



---

# DuoSpray™ Ionenquelle

Bedienerhandbuch



---

Dieses Dokument wird Käufern eines SCIEX-Geräts für dessen Gebrauch zur Verfügung gestellt. Dieses Dokument ist urheberrechtlich geschützt und jegliche Vervielfältigung dieses Dokuments oder eines Teils dieses Dokuments ist strengstens untersagt, sofern dies nicht schriftlich von SCIEX genehmigt wurde.

Die in diesem Dokument beschriebene Software unterliegt einer Lizenzvereinbarung. Es ist gesetzlich untersagt, die Software auf andere Medien zu kopieren, zu ändern oder zu verbreiten, sofern dies nicht ausdrücklich durch die Lizenzvereinbarung genehmigt wird. Darüber hinaus kann es nach dem Lizenzvertrag untersagt sein, die Software zu disassemblieren, zurückzuentwickeln oder zurückzuübersetzen. Es gelten die aufgeführten Garantien.

Teile dieses Dokuments können sich auf andere Hersteller und/oder deren Produkte beziehen, die wiederum Teile enthalten können, deren Namen und/oder Funktion als Marke ihrer jeweiligen Eigentümer eingetragen sind. Jede derartige Verwendung dient ausschließlich der Bezeichnung von Produkten eines Herstellers, die von SCIEX für den Einbau in seine Geräte bereitgestellt werden. Damit sind keinerlei eigene noch fremde Nutzungsrechte und/oder -lizenzen zur Verwendung derartiger Hersteller- und/oder Produktnamen als Marke verbunden.

Die Garantien von SCIEX beschränken sich auf die zum Verkaufszeitpunkt oder bei Erteilung der Lizenz für seine Produkte ausdrücklich zuerkannten Garantien und sind die von SCIEX alleinig und ausschließlich zuerkannten Zusicherungen, Garantien und Verpflichtungen. SCIEX gibt keinerlei andere ausdrücklichen noch impliziten Garantien, einschließlich und ohne Einschränkung, Garantien zur Marktgängigkeit oder Eignung für einen bestimmten Zweck, gleichgültig ob diese auf gesetzlichen oder sonstigen Rechtsvorschriften beruhen oder sich aus dem Verlauf des Handels oder der Nutzung des Handels ergeben, und lehnt alle derartigen Garantien ausdrücklich ab und übernimmt für durch die Nutzung durch den Käufer oder für sich daraus ergebende widrige Umstände, einschließlich indirekter Schäden oder Folgeschäden, keinerlei Verantwortung oder Eventualverbindlichkeiten.

**Nur für Forschungszwecke.** Nicht zur Verwendung bei Diagnoseverfahren.

AB SCIEX™ wird unter Lizenz verwendet.

© 2015 AB SCIEX



AB Sciex Pte. Ltd.  
Blk 33, #04-06  
Marsiling Ind Estate Road 3  
Woodlands Central Indus. Estate.  
SINGAPORE 739256

# Inhalt

---

<b>Kapitel 1 Einführung in die Ionenquellen.....</b>	<b>5</b>
Vorsichtsmaßnahmen und Gefahren beim Betrieb.....	5
Ionisationsmodi.....	6
ESI-Modus.....	6
APCI-Modus.....	6
Komponenten der Ionenquelle.....	7
Probe.....	8
TurbolonSpray -Probe.....	9
APCI-Probe.....	9
Umschaltventil.....	10
Gas- und elektrische Anschlüsse.....	11
Ionenquellen-Sensorschaltung.....	12
Quellenexhaustsystem.....	12
Methodentypen.....	13
Methoden mit mehreren Experimenten.....	13
Mehrphasige Methoden.....	13
Kontaktangaben.....	13
Verwandte Dokumentation.....	14
Technischer Support.....	14
<b>Kapitel 2 Installation der Ionenquelle.....</b>	<b>15</b>
Installieren der Halterung des Umschaltventils auf der Instrumentenreihe 4000 und der API 5000 Geräte.....	15
Installieren der Halterung des Umschaltventils auf der Instrumentenserie 3200.....	16
Installieren der Steuerung.....	18
Vorbereitung der Installation.....	18
Installieren der Probe.....	19
Anschließen der Ionenquelle zur Probeninjizierung mit der TurbolonSpray -Probe.....	20
Anschließen der Ionenquelle zur Probenzufuhr mit der APCI-Probe.....	20
Installieren Sie die Ionenquelle auf dem Massenspektrometer.....	21
Anschließen der Probenkapillare.....	22
Überprüfen auf Undichtigkeiten.....	23
<b>Kapitel 3 Optimieren der Ionenquelle.....</b>	<b>24</b>
Probeninjektion.....	25
Methode.....	25
Flussrate.....	25
Probeneinlassanforderungen.....	25
TurbolonSpray Sondenoptimierung.....	25
Flussrate und Temperatur.....	26
Einrichten des Systems.....	30
Durchführen der Methode.....	30
Einstellen der Startbedingungen.....	27

## Inhalt

---

Optimieren der TurbolonSpray -Probeposition.....	27
Optimieren von Quellen- und Gas-Parametern sowie der Spannung.....	28
Optimieren der Temperatur des Turboheizers.....	29
Optimieren der APCI-Probe.....	29
Einrichten des Systems.....	30
Durchführen der Methode.....	30
Einstellen der Startbedingungen.....	30
Optimieren von Gas 2 und Curtain Gas Flow .....	31
Einstellen der Position der Koronaentladungsnadel.....	31
Optimieren der Position der APCI-Probe.....	31
Optimieren der IonSpray™-Spannung.....	33
Optimieren der Temperatur der APCI-Probe.....	33
Tipps zur Optimieren.....	33
<b>Kapitel 4 Wartung der Ionenquelle.....</b>	<b>34</b>
Reinigen Sie die Oberflächen der Ionenquelle.....	35
Reinigen des Umschaltventils und der Probe.....	36
Austausch des Umschaltventils.....	36
Entfernen des Rotors.....	37
Installieren des Rotors.....	38
Entfernen der Ionenquelle.....	39
Entfernen der Probe.....	40
Ersetzen der Elektrodenkapillare.....	40
Einstellen des Elektrodenspitzen-Überstands.....	42
Tauschen Sie die Spitze der Koronaentladungsnadel aus.....	43
Koronaentladungsnadel ersetzen.....	44
Ersetzen Sie die Probenkapillare.....	46
<b>Kapitel 5 Fehlerbehebung.....</b>	<b>47</b>
<b>Anhang A Grundlagen der Handhabung – Ionenquelle .....</b>	<b>50</b>
TurbolonSpray -Modus.....	50
APCI-Modus.....	51
APCI-Ionisationsbereich.....	54
<b>Anhang B Quellen-Parameter und Spannungen.....</b>	<b>56</b>
TurbolonSpray -Probe-Parameter.....	56
APCI-Probe-Parameter.....	57
Parameter-Beschreibungen.....	57
Probeposition.....	60
Zusammensetzung der Lösungsmittel.....	60
<b>Anhang C Verbrauchsmaterialien und Ersatzteile.....</b>	<b>61</b>
<b>Revisionen.....</b>	<b>62</b>

# Einführung in die Ionenquellen

# 1

Die DuoSpray™-Ionenquelle kann entweder für Elektrospray-Ionisation (ESI) oder für chemische Ionisation bei Atmosphärendruck (APCI) verwendet werden.

Die TurbolonSpray®-Probe wird für den Betrieb im ESI-Modus verwendet. Die APCI-Probe wird für den Ionisationsbetrieb im APCI-Modus verwendet.

Zu den Anwendungen der Ionenquelle gehören sowohl die Entwicklung qualitativer Methoden als auch qualitative und quantitative Analysen.

## Vorsichtsmaßnahmen und Gefahren beim Betrieb

Vorschriften und Sicherheitshinweise zum Massenspektrometer finden Sie im Sicherheitshandbuch oder im *Systemhandbuch*.



**WARNHINWEIS!** Strahlengefährdung, Biogefährdung oder toxisch-chemische Gefahr. Verwenden Sie die Ionenquelle nur, wenn Sie Kenntnisse über die ordnungsgemäße Verwendung, Eingrenzung und Entsorgung von innerhalb der Ionenquelle verwendeten giftigen oder schädlichen Materialien haben und darin geschult wurden.



**WARNHINWEIS!** Gefahr von Stichverletzungen, Strahlengefährdung, Biogefährdung oder toxisch-chemische Gefahr. Verwenden Sie die Ionenquelle nicht weiter, wenn das Fenster gesprungen oder zerbrochen ist, und wenden Sie sich an einen SCIEX-Außendienstmitarbeiter. Alle giftigen oder schädlichen Stoffe, die dem Gerät zugeführt werden, sind in der Ionenquelle und in der Abluft vorhanden. Befolgen Sie bei der Entsorgung von scharfen und spitzen Gegenständen die vorhandenen Sicherheitsvorschriften Ihres Labors.



**WARNHINWEIS!** Gefahr durch heiße Oberfläche. Lassen Sie die Ionenquelle mindestens 30 Minutenvor dem Beginn von Wartungsarbeiten abkühlen. Die Oberflächen der Ionenquelle und die Komponenten der Vakuum-Schnittstelle werden beim Betrieb heiß.



**WARNHINWEIS!** Toxisch-Chemische Gefahren. Tragen Sie persönliche Schutzausrüstung, wie z. B. Laborkittel, Schutzhandschuhe und eine Schutzbrille, um Haut- oder Augenkontakt zu vermeiden.



**WARNHINWEIS! Strahlengefährdung, Biogefährdung, oder toxisch-chemische Gefahr.** Überprüfen Sie bei einem Chemieunfall die Sicherheitsdatenblätter auf spezifische Anweisungen. Entfernen Sie ausgelaufene Flüssigkeiten nur dann, wenn sich daraus keine Gefahren ergeben. Verwenden Sie eine geeignete persönliche Schutzausrüstung und Absorptionstücher, um ausgelaufene Flüssigkeiten aufzunehmen, und entsorgen Sie die ausgelaufenen Materialien entsprechend den örtlichen Vorschriften.

---



**WARNHINWEIS! Umweltgefährdung.** Entsorgen Sie die Systemkomponenten nicht mit dem Hausmüll. Befolgen Sie die geltenden Verfahren für die Entsorgung von Komponenten.

---



**WARNHINWEIS! Stromschlaggefahr.** Vermeiden Sie den Kontakt mit der Hochspannung, die an der Koronaentladungsnadel und der Curtainplatte anliegt. Versetzen Sie das System in den Standby-Modus, bevor Sie die Probenkapillare oder andere Ausrüstungsteile in der Nähe der Ionenquelle anpassen.

---

## Ionisationsmodi

### ESI-Modus

ESI erzeugt Ionen durch Ionenverdampfung. Die Empfindlichkeit, die mit dieser Technik erzielt werden kann, hängt von der Flussrate und vom Analyten ab. Bei höheren Flussraten erhöht sich die Ionisationseffizienz aufgrund einer besseren Desolvatisierung mit dem Anstieg der Ionenquellentemperatur, wodurch die Empfindlichkeit verbessert wird. Verbindungen mit extrem hoher Polarität und geringer Oberflächenaktivität weisen bei einem Anstieg der Quellentemperatur in der Regel den größten Empfindlichkeitsanstieg auf.

Die ESI-Technik ist sanft genug, um bei labilen Verbindungen wie Peptiden, Proteinen und thermisch labilen Pharmazeutika verwendet werden zu können. Sie arbeitet auch bei Flussraten von 5 µl/min bis 3000 µl/min und verdampft 100% wässrige bis zu 100% organische Lösungsmittel.

Wenn der Heizer abgeschaltet ist, funktioniert die Probe wie eine herkömmliche IonSpray™-Ionenquelle.

Siehe [TurbolonSpray®-Modus auf Seite 50](#).

### APCI-Modus

Die APCI-Probe eignet sich für:

- Ionisation von Verbindungen, die in einer Lösung nicht zur Bildung von Ionen neigen. Diese sind in der Regel nichtpolare Verbindungen.
- Erstellung von einfachen APCI-Spektren für LC-MS/MS-Experimente.
- Hochdurchsatz-Analysen von komplexen und verunreinigten Proben. Die APCI-Probe ist weniger empfindlich gegenüber Ionensuppressionseffekten.

- Schnelle Probeneinführung durch Fließinjektion mit oder ohne LC-Säule.

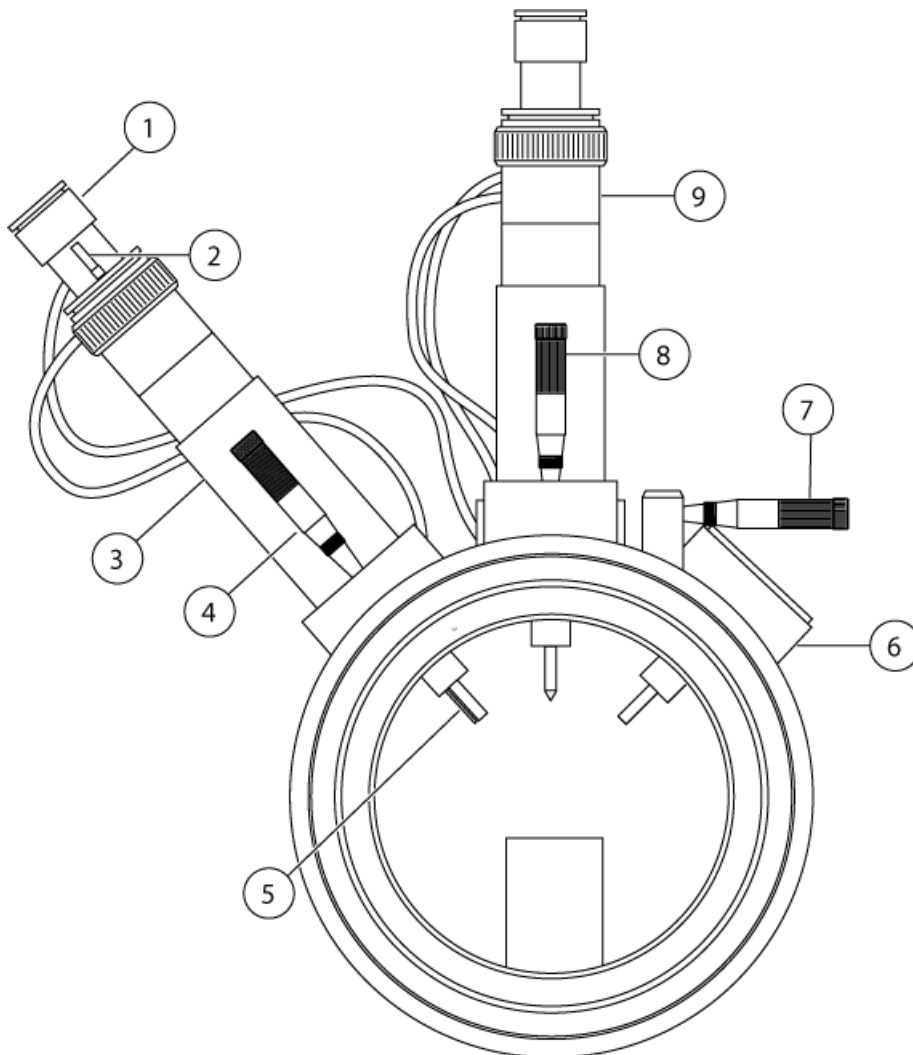
Die APCI-Technik kann für flüchtige und labile Verbindungen bei minimaler thermischer Zersetzung verwendet werden. Die schnelle Desolvatisierung und Verdampfung der Tröpfchen und mitgerissenen Analyten minimiert die thermische Zersetzung und bewahrt die molekulare Identität für die Ionisierung durch die Koronaentladungsnadel. Puffer werden von der Ionenquelle ohne nennenswerte Verunreinigung toleriert und aufgrund der Flash-Verdampfung des zerstäubten Probenstroms kann problemlos bis zu 100 % Wasser verwendet werden. Die Probe ist in der Lage, den gesamten flüssigen Probenstrom, ohne Splitting, bei Flussraten von 50 µl/min bis 3000 µl/min (durch eine Säule mit großem Durchmesser) aufzunehmen.

Siehe [APCI-Modus auf Seite 51](#).

## Komponenten der Ionenquelle

*Abbildung 1-1* zeigt die Teile der Ionenquelle.

**Abbildung 1-1** Komponenten der Ionenquelle



## Einführung in die Ionenquellen

Position	Beschreibung
1	Einstellkappe für Elektroden
2	Koronaentladungsnadel-Einstellschraube
3	APCI-Probe
4	Mikrometer zur Positionierung der APCI-Probe auf der vertikalen Achse, um die Empfindlichkeit der Ionenquelle anzupassen
5	Koronaentladungsnadel zur Ionisation von Spurensubstanzen oder Probengas. Primärionen, die bei der Entladung gebildet werden, werden durch Stoßprozesse in Endprodukte der Ionen-Molekül-Reaktion umgewandelt.
6	Turboheizer
7	Mikrometer für TurbolonSpray <sup>®</sup> -Probe zur Positionierung der horizontalen Achse, um die Empfindlichkeit der Ionenquelle anzupassen
8	Mikrometer für TurbolonSpray <sup>®</sup> -Probe zur Positionierung der vertikalen Achse, um die Empfindlichkeit der Ionenquelle anzupassen
9	TurbolonSpray <sup>®</sup> -Probe

## Probe

Die TurbolonSpray<sup>®</sup>- und APCI-Proben ermöglichen eine Reihe von Probestests. Wählen Sie die Probe und Methode, die sich am besten für die Verbindung im Probenstrom eignen.

Das Massenspektrometer verwendet ein softwaregesteuertes Umschaltventil mit geringem Totvolumen, um den Probendurchsatz rasch entweder zur TurbolonSpray<sup>®</sup>-Probe oder zur APCI-Probe umzuleiten.

**Tabelle 1-1 Spezifikation der Ionenquellen**

Spezifikation	TurbolonSpray <sup>®</sup> -Probe	APCI-Probe
Temperatur	Probetemperatur von 0 °C bis 750 °C	Probetemperatur von 50 °C bis 750 °C
Flüssigkeitschromatographie (LC)	Schnittstellen zu allen Flüssigchromatographiesystemen	
Gas 1	Zerstäubergas. UHP Stickstoff (99,999 %) oder ein von SCIEX empfohlener Gasgenerator.	-
Gas 2	Heizgas. UHP Stickstoff (99,999 %) oder ein von SCIEX empfohlener Gasgenerator.	Zerstäubergas. UHP Stickstoff (99,999 %) oder ein von SCIEX empfohlener Gasgenerator.
Trägergas	UHP Stickstoff (99,999 %) oder ein von SCIEX empfohlener Gasgenerator.	



## TurbolonSpray<sup>®</sup> -Probe

Die TurbolonSpray<sup>®</sup> -Probe aus einem Edelstahlröhrchen mit einem Außendurchmesser (AD) von 0,012 Zoll besteht. Sie befindet sich mittig in einem 45-Grad-Winkel zu einem Turboheizer auf der rechten Seite (Frontansicht auf die Ionenquelle). Proben, die durch die TurbolonSpray<sup>®</sup> -Probe eingeführt werden, werden in der Rohrleitung durch hohe Spannung (IonSpray<sup>™</sup> -Spannung) ionisiert und dann durch einen Strahl von heißem, trockenem und ultrareinem Stickstoffgas aus den Turboheizern zerstäubt, wodurch ein Nebel aus kleinen, hoch aufgeladenen Tröpfchen entsteht. Die Kombination aus IonSpray<sup>™</sup> -Probenstrom und erhitztem Trockengas aus dem Turbozerstäuber wird in einem 90-Grad-Winkel auf den Ionenpfad gesprüht. Siehe [Grundlagen der Handhabung – Ionenquelle auf Seite 50](#).

Abbildung 1-2 Teile der TurbolonSpray -Probe



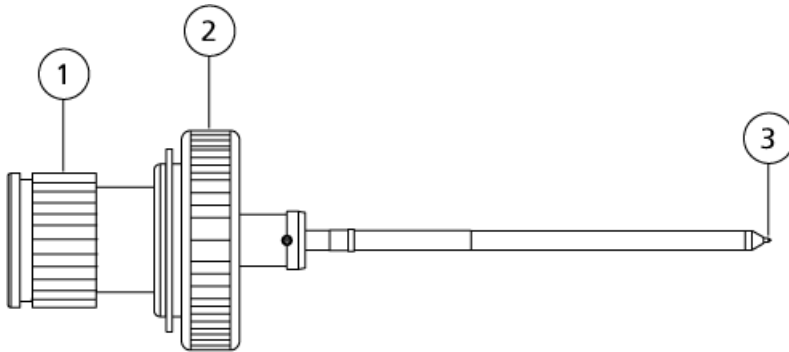
Position	Beschreibung
1	Elektrodenstellmutter (schwarze Kappe), die den Überstand der Elektrodenspitze einstellt
2	Sicherungsring, der die Probe auf dem Probeturm auf dem Ionenquellengehäuse befestigt.
3	Elektrodenspitze, durch die Proben in den Probeneinlassbereich der Ionenquelle gesprüht werden

## APCI-Probe

Die APCI-Probe besteht aus einer Edelstahlkapillare mit einem Innendurchmesser (ID) von 100 µm (0,004 Zoll), die von einem Strom aus Zerstäubergas (Gas 2) umgeben ist. Der flüssige Probenstrom wird durch den Zerstäuber gepumpt, wo er in einem beheizten Keramikrohr vernebelt wird. Die Temperatur der Keramikrohrinnenwand kann zwischen 100-750 °C gehalten werden und wird durch einen in die Heizvorrichtung eingebetteten Sensor überwacht.

Ein Hochgeschwindigkeitsstrahl aus Zerstäubergas strömt um die Elektrodenspitze und dispergiert die Probe als feinteiligen Nebel. Der Strahl strömt durch den keramischen Verdampfungsheizer in die Reaktionszone der Ionenquelle und dann an der Koronaentladungsnadel vorbei, wo die Probenmoleküle ionisiert werden, wenn sie durch das Ionenquellengehäuse strömen. Siehe [Grundlagen der Handhabung – Ionenquelle auf Seite 50](#).

Abbildung 1-3 Teile der APCI-Probe



Position	Beschreibung
1	Elektrodenstellmutter (schwarze Kappe), die den Überstand der Elektrodenspitze einstellt
2	Sicherungsring, der die Probe in dem Probeturm hält
3	Elektrodenspitze, durch die Proben in den Probeneinlassbereich der Ionenquelle gesprüht werden

## Umschaltventil

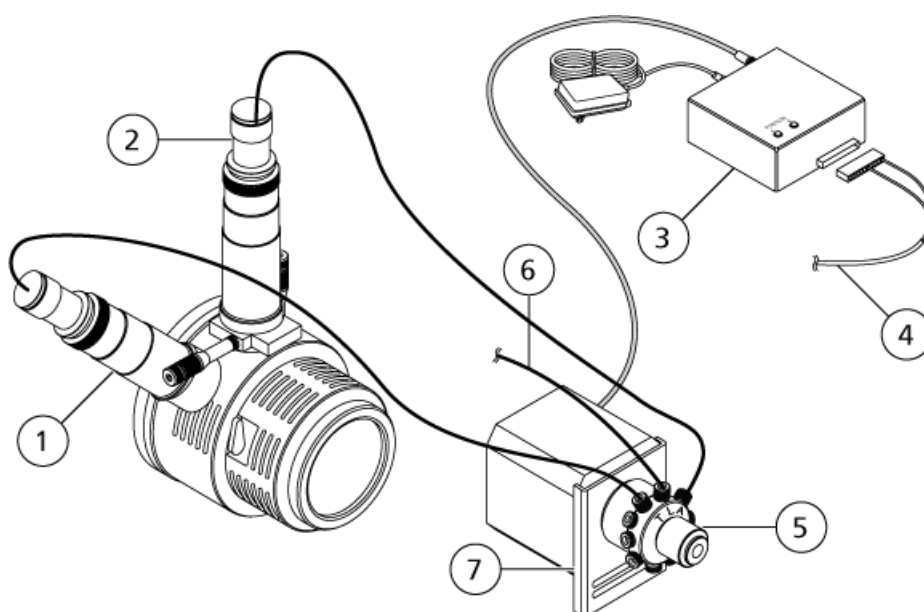
---

**VORSICHT: Mögliche Schäden am System. Stellen Sie die Zykluszeit nicht auf weniger als 1 Sekunde ein. Eine schnellere Drehzahl für das Umschalten verkürzt die Lebensdauer des Umschaltventils und beschädigt diese.**

---

Der Mechanismus des Umschaltventils mit geringem Totvolumen ist softwaregesteuert, sodass der Probenstrom während eines Scans schnell von einer auf die andere Probe umgeschaltet werden kann. Das Umschaltventil ist mit einem Rotor ausgestattet, dessen Kanäle den Probenstrom in die Probenkapillare leiten. Dieser führt zu der Probe, die bei der Einstellung der Drehzahl eines Zyklus auf dem Bildschirm der Aufnahmemethode ausgewählt wurde.

Abbildung 1-4 Ionenquellen-Anschlüsse



Position	Beschreibung
1	APCI-Probe
2	TurbolonSpray-Probe
3	Ventilsteuerung: Die Ventilsteuerung steuert den Ventilmotor und somit die Umschaltzahl und -frequenz. Sie wird über eine externe, direkt angeschlossene Niederspannungsversorgung mit Strom versorgt.
4	Kabel der Steuerung: Das Kabel der Steuerung wird an die Anschlüsse der Ionenquelle angeschlossen, die sich auf der Rückseite des Massenspektrometers befinden.
5	Umschaltventil
6	Anschluss für die LC-Säule
7	Ventilhalterung Die Ventilhalterung hält das Ventil und die Motoreinheit über dem Massenspektrometer.

## Gas- und elektrische Anschlüsse

Gasanschlüsse und elektrische Hochspannungsanschlüsse verlaufen durch die Frontplatte der Schnittstelle und werden intern über das Gehäuse der Ionenquellen miteinander verbunden. Wenn die Ionenquelle am Massenspektrometer installiert wird, liegen alle elektrischen Anschlüsse und Gasanschlüsse vollständig vor.

Weitere Informationen über die Funktion von Gas 1 und Gas 2 in der Ionenquelle finden Sie in Abschnitt [Quellen-Parameter und Spannungen auf Seite 56](#). Das Trägergas erfüllt die folgenden Funktionen:

- Es verhindert ein Zurückströmen in den Probeturm (Teil der Quelle) und vermeidet so die Ansammlung von Verunreinigungen.

## Einführung in die Ionenquellen

---

- Es ergänzt das Heizergas, indem es einen Gasstrom in den Wirkungsbereich des Zerstäubergases leitet und so die Zirkulation verringert und die Sprühleistung verbessert.
- Es trägt zur Abkühlung des Säulenbereichs während des Betriebs bei hoher Hitze bei (wie z. B. im APCI-Modus).

## Ionenquellen-Sensorschaltung

Eine Ionenquellen-Sensorschaltung deaktiviert die Hochspannungs-Stromversorgung für das Massenspektrometer und die Quellenexhaustanlage, wenn:

- Das Gehäuse der Ionenquelle nicht oder nicht sachgemäß montiert ist.
- Keine Probe installiert ist.
- Das Massenspektrometer einen Gasfehler feststellt.
- Der Turbo-Heizer ausgefallen ist.

## Quellenexhaustsystem

---



**WARNHINWEIS! Strahlengefährdung, Biogefährdung, toxisch-chemische Gefahren. Stellen Sie sicher, dass Probendampfabgase über das Quellenexhaustsystem aus der Laborumgebung sicher entfernt werden. Anforderungen an das Quellenexhaustsystem siehe *Site Planning Guide*.**

---



**WARNHINWEIS! Strahlengefährdung, Biogefährdung, toxisch-chemische Gefahren. Entlüften Sie das Quellenexhaustsystem über eine externe Abzugshaube oder eine externe Entlüftung, damit gefährliche Dämpfe nicht in der Laborumgebung freigesetzt werden.**

---



**WARNHINWEIS! Brandgefahr. Führen Sie der Ionenquelle nicht mehr als 3 ml/min Lösungsmittel zu der maximalen Durchflussrate zu einer Lösungsmittelansammlung in der Ionenquelle führen. Ein Überschreiten von der maximalen Durchflussrate könnte zu einer Lösungsmittelansammlung in der Ionenquelle führen. Stellen Sie sicher, dass das Quellenexhaustsystem funktioniert, um zu verhindern, dass sich entzündliche Dämpfe in der Ionenquelle ansammeln.**

---

Alle Ionenquellen erzeugen sowohl Proben- als auch Lösungsmitteldämpfe. Diese Dämpfe stellen eine potenzielle Gefahr für die Laborumgebung dar. Das Quellenexhaustsystem ist auf den sicheren Abtransport und die sachgemäße Handhabung der Proben- und Lösungsmitteldämpfe ausgelegt. Bei installierter Ionenquelle wird das Massenspektrometer erst dann funktionieren, wenn das Quellenexhaustsystem in Betrieb ist.

Ein Vakuum-Schalter im Quellenexhaustkreislauf misst das Vakuum in der Quelle. Wenn das Vakuum in der Quelle bei installierten Probe über den Sollwert steigt, geht das System in den Abgas-Fehler-Modus (nicht bereit) über.

Ein aktives Exhaustsystem entfernt die Abluft der Ionenquellen (Gase, Lösungsmittel, Probendampf) durch eine Ablassöffnung, ohne dabei ein chemisches Rauschen zu erzeugen. Die Ablassöffnung ist über eine Kammer und eine Quellenexhaustpumpe an einen Auffangbehälter angeschlossen. Vom Auffangbehälter aus ist die Ablassöffnung an ein vom Kunden bereitgestelltes Absaugsystem angeschlossen. Weitere Informationen zu den Belüftungsanforderungen des Quellenexhaustsystems finden Sie im *Handbuch zur Standortplanung*.

## Methodentypen

Die Umschaltfunktion der Ionenquelle ist bestens für Untersuchungs- und Breitbandanalysen geeignet, sodass Sie die optimalen Technik- und Parametereinstellungen für die zu testende Verbindung bestimmen können.

### Methoden mit mehreren Experimenten

Bei einer Methode mit mehreren Experimenten erfolgt das Umschalten zwischen den beiden Probe im Verlauf eines Scans, wenn das Ventil die Probe beim Abschließen eines Zyklus von einer Probe zur anderen transportiert.

### Mehrphasige Methoden

Ein phasenbasiertes Umschalten von der TurbolonSpray-Probe auf die APCI-Probe während eines mehrphasigen Scans ermöglicht den Abschluss aller Zyklen mit einer Probe, bevor auf die andere Probe umgestellt wird.

## Kontaktangaben

### SCIEX Support

- [sciex.com/contact-us](https://sciex.com/contact-us)
- [sciex.com/support/request-support](https://sciex.com/support/request-support)

### Kundenschulung

- In Nordamerika: [NA.CustomerTraining@sciex.com](mailto:NA.CustomerTraining@sciex.com)
- In Europa: [Europe.CustomerTraining@sciex.com](mailto:Europe.CustomerTraining@sciex.com)
- Die Kontaktinformationen für Länder außerhalb der EU und Nordamerikas finden Sie unter [sciex.com/education](https://sciex.com/education).

### Online-Lernzentrum

- [sciex.com/LearningPortal](http://sciex.com/LearningPortal)

## Verwandte Dokumentation

Die Anleitungen und Hilfetexte für die Analyst<sup>®</sup>-Software werden automatisch mit der Software installiert und sind über das Startmenü abrufbar: **All Programs > SCIEX > Analyst**. Eine vollständige Liste der verfügbaren Dokumentation finden Sie in der Hilfe. Um die Hilfethemen nachzulesen, drücken Sie auf **F1**.

Die Dokumentation für das Massenspektrometer finden Sie auf der DVD *Kundendokumente*.

Die Dokumentation für die Ionenquelle finden Sie auf der DVD *Kundendokumente*.

## Technischer Support

SCIEX und seine Vertretungen haben auf der ganzen Welt einen Stab an voll ausgebildeten Servicekräften und technischen Spezialisten. Der Support kann Fragen zum System oder anderen auftretenden, technischen Problemen beantworten. Für weitere Informationen besuchen Sie die SCIEX-Website unter [sciex.com](http://sciex.com).



**WARNHINWEIS! Stromschlaggefahr. Installieren Sie die Ionenquelle erst im letzten Schritt an das Massenspektrometer. Wenn die Ionenquelle installiert ist, liegt am Gerät Hochspannung an.**

Die Ionenquelle ist an eine Vakuum-Schnittstelle angeschlossen und wird durch zwei Hebel festgehalten. Das Innere der Ionenquelle ist durch das gehärtete Glasfenster an der Seite und an der Front der Ionenquelle.

Wenn die Ionenquelle installiert ist, erkennt die Analyst<sup>®</sup>-Software die Ionenquelle und zeigt die Kennung der Ionenquelle an.

## Erforderliche Materialien

- Ionenquelle
- TurbolonSpray<sup>®</sup>-Probe
- APCI Probe
- Verbrauchsmaterialiensatz für die Ionenquelle

## Installieren der Halterung des Umschaltventils auf der Instrumentenreihe 4000 und der API 5000<sup>TM</sup> Geräte

Die Halterung des Umschaltventils hält das Ventil und die Motoreinheit über dem Massenspektrometer neben der Ionenquelle. Bei den Instrumentenserien 4500, 5500, 6500, 6500<sup>+</sup> muss das Umschaltventil durch einen Außendienstmitarbeiter (FSE) installiert werden.

## Erforderliche Materialien

- 5-mm-Inbusschlüssel (L-förmiges Werkzeug)
- Stiftmagnet

1. Schalten Sie den Massenspektrometer aus.
2. Lösen Sie mit Hilfe des 5-mm-Inbusschlüssels die beiden oberen Schrauben, die die Schnittstellenbaugruppe mit der Vakuumkammer verbinden.
3. Richten Sie die Schlitze, die sich auf der Unterseite der Halterung befinden, so aus, dass sie oberhalb der Schrauben liegen und bewegen Sie die Halterung nach unten in ihre Position.
4. Ziehen Sie die Schrauben handfest an.

## Installation der Ionenquelle

---

5. Schließen Sie den Exhaustschlauch an den Exhaustanschluss des Ventils und anschließend an den Abfallbehälter an.

# Installieren der Halterung des Umschaltventils auf der Instrumentenserie 3200

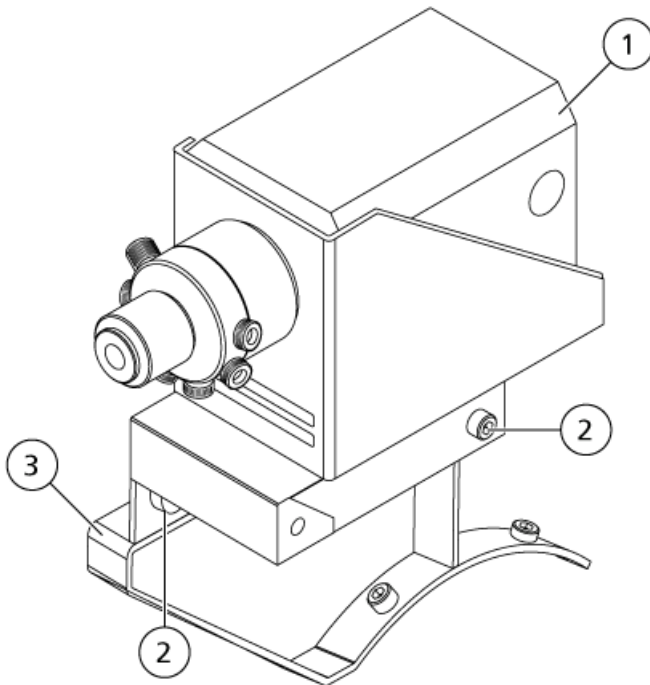
Die Halterung des Umschaltventils hält das Ventil und die Motoreinheit über dem Massenspektrometer neben der Ionenquelle.

### Erforderliche Materialien

- 5-mm-Inbusschlüssel (L-förmiges Werkzeug)
- Stiftmagnet

1. Schalten Sie den Massenspektrometer aus.
2. Befestigen Sie das Umschaltventil mithilfe des 5-mm-Inbusschlüssels am Adapterwinkel, wie abgebildet.

**Abbildung 2-1 Rückansicht des Umschaltventils am Massenspektrometer**

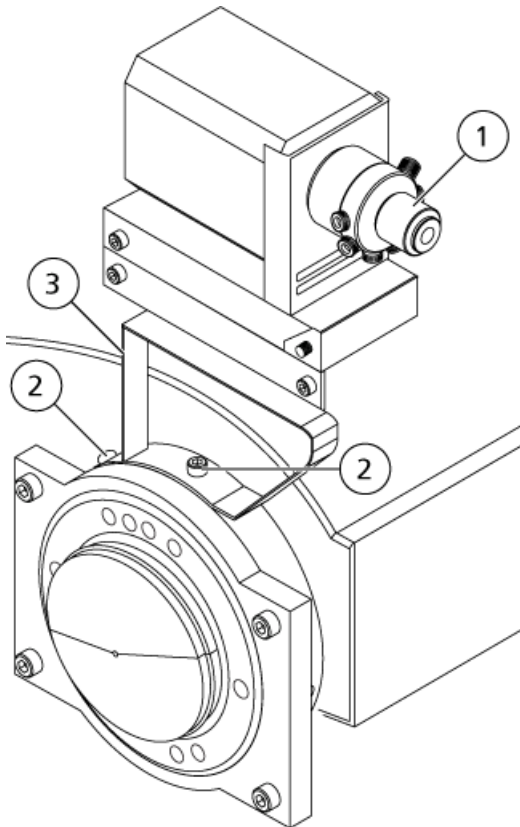




Position	Beschreibung
1	Umschaltventil
2	Schraube und Unterlegscheibe (zwei)
3	Adapterwinkel

3. Befestigen Sie die Adapterwinkelbaugruppe mit Hilfe des 5-mm-Inbusschlüssels an der Schnittstelle, wie abgebildet.

**Abbildung 2-2 Vorderansicht des Umschaltventils am Massenspektrometer**

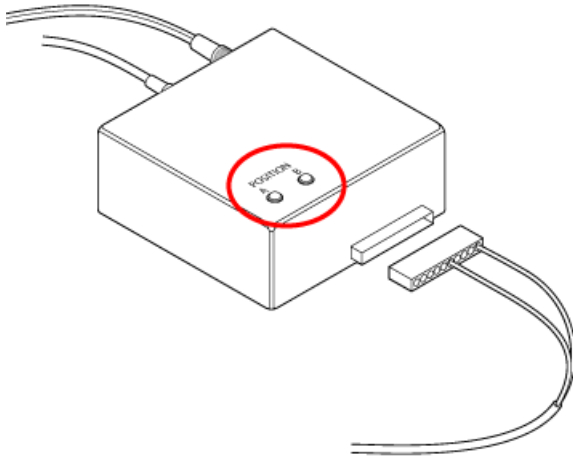


Position	Beschreibung
1	Umschaltventil
2	Schraube und Unterlegscheibe (zwei)
3	Adapterwinkel

# Installieren der Steuerung

Schließen Sie die Steuerung des Umschaltventils an, um die Installation des Umschaltventils abzuschließen. Die Umschaltventilsteuerung steuert den Ventilmotor, der wiederum Umschaltdrehzahl und -frequenz des Ventils regelt. Die Umschaltventil-Steuerungsbaugruppe umfasst eine externe 24-V-Gleichstromversorgung und ein Netzkabel, ein Steuermodul des Stellantriebs für Auf-Zu-Betrieb sowie Verbindungskabel. [Abbildung 2-3](#) zeigt die Steuerung des Umschaltventils und Kabel der Steuerung.

### Abbildung 2-3 LEDs an der Umschaltventilsteuerung



1. Schließen Sie die externe 24-V-Gleichstromversorgung an die Wandsteckdose an.
2. Schließen Sie das Netzkabel an die Umschaltventilsteuerung an. Die roten LEDs **A** und **B** leuchten u. U. erst, wenn die Steuerung vollständig angeschlossen ist und nach ein paar Betätigungen initialisiert wurde.
3. Verbinden Sie die Steuerung mittels Kabel mit dem Ventilmotor, der sich auf der Halterung befindet.
4. Verbinden Sie mit einem weiteren Kabel die Steuerung mit dem **Quellenanschluss** auf der Rückseite des Massenspektrometers.
5. Überprüfen Sie, dass eine der LEDs **A** und **B** leuchtet.

Wenn das Umschaltventil in Betrieb ist, leuchten diese LEDs abwechselnd entsprechend des Positionswechsels des Ventils.

# Vorbereitung der Installation



**WARNHINWEIS!** Gefahr von Stichverletzungen. Gehen Sie vorsichtig vor, wenn Sie die Elektrodenkapillare handhaben. Die Spitze der Elektrode ist sehr spitz.

---

**Tipp!** Bewahren Sie die leere Verpackung auf. Verwenden Sie diese, um die Ionenquelle aufzubewahren, wenn sie nicht in Gebrauch ist.

---

- Justieren Sie die schwarze Einstellkappe an der Probe, um die Elektrodenspitze innerhalb der Elektrodenkapillare zu bewegen.
- 

## Installieren der Probe



**WARNHINWEIS! Stromschlaggefahr. Trennen Sie vor Beginn dieses Verfahrens die Ionenquelle vom Massenspektrometer. Folgen Sie den vorgeschriebenen Sicherheitsverfahren für elektrische Arbeiten.**

---



**WARNHINWEIS! Stromschlaggefahr. Installieren Sie zuerst die Probe in der Ionenquelle und danach die Ionenquelle selbst am Massenspektrometer.**

---

**VORSICHT: Mögliche Schäden am System. Um Beschädigungen der Probe zu vermeiden, achten Sie darauf, dass die hervorstehende Elektrodenspitze bzw. die Koronaentladungsnadel keine Teile des Ionenquellengehäuses berühren.**

---



**WARNHINWEIS! Strahlengefährdung, Biogefährdung oder toxisch-chemische Gefahren. Stellen Sie sicher, dass die Elektrode die Spitze der Probe überragt, damit gefährliche Dämpfe nicht aus der Quelle entweichen können. Die Elektrode darf nicht in die Probe eingelassen werden.**

---

Die Probes sind in der Ionenquelle nicht vorinstalliert. Installieren Sie zuerst die Probe im Ionenquellengehäuse und danach die Ionenquelle selbst. Stellen Sie sicher, dass Sie die einzelnen Probes in den jeweils richtigen Turm einführen. Die Probes können nicht gegeneinander ausgetauscht werden.

Die Probes können bei Bedarf getrennt eingeführt und entfernt werden. Siehe [Entfernen der Ionenquelle auf Seite 39](#).

Wenn beide Probes nicht sachgemäß im Ionenquellengehäuse installiert wurden, erstellt die Analyst<sup>®</sup>-Software einen Bericht mit der Information, dass die Ionenquelle nicht installiert ist. Die Hochspannungsversorgung des Massenspektrometers und das Quellenexhaustsystem wird ausgeschaltet und die Registerkarte „Source/Gas“ in der Analyst<sup>®</sup>-Software zeigt weder Spannung noch Temperatur an.

1. Führen Sie die APCI-Probe in den Probeturm ein, sodass sie sich auf der linken Seite der Ionenquelle befindet, wenn das Glasfenster zu Ihnen gerichtet ist, und führen Sie den hervorstehenden Kunststoffstab in die Nut der Probe ein. Siehe [Komponenten der Ionenquelle auf Seite 7](#).
  2. Drücken Sie vorsichtig auf die Probe, damit die Kontakte mit denen des Turms einrasten.
  3. Streifen Sie den Sicherungsring über die Probe, schieben Sie ihn nach unten, damit sein Gewinde in das Gewinde des Probeturms greift, und ziehen Sie den Ring fest.
-

## Installation der Ionenquelle

---

4. Führen Sie die TurbolonSpray<sup>®</sup>-Probe in den Probeturm auf der Ionenquelle ein, wobei Sie den hervorstehenden Kunststoffstab in die Nut der Probe einführen.
5. Drücken Sie vorsichtig auf die Probe, damit die Kontakte mit denen des Turms einrasten.
6. Streifen Sie den Sicherungsring über die Probe, schieben Sie ihn nach unten, damit sein Gewinde in das Gewinde des Probeturms greift, und ziehen Sie den Ring fest.

## Anschließen der Ionenquelle zur Probeninjizierung mit der TurbolonSpray<sup>®</sup>-Probe

---



**WARNHINWEIS!** Strahlengefährdung, Biogefährdung oder toxisch-chemische Gefahren. Stellen Sie sicher, dass die Probenkapillarenmutter angezogen ist, bevor Sie das Gerät in Betrieb nehmen, um Leckagen zu vermeiden.

---



**WARNHINWEIS!** Stromschlaggefahr. Umgehen Sie nicht den Erdungsanschluss. Der Erdungsanschluss sorgt für die sichere Erdung zwischen Massenspektrometer und der Probenzufuhreinrichtung.

---

Wenn das Umschaltventil nicht verwendet wird, führen Sie die folgenden Schritte durch, um die Probenkapillare an die TurbolonSpray<sup>®</sup>-Probe anzuschließen.

1. Schieben Sie eine 30 cm lange rote PEEK-Kapillare in die Probenkapillarenmutter an der Spitze der TurbolonSpray<sup>®</sup>-Probe.
2. Stecken Sie die Probenkapillarenmutter an den Anschluss an der Spitze der TurbolonSpray<sup>®</sup>-Probe und ziehen Sie die Probenkapillarenmutter handfest an.
3. Schließen Sie das andere Ende der roten PEEK-Kapillare an den Erdungsanschluss an.

## Anschließen der Ionenquelle zur Probenzufuhr mit der APCI-Probe

---



**WARNHINWEIS!** Strahlengefährdung, Biogefährdung oder toxisch-chemische Gefahren. Stellen Sie sicher, dass die Probenkapillarenmutter angezogen ist, bevor Sie das Gerät in Betrieb nehmen, um Leckagen zu vermeiden.

---



**WARNHINWEIS!** Stromschlaggefahr. Umgehen Sie nicht den Erdungsanschluss. Der Erdungsanschluss sorgt für die sichere Erdung zwischen Massenspektrometer und der Probenzufuhreinrichtung.

---

Wenn das Umschaltventil nicht verwendet wird, führen Sie die folgenden Schritte durch, um den Probenkapillare an die APCI-Probe anzuschließen.

1. Schieben Sie eine 30 cm lange rote PEEK-Kapillare in die Probenkapillarenmutter oben an der APCI-Probe.
2. Bringen Sie die Probenkapillarenmutter am Anschlussstück oben an der APCI-Probe an und ziehen Sie die Probenkapillarenmutter handfest an.
3. Schließen Sie das andere Ende der roten PEEK-Kapillare an den Erdungsanschluss an.

## Installieren Sie die Ionenquelle auf dem Massenspektrometer.



**WARNHINWEIS! Stromschlaggefahr. Installieren Sie zuerst die Probe in der Ionenquelle und danach die Ionenquelle selbst am Massenspektrometer.**

---

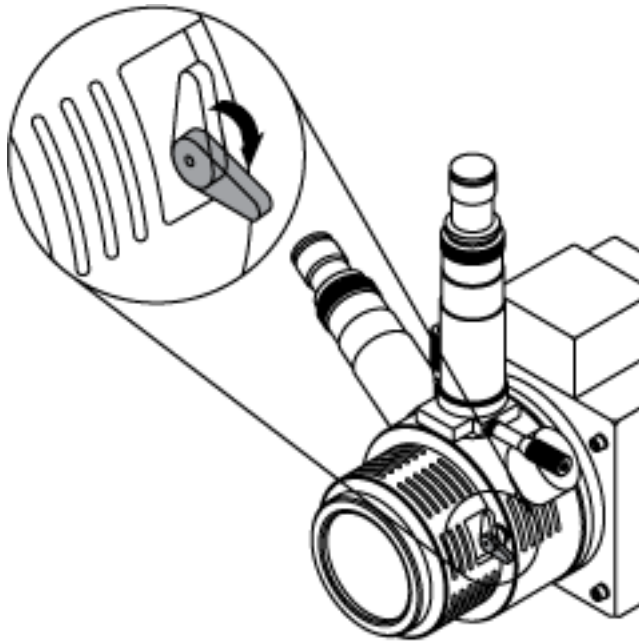
**Tipp!** Für optimale Leistungen verwenden Sie die richtige Orificeplatte für das System. Verwenden Sie keine Orificeplatte, die für ein anderes System bestimmt ist. Die Modell-Nummer für das System ist in die Orificeplatte eingätzt.

---

Wenn die Probe der Ionenquelle nicht sachgemäß installiert wurde, ist keine Hochspannung verfügbar.

1. Stellen Sie sicher, dass die Hebel auf jeder Seite der Ionenquelle nach oben zeigen bzw. sich in 12-Uhr-Position befinden. Siehe [Komponenten der Ionenquelle auf Seite 7](#).
2. Richten Sie die Ionenquelle auf die Vakuum-Schnittstelle aus und stellen Sie dabei sicher, dass die Hebel an der Ionenquelle auf die Anschlüsse in der Vakuum-Schnittstelle ausgerichtet sind.
3. Drücken Sie die Ionenquelle vorsichtig auf die Vakuum-Schnittstelle und drehen Sie die Hebel der Ionenquelle dabei nach unten, um die Ionenquelle zu arretieren.

Abbildung 2-4 Ionenquellenhebel



Das Massenspektrometer erkennt die Ionenquelle und zeigt dann die Kennung der Ionenquelle über die Analyst<sup>®</sup>-Software an.

## Anschließen der Probenkapillare

---



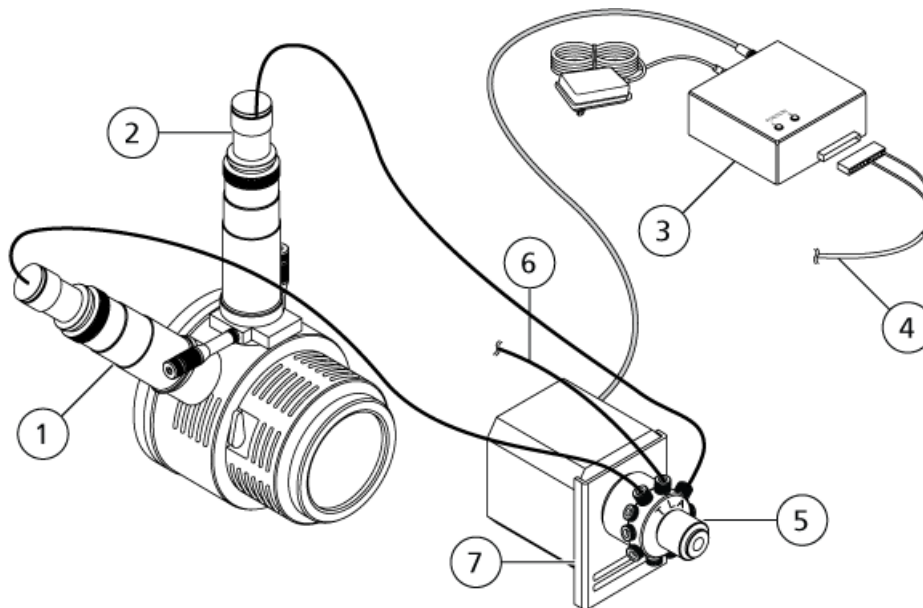
**WARNHINWEIS! Strahlengefährdung, Biogefährdung oder toxisch-chemische Gefahren. Stellen Sie sicher, dass die Probenkapillarenmutter angezogen ist, bevor Sie das Gerät in Betrieb nehmen, um Leckagen zu vermeiden.**

---

Bei Verwendung eines Umschaltventils führen Sie die folgenden Schritte durch, um den Quellenkapillare an die TurbolonSpray<sup>®</sup>-Probe und die APCI-Probe anzuschließen.

1. Schließen Sie den Probenkapillare von der LC-Säule an den mittigen Umschaltventilanschluss mit der Bezeichnung **L** an.
2. Führen Sie Probenkapillare (mit einem ID von 0,005 Zoll) über die Ventilanschlüsse auf die Oberseite der Probe.
3. Schieben Sie eine 30 cm lange PEEK-Kapillare an die Probenkapillarenmutter auf der TurbolonSpray<sup>®</sup>-Probe, ziehen Sie sie handfest an und schließen Sie das andere Ende anschließend an den Ventilanschluss mit der Bezeichnung **T** an.
4. Schieben Sie eine 45 cm lange PEEK-Kapillare in die Probenkapillarenmutter auf der APCI-Probe, ziehen Sie sie handfest an und führen Sie das andere Ende anschließend in den Ventilanschluss mit der Bezeichnung **A** ein.

Abbildung 2-5 Ionenquellen-Anschlüsse



Position	Beschreibung
1	APCI-Probe
2	TurbolonSpray® -Probe
3	Ventilsteuerung: Die Ventilsteuerung steuert den Ventilmotor und somit Umschalt Drehzahl und -frequenz. Sie wird über eine externe, direkt angeschlossene Niederspannungsversorgung mit Strom versorgt.
4	Kabel der Steuerung: Das Kabel der Steuerung wird an die Anschlüsse der Ionenquelle angeschlossen, die sich auf der Rückseite des Massenspektrometers befinden.
5	Umschaltventil
6	Anschluss für die LC-Säule
7	Ventilhalterung Die Ventilhalterung hält das Ventil und die Motoreinheit über dem Massenspektrometer.

## Überprüfen auf Undichtigkeiten

Kontrollieren Sie die Anschlussstücke und die Kapillare, um sicherzustellen, dass keine Undichtigkeiten vorhanden sind.



**WARNHINWEIS!** Strahlengefährdung, Biogefährdung oder toxisch-chemische Gefahr. Verwenden Sie die Ionenquelle nur, wenn Sie Kenntnisse über die ordnungsgemäße Verwendung, Eingrenzung und Entsorgung von innerhalb der Ionenquelle verwendeten giftigen oder schädlichen Materialien haben und darin geschult wurden.



**WARNHINWEIS!** Brandgefahr. Führen Sie der Ionenquelle nicht mehr als 3 ml/min Lösungsmittel zu der maximalen Durchflussrate zu einer Lösungsmittelansammlung in der Ionenquelle führen. Ein Überschreiten von der maximalen Durchflussrate könnte zu einer Lösungsmittelansammlung in der Ionenquelle führen. Stellen Sie sicher, dass das Quellenexhaustsystem funktioniert, um zu verhindern, dass sich entzündliche Dämpfe in der Ionenquelle ansammeln.



**WARNHINWEIS!** Gefahr von Stichverletzungen, Strahlengefährdung, Biogefährdung oder toxisch-chemische Gefahr. Verwenden Sie die Ionenquelle nicht weiter, wenn das Fenster gesprungen oder zerbrochen ist, und wenden Sie sich an einen SCIEX-Außendienstmitarbeiter. Alle giftigen oder schädlichen Stoffe, die dem Gerät zugeführt werden, sind in der Ionenquelle und in der Abluft vorhanden. Befolgen Sie bei der Entsorgung von scharfen und spitzen Gegenständen die vorhandenen Sicherheitsvorschriften Ihres Labors.

**Hinweis:** Wenn die Spannung der IonSpray™ zu hoch ist, kann es zu einer Koronaentladung kommen. Sie wird durch ein blaues Leuchten an der Spitze der Probe sichtbar. Eine Koronaentladung hat eine verminderte Empfindlichkeit und Stabilität des Ionensignals zur Folge.

Optimieren Sie die Ionenquelle bei jeder Veränderung beim Analyten, der Flussraten oder der Zusammensetzung der mobilen Phase.

Die Leistung der Quelle wird von mehreren Parametern beeinflusst. Optimieren Sie die Leistung während der Injektion einer bekannten Verbindung und überwachen Sie das Signal des bekannten Ions. Stellen Sie die Mikrometer-, Gas- und Spannungsparameter so ein, bis das Signal-zu-Rausch-Verhältnis und die Signalstabilität maximiert sind.



---

# Probeninjektion

## Methode

Der flüssige Probenstrom wird der Ionenquelle mithilfe einer LC-Pumpe oder einer Spritzenpumpe zugeführt. Bei der Zufuhr mittels LC-Pumpe kann die Probe entweder direkt unter Verwendung der Flussinjektionsanalyse (FIA) bzw. T-Infusion oder mithilfe eines Loop-Injektors oder Probengebers über eine Trennsäule in die mobile Phase injiziert werden. Wenn die Probe mit einer Spritzenpumpe injiziert wird, wird sie direkt in die Ionenquelle eingebracht. Das Optimieren über Infusion kann für die Optimierung der Ionenbahn und MS/MS-Fragment-Auswahl verwendet werden.

## Flussrate

Proben-Flussraten werden vom Chromatographiesystem oder durch das Volumen der vorliegenden Probe bestimmt.

## Probeneinlassanforderungen

- Verwenden Sie geeignete analytische Verfahren und Praktiken, um externe Totvolumen zu minimieren. Der Probeneinlass leitet die flüssige Probe ohne Verlust und mit einem minimalen Totvolumen in den Einlass der Ionenquelle.
- Filtern Sie Proben vor, damit die Kapillarröhrchen in den Probeneinlässen nicht durch Partikel, ausgefällte Proben oder Salze blockiert werden.
- Stellen Sie sicher, dass alle Verbindungen fest genug sind, um Lecks zu verhindern. Anschlussstücke nicht zu fest anziehen.

## TurbolonSpray<sup>®</sup> Sondenoptimierung



---

**WARNHINWEIS! Strahlengefährdung, Biogefährdung oder toxisch-chemische Gefahren.** Stellen Sie sicher, dass das Massenspektrometer ordnungsgemäß belüftet und eine gute allgemeine Laborlüftung gewährleistet wird. Ausreichende Laborbelüftung zur Kontrolle der Lösungsmittel- und Probenemissionen ist für den sicheren Betrieb des Massenspektrometers erforderlich.

---



---

**WARNHINWEIS! Brandgefahr.** Führen Sie der Ionenquelle nicht mehr als 3 ml/min Lösungsmittel zu der maximalen Durchflussrate zu einer Lösungsmittelansammlung in der Ionenquelle führen. Ein Überschreiten von der maximalen Durchflussrate könnte zu einer Lösungsmittelansammlung in der Ionenquelle führen. Stellen Sie sicher, dass das Quellenexhaustsystem funktioniert, um zu verhindern, dass sich entzündliche Dämpfe in der Ionenquelle ansammeln.

---

## Optimieren der Ionenquelle

---

---

**VORSICHT: Mögliche Schäden am System.** Wenn das an das Massenspektrometer angeschlossene HPLC-System nicht von der Software gesteuert wird, muss das Massenspektrometer während des Betriebs beaufsichtigt werden. Das HPLC-System kann die Ionenquelle überfluten, wenn sich das Massenspektrometer im Standby-Modus befindet.

---

**Hinweis:** Passen Sie bei einer Änderung der Flussrate die Probeposition an, um das System sauber zu halten und seine optimale Leistungsfähigkeit zu erhalten.

---

**Tipp!** Signale und Signal-zu-Rauschen lassen sich mit einer Flussinjektionsanalyse oder „on-column“-Injektion einfacher optimieren.

---

**Hinweis:** Die IonSpray™-Spannung wird immer gleichzeitig auf die TurbolonSpray®-Probe und die APCI-Probe angewendet und der Temperaturparameter wird immer gleichzeitig auf Turboheizer und APCI-Heizer angewendet.

---

## Flussrate und Temperatur

Die Menge und Art der Probe wirken sich auf die optimale TurbolonSpray®-Probetemperatur aus. Bei höheren Flussraten erhöht sich die optimale Temperatur. Ein weitaus wichtigerer Faktor ist die Zusammensetzung des Lösungsmittels. Je höher der organische Gehalt eines Lösungsmittels, desto geringer sollte die optimale Probetemperatur sein.

Die TurbolonSpray®-Probe wird in der Regel bei Probendurchsätzen von 40 µl/min bis 1000 µl/min verwendet. Die Hitze erhöht die Verdampfungsrate und verbessert die Ionisationseffizienz, die wiederum zu einer höheren Empfindlichkeit führt. Extrem niedrige Flussraten von Lösungsmitteln mit einem hohen organischen Gehalt benötigen in der Regel keine höheren Temperaturen. Siehe [Quellen-Parameter und Spannungen auf Seite 56](#).

## Einrichten des Systems

1. Konfigurieren Sie die LC-Pumpe so, dass sie die mobile Phase mit dem erforderlichen Flussrate liefert. Siehe [Quellen-Parameter und Spannungen auf Seite 56](#).
2. Verbinden Sie den Erdungsanschluss an der Ionenquelle an eine LC-Pumpe.
3. Konfigurieren Sie den Probengeber so, dass er mehrere Injektionen durchführt.

## Durchführen der Methode

1. Starten Sie die Analyst®-Software.
2. In der Navigationsleiste unter dem Modus **Tune und Calibrate (Tunen und Kalibrieren)**, doppelklicken Sie auf **Manual Tuning (Manuelles Tuning)**.
3. Öffnen Sie eine vorhandene optimierte Methode oder erstellen Sie eine Methode auf Basis der Verbindungen.

4. Wenn die Ionenquelle abgekühlt ist, können folgende Schritte durchgeführt werden.
  - a. Stellen Sie den Parameter **Temperature (TEM)** (Temperatur (TEM)) (Temperatur) auf **450** ein.
  - b. Lassen Sie die Ionenquelle mindestens 30 Minuten aufwärmen.  
Die 30-minütige Aufwärmphase verhindert, dass sich Lösungsmitteldämpfe in der kalten Probe kondensieren.
5. Starten Sie die Aufnahme.
6. Starten Sie den Probenstrom und die Probeninjektion.

## Einstellen der Startbedingungen

1. Geben Sie auf der Registerkarte **Source/Gas** (Quelle/Gas) im **Tune Method Editor** (Tuningmethoden-Editor) einen Anfangswert für **Gas 1 der Ionenquelle (GS1)** ein.

Verwenden Sie bei LC-Pumpen für Gas 1 einen Wert zwischen 40 und 60.

2. Geben Sie einen Startwert für **Gas 2 der Ionenquelle (GS2)** ein.

Verwenden Sie bei LC-Pumpen für Gas 2 einen Wert zwischen 30 und 50.

---

**Hinweis:** Das Gas 2 wird in einem LC-System typischerweise mit höheren Flussraten und in Verbindung mit einer höheren Temperatur verwendet.

---

3. Geben Sie **4500** im Feld **IonSpray Voltage (IS)** (**IonSpray-Spannung (IS)**) ein.
4. Geben Sie den Wert **30** im Feld **Curtain Gas (CUR)** ein.

## Optimieren der TurbolonSpray<sup>®</sup> -Probeposition



**WARNHINWEIS! Strahlengefährdung, Biogefährdung oder toxisch-chemische Gefahren. Stellen Sie sicher, dass die Elektrode die Spitze der Probe überragt, damit gefährliche Dämpfe nicht aus der Quelle entweichen können. Die Elektrode darf nicht in die Probe eingelassen werden.**

---

Nachdem die Probeposition optimiert wurde, muss sie nur noch geringfügig angepasst werden. Wiederholen Sie das Optimierungsverfahren, wenn die Probe entfernt wurde oder wenn sich der Analyt, die Flussrate oder die Lösungsmittelzusammensetzung ändert

1. Schauen Sie durch das Fenster am Ionenquellengehäuse, um die Position der Probe zu sehen.
2. Verwenden Sie die vorherigen horizontalen und vertikalen Mikrometereinstellungen oder stellen Sie diese als Ausgangsposition auf **5**.
3. Verwenden Sie eine Flussinjektionsanalyse (FIA) oder T-Infusion, um die Probe bei einer hohen Flussrate zu injizieren.
4. Überwachen Sie das Signal in der Software.

## Optimieren der Ionenquelle

---

5. Passen Sie mit den horizontalen Mikrometereinstellungen die Probeposition in kleinen Schritten an, um das beste Signal oder Signal-zu-Rausch-Verhältnis zu erreichen.

Die Probe kann zu jeder Seite der Öffnung optimiert werden.

6. Passen Sie mit den vertikalen Mikrometereinstellungen die Probeposition in kleinen Schritten an, um das beste Signal oder Signal-zu-Rausch-Verhältnis zu erreichen.

---

**Hinweis:** Die vertikale Position der Probe hängt von der Flussrate ab. Bei niedrigeren Flussraten sollte die Probe näher an der Öffnung sein. Bei höheren Flussraten sollte der Abstand zwischen Probe und Öffnung größer sein.

---

7. Verwenden Sie die schwarze Einstellkappe für Elektroden an der Probe, um den Spitzenüberstand der Elektrode einzustellen. In der Regel ist ein Elektrodenüberstand von 0,5–1,0 mm über das Ende der Probe optimal. Siehe [Einstellen des Elektrodenspitzen-Überstands auf Seite 42](#).

---

**Hinweis:** Die Position der APCI-Probe kann Auswirkungen auf die Leistung der TurbolonSpray<sup>®</sup>-Probe haben. Passen Sie die Position der APCI-Probe an, um eine optimale Leistung zu erhalten. Siehe [Optimieren der Position der APCI-Probe auf Seite 31](#).

---

---

**Tipp!** Richten Sie den flüssigen Sprühnebel der TurbolonSpray<sup>®</sup>-Probe weg von der Öffnung, um eine Verunreinigung der Öffnung zu vermeiden, um ein Durchschlagen des Curtain Gas<sup>™</sup>-Flusses zu verhindern, was ein instabiles Signal hervorrufen kann und um einen elektrischen Kurzschluss aufgrund vorhandener Flüssigkeit zu verhindern.

---

## Optimieren von Quellen- und Gas-Parametern sowie der Spannung

Optimieren Sie Gas 1 der Ionenquelle (Zerstäubergas), um die beste Signalstabilität und Empfindlichkeit zu erreichen. Gas 2 der Ionenquelle (Heizergas) unterstützt die Verdampfung des Lösungsmittels, was wiederum zur Erhöhung der Ionisierung der Probe beiträgt.

Eine zu hohe Temperatur kann jedoch zu einer frühzeitigen Verdampfung des Lösungsmittels an der Spitze der TurbolonSpray<sup>®</sup>-Probe führen, insbesondere wenn die Probe zu weit herausragt, was Signalinstabilität und ein hohes chemisches Hintergrundrauschen verursacht. Genauso kann ein hoher Heizergasstrom ein verrauschtes oder instabiles Signal hervorbringen.

Verwenden Sie die niedrigste IonSpray<sup>™</sup>-Spannung, die möglich ist, ohne dass das Signal verloren wird. Achten Sie auf das Signal-Rausch-Verhältnis und nicht nur auf das Signal. Wenn die IonSpray<sup>™</sup>-Spannung zu hoch ist, kann es zu einer Koronaentladung kommen. Diese wird durch ein blaues Leuchten an der Spitze der TurbolonSpray<sup>®</sup>-Probe sichtbar. Dies hat eine verminderte Empfindlichkeit und Stabilität des Ionensignals zur Folge.

1. Passen Sie die Parameter für **GS1** und **GS2** in 5er-Schritten an, um das beste Signal oder Signal-zu-Rausch-Verhältnis zu erreichen.

---

**Hinweis:** Das GS 2 wird in einem LC-System typischerweise mit höheren Flussraten und in Verbindung mit einer höheren Temperatur verwendet.

---

2. Erhöhen Sie den Parameter im Feld **CUR**, bis das Signal schwächer wird.
3. Passen Sie die **IS** in Schritten von 500 V an, um das Signal-Rausch-Verhältnis zu maximieren.

## Optimieren der Temperatur des Turboheizers

Die optimale Heizer-Temperatur hängt von der Verbindung, der Flussrate und von der Zusammensetzung der mobilen Phase ab. Je höher die Flussrate und je wässriger die Zusammensetzung, desto höher die optimierte Temperatur.

Stellen Sie bei der Optimierung der Quellentemperatur sicher, dass die Ionenquelle die neue Temperatureinstellung erreicht hat.

- Passen Sie den Temperaturwert **TEM**- in Schritten von 50 bis 100 °C an, um das beste Signal oder Signal-zu-Rausch-Verhältnis zu erreichen.

## Optimieren der APCI-Probe



---

**WARNHINWEIS!** Strahlengefährdung, Biogefährdung oder toxisch-chemische Gefahren. Stellen Sie sicher, dass das Massenspektrometer ordnungsgemäß belüftet und eine gute allgemeine Laborlüftung gewährleistet wird. Ausreichende Laborbelüftung zur Kontrolle der Lösungsmittel- und Probenemissionen ist für den sicheren Betrieb des Massenspektrometers erforderlich.

---



---

**WARNHINWEIS!** Strahlengefährdung, Biogefährdung oder toxisch-chemische Gefahren. Stellen Sie sicher, dass die Elektrode die Spitze der Probe überragt, damit gefährliche Dämpfe nicht aus der Quelle entweichen können. Die Elektrode darf nicht in die Probe eingelassen werden.

---

---

**VORSICHT:** Mögliche Schäden am System. Wenn das an das Massenspektrometer angeschlossene HPLC-System nicht von der Software gesteuert wird, muss das Massenspektrometer während des Betriebs beaufsichtigt werden. Das HPLC-System kann die Ionenquelle überfluten, wenn sich das Massenspektrometer im Standby-Modus befindet.

---

Siehe [APCI-Probe-Parameter auf Seite 57](#).

---

**VORSICHT:** Signale und Signal-zu-Rauschen lassen sich mit einer Flussinjektionsanalyse oder „on-column“-Injektion einfacher optimieren.

---

## Optimieren der Ionenquelle

---

---

**Hinweis:** Die IonSpray™ -Spannung wird immer gleichzeitig auf die TurbolonSpray® -Probe und die APCI-Probe angewendet und der Temperaturparameter wird immer gleichzeitig auf Turboheizer und APCI-Heizer angewendet.

---

**Hinweis:** Bei Verwendung der APCI-Probe müssen Sie sicherstellen, dass die Koronaentladungsnadel in Richtung der Öffnung zeigt.

---

## Einrichten des Systems

1. Konfigurieren Sie die LC-Pumpe so, dass sie die mobile Phase mit der erforderlichen Flussrate liefert. Siehe [Quellen-Parameter und Spannungen auf Seite 56](#).
2. Verbinden Sie den Erdungsanschluss an der Ionenquelle an eine LC-Pumpe.
3. Konfigurieren Sie den Probengeber so, dass er mehrere Injektionen durchführt.

## Durchführen der Methode

1. Starten Sie die Analyst® -Software.
2. In der Navigationsleiste unter dem Modus **Tune und Calibrate (Tunen und Kalibrieren)**, doppelklicken Sie auf **Manual Tuning (Manuelles Tuning)**.
3. Öffnen Sie eine vorhandene optimierte Methode oder erstellen Sie eine Methode auf Basis der Verbindungen.
4. Wenn die Ionenquelle abgekühlt ist, können folgende Schritte durchgeführt werden.
  - a. Stellen Sie den Parameter **Temperature (TEM) (Temperatur (TEM)) (Temperatur)** auf **450** ein.
  - b. Lassen Sie die Ionenquelle mindestens 30 Minuten aufwärmen.

Die 30-minütige Aufwärmphase verhindert, dass sich Lösungsmitteldämpfe in der kalten Probe kondensieren.
5. Starten Sie die Aufnahme.
6. Starten Sie den Probenstrom und die Probeninjektion.

## Einstellen der Startbedingungen

---

**Hinweis:** Der Wert für den GS1-Parameter, der von der TurbolonSpray® -Probe verwendet wird, kann Auswirkungen auf die Leistung der APCI-Probe haben. Passen Sie den GS1-Parameterwert an, um die optimale Leistung zu erreichen.

---

**Hinweis:** Das Gas 2 wird als Zerstäubergas für die APCI-Probe verwendet.

---

1. Wählen Sie auf der Registerkarte **Source/Gas (Quelle/Gas)** des **Tune Method Editor (Tuning-Methoden-Editor)** die Quelle **HN** aus der Liste aus.
2. Geben Sie den Wert **0** in das Feld **Ion Source Gas 1 (GS1) (Gas 1 der Ionenquelle (GS1))** ein.

3. Geben Sie den Wert **20** im Feld für das **Gas 2 der Ionenquelle (GS2)** ein.
4. Geben Sie den Wert **30** im Feld **Curtain Gas (CUR)** ein.
5. Geben Sie den Wert **1** im Feld **Nebulizer Current (NC) (Verneblerstrom)** ein.

## Optimieren von Gas 2 und Curtain Gas™ Flow

1. Stellen Sie **GS2** in 5er-Schritten ein, bis Sie das beste Signal oder Signal-zu-Rausch-Verhältnis erhalten.
2. Erhöhen Sie den Parameter **CUR**, bis das Signal schwächer wird.

**Hinweis:** Verwenden Sie zur Vermeidung von Verunreinigungen den höchstmöglichen Wert für CUR, ohne dabei Abstriche bei der Empfindlichkeit zu machen. CUR nicht niedriger als 20 einstellen. Dies hilft, ein Durchschlagen des Curtain Gas™ -Volumenstroms zu verhindern, der ein rauschendes Signal hervorrufen kann, eine Verunreinigung der Öffnung zu vermeiden und das gesamte Signal-zu-Rauschen-Verhältnis zu erhöhen.

## Einstellen der Position der Koronaentladungsnadel



**WARNHINWEIS! Stromschlaggefahr. Gehen Sie folgendermaßen vor, um einen Kontakt mit den Hochspannungen zu vermeiden, die auf der Koronaentladungsnadel, der Curtainplatte und dem Turboheizer anliegen.**

Bei Verwendung der APCI-Probe müssen Sie sicherstellen, dass die Koronaentladungsnadel in Richtung der Öffnung zeigt.

### Erforderliche Materialien

- Isolierter Schlitzschraubendreher

1. Mit einem isolierten Schlitzschraubendreher drehen Sie die Stellschraube der Koronaentladungsnadel an der Spitze der Nadel.
2. Schauen Sie durch das Glasfenster, um sicherzustellen, dass die Spitze der Nadel zur Öffnung zeigt.

## Optimieren der Position der APCI-Probe



**WARNHINWEIS! Strahlengefährdung, Biogefährdung oder toxisch-chemische Gefahren. Stellen Sie sicher, dass die Elektrode die Spitze der Probe überragt, damit gefährliche Dämpfe nicht aus der Quelle entweichen können. Die Elektrode darf nicht in die Probe eingelassen werden.**

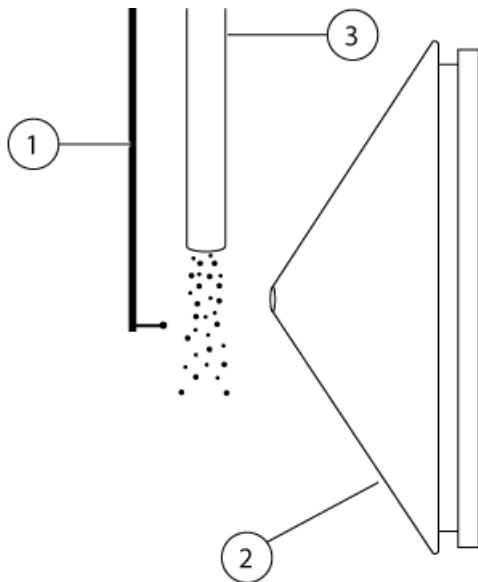
Die Öffnung der Curtainplatte sollte immer frei von Lösungsmittel oder Lösungsmitteltröpfchen sein.

## Optimieren der Ionenquelle

---

Die Position der Spraydüse beeinflusst die Empfindlichkeit und Signalstabilität. Passen Sie die Empfindlichkeit der Probe lediglich in kleinen Abständen an. Bei niedrigeren Flussraten sollte die Probe näher an der Öffnung liegen. Bei höheren Flussraten sollte die Probe weiter von der Öffnung entfernt sein. Nachdem die Probe optimiert wurde, muss sie nur noch geringfügig angepasst werden. Wiederholen Sie das Optimierungsverfahren, wenn die Probe entfernt wurde oder wenn sich der Analyt, die Flussrate oder die Lösungsmittelzusammensetzung ändert.

**Abbildung 3-1 Position der Sprühdüse**



Position	Beschreibung
1	Koronaentladungsnadel
2	Curtainplatte
3	APCI-Probe

1. Verwenden Sie die vorherige Einstellung oder stellen Sie die Mikrometereinstellungen auf 5 mm als Ausgangsposition.

---

**Hinweis:** Um die Leistung des Massenspektrometers nicht unnötig zu verschlechtern, sollte nie direkt in die Öffnung gesprüht werden.

---

2. Verwenden Sie FIA oder T-Infusion, um die Probe mit einer hohen Flussrate zu injizieren.
3. Überwachen Sie das Signal in der Software.
4. Passen Sie mit den vertikalen Mikrometereinstellungen die Probe in kleinen Schritten an, um das beste Signal oder Signal-zu-Rausch-Verhältnis zu erreichen.
5. Stellen Sie die schwarze Elektrodenkappe oben auf der Probe ein, um den Überstand der Elektrodenkapillare zu vergrößern oder zu verkleinern. Siehe [Einstellen des Elektroden spitzen-Überstands auf Seite 42](#).



## Optimieren der IonSpray™-Spannung

- Im positiven Modus beginnen Sie mit einem Wert von 5500 und verringern diesen in Schritten von 100–500 V. Im negativen Modus beginnen Sie mit einem Wert von –4500 und erhöhen diesen in Schritten von 100–500 V. Fahren Sie mit der Anpassung fort, bis Sie das beste Signal oder Signal-zu-Rausch-Verhältnis erzielt haben.

Der optimale Wert für diesen Parameter liegt im positiven Modus bei 5500 V. Wenn Sie bei der Erhöhung von IS keine Änderungen des Signals beobachten, belassen Sie IS in der niedrigsten Einstellung, bei der das beste Signal oder Signal-zu-Rausch-Verhältnis erzielt wird.

## Optimieren der Temperatur der APCI-Probe

Die Menge und Art des Lösungsmittels wirkt sich auf die optimale APCI-Probetemperatur aus. Bei höheren Flussraten erhöht sich die optimale Temperatur.

- Passen Sie den **TEM**-Wert in Schritten von 50 bis 100 °C an, um das beste Signal oder Signal-zu-Rausch-Verhältnis zu erreichen.

## Tipps zur Optimieren

- Verwenden Sie die höchstmögliche Temperatur beim Optimieren von Verbindungen. Für viele Verbindungen ist eine Temperatur von 700 °C üblich. Hohe Temperaturen helfen dabei, die Ionenquelle sauber zu halten und Untergrundrauschen zu reduzieren.
- Verwenden Sie den höchstmöglichen Curtain Gas™-Volumenstrom (CUR) ohne das Signal zu verringern. Vorteile:
  - Verhindert ein Durchschlagen des Curtain Gas™-Stroms, der ein rauschendes Signal hervorrufen kann.
  - Eine Verunreinigung der Öffnung zu verhindern.
  - Erhöht das gesamte Signal-zu-Rausch-Verhältnis.
- Richten Sie den flüssigen Sprühnebel der Probe weg von der Öffnung, um:
  - Eine Verunreinigung der Öffnung zu verhindern.
  - Ein Durchschlagen des Curtain Gas™-Stroms zu verhindern, der ein instabiles Signal hervorrufen kann.
  - Einen elektrischen Kurzschluss aufgrund der vorhandenen Flüssigkeit zu verhindern.
- Verwenden Sie die niedrigste IonSpray™-Spannung, die möglich ist, ohne dass das Signal verloren wird. Achten Sie auf das Signal-Rausch-Verhältnis und nicht nur auf das Signal.

Die folgenden Warnhinweise beziehen sich auf alle Wartungsverfahren in diesem Abschnitt.



**WARNHINWEIS!** Gefahr durch heiße Oberfläche. Lassen Sie die Ionenquelle mindestens 30 Minutenvor dem Beginn von Wartungsarbeiten abkühlen. Die Oberflächen der Ionenquelle und die Komponenten der Vakuum-Schnittstelle werden beim Betrieb heiß.



**WARNHINWEIS!** Brandgefahr und toxisch-chemische Gefahren. Halten Sie brennbare Flüssigkeiten von Flammen und Funken fern und verwenden Sie sie nur in belüfteten chemischen Abzugshauben oder Sicherheitswerkbänken.



**WARNHINWEIS!** Toxisch-Chemische Gefahren. Tragen Sie persönliche Schutzausrüstung, wie z. B. Laborkittel, Schutzhandschuhe und eine Schutzbrille, um Haut- oder Augenkontakt zu vermeiden.



**WARNHINWEIS!** Strahlengefährdung, Biogefährdung, oder toxisch-chemische Gefahr. Überprüfen Sie bei einem Chemieunfall die Sicherheitsdatenblätter auf spezifische Anweisungen. Entfernen Sie ausgelaufene Flüssigkeiten nur dann, wenn sich daraus keine Gefahren ergeben. Verwenden Sie eine geeignete persönliche Schutzausrüstung und Absorptionstücher, um ausgelaufene Flüssigkeiten aufzunehmen, und entsorgen Sie die ausgelaufenen Materialien entsprechend den örtlichen Vorschriften.



**WARNHINWEIS!** Stromschlaggefahr. Vermeiden Sie den Kontakt mit der Hochspannung, die an der Koronaentladungsnadel und der Curtainplatte anliegt. Versetzen Sie das System in den Standby-Modus, bevor Sie die Probenkapillare oder andere Ausrüstungsteile in der Nähe der Ionenquelle anpassen.



**WARNHINWEIS!** Gefahr von Stichverletzungen, Strahlengefährdung, Biogefährdung oder toxisch-chemische Gefahr. Verwenden Sie die Ionenquelle nicht weiter, wenn das Fenster gesprungen oder zerbrochen ist, und wenden Sie sich an einen SCIEX-Außendienstmitarbeiter. Alle giftigen oder schädlichen Stoffe, die dem Gerät zugeführt werden, sind in der Ionenquelle und in der Abluft vorhanden. Befolgen Sie bei der Entsorgung von scharfen und spitzen Gegenständen die vorhandenen Sicherheitsvorschriften Ihres Labors.

Dieser Abschnitt liefert Informationen zu allgemeinen Wartungsverfahren für die Ionenquelle. Um zu bestimmen, wie oft die Ionenquelle gereinigt werden muss oder wie häufig vorbeugende Wartungen durchgeführt werden müssen, berücksichtigen Sie bitte Folgendes:

- Getestete Verbindungen
- Effizienz der Probenaufbereitung und die Reinheit der Extraktion
- Anzahl der Proben, die in einem Batch gemessen werden
- Gesamtlaufzeit des Systems

Diese Faktoren können zu Veränderungen der Ionenquellen-Leistung führen und anzeigen, dass eine Wartung erforderlich ist.

Stellen Sie sicher, dass die installierte Ionenquelle vollständig mit dem Massenspektrometer abschließt und keine Gaslecks zu erkennen sind. Überprüfen Sie die Ionenquelle und die Anschlussstücke regelmäßig auf Undichtigkeiten. Reinigen Sie die Komponenten der Ionenquelle regelmäßig, um ihre Funktionsfähigkeit zu erhalten.

---

**VORSICHT: Mögliche Schäden am System. Verwenden Sie nur die empfohlenen Reinigungsmethoden und -materialien, um das Gerät nicht zu beschädigen.**

---

### Erforderliche Materialien

- Gabelschlüssel 1/4 Zoll
- Schlitzschraubendreher
- Methanol, MS-Qualität
- Deionisiertes Wasser in HPLC-Qualität
- Schutzbrillen
- Atemschutzmaske und Filter
- Puderfreie Handschuhe (Neopren- bzw. Nitrilhandschuhe werden empfohlen)
- Kittel

## Reinigen Sie die Oberflächen der Ionenquelle



**WARNHINWEIS! Stromschlaggefahr. Trennen Sie vor Beginn dieses Verfahrens die Ionenquelle vom Massenspektrometer. Folgen Sie den vorgeschriebenen Sicherheitsverfahren für elektrische Arbeiten.**

---

Reinigen Sie die Oberflächen der Ionenquelle, wenn etwas übergelaufen ist oder sie verschmutzt sind.

1. Trennen Sie die Ionenquelle vom Massenspektrometer.
2. Wischen Sie die Oberflächen der Ionenquelle mit einem weichen, feuchten Tuch ab.

## Reinigen des Umschaltventils und der Probe

Spülen Sie die Ionenquelle regelmäßig durch, unabhängig von der Art der Verbindungen, die als Proben dienen. Richten Sie zum Durchspülen eine Methode speziell zur Durchführung eines Spülvorgangs in der Analyst<sup>®</sup>-Software ein.

1. Wechseln Sie zu einer mobilen Phase, wie z. B. 1:1 Wasser:Acetonitril oder 1:1 Wasser:Methanol.
2. Stellen Sie die Stellung der Probe so ein, dass sie möglichst weit von der Öffnung entfernt sind.
3. Gehen Sie in der Analyst<sup>®</sup>-Software wie folgt vor:
  - a. Stellen Sie die **TEM** auf **500** bis **600**.
  - b. Stellen Sie **GS1** und **GS2** auf mindestens **40** ein.
  - c. Geben Sie die höchstmögliche Einstellung für **CUR** ein.
  - d. Warten Sie, bis der Sollwert für **TEM** erreicht ist.
4. Injizieren Sie die mobile Phase 10 bis 15 Minuten lang durch das Umschaltventil, die Verbindung und jede Probe bei einer Flussrate von 1 ml/min.
5. Stellen Sie sicher, dass beide Proben und die Probenkapillare gründlich durchgespült werden.

## Austausch des Umschaltventils

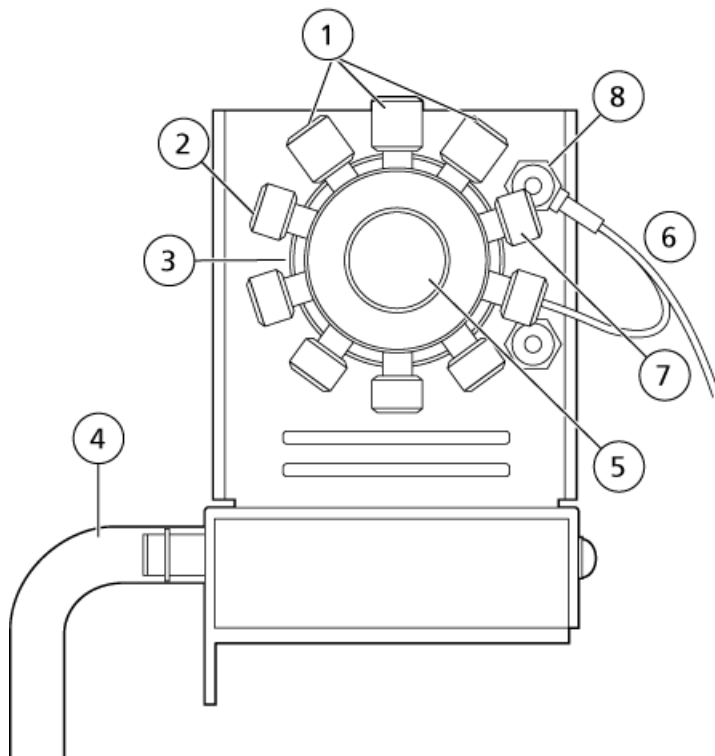


---

**WARNHINWEIS! Umweltgefährdung. Entsorgen Sie die Systemkomponenten nicht mit dem Hausmüll. Befolgen Sie die geltenden Verfahren für die Entsorgung von Komponenten.**

---

Abbildung 4-1 Umschaltventil



Position	Beschreibung
1	Probenkapillare Anschlussstücke (drei)
2	Stopfen (sechs)
3	Ventilkopf
4	Abluftrohr
5	Rändelmutter
6	Masseleitung
7	Masseanschluss
8	Mutter der Masseleitung

## Entfernen des Rotors

1. Schalten Sie den Probenfluss aus.
2. Entfernen Sie die Rändelmutter auf der Vorderseite des Ventils und ziehen Sie sie anschließend vom Ventil ab.
3. Ziehen Sie den Rotor mithilfe des Stiftmagnets aus dem Ventil.

Der Rotor befindet sich direkt hinter der Rändelmutter.

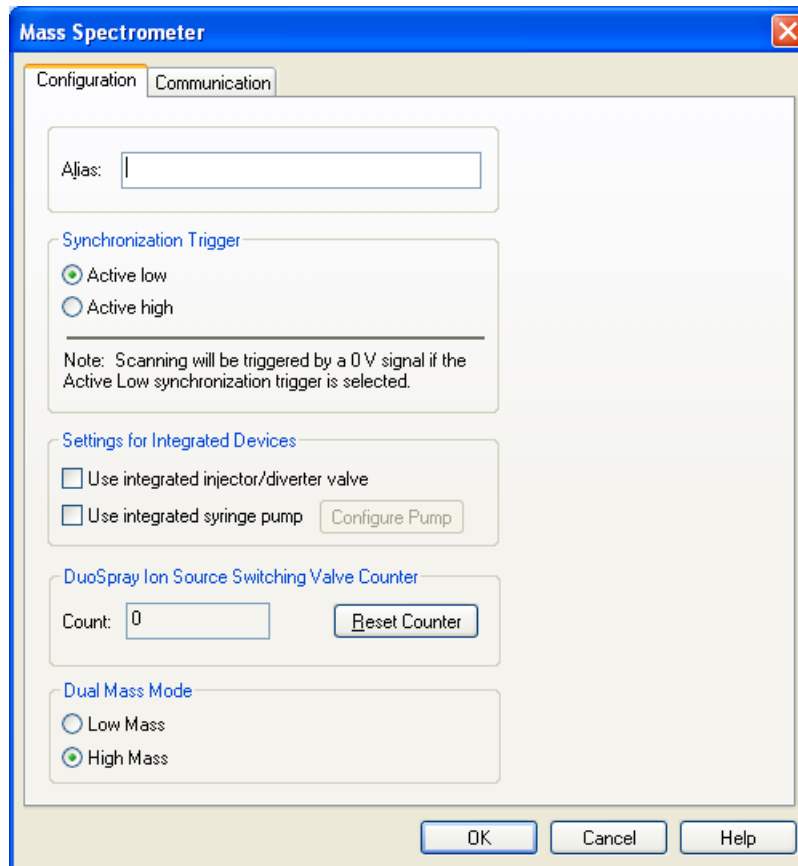
### Installieren des Rotors

Die Analyst<sup>®</sup>-Software dokumentiert die Verwendung des Umschaltventils und auf der Registerkarte „Configuration“ (Konfiguration) zeigt ein Zähler die Verwendung an. Setzen Sie den Zähler immer dann zurück, wenn der Rotor ausgetauscht oder dies durch Laborverfahren angegeben wird.

1. Installieren Sie den Rotor mithilfe des Stiftmagnets erneut. Achten Sie dabei darauf, die Spiegelfläche im Ventil nicht zu verkratzen oder die Dichtung im Rotor zu berühren.
2. Tauschen Sie das gerändelte Anschlussstück auf der Vorderseite des Ventils aus und ziehen Sie es anschließend handfest bis zum Anschlag an.
3. Gehen Sie zum Zurücksetzen des Zählers folgendermaßen vor:
  - a. Melden Sie sich in der Analyst<sup>®</sup>-Software als Administrator an.
  - b. Auf der Navigationsleiste unter **Configure** (Konfigurieren) doppelklicken Sie auf **Hardware Configuration** (Hardwarekonfiguration).
  - c. Klicken Sie auf **Deactivate Profile** (Profil deaktivieren) und anschließend auf **Edit Profile** (Profil bearbeiten).
  - d. Klicken Sie auf das Massenspektrometer im Feld **Devices in current profile** (Geräte im aktuellen Profil) und anschließend auf **Setup Device** (Geräteeinrichtung).

- e. Klicken Sie auf der Registerkarte **Configuration** (Konfiguration) auf **Reset Counter** (Zähler zurückstellen).

**Abbildung 4-2** Registerkarte „Configuration“ (Konfiguration) für die Geräteserie 6500 und 6500+



4. Klicken Sie auf **OK**.

## Entfernen der Ionenquelle

**Hinweis:** (3500, 4500, 5500, 6500, 6500<sup>+</sup> und TripleTOF<sup>®</sup> Systeme) Der Stickstoff-Durchfluss erhöht sich um 5,3 l/min, wenn das Massenspektrometer ausgeschaltet ist oder die Ionenquelle vom System entfernt wird. Zur Verringerung des Stickstoffgas-Verbrauchs und um das Massenspektrometer bei Nichtverwendung sauber zu halten, lassen Sie die Ionenquelle auf dem Massenspektrometer installiert und das System eingeschaltet.

Die Ionenquelle kann schnell und einfach ohne Werkzeug entfernt werden. Entfernen Sie immer die Ionenquelle vom Massenspektrometer, bevor eine Wartung der Ionenquelle oder ein Austausch der Probe durchgeführt wird.

1. Beenden Sie alle laufenden Scans.

## Wartung der Ionenquelle

---

2. Schalten Sie den Probenstrom aus.
3. Geben Sie **0** im Feld **TEM** ein, wenn die Heizer in Betrieb sind.
4. Lassen Sie die Ionenquelle mindestens 30 Minuten abkühlen.
5. Trennen Sie die Probenkapillare vom Erdungsanschluss.
6. Drehen Sie die beiden Hebel nach oben in die 12-Uhr-Position, um die Ionenquelle freizugeben.
7. Ziehen Sie die Ionenquelle vorsichtig von der Vakuum-Schnittstelle weg.
8. Legen Sie die Ionenquelle auf eine saubere und sichere Oberfläche.

## Entfernen der Probe



---

**WARNHINWEIS! Stromschlaggefahr. Trennen Sie vor Beginn dieses Verfahrens die Ionenquelle vom Massenspektrometer. Folgen Sie den vorgeschriebenen Sicherheitsverfahren für elektrische Arbeiten.**

---

---

**VORSICHT: Mögliche Schäden am System. Um Beschädigungen der Probe zu vermeiden, achten Sie darauf, dass die hervorstehende Elektrodenspitze bzw. die Koronaentladungsnadel keine Teile des Ionenquellengehäuses berühren.**

---

Die Probe kann schnell und einfach ohne Werkzeug entfernt werden. Entfernen Sie die Ionenquelle immer vom Massenspektrometer, bevor Sie die Probe auswechseln oder Wartungen an der Probe durchführen.

Beim Austauschen der Probe müssen diese in die richtige Säule eingefügt werden. Die Proben können nicht gegeneinander ausgetauscht werden. Siehe [Installieren der Probe auf Seite 19](#).

### Voraussetzungen

- [Entfernen der Ionenquelle auf Seite 39](#)

1. Lösen Sie die Probenkapillarenschraube und entfernen Sie dann die Probenkapillare von der Probe.
2. Lösen Sie den Sicherungsring, der die Probe mit dem Ionenquellengehäuse verbindet.
3. Ziehen Sie vorsichtig die Probe gerade aus dem Probeturm heraus.
4. Legen Sie die Probe auf einen sicheren und sauberen Untergrund.

## Ersetzen der Elektrodenkapillare



---

**WARNHINWEIS! Stromschlaggefahr. Trennen Sie vor Beginn dieses Verfahrens die Ionenquelle vom Massenspektrometer. Folgen Sie den vorgeschriebenen Sicherheitsverfahren für elektrische Arbeiten.**

---





**WARNHINWEIS! Gefahr von Stichverletzungen. Gehen Sie vorsichtig vor, wenn Sie die Elektrodenkapillare handhaben. Die Spitze der Elektrode ist sehr spitz.**

Die Probe enthält eine Elektrodenkapillare. Ersetzen Sie die Elektrodenkapillare, wenn es zu einem Leistungsrückgang kommt.

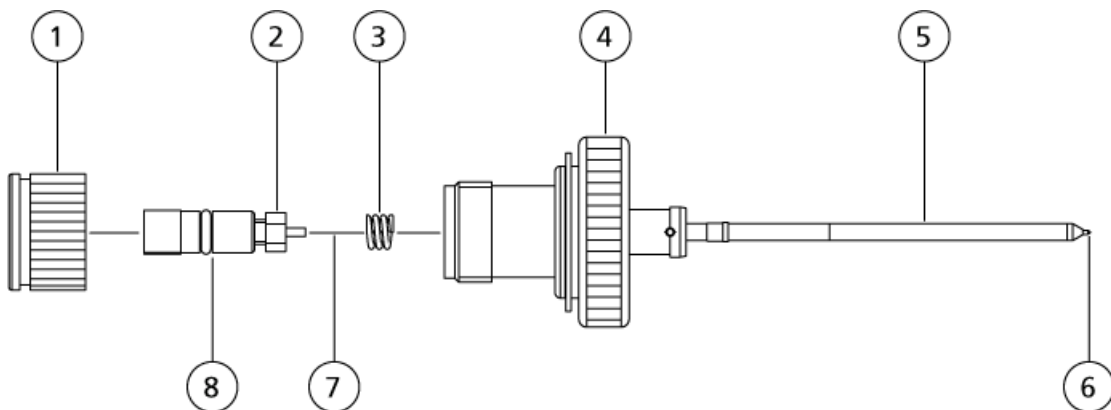
Dieses Verfahren gilt für beide Probes.

#### Voraussetzungen

- [Entfernen der Ionenquelle auf Seite 39](#)
- [Entfernen der Probe auf Seite 40](#)

1. Entfernen Sie die Elektrodenstellmutter.
2. Halten Sie die Probe so, dass die Spitze nach unten zeigt, damit die Feder in der Probe bleibt. Ziehen Sie die PEEK-Verbindung und die befestigte Elektrodenkapillare aus der Probe.

**Abbildung 4-3 Probe — erweiterte Ansicht**



Position	Beschreibung
1	Elektrodenstellmutter
2	1/4-Zoll-Sicherungsmutter
3	Feder
4	Sicherungsring
5	Zerstäuberrohr
6	Elektroden spitze
7	Elektrodenkapillare
8	PEEK-Verbindung

## Wartung der Ionenquelle

---

3. Entfernen Sie die Sicherungsmutter, die die Elektrodenkapillare in der PEEK-Verbindung befestigt, mit einem 1/4-Zoll-Gabelschlüssel.
4. Trennen Sie die Elektrodenkapillare von der Sicherungsmutter.
5. Stecken Sie die neue Elektrodenkapillare in die Sicherungsmutter und dann in das PEEK-Verbindungsstück.

Stellen Sie sicher, dass die Elektrodenkapillare so weit wie möglich in die PEEK-Verbindung eingeführt ist. Im Fall einer Lücke zwischen der Elektrodenkapillare und ihrem Sitz in der Verbindung kann ein Totvolumen auftreten.

6. Ziehen Sie die Sicherungsmutter fest.

Gewindegänge nicht verkanten und Sicherungsmutter nicht zu fest anziehen, da es ansonsten zu einer Undichtigkeit der Kapillare führen kann.

7. Stellen Sie sicher, dass sich die Feder noch in der Probe befindet, und ziehen Sie anschließend die Elektrodenstellmutter an.
8. Richten Sie die Elektrodenkapillare auf die schmale Öffnung des Zerstäuberrohrs aus und schieben Sie anschließend die PEEK-Verbindung mit der eingeführten Elektrodenkapillare in die Probe. Achten Sie darauf, die Elektrodenkapillare nicht zu verbiegen.
9. Installieren Sie die Probe. Siehe [Installieren der Probe auf Seite 19](#).
10. Schließen Sie den Probenkapillare an. Siehe [Anschließen der Probenkapillare auf Seite 22](#)
11. Installieren Sie die Ionenquelle an dem Massenspektrometer. Siehe [Installation der Ionenquelle auf Seite 15](#).
12. Einstellen des Elektrodenspitzen-Überstands. Siehe [Einstellen des Elektrodenspitzen-Überstands auf Seite 42](#).

## Einstellen des Elektrodenspitzen-Überstands

---



**WARNHINWEIS! Strahlengefährdung, Biogefährdung oder toxisch-chemische Gefahren. Stellen Sie sicher, dass die Elektrode die Spitze der Probe überragt, damit gefährliche Dämpfe nicht aus der Quelle entweichen können. Die Elektrode darf nicht in die Probe eingelassen werden.**

---



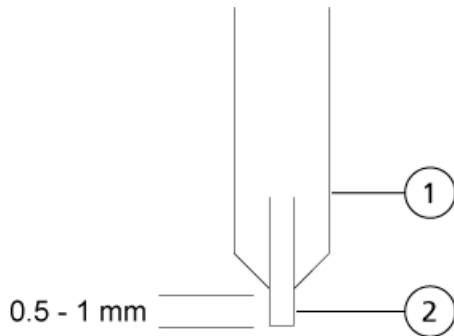
**WARNHINWEIS! Gefahr von Stichverletzungen. Gehen Sie vorsichtig vor, wenn Sie die Elektrodenkapillare handhaben. Die Spitze der Elektrode ist sehr spitz.**

---

Passen Sie den Elektrodenspitzen-Überstand an, um die bestmögliche Leistung zu erreichen. Die optimale Einstellung hängt von der Verbindung ab. Der Abstand, um den die Spitze der Elektrode hervorsteht, wirkt sich auf die Form des Sprühkegels aus, diese wiederum wirkt sich auf die Empfindlichkeit des Massenspektrometers aus.

- Justieren Sie die schwarze Einstellkappe für Elektroden auf der Probe, um die Elektrodenspitze zu verlängern. Die Elektrodenspitze sollte 0,5 bis 1,0 mm über das Ende der Probe hinausragen.

Abbildung 4-4 Anpassung des Elektrodenspitzen-Überstands



Position	Beschreibung
1	Probe
2	Elektrode

## Tauschen Sie die Spitze der Koronaentladungsnadel aus



**WARNHINWEIS!** Gefahr durch heiße Oberfläche. Lassen Sie die Ionenquelle mindestens 30 Minutenvor dem Beginn von Wartungsarbeiten abkühlen. Die Oberflächen der Ionenquelle und die Komponenten der Vakuumschnittstelle werden beim Betrieb heiß.



**WARNHINWEIS!** Stromschlaggefahr. Stellen Sie sicher, dass die Ionenquelle vollständig vom Massenspektrometer getrennt ist, bevor Sie fortfahren.



**WARNHINWEIS!** Gefahr von Stichverletzungen. Gehen Sie mit der Nadel vorsichtig um. Die Spitze der Nadel ist sehr spitz.

Tauschen Sie die Spitze der Koronaentladungsnadel aus, wenn sie anfängt zu rosten.

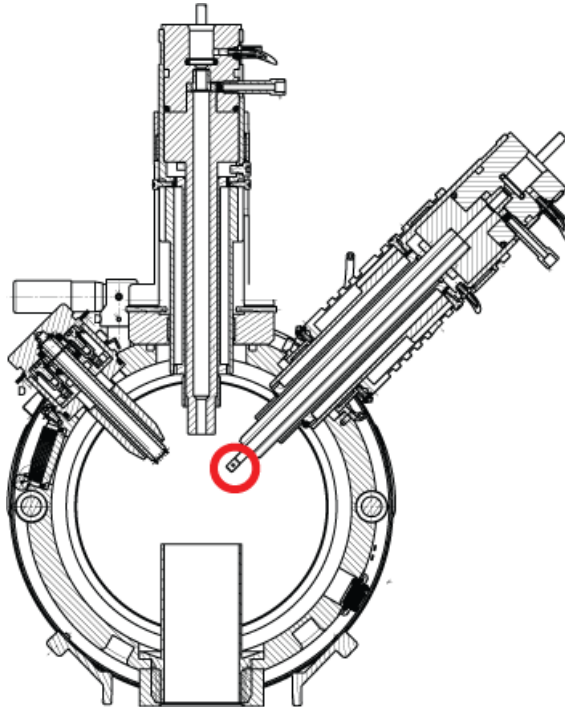
1. Trennen Sie die Ionenquelle vom Massenspektrometer. Siehe [Entfernen der Ionenquelle auf Seite 39](#).
2. Drehen Sie die Ionenquelle, sodass die offene Seite zugänglich ist.
3. Drücken Sie den Koronaentladungsnadel-Einstellschraube oben auf der Säule nach unten. Die Koronaentladungsnadel steht nun über.

## Wartung der Ionenquelle

---

4. Halten Sie in der einen Hand die Spitze der Koronaentladungsnadel und in der anderen Hand die Koronaentladungsnadel – jeweils zwischen Daumen und Zeigefinger. Drehen Sie die Spitze der Koronaentladungsnadel nach links, um diese zu lösen und vorsichtig zu entfernen.

**Abbildung 4-5 Spitze der Koronaentladungsnadel an der Rückseite der Ionenquelle**



5. Halten Sie in der einen Hand eine neue Spitze zwischen Daumen und Zeigefinger und in der anderen Hand die Koronaentladungsnadel. Drehen Sie die Spitze der Koronaentladungsnadel im Uhrzeigersinn, um diese auf die Nadel zu schrauben.
6. Installieren Sie die Ionenquelle an dem Massenspektrometer. Siehe [Installation der Ionenquelle auf Seite 15](#).

## Koronaentladungsnadel ersetzen



---

**WARNHINWEIS! Stromschlaggefahr. Trennen Sie vor Beginn dieses Verfahrens die Ionenquelle vom Massenspektrometer. Folgen Sie den vorgeschriebenen Sicherheitsverfahren für elektrische Arbeiten.**

---



---

**WARNHINWEIS! Gefahr von Stichverletzungen. Gehen Sie mit der Nadel vorsichtig um. Die Spitze der Nadel ist sehr spitz.**

---

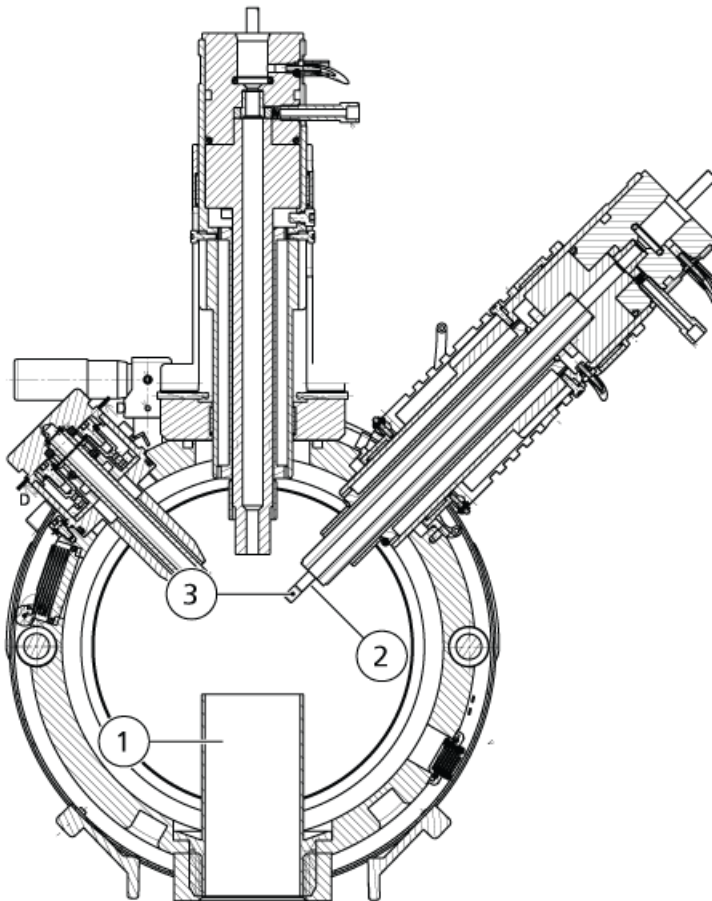
Die Spitze der Koronaentladungsnadel kann so stark verrostet, dass sie von der Nadel abgeschnitten werden muss. Tauschen Sie in diesem Fall die gesamte Koronaentladungsnadel aus.

### Voraussetzungen

- [Entfernen der Ionenquelle auf Seite 39](#)
- [Entfernen der Probe auf Seite 40](#)

1. Drehen Sie die Ionenquelle, sodass die offene Seite zugänglich ist.

**Abbildung 4-6 Koronaentladungsnadel**



## Wartung der Ionenquelle

---

Position	Beschreibung
1	Exhaustsystem
2	Keramikhülse
3	Spitze der Koronaentladungsnadel

2. Halten Sie in der einen Hand die Spitze der Koronaentladungsnadel und in der anderen Hand die Koronaentladungsnadel – jeweils zwischen Daumen und Zeigefinger. Drehen Sie die Spitze der Koronaentladungsnadel gegen den Uhrzeigersinn, um diese zu lösen und vorsichtig zu entfernen.
3. Schieben Sie die neue Nadel durch das Exhaustsystem so weit wie möglich in die Keramikhülse hinein.
4. Halten Sie in der einen Hand eine neue Spitze zwischen Daumen und Zeigefinger und in der anderen Hand die Koronaentladungsnadel. Drehen Sie die Spitze der Koronaentladungsnadel im Uhrzeigersinn, um diese auf die Nadel zu schrauben.
5. Führen Sie die Probe ein und installieren Sie anschließend die Ionenquelle auf dem Massenspektrometer. Siehe [Installation der Ionenquelle auf Seite 15](#).

## Ersetzen Sie die Probenkapillare



**WARNHINWEIS! Stromschlaggefahr. Trennen Sie vor Beginn dieses Verfahrens die Ionenquelle vom Massenspektrometer. Folgen Sie den vorgeschriebenen Sicherheitsverfahren für elektrische Arbeiten.**

---

Gehen Sie folgendermaßen vor, um die Probenkapillare zu ersetzen, wenn es blockiert ist.

### Voraussetzungen

- Stoppen Sie den Probenstrom und stellen Sie sicher, dass die gesamten Gase durch das Quellenexhaustsystem abgeführt wurden.
- [Entfernen der Ionenquelle auf Seite 39](#)

1. Trennen Sie die Probenkapillare von der Probe und vom Erdungsanschluss.
2. Ersetzen Sie die Probenkapillare durch eine Kapillare der gleichen Länge.
3. Installieren Sie die Ionenquelle. Siehe [Installation der Ionenquelle auf Seite 15](#).
4. Starten Sie den Probendurchsatz.

Fehler	Mögliche Ursache	Fehlerbehebung
Die Analyst®-Software meldet, dass sich das Massenspektrometer im Fehlerstatus befindet.	Die Probe ist nicht installiert.	Installieren Sie die Probe. Siehe <a href="#">Installieren der Probe auf Seite 19</a> .
	Die Probe ist nicht sachgemäß angeschlossen.	<ol style="list-style-type: none"> <li>Entfernen Sie die Probe. Siehe <a href="#">Entfernen der Probe auf Seite 40</a>.</li> <li>Installieren Sie die Probe und achten Sie darauf, dass der Sicherungsring aus Messing fest angezogen ist. Siehe <a href="#">Installieren der Probe auf Seite 19</a>.</li> </ol>
Die Analyst®-Software zeigt an, dass eine bestimmte Probe verwendet wird, jedoch eine andere Probe installiert ist.	Die F3-Sicherung ist durchgebrannt.	Wenden Sie sich an einen Außendienstmitarbeiters (FSE).
Das Spray wird nicht gleichmäßig verteilt.	Die Elektrode ist verstopft.	Ersetzen Sie die Elektrode. Siehe <a href="#">Ersetzen der Elektrodenkapillare auf Seite 40</a> .
Die Empfindlichkeit ist unzureichend.	Die Interface-Komponenten (Front-End) sind verschmutzt.	Reinigen Sie die Schnittstellenkomponenten und installieren Sie anschließend die Ionenquelle neu.
	Lösungsmitteldämpfe oder andere unbekannte Verbindungen liegen im Bereich des Analysators vor.	Optimieren Sie den Curtain Gas™-Strom. Siehe <a href="#">Optimieren der Ionenquelle auf Seite 24</a> .
Bei Prüfungen kann die Ionenquelle nicht die Spezifikationen einhalten.	Das Massenspektrometer hat die Installationstests nicht bestanden.	Führen Sie am Massenspektrometer Installationstests mit der Standardquelle durch.

## Fehlerbehebung

Fehler	Mögliche Ursache	Fehlerbehebung
	Die Testlösung wurde nicht sachgemäß vorbereitet.	<ol style="list-style-type: none"> <li>1. Bestätigen Sie, dass die Testlösungen sachgemäß vorbereitet wurden.</li> <li>2. Wenden Sie sich an den Außendienstmitarbeiters (FSE), wenn das Problem nicht behoben werden kann.</li> </ol>
Starkes Hintergrundrauschen.	Die Temperatur (TEM) ist zu hoch.	Optimieren Sie die Temperatur.
	Der Volumenstrom des Heizergases (GS2) ist zu hoch.	Optimieren Sie den Heizergasfluss.
	Die Ionenquelle ist verunreinigt.	<ul style="list-style-type: none"> <li>• Reinigen oder ersetzen Sie die Komponenten der Ionenquelle. Siehe <a href="#">Wartung der Ionenquelle auf Seite 34</a>.</li> <li>• Quelle und Frontend vorbereiten: <ol style="list-style-type: none"> <li>1. Positionieren Sie die Probe so weit wie möglich von der Öffnung entfernt (vertikal und horizontal).</li> <li>2. Stellen Sie sicher, dass der Interfaceheizer eingeschaltet ist.</li> <li>3. Infundieren oder injizieren Sie Methanol und Wasser im Verhältnis von 50:50 bei einer Pumpförderleistung von 1 ml/min ein.</li> <li>4. Stellen Sie in der Analyst<sup>®</sup>-Software <b>TEM</b> auf 650, <b>GS1</b> auf 60 und <b>GS2</b> auf 60 ein.</li> <li>5. Stellen Sie den <b>CUR</b>-Durchfluss auf 45 oder 50 ein.</li> <li>6. Lassen Sie es mindestens 2 Stunden, am besten jedoch über Nacht laufen.</li> </ol> </li> </ul>



Fehler	Mögliche Ursache	Fehlerbehebung
Die Leistung der Ionenquelle hat nachgelassen.	Die Probe ist nicht richtig optimiert.	Siehe <i>TurbolonSpray® Sondenoptimierung auf Seite 25</i> oder <i>Optimieren der APCI-Probe auf Seite 29</i> .
	Die Probe wurde nicht richtig vorbereitet oder die Probe hat sich verschlechtert.	Bestätigen Sie, dass die Probe sachgemäß vorbereitet wurde.
	Es besteht ein Leck an den Probeneinlassanschlüssen.	<ol style="list-style-type: none"> <li>1. Stellen Sie sicher, dass die Anschlüsse dicht sind, und ersetzen Sie diese, wenn die Undichtigkeit weiter besteht. Die Anschlussstücke nicht zu fest anziehen.</li> <li>2. Installieren und optimieren Sie eine alternative Ionenquelle. Wenden Sie sich an einen Außendienstmitarbeiters (FSE), wenn das Problem weiter besteht.</li> </ol>
Lichtbögen oder Funken treten auf.	Die Koronaentladungsnadel befindet sich nicht an der richtigen Position.	Drehen der Koronaentladungsnadel in Richtung der Curtain-Platte und weg vom Heizergasstrom. Siehe <i>Einstellen der Position der Koronaentladungsnadel auf Seite 31</i> .
Das Ventil ist undicht. Dies wird durch Verschmutzungen unter dem Ventil oder ein offensichtliches Leck angezeigt.	Das Rotorventil ist zerkratzt oder Partikel/Salze haben sich abgelagert.	Ersetzen Sie das Umschaltventil. Siehe <i>Austausch des Umschaltventils auf Seite 36</i> .

## TurbolonSpray<sup>®</sup> -Modus

Die TurbolonSpray<sup>®</sup>-Probe verwendet einen Turboheizer, um heißen, trockenen ultrareinen (UHP) Stickstoff zu versprühen. Der Heizer befindet sich in einem 45-Grad-Winkel zur Probe auf der rechten Seite, wenn man die Ionenquelle von vorne betrachtet. Die Kombination aus IonSpray<sup>™</sup>-Probenstrom und erhitztem Trockengas aus den Turboheizern wird in einem 90-Grad-Winkel Richtung Öffnung der Curtainplatte gesprüht.

Nur Verbindungen, die in dem flüssigen Lösungsmittel ionisieren, können in der Ionenquelle als Gasphasenionen erzeugt werden. Die Effizienz und die Geschwindigkeit der Ionenerzeugung hängt von den Solvatationsenergien der spezifischen Ionen ab. Ionen mit niedrigen Solvatationsenergien verdampfen leichter als Ionen mit höheren Solvatationsenergien.

Das Zusammenwirken von IonSpray<sup>™</sup>-Spannung und dem Turboheizer helfen dabei, den Strahl zu bündeln und erhöhen außerdem die Rate der Tropfenverdampfung, was zu einem stärkeren Ionensignal führt. Das erhitzte Gas erhöht die Effizienz der Ionenverdampfung, wodurch die Empfindlichkeit erhöht und die Fähigkeit verbessert wird, größere Flussraten von flüssigen Proben zu bearbeiten.

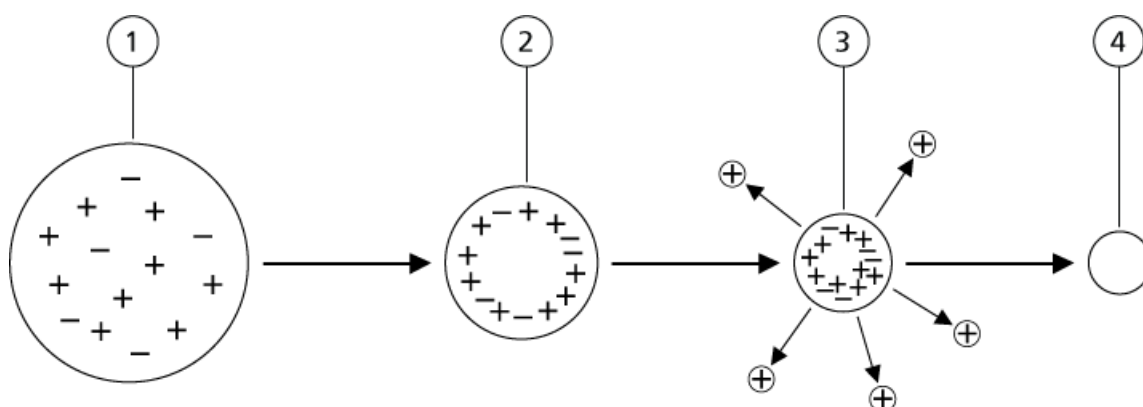
Ein Hochgeschwindigkeits-Strom von Zerstäubergas schiebt Tröpfchen aus dem flüssigen Probenfluss in den IonSpray-Einlass. Durch die variable hohe Spannung, die am Zerstäuber angelegt ist, gibt die Ionenquelle eine Nettoladung an jeden Tropfen ab. Diese Ladung unterstützt die Tröpfchendispersion. Ionen mit einfacher Polarität werden durch die hohe Spannung bevorzugt in die Tröpfchen gezogen, wenn sie vom flüssigen Strom getrennt werden. Dennoch ist diese Trennung unvollständig und jedes Tröpfchen enthält noch viele Ionen beider Polaritäten. Ionen einer Polarität sind in jedem Tröpfchen vorherrschend und die Differenz zwischen der Anzahl der positiv oder negativ geladenen Ionen ergibt die Nettoladung. Nur die überschüssigen Ionen der vorherrschenden Polarität stehen für die Ionenverdampfung zur Verfügung und nur ein Bruchteil davon verdampft tatsächlich.

Die Polarität und Konzentration der überschüssigen Ionen hängt von der Größe und Polarität des Hochspannungspotentials ab, das an die Zerstäuberspitze angelegt wird. Enthält eine Probe beispielsweise Arginin in einer Wasser-Acetonitril-Lösung und ein positives Potential wird an den Zerstäuber angelegt, werden die überschüssigen positiven Ionen zu H<sup>+</sup>- und MH<sup>+</sup>-Arginin.

Die Probe kann mehrfach geladene Ionen aus Verbindungen erzeugen, die mehrere ladungstragende Stellen besitzen wie z. B. Peptide und Oligonucleotide. Dies ist bei der Beobachtung hochmolekularer Spezies hilfreich, bei denen die Mehrfachladungen Ionen eines Masse-zu-Ladung-Verhältnisses ( $m/z$ ) im Massenbereich des Massenspektrometers erzeugen. Dies ermöglicht eine routinemäßige Bestimmung von Molekulargewichten bei Verbindungen im Kilodalton-Bereich (kDa).

Wie in [Abbildung A-1](#) gezeigt, enthält jedes geladene Tröpfchen Lösungsmittel und sowohl positive wie auch negative Ionen, wobei eine Polarität vorherrscht. Als leitendes Medium befinden sich Überschussladungen an der Oberfläche eines Tröpfchens. Wenn das Lösungsmittel verdampft, vergrößert sich das elektrische Feld an der Oberfläche des Tropfens aufgrund des abnehmenden Radius des Tröpfchens.

Abbildung A-1 Ionenverdampfung



Position	Beschreibung
1	Tröpfchen enthalten Ionen beider Polaritäten, wobei eine Polarität überwiegt.
2	Wenn das Lösungsmittel verdunstet, nimmt das elektrische Feld zu und die Ionen bewegen sich an die Oberfläche.
3	Bei einem gewissen kritischen Feldwert werden die Ionen von den Tröpfchen abgegeben.
4	Ein nichtflüchtiger Rückstand bleibt als trockenes Teilchen zurück.

Wenn das Tröpfchen überschüssige Ionen enthält und genügend Lösungsmittel aus dem Tröpfchen verdunstet, wird ein kritisches Feld erreicht, an dem Ionen von der Oberfläche emittiert werden. Schließlich wird das gesamte Lösungsmittel aus dem Tröpfchen verdunstet und es bleibt ein trockenes Teilchen aus nichtflüchtigen Bestandteilen der Probenlösung übrig.

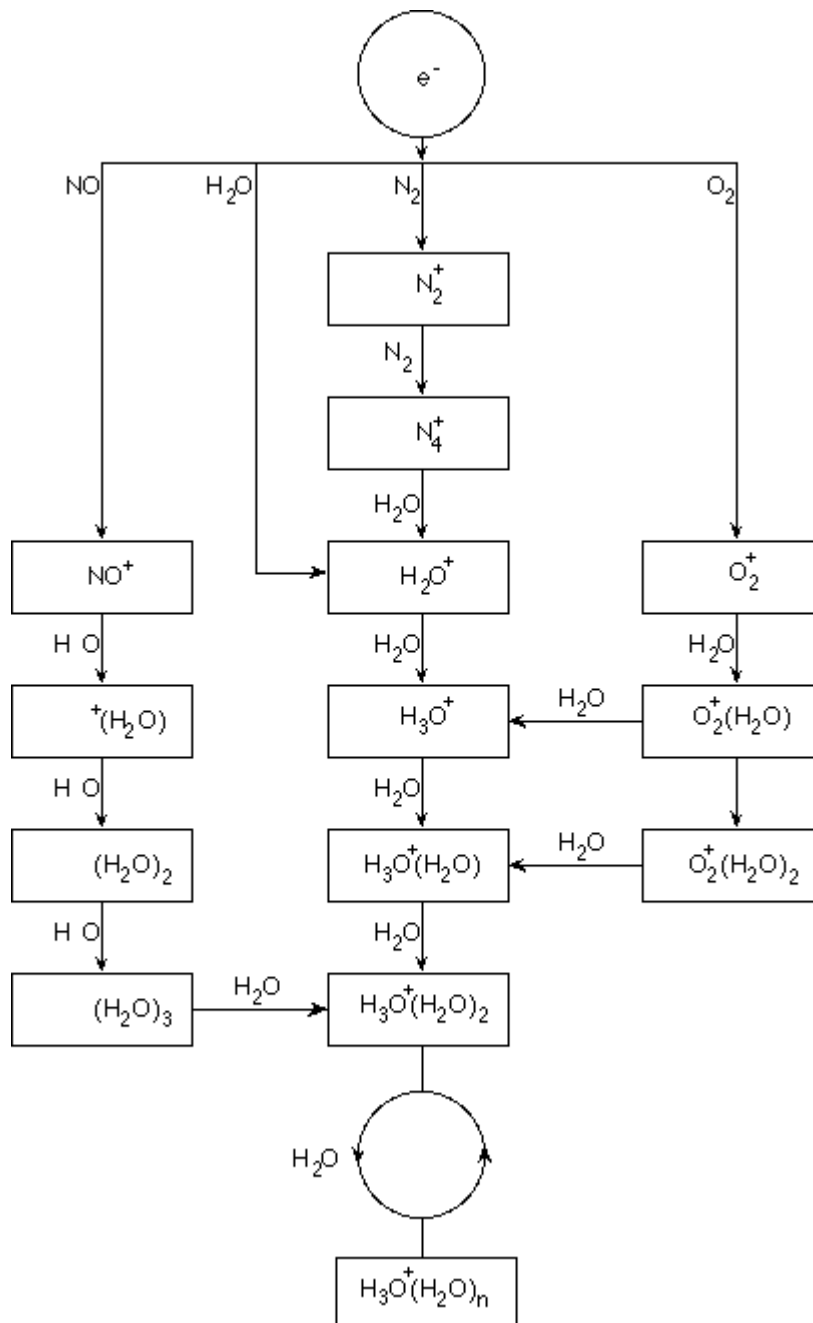
Weil die Solvatationsenergien für die meisten organischen Moleküle unbekannt sind, ist die Empfindlichkeit eines organischen Ions bei der Ionenverdampfung schwer vorherzusehen. Die Bedeutung der Solvatationsenergie ist offensichtlich, da Tenside, die sich an der Oberfläche einer Flüssigkeit konzentrieren, sehr sensitiv nachgewiesen werden können.

## APCI-Modus

Die Grundlage für frühere Inkompatibilitäten bei der Verbindung von Flüssigkeitschromatographie mit Massenspektrometrie ergab sich aus der Schwierigkeit, relativ schwerflüchtige, in einer Flüssigkeit gelöste Moleküle in ein molekulares Gas ohne übermäßigen Zerfall umzuwandeln. Der APCI-Prozess vernebelt die Probe auf sanfte Weise in kleine, fein verteilte Tröpfchen in einem beheizten Keramikröhrchen und ergibt eine rasche Verdampfung der Probe, so dass die Probenmoleküle nicht zersetzt werden.

*Abbildung A-2* zeigt den Reaktionsfluss der APCI für Reaktionspartner positiver Ionen (hydratisierte Protonen,  $\text{H}_3\text{O}^+[\text{H}_2\text{O}]_n$ ).

Abbildung A-2 Flussdiagramm der APCI-Reaktion



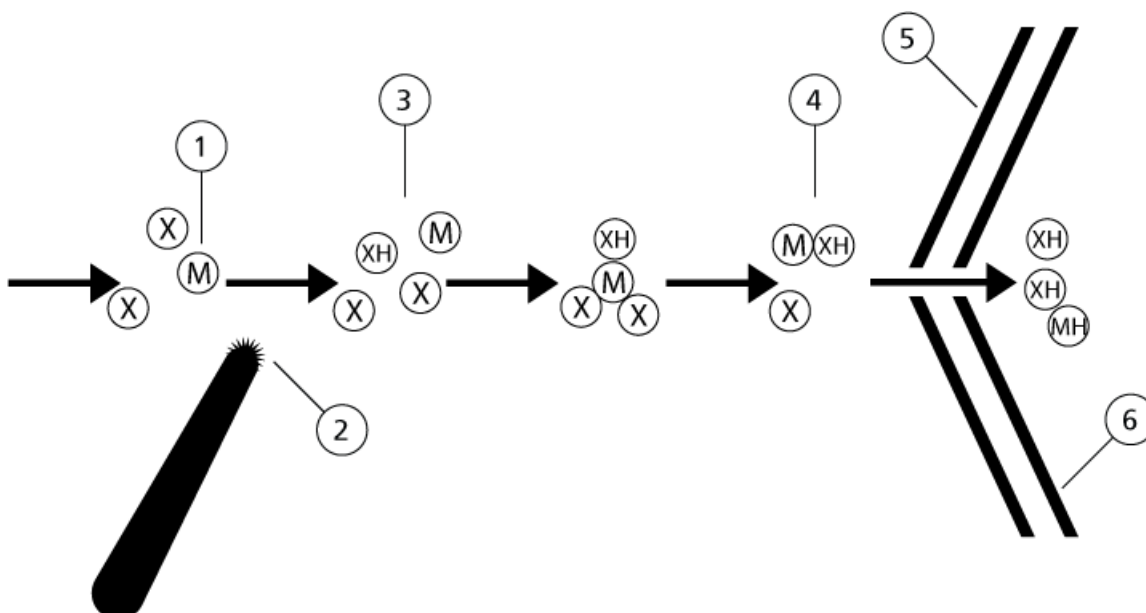
Die großen Primärionen  $N_2^+$ ,  $O_2^+$ ,  $H_2O^+$  und  $NO^+$  werden durch den Elektronenstoß koronaerzeugter Elektronen mit den großen neutralen Komponenten der Luft gebildet. Obgleich  $NO^+$  normalerweise kein Hauptbestandteil von sauberer Luft ist, wird die Konzentration dieses Stoffes in der Quelle von durch Koronaentladungen eingeleiteten neutralen Reaktionen verbessert.

Durch die APCI-Probe eingeführt Proben werden mithilfe eines Zerstäubergases in das erhitzte Keramikrohr gesprüht. Innerhalb des Rohrs durchlaufen die feinverteilten Proben- und Lösungsmittel-Tröpfchen eine schnelle

Verdampfung mit minimaler thermischer Zersetzung. Die schonende Verdampfung bewahrt die molekulare Identität der Probe.

Die gasförmigen Proben- und Lösungsmittel-Moleküle wandern in das Ionenquellengehäuse, in dem die APCI-Ionisierung durch eine mit dem Ende der Keramikröhre verbundenen Koronaentladungsnadel eingeleitet wird. Die Probenmoleküle werden durch Kollision mit den Reaktandionen ionisiert, die durch die Ionisierung von Lösungsmittel-Molekülen der mobilen Phase erzeugt wurden. Wie in [Abbildung A-3](#) dargestellt, ionisieren die verdampften Lösungsmittelmoleküle und produzieren die Reaktandionen  $[X+H]^+$  im positiven Modus und  $[X-H]^-$  im negativen Modus. Es sind diese Reaktandionen, die stabile Probenionen erzeugen, wenn sie mit den Probenmolekülen kollidieren.

**Abbildung A-3 Chemische Ionisation bei Atmosphärendruck**



Position	Beschreibung
1	Probe
2	Primärladungen werden in der Nähe der Koronaentladungsnadel erzeugt.
3	Die Ionisation produziert überwiegend Lösungsmittelionen.
4	Reaktandionen reagieren mit Probenmolekülen und bilden Cluster.
5	Curtainplatte
6	Schnittstelle

X = Lösungsmittel-Moleküle; M = Probenmoleküle

Die Proben-Moleküle werden durch Protonentransfer im positiven Modus und entweder durch Elektronen- oder Protonentransfer im negativen Modus ionisiert. Die Energie für den APCI-Ionisierungsprozess ist wegen des relativ hohen Atmosphärendrucks der API-Quelle stoßdominiert.

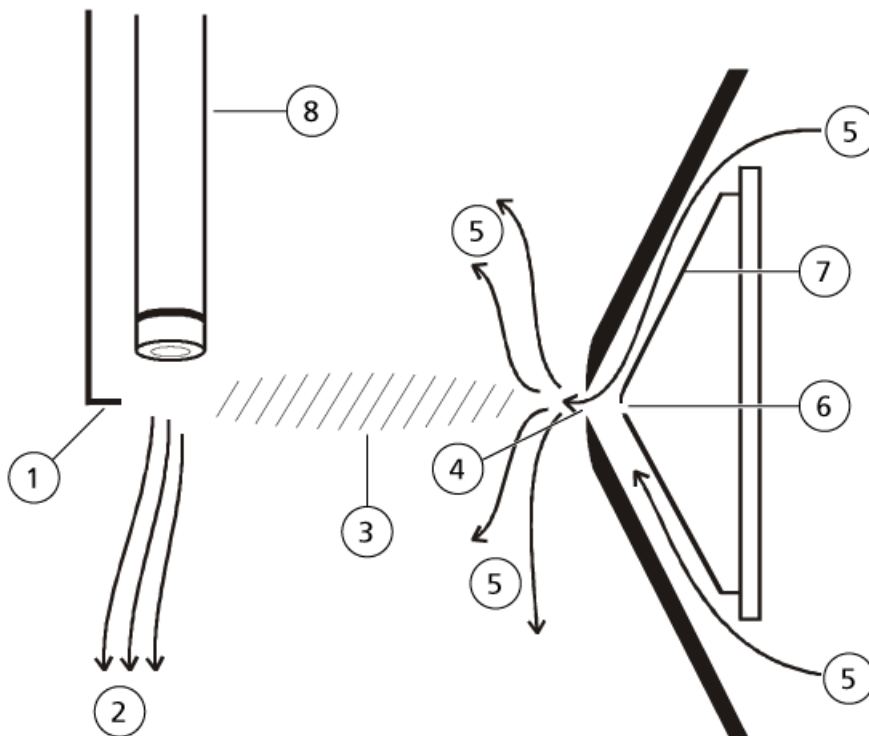
Bei Reverse-Phase-Anwendungen bestehen die Reaktandionen aus protonierten Lösungsmittelmolekülen im positiven Modus und solvatisierten Sauerstoffionen im negativen Modus. Bei günstiger Thermodynamik ändert der Zusatz von Modifikatoren die Zusammensetzung von Reaktandionen. Zum Beispiel kann die Zugabe von Acetatpuffer oder Modifikatoren das Acetat-Ion  $[\text{CH}_3\text{COO}]^-$  im negativen Modus zum primären Reagenz machen. Ammonium-Modifikatoren können protoniertes Ammoniak  $[\text{NH}_4]^+$  zum primären Reagenz im positiven Modus machen.

Durch Kollisionen wird die Gleichgewichtsverteilung bestimmter Ionen (zum Beispiel protonierte Wasser-Cluster-Ionen) aufrechterhalten. Die Wahrscheinlichkeit einer vorzeitigen Fragmentierung von Probenionen in der Ionenquelle wird durch die dämpfende Wirkung der Lösungsmittel-Cluster auf die Reaktandionen und den relativ hohen Gasdruck in der Quelle verringert. Im Ergebnis liefert die Ionisation in erster Linie molekulare Produktionen für die Massenanalyse im Massenspektrometer.

### APCI-Ionisationsbereich

*Abbildung A-4* zeigt die allgemeine Position des Ionen-Molekül-Reaktors der APCI-Probe. Die schrägen Linien stellen einen wandlosen Reaktor dar. Ein selbststartender Koronaentladungs-Ionenstrom im Mikroampere-Bereich wird durch das elektrische Feld zwischen der Entladungsnadel und den Curtainplatte erzeugt. Primäre Ionen, beispielsweise  $\text{N}_2^+$  und  $\text{O}_2^+$ , entstehen durch den Verlust von Elektronen, die aus dem Plasma in unmittelbarer Nähe der Entladungsnadelspitze stammen. Die Energie dieser Elektronen wird durch eine Reihe von Kollisionen mit Gasmolekülen gemildert, bevor sie ein Energieniveau erreichen, auf dem ihr effektiver Ionisationsquerschnitt die effiziente Ionisation neutraler Moleküle ermöglicht.

**Abbildung A-4 APCI-Ionisationsbereich**



Position	Beschreibung
1	Entladungsnadelspitze
2	Probendurchsatz
3	Wandloser Reaktor
4	Öffnung der Curtainplatte
5	Curtain Gas™-Zufuhr
6	Orifice
7	Orificeplatte
8	Keramikrohr

Die primären Ionen erzeugen wiederum Zwischenionen, die zur Bildung von Probenionen führen. Ionen der ausgewählten Polarität driften unter dem Einfluss des elektrischen Feldes in Richtung Curtainplatte und durch den Gasstrom in den Massenanalysator. Die gesamte Ionenbildungsprozess ist aufgrund des relativ hohen Atmosphärendrucks der APCI-Probe kollisionsdominiert. Außer in unmittelbarer Nähe der Entladungsnadelspitze, wo die Stärke des elektrischen Feldes am größten ist, ist die Energie, die durch das elektrische Feld auf ein Ion übertragen wird, im Vergleich mit der thermischen Energie des Ions gering.

Durch Kollisionen wird die Gleichgewichtsverteilung bestimmter Ionen (zum Beispiel protonierte Wasser-Cluster-Ionen) aufrechterhalten. Überschüssige Energie, die ein Ion bei der Ionen-Molekül-Reaktion aufnehmen kann, wird thermalisiert. Durch Stoßstabilisierung werden viele der Produktionen fixiert, auch wenn später noch viele Kollisionen auftreten. Die Bildung von Produktionen und Eduktionen wird durch den Gleichgewichtszustand bei 760 Torr (atmosphärischem) Betriebsdruck geregelt.

Die APCI-Probe fungiert als wandloser Reaktor, da die Ionen, die von der Quelle zur Vakuumkammer und schließlich zum Detektor wandern, nie mit einer Wand kollidieren - sondern nur mit anderen Molekülen. Ionen werden auch außerhalb der designierten APCI-Quelle gebildet, werden aber nicht erkannt und schließlich durch Wechselwirkung mit einer Wandfläche neutralisiert.

Die Temperatur der Probe ist ein wichtiger Faktor für die Funktion der APCI-Probe. Um die molekulare Identität zu bewahren, muss die Temperatur hoch genug eingestellt werden, damit eine schnelle Verdampfung gewährleistet ist. Bei einer ausreichend hohen Betriebstemperatur werden Tröpfchen schnell verdampft, sodass organische Moleküle mit minimalem thermischen Abbau aus Tröpfchen desorbiert werden. Wenn die Temperatur aber zu niedrig eingestellt ist, vollzieht sich die Verdampfung langsamer und die Pyrolyse bzw. die Zersetzung kann vor Abschluss der Verdampfung auftreten. Wird die APCI-Probe bei Temperaturen oberhalb der optimalen Temperatur betrieben, kann es zu einer thermischen Zersetzung der Probe kommen.

# Quellen-Parameter und Spannungen

# B

## TurbolonSpray<sup>®</sup> -Probe-Parameter

Die folgende Tabelle zeigt die empfohlenen Betriebsbedingungen für die TurbolonSpray<sup>®</sup> -Probe bei drei unterschiedlichen Flussraten. Bei jeder Flussrate sollte der Curtain-Gas-Durchfluss<sup>™</sup> so hoch wie möglich sein. Die verwendete Zusammensetzung des Lösungsmittels bei der Optimierung war 1:1 Wasser:Acetonitril. Diese Bedingungen stellen einen Ausgangspunkt dar, von dem aus die Probe optimiert werden kann. Optimieren Sie die Parameter mithilfe der Fließinjektionsanalyse in einem iterativen Prozess, um das beste Signal oder Signal-zu-Rausch-Verhältnis für die betreffende Verbindung zu erreichen.

**Tabelle B-1 Parameteroptimierung für die TurbolonSpray<sup>®</sup> -Probe**

Parameter	Typische Werte			Einsatzbereich
	5 µl/min bis 50 µl/min	200 µl/min	1000 µl/min	
LC-Flussrate	5 µl/min bis 50 µl/min	200 µl/min	1000 µl/min	5 µl/min bis 3000 µl/min
Gas 1 (Zerstäubergas)	20 psi bis 40 psi	40 psi bis 60 psi	40 psi bis 60 psi	0 psi bis 90 psi
Gas 2 (Heizergas)	50	50 psi	50 psi	0 psi bis 90 psi
IonSpray-Spannung	5500	5500	5500	5500
Curtain Gas <sup>™</sup> -Zufuhr	20 psi	30 psi	35 psi	20 psi bis 50 psi
Temperatur*	0 °C bis 200 °C	425 °C bis 650 °C	550 °C bis 750 °C	Bis zu 750 °C
Auflösungspotenzial von Ionenclustern (DP) **	Positiv: 70 V Negativ: -70 V	Positiv: 70 V Negativ: -70 V	Positiv: 70 V Negativ: -70 V	Positiv: 0 V bis 400 V Negativ: -400 V bis 0 V
Probe vertikale Mikrometereinstellung	10 bis 13	0 bis 2	0	0 bis 13
Probe horizontale Mikrometereinstellung	5 bis 8	5 bis 8	5 bis 8	0 bis 10
<p>* Die optimale Temperatur hängt von der Verbindung und der Zusammensetzung der mobilen Phase ab (höherer wässriger Gehalt erfordert eine höhere Temperatur). Null (0) bedeutet, dass keine Temperatur vorhanden ist.</p> <p>** Der DP-Wert hängt von der Verbindung ab.</p>				



## APCI-Probe-Parameter

Tabelle B-2 Parameteroptimierung für die APCI-Probe

Parameter	Typische Werte	Einsatzbereich
LC-Flussrate	1000 µl/min	200 bis 2000 µl/min
Gas 2 (Zerstäubergas)	30	0 bis 90
Curtain Gas™-Zufuhr	25	20 bis 50
Temperatur*	400 °C	100 °C bis 750 °C
Zerstäuberstrom (NC)	Positiv: 2 Negativ: -2	Positiv: 1 bis 5 Negativ: -1 bis 0
Auflösungspotenzial von Ionenclustern (DP)	Positiv: 60 V Negativ: -60 V	Positiv: 0 V bis 300 V Negativ: -300 V bis 0 V
Probe vertikale Mikrometereinstellung	4 mm	Skala 0 mm bis 13 mm
* Der Temperaturwert hängt von der Verbindung ab.		

## Parameter-Beschreibungen

Tabelle B-3 Ionenquellenabhängige Parameter

Parameter	Beschreibung
Gas 1 der Ionenquelle (GS1)	Steuert das Zerstäubergas für die TurbolonSpray®-Probe. Siehe <a href="#">Grundlagen der Handhabung – Ionenquelle auf Seite 50</a> .
Gas 2 der Ionenquelle (GS2)	TurbolonSpray®-Probe: steuert das Heizergas. Die optimale Empfindlichkeit wird erzielt, wenn das LC-Lösungsmittel durch die Kombination aus Temperatur (TEM) und Heizergas (GS2)-Strom einen Punkt erreicht, an dem es fast völlig verdampft. Erhöhen Sie zur Optimieren von GS2 den Fluss, um das beste Signal oder Signal-zu-Rausch-Verhältnis zu erreichen. Wenn Sie einen signifikanten Anstieg des Hintergrundrauschens bemerken, verringern Sie den Wert. Ein zu hoher Gasstrom kann ein verrauschtes oder instabiles Signal hervorbringen.  APCI-Probe: Regelt das Zerstäubergas. Siehe <a href="#">Grundlagen der Handhabung – Ionenquelle auf Seite 50</a> .

**Tabelle B-3 Ionenquellenabhängige Parameter (Fortsetzung)**

Parameter	Beschreibung
Curtain Gas (CUR)	<p>Steuert den Gasstrom zur Curtain Gas<sup>TM</sup>-Schnittstelle. Die Curtain Gas-Schnittstelle ist zwischen der Curtainplatte und dem Orifice angeordnet. Sie verhindert, dass Umgebungsluft und Lösungsmitteltröpfchen eindringen und die Ionenoptik verunreinigen und führt Probenionen aufgrund der elektrischen Felder, die zwischen der Vakuum-Schnittstelle und der Spraynadel erzeugt werden, gleichzeitig in Richtung Vakuumkammer. Eine Verunreinigung der Ioneneingangsoptik reduziert Q0-Übertragungen, Stabilität und Empfindlichkeit und erhöht das Hintergrundrauschen. Halten Sie den Curtain Gas<sup>TM</sup>-Strom so hoch wie möglich, ohne die Empfindlichkeit zu beeinträchtigen.</p>
Temperatur (TEM)	<p>Steuert die Wärme, die zum Verdampfen der Probe angewendet wird. Die optimale Temperatur ist die niedrigste Temperatur, bei der die Probe vollständig verdampft wird.</p> <p>Die Temperatur wird immer gleichzeitig auf beide Probes angewendet.</p> <p>Optimieren Sie in Schritten von 50 °C.</p>
Temperatur (TEM) – TurbolonSpray <sup>®</sup> -Probe	<p>Steuert die Temperatur des Heizergases in der TurbolonSpray<sup>®</sup>-Probe.</p> <p>Die optimale Empfindlichkeit wird erreicht, wenn das LC-Lösungsmittel durch die Kombination aus Temperatur (TEM) und Heizergas (GS2)-Volumenstrom einen Punkt erreicht, an dem es fast völlig verdampft.</p> <p>Je höher der organische Gehalt eines Lösungsmittels, desto geringer ist die optimale Probetemperatur. Bei Lösungsmitteln, die aus 100% Methanol und Acetonitril bestehen, kann die Probeleistung schon bei einer Temperatur von 300 °C optimiert werden. Wässrige Lösungsmittel, die aus 100 % Wasser bestehen, benötigen bei einem Durchfluss von 1000 µL/min eine maximale Probetemperatur von 750 °C.</p> <p>Wenn die Temperatur zu niedrig eingestellt ist, erfolgt die Verdampfung unvollständig und es bilden sich große, sichtbare Tröpfchen im Ionenquellengehäuse.</p> <p>Bei einer zu hohen Temperatureinstellung kann es zu einem vorzeitigen Verdampfen des Lösungsmittels an der Probespitze kommen, vor allem dann, wenn die Probe zu niedrig eingestellt wurde (5 bis 13 mm).</p>

**Tabelle B-3 Ionenquellenabhängige Parameter (Fortsetzung)**

Parameter	Beschreibung
Temperatur (TEM) – APCI-Probe	<p>Steuert die Temperatur der APCI-Probe.</p> <p>Beim Ansteigen des organischen Gehaltes eines Lösungsmittels sollte sich die optimale Probetemperatur senken. Im Fall von Lösungsmitteln, die aus 100 % Methanol und Acetonitril bestehen, kann die Probeleistung bei einem Durchfluss von 1000µL/min schon bei einer Temperatur von 400 °C optimiert werden. Wässrige Lösungsmittel aus 100 % Wasser brauchen bei einem Durchfluss von etwa 2000 µl/min eine Probetemperatur von mindestens 700 °C.</p> <p>Wenn die Temperatur zu niedrig eingestellt ist, erfolgt die Verdampfung unvollständig und es bilden sich große, sichtbare Tröpfchen im Ionenquellengehäuse.</p> <p>Wenn die Temperatur zu hoch eingestellt ist, setzt der thermische Abbau der Probe ein.</p>
Zerstäuberstrom (NC)	<p>Regelt den Strom, der an der Koronaentladungsnadel in der APCI-Probe angelegt ist. Die Entladung ionisiert die Lösungsmittelmoleküle, wodurch wiederum die Probenmoleküle ionisiert werden. Bei einer APCI-Probe optimiert sich der auf die Koronaentladungsnadel angelegte Strom (NC) in der Regel über einen weiten Bereich (im positiven Modus etwa 1 mA bis 5 mA). Beginnen Sie zur Optimieren mit einem Wert von 1 und erhöhen Sie diesen langsam, um das beste Signal oder das beste Signal-zu-Rausch-Verhältnis zu erreichen. Wenn bei einer Erhöhung der Stromstärke keine Veränderungen des Signals beobachtet werden, sollte die kleinstmögliche Stromstärke eingestellt werden, die die beste Empfindlichkeit liefert (z. B. 2 mA).</p>
IonSpray-Spannung (IS)	<p>Die IonSpray™-Spannung wird auf die TurbolonSpray® - und APCI-Probes angewendet. Sie wird auf beide Probes gleichzeitig angewendet.</p> <p>TurbolonSpray® -Probe: Steuert die Spannung, die in der am Zerstreuer anliegt und die Probe in der Ionenquelle ionisiert. Dieser hängt von der Polarität ab und beeinflusst die Spray-Stabilität und Empfindlichkeit.</p> <p>APCI-Probe: Regelt die Stromstärke, die an der Koronaentladungsnadel anliegt. Die Entladung ionisiert die Lösungsmittelmoleküle, wodurch wiederum die Probenmoleküle ionisiert werden. Die Stromstärke wird in der Regel über einen weiten Bereich optimiert.</p>
Schnittstellenheizung (IHE, Interface Heater)	<p>Dieser Parameter ist bei Massenspektrometern der Serien 3500, 4500, 5500, 6500 und 6500<sup>+</sup> immer eingeschaltet.</p> <p>Der Parameter IHE schaltet den Interfaceheizer ein und aus. Das Heizen der Schnittstelle maximiert das Ionensignal und verhindert eine Kontamination der Ionenoptik. Wenn die zu analysierende Verbindung nicht extrem labil ist, empfehlen wir, die Schnittstelle aufzuheizen.</p>

# Probeposition

Die Position der Probe kann sich auf die Empfindlichkeit der Analyse auswirken. Weitere Informationen zum Optimieren der Probeposition finden Sie unter [Optimieren der Ionenquelle auf Seite 24](#).

# Zusammensetzung der Lösungsmittel

Die Standardkonzentration von Ammoniumformiat oder Ammoniumacetat liegt zwischen 2 und 10 mmol/L bei positiven Ionen und zwischen 2 und 50 mmol/L bei negativen Ionen. Die Konzentration der organischen Säuren beträgt zwischen 0,1 und 0,5 Vol.-% für die TurboIonSpray® -Probe und zwischen 0,1 und 2,0 Vol.-% für die APCI-Probe.

Häufig verwendete Lösungsmittel:

- Acetonitril
- Methanol
- Propanol
- Wasser

Häufig verwendete Modifikatoren sind:

- Essigsäure
- Ameisensäure
- Ammoniumformiat
- Ammoniumacetat

Die folgenden Modifikatoren sind nicht gebräuchlich, weil sie das Spektrum mit ihren Ionenmischungen und Cluster-Kombinationen verkomplizieren. Sie können außerdem die Stärke des Ionensignals der Zielverbindung abschwächen.

- Triethylamin (TEA)
- Natriumdihydrogenphosphat
- Trifluoressigsäure (TFA)
- Natriumdodecylsulfat

# Verbrauchsmaterialien und Ersatzteile

# C

In den folgenden Tabellen sind die im Verbrauchsmaterial-Kit (Art.-Nr. 1005603) enthaltenen Teile sowie die Ersatzteile für das DuoSpray™ -Ionenquelle.

**Tabelle C-1 Bestellbare Teile**

Artikelnummer	Menge	Beschreibung
016316	100 cm	PEEK-Kapillare, rot, 1/16 Zoll AD × 0,005 Bohrung. Siehe <a href="#">Ersetzen Sie die Probenkapillare auf Seite 46</a> .
016325	5	PEEK-Anschlussstück, braun, 10-32 × 1/16 Zoll. Siehe <a href="#">Ersetzen Sie die Probenkapillare auf Seite 46</a> .
025388	1	Elektrode, Zerstäuber. Siehe <a href="#">Ersetzen der Elektrodenkapillare auf Seite 40</a> .
025392	1	Elektrode, TurbolonSpray. Siehe <a href="#">Ersetzen der Elektrodenkapillare auf Seite 40</a> .
027471	2	PEEK Graph-Tite-Anschlussstück, schwarz, 1/16 Zoll
1005601	1	PEEK-Kapillaren-Kit für den Anschluss an die TurbolonSpray® -Probe, 30 cm
1005602	1	PEEK-Kapillaren-Kit für den Anschluss an die APCI-Probe, 45 cm
025348	1	PEEK-Verbindung in der Probe
026626	1	Feder für die Probe

**Tabelle C-2 Ersatzteile**

Artikelnummer	Menge	Beschreibung
1006177	1	APCI-Koronaentladungsnadelspitze. Siehe <a href="#">Tauschen Sie die Spitze der Koronaentladungsnadel aus auf Seite 43</a> .
1006174	1	APCI-Koronaentladungsnadelstab
027497	1	Vergoldete Feder für die HV-Verbindung
027013	1	Feder für die Koronaentladungsnadel

# Revisionen

---

<b>Änderung</b>	<b>Beschreibung der Änderung</b>	<b>Datum</b>
A	Erste Veröffentlichung des Dokuments.	August 2015