettre le MSD hors tension.
- 5 S'il est installé, retirer l'injecteur ALS de l'injecteur.
- 6 Retirer le couvercle de l'injecteur. (Voir **Figure 12.**)

Couvercle de l'injecteur du GC retiré

Plaque d'accès au boulon de compression

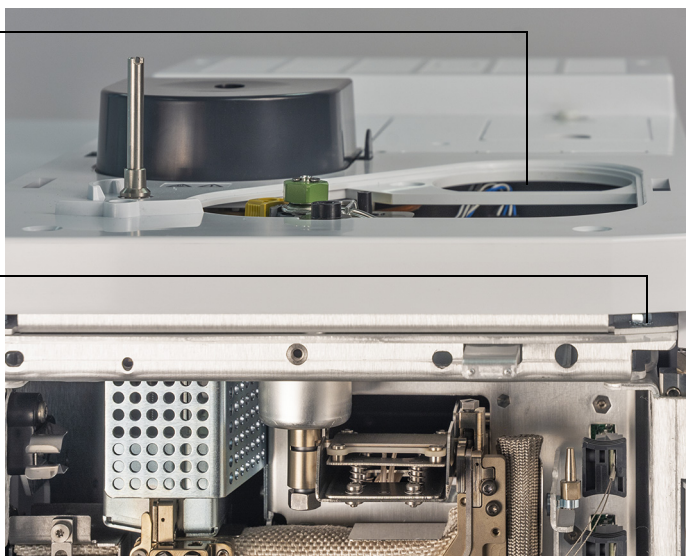


Figure 12. Couvercle de l'injecteur du GC et plaque d'accès au boulon de compression

- 7 Ouvrir la porte avant du GC.

3 Installation de colonnes GC Intuvo 9000

Installation d'une puce Jumper ou de protection de colonne

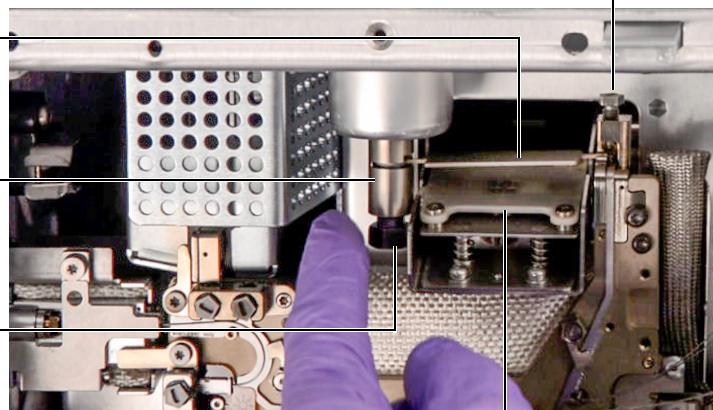
- 8 Ouvrir la porte du bus et la retirer en soulevant la porte verticalement hors de ses gonds.
- 9 Sortir la plaque d'accès du boulon de compression pour permettre au générateur de couple d'avoir accès au boulon de compression de la puce de protection. (Voir **Figure 13** page 71.)

Boulon de compression
de la puce Guard Chip

Puce Guard Chip

Base de l'injecteur

Vis de la puce
Guard Chip



Chauffage de la puce Guard Chip

Figure 13. Puce Guard Chip et pièces associées

- 10 Utiliser une clé plate de 7/16 de pouce pour desserrer la vis de la puce Guard Chip à la base de l'injecteur.
- 11 Avec le doigt, faire tourner doucement vers le bas l'avant du module de chauffage de la puce Guard Chip et exposer ainsi la puce de protection.
- 12 Desserrer le boulon de compression de la puce Guard Chip à l'aide du générateur de couple Intuvo.
- 13 Soulever le côté droit de la languette de la puce Guard Chip par-dessus le bossage de raccord, puis la faire tourner pour la sortir de la connexion du bus.
- 14 Retirer le côté gauche de la puce Guard Chip de la base de l'injecteur.
- 15 Installer une nouvelle puce Guard Chip. La plus grosse extrémité de la puce Guard Chip s'insère dans la base de l'injecteur en premier, puis la plus petite extrémité est tournée dans la connexion du bus, en soulevant sa languette au-dessus du bossage de raccord et dans la fente de montage du bus.
- 16 Serrer le boulon de compression avec les doigts.

3 Installation de colonnes GC Intuvo 9000

Installation d'une puce Jumper ou de protection de colonne

- 17 Soulever le chauffage de la puce Guard Chip.
- 18 Serrer la vis de la puce Guard Chip avec les doigts à la base de l'injecteur.
- 19 Serrer la vis de la puce Guard Chip à la base de l'injecteur avec une clé plate de 7/16 de pouce.

ATTENTION

Utiliser le générateur de couple Intuvo pour serrer le boulon de compression jusqu'à ce que vous entendiez un clic. Un serrage excessif peut endommager le circuit, éliminer les raccords et causer ainsi des fuites.

- 20 Serrer le boulon de compression de la puce Guard Chip à l'aide du générateur de couple fourni jusqu'à ce que vous entendiez un clic.
- 21 Installer le couvercle de l'injecteur.
- 22 Installer la porte du bus sur ses gonds et fermer la porte.
- 23 Fermer la porte avant du GC.
- 24 S'il a été retiré, installer l'injecteur ALS.

3 Installation de colonnes GC Intuvo 9000

Pour remplacer l'extrémité du GC/MS 9000

Pour remplacer l'extrémité du GC/MS 9000

Cette procédure est nécessaire si vous optez pour une source qui requiert une extrémité de GC/MS 9000 différente, si vous remplacez un joint d'étanchéité qui fuit ou une extrémité de GC/MS 9000 contaminée, ou encore si vous voulez séparer le GC 9000 du MSD.

Matériel nécessaire

- Gants propres, non pelucheux
 - Grande taille (8650-0030)
 - Petite taille (8650-0029)
- Brucelles (8710-2460)
- Extrémité GC/MS 9000, utilisée avec une source standard (G4590-60009)
- Extrémité GC/MS 9000, utilisée avec une source HES (G4590-60109)
- Joint Intuvo, polyimide 5/pqt, pour températures < 350 °C (5190-9072)
- Joint Intuvo, nickel 5/pqt, pour températures de 350 °C à 450 °C (5190-9073)
- Générateur de couple Intuvo rangé dans la porte du four (5190-9571)
- Clé plate de 7/16"



Procédure

AVERTISSEMENT

L'injecteur, le détecteur, les composants du bus et la colonne peuvent être suffisamment chauds pour causer des brûlures. Refroidir les zones chauffées jusqu'à une température permettant une manipulation sans danger avant de continuer.

ATTENTION

Toujours porter des gants propres pour manipuler les différents éléments du circuit vers l'analyseur ou les éléments situés à l'intérieur de l'analyseur.

3 Installation de colonnes GC Intuvo 9000

Pour remplacer l'extrémité du GC/MS 9000

- 1 Mettre le MSD à pression atmosphérique (voir « **Mise à pression atmosphérique du MSD** » page 149). Quand vous y êtes invité, ajustez la température de la source d'ions, des quadripôles, de l'injecteur, du détecteur, de la colonne, de la puce de protection, de l'extrémité du GC/MS 9000, et des autres composants des zones du circuit chauffées à une température < 40 °C.
- 2 Si de l'hydrogène ou un autre gaz inflammable est utilisé comme gaz vecteur, fermer la valve manuelle d'alimentation en gaz de l'instrument avant de mettre le MSD hors tension.
- 3 Attendez que le système de GC soit prêt, indiquant que les composants sont revenus à une température inférieure à 40 °C avant de continuer cette procédure.
- 4 Ouvrir la chambre de l'analyseur. (Voir « **Ouverture de la chambre de l'analyseur** » page 192.)
- 5 Dévisser la pièce de retenue du cône d'étanchéité à tête moletée du support du cône d'étanchéité et la retirer, ainsi que le cône d'étanchéité et le ressort, de l'interface GC/MSD. (Voir « **Cône d'étanchéité de l'interface GC/MSD** » à la page 81.)
- 6 S'assurer que le MSD est bien aligné avec le GC. Si le GC et le MSD ne sont pas correctement alignés, la vis de la pince de la ligne de transfert sera difficile à serrer.
- 7 Ouvrir la porte avant du GC.
- 8 Ouvrir la porte du bus et la retirer en soulevant la porte verticalement hors de ses gonds.
- 9 À l'aide du générateur de couple Intuvo, retirer le boulon de compression qui maintient le raccord autobloquant du bus de l'extrémité du GC/MS 9000. Retirer également le boulon du raccord du bus vide. (Voir **Figure 14**.)

3 Installation de colonnes GC Intuvo 9000

Pour remplacer l'extrémité du GC/MS 9000

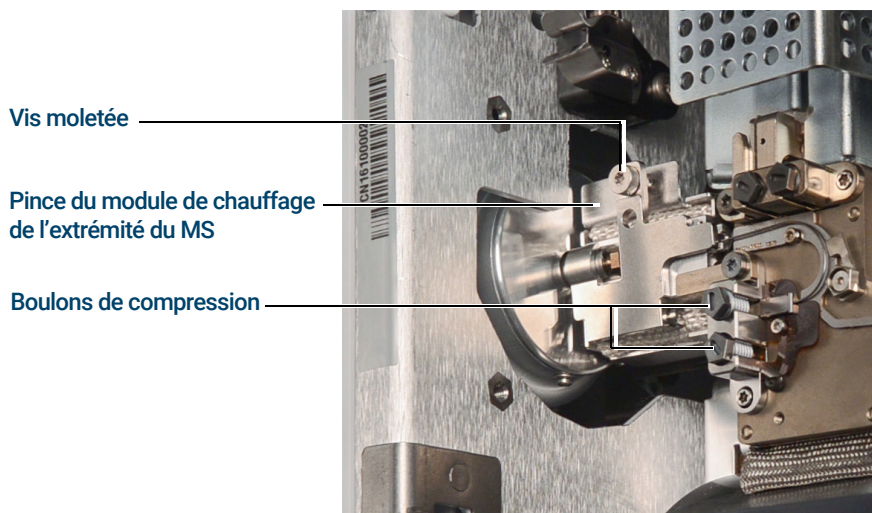


Figure 14. Pince du module de chauffage de l'extrémité du MS fermée

- 10** Ouvrir le module de chauffage de l'extrémité du MS en desserrant la vis moletée en haut de la pince et en faisant tourner la pince vers le bas.
- 11** Repousser le module de chauffage de l'extrémité du MS de quelques millimètres. Un aimant permet d'écartier le module de chauffage de l'extrémité du GC/MS 9000.

3 Installation de colonnes GC Intuvo 9000

Pour remplacer l'extrémité du GC/MS 9000

- 12 Retirer l'extrémité du GC/MS 9000 de la ligne de transfert et du bus (voir **Figure 15** et **Figure 16**).
Si la ferrule est coincée, appuyer avec un objet pointu, comme un trombone dans le trou de dépose de la ferrule à l'extrémité de la ligne de transfert.

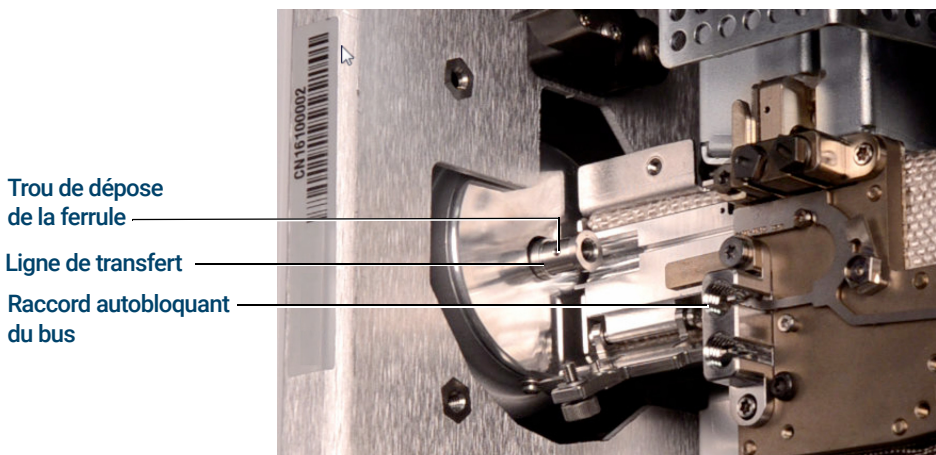


Figure 15. Pince du module de chauffage de l'extrémité du GC/MS 9000 ouverte avec l'extrémité du GC/MS 9000 retirée



Figure 16. Extrémité du GC/MS 9000 retirée de l'interface GC/MSD

- 13 Remplacer le joint d'étanchéité (Voir « **Remplacement d'un joint d'étanchéité du GC Intuvo 9000** » page 67.)
- 14 Faire glisser avec précaution l'extrémité du GC/MS 9000 dans l'interface GC/MSD et placer doucement le raccord autobloquant dans la connexion du bus.
- 15 Vérifier que le raccord autobloquant de l'extrémité du GC/MS 9000 est bien à plat sur le joint d'étanchéité de la connexion du bus.
- 16 Visser avec les doigts l'écrou de colonne à l'extrémité du GC/MS 9000 au raccord fileté de la ligne de transfert, puis utiliser une clé de ¼ de pouce pour serrer l'écrou de 20 à 30 degrés supplémentaires.
- 17 Installer sans serrer les deux boulons de compression.

3 Installation de colonnes GC Intuvo 9000

Pour remplacer l'extrémité du GC/MS 9000

ATTENTION

Utiliser le générateur de couple Intuvo pour serrer le boulon de compression jusqu'à ce que vous entendiez un clic. Un serrage excessif peut endommager le circuit, éliminer les raccords et causer ainsi des fuites.

- 18 Serrer le boulon de compression unique jusqu'à ce que le générateur de couple Intuvo fasse entendre un clic.
- 19 Installer sans le serrer l'autre boulon de compression sur le raccord autobloquant vide du bus.
- 20 Tirer de quelques millimètres le module de chauffage de l'extrémité du MS vers l'extrémité du GC/MS 9000 pour les mettre en contact.
- 21 Fermer la pince du module de chauffage de l'extrémité du MS et serrer légèrement la vis moletée avec les doigts pour la maintenir en place.
- 22 Installer la porte du bus sur ses gonds et fermer la porte.
- 23 Fermer la porte avant du GC.
- 24 Installer le ressort et le cône d'étanchéité sur l'interface GC/MSD. Aligner, faire glisser doucement, puis visser la pièce de retenue du cône d'étanchéité à tête moletée dans le support du cône d'étanchéité. (Voir « **Installation du cône d'étanchéité de l'interface GC/MSD** » à la page 80.) Le cône d'étanchéité, le ressort et la pièce de retenue du cône d'étanchéité à tête moletée ne sont pas utilisés avec la source EI SS ou Inert.
- 25 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.

- 26 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.
- 27 Refermer la chambre de l'analyseur. (Voir « **Fermeture de la chambre de l'analyseur** » page 237.)

Pour préparer une colonne capillaire Intuvo

Matériel nécessaire

- Gaz vecteur (pur à 99,9995 % ou plus)
- Gants propres, non pelucheux
 - Grande taille (8650-0030)
 - Petite taille (8650-0029)
- Brucelles (8710-2460)
- Générateur de couple Intuvo (5190-9571)
- Joint Intuvo, polyimide 5/pqt, pour températures < 350 °C (5190-9072)
- Joint Intuvo, nickel 5/pqt, pour températures de 350 °C à 450 °C (5190-9073)
- Clé plate, 1/4 et 5/16 de pouce (8710-0510)

Procédure

AVERTISSEMENT

L'injecteur, le détecteur, les composants du bus et la colonne peuvent être suffisamment chauds pour causer des brûlures. Refroidir les zones chauffées jusqu'à une température permettant une manipulation sans danger avant de continuer.

ATTENTION

Toujours porter des gants propres pour manipuler les différents éléments du circuit vers l'analyseur ou les éléments situés à l'intérieur de l'analyseur.

- 1 Installer la colonne à conditionner. (Voir « **Remplacement d'une colonne de GC Intuvo** » à la page 63.)
- 2 Régler la vitesse minimale sur 30 cm/s ou sur la valeur recommandée par le fabricant de la colonne. Laisser le gaz circuler à travers la colonne à température ambiante pendant 15 à 30 minutes pour éliminer l'air.
- 3 Augmenter la température de la colonne à 120 °C.
- 4 Maintenir à cette température pendant 30 minutes.
- 5 Utiliser MassHunter pour vérifier l'air et l'eau. Passer à l'étape suivante si l'air et l'eau sont dans les limites requises.

3 Installation de colonnes GC Intuvo 9000

Pour préparer une colonne capillaire Intuvo

- 6 Programmer la température de la colonne pour qu'elle augmente de 120 °C à la température maximale pour la colonne à raison de 10 à 15 °C/min.

ATTENTION

Ne jamais dépasser la température de colonne maximale dans l'interface GC/MSD, le four du GC ou l'injecteur.

- 7 Maintenir la température maximale pendant 30 minutes.

La colonne est conditionnée et prête à l'utilisation avec votre méthode.

Installation du cône d'étanchéité de l'interface GC/MSD

Matériel nécessaire

- Cône d'étanchéité de l'interface (G3870-20542)
- Ressort du cône d'étanchéité (G7005-20024)
- Pièce de retenue du cône d'étanchéité à tête moletée (G3870-20547)

Le cône d'étanchéité de l'interface doit être en place pour les sources CI, EI XTR et HES. Le cône d'étanchéité, le ressort et la pièce de retenue du cône d'étanchéité à tête moletée ne sont pas utilisés avec la source EI SS ou Inert.

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

ATTENTION

Toute décharge électrostatique 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.

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 Vérifier que la source CI, EI XTR ou HES est installée. Le cône d'étanchéité, le ressort et la pièce de retenue du cône d'étanchéité à tête moletée ne doivent être pas installés lorsqu'une source EI SS ou Inert est installée. (Voir **Figure 17** page 81.)
- 2 Retirer le cône d'étanchéité de l'interface, le ressort et la pièce de retenue de l'écrou à tête moletée de la boîte de rangement de la source. Dans cet ordre, faire glisser le ressort, le cône d'étanchéité et la pièce de retenue de l'écrou à tête moletée sur le manchon de la colonne.

3 Installation de colonnes GC Intuvo 9000

Installation du cône d'étanchéité de l'interface GC/MSD

- 3 Visser la pièce de retenue du cône d'étanchéité à tête moletée dans le support du cône et serrer à la main.



Figure 17. Cône d'étanchéité de l'interface GC/MSD

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 Vérifier **délicatement** 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.
- 5 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.

Interface GC/MSD pour un GC série 9000

L'interface GC/MSD est un conduit chauffé vers le MSD permettant de maintenir le vide du MSD et une température d'effluent de la colonne appropriée. (Voir **Figure 18**.) L'interface GC/MSD est boulonnée 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 GC. On peut y accéder depuis l'intérieur de la porte avant du GC. Ceci permet de connecter l'écrou de la colonne de l'extrémité du GC/MS 9000. L'extrémité du GC/MS 9000 inclut une ferrule sertie et un écrou de colonne pour l'attacher à l'extrémité GC de l'interface GC/MSD. L'extrémité du GC/MS 9000 transporte l'effluent de la colonne d'un raccord du bus de la colonne chauffée vers le GC, à travers l'interface GC/MSD chauffée, et sort légèrement au-delà de l'extrémité du tube de guidage de la colonne pour pénétrer dans la chambre d'ionisation. L'extrémité du GC/MS 9000 maintient la température en plusieurs points de sa longueur grâce à un bus chauffé, au module de chauffage de l'extrémité du MS et à l'interface GC/MSD.

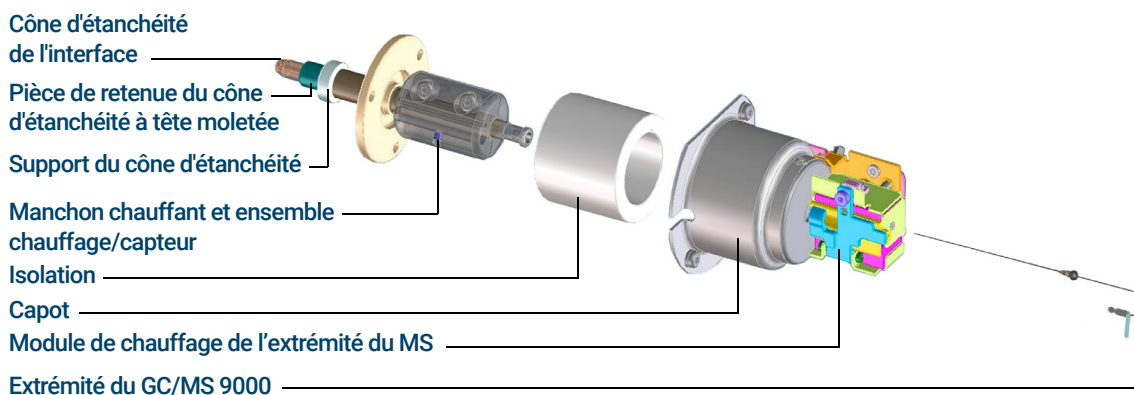


Figure 18. Interface GC/MSD pour un GC 9000 (échelle non respectée)

L'extrémité du GC/MS 9000 est chauffée par une cartouche électrique. Le chauffage est alimenté et régulé par la zone chauffée du GC 9000. La température de l'extrémité du GC/MS 9000 est réglable depuis le logiciel d'acquisition GC/MS Agilent MassHunter ou depuis le GC. Un capteur (thermocouple) situé dans l'interface surveille la température.

L'ensemble cône d'étanchéité de l'interface est nécessaire pour utiliser la source EI XTR ou la source HES.

L'extrémité du GC/MS 9000 fonctionne dans une gamme de température comprise entre 250 °C et 350 °C. Suite à cette restriction, la température de l'interface GC/MSD doit être légèrement supérieure à la température de la colonne, mais **jamais** supérieure à la température de colonne maximale.

4

Installation des colonnes GC 7890

Colonnes 84

Installation d'une colonne capillaire dans un injecteur split/splitless (avec/sans division) 87

Conditionnement d'une colonne capillaire 90

Installation d'une colonne capillaire dans l'interface GC/MSD à l'aide de l'écrou autoserrant de colonne 91

Installation d'une colonne capillaire dans l'interface GC/MSD à l'aide d'un écrou de colonne standard 96

Installation du cône d'étanchéité de l'interface GC/MSD 100

Étalonnage de la vitesse linéaire du débit de la colonne dans un GC 7890 102

Interface GC/MSD pour un GC série 7890B 105

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 GC 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, à son diamètre 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 dans un GC 7890** » page 102 pour savoir comment mesurer le débit instantané de la colonne.) Utiliser le logiciel de calcul de débit et le **Tableau 7** pour déterminer si une colonne donnée aura un débit acceptable avec une pression en tête de colonne réaliste.

Tableau 7 Flux gazeux

Fonctionnalité	Flux gazeux	
Pompe secondaire	Diffusion	Turbo
Débit de colonne optimal, He, mL/min	1	1 à 2
Débit gazeux max. recommandé, mL/min*	1,5	4
Flux gazeux maximal (mL/min) [†]	2	6,5
DI max. de colonne	0,53 mm (30 m)	0,53 mm (30 m)
Cl	Non	Oui
Débits de réactifs Cl, mL/min	S/O	1 à 2
Débit de H ₂ pour l'option JetClean	S/O	0,4 mL/min

* Débit gazeux total dans le MSD : débit de colonne plus débit de gaz réactifs (le cas échéant) plus débit H₂ pour JetClean (le cas échéant). Basé sur l'utilisation de gaz hélium. Pour les autres gaz, le débit maximal est variable.

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

Conditionnement des colonnes

Il est très important de conditionner une colonne avant de la connecter à l'interface GC/MSD. (Voir « **Conditionnement d'une colonne capillaire** » page 90.)

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 le ressuage des colonnes, toutes les colonnes capillaires doivent être conditionnées **avant** d'être installées dans l'interface GC/MSD.

Conditionnement 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. La réalisation de ces cycles thermiques pour les ferrules jusqu'à leur température maximale de fonctionnement avant d'exécuter l'application permet de réduire les fuites au niveau de l'assemblage.

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.

AVERTISSEMENT

Si de l'hydrogène est utilisé comme gaz vecteur, le débit d'hydrogène doit être arrêté avant d'éteindre 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](#) » page 25 avant de faire fonctionner le MSD avec de l'hydrogène.

AVERTISSEMENT

Toujours porter des lunettes de protection lors de la manipulation des colonnes capillaires. L'utilisateur doit veiller à ne pas se blesser avec l'extrémité de la colonne.

4 Installation des colonnes GC 7890

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

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

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 d.i., pour colonnes de 0,10 mm de d.i. (5062-3518)
 - 0,37 mm de d.i., pour colonnes de 0,20 mm de d.i. (5062-3516)
 - 0,40 mm de d.i., pour colonnes de 0,25 mm de d.i. (5181-3323)
 - 0,5 mm de d.i., pour colonnes de 0,32 mm de d.i. (5062-3514)
 - 0,8 mm de d.i., pour colonnes de 0,53 mm de d.i. (5062-3512)
- Écrou de colonne côté injecteur (5181-8830 pour GC Agilent 7890/7820 et 8890/8860)
- Loupe
- Septum (peut être un septum d'injecteur utilisé, ancien)

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

AVERTISSEMENT

Le chromatographe en phase gazeuse fonctionne à haute température. Ne toucher aucune pièce du GC à moins d'être sûr qu'elle est suffisamment refroidie.

AVERTISSEMENT

Toujours porter des lunettes de protection lors de la manipulation des colonnes capillaires. L'utilisateur doit veiller à ne pas se blesser avec l'extrémité de la 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.

4 Installation des colonnes GC 7890

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



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 glisser l'écrou de colonne et la ferrule préparée sur le côté libre de la colonne. (Voir **Figure 19**.) Le côté conique de la ferrule doit être orienté vers l'extérieur de l'écrou de colonne.

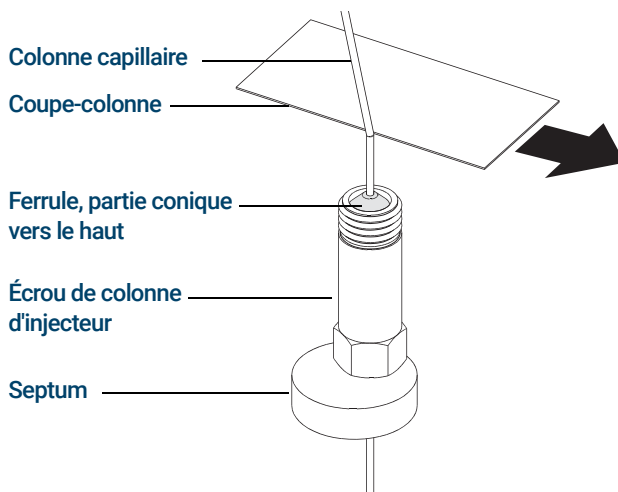


Figure 19. Préparation d'une colonne capillaire pour son installation

- 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 non pelucheux humidifié de méthanol.
- 7 Positionner la colonne pour qu'elle dépasse de 4 à 6 mm l'extrémité de la ferrule. (Voir **Figure 20**.)

4 Installation des colonnes GC 7890

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

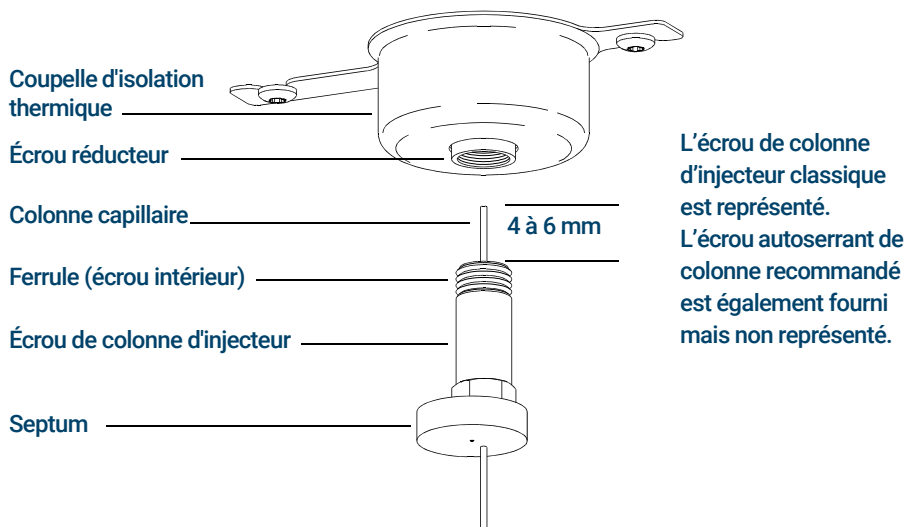


Figure 20. Installation d'une colonne capillaire dans un injecteur avec/sans division (split/splitless)

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

Voir aussi

Pour en savoir plus sur l'installation d'une colonne capillaire, reportez-vous au document *Optimisation des injections sans division sur le GC pour des analyses par MS de hautes performances*, numéro de publication Agilent Technologies 5988-9944EN.

Conditionnement d'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 GC 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. Ne toucher aucune des pièces du chromatographe en phase gazeuse à moins d'être sûr qu'elle est suffisamment refroidie.



Procédure

- 1 Installer la colonne dans l'injecteur du chromatographe en phase gazeuse. (Voir « **Installation d'une colonne capillaire dans un injecteur split/splitless (avec/sans division)** » page 87.)
- 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 maximale autorisée pour la colonne dans l'interface GC/MSD, le four du GC et l'injecteur.

- 6 Régler la température du four du GC sur 30 °C et attendre que ce dernier soit prêt.
- 7 Fixer la colonne à l'interface GC/MSD. (Voir « **Installation d'une colonne capillaire dans l'interface GC/MSD à l'aide de l'écrou autoserrant de colonne** » page 91.)

4 Installation des colonnes GC 7890

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

Installation d'une colonne capillaire dans l'interface GC/MSD 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.

Matériel nécessaire

- Cône d'étanchéité de l'interface (G3870-20542) (Voir **Figure 22** page 94.) (non utilisé avec la source EI SS ou Inert)
- Pièce de retenue du cône d'étanchéité à tête moletée (G3870-20547) (non utilisée avec une source EI SS ou Inert)
- Ressort du cône d'étanchéité (G7005-20024) (non utilisé avec une source EI SS ou Inert)
- 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/MSD (5190-5233)
- Ferrules, Vespel
 - 0,27 mm de d.i., pour colonnes de 0,10 mm de d.i. (5062-3518)
 - 0,37 mm de d.i., pour colonnes de 0,20 mm de d.i. (5062-3516)
 - 0,40 mm de d.i., pour colonnes de 0,25 mm de d.i. (5181-3323)
 - 0,5 mm de d.i., pour colonnes de 0,32 mm de d.i. (5062-3514)
 - 0,8 mm de d.i., pour colonnes de 0,53 mm de d.i. (5062-3512)
- Septum (peut être un septum d'injecteur utilisé, ancien)
- Lunettes de protection

4 Installation des colonnes GC 7890

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



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/MSD et d'autres composants de la chambre de l'analyseur fonctionnent à très haute température. Ne pas toucher les pièces à moins d'être sûr qu'elles sont suffisamment refroidies.

- 1 Conditionner la colonne. (Voir « **Conditionnement d'une colonne capillaire** » page 90.)

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 Mettre le MSD à pression atmosphérique et ouvrir la chambre de l'analyseur. (Voir « **Mise à pression atmosphérique du MSD** » page 149 et « **Ouverture de la chambre de l'analyseur** » page 192.) Vérifier que l'extrémité de l'interface GC/MSD est visible.

AVERTISSEMENT

Le chromatographe en phase gazeuse fonctionne à haute température. Ne toucher aucune des pièces du GC à moins d'être sûr qu'elle est suffisamment refroidie.

- 3 Si installés, retirer le cône d'étanchéité de l'interface, le ressort et la pièce de retenue du cône d'étanchéité moletée de l'extrémité de l'interface GC/MSD.
- 4 Enfiler l'extrémité libre de la colonne GC à travers un écrou d'interface et une ferrule conditionnée. L'extrémité conique de la ferrule doit pointer vers l'écrou.
- 5 Faire glisser la colonne dans l'interface GC/MSD.

ATTENTION

Ne pas raccourcir la colonne à l'intérieur du module d'extraction sous vide. Des morceaux de colonne pourraient tomber ou être aspirés dans la pompe turbomoléculaire et l'endommager.

- 6 Utiliser le coupe-colonne pour entailler la colonne à 2 cm de son extrémité.

4 Installation des colonnes GC 7890

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

- 7 Tout en maintenant la colonne contre le coupe-colonne avec le pouce, couper la colonne avec la lame du coupe-colonne.
- 8 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 6 et 7.
- 9 Essuyer l'extrémité avec de l'alcool.
- 10 Ajuster la colonne afin qu'elle dépasse de l'extrémité de l'interface GC/MSD de la distance indiquée.

Pour l'installation d'une source EI XTR, SS, Inert ou CI (voir Figure 21), la colonne dépasse d'environ 1 mm du tube de guidage de la colonne.

Pour l'installation d'une source EI HES (voir Figure 22), la colonne dépasse de 4 à 5 mm du tube de guidage de la colonne.

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 21. Installation d'une colonne capillaire dans l'interface GC/MSD pour une source EI EXT, SS, Inert ou CI.

4 Installation des colonnes GC 7890

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



Figure 22. Installation d'une colonne capillaire dans l'interface GC/MSD pour une source EI HES.

- 11 Serrer l'écrou à la main. (Voir **Figure 23**.) S'assurer que la position de la colonne ne change pas lors du serrage de l'écrou. Ne pas serrer excessivement l'écrou.
- 12 Serrer l'écrou dans le sens des aiguilles d'une montre. Continuer à serrer jusqu'à sentir la ferrule enserrer la colonne.
- 13 Vérifier le four du chromatographe en phase gazeuse pour s'assurer que la colonne ne touche pas les parois du four.



Figure 23. Installation d'une colonne capillaire dans l'interface GC/MSD

4 Installation des colonnes GC 7890

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

ATTENTION

Faire attention lors du positionnement du cône d'étanchéité sur l'interface GC/MSD afin d'éviter d'endommager la colonne.

- 14 Installer le ressort, le cône d'étanchéité et la pièce de retenue du cône d'étanchéité moletée sur l'interface GC/MSD. (Voir « **Installation du cône d'étanchéité de l'interface GC/MSD** » page 100.) Ne pas utiliser de cône d'étanchéité d'interface, de ressort ou de pièce de retenue du cône d'étanchéité à tête moletée avec une source EI SS ou Inert. Sur ces sources, le cône d'interface ne permet pas l'installation d'un cône d'étanchéité. (Voir **Figure 56** page 196.)

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 Vérifier **doucement** l'alignement de la source d'ions et du cône d'étanchéité de l'interface.

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

- 16 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.
- 17 Refermer la porte de la chambre de l'analyseur. (Voir « **Fermeture de la chambre de l'analyseur** » page 237.)

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

Cette procédure est destinée à l'installation d'une colonne capillaire directement dans l'analyseur. Deux types d'écrou de colonne peuvent être utilisés dans l'interface GC/MSD : L'écrou de colonne standard décrit ici et l'écrou autoserrant de colonne décrit dans « **Installation d'une colonne capillaire dans l'interface GC/MSD à l'aide de l'écrou autoserrant de colonne** » page 91.

Matériel nécessaire

- Cône d'étanchéité de l'interface (G3870-20542) (voir **Figure 21** page 93 et **Figure 22** page 94.) (Non utilisé avec la source EI SS ou Inert)
- Pièce de retenue du cône d'étanchéité à tête moletée (G3870-20547) (non utilisée avec une source EI SS ou Inert)
- Ressort de cône d'étanchéité (G7005-20024) (non utilisé avec une source EI SS ou Inert)
- 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 d.i., pour colonnes de 0,10 mm de d.i. (5062-3507)
 - 0,4 mm de d.i., pour colonnes de 0,20 et 0,25 mm de d.i. (5062-3508)
 - 0,5 mm de d.i., pour colonnes de 0,32 mm de d.i. (5062-3506)
 - 0,8 mm de d.i., pour colonnes de 0,53 mm de d.i. (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)

4 Installation des colonnes GC 7890

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



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/MSD et d'autres composants de la chambre de l'analyseur fonctionnent à très haute température. Ne pas toucher les pièces à moins d'être sûr qu'elles sont suffisamment refroidies.

- 1 Conditionner la colonne. (Voir « [Conditionnement d'une colonne capillaire](#) » page 90.)

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 Mettre le MSD à pression atmosphérique et ouvrir la chambre de l'analyseur. (Voir « [Mise à pression atmosphérique du MSD](#) » page 149 et « [Ouverture de la chambre de l'analyseur](#) » page 192.) Vérifier que l'extrémité de l'interface GC/MSD est visible.

AVERTISSEMENT

Le chromatographe en phase gazeuse fonctionne à haute température. Ne toucher aucune des pièces du chromatographe en phase gazeuse à moins d'être sûr qu'elle est suffisamment refroidie.

- 3 Si installés, retirer la pièce de retenue du cône d'étanchéité moletée, le cône d'étanchéité de l'interface et le ressort de l'extrémité de l'interface GC/MSD.
- 4 Enfiler l'extrémité libre de la colonne GC à travers un écrou d'interface et une ferrule conditionnée. L'extrémité conique de la ferrule doit pointer vers l'écrou.
- 5 Faire glisser la colonne dans l'interface GC/MSD.

ATTENTION

Ne pas raccourcir la colonne à l'intérieur du module d'extraction sous vide. Des morceaux de colonne pourraient tomber ou être aspirés dans la pompe turbomoléculaire et l'endommager.

4 Installation des colonnes GC 7890

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

- 6 Utiliser le coupe-colonne pour entailler la colonne à 2 cm de l'extrémité.
- 7 Tout en maintenant la colonne contre le coupe-colonne avec le pouce, couper la colonne avec la lame du coupe-colonne.
- 8 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 6 et 7.
- 9 Essuyer l'extrémité avec de l'alcool.
- 10 Ajuster la colonne afin qu'elle dépasse de l'extrémité du tube de guidage de l'interface GC/MSD de la distance indiquée.

Pour l'installation d'une source XTR, SS, Inert ou CI (voir **Figure 21** page 93), la colonne dépasse d'environ 1 mm.

Pour l'installation d'une source EI HES (voir **Figure 22** page 94), la colonne dépasse de 4 à 5 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.

- 11 Serrer l'écrou à la main. S'assurer que la position de la colonne ne change pas lors du serrage de l'écrou. Ne pas serrer excessivement l'écrou.
- 12 Vérifier le four du chromatographe en phase gazeuse pour s'assurer que la colonne ne touche pas les parois du four.
- 13 Resserrer l'écrou de 1/4 à 1/2 tour supplémentaire.
- 14 Vérifier le serrage de l'écrou après un ou deux cycles thermiques ; resserrer encore si nécessaire.

ATTENTION

Faire attention lors du positionnement du cône d'étanchéité sur l'extrémité de l'interface GC/MSD afin d'éviter d'endommager la colonne.

4 Installation des colonnes GC 7890

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

- 15 Installer le ressort, le cône d'étanchéité et la pièce de retenue du cône d'étanchéité moletée sur l'interface GC/MSD. (Voir « **Installation du cône d'étanchéité de l'interface GC/MSD** » page 100.) Ne pas utiliser de cône d'étanchéité d'interface, de ressort ou de pièce de retenue du cône d'étanchéité à tête moletée avec une source EI SS ou Inert. Sur ces sources, le cône d'interface ne permet pas l'installation d'un cône d'étanchéité. (Voir **Figure 56** page 196.)

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.

- 16 Vérifier **doucement** l'alignement de la source d'ions et du cône d'étanchéité de l'interface.

Lorsque la source d'ionisation est alignée correctement, il est possible de fermer entièrement la chambre de l'analyseur sans aucune résistance hormis la mise en tension du ressort d'appui du cône d'étanchéité de l'interface.
- 17 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.
- 18 Refermer la porte de la chambre de l'analyseur. (Voir « **Fermeture de la chambre de l'analyseur** » page 237.)

Installation du cône d'étanchéité de l'interface GC/MSD

Matériel nécessaire

- Cône d'étanchéité de l'interface (G3870-20542)
- Ressort du cône d'étanchéité (G7005-20024)
- Pièce de retenue du cône d'étanchéité à tête moletée (G3870-20547)

Le cône d'étanchéité de l'interface doit être en place pour les sources CI, EI XTR et HES. Le cône d'étanchéité, le ressort et la pièce de retenue du cône d'étanchéité à tête moletée ne sont pas utilisés avec la source EI SS ou Inert.

- Gants propres, non pelucheux
 - Grande taille 8650-0030
 - Petite taille 8650-0059

ATTENTION

Toute décharge électrostatique 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.

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 Vérifier que la source CI, EI XTR ou HES est installée. Ce cône d'étanchéité et son ressort ne doivent pas être installés lorsqu'une source EI SS ou Inert est installée. (Voir **Figure 22** page 94.)
- 2 Retirer le cône d'étanchéité de l'interface, le ressort et la pièce de retenue de l'écrou à tête moletée de la boîte de rangement de la source. Dans cet ordre, faire glisser le ressort, le cône d'étanchéité et la pièce de retenue de l'écrou à tête moletée sur le manchon de la colonne.
- 3 Visser la pièce de retenue du cône d'étanchéité à tête moletée dans le support du cône et serrer à la main.

4 Installation des colonnes GC 7890

Installation du cône d'étanchéité de l'interface GC/MSD



Figure 24. Cône d'étanchéité de l'interface GC/MSD

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 Vérifier **délicatement** 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.
- 5 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.

Étalonnage de la vitesse linéaire du débit de la colonne dans un GC 7890

Les étapes indiquées ci-dessous s'appliquent aux systèmes GC des séries 7890 et 6890 uniquement. Les colonnes capillaires doivent être étalonnées avant d'être utilisées avec le MSD.

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]** (Préparer l'analyse) sur le clavier du GC.
- 3 Injecter 1 μ L d'air dans l'injecteur du GC, puis appuyer sur **[Start Run]** (Commencer l'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 GC) 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 **Calibrate** (Étalonner) pour afficher la boîte de dialogue **Calibrate Column** (Étalonner la colonne).
- 9 Cliquer sur **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). (Voir [Figure 25](#).)

4 Installation des colonnes GC 7890

Étalonnage de la vitesse linéaire du débit de la colonne dans un GC 7890

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

Figure 25. Boîte de dialogue Calibrate column length (Étalonner la longueur de la colonne)

- 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.

4 Installation des colonnes GC 7890

Étalonnage de la vitesse linéaire du débit de la colonne dans un GC 7890

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

Interface GC/MSD pour un GC série 7890B

L'interface GC/MSD est un conduit chauffé entre la colonne capillaire et le MSD. (Voir **Figure 26**.) 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 traverse la paroi latérale du GC et pénètre dans le four. Cette extrémité 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. L'extrémité de la colonne capillaire dépasse légèrement de l'extrémité du tube de guidage de la colonne et pénètre dans la chambre d'ionisation.

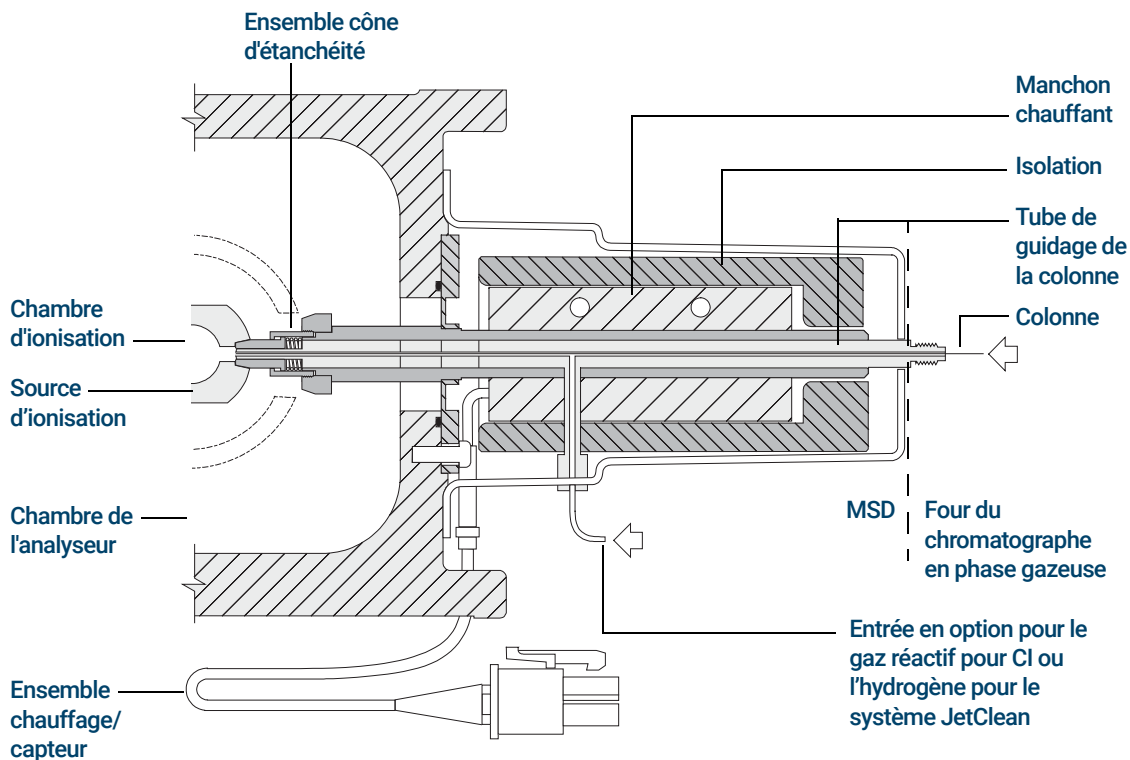


Figure 26. Interface GC/MSD pour un GC 7890B avec source EI XTR, HES ou CI

4 Installation des colonnes GC 7890

Interface GC/MSD pour un GC série 7890B

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 GC. La température de l'interface est réglable depuis le logiciel d'acquisition GC/MS Agilent MassHunter ou depuis le GC. Un capteur de thermocouple situé dans l'interface surveille la température.

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

L'interface GC/MSD peut être utilisée avec des sources EI et CI. Les sources EI XTR, HES et CI nécessitent un ensemble cône d'étanchéité. Le cône d'étanchéité, le ressort et la pièce de retenue du cône d'étanchéité à tête moletée ne sont pas compatibles avec les sources EI SS et Inert et doivent être retirés quand ces sources sont utilisées.

(Voir « **Installation d'une colonne capillaire dans l'interface GC/MSD à l'aide de l'écrou autoserrant de colonne** » page 91 et « **Installation d'une colonne capillaire dans l'interface GC/MSD à l'aide d'un écrou de colonne standard** » page 96.)

AVERTISSEMENT

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

5

Utilisation en mode EI

- Exploitation du MSD depuis le DS 109
- Utilisation du MSD à partir du panneau de commande du GC 7890 110
- Configuration du MSD via l'interface utilisateur Web (WUI) 114
- Lecture du mini-affichage de l'eModule 118
- DEL d'état de l'instrument du panneau avant 119
- Avant de mettre le MSD en marche 120
- Mise sous vide 122
- Contrôle des températures 122
- Contrôle du débit de la colonne 123
- Mise à pression atmosphérique du MSD 124
- Affichage de la température et du vide du MSD en réglage manuel 126
- Réglage des moniteurs du MSD pour qu'ils affichent l'état du vide et la température 128
- Réglage des températures de l'analyseur à partir de la vue Instrument Control (Pilote de l'instrument) 131
- Réglage des températures de l'interface GC/MSD à partir de MassHunter 133
- Surveillance de la pression du vide poussé 135
- Réglage du MSD en mode EI 138
- Configuration du mode de fonctionnement du système JetClean (en option) 140
- Configuration des paramètres du système JetClean pour le mode nettoyage uniquement 141
- Vérification de la performance du système EI 143
- Test des masses élevées 145
- Ouverture des couvercles du MSD 148
- Mise à pression atmosphérique du MSD 149
- Mise du MSD sous vide 152

5 Utilisation en mode EI

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

Si vous utilisez le *chromatographe en phase gazeuse Agilent Intuvo 9000* avec votre MSD, le fonctionnement en mode ionisation chimique (CI) n'est actuellement pas pris en charge.

Exploitation du MSD depuis le DS

Le logiciel d'acquisition GC/MS 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 d'acquisition GC/MS Agilent MassHunter contiennent des informations supplémentaires.

ATTENTION

Le logiciel et le programme sont révisés périodiquement. Si les étapes décrites dans ces procédures ne correspondent pas à votre logiciel d'acquisition GC/MS Agilent MassHunter, voir les manuels et l'aide en ligne fournis avec le logiciel pour plus d'informations.

5 Utilisation en mode EI

Utilisation du MSD à partir du panneau de commande du GC 7890

Utilisation du MSD à partir du panneau de commande du GC 7890

Le panneau de commande du GC 7890A+ ou 7890B peut afficher la température et la pression réelles du MSD ou démarrer une tâche sur le MSD sans passer par le logiciel d'acquisition GC/MS Agilent MassHunter. 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 GC. Des fonctionnalités limitées sont disponibles à partir du panneau de commande du GC. Le logiciel d'acquisition GC/MS Agilent 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 GC

La touche **MS/Aux Det** sur le panneau de commande du GC 7890B permet d'accéder aux paramètres de contrôle et de configuration sur le MSD. (Voir [Figure 27](#).) Pour les modèles 7890+ 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.



Figure 27 Panneau de commande GC 7890B

5 Utilisation en mode EI

Utilisation du MSD à partir du panneau de commande du GC 7890

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 GC.

Modification des températures du MSD à partir du panneau de commande du GC

- 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 GC 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 GC

- 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 GC

- 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 MSD).
- 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.

5 Utilisation en mode EI

Utilisation du MSD à partir du panneau de commande du GC 7890

Mise sous vide du MSD à partir du panneau de commande GC

- 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 la mise sous vide 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 GC

- 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 GC

- 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 GC

- 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**: utiliser le clavier du GC pour saisir la nouvelle adresse IP du MSD, puis appuyer sur **Enter** (Entrée) pour terminer la saisie.
- 3 Attendre que le GC affiche la nouvelle adresse IP. Redémarrer le MSD ou accéder à l'adresse de passerelle à l'aide du bouton flèche vers le bas
- 4 Appuyer sur la flèche vers le bas pour faire défiler jusqu'à **GW**: et utiliser le clavier du GC pour saisir la nouvelle adresse de passerelle du réseau local, puis appuyer sur **Enter** (Entrée) pour terminer la saisie.
- 5 Appuyer sur la flèche vers le bas pour faire défiler jusqu'à **SW**: et utiliser le clavier du GC 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.)

5 Utilisation en mode EI

Utilisation du MSD à partir du panneau de commande du GC 7890

Redémarrage du MSD à partir du panneau de commande GC

- 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. La LED devient rouge jusqu'à ce que le cycle de redémarrage soit terminé.

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 GC.
- 5 Redémarrer le MSD. (Voir « **Redémarrage du MSD à partir du panneau de commande GC** » page 113.)

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

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

- La communication LVDS n'existe pas entre le GC et le MSD
- Le GC n'est pas un modèle 8890, 7890B ou 7890A+ 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 l'interrupteur **MSD On/Off** (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 le mini-affichage et continue l'initialisation pendant **10 minutes** environ.
- 3 Copier l'adresse IP, la passerelle et le masque de sous-réseau du mini-affichage. Par défaut, ce sont 192.168.254.12, 0.0.0.0 et 255.255.255.0 respectivement.

5 Utilisation en mode EI

Modification des paramètres réseau du MSD

- 4 Saisir l'adresse IP dans l'URL du navigateur Web d'un PC pour afficher la page WUI. (Voir [Figure 28](#).)

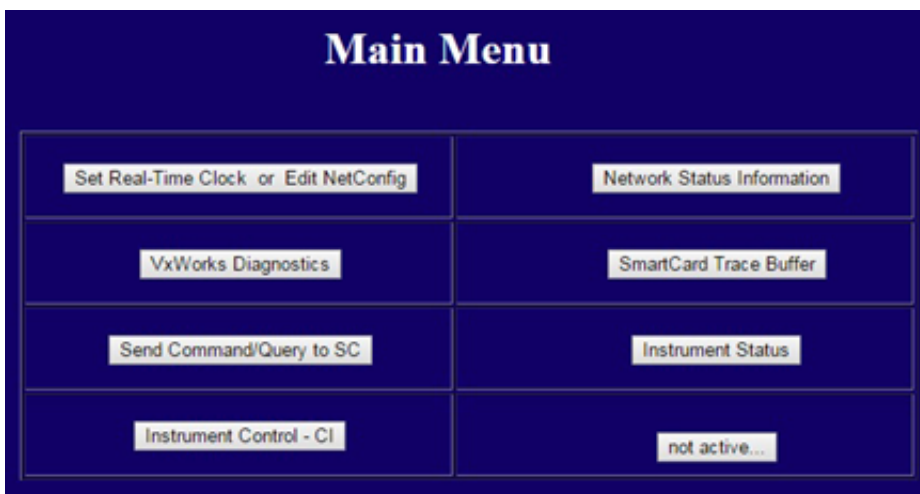


Figure 28 Menu principal de la WUI

- 5 Cliquer sur **Set Real-Time Clock or Edit NetConfig** (Définir l'heure réelle ou modifier NetConfig) et aller à **Edit NetConfig** (MSD network configuration) (**Modifier NetConfig** [configuration réseau du MSD]). (Voir [Figure 29](#).)

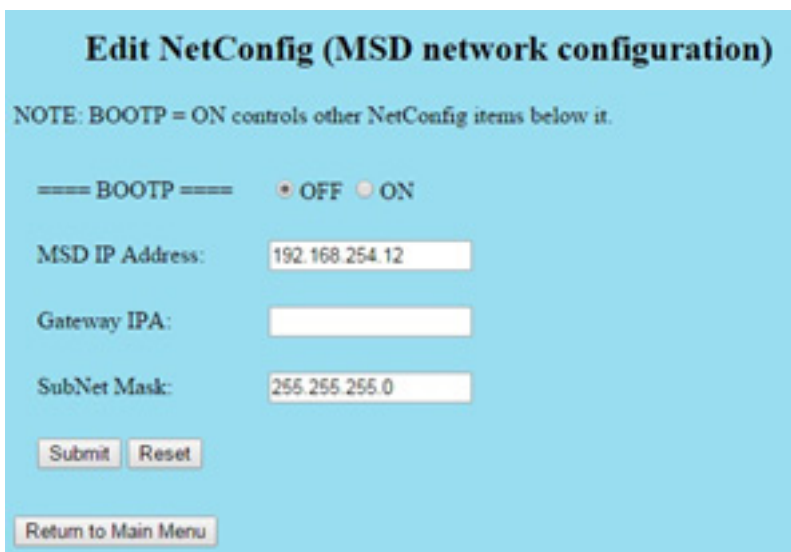


Figure 29 Fenêtre Edit NetConfig (Modifier NetConfig) de la WUI

5 Utilisation en mode EI

Modification des paramètres réseau du MSD

- 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. (Voir **Figure 30**.)



Figure 30 Configuration de l'adresse IP

5 Utilisation en mode EI

Modification des paramètres réseau du MSD

- 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 **MSD on/off** (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 GC ou de l'interface utilisateur Web (WUI) depuis un navigateur Web.



Figure 31 Mini-affichage de l'eModule

5 Utilisation en mode EI

DEL d'état de l'instrument du panneau avant

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 codes de couleurs et en regardant si la DEL est allumée/éteinte. (Voir **Tableau 8**.)

Tableau 8 Codes de la 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
Opération JetClean Acquire & Clean (Acquisition & Nettoyage)	Magenta clignotant
Opération JetClean Clean Only (Nettoyage uniquement)	Magenta fixe
Prêt et non connecté au DS	Bleu fixe
Démarrage (avant le chargement du programme)	Rouge clignotant (<2 s)
Défaut	Rouge fixe

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 pression atmosphérique doit être légèrement ouverte (bouton tourné à 45 degrés environ dans le sens antihoraire par rapport à la position complètement fermée).
- 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 dangereux, de l'hydrogène pour le système JetClean ou un gaz réactif est utilisé.
- Le MSD doit être raccordé sur une alimentation avec prise de terre câblée.
- L'interface GC/MSD pénètre dans le four du GC.
- Une colonne capillaire conditionnée est installée dans l'injecteur du GC et dans l'interface GC/MSD.
- Le GC est en marche, mais les zones chauffées de l'interface GC/MSD, de l'injecteur et du four du GC 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 de l'hydrogène est utilisé comme gaz vecteur ou pour l'alimentation du système JetClean, les vannes d'arrêt du gaz vecteur ou de l'alimentation du système JetClean doivent être fermées et la vis moletée supérieure de la plaque latérale de l'analyseur doit être serrée.
- 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 pour évacuer les rejets de la pompe primaire à l'extérieur ou dans une hotte aspirante. Contrôler que l'installation est conforme à la réglementation locale. Le piège fourni avec la pompe standard ne retient que l'huile de pompe. Il ne piège ni ne filtre les produits chimiques toxiques.

5 Utilisation en mode EI

Avant de mettre le MSD en marche

AVERTISSEMENT

Si de l'hydrogène est utilisé comme gaz vecteur ou pour l'alimentation du système JetClean, les vannes d'arrêt du gaz vecteur ou de l'alimentation du système JetClean doivent être fermées 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](#) » page 25 avant de faire fonctionner le MSD avec de l'hydrogène.

Mise sous vide

Le système de données ou les panneaux de commande du GC 8890/7890B facilitent la mise sous vide du MSD. Le procédé est principalement automatisé. Après avoir mis le MSD en marche en appuyant sur le bouton **On/Off** (marche/arrêt), fermer la porte de l'analyseur et fermer la vanne de mise à pression atmosphérique quand un sifflement se fait entendre (tout en pressant la plaque latérale). Le MSD se met sous vide de façon autonome. Le logiciel d'acquisition GC/MS Agilent MassHunter 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 se mettre sous vide correctement.

À l'aide des menus ou de l'affichage MSD, le DS 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 G3397B (en option).

Les panneaux de commande des GC 8890 et 7890B affichent également ces données.

Contrôle des températures

Les températures du MSD sont commandées par le DS. 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 DS, ou depuis le panneau de commande du GC.

Normalement, le chauffage de l'interface GC/MSD est alimenté et contrôlé par la zone chauffée Aux.°2 du GC. La température de l'interface GC/MSD peut être réglée et surveillée depuis le DS ou depuis le panneau de commande du GC 7890B.

Contrôle du débit de la colonne

Le flux de gaz vecteur est contrôlé par la pression de l'injecteur dans le GC. Régler le mode colonne sur **Constant Pressure** (Pression constante) pour maintenir la pression de l'injecteur constante, et le débit de la colonne diminuera au fur et à mesure que la température du four du chromatographe en phase gazeuse augmente. Avec le contrôle électronique de pression 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 « **Étalonnage de la vitesse linéaire du débit de la colonne dans un GC 7890** » page 102 selon les besoins. Pour un GC 8890, voir le manuel d'utilisation du GC 8890.)

Contrôle du débit d'hydrogène du système JetClean

L'option JetClean utilise de l'hydrogène pour nettoyer la source d'ionisation. Le débitmètre massique du système JetClean envoie de l'hydrogène vers l'analyseur au moyen de la ligne CI dans l'interface GC/MSD. Le débit est contrôlé par le logiciel d'acquisition GC/MS MassHunter. Le système JetClean n'est compatible qu'avec les systèmes à turbo utilisant une source EI Inert ou EI HES. (Voir « **Configuration du mode de fonctionnement du système JetClean (en option)** » page 140.)

Mise à pression atmosphérique du MSD

Le DS guide l'utilisateur pendant la séquence de mise à pression atmosphérique. Il coupe les chauffages du GC 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 de 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.

AVERTISSEMENT

Si de l'hydrogène est utilisé comme gaz vecteur ou pour l'alimentation du système JetClean, les vannes d'arrêt du gaz vecteur ou de l'alimentation du système JetClean doivent être fermées 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](#) » page 25 avant de faire fonctionner le MSD avec de l'hydrogène.

AVERTISSEMENT

Ne jamais ouvrir la vanne d'évent ou fermer les pompes à vide sans fermer au préalable les vannes d'arrêt de tout le débit d'hydrogène vers l'analyseur. Ceci inclut l'hydrogène comme gaz vecteur et l'hydrogène pour le système JetClean.

5 Utilisation en mode EI

Mise à pression atmosphérique du MSD

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 [Tableau 3](#) page 19.)

Pour des instructions détaillées sur la mise à pression atmosphérique, voir « [Mise à pression atmosphérique du MSD](#) » page 149.

5 Utilisation en mode EI

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

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

Il est également possible d'utiliser le panneau de commande du GC pour réaliser cette tâche. (Voir « **Utilisation du MSD à partir du panneau de commande du GC 7890** » page 110.) Pour un GC 8890, voir le manuel d'utilisation du GC 8890.

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. (Voir **Figure 32** et **Figure 33** page 127).

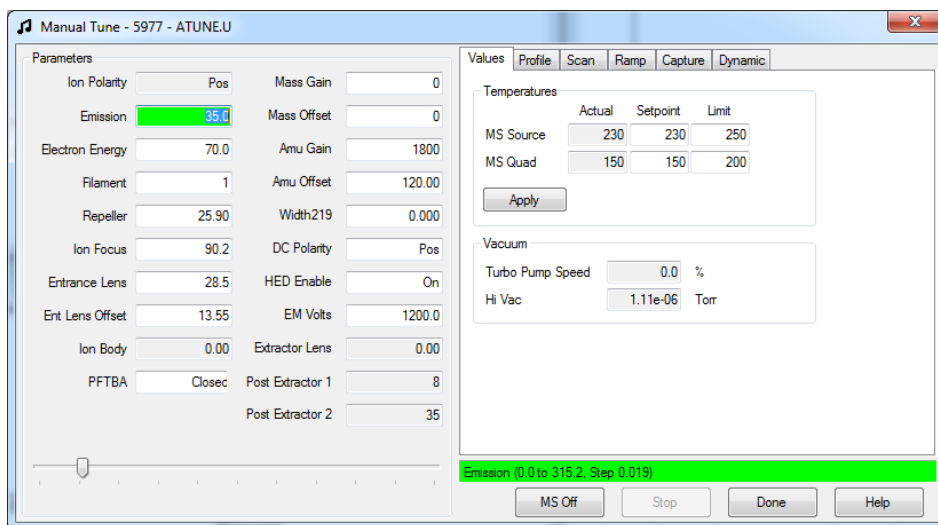


Figure 32 Onglet des valeurs du réglage manuel

5 Utilisation en mode EI

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

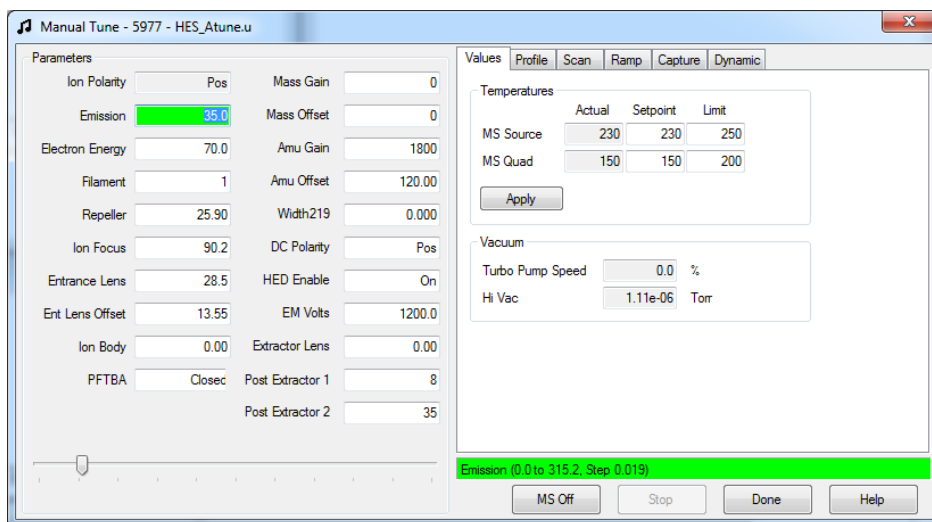


Figure 33 Onglet des valeurs du réglage manuel HES

- 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 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 turbomoléculaire 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 deux zones de MSD.

5 Utilisation en mode EI

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

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** (Pilotage de l'instrument), sélectionner **Edit Monitors** (Modifier les moniteurs) dans le menu **Instrument** pour afficher la boîte de dialogue **Select Monitors** (Sélectionner des moniteurs). (Voir [Figure 34](#).)

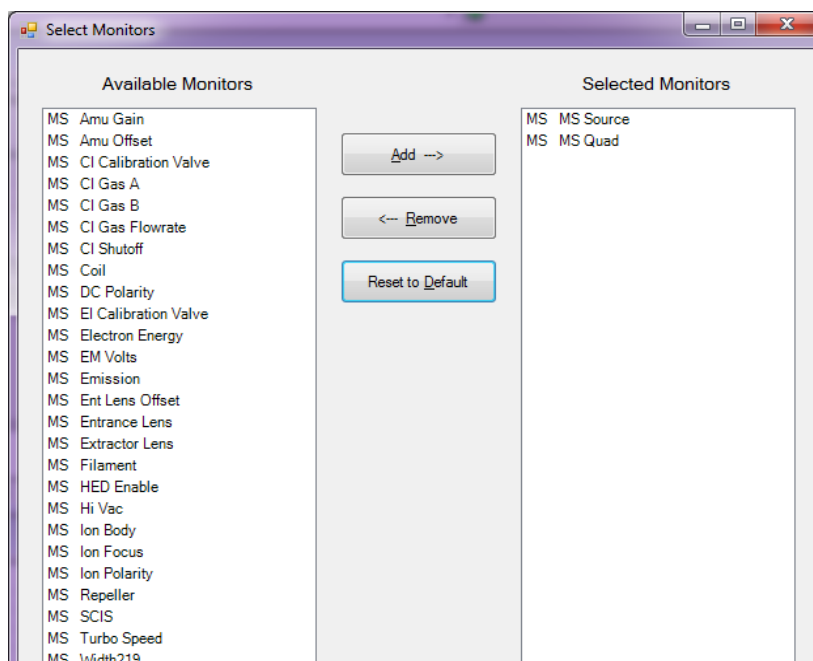


Figure 34 Boîte de dialogue Select Monitors (Sélectionner des moniteurs)

5 Utilisation en mode EI

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

- 2 Dans la colonne **Available Monitors** (Moniteurs disponibles), choisir un moniteur et cliquer sur **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. (Voir **Figure 35**.)

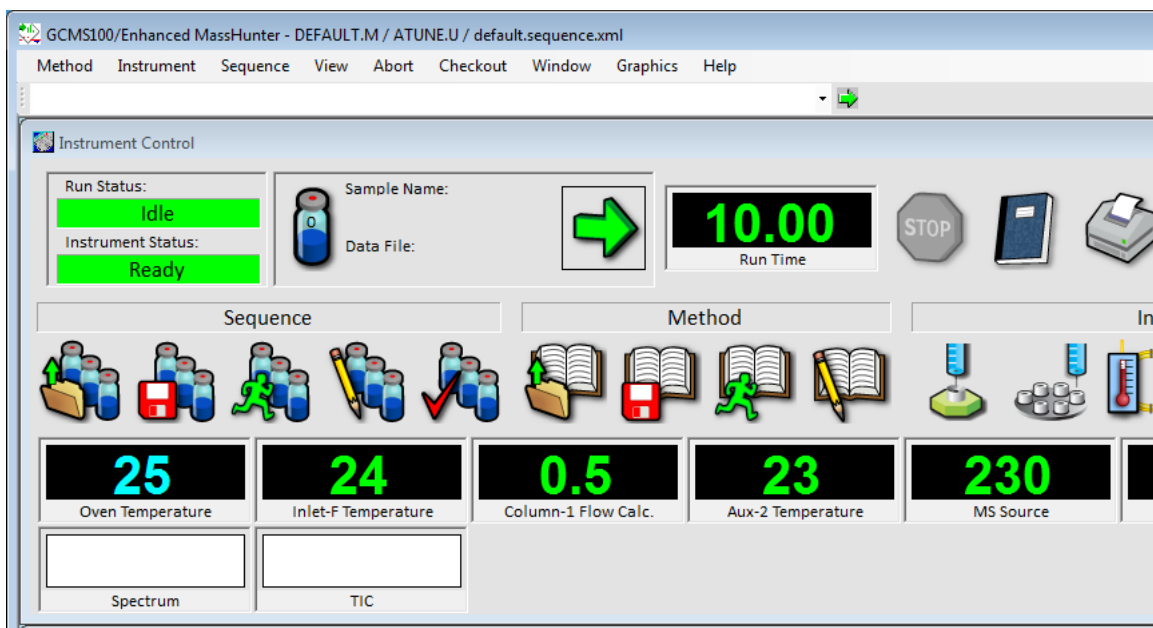


Figure 35 Positionnement des moniteurs

5 Utilisation en mode EI

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

- 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. (Voir **Figure 36**.)

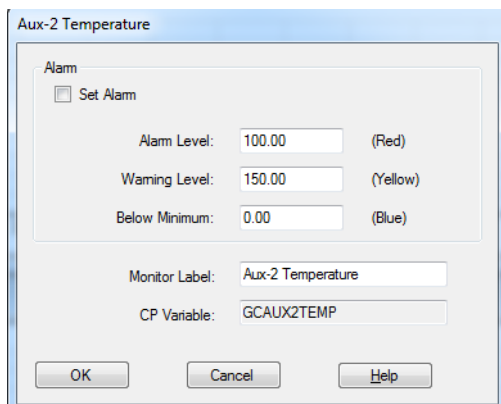


Figure 36 Configuration de l'alarme du moniteur

- a Cocher la case **Set Alarm** (Régler 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.

5 Utilisation en mode EI

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

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 Quad 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**. (Voir **Figure 37**.)

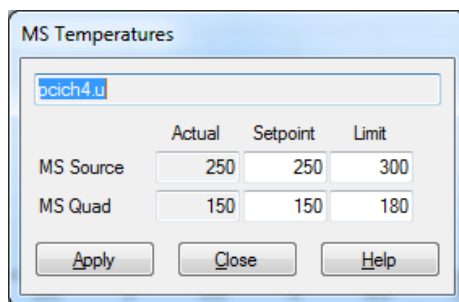


Figure 37 Boîte de dialogue de la température du MS

- 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 **Tableau 9**.)

Tableau 9 Températures de consigne recommandées

	Fonctionnement en mode EI	Mode PCI	Mode NCI
Source du spectromètre de masse	230	250	150
Quad du MS	150	150	150

5 Utilisation en mode EI

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

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 **Close** (Fermer) 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).

5 Utilisation en mode EI

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

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 > Modifier les paramètres du GC).
- 2 Cliquer sur l'icône **Aux Heaters** (Chauffages aux) pour modifier la température de l'interface. (Voir **Figure 38**.)

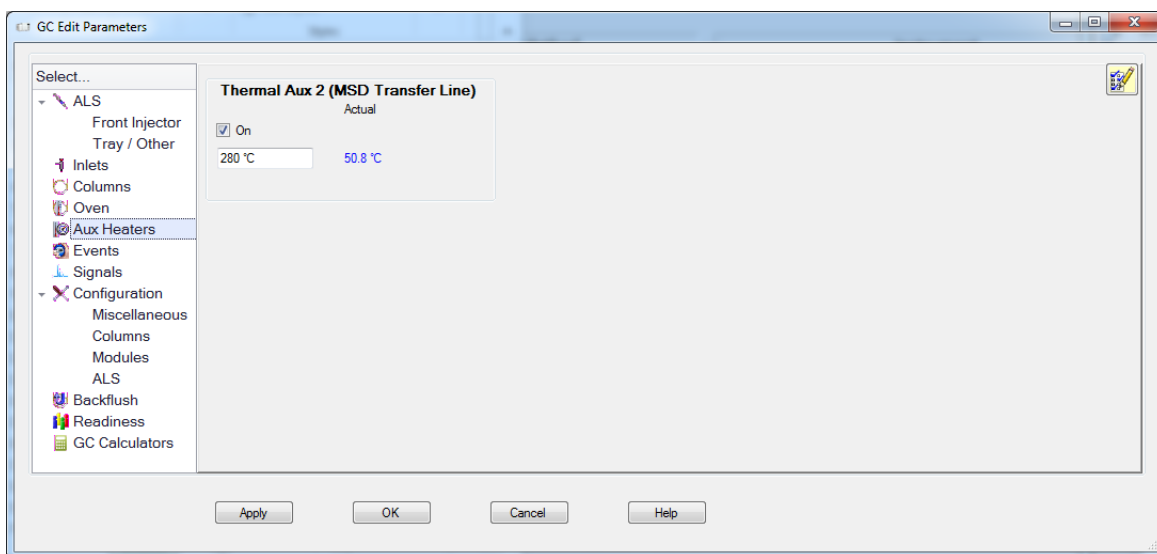


Figure 38 Fenêtre de modification des paramètres du GC 8890

5 Utilisation en mode EI

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

- 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 activé et que la colonne a été purgée pour éliminer l'air, avant de chauffer l'interface GC/MSD ou le four du GC.

Lors du réglage de la température de l'interface GC/MSD, 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 G3397B (en option).

AVERTISSEMENT

Si de l'hydrogène est utilisé comme gaz vecteur, le débit d'hydrogène doit être arrêté avant d'éteindre 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** » page 25 avant de faire fonctionner le MSD avec de l'hydrogène.

Procédure

- 1 S'assurer que les vannes d'arrêt de l'alimentation en hydrogène sont fermées si ce gaz est utilisé comme vecteur ou pour le système JetClean.
- 2 Démarrer et mettre sous vide le MSD. (Voir « **Mise du MSD sous vide** » page 152.)
- 3 Dans la vue **Tune and Vacuum Control** (Réglage et contrôle du vide), sélectionner **Turn Vacuum Gauge on/off** (Activer / désactiver le dépressiomètre) dans le menu **Vacuum** (Vide).
- 4 Sélectionner **Manual Tune** (Réglage manuel) dans le menu **Parameters** (Paramètres) pour afficher la boîte de dialogue Manual Tune (Réglage manuel).
- 5 Sélectionner l'onglet **Values** (Valeurs) pour afficher la mesure du vide poussé. (Voir **Figure 39**.)

5 Utilisation en mode EI

Surveillance de la pression du vide poussé

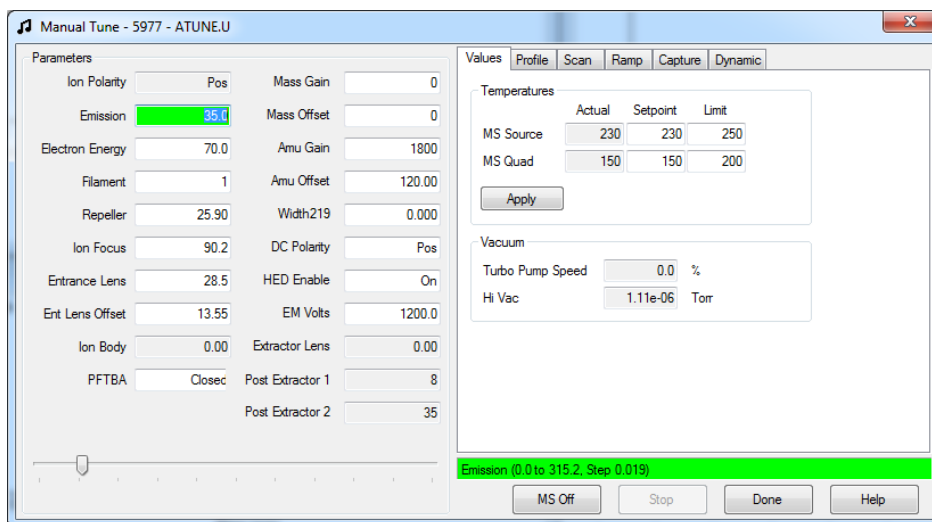


Figure 39 Onglet des valeurs du réglage manuel, mesure du vide poussé

La plus grande influence sur la pression de fonctionnement en mode EI est le flux de gaz vecteur (colonne). Le **Tableau 10** 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 10 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
4	2,48E-05		
6	3,75E-05		

5 Utilisation en mode EI

Surveillance de la pression du vide poussé

Si la pression est constamment supérieure aux valeurs listées, voir l'aide en ligne du logiciel d'acquisition GC/MS Agilent 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 écran de MSD pour afficher cette mesure de vide. Il est également possible de lire la pression de vide sur le panneau de commande du GC série 7890 ou 8890 ou à partir de l'écran Manual Tune (Réglage manuel).

Réglage du MSD en mode EI

Il est également possible d'utiliser le panneau de commande du GC 7890B pour exécuter l'autotune qui est actuellement chargé dans MassHunter. (Voir « **Utilisation du MSD à partir du panneau de commande du GC 7890** » page 110.)

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, **Autotune** donne de bons résultats.
- 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 EI est utilisée, sélectionner un fichier de réglage créé pour une source EI.

- 4 Cliquer sur l'icône **MS Tune** (Réglage du spectromètre de masse) pour afficher la boîte de dialogue **Select Tune Type** (Sélectionner le type de réglage). (Voir **Figure 40**.)

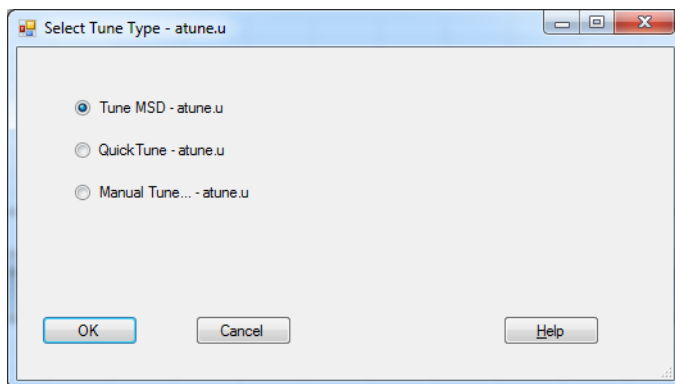


Figure 40 Sélectionner la boîte de dialogue du type de réglage

5 Utilisation en mode EI

Réglage du MSD en mode EI

- 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** (Pilotage de l'instrument).

Pour afficher l'historique des résultats de réglage, dans la vue **Instrument Control** (Pilotage 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 et l'aide en ligne fournis avec le logiciel d'acquisition GC/MS Agilent MassHunter pour plus d'informations sur le réglage.

Configuration du mode de fonctionnement du système JetClean (en option)

Procédure :

- 1 Dans la vue **Instrument Control** (Pilotage de l'instrument), cliquer sur l'icône **MS Parameters** (Paramètres de MS).
- 2 Dans le panneau de navigation Single Quadrupole MS Method Editor (Modification de la méthode MS simple quadripôle), sélectionner l'onglet **JetClean**. (Voir **Figure 41**.)
- 3 Dans le menu déroulant **Operation** (Fonctionnement), sélectionner un mode.

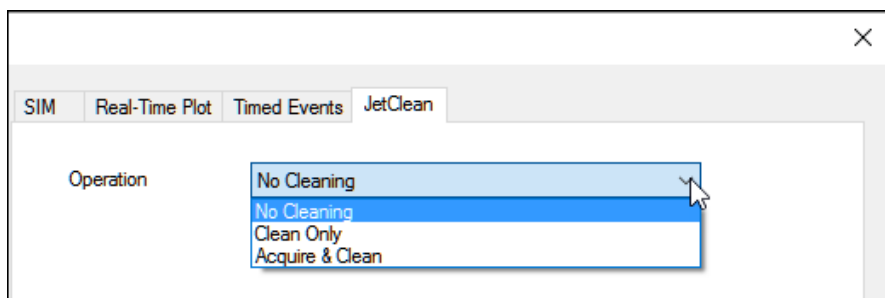


Figure 41 Sélection du mode de fonctionnement du système JetClean

Pour des informations plus détaillées sur le système JetClean, consulter le *JetClean Operating manual* (Manuel d'utilisation JetClean).

5 Utilisation en mode EI

Configuration des paramètres du système JetClean pour le mode nettoyage uniquement

Configuration des paramètres du système JetClean pour le mode nettoyage uniquement

Procédure :

- 1 Dans la vue **Instrument Control** (Pilotage de l'instrument), cliquer sur l'icône **MS Parameters** (Paramètres de MS).
- 2 Dans Single Quadrupole MS Method Editor (Modification de la méthode MS simple quadripôle), sélectionner l'onglet **JetClean**. (Voir **Figure 42**.)
- 3 Dans le menu déroulant **Operation** (Fonctionnement), sélectionner **Clean Only** (Nettoyage uniquement).

The screenshot shows the 'JetClean' configuration window. At the top, the 'Operation' dropdown menu is set to 'Clean Only'. Below this, the 'Cleaning' section contains several parameters: 'Hydrogen flow' is set to 0.13 mL/min with a note '(limited to steps of 0.0666 mL/min)'; 'Filament' is set to 'Filament 2'; 'Emission' is set to 10 µA; 'Source Temperature' is set to 230 °C; 'Quadrupole Temperature' is set to 150 °C; and 'Duration' is set to 1.3 min. The 'Post Cleaning' section contains a text box explaining that post-cleaning temperatures are derived from the Tune File and a 'Stabilization Duration' set to 10.0 min. At the bottom, there are 'Clean Only', 'OK', 'Cancel', and 'Help' buttons.

Figure 42 JetClean configuré en mode Clean Only (Nettoyage uniquement)

5 Utilisation en mode EI

Configuration des paramètres du système JetClean pour le mode nettoyage uniquement

- 4 Saisir les paramètres fournis par votre développeur de méthodes.
- 5 Enregistrer la méthode.

Vérification de la performance du système EI

Matériel nécessaire pour une source EI HES

- Étalon de vérification OFN 10 fg/ μ L 3 \times 1 mL (5190-0585)

Matériel nécessaire pour une source EI XTR, SS ou Inert

- Étalon de vérification OFN EI 1 pg/ μ L 3 \times 1 mL (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 GC de 150 °C et un débit de colonne de 1,0 mL/min.
- 3 Dans la vue **Instrument Control** (Pilotage de l'instrument), sélectionner **Checkout Tune** (Réglage de la vérification) à partir du menu **Checkout** (Vérification). Le logiciel exécute alors un autoréglage et imprime le rapport.
- 4 Lorsque le réglage 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 (autotune) et imprime un rapport de réglage et de vérification du système.

5 Utilisation en mode EI

Vérification de la performance du système EI

Vérification de la performance de sensibilité

- 1 Se préparer à injecter 1 μL de l'échantillon de contrôle indiqué dans le matériel nécessaire pour votre type de source ci-dessus, soit avec l'injecteur automatique d'échantillons liquides, soit manuellement.
- 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** (Alerte) 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.

Test des masses élevées

Matériel nécessaire

- Échantillon de contrôle de masse élevée PFHT 3 × 1 mL (5188-5357)

Procédure

- 1 Charger le fichier de réglage autotune (atune.u, HES_atune.u, etune.u) puis procéder à l'autoréglage du MSD. (Voir « **Réglage du MSD en mode EI** » page 138.)
- 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 5 minutes, impression du rapport comprise. (Voir **Figure 43** page 146.)

5 Utilisation en mode EI

Test des masses élevées

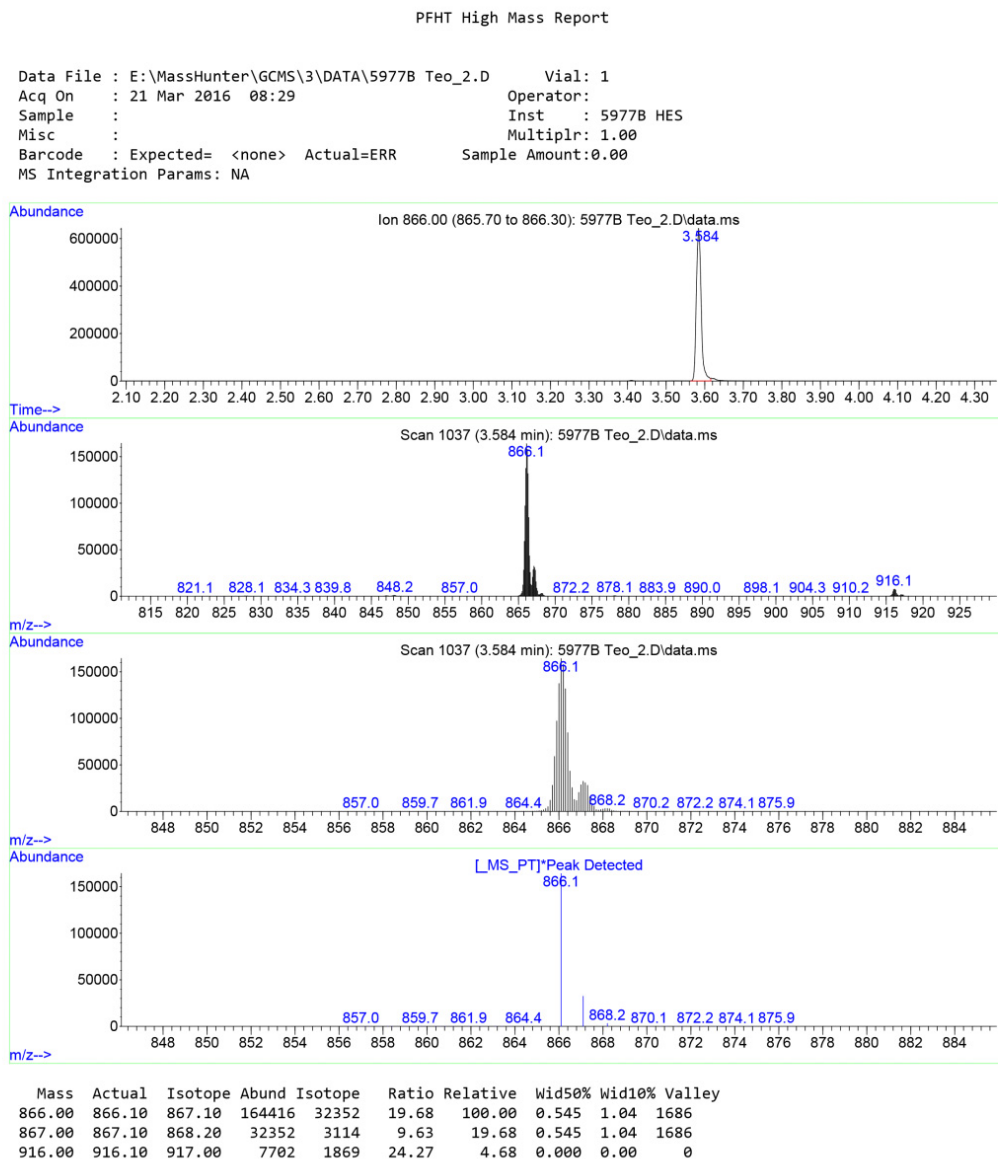


Figure 43 Rapport masses élevées du PFHT

5 Utilisation en mode EI

Test des masses élevées

Résultats

Les résultats indiquent 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 autotune (atune.u, HES_atune.u, etune.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 autotune existant pour y inclure le réglage à masse élevée ou de l'enregistrer sous un nouveau nom, par exemple : ATUNEHIGH.U.

À chaque fois qu'un autoréglage (autotune) est réalisé, il remplace le **Amu Offset** (Décalage de l'unité de masse atomique) dynamique qui a été saisi. 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 arrondie en haut de la fenêtre, incliner légèrement la fenêtre vers l'avant et la soulever pour la sortir du MSD. (Voir **Figure 44**.)

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



Figure 44 Capots du MSD 5977B



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. (Voir **Figure 44**.)

AVERTISSEMENT

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

Mise à pression atmosphérique du MSD

Le logiciel d'acquisition GC/MS Agilent MassHunter vous permet de spécifier les paramètres d'une méthode de GC, d'automatiser et d'accélérer le processus de mise à la pression atmosphérique si une communication directe (DCOMM) avec le GC est établie. Il est nécessaire de prédéfinir une méthode de mise rapide à la pression atmosphérique (Fast Vent) pour utiliser cette option. Pour plus d'informations sur la configuration d'une méthode rapide de mise à la pression atmosphérique (Fast Vent), consulter l'aide en ligne du logiciel d'acquisition GC/MS Agilent Masshunter.



Procédure

Agilent recommande de créer et d'enregistrer une méthode de mise à pression atmosphérique pour garantir que des températures sûres sont appliquées à l'interface GC/MSD et au MSD.

- 1 Si la communication LVDS ou DCOMM est inexistante entre le GC et le MSD, dans la vue **Instrument Control** (Pilotage de l'instrument), sélectionner **GC Parameters** (Paramètres du GC) dans le menu **Instrument** pour afficher la boîte de dialogue **GC Edit Parameters** (Modifier les paramètres du GC). 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 GC.

AVERTISSEMENT

Si de l'hydrogène est utilisé comme gaz vecteur ou pour l'alimentation du système JetClean, les vannes d'arrêt du gaz vecteur ou de l'alimentation du système JetClean doivent être fermées 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](#) » page 25 avant de faire fonctionner le MSD avec de l'hydrogène.

ATTENTION

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

5 Utilisation en mode EI

Mise à pression atmosphérique du MSD

- 2 Dans la vue **Instrument Control** (Pilotage de l'instrument), **Instrument menu** (menu Instrument), sélectionner **MS Vacuum Control** (Contrôle du vide du MS) pour afficher la boîte de dialogue **Vacuum Control** (Contrôle du vide). (Voir **Figure 45** page 150.)

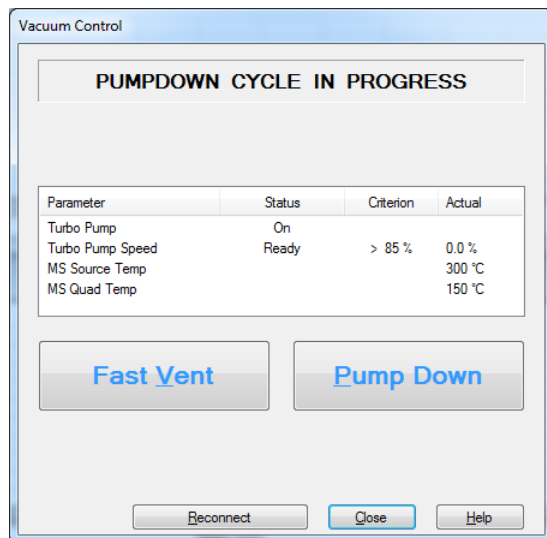


Figure 45 Boîte de dialogue Vacuum Control (Contrôle du vide)

- 3 Déposer le capot à hublot de l'analyseur (Voir « **Ouverture des couvercles du MSD** » page 148.)
- 4 Cliquer sur **Fast Vent** (Mise rapide à la pression atmosphérique) si le système prend en charge la communication DCOMM entre le GC et le MSD, ou cliquer sur **Vent** (Mise à la pression atmosphérique) si ce n'est pas le cas. Si votre système est DCOMM compatible, MassHunter chargera la méthode Fast Vent pour éteindre le four et les radiateurs d'interface, le chauffage de la source et du quad, et la pompe turbo du GC. Si votre système n'est pas DCOMM compatible, ou si la DCOMM a été désactivée, lorsque le système vous y invite, ajuster la température du chauffage de l'interface GC/MSD et la température du four de GC à la température ambiante.
- 5 Éteindre le MSD à l'aide de l'interrupteur d'alimentation. (Voir **Figure 1** page 20.)
- 6 Débrancher le câble d'alimentation du MSD.

5 Utilisation en mode EI

Mise à pression atmosphérique du MSD

AVERTISSEMENT

Lorsque le MSD est à pression atmosphérique, ne plus aller à la vue Instrument Control (Pilotage de l'instrument) du logiciel d'acquisition GC/MS Agilent MassHunter. Cela mettrait le chauffage de l'interface en marche.

AVERTISSEMENT

Ne jamais ouvrir la vanne de mise à la pression atmosphérique sans fermer au préalable la ligne d'alimentation en hydrogène de toutes les sources possibles d'entrée d'hydrogène dans l'analyseur. Ceci nécessite de fermer la vanne d'arrêt d'hydrogène vers le module de flux de gaz vecteur et la vanne d'arrêt vers l'alimentation du système JetClean si l'une ou l'autre de ces sources d'hydrogène existe sur l'instrument.

- 7 Fermer les vannes d'arrêt des sources d'entrée d'hydrogène dans l'analyseur si l'instrument en est équipé.
- 8 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. (Voir [Figure 46](#).)

Vanne de mise à la pression atmosphérique



Figure 46 Vanne de mise à la pression atmosphérique

Ne **pas** trop tourner le bouton, car le joint torique sortirait de sa gorge.

Mise du MSD sous vide

Il est également possible d'utiliser le panneau de commande du GC 8890 ou 7890B pour réaliser cette tâche. (Voir aussi « **Utilisation du MSD à partir du panneau de commande du GC 7890** » page 110.)

AVERTISSEMENT

S'assurer que toutes les conditions indiquées dans l'introduction du présent chapitre sont vérifiées avant de commencer la procédure d'évacuation du MSD. (Voir « **Avant de mettre le MSD en marche** » à la page 120.) Le non-respect de ces consignes risque d'entraîner des blessures.

AVERTISSEMENT

Ne jamais ouvrir la vanne de mise à la pression atmosphérique sans fermer au préalable la ligne d'alimentation en hydrogène de toutes les sources possibles d'entrée d'hydrogène dans l'analyseur. Ceci nécessite de fermer la vanne d'arrêt d'hydrogène vers le module de flux de gaz vecteur et la vanne d'arrêt vers l'alimentation du système JetClean si l'une ou l'autre de ces sources d'hydrogène existe sur l'instrument. Lire la section « **Précautions relatives à l'hydrogène** » page 25 avant de faire fonctionner le MSD avec de l'hydrogène.

ATTENTION

Agilent ne recommande pas l'utilisation d'hydrogène comme gaz vecteur sur les systèmes équipés d'une pompe primaire IDP3.



Procédure

- 1 Retirer le capot à hublot de l'analyseur et ouvrir le capot de l'analyseur. (Voir « **Ouverture des couvercles du MSD** » page 148.)
- 2 Vérifier que la valve d'entrée de la pompe primaire est ouverte.

AVERTISSEMENT

Ne pas ouvrir la vanne de mise à la pression atmosphérique sans vérifier que la vanne d'arrêt de l'alimentation en hydrogène du système JetClean est fermée si le système JetClean (en option) est installé. Se reporter au Manuel d'utilisation du système JetClean pour les avertissements concernant la sécurité de l'hydrogène lorsque la vanne d'arrêt de l'alimentation en hydrogène est ouverte.

- 3 Vérifier que la vanne de mise à la pression atmosphérique est ouverte en la tournant dans le sens contraire des aiguilles d'une montre jusqu'à ce qu'elle soit ouverte. (Voir **Figure 47** page 153.)

5 Utilisation en mode EI

Mise du MSD sous vide

- 4 Ouvrir la vanne de mise à la pression atmosphérique en la tournant de 45 degrés dans le sens contraire des aiguilles d'une montre. (Voir **Figure 47**.)

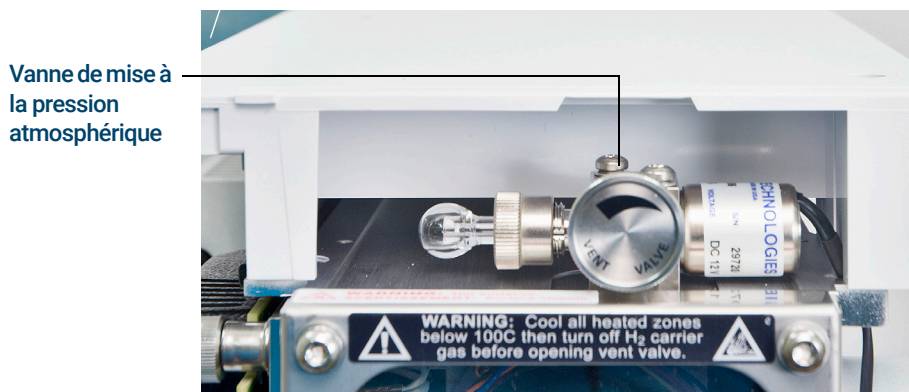


Figure 47 Vanne de mise à la pression atmosphérique

- 5 Vérifier que le câble d'alimentation du MSD est branché sur une prise d'alimentation avec mise à la terre.
- 6 Allumer le MSD en appuyant sur le bouton **On/Off** (marche/arrêt) à l'avant du MSD.
- 7 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.
- 8 Fermer la vanne de mise à la pression atmosphérique lorsqu'elle émet un sifflement. (Voir **Figure 47**.)

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.

- 9 Démarrer le logiciel d'acquisition GC/MS Agilent MassHunter.

5 Utilisation en mode EI

Mise du MSD sous vide

- 10 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). (Voir **Figure 48**.)

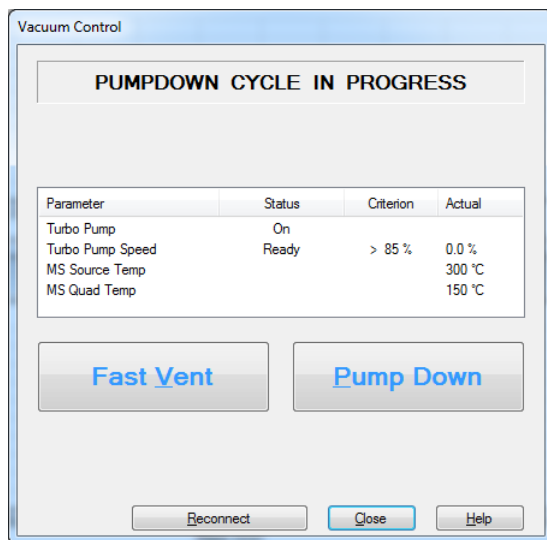


Figure 48 Boîte de dialogue Vacuum Control (Contrôle du vide)

- 11 Cliquer sur **Pump Down** (Mettre sous vide) dans la boîte de dialogue **Vacuum Control** (Contrôle du vide) et suivre les invites du système.

ATTENTION

Ne pas allumer de 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.

- 12 À l'invite du logiciel, mettre le chauffage de l'interface GC/MSD et le four du GC 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 signes de température sont enregistrés dans le fichier d'auto-réglage (*.u) en cours.
- 13 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.
- 14 Si le système JetClean est utilisé, préparer l'utilisation du système d'hydrogène. Consulter le manuel d'utilisation du système JetClean pour les avertissements concernant la sécurité de l'hydrogène.

6

Utilisation en mode CI

Recommandations générales	156
Réglage Autotune en mode CI	157
Fonctionnement du MSD CI	159
Mise sous vide du MSD en mode CI	160
Configuration du logiciel pour un fonctionnement en mode CI	161
Utilisation du module de régulation du débit de gaz réactif	163
Configuration d'un flux de gaz réactif de méthane	166
Utilisation d'autres gaz réactifs	169
Réalisation d'un autotune PCI (méthane uniquement)	172
Réalisation d'un autotune NCI (gaz réactif de méthane)	174
Vérification de la performance PCI	176
Vérification de la performance NCI	177
Surveillance de la pression du vide poussé du mode ionisation chimique	178

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

Le contenu concerne surtout la CI 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 PCI, avec le gaz réactif méthane, et à la NCI avec tout autre gaz réactif.

Si vous utilisez le *chromatographe en phase gazeuse Agilent Intuvo 9000* avec votre MSD, le fonctionnement en mode ionisation chimique (CI) n'est actuellement pas pris en charge.

Recommandations générales

- Toujours utiliser du méthane de la plus haute pureté (et pour d'autres gaz réactifs, s'il y a lieu). 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 « **Vérification de la performance du système EI** » page 143.)
- Vérifier que la source CI et le cône d'étanchéité de l'interface GC/MSD sont installés.
- Vérifier que le circuit de gaz réactif ne présente pas de fuites d'air. Cela est établi en mode PCI, en repérant un pic à m/z 32 après le prééglage 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).

Réglage Autotune en mode CI

Après avoir réglé le flux de gaz réactif, il faut régler les lentilles et les appareils électroniques du MSD. (Voir **Tableau 11** page 158.) Le perfluoro-5,8-diméthyl-3,6,9-trioxydodécane (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 purger et 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'autotune 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 d'électrons (EMV) est égale ou supérieure à 2 600 V, il y a néanmoins un problème. Si la méthode nécessite de régler le multiplicateur d'électrons à une tension EMV de +400, la sensibilité d'acquisition des données peut s'avérer insuffisante.

ATTENTION

Avant de passer le système en mode CI, toujours vérifier qu'il fonctionne correctement en EI. (Voir « Vérification de la performance du système EI » page 143.) Commencer par régler la CI du MSD en PCI, même si la NCI doit être utilisée ensuite.

6 Utilisation en mode CI

Réglage Autotune en mode CI

Tableau 11 Réglages du gaz réactif

Gaz réactif	Méthane		Isobutane		Ammoniac		EI
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	1300
Vanne d'arrêt	Ouverte	Ouverte	Ouverte	Ouverte	Ouverte	Ouverte	Fermé(e)
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 la source et l'énergie des électrons peuvent nécessiter une optimisation en fonction de l'analyte. (Voir **Tableau 12**.)

Tableau 12 Températures pour le fonctionnement en mode CI

	Source d'ionisation	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).
- Déterminer si une fuite d'air importante est présente en surveillant les ions à un rapport m/z de 19 (eau protonée) et de 32.
- Confirmer que le MSD produit de véritables ions et non 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 du gaz réactif. Il est difficile de diagnostiquer une fuite d'air et difficile de vérifier que l'étanchéité entre l'interface et le volume d'ions 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 CI

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 « **Mise du MSD sous vide** » page 152.)
Lorsque le logiciel vous invite à mettre en marche le chauffage de l'interface GC/MSD et le four du GC, 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. (Voir **Tableau 12** page 159.)
- 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 les performances du GC/MSD 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 13** 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 13 Limites de contrôle du réglage par défaut, pour le réglage Autotune CI seulement

Gaz réactif	Méthane		Isobutane		Ammoniac	
	Positive	Négative	Positive	Négative	Positive	Négative
Polarité ionique	Positive	Négative	Positive	Négative	Positive	Négative
Abondance cible	1 x 10 ⁶	1 x 10 ⁶	S/O	1 x 10 ⁶	S/O	1 x 10 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

6 Utilisation en mode CI

Configuration du logiciel pour un fonctionnement en mode CI

Remarques pour le Tableau 13 :

- **S/O** : sans objet. En PCI, il ne se forme pas d'ions du PFDTD avec les gaz réactifs, sauf avec le méthane ; c'est pourquoi l'autotune CI n'est pas applicable à ces configurations.
- **Polarité ionique** : toujours commencer par la PCI/méthane, puis basculer sur la polarité ionique et le gaz réactif souhaités.
- **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.
- **Largeur de pic cible** : la sensibilité augmente avec la largeur de pic tandis que la résolution diminue et vice versa.
- **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 . La limite maximum pour le courant est de 200 μA en mode EI et de 250 μA en mode CI.

6 Utilisation en mode CI

Utilisation du module de régulation du débit de gaz réactif

Utilisation du module de régulation du débit de gaz réactif

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 éteindre le MSD pendant au moins deux heures avant d'effectuer tout réglage.

ATTENTION

Poursuivre le réglage Autotune CI en présence d'une fuite d'air ou de grandes quantités d'eau dans le MSD entraînera 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*.

Procédure

- 1 Dans la boîte de dialogue **Manual Tune** (Réglage manuel), cliquer sur l'onglet **CI** pour accéder aux réglages des paramètres pour le contrôle du flux gazeux d'ionisation chimique. (Voir [Figure 49](#).)

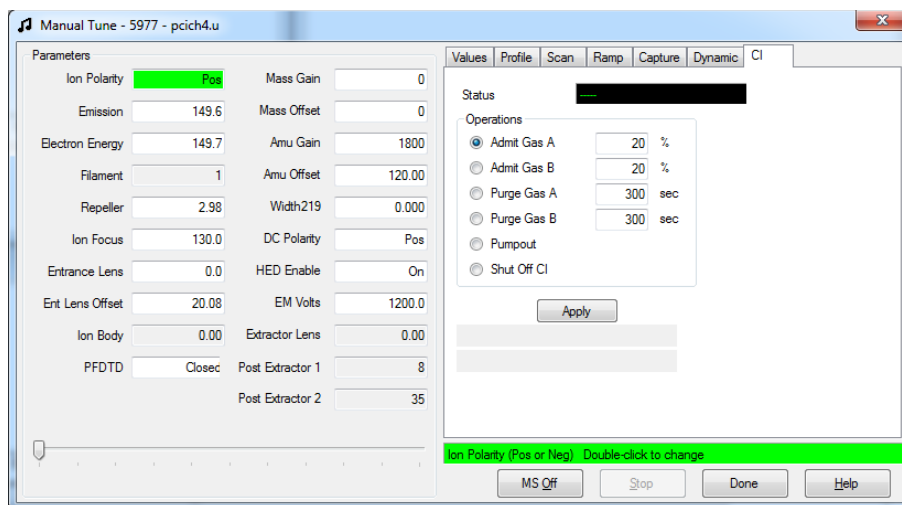


Figure 49. Onglet de CI de réglage manuel

6 Utilisation en mode CI

Utilisation du module de régulation du débit de gaz réactif

- 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 CI** (Arrêt CI).

Le système arrête le flux gazeux actuel tout en laissant la vanne d'arrêt ouverte. (Voir **Figure 50** page 165.) 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 CI

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 MFC (débitmètre massique), des vannes de sélection des gaz, une vanne d'étalonnage du CI, une vanne d'arrêt, de l'électronique de contrôle et un ensemble de tuyauterie. (Voir **Figure 50** et **Tableau 14 page 165**.)

Le panneau arrière est équipé de deux raccords d'entrée Swagelok, l'un pour le méthane (**CH₄**) et l'autre **OTHER** (AUTRE) 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 réactif 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 par impact électronique.

Lorsqu'un système de CI est installé avec un système JetClean, le MFC est partagé par les deux systèmes. Son utilisation est volontairement restreinte à l'un des deux systèmes à la fois. Dans ce cas, l'alimentation de gaz B est dédiée à l'hydrogène utilisé pour le nettoyage de la source. Pour des informations détaillées concernant le système JetClean, se reporter au Manuel d'utilisation JetClean installé sur votre PC avec le présent manuel.

6 Utilisation en mode CI

Utilisation du module de régulation du débit de gaz réactif

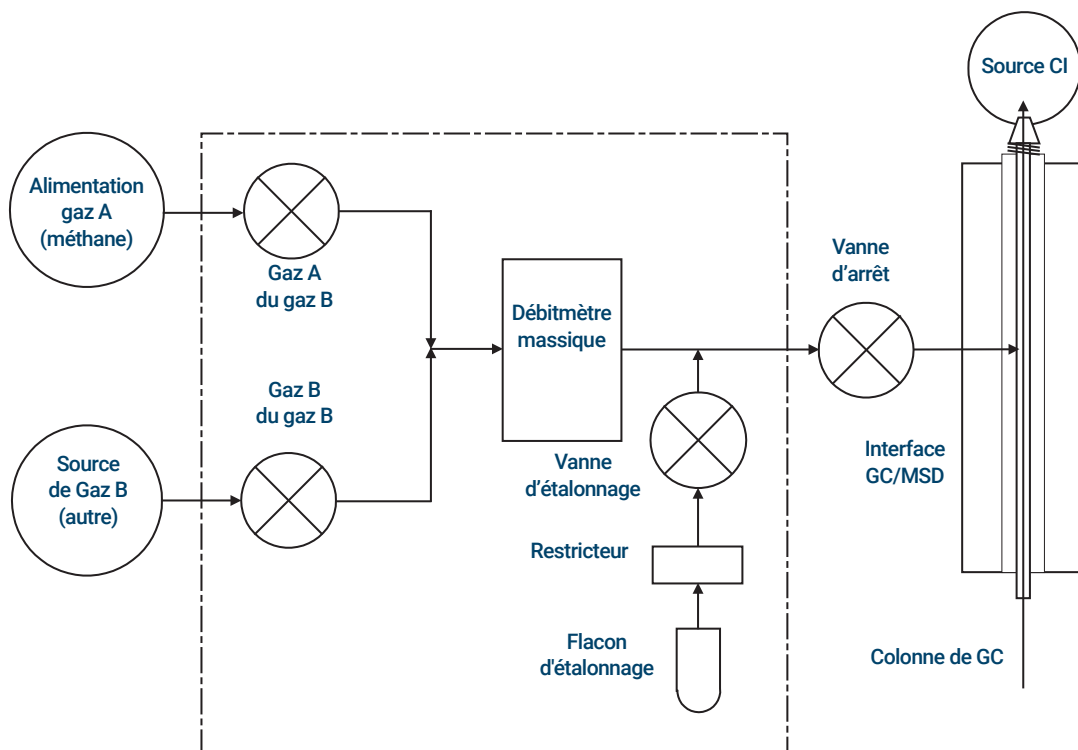


Figure 50. Schéma du module de régulation de flux de gaz réactif

Tableau 14 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 EI
Gaz A	Ouvert	Fermé	Ouvert	Fermé	Fermé	Fermé
Gaz B	Fermé	Ouvert	Fermé	Ouvert	Fermé	Fermé
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 **Open** (Ouvert) et **Closed** (Fermé) 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 PCI. Aucune procédure de réglage n'est disponible en NCI, car aucun ion de gaz réactif ne se forme.

Le réglage du flux de gaz réactif de méthane est un procédé en trois étapes : réglage de régulation du flux, pré-réglage 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 EI, réaliser l'autotune standard, enregistrer le rapport et noter la pression indiquée. (Voir « **Réglage du MSD en mode EI** » page 138.)
- 2 Mettre le système à pression atmosphérique. (Voir « **Mise à pression atmosphérique du MSD** » page 149.)
- 3 Installer la source à CI. (Voir « **Installation de la source CI** » page 272.)
- 4 Évacuer le système. (Voir « **Mise sous vide du MSD en mode CI** » page 160.)
- 5 Patienter jusqu'à ce que la pression soit proche de la pression précédemment enregistrée pour l'autotune du mode EI. (Voir « **Surveillance de la pression du vide poussé du mode ionisation chimique** » page 178.)
- 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.

6 Utilisation en mode CI

Configuration d'un flux de gaz réactif de méthane

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 entraînera 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 du logiciel d'acquisition GC/MS Agilent 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. (Voir **Figure 51**.)
 - 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.

6 Utilisation en mode CI

Configuration d'un flux de gaz réactif de méthane

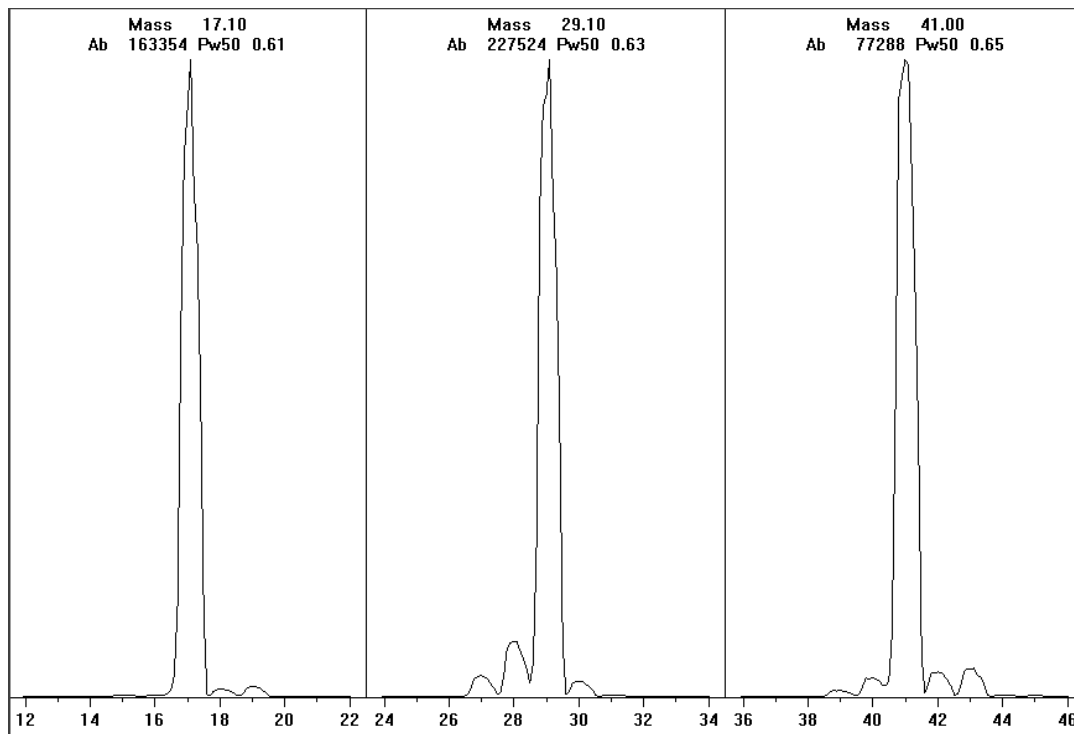


Figure 51. L'ion réactif se balaye après un très long étuvage.

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 de CI rencontrées sont décrites de manière générale dans le Guide des concepts série 5977B. Si l'on n'a aucune expérience de la CI, 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 15.)

Tableau 15 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 du PFDTD avec les gaz réactifs, 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 de gaz réactif **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 (C_4H_{10}) est couramment utilisé en CI lorsqu'une moindre fragmentation est souhaitée dans le spectre de CI. 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 de protons sont les mécanismes d'ionisation le 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 CI lorsqu'une moindre fragmentation est souhaitée dans le spectre de CI. 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.

Étant donné que de nombreux composés d'intérêt ont une affinité pour les protons insuffisante, les spectres de CI 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^+ , $NH_4(NH_3)^+$ et $NH_4(NH_3)_2^+$.

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

Procédure

- 1 Réaliser un autotune de PCI standard avec du méthane et du PFDTD. (Voir « **Réalisation d'un autotune PCI (méthane uniquement)** » page 172.)
- 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, à l'invite, 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.

6 Utilisation en mode CI

Utilisation d'autres gaz réactifs

- 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'autotune 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 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 en mode CI** » page 239.)

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. Consulter le manuel de maintenance et de résolution des problèmes du MSD Agilent série 5977B intitulé *Agilent 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 CI 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 la CI du MSD en PCI, même si la NCI doit être utilisée ensuite.

Il faut procéder à un réglage uniquement en cas de nécessité absolue ; cela permet de réduire au minimum le bruit de fond du PFDTD et évite la contamination de la source d'ionisation.

Procédure

- 1 Commencer par vérifier que le MSD fonctionne correctement en mode EI. (Voir « **Vérification de la performance du système EI** » page 143.)
- 2 Depuis la vue **Tune and Vacuum Control** (Réglage et contrôle du vide), charger le fichier **PCICH4.U** ou un autre 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 « **Configuration d'un flux de gaz réactif de méthane** » page 166.)
- 5 Dans le menu **Tune** (Réglage), cliquer sur **CI Autotune** (Autotune CI).

Il n'y a aucun critère de performance associé au réglage. Si le programme d'autotune se termine, il est considéré comme réussi. (Voir **Figure 52** page 173.) Cependant, si le réglage aboutit à une tension de multiplicateur d'électrons (EMV) 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 EMV de « +400 » ou plus.

Le rapport d'autotune donne des informations concernant la présence d'air et d'eau dans le système. (Voir « **Rapport d'autotune PCI** » page 173.)

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

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

6 Utilisation en mode CI

Réalisation d'un autotune PCI (méthane uniquement)

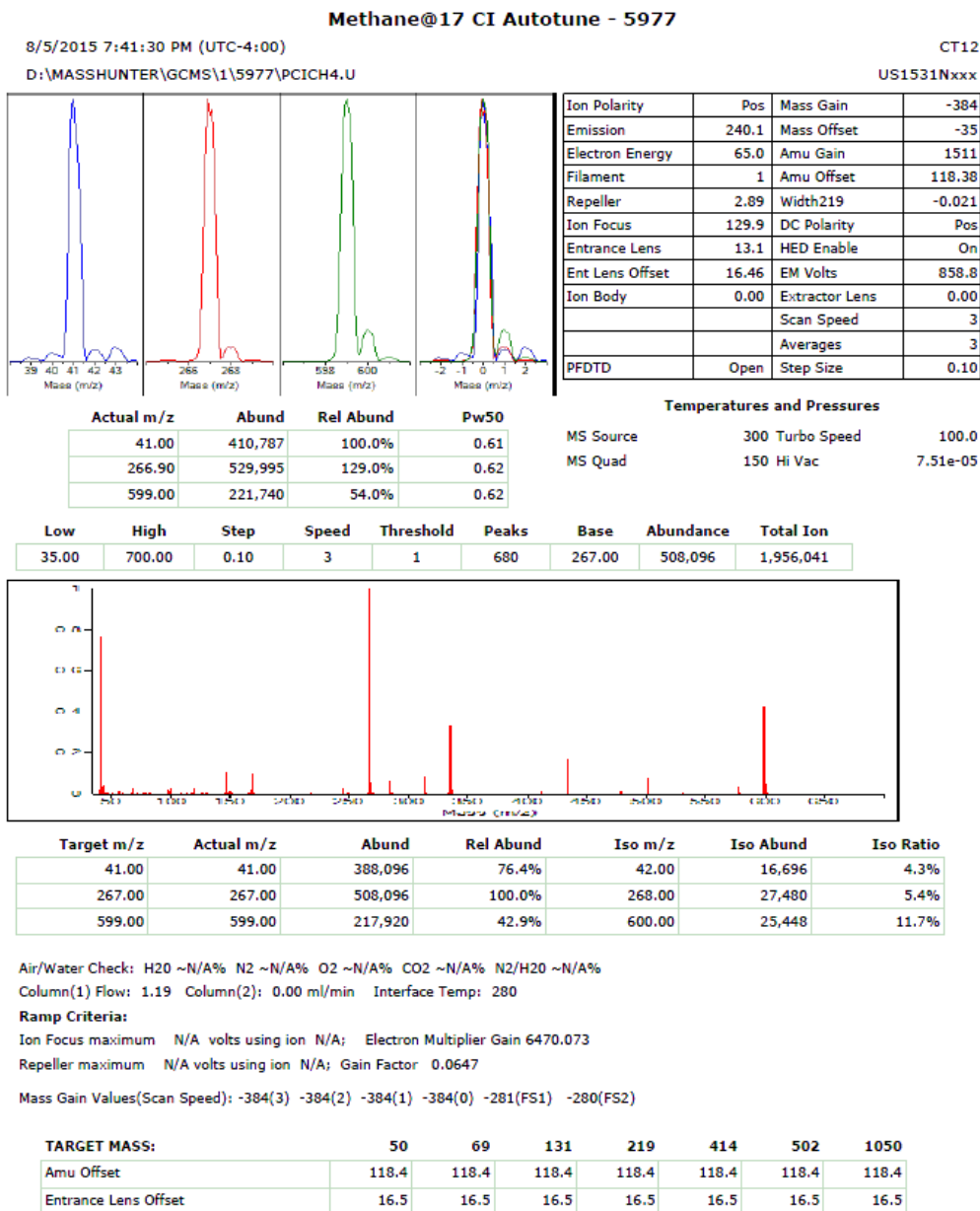


Figure 52. Rapport d'autotune PCI

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 « Vérification de la performance du système EI » page 143.) 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 le programme d'autotune se termine, il est considéré comme réussi. (Voir **Figure 53** page 175.) Cependant, si le réglage aboutit à une tension de multiplicateur d'électrons (EMV) 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 EMV de « +400 » ou plus.

6 Utilisation en mode CI

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

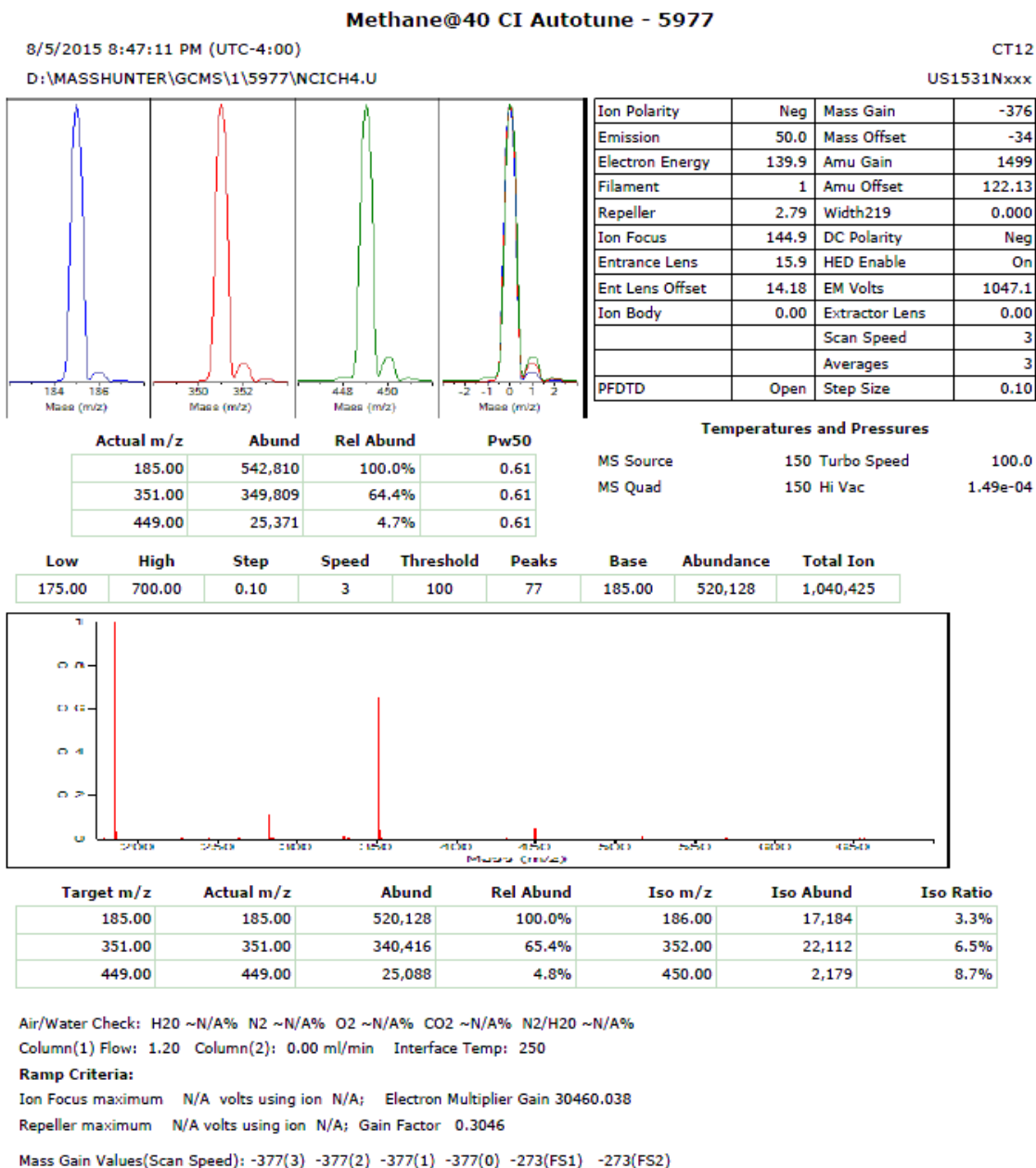


Figure 53. Autotune NCI

Vérification de la performance PCI

Matériel nécessaire

- Benzophénone, 100 pg/μL 5 x 1 mL (8500-5440)

ATTENTION

Avant de passer le système en mode CI, toujours vérifier qu'il fonctionne correctement en EI. (Voir « **Vérification de la performance du système EI** » page 143.) Commencer par régler la CI du MSD en PCI, même si la NCI doit être utilisée ensuite.

Procédure

- 1 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 « **Réalisation d'un autotune PCI (méthane uniquement)** » page 172.)
- 5 Exécuter l'autotune CI. (Voir « **Réglage Autotune en mode CI** » page 157.)
- 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

- OFN, 100 fg/μL 3 x 1 mL (5188-5347)

ATTENTION

Avant de passer le système en mode CI, toujours vérifier qu'il fonctionne correctement en EI. (Voir « [Vérification de la performance du système EI](#) » page 143.) Commencer par régler la CI du 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 autotune CI depuis la vue **Tune and Vacuum Control** (Réglage et contrôle du vide). (Voir « [Réalisation d'un autotune NCI \(gaz réactif de méthane\)](#) » page 174.)
Remarquer qu'il n'existe pas de critères de « réussite » de l'autotune en CI. Si le programme d'autotune se termine, il est considéré comme 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 de l'hydrogène est utilisé comme gaz vecteur ou pour l'alimentation du système JetClean, les vannes d'arrêt du gaz vecteur ou de l'alimentation du système JetClean doivent être fermées 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** » page 25 avant de faire fonctionner le MSD avec de l'hydrogène.

Procédure

- 1 Démarrer et mettre sous vide le MSD. (Voir « **Mise sous vide du MSD en mode CI** » page 160.)
- 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'azote, 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). Les pressions types pour plusieurs débits de flux d'hélium vecteur sont approximatives et varient d'un instrument à l'autre. (Voir **Tableau 16** page 179.)

6 Utilisation en mode CI

Surveillance de la pression du vide poussé du mode ionisation chimique

Mesures de pression typiques

Utilisation du dépressiomètre à micro-ions G3397B. Remarquer que le MFC est étalonné pour le méthane et que le dépressiomètre est étalonné pour l'azote, ces mesures ne sont donc pas précises, mais sont une indication utile pour apprécier les mesures de pression types observées. (Voir **Tableau 16** page 179.) 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
Température du quad.	150 °C
Température de l'interface GC/MSD	280 °C
Flux de gaz vecteur, hélium	1 ml/min

Tableau 16 Réglages du MFC 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	$2,5 \times 10^{-4}$	$2,0 \times 10^{-4}$

Il convient de se familiariser avec les mesures normales dans les conditions de fonctionnement de **votre** système et de repérer toute **variation** qui pourrait indiquer un problème lié au vide ou à un débit de gaz. Les mesures varient normalement de 30 % d'un MSD et contrôleur de jauge à l'autre.

6 Utilisation en mode CI

Surveillance de la pression du vide poussé du mode ionisation chimique

7

Maintenance générale

Avant de commencer	182
Maintenance du système de vide	188
Maintenance de l'analyseur	190
Ouverture de la chambre de l'analyseur	192
Dépose de la source EI HES	194
Branchement/débranchement des fils de la source EI HES	196
Démontage de la source EI HES	197
Nettoyage de la source EI HES	200
Montage de la source EI HES	203
Dépose des filaments de la source EI HES	208
Installation du filament EI HES	210
Installation de la source EI HES	211
Dépose de la source EI XTR, SS ou Inert	212
Branchement/débranchement du câblage des sources EI XTR, SS et Inert	213
Démontage de la source EI SS ou EI Inert	215
Démontage de la source EI XTR	218
Nettoyage d'une source EI XTR, SS ou Inert	221
Montage d'une source EI SS ou Inert	226
Montage de la source EI XTR	229
Remplacement d'un filament dans une source EI XTR, SS ou Inert	232
Installation de la source EI XTR, SS ou Inert	234
Remplacement du multiplicateur d'électrons	235
Fermeture de la chambre de l'analyseur	237

Si vous utilisez le *Chromatographe en phase gazeuse Agilent Intuvo 9000* avec votre MSD, le fonctionnement en mode ionisation chimique (CI) et le système JetClean ne sont pas actuellement compatibles.

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.

Maintenance programmée

L'exécution des tâches de maintenance de routine au moment prévu peut réduire les problèmes de fonctionnement, prolonger la longévité du système et diminuer les coûts de fonctionnement globaux. (Voir **Tableau 17.**)

7 Maintenance générale

Avant de commencer

Tableau 17 Calendrier de maintenance

Tâche	Fréquence
Vérifier le niveau d'huile de la pompe primaire	Toutes les semaines
Vérifier le ou les flacons d'étalonnage	Tous les 6 mois
Remplacer l'huile de la pompe primaire*	Tous les 6 mois
Remplacement de l'huile de pompe à diffusion	Chaque année
Remplacement du cône d'étanchéité sec de la pompe primaire	Chaque année
Contrôle de la pompe primaire sèche	Le cas échéant
Réglage du MSD	Le cas échéant
Remplacement du filtre d'évacuation de la pompe primaire	Le cas échéant
Nettoyer la source	Le cas échéant
Contrôle du ou des pièges du gaz vecteur du GC et du MSD	Le cas échéant
Remplacer les pièces usées	Le cas échéant
Lubrification de la plaque latérale et des joints toriques de la vanne de mise à l'air [†]	Le cas échéant
Remplacement de l'alimentation en gaz réactif CI	Le cas échéant
Remplacer les consommables gaz du chromatographe en phase gazeuse.	Le cas échéant
Système de vérification des fuites	Le cas échéant

* Remplacement trimestriel pour les MSD en mode CI avec de l'ammoniac comme gaz réactif.

† Il ne faut pas lubrifier les joints, excepté les joints toriques de la plaque latérale et de la vanne de mise à pression atmosphérique. La lubrification des autres joints pourrait empêcher un fonctionnement correct.

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 de rechange et consommables

Certains des outils, des pièces détachées et des consommables nécessaires sont inclus dans les kits d'entretien livrés avec le GC, le MSD ou le kit d'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 GC
- Four du GC et son contenu
- Détecteur du GC
- Compartiment de vannes du GC
- Pompe primaire
- Source d'ionisation du MSD, interface GC/MSD et quadripôle, tous chauffés

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 GC. 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 GC 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. Installer un tuyau d'évacuation de la pompe primaire 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 d'ionisation

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.

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 contact 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

Certaines tâches de maintenance du système de vide doivent être exécutées périodiquement. (Voir **Tableau 17** page 183.) Parmi elles :

- le contrôle (hebdomadaire) du niveau d'huile de la pompe primaire;
- le remplacement (annuel) du joint d'étanchéité sur la pompe à spirale sèche IDP-3 en option;
- le contrôle de l'étanchéité (tous les mois);
- le contrôle (semestriel) du niveau du ou des flacons de composé de référence;
- le changement (semestriel, trimestriel avec l'utilisation d'ammoniac comme gaz réactif 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. Consulter le manuel de maintenance et de résolution des problèmes du MSD Agilent série 5977B intitulé *Agilent 5977B Series MSD Troubleshooting and Maintenance Manual* et l'aide en ligne dans le logiciel d'acquisition GC/MS Agilent 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 des composants du système de vide, consulter le manuel de maintenance et de résolution des problèmes du MSD Agilent série 5977B intitulé *Agilent 5977B Series MSD Maintenance and Troubleshooting Manual*.

La plupart des procédures de ce chapitre sont illustrées avec des vidéoclips sur les manuels d'utilisation du GC 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 d'acquisition GC/MS Agilent 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. Pendant et après le nettoyage, les pièces détachées de l'analyseur doivent être placées sur des chiffons non pelucheux 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 « **Décharges électrostatiques** » page 187.)

ATTENTION

Toute décharge électrostatique 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 (voir « **Décharges électrostatiques » page 187) et prendre les précautions anti-ESD recommandées *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 de la 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 de la 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, non pelucheux
 - Grande taille (8650-0030)
 - Petite taille (8650-0029)
- Bracelet antistatique
 - Petite taille (9300-0969)
 - Taille moyenne (9300-1257)
 - Grande taille (9300-0970)

ATTENTION

Toute décharge électrostatique 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 (voir « **Décharges électrostatiques** » page 187) avant de toucher les composants de l'analyseur.



Procédure

- 1 Mettre le MSD à pression atmosphérique. (Voir « **Mise à pression atmosphérique du MSD** » page 149.)
- 2 Ouvrir le panneau latéral gauche. (Voir « **Ouverture des couvercles du MSD** » page 148.)

AVERTISSEMENT

L'analyseur, l'interface GC/MSD et d'autres composants de la chambre de l'analyseur fonctionnent à très haute température. 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.

7 Maintenance générale

Ouverture de la chambre de l'analyseur

- 3 Desserrer les vis moletées du plateau latéral de l'analyseur si elles sont serrées. (Voir **Figure 54** page 193.)

La vis moletée inférieure du plateau latéral 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 MSD 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.

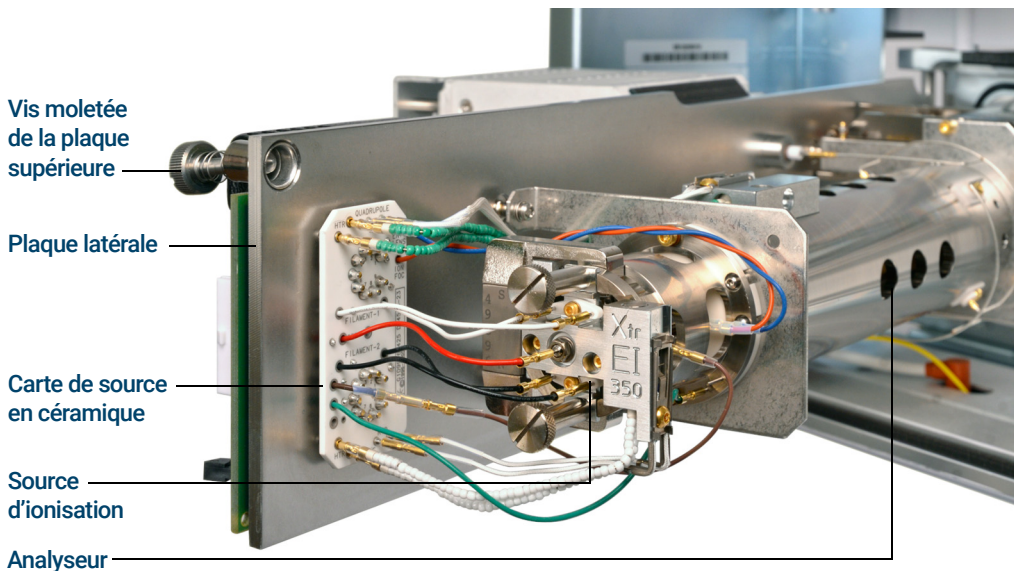


Figure 54. La chambre de l'analyseur pour un MSD de modèle Inert+

Dépose de la source EI HES

Matériel nécessaire

- Gants propres, non pelucheux
 - Grande taille (8650-0030)
 - Petite taille (8650-0029)
- Brucelles (8710-2460)



Procédure

- 1 Mettre le MSD à pression atmosphérique. (Voir « **Mise à pression atmosphérique du MSD** » page 149.)

AVERTISSEMENT

L'analyseur, l'interface GC/MSD et d'autres composants de la chambre de l'analyseur fonctionnent à très haute température. 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** » page 192.)

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 Déposer les deux vis moletées qui maintiennent la source d'ions en place. (Voir **Figure 55** page 195.)
- 4 Débrancher les fils de la source EI HES. (Voir **Figure 55** page 195.) Ne pas plier les fils plus que nécessaire. (Voir « **Branchement/débranchement des fils de la source EI HES** » page 196.)

7 Maintenance générale

Dépose de la source EI HES

- 5 En utilisant l'embout de préhension de la source, sortir la source d'ions du radiateur de la source.

Les contacts de la source possèdent des broches à ressort précontraint, donc il faut appliquer une certaine force pour sortir la source.

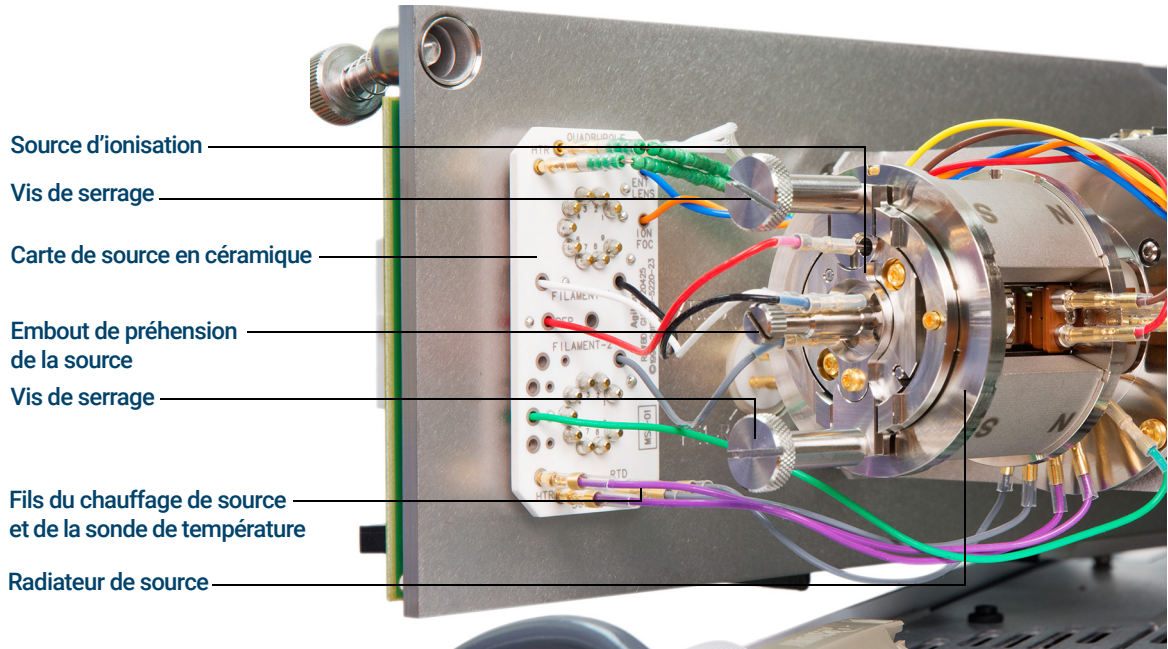


Figure 55. La chambre de l'analyseur pour le MSD HES

7 Maintenance générale

Branchement/débranchement des fils de la source EI HES

Branchement/débranchement des fils de la source EI HES

Matériel nécessaire

- Gants propres, non pelucheux
 - Grande taille (8650-0030)
 - Petite taille (8650-0029)
- Pince, long-bec (8710-1094)
- Brucelles (8710-2460)



Procédure

- 1 Utiliser des brucelles ou des pinces à bec effilé pour brancher/débrancher les fils de la carte en céramique (rouge, blanc, noir et gris) au niveau des connecteurs de la source. (Voir [Figure 56.](#))

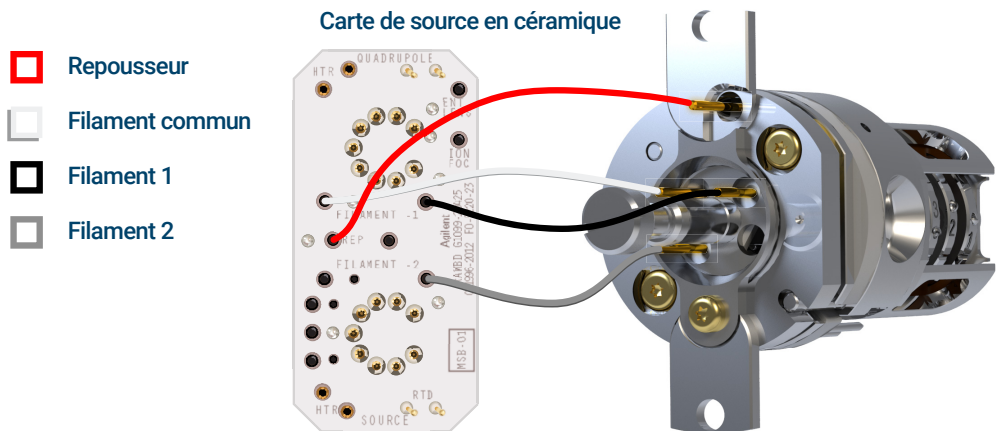


Figure 56. Câbles à connecter/déconnecter pendant l'installation ou le retrait de la source

Démontage de la source EI HES

Matériel nécessaire

- Gants propres, non pelucheux
 - Grande taille (8650-0030)
 - Petite taille (8650-0029)
- Chiffons propres (05980-60051)
- Tournevis Torx T6 (8710-2548)
- Brucelles (8710-2460)



Procédure

Se reporter à la vue éclatée des pièces **Figure 57** et à la liste des pièces de la source EI HES **Tableau 18** page 199 en suivant cette procédure.

- 1 Placer un chiffon propre sur la surface de travail pour maintenir les pièces de la source d'ionisation.
- 2 Utiliser un tournevis Torx T6 pour retirer la vis fixant le bloc filament du support de la source. Utiliser l'embout de préhension pour retirer le bloc filament.

ATTENTION

Faire attention lors de la dépose du filament du bloc filament. Toute contrainte excessive peut fissurer la céramique du filament. Si cela se produit, ne pas tenter un fonctionnement avec un filament défectueux, il doit être remplacé.

- 3 Déposer les deux filaments du bloc filament en soulevant la source du bloc filament tout en maintenant ce dernier pour que les deux filaments ne tombent pas et ne soient pas endommagés.

ATTENTION

Ne jamais retirer l'embout de préhension du bloc filament.

- 4 Utiliser un tournevis Torx T6 pour déposer les deux vis en fixant le support de la source à la source.
- 5 Retirer le support de la source de l'ensemble lentilles.
- 6 Déposer le repousseur de l'ensemble chauffage annulaire/capteur de la source.
- 7 Séparer le repousseur du chauffage de l'anneau.

7 Maintenance générale

Démontage de la source EI HES

- 8 Utiliser un tournevis Torx T6 pour déposer la vis et l'anneau de verrouillage de l'isolant de lentille qui fixe l'ensemble lentilles dans la source, puis déposer l'ensemble lentilles.
- 9 Si nécessaire, utiliser la gravité pour déposer l'isolant en céramique de l'ensemble lentilles de la source.

ATTENTION

Faire attention lors de la dépose des lentilles du boîtier de l'isolant de lentille. Exercer une contrainte excessive sur ce boîtier peut le casser ou le fissurer. Si cela se produit, ne pas tenter un fonctionnement avec un isolant de lentille défectueux, il doit être remplacé.

- 10 Déposer les cinq lentilles de l'isolant de lentille / porte-lentille.

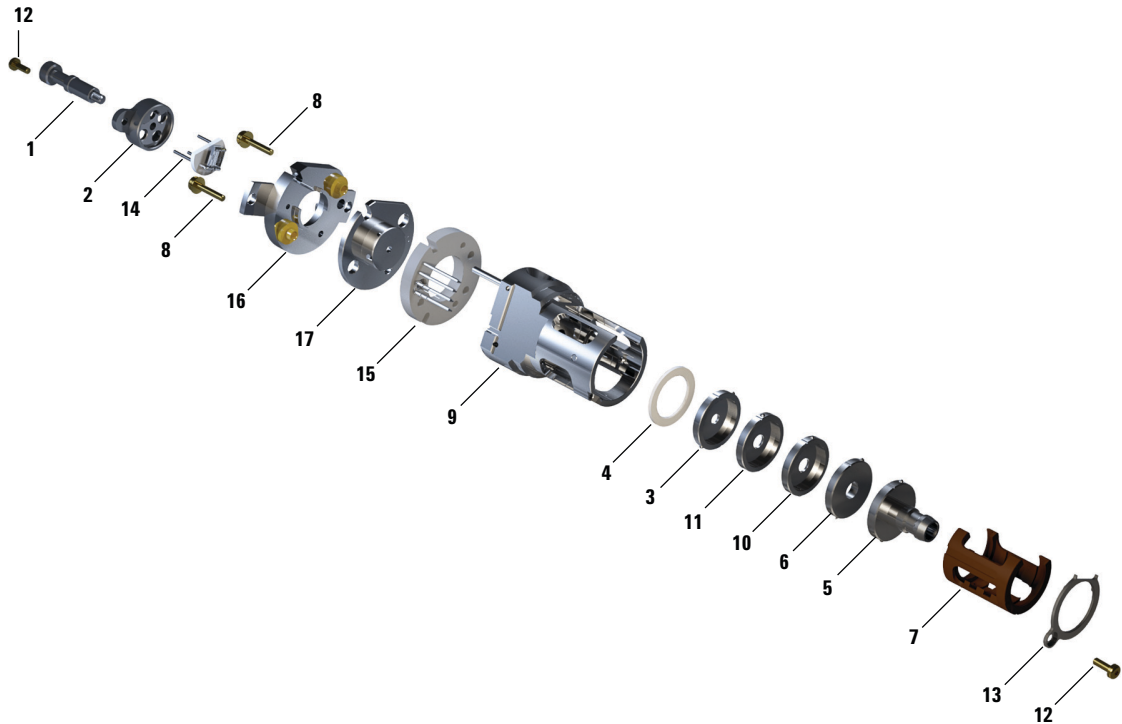


Figure 57. Vue éclatée des pièces de la source EI HES

7 Maintenance générale

Démontage de la source EI HES

Tableau 18 Liste des pièces de la source EI HES (Figure 57)

Référence de l'article	Description de l'article	Référence
1	Embout de préhension de la source	G7002-20008
2	Bloc filament	G7002-20019
3	Lentille d'extracteur (5)*, avec ouverture de 3 mm	G7004-20061
4	Isolant en céramique pour extracteur	G7002-20064
5	Ensemble de lentille d'entrée, étendu, HES (1)*	G7004-20065
6	Lentille de focalisation d'ions (2)*	G7004-20068
7	Isolant de lentille / porte-lentille	G7002-20074
8	Vis M2 x 0,4 x vis plaquée or de 12 mm de long	G7002-20083
9	Source	G7002-20084
10	Post-lentille d'extracteur 2 (3)*	G7004-20090
11	Post-lentille d'extracteur 1 (4)*	G7004-20004
12	Vis plaquée or M2 x 6 mm	G7002-20109
13	Isolant de lentille à anneau de verrouillage	G7002-20126
14	Deux filaments à efficacité élevée	G7002-60001
15	Ensemble chauffage annulaire/capteur	G7002-60043
16	Support de la source 1,5 mm	G7002-60053
17	Repousseur	G7002-60057
Non illustré	Ensemble HES	G7004-67056

* Le numéro entre parenthèses est le numéro gravé sur la lentille

Nettoyage de la source EI HES

Matériel nécessaire

- Papier abrasif (5061-5896)
- Poudre abrasive d'alumine (393706201)
- Papier aluminium propre
- Chiffons propres (05980-60051)
- Cotons-tiges, (5080-5400)
- Béchers en verre, 500 ml
- Gants propres, non pelucheux
 - Grande taille (8650-0030)
 - Petite taille (8650-0029)
- Solvants
 - Méthanol (qualité réactive)
 - Chlorure de méthylène (qualité réactive)
 - Acétone (qualité réactive)
- Bain à ultrasons



Procédure

- 1 Démontez la source EI HES. (Voir « **Démontage de la source EI HES** » page 197.)
- 2 Récupérez les pièces suivantes pour les nettoyer : (Voir **Figure 58** page 201.)
 - Support du filament
 - Support de la source (ne pas nettoyer avec une méthode abrasive ou à ultrasons)
 - Repousseur
 - Source
 - Lentille d'extracteur (5)
 - Post-lentille d'extracteur 1 (4)
 - Post-lentille d'extracteur 2 (3)
 - Lentille de focalisation d'ions (2)
 - Lentille d'entrée (1)

7 Maintenance générale

Nettoyage de la source EI HES

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 58. Pièces de la source EI HES à nettoyer

ATTENTION

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

3 Si la contamination est grave (par exemple, rétrodiffusion d'huile dans l'analyseur), envisager sérieusement de remplacer les pièces contaminées

ATTENTION

Ne pas utiliser de suspension abrasive sur les bagues prémontées du support de la source.

7 Maintenance générale

Nettoyage de la source EI HES

- 4 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 la source.

- 5 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.

- 6 Séparer les pièces qui ont été nettoyées à l'abrasif des pièces qui ne l'ont pas été.

ATTENTION

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

AVERTISSEMENT

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

- 7 Nettoyer par ultrasons les pièces (chaque groupe séparément) pendant 15 minutes dans chacun des solvants suivants :
 - Chlorure de méthylène (qualité réactive)
 - Acétone (qualité réactive)
 - Méthanol (qualité réactive)
- 8 Déposer les pièces dans un bécher propre. Couvrir *sommairement* le bécher avec du papier aluminium propre (face terne vers le bas).
- 9 Sécher les pièces nettoyées dans un four à 100 °C pendant 5 à 6 minutes.

Montage de la source EI HES

Matériel nécessaire

- Gants propres, non pelucheux
 - Grande taille (8650-0030)
 - Petite taille (8650-0029)
- Tournevis Torx T6 (8710-2548)
- Brucelles (8710-2460)



Procédure

ATTENTION

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

Se reporter à la vue éclatée des pièces **Figure 61** et à la liste des pièces de la source EI HES **Tableau 19** page 206 en suivant cette procédure.

ATTENTION

Faire attention lors de l'insertion des lentilles du boîtier de l'isolant de lentille. Exercer une contrainte excessive sur ce boîtier peut le casser ou le fissurer. Si cela se produit, ne pas tenter un fonctionnement avec un isolant de lentille défectueux, il doit être remplacé.

- 1 Monter les cinq lentilles à l'intérieur de l'isolant de lentille. (Voir **Figure 59** page 204.) Le numéro de la lentille est gravé dans la circonférence externe de chaque lentille.
 - a En commençant par la lentille d'entrée 1, placer la lentille dans la gorge d'extrémité dans l'isolant de lentille et tourner la lentille jusqu'à ressentir le siège de rotule dans l'évidement circulaire.
 - b Insérer les 4 lentilles suivantes, par ordre numérique, dans l'isolant de lentille. L'ouverture de la chambre de la lentille fait toujours face à la lentille d'entrée 1. Tourner chaque lentille jusqu'à ressentir le siège de rotule dans l'évidement circulaire.

Il est plus facile d'insérer la lentille 5 sur un angle étant donné que, à ce stade, l'ensemble lentilles rend l'isolant de lentille moins flexible.

7 Maintenance générale

Montage de la source EI HES

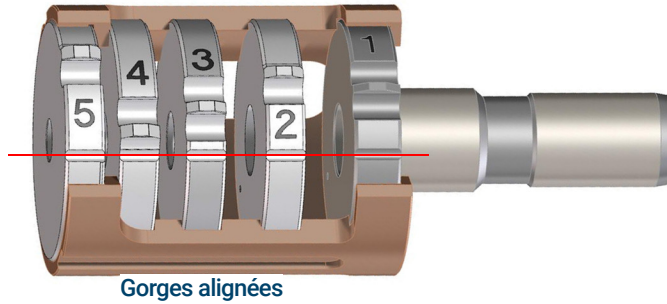


Figure 59. Ensemble lentilles de source EI HES assemblé

- 2 Insérer l'isolant en céramique de l'extracteur dans la source.

ATTENTION

L'isolant en céramique doit être positionné à plat contre la source lors de l'insertion de l'ensemble lentilles lors de la prochaine étape.

- 3 Insérer l'ensemble lentilles revêtu dans l'isolant de la source. (Voir **Figure 61** page 206.) Les numéros gravés font face à l'ouverture s'étendant vers l'extrémité de la source. Vérifier si la céramique est bien située à l'extrémité de la source.
- 4 En utilisant le tournevis Torx T6, installer et fixer les filets de la vis plaquée or et l'isolant de lentille de l'anneau de verrouillage qui maintient la lentille en place. (Voir **Figure 60** page 205.)

7 Maintenance générale

Montage de la source EI HES



Figure 60. Fixer la vis de la lentille et l'isolant de l'anneau de verrouillage.

- 5 Placer l'ensemble chauffage/capteur sur les broches de guidage situées sur la source avec les quatre broches électriques orientées vers le bas sur le côté plat de la source.
- 6 Placer le repousseur sur l'ensemble chauffage/capteur avec le côté plat de la circonférence du repousseur aligné avec le cône d'interface dans la source.
- 7 Placer le support de la source sur le repousseur.
- 8 Serrer à la main les deux vis plaquées or à l'aide d'un tournevis Torx T6 pour fixer le support de la source à la source.

ATTENTION

Ne pas trop serrer les vis dans la source. Cela peut endommager le repousseur.

- 9 Sur le côté du bloc filament opposé à l'embout de préhension, orienter le support en céramique des deux filaments afin qu'il soit aligné avec le plat du bloc filament. Insérer complètement les trois fils de filament dans le bloc filament.

7 Maintenance générale

Montage de la source EI HES

- 10** Insérer le bloc filament dans le porte-source et utiliser un tournevis Torx T6 pour le fixer au support avec la vis plaquée or. Le bloc filament doit reposer à plat contre le porte-source. Si ce n'est pas le cas, retirer le bloc filament et vérifier que le filament est installé correctement avant de réinsérer le bloc filament.

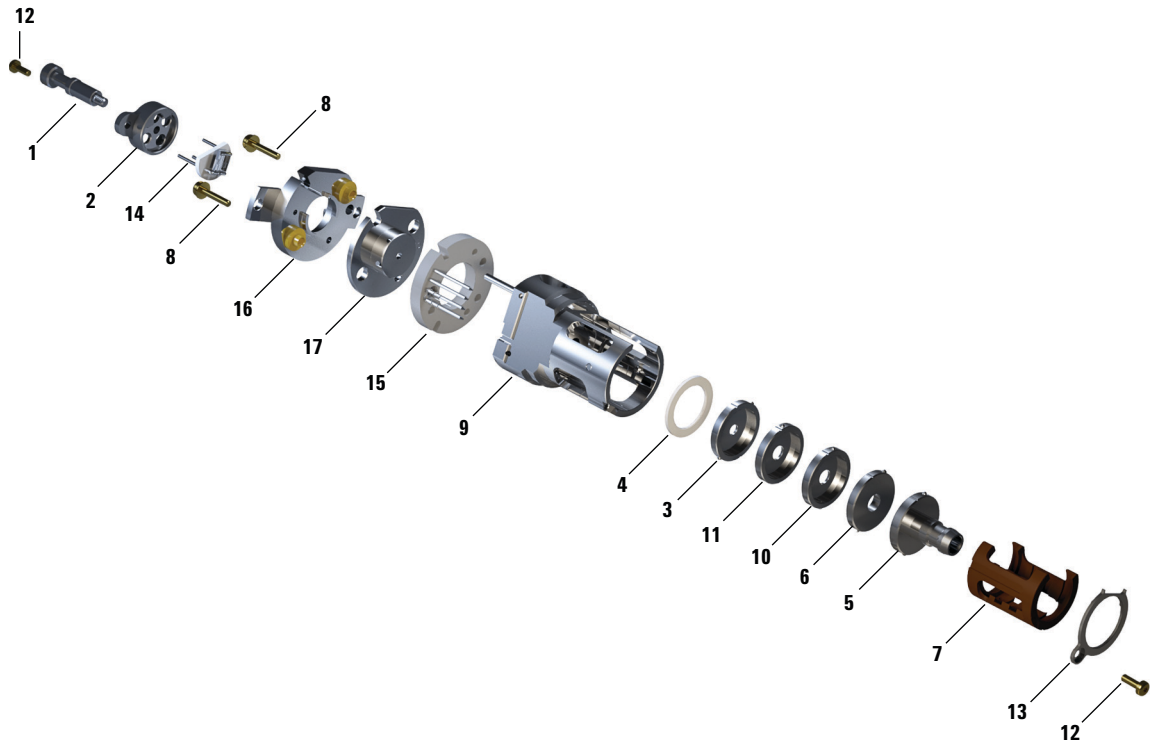


Figure 61. Montage de la source EI HES

Tableau 19 Liste des pièces de la source EI HES (Figure 61)

Référence de l'article	Description de l'article	Référence
1	Embout de préhension de la source	G7002-20008
2	Bloc filament	G7002-20019
3	Lentille d'extracteur (5)*, avec ouverture de 3 mm	G7004-20061
4	Isolant en céramique pour extracteur	G7002-20064

7 Maintenance générale

Montage de la source EI HES

Tableau 19 Liste des pièces de la source EI HES (Figure 61) (suite)

Référence de l'article	Description de l'article	Référence
5	Ensemble de lentille d'entrée, étendu, HES (1)*	G7004-20065
6	Lentille de focalisation d'ions (2)*	G7004-20068
7	Isolant de lentille / porte-lentille	G7002-20074
8	Vis M2 x 0,4 x vis plaquée or de 12 mm de long	G7002-20083
9	Source	G7002-20084
10	Post-lentille d'extracteur 2 (3)*	G7004-20090
11	Post-lentille d'extracteur 1 (4)*	G7004-20004
12	Vis plaquée or M2 x 6 mm	G7002-20109
13	Isolant de lentille à anneau de verrouillage	G7002-20126
14	Deux filaments à efficacité élevée	G7002-60001
15	Ensemble chauffage annulaire/capteur	G7002-60043
16	Support de la source 1,5 mm	G7002-60053
17	Repousseur	G7002-60057
Non illustré	Ensemble HES	G7004-67056

* Le numéro entre parenthèses est le numéro gravé sur la lentille

Dépose des filaments de la source EI HES

Matériel nécessaire

- Gants propres, non pelucheux
 - Grande taille (8650-0030)
 - Petite taille (8650-0029)
- Chiffons propres (05980-60051)
- Tournevis Torx T6 (8710-2548)



Procédure

- 1 Mettre le MSD à pression atmosphérique. (Voir « **Mise à pression atmosphérique du MSD** » page 149.)

ATTENTION

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

AVERTISSEMENT

L'analyseur, l'interface GC/MSD et d'autres composants de la chambre de l'analyseur fonctionnent à très 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 « **Ouverture de la chambre de l'analyseur** » page 192.)
- 3 Déposer la source d'ions et la placer sur un chiffon propre sur la surface de travail. (Voir « **Dépose de la source EI HES** » page 194.)
- 4 Déposer la vis fixant le bloc filament dans le support de la source. (Voir **Figure 62.**)

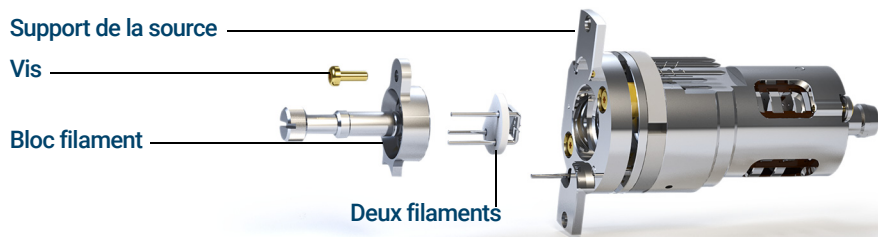


Figure 62. Remplacement des deux filaments

7 Maintenance générale

Dépose des filaments de la source EI HES

- 5 Utiliser la poignée sur le bloc filament pour déposer le bloc filament de la source.

ATTENTION

Prendre des précautions supplémentaires pour déposer les deux filaments, car ils sont extrêmement cassants.

- 6 Déposer les deux filaments du bloc filament en soulevant la source du bloc filament tout en maintenant ce dernier pour que les deux filaments ne tombent pas et ne soient pas endommagés.

Installation du filament EI HES

Matériel nécessaire

- Ensemble filament, deux filaments à efficacité élevée (G7001-60001)
- Tournevis hexagonal, 1,5 mm (8710-1570)
- Gants propres, non pelucheux
 - Grande taille (8650-0030)
 - Petite taille (8650-0029)
- Tournevis Torx T6 (8710-2548)



Procédure

- 1 Retirer l'ancien filament. (Voir « **Dépose des filaments de la source EI HES** » page 208.)
- 2 Insérer les 3 broches sur les deux filaments par l'arrière du bloc filament. (Voir **Figure 62** page 208.)
- 3 Placer le bloc filament dans le support de la source.
- 4 Utiliser un tournevis Torx T6 pour serrer la vis fixant le bloc filament du support de la source.
- 5 Réinstaller la source. (Voir « **Installation de la source EI HES** » page 211.)
- 6 Refermer la chambre de l'analyseur. (Voir « **Fermeture de la chambre de l'analyseur** » page 237.)
- 7 Mettre le MSD sous vide. (Voir « **Mise du MSD sous vide** » page 152.)
- 8 Effectuer un autotune du MSD.

Installation de la source EI HES

Matériel nécessaire

- Gants propres, non pelucheux
 - Grande taille (8650-0030)
 - Petite taille (8650-0029)
- Brucelles (8710-2460)



Procédure

ATTENTION

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

- 1 Aligner la source EI HES afin que l'ouverture fendue de l'ensemble lentilles, où les numéros de lentille sont visibles, se trouve sur le côté droit. La positionner également afin que les deux languettes de fixation du support de la source soient alignées sur les fentes correspondantes du radiateur de la source. Glisser la source dans le radiateur de la source jusqu'à ressentir une résistance.
- 2 Fermer d'un coup sec la source afin que les languettes de montage de la source soient dans l'alignement de la surface de fixation de montage de la source du radiateur. Une certaine force est nécessaire pour vaincre la résistance des broches à ressort des contacts électriques.
- 3 Brancher les fils de la source EI HES. (Voir « **Branchement/débranchement des fils de la source EI HES** » page 196.)
- 4 Installer les vis moletées et les serrer à la main. Ne pas serrer les vis moletées trop fort.
- 5 Refermer la chambre de l'analyseur. (Voir « **Fermeture de la chambre de l'analyseur** » page 237.)
- 6 Mettre le MSD sous vide. (Voir « **Mise du MSD sous vide** » page 152.)
- 7 Régler le MSD. (Voir « **Réglage du MSD en mode EI** » page 138.)

Dépose de la source EI XTR, SS ou Inert

Matériel nécessaire

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



Procédure

- 1 Mettre le MSD à pression atmosphérique. (Voir « **Mise à pression atmosphérique du MSD** » page 149.)

AVERTISSEMENT

L'analyseur, l'interface GC/MSD et d'autres composants de la chambre de l'analyseur fonctionnent à très haute température. 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 « **Ouverture de la chambre de l'analyseur** » page 192.)

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 source EI. Ne pas plier les fils plus que nécessaire. (Voir « **Branchement/débranchement du câblage des sources EI XTR, SS et Inert** » page 213.)
- 4 Déposer les vis moletées de fixation de la source. (Voir **Figure 70** page 234.)
- 5 Sortir la source du radiateur.

Branchement/débranchement du câblage des sources EI XTR, SS et Inert

Matériel nécessaire

- Gants propres, non pelucheux
 - Grande taille (8650-0030)
 - Petite taille (8650-0029)
- Pince, long-bec (8710-1094)
- Brucelles (8710-2460)



Procédure

- 1 Utiliser des brucelles ou des pinces à bec effilé pour brancher/débrancher les fils de la carte de source en céramique au niveau des connecteurs de la source. (Voir **Figure 63**.)
- 2 Utiliser des brucelles ou des pinces à bec effilé pour brancher/débrancher les fils du chauffage de la source au niveau de la carte de source en céramique.

7 Maintenance générale

Branchement/débranchement du câblage des sources EI XTR, SS et Inert

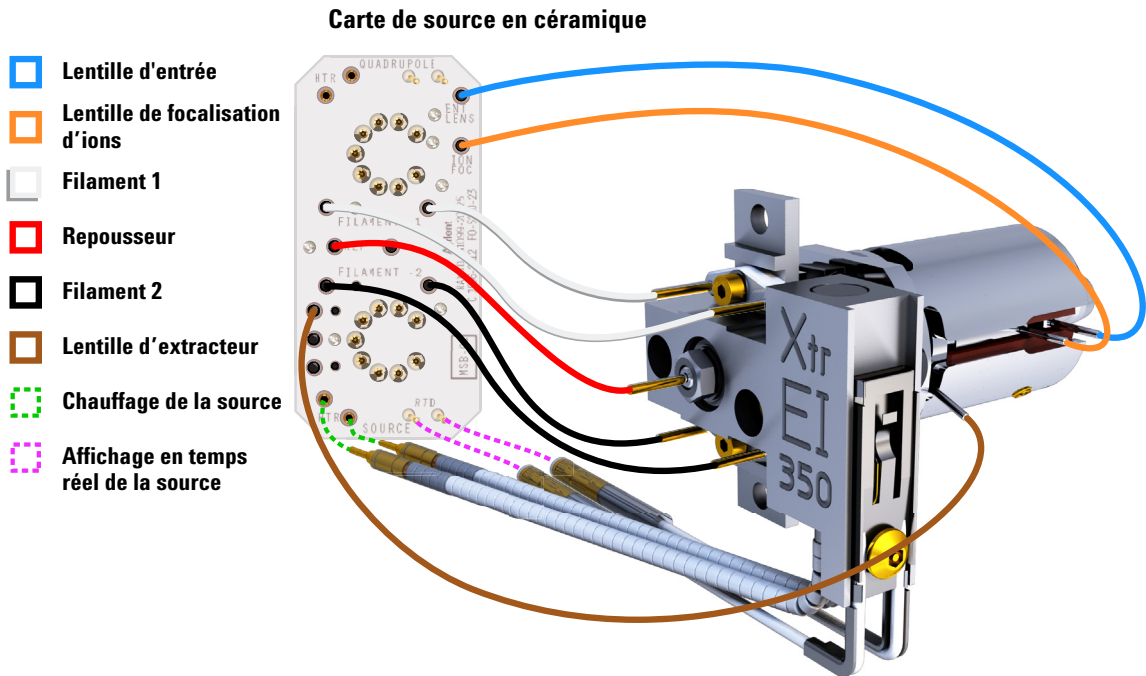


Figure 63. Câblage de la source EI XTR

Démontage de la source EI SS ou EI Inert

Matériel nécessaire

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



Procédure

Se reporter à la vue éclatée des pièces **Figure 64** et à la liste des pièces de la source EI SS et EI Inert **Tableau 20** page 217 en suivant cette procédure.

- 1 Déposer la source EI. (Voir « **Dépose de la source EI HES** » page 194 ou « **Dépose de la source EI XTR, SS ou Inert** » page 212.)
- 2 Déposer les deux vis plaquées or des filaments et déposer les filaments de la source.
- 3 Desserrer les deux vis plaquées 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.

7 Maintenance générale

Démontage de la source EI SS ou EI Inert

Tableau 20 Liste des pièces de la source EI SS ou Inert (Figure 64)

Référence de l'article	Description de l'article	Référence (SS)	Référence (Inert)
1	Filets de vis plaquée or	G1999-20022	G1999-20022
2	Vis plaquée or	G3870-20021	G3870-20021
3	Prise d'interface	G1099-20136	G1099-20136
4	Source	G1099-20130	G2589-20043
5	Cylindre d'extraction	G1072-20008	G1072-20008
6	Disque d'extraction	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	Ensemble unité chauffante de la source	G3870-60180	G3870-60179
18	Cartouche du bloc repousseur	G3870-20135	G3870-20135

Démontage de la source EI XTR

Matériel nécessaire

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



Procédure

Se reporter à la vue éclatée des pièces **Figure 65** et à la liste des pièces de la source EI EXT **Tableau 21** page 219 en suivant cette procédure.

- 1 Déposer la source EI XTR. (Voir « **Dépose de la source EI XTR, SS ou Inert** » page 212.)
- 2 Déposer les filaments en déposant deux vis plaquées or et en séparant les filaments de la source.
- 3 Desserrer les deux vis plaquées 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 plaquée 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 Retirer l'écrou du repousseur, les rondelles et l'isolant de l'avant du bloc de chauffage de la source, puis retirer le repousseur, l'isolant et l'insert du bloc repousseur par le côté opposé.

7 Maintenance générale

Démontage de la source EI XTR

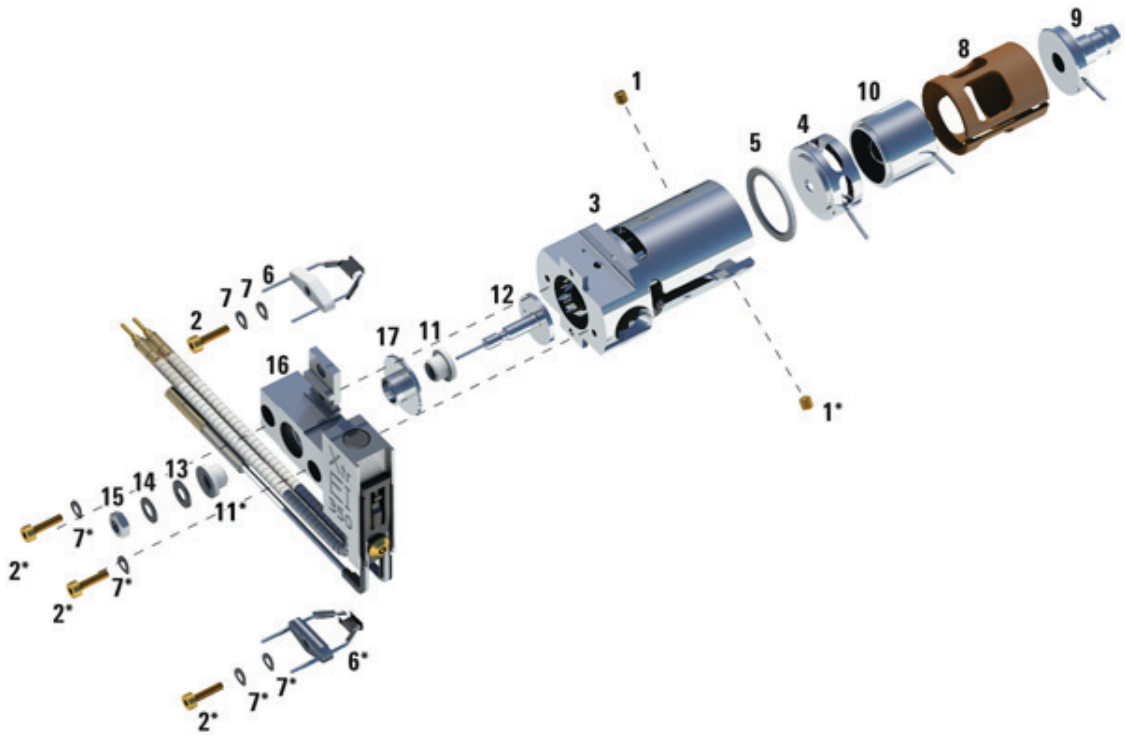


Figure 65. Démontage de la source EI XTR

Tableau 21 Liste des pièces de la source EI XTR (Figure 65)

Élément	Description	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

7 Maintenance générale

Démontage de la source EI XTR

Tableau 21 Liste des pièces de la source EI XTR (Figure 65) (suite)

Élément	Description	Référence
8	Isolant de lentille	G3870-20530
9	Ensemble de lentille d'entrée, étendu	G7000-20026
10	Lentille de focalisation d'ions	05971-20143
11	Isolant de repousseur	G1099-20113
12	Repousseur	G3870-60171
13	Rondelle plate	3050-0891
14	Rondelle ressort Belleville	3050-1301
15	Écrou de repousseur	0535-0071
16	Ensemble unité chauffante de la source	G3870-60177
17	Cartouche du bloc repousseur	G3870-20135
Non illustré	Ensemble de la source EI XTR	G7003-67720

Nettoyage d'une source EI XTR, SS ou Inert

Matériel nécessaire

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

Préparation

- 1 Démontage de la source (Voir « **Démontage de la source EI SS ou EI Inert** » page 215 ou « **Démontage de la source EI XTR** » page 218.)
- 2 Récupérer les pièces suivantes pour les nettoyer, dans le cas d'une source EI SS ou Inert : (Voir **Figure 66** page 223.)
 - Repousseur
 - Prise d'interface
 - Source
 - Cartouche du bloc repousseur
 - Disque d'extraction
 - Cylindre d'extraction
 - Lentille de focalisation d'ions
 - Lentille d'entrée

7 Maintenance générale

Nettoyage d'une source EI XTR, SS ou Inert

- 3 Récupérer les pièces suivantes pour les nettoyer, dans le cas d'une source EI XTR : (Voir **Figure 66** page 223.)
 - Repousseur
 - Cartouche du bloc repousseur
 - 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.

7 Maintenance générale

Nettoyage d'une source EI XTR, SS ou Inert



Figure 66. 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.

AVERTISSEMENT

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

- 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.

- 6 Déposer les pièces dans un bécher propre. Couvrir *sommairement* le bécher avec du papier aluminium propre (face terne vers le bas).

7 Maintenance générale

Nettoyage d'une source EI XTR, SS ou Inert

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 chiffons propres non pelucheux.

Montage d'une source EI SS ou Inert

Matériel nécessaire

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



Procédure

Se reporter à la vue éclatée des pièces **Figure 67** et à la liste des pièces de la source EI SS et EI Inert **Tableau 22** page 228 en suivant cette procédure.

ATTENTION

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

- 1 Monter le repousseur.
 - a Installer la cartouche du bloc repousseur dans le bloc de chauffage de la source.
 - b Installer les isolants du repousseur dans le bloc de chauffage de la source et dans la cartouche du bloc repousseur.
 - c Installer le repousseur avec ses isolants, puis fixer, d'abord la rondelle plate, puis la rondelle ressort belleville dans l'extrémité de la tige du repousseur et sécuriser la fixation en serrant à la main l'écrou du repousseur.
- 2 Insérer le disque d'extraction et le cylindre d'extraction dans la source.
- 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.
- 6 Installer le cône d'interface.

7 Maintenance générale

Montage d'une source EI SS ou Inert

Tableau 22 Liste des pièces de la source EI standard ou EI Inert (Figure 67)

Référence de l'article	Description de l'article	Référence (SSL)	Référence (Inert)
1	Filets de vis plaquée or	G1999-20022	G1999-20022
2	Vis plaquée or	G3870-20021	G3870-20021
3	Prise d'interface	G1099-20136	G1099-20136
4	Source	G1099-20130	G2589-20043
5	Cylindre d'extraction	G1072-20008	G1072-20008
6	Disque d'extraction	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	Ensemble unité chauffante de la source	G3870-60180	G3870-60179
18	Cartouche du bloc repousseur	G3870-20135	G3870-20135

Montage de la source EI XTR

Matériel nécessaire

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



Procédure

Se reporter à la vue éclatée des pièces **Figure 68** et à la liste des pièces de la source EI XTR **Tableau 23** page 230 en suivant cette procédure.

- 1 Faire glisser la rondelle en céramique montée dans la source.
- 2 Insérer la lentille d'extracteur dans la source, le côté plat en premier.
- 3 Insérer la lentille d'entrée et la lentille de focalisation d'ions dans l'isolant dans l'ordre indiqué dans la **Figure 68** page 230.
- 4 Faire glisser l'isolant contenant la lentille de focalisation d'ions et la lentille d'entrée dans la source, avec la lentille de focalisation d'ions contre la lentille d'extracteur.
- 5 Installer les deux filets de la vis plaquée or qui maintiennent les lentilles en place.

ATTENTION

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

- 6 Monter le repousseur.
 - a Installer la cartouche du bloc repousseur dans le bloc de chauffage de la source.
 - 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.

7 Maintenance générale

Montage de la source EI XTR

- 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.

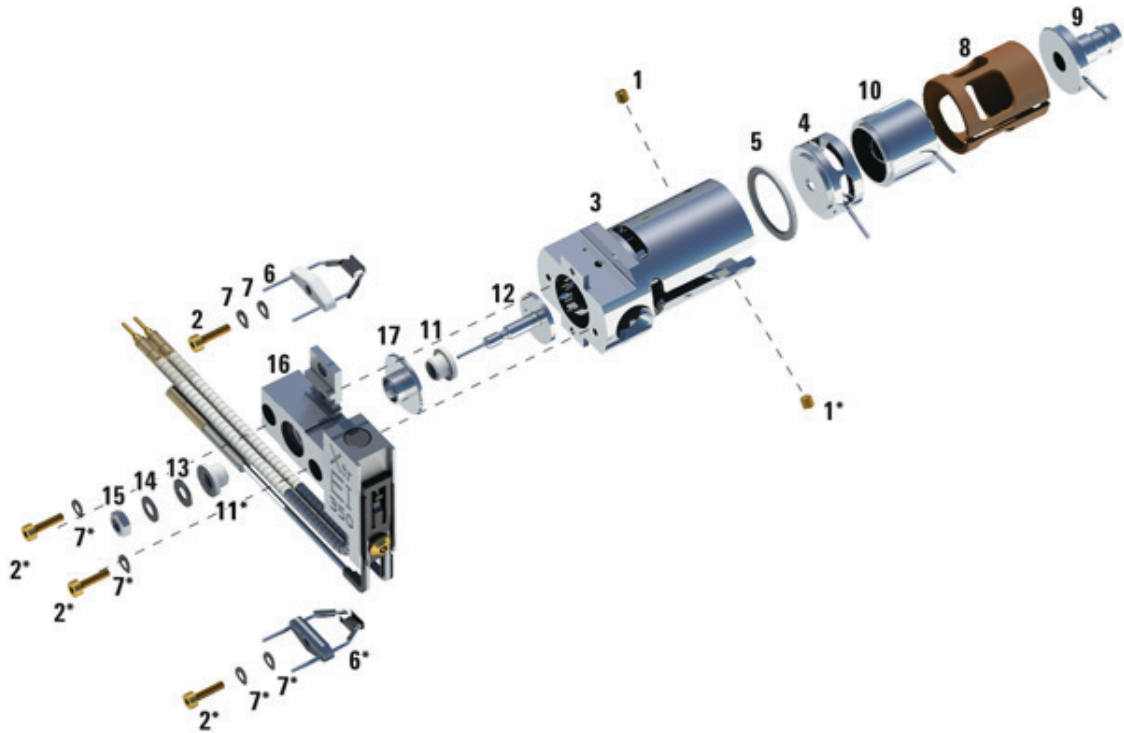


Figure 68. Montage de la source EI XTR

Tableau 23 Liste des pièces de la source EI XTR (Figure 68)

Élément	Description	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

7 Maintenance générale

Montage de la source EI XTR

Tableau 23 Liste des pièces de la source EI XTR (Figure 68) (suite)

Élément	Description	Référence
6	Filaments	G7005-60061
7	Rondelle ressort	3050-1301
7	Rondelle plate	3050-0982
8	Isolant de lentille	G3870-20530
9	Ensemble de lentille d'entrée, étendu	G7000-20026
10	Lentille de focalisation d'ions	05971-20143
11	Isolant de repousseur	G1099-20113
12	Repousseur	G3870-60171
13	Rondelle plate	3050-0891
14	Rondelle ressort Belleville	3050-1301
15	Écrou de repousseur	0535-0071
16	Ensemble unité chauffante de la source	G3870-60177
17	Cartouche du bloc repousseur	G3870-20135
Non illustré	Ensemble de la source EI XTR	G7003-67720

Remplacement d'un filament dans une source EI XTR, SS ou Inert

Matériel nécessaire

- Ensemble filament (G7005-60061)
- Gants propres, non pelucheux
 - Grande taille (8650-0030)
 - Petite taille (8650-0029)
- Tournevis hexagonal, 1,5 mm (8710-1570)



Procédure

- 1 Mettre le MSD à pression atmosphérique. (Voir « **Mise à pression atmosphérique du MSD** » page 124.)

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 « **Ouverture de la chambre de l'analyseur** » page 192.)
- 3 Retirer la source d'ions. (Voir « **Dépose de la source EI XTR, SS ou Inert** » page 212.)
- 4 Déposer la vis plaquée or et la rondelle du filament. (Voir **Figure 69** page 233.)
- 5 Faire coulisser l'ensemble filament hors de l'ensemble source d'ionisation.

7 Maintenance générale

Remplacement d'un filament dans une source EI XTR, SS ou Inert

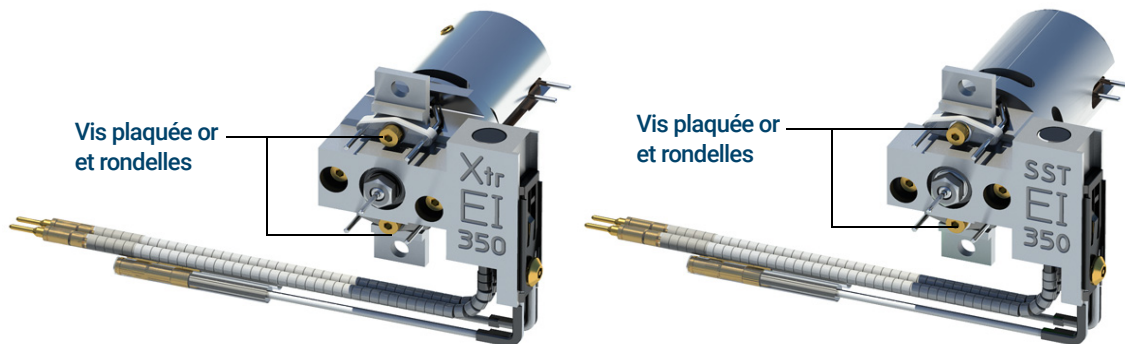


Figure 69. Remplacement du filament

- 6 Fixer le nouveau filament avec la vis plaquée or et la rondelle. (Voir **Figure 69**.)
- 7 Après l'installation du filament, vérifier qu'il n'est pas mis à la terre par la source.
- 8 Installer la source EI. (Voir « **Installation de la source EI XTR, SS ou Inert** » page 234.)
- 9 Refermer la chambre de l'analyseur. (Voir « **Fermeture de la chambre de l'analyseur** » page 237.)
- 10 Mettre le MSD sous vide. (Voir « **Mise du MSD sous vide** » page 152.)
- 11 Effectuer un autotune du MSD. (Voir « **Réglage du MSD en mode EI** » page 138.)
- 12 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.
- 13 Effectuer de nouveau un autotune du MSD.
- 14 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.
- 15 Sélectionner **Save Tune Parameters** (Enregistrer les paramètres de réglage) dans le menu **File** (Fichier).

Installation de la source EI XTR, SS ou Inert

Matériel nécessaire

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



Procédure

- 1 Glisser la source dans le radiateur. (Voir **Figure 70.**)

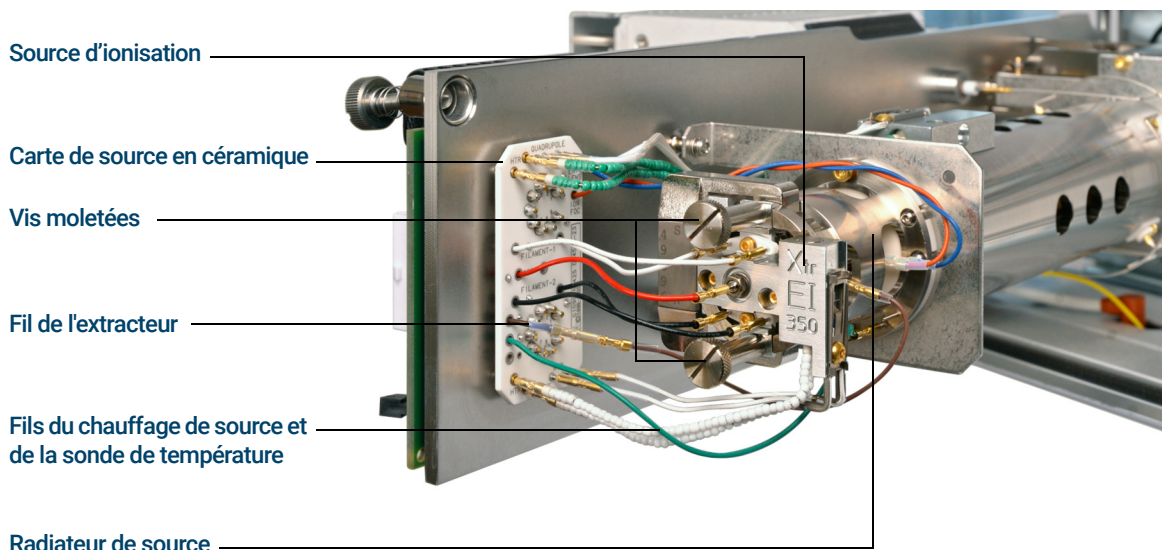


Figure 70. Installation de la source EI.

- 2 Insérer les vis moletées et les serrer à la main. Ne pas serrer les vis moletées trop fort. (Voir **Figure 70.**)
- 3 Brancher les fils de la source. (Voir « **Branchement/débranchement du câblage des sources EI XTR, SS et Inert** » page 213.)
- 4 Refermer la chambre de l'analyseur. (Voir « **Fermeture de la chambre de l'analyseur** » page 237.)

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. Il est possible de déterminer de quelle série de détecteur l'on dispose sans devoir vérifier directement le détecteur. La série du détecteur est indiquée sous le nom de « Triple Axis Series 2 » (série 2 triple axe) 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, non pelucheux
 - Grande taille (8650-0030)
 - Petite taille (8650-0029)
- Pince, long-bec (8710-1094)



Procédure

- 1 Mettre le MSD à pression atmosphérique. (Voir « **Mise à pression atmosphérique du MSD** » page 149.)

AVERTISSEMENT

L'analyseur, l'interface GC/MSD et d'autres composants de la chambre de l'analyseur fonctionnent à très haute température. 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** » page 192.)
- 3 Ouvrir le clip de maintien. (Voir **Figure 71** page 236.) Lever le bras du clip et balancer le clip loin du multiplicateur d'électrons.
- 4 Faire glisser le fil de transmission bleu du connecteur dans la plaque latérale.
- 5 Déposer le multiplicateur d'électrons (Voir **Figure 72** page 236.)
- 6 Retenir le nouveau multiplicateur avec le fil de signal bleu et fixer le fil de transmission au connecteur dans la plaque latérale.

7 Maintenance générale

Remplacement du multiplicateur d'électrons

- 7 Faire glisser le multiplicateur d'électrons en place.
- 8 Fermer le clip de maintien.
- 9 Refermer la chambre de l'analyseur. (Voir « **Fermeture de la chambre de l'analyseur** » page 237.)

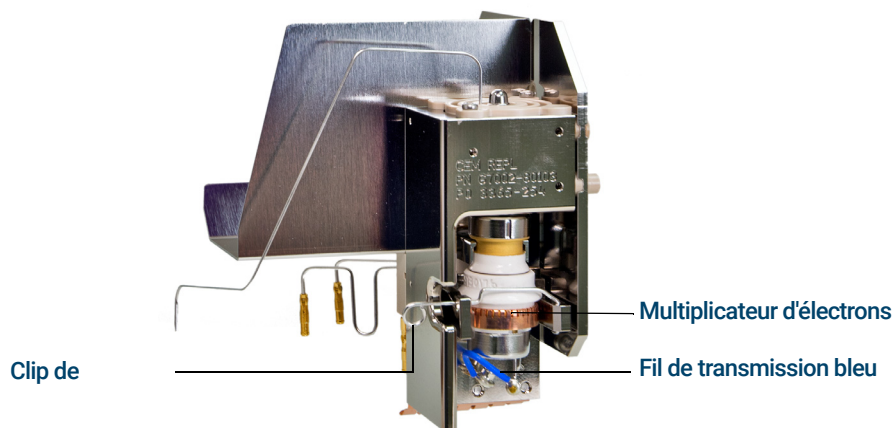


Figure 71. Remplacement du multiplicateur d'électrons sur un détecteur de série 2



Figure 72. Multiplicateur d'électrons

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 EI et CI. (Voir « **Branchement/débranchement du câblage des sources EI XTR, SS et Inert** » page 213.)

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 torique est très sec, l'étanchéité peut être difficile à obtenir. Si ce joint torique est trop brillant, il a été trop lubrifié. Pour les consignes de lubrification, se reporter au *Manuel de résolution des problèmes et de maintenance des MSD de série 5977*.

ATTENTION

Ne pas forcer la porte de l'analyseur lors de la fermeture, sous peine d'endommager le quadripôle.

- 2 Fermer la plaque latérale de l'analyseur.
- 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 utilisé comme gaz vecteur, serrer à la main *doucement* la vis moletée supérieure sur la plaque latérale de l'analyseur.
- 5 Mettre le MSD sous vide. (Voir « **Mise du MSD sous vide** » page 152.)

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 ou si de l'hydrogène est utilisé pour le système JetClean. Dans l'éventualité peu probable d'une explosion, elle pourrait ainsi empêcher la plaque de s'ouvrir.

ATTENTION

Veiller à ne pas trop serrer la vis moletée ; cela peut entraîner des fuites d'air ou empêcher une mise sous vide appropriée. Ne pas utiliser de tournevis pour serrer la vis moletée.

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

7 Maintenance générale

Fermeture de la chambre de l'analyseur

8

Maintenance en mode CI

Informations générales	240
Passage de la source EI HES à la source CI	241
Dépose du radiateur de la source EI HES	242
Branchement/débranchement du câblage du radiateur de la source EI HES	243
Installation du radiateur de la source à CI	245
Passage de la source CI à la source EI HES	247
Dépose du radiateur de la source à CI	249
Installation du radiateur de la source EI HES	251
Passage d'une source EI XTR, SS ou Inert à la source CI	252
Passage de la source CI à une source EI XTR, SS ou Inert	253
Dépose de la source CI	254
Branchement/débranchement des fils provenant de la source CI pour les modèles non équipés de source HES	256
Branchement/débranchement du câblage d'un modèle EI HES à la source CI	258
Démontage de la source CI	260
Nettoyage de la source CI	263
Montage de la source CI	266
Dépose du filament de la source CI	269
Installation du filament de la source CI	271
Installation de la source CI	272

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

Si vous utilisez le *chromatographe en phase gazeuse Agilent Intuvo 9000* avec votre MSD, le fonctionnement en mode ionisation chimique (CI) n'est actuellement pas pris en charge.

Informations générales

Nettoyage de la source d'ionisation

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 CI, vérifier si le système GC/MSD fonctionne correctement. (Voir « **Vérification de la performance du système EI** » page 143.)
- 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.

Passage de la source EI HES à la source CI

Procédure

ATTENTION

Toujours vérifier les performances du GC/MSD en mode EI avant de passer au mode CI.

- 1 Mettre le MSD à pression atmosphérique. (Voir « **Mise à pression atmosphérique du MSD** » page 149.) Le logiciel invite l'utilisateur à effectuer les actions nécessaires.
- 2 Ouvrir le panneau d'accès latéral gauche. (Voir « **Ouverture des couvercles du MSD** » page 148.)

ATTENTION

Toute décharge électrostatique 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 « **Les décharges électrostatiques constituent une menace pour les circuits électroniques du MSD** » page 23.) Prendre toutes les précautions anti-ESD avant d'ouvrir la chambre de l'analyseur.

- 3 Ouvrir la chambre de l'analyseur. (Voir « **Ouverture de la chambre de l'analyseur** » page 192.)
- 4 Déposer la source EI HES. (Voir « **Dépose de la source EI HES** » page 194.)
- 5 S'assurer que la source EI HES s'est refroidie, puis la placer dans sa boîte de rangement.
- 6 Déposer le radiateur de la source EI HES. (Voir « **Dépose du radiateur de la source EI HES** » page 242.)
- 7 Placer le radiateur de la source EI HES dans la boîte de rangement.
- 8 Sortir le radiateur de la source à CI de la boîte de rangement.
- 9 Installer le radiateur de la source à CI. (Voir « **Installation du radiateur de la source à CI** » page 245.)
- 10 Sortir la source CI de la boîte de rangement.
- 11 Installer la source à CI. Cela nécessite de raccourcir la colonne afin qu'elle dépasse de la ligne de transfert de 1 à 2 mm (voir « **Installation de la source CI** » page 272).
- 12 Mettre le MSD sous vide. (Voir « **Mise sous vide du MSD en mode CI** » page 160.)

Dépose du radiateur de la source EI HES

Matériel nécessaire

- Gants propres, non pelucheux
 - Grande taille (8650-0030)
 - Petite taille (8650-0029)
- Brucelles (8710-2460)
- Tournevis Torx T10 (5182-3466)



Procédure

AVERTISSEMENT

L'analyseur, l'interface GC/MSD et d'autres composants de la chambre de l'analyseur fonctionnent à très haute température. 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.
- Ne pas oublier de porter le bracelet antistatique ni de prendre les précautions anti-ESD recommandées avant de toucher les composants de l'analyseur.
- Lors du débranchement des fils, tirer sur les connecteurs et non sur les fils

- 1 Déposer la source EI HES. (Voir « **Dépose de la source EI HES** » page 194.)
- 2 Débrancher les fils du radiateur de la source EI HES. (Voir « **Branchement/débranchement du câblage du radiateur de la source EI HES** » page 243.)
- 3 Utiliser un tournevis Torx T10 pour desserrer les 2 vis fixant le radiateur sur l'analyseur et placer le radiateur dans sa boîte de rangement.

Branchement/débranchement du câblage du radiateur de la source EI HES

Matériel nécessaire

- Gants propres, non pelucheux
 - Grande taille (8650-0030)
 - Petite taille (8650-0029)
- Pince, long-bec (8710-1094)
- Brucelles (8710-2460)

Procédure

- 1 Utiliser des brucelles ou des pinces à bec effilé pour brancher/débrancher le fil vert de terre et les 5 fils de lentille du radiateur. Ne pas plier les fils plus que nécessaire. (Voir **Figure 73**.)
- 2 Utiliser des brucelles ou des pinces à bec effilé pour brancher/débrancher les 2 fils violets du chauffage de la source et les 2 fils gris de l'affichage en temps réel de la carte de source en céramique.

8 Maintenance en mode CI

Branchement/débranchement du câblage du radiateur de la source EI HES

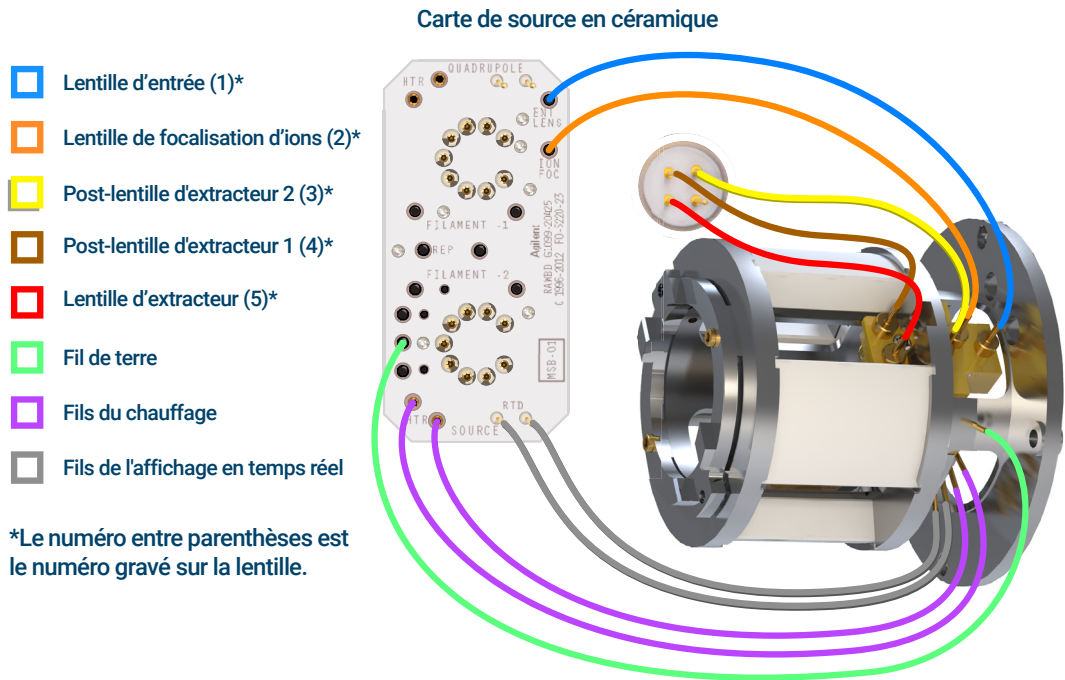


Figure 73. Câblage reliant la carte de source en céramique/connecteur traversant et le radiateur de la source EI HES

Installation du radiateur de la source à CI

Matériel nécessaire

- Gants propres, non pelucheux
 - Grande taille (8650-0030)
 - Petite taille (8650-0029)
- Brucelles (8710-2460)
- Tournevis Torx T10 (5182-3466)



Procédure

AVERTISSEMENT

L'analyseur, l'interface GC/MSD et d'autres composants de la chambre de l'analyseur fonctionnent à très haute température. 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.

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.

- 1 Aligner le radiateur sur les deux broches de guidage du support de l'analyseur et le fixer à l'aide des deux vis retenues avec un tournevis Torx numéro T10.
- 2 Brancher le fil de terre vert au radiateur. (Voir [Figure 74](#).)

8 Maintenance en mode CI
Installation du radiateur de la source à CI

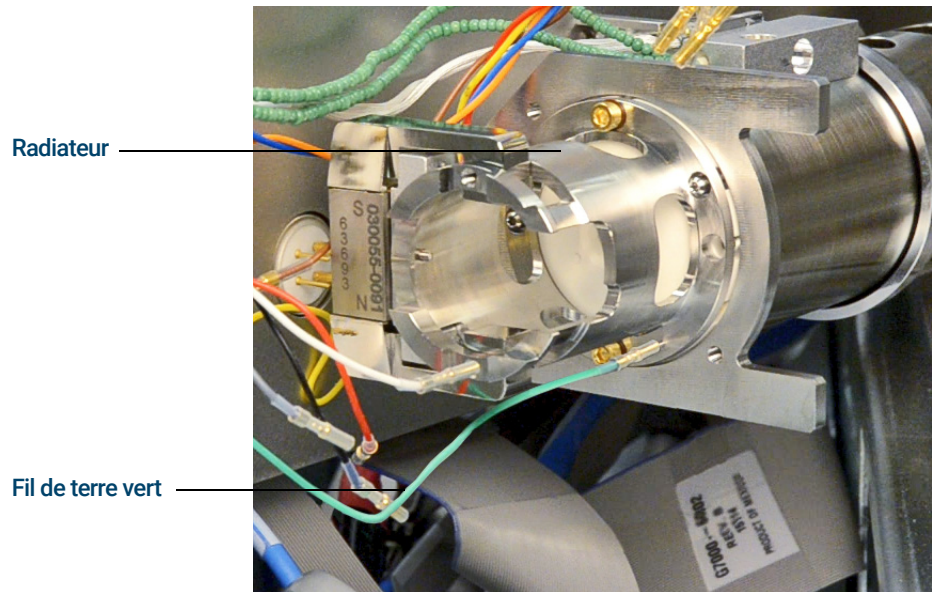


Figure 74. Radiateur de la source à CI

Passage de la source CI à la source EI HES

Procédure

- 1 Mettre le MSD à pression atmosphérique. (Voir « **Mise à pression atmosphérique du MSD** » page 124.) Le logiciel invite l'utilisateur à effectuer les actions nécessaires.

ATTENTION

Toujours porter des gants propres lors de contact avec l'analyseur ou de toute autre pièce montée à l'intérieur de la chambre de l'analyseur.

ATTENTION

Toute décharge électrostatique 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 « **Les décharges électrostatiques constituent une menace pour les circuits électroniques du MSD** » page 23.)

- 2 Ouvrir le panneau d'accès latéral gauche. (Voir « **Ouverture des couvercles du MSD** » page 148.)
- 3 Ouvrir la porte de la chambre de l'analyseur. (Voir « **Ouverture de la chambre de l'analyseur** » page 192.)
- 4 Déposer la source à CI. (Voir « **Dépose de la source CI** » page 254.)
- 5 Placer la source à CI dans la boîte de rangement.
- 6 Déposer le radiateur de la source à CI. Le radiateur ne doit pas être déposé ou installé avec la source à CI en place. (Voir « **Dépose du radiateur de la source à CI** » page 249.)
- 7 Placer le radiateur de la source à CI dans la boîte de rangement.
- 8 Desserrer l'écrou de colonne et retirer la colonne de l'interface GC/MSD.
- 9 Couper la colonne sur le côté conique de la ferrule afin de déposer la ferrule.
- 10 Installer la colonne dans l'interface GC/MSD en veillant à ce qu'elle dépasse de 4 à 5 mm de l'extrémité de la ligne de transfert côté analyseur. (Voir « **Installation d'une colonne capillaire dans l'interface GC/MSD à l'aide de l'écrou autoserrant de colonne** » page 45 ou « **Installation d'une colonne capillaire dans l'interface GC/MSD à l'aide d'un écrou de colonne standard** » page 50.)
- 11 Sortir le radiateur de la source EI HES de la boîte de rangement.

8 Maintenance en mode CI

Passage de la source CI à la source EI HES

- 12 Installer le radiateur de la source EI HES. (Voir « **Installation du radiateur de la source EI HES** » page 251.)
- 13 Sortir la source EI HES de la boîte de rangement.
- 14 Installer la source EI HES. (Voir « **Installation de la source EI HES** » page 211.)
- 15 Mettre le MSD sous vide. (Voir « **Mise du MSD sous vide** » page 152.)

Dépose du radiateur de la source à CI

Matériel nécessaire

- Gants propres, non pelucheux
 - Grande taille (8650-0030)
 - Petite taille (8650-0029)
- Brucelles (8710-2460)
- Tournevis Torx T10 (5182-3466)



Procédure

AVERTISSEMENT

L'analyseur, l'interface GC/MSD et d'autres composants de la chambre de l'analyseur fonctionnent à très haute température. 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.

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.

- 1 Déposer la source à CI. (Voir « **Dépose de la source CI** » page 254.)
- 2 Débrancher le fil de terre vert du radiateur. (Voir **Figure 75**.)
- 3 Utiliser un tournevis Torx T-10 pour desserrer les deux vis retenues fixant le radiateur sur l'analyseur et placer le radiateur dans sa boîte de rangement.

8 **Maintenance en mode CI**
Dépose du radiateur de la source à CI

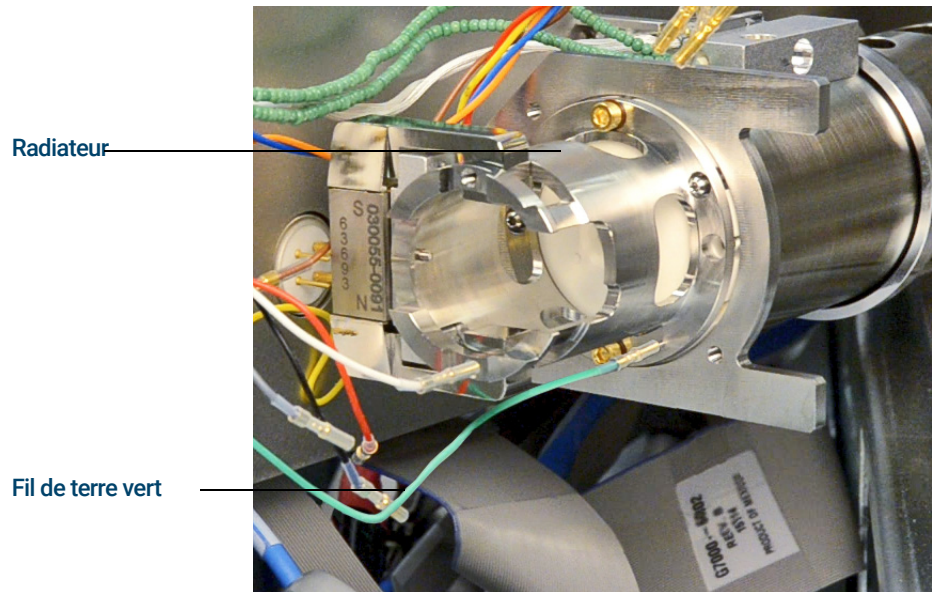


Figure 75. Radiateur de la source à CI

Installation du radiateur de la source EI HES

Matériel nécessaire

- Gants propres, non pelucheux
 - Grande taille (8650-0030)
 - Petite taille (8650-0029)
- Tournevis Torx T10 (5182-3466)
- Brucelles (8710-2460)



Procédure

AVERTISSEMENT

L'analyseur, l'interface GC/MSD et d'autres composants de la chambre de l'analyseur fonctionnent à très haute température. 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.

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.

- 1 Placer le radiateur sur les broches de guidage sur le support de l'analyseur et utiliser un tournevis Torx T10 pour les fixer à l'aide de (2) M3 x 12 vis plaqué or (référence G7002-20110).
- 2 Utiliser des brucelles pour brancher les fils du radiateur de la source EI HES. (Voir « [Branchement/débranchement du câblage du radiateur de la source EI HES](#) » page 243.)

Passage d'une source EI XTR, SS ou Inert à la source CI

ATTENTION

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

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

Procédure

- 1 Mettre le MSD à pression atmosphérique. (Voir « [Mise à pression atmosphérique du MSD](#) » page 149.)

ATTENTION

Toute décharge électrostatique 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 « [Décharges électrostatiques](#) » page 187.) Prendre toutes les précautions anti-ESD avant d'ouvrir la chambre de l'analyseur.

- 2 Ouvrir l'analyseur. (Voir « [Ouverture de la chambre de l'analyseur](#) » page 192.)
- 3 Déposer la source EI. (Voir « [Dépose de la source EI XTR, SS ou Inert](#) » page 212.)
- 4 En cas de dépose d'une source XTR, déposer le fil marron de l'extracteur de la carte de source en céramique et le conserver avec la source EI XTR. (Voir [Figure 55](#) page 195.)
- 5 Installer la source à CI. (Voir « [Installation de la source CI](#) » page 272.)
- 6 Installer le cône d'étanchéité CI/d'interface d'extracteur s'il n'est pas déjà installé (réf. G3870-20542). (Voir « [Installation du cône d'étanchéité de l'interface GC/MSD](#) » page 54.)
- 7 Fermer l'analyseur. (Voir « [Fermeture de la chambre de l'analyseur](#) » page 237.)
- 8 Mettre le MSD sous vide. (Voir « [Mise sous vide du MSD en mode CI](#) » page 160.)

Passage de la source CI à une source EI XTR, SS ou Inert

Procédure

ATTENTION

Toujours porter des gants propres lors de contact avec l'analyseur ou de toute autre pièce montée à l'intérieur de la chambre de l'analyseur.

ATTENTION

Toute décharge électrostatique 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 « **Décharges électrostatiques** » page 187.)

- 1 Mettre le MSD à la pression atmosphérique depuis la vue de réglage « Tune and Vacuum Control ». (Voir « **Mise à pression atmosphérique du MSD** » page 149.) Le logiciel invite l'utilisateur à effectuer les actions nécessaires.
- 2 Ouvrir l'analyseur. (Voir « **Ouverture de la chambre de l'analyseur** » page 192.)
- 3 Retirer le cône d'étanchéité de l'interface, le ressort et la pièce de retenue du cône d'étanchéité à tête moletée pour passer à une source EI SS ou Inert.
- 4 Installer la source EI. (Voir « **Installation de la source EI XTR, SS ou Inert** » page 234.)
- 5 Pour installer une source EI XTR, 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 dans la boîte de rangement de la source d'ions.
- 7 Pour installer une source EI SS ou Inert, déposer le cône d'étanchéité d'interface, le ressort et la pièce de retenue du cône d'étanchéité à tête moletée, puis les ranger dans la boîte de rangement de la source CI.
- 8 Mettre le MSD sous vide. (Voir « **Mise du MSD sous vide** » page 152.)

Dépose de la source CI

Matériel nécessaire

- Gants propres, non pelucheux
 - Grande taille (8650-0030)
 - Petite taille (8650-0029)
- Brucelles (8710-2460)



Procédure

La vidéo présente les branchements des fils pour les modèles de MSD non équipés de source HES.

- 1 Mettre le MSD à pression atmosphérique. (Voir « **Mise à pression atmosphérique du MSD** » page 149.)

AVERTISSEMENT

L'analyseur, l'interface GC/MSD et d'autres composants de la chambre de l'analyseur fonctionnent à très haute température. 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** » page 192.)

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 Utiliser des brucelles pour débrancher les fils de la source CI. Ne pas plier les fils plus que nécessaire. (Voir « **Branchement/débranchement des fils provenant de la source CI pour les modèles non équipés de source HES** » page 256 ou « **Branchement/débranchement du câblage d'un modèle EI HES à la source CI** » page 258.)

8 Maintenance en mode CI

Dépose de la source CI

Suivre le trajet des fils du chauffage de la source et de la sonde de température jusqu'à la carte de source en céramique, et les débrancher à cet endroit. (Voir « **Branchement/débranchement du câblage d'un modèle EI HES à la source CI** » page 258.)

- 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.

8 Maintenance en mode CI

Branchement/débranchement des fils provenant de la source CI pour les modèles non équipés de source HES

Branchement/débranchement des fils provenant de la source CI pour les modèles non équipés de source HES

Matériel nécessaire

- Gants propres, non pelucheux
 - Grande taille (8650-0030)
 - Petite taille (8650-0029)
- Pince, long-bec (8710-1094)
- Brucelles (8710-2460)

Procédure

- 1 Utiliser des pinces pour brancher/débrancher les fils de la carte en céramique au niveau des connecteurs de la source. (Voir **Figure 76.**)
- 2 Utiliser des pinces pour brancher/débrancher les fils du chauffage de la source au niveau de la carte de source en céramique. (Voir **Figure 76.**)

8 Maintenance en mode CI

Branchement/débranchement des fils provenant de la source CI pour les modèles non équipés de source HES

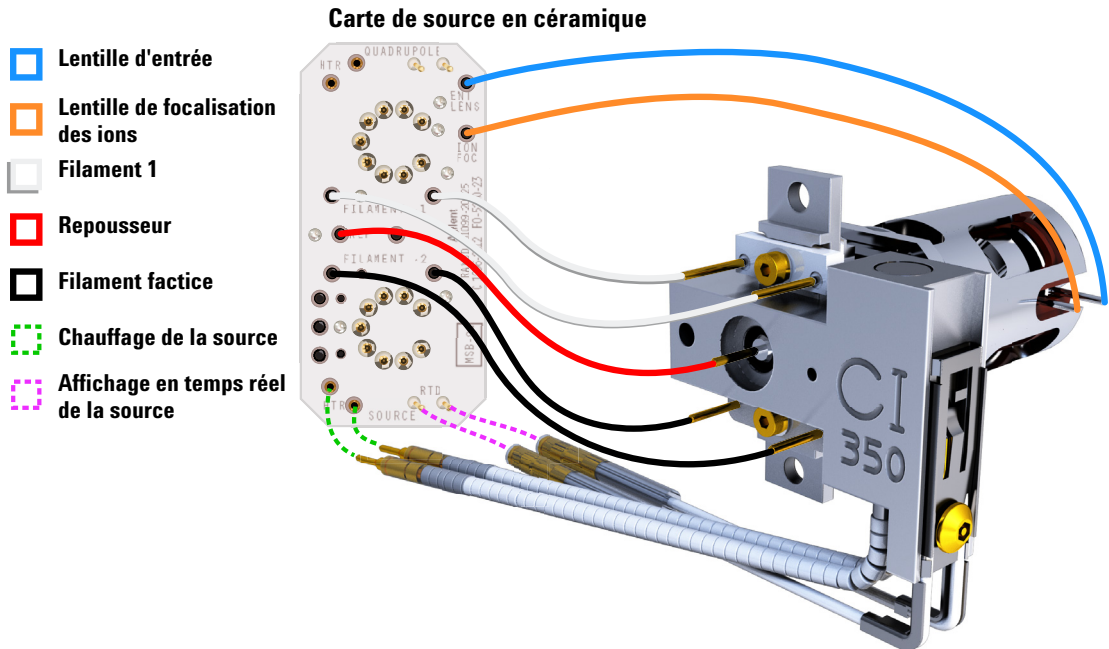


Figure 76. Câblage reliant la carte de source en céramique et la source

Branchement/débranchement du câblage d'un modèle EI HES à la source CI

Matériel nécessaire

- Gants propres, non pelucheux
 - Grande taille (8650-0030)
 - Petite taille (8650-0029)
- Pince, long-bec (8710-1094)
- Brucelles (8710-2460)

Procédure

- 1 Utiliser des pinces pour brancher/débrancher les fils de la carte en céramique (rouge, blanc, noir et gris) au niveau des connecteurs de la source. (Voir **Figure 77**.)
- 2 Utiliser des pinces pour brancher/débrancher les fils du chauffage de la source au niveau de la carte de source en céramique. (Voir **Figure 77**.)

8 Maintenance en mode CI

Branchement/débranchement du câblage d'un modèle EI HES à la source CI

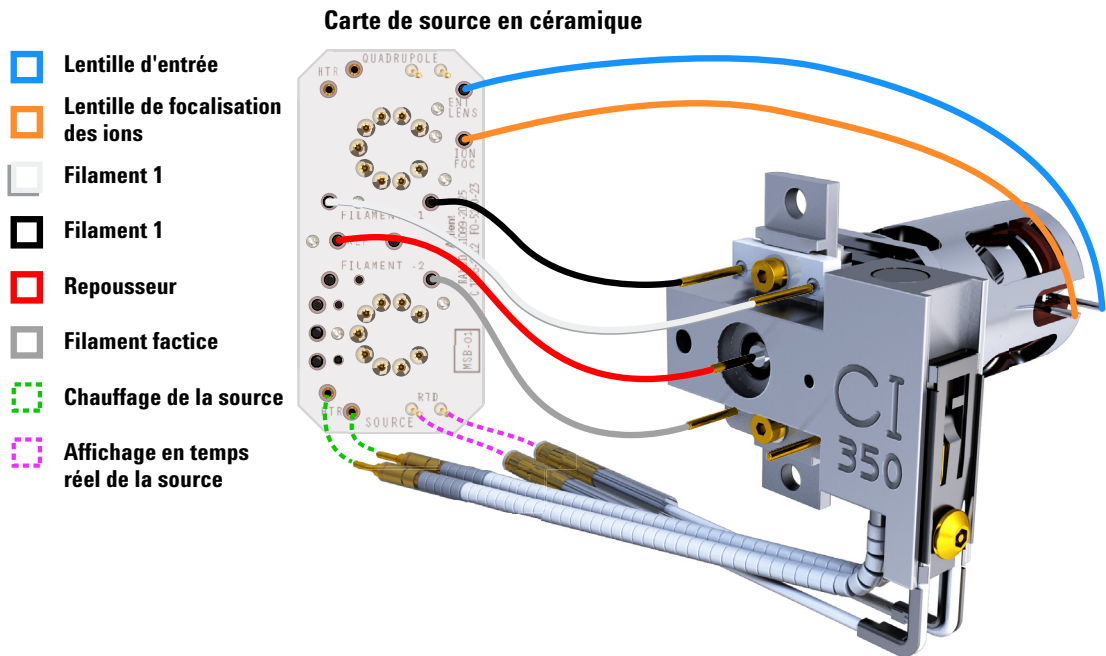


Figure 77. Câblage reliant la carte de source en céramique et la source

Démontage de la source CI

Matériel nécessaire

- Gants propres, non pelucheux
 - Grande taille (8650-0030)
 - Petite taille (8650-0029)
- Tournevis hexagonal, 1,5 mm (8710-1570)
- Tournevis hexagonal, 2,0 mm (8710-1804)
- Clé à fourche, 10 mm (8710-2353)
- Tourne-écrou, 5,5 mm (8710-1220)
- Brucelles (8710-2460)

Procédure

Se reporter à la vue éclatée des pièces **Figure 78** et à la liste des pièces de la source CI **Tableau 24** page 261 en suivant cette procédure.

- 1 Déposer la source à CI. (Voir « **Dépose de la source CI** » page 254.)
- 2 Retirer les filaments. (Voir « **Dépose du filament de la source CI** » page 269.)
- 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.
- 4 Démontez l'ensemble repousseur en retirant l'isolant en céramique du repousseur.
- 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.

8 Maintenance en mode CI

Démontage de la source CI

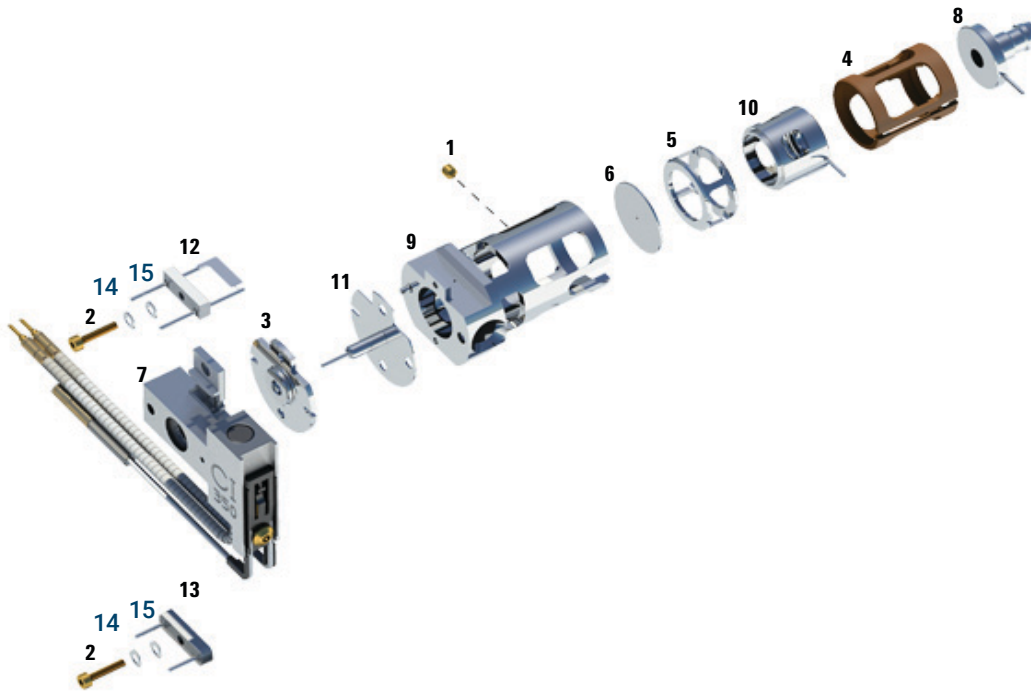


Figure 78. Démontage de la source CI

Tableau 24 Liste des pièces de la source CI (Figure 78)

Élément	Description	Référence
1	Vis de fixation	G1999-20022
2	Vis de filament	G1999-20021
3	Isolant de repousseur CI	G1999-20433
4	Isolant de lentille CI	G3170-20540
5	Cylindre d'extraction CI	G1999-20444
6	Disque d'extraction CI	G1999-20446
7	Ensemble unité chauffante de la source CI	G3870-60415
8	Lentille d'entrée	G7000-20026
9	Corps de la source CI	G3170-20430

8 Maintenance en mode CI

Démontage de la source CI

Tableau 24 Liste des pièces de la source CI (Figure 78) (suite)

Élément	Description	Référence
10	Lentille de focalisation d'ions	G1999-20443
11	Repousseur CI	G7077-20432
12	Filament de source CI - lot de 2	G7005-60072
13	Filament factice	G1999-60454
14	Rondelle à ressort incurvée, 2,2 mm de DI, 4,5 mm de DE, qté : 2	3050-1374
15	Rondelle plate	3050-9082
Non illustré	Emballage, source GC/MS, Clamshell	G7002-80008
Non illustré	Support, source GC/MS, Clamshell	G7002-00008
Non illustré	Ensemble de la source CI	G7002-67404
Non illustré	Ensemble de la source CI (sans cône d'étanchéité)	G7077-67404

Nettoyage de la source CI

Matériel nécessaire

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

Préparation

- 1 Démontez la source CI. (Voir « **Démontage de la source CI** » page 260.)
- 2 Récupérez les pièces suivantes pour les nettoyer, dans le cas d'une source CI : (Voir **Figure 79** page 264.)
 - Repousseur
 - Source
 - Disque d'extraction
 - Cylindre d'extraction
 - 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.

8 Maintenance en mode CI

Nettoyage de la source CI

ATTENTION

Si l'isolant du repousseur de la source CI est sale, le nettoyer à l'aide d'un coton-tige imbibé de méthanol de qualité réactif. Si cela ne suffit pas à nettoyer l'isolant, il convient de le remplacer. Ne pas nettoyer l'isolant à l'aide de produits abrasifs ni d'ultrasons.



Figure 79. Pièces de la source 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.

8 Maintenance en mode CI

Nettoyage de la source CI

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.

AVERTISSEMENT

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

- 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.

- 6 Déposer les pièces dans un bécher propre. Couvrir *sommairement* le bécher avec du papier aluminium propre (face terne vers le bas).
- 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 chiffons propres non pelucheux.

Montage de la source CI

Matériel nécessaire

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



Procédure

Se reporter à la vue éclatée des pièces **Figure 80** et à la liste des pièces de la source CI **Tableau 25** page 267 en suivant cette 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.
- 2 Faire glisser le disque d'extraction et le cylindre d'extraction dans la source.
- 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.
- 6 Placer l'ensemble unité chauffante sur la source.
- 7 Réinstaller le filament factice et le filament, puis fixer avec les filets de la vis.

8 Maintenance en mode CI

Montage de la source CI

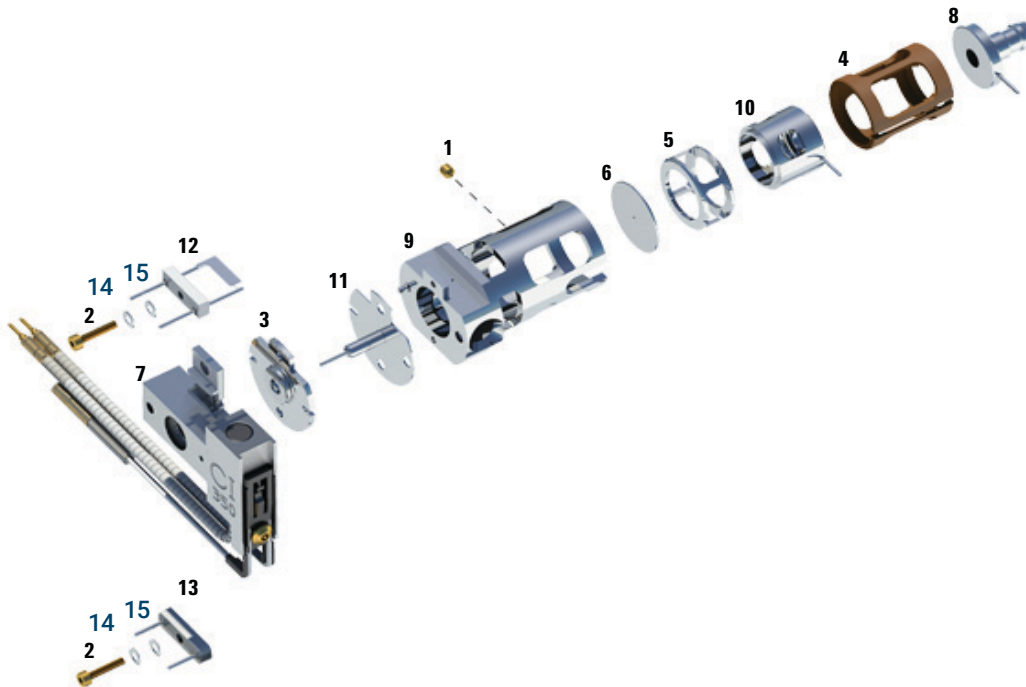


Figure 80. Montage de la source CI

Tableau 25 Liste des pièces de la source CI (Figure 80)

Élément	Description	Référence
1	Vis de fixation	G1999-20022
2	Vis de filament	G1999-20021
3	Isolant de repousseur CI	G1999-20433
4	Isolant de lentille CI	G3170-20540
5	Cylindre d'extraction CI	G1999-20444
6	Disque d'extraction CI	G1999-20446
7	Ensemble unité chauffante de la source CI	G3870-60415
8	Lentille d'entrée	G7000-20026
9	Corps de la source CI	G3170-20430
10	Lentille de focalisation d'ions	G1999-20443

8 Maintenance en mode CI

Montage de la source CI

Tableau 25 Liste des pièces de la source CI (Figure 80) (suite)

Élément	Description	Référence
11	Repousseur CI	G7077-20432
12	Filament de source CI - lot de 2	G7005-60072
13	Filament factice	G1999-60454
14	Rondelle à ressort incurvée, 2,2 mm de DI, 4,5 mm de DE, qté : 2	3050-1374
15	Rondelle plate	3050-9082
Non illustré	Emballage, source GC/MS, Clamshell	G7002-80008
Non illustré	Support, source GC/MS, Clamshell	G7002-00008
Non illustré	Ensemble de la source CI	G7002-67404
Non illustré	Ensemble de la source CI (sans cône d'étanchéité)	G7077-67404

Dépose du filament de la source CI

Matériel nécessaire

- Gants propres, non pelucheux
 - Grande taille (8650-0030)
 - Petite taille (8650-0029)
- Tournevis hexagonal, 1,5 mm (8710-1570)
- Brucelles (8710-2460)



Procédure

- 1 Mettre le MSD à pression atmosphérique. (Voir « **Mise à pression atmosphérique du MSD** » page 149.)

ATTENTION

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

AVERTISSEMENT

L'analyseur, l'interface GC/MSD et d'autres composants de la chambre de l'analyseur fonctionnent à très 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 « **Ouverture de la chambre de l'analyseur** » page 192.)
- 3 Déposer la source à CI. (Voir « **Dépose de la source CI** » page 254.)
- 4 Retirer la vis maintenant le filament dans la source CI. (Voir **Figure 81**.)
- 5 Faire coulisser le filament hors de l'ensemble de la source CI. (Voir **Figure 81**.)

8 Maintenance en mode CI

Dépose du filament de la source CI

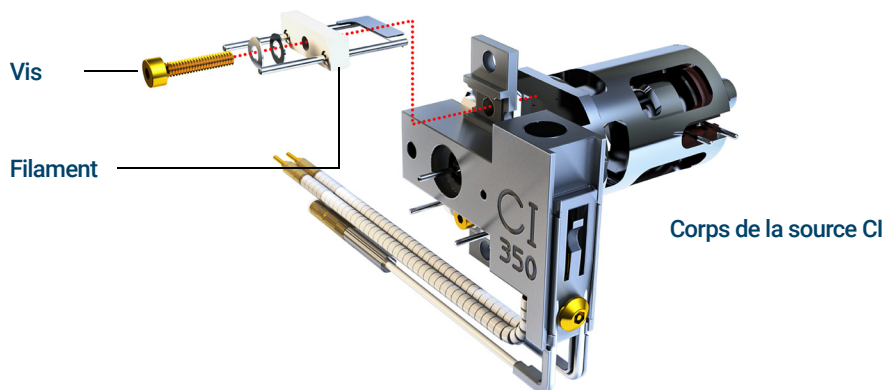


Figure 81. Changement du filament de la source CI

Installation du filament de la source CI

Matériel nécessaire

- Ensemble filament, lot de 2, CI (G7005-60072)
- Gants propres, non pelucheux
 - 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** » page 269.)
- 2 Placer le nouveau filament en position dans le corps de source d'ions. (Voir **Figure 81** page 270.)
- 3 Fixer le filament dans le corps de source d'ions avec la vis. (Voir **Figure 81** page 270.)
- 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 CI. (Voir « **Installation de la source CI** » page 272 ou « **Informations générales** » page 240.)
- 6 Mettre le MSD sous vide. (Voir « **Mise sous vide du MSD en mode CI** » page 160.)
- 7 Effectuer un autotune du MSD.

Installation de la source CI

ATTENTION

Toute décharge électrostatique 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.



Procédure

La vidéo présente les branchements des fils pour les modèles de MSD non équipés de source HES.

- 1 Mettre le MSD à pression atmosphérique. (Voir « **Mise à pression atmosphérique du MSD** » page 149.)
- 2 Ouvrir la chambre de l'analyseur. (Voir « **Ouverture de la chambre de l'analyseur** » page 192.)
- 3 Faire glisser la source CI dans le radiateur. (Voir **Figure 82**.)
- 4 Installer les vis moletées. (Voir **Figure 82**.)
- 5 Brancher les fils à la source CI. (Voir « **Branchement/débranchement des fils provenant de la source CI pour les modèles non équipés de source HES** » page 256 ou « **Branchement/débranchement du câblage d'un modèle EI HES à la source CI** » page 258.)

8 Maintenance en mode CI

Installation de la source CI

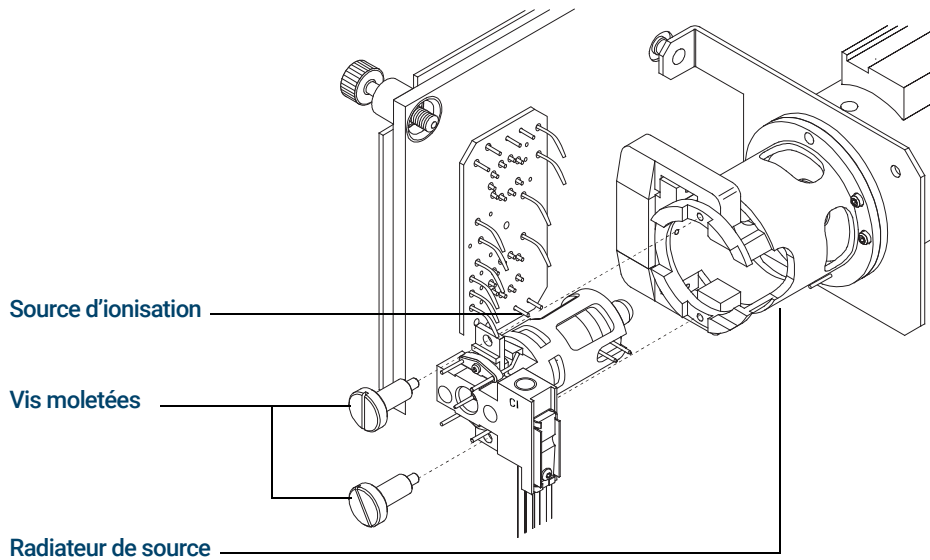


Figure 82. Installation de la source CI

- 6 Fermer la porte de l'analyseur. (Voir « **Fermeture de la chambre de l'analyseur** » page 237.)
- 7 Mettre le MSD sous vide. (Voir « **Mise sous vide du MSD en mode CI** » page 160.)
- 8 Régler le MSD. (Voir « **Réglage Autotune en mode CI** » page 157.)

8 Maintenance en mode CI

Installation de la source CI

www.agilent.com

© Agilent Technologies, Inc. 2019

Première édition, janvier 2019



G7077-93034

