



---

# Sorgente di ionizzazione DuoSpray™

Guida per l'operatore



---

Il presente documento è fornito ai clienti che hanno acquistato le apparecchiature SCIEX come guida per l'uso e il funzionamento di queste ultime. Il presente documento è protetto da copyright e qualsiasi riproduzione, parziale o totale, dei contenuti del presente documento è severamente vietata, salvo il rilascio di un'autorizzazione scritta da parte di SCIEX.

Il software menzionato nel presente documento viene fornito con un contratto di licenza. La copia, le modifiche e la distribuzione del software attraverso qualsiasi mezzo sono vietate dalla legge, salvo diversa indicazione presente nel contratto di licenza. Inoltre il contratto di licenza può vietare che il software venga disassemblato, sottoposto a ingegneria inversa o decompilato per qualsiasi fine. Le garanzie sono indicate nel presente documento.

Alcune parti di questo documento possono far riferimento a produttori terzi e/o ai loro prodotti, che possono contenere parti i cui nomi siano registrati e/o siano usati come marchi registrati dai rispettivi proprietari. Tali riferimenti mirano unicamente a designare i prodotti di terzi forniti da SCIEX e incorporati nelle sue apparecchiature e non implicano alcun diritto e/o licenza circa l'utilizzo o il permesso concesso a terzi di utilizzare i nomi di tali produttori e/o dei loro prodotti come marchi registrati.

Le garanzie di SCIEX sono limitate alle garanzie espresse fornite al momento della vendita o della licenza dei propri prodotti e costituiscono le uniche ed esclusive dichiarazioni, garanzie e obblighi di SCIEX. SCIEX non concede altre garanzie di nessun tipo, né espresse né implicite, comprese, a titolo esemplificativo, garanzie di commerciabilità o di idoneità per uno scopo particolare, derivanti da leggi o altri atti normativi o dovute a pratiche ed usi commerciali, tutte espressamente escluse, né si assume alcuna responsabilità o passività potenziale, compresi danni indiretti o conseguenti, per qualsiasi utilizzo da parte dell'acquirente o per eventuali circostanze avverse conseguenti.

**Solo per scopi di ricerca.** Non usare nelle procedure diagnostiche.

AB Sciex conduce i propri affari come SCIEX.

I marchi registrati menzionati nel presente documento sono di proprietà di AB Sciex Pte. Ltd. o dei rispettivi proprietari.

AB SCIEX™ è utilizzato su licenza.

© 2015 AB Sciex



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

# Sommario

---

|   |           |
|---|-----------|
| <b>Capitolo 1 Panoramica della sorgente di ionizzazione.....</b>  | <b>5</b>  |
| Precauzioni operative e pericoli.....   | 5         |
| Modalità ionizzazione.....  | 6         |
| Modalità ESI.....   | 6         |
| Modalità APCI.....  | 6         |
| Componenti della sorgente di ionizzazione.....  | 7         |
| Sonde.....  | 8         |
| Sonda TurbolonSpray .....   | 9         |
| Sonda APCI.....   | 9         |
| Valvola di commutazione.....  | 10        |
| Collegamenti elettricità e gas.....   | 11        |
| Circuito di rilevamento della sorgente di ionizzazione.....   | 12        |
| Sistema di scarico della sorgente.....  | 12        |
| Tipi di Metodi.....   | 13        |
| Metodi multi-esperimento.....   | 13        |
| Metodi multi-periodo.....   | 13        |
| Contattateci.....   | 13        |
| Documentazione correlata.....   | 14        |
| Assistenza tecnica.....   | 14        |
| <b>Capitolo 2 Installazione della sorgente di ionizzazione.....</b>   | <b>15</b> |
| Installazione della staffa di montaggio valvola di commutazione sugli<br>strumenti della serie 4000 e API 5000..... | 15        |
| Installazione della staffa di montaggio valvola di commutazione sugli<br>strumenti della serie 3200.....            | 16        |
| Installazione del dispositivo di controllo.....   | 18        |
| Preparazione per l'installazione.....   | 18        |
| Installare le sonde.....  | 19        |
| Collegamento della sorgente di ionizzazione per l'introduzione del<br>campione alla sonda TurbolonSpray.....        | 20        |
| Collegamento della sorgente di ionizzazione per l'introduzione del<br>campione con la sonda APCI.....               | 20        |
| Installare la sorgente di ionizzazione sullo spettrometro di massa.....   | 21        |
| Collegare il tubo del campione.....   | 22        |
| Verificare eventuali perdite.....   | 23        |
| <b>Capitolo 3 Ottimizzazione della sorgente di ionizzazione.....</b>  | <b>24</b> |
| Introduzione del campione.....  | 24        |
| Metodo.....   | 24        |
| Velocità di flusso.....   | 25        |
| Requisiti per il sistema di introduzione del campione.....  | 25        |
| Ottimizzazione della sonda TurbolonSpray.....   | 25        |
| Velocità di flusso e temperatura.....   | 26        |
| Impostazione del sistema.....   | 26        |
| Eeguire il metodo.....  | 26        |

## Sommario

---

|  |           |
|--|-----------|
| Impostare le condizioni iniziali.....  | 27        |
| Ottimizzare la posizione della sonda TurbolonSpray.....                      | 27        |
| Ottimizzare la sorgente, i parametri del gas e il voltaggio.....             | 28        |
| Ottimizzazione della temperatura del riscaldatore turbo.....                 | 29        |
| Ottimizzazione della sonda APCI.....   | 29        |
| Impostazione del sistema.....  | 30        |
| Eeguire il metodo.....   | 30        |
| Impostare le condizioni iniziali.....  | 30        |
| Ottimizzazione del flusso di gas 2 e Curtain Gas .....                       | 31        |
| Regolare la posizione dell'ago di scarica a corona.....                      | 31        |
| Ottimizzare la posizione della sonda APCI.....                               | 31        |
| Ottimizzazione della tensione IonSpray™.....                                 | 32        |
| Ottimizzare la temperatura della sonda APCI.....                             | 33        |
| Suggerimenti per l'ottimizzazione.....                                       | 33        |
| <b>Capitolo 4 Manutenzione della sorgente di ionizzazione.....</b>           | <b>34</b> |
| Pulire le superfici della sorgente di ionizzazione.....                      | 35        |
| Pulizia della valvola di commutazione e delle sonde.....                     | 36        |
| Sostituzione della valvola di commutazione.....                              | 36        |
| Rimozione del rotore.....  | 37        |
| Installazione del rotore.....  | 38        |
| Rimuovere la sorgente di ionizzazione.....                                   | 39        |
| Rimuovere la sonda.....  | 40        |
| Sostituzione dell'elettrodo tubolare.....                                    | 40        |
| Regolare l'estensione della punta dell'elettrodo.....                        | 42        |
| Sostituzione della punta dell'ago di scarica a corona.....                   | 43        |
| Sostituire l'ago di scarica a corona.....                                    | 44        |
| Sostituzione del tubo del campione.....                                      | 46        |
| <b>Capitolo 5 Risoluzione dei problemi.....</b>                              | <b>47</b> |
| <b>Appendice A Principi di funzionamento - Sorgente di ionizzazione.....</b> | <b>51</b> |
| Modalità TurbolonSpray .....   | 51        |
| Modalità APCI.....   | 52        |
| Regione di ionizzazione APCI.....  | 55        |
| <b>Appendice B Parametri e voltaggi della sorgente.....</b>                  | <b>57</b> |
| Parametri per la sonda TurbolonSpray.....                                    | 57        |
| Parametri sonda APCI.....  | 58        |
| Descrizione parametri.....   | 59        |
| Posizione della sonda.....   | 61        |
| Composizione dei solventi.....   | 61        |
| <b>Appendice C Elenco materiali di consumo e parti di ricambio.....</b>      | <b>63</b> |
| <b>Cronologia delle revisioni.....</b>                                       | <b>64</b> |

# Panoramica della sorgente di ionizzazione

# 1

La sorgente di ionizzazione del sistema DuoSpray™ può essere utilizzata sia per la ionizzazione elettrospray (ESI), con la sonda, sia per la ionizzazione chimica a pressione atmosferica, con la sonda APCI.

La sonda TurbolonSpray® viene usata per il funzionamento in modalità ESI. La sonda APCI viene usata per la ionizzazione in modalità APCI.

Le applicazioni della sorgente di ionizzazione comprendono lo sviluppo di metodi qualitativi e l'analisi qualitativa e quantitativa.

## Precauzioni operative e pericoli

Per informazioni su normative e sicurezza relative allo spettrometro di massa, fare riferimento alla guida di sicurezza oppure alla *Guida per l'utente del sistema*.



**AVVERTENZA!** Pericolo di contaminazione da radiazioni, rischio biologico o di esposizione ad agenti chimici tossici. Utilizzare la sorgente di ionizzazione solo se si hanno la conoscenza e l'esperienza necessarie riguardo l'utilizzo, il contenimento e l'evacuazione dei materiali tossici o nocivi utilizzati con la sorgente di ionizzazione.



**AVVERTENZA!** Pericolo di perforazione, contaminazione da radiazioni o esposizione ad agenti tossici chimici e biologici. Interrompere l'uso della sorgente di ionizzazione se la finestra della sorgente stessa risulta crepata o rotta e contattare un responsabile dell'assistenza tecnica SCIEX. Qualsiasi materiale tossico o nocivo introdotto nell'apparecchiatura sarà presente nella sorgente di ionizzazione e nel sistema di scarico. Smaltire gli oggetti taglienti seguendo le procedure di sicurezza previste dal laboratorio.



**AVVERTENZA!** Pericolo di superfici calde. Lasciar raffreddare la sorgente di ionizzazione per almeno 30 minuti prima di iniziare qualsiasi procedura di manutenzione. Le superfici della sorgente di ionizzazione e i componenti dell'interfaccia di vuoto raggiungono temperature considerevoli durante il funzionamento.



**AVVERTENZA!** Pericolo di esposizione ad agenti chimici tossici. Indossare i dispositivi di protezione individuale, inclusi camice da laboratorio, guanti e occhiali di sicurezza, per evitare l'esposizione degli occhi o della pelle.



**AVVERTENZA!** Pericolo di contaminazione da radiazioni, rischio biologico o esposizione ad agenti chimici tossici. In caso di fuoriuscita di prodotti chimici, consultare le istruzioni contenute nelle schede di sicurezza dei materiali. Arrestare la fuoriuscita solo se ciò può essere fatto in sicurezza. Usare i dispositivi di protezione individuale appropriati e panni assorbenti per contenere la fuoriuscita e smaltirla secondo le normative locali.

---



**AVVERTENZA!** Pericolo ambientale. Non smaltire i componenti del sistema nei residui comuni. Per lo smaltimento dei componenti, seguire le procedure stabilite.

---



**AVVERTENZA!** Pericolo di scosse elettriche. Evitare il contatto con le alte tensioni presenti sulla sorgente di ionizzazione durante il funzionamento. Porre il sistema in modalità Standby prima di regolare il tubo del campione o altre apparecchiature vicino alla sorgente di ionizzazione.

---

## Modalità ionizzazione

### Modalità ESI

Produce ioni attraverso i processi di evaporazione ionica. La sensibilità che si ottiene con questa tecnica dipende sia dalla velocità di flusso, sia dall'analita. Grazie ad una migliore desolvatazione alle velocità di flusso più elevate, l'efficienza della ionizzazione aumenta di pari passo con l'aumento della temperatura della sorgente di ionizzazione, con conseguente miglioramento della sensibilità. I composti con una polarità estremamente alta e una bassa attività superficiale di norma mostrano i maggiori aumenti di sensibilità con un aumento della temperatura della sorgente.

La tecnica ESI è abbastanza delicata da poter essere utilizzata con composti labili come peptidi, proteine e farmaci termolabili. Funziona anche con velocità di flusso da 5 µL/min a 3.000 µL/min e vaporizza solventi in una gamma che va dal 100% acquoso fino al 100% organico.

Quando il riscaldatore non è attivo, la sonda funziona come una sorgente di ionizzazione convenzionale IonSpray™.

Fare riferimento a [Modalità TurbolonSpray a pagina 51](#).

### Modalità APCI

La modalità APCI è adatta per:

- Ionizzazione di composti che non formano facilmente ioni in soluzione. Di solito si tratta di composti non polari.
- Creazione di spettri APCI semplici da esperimenti LC-MS/MS.
- Analisi ad alto rendimento di campioni complessi e sporchi. È meno sensibile agli effetti di soppressione ionica.

- Introduzione rapida del campione attraverso iniezione del flusso con o senza colonna LC.

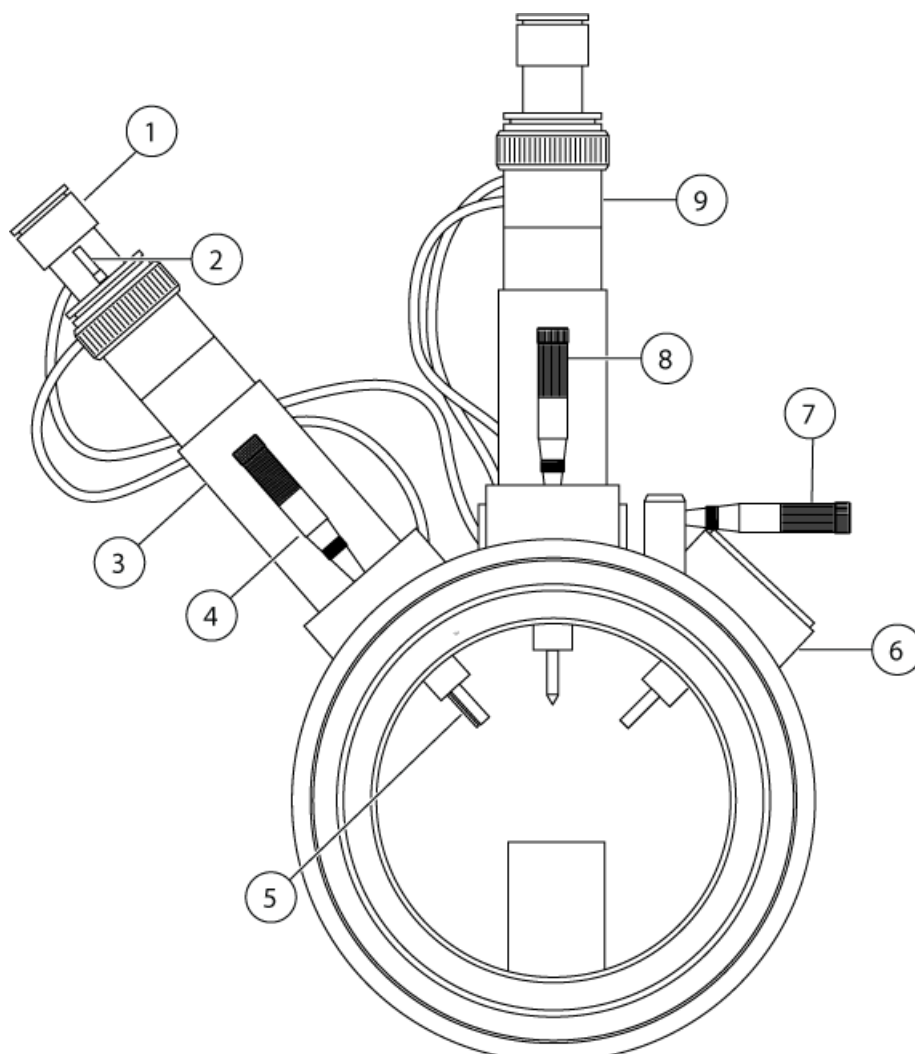
La tecnica APCI può essere usata per composti labili e volatili con una decomposizione termica ridotta al minimo. La desolvatazione e la vaporizzazione rapida delle goccioline e dell'analita inglobato minimizzano la decomposizione termica e preservano l'identità molecolare per la ionizzazione, che sarà compiuta dall'ago di scarica corona. I tamponi sono tollerati senza difficoltà dalla sorgente di ionizzazione, senza che abbia luogo una contaminazione rilevante, e la vaporizzazione tempestiva degli effluenti nebulizzati permette l'uso di acqua fino al 100% senza difficoltà. La sonda può accettare l'intero effluente, senza dividerlo, a velocità di flusso che vanno da 50 µl/min a 3.000 µl/min (attraverso una colonna ad ampio diametro).

Fare riferimento a [Modalità APCI a pagina 52](#).

## Componenti della sorgente di ionizzazione

La [Figura 1-1](#) mostra le parti della sorgente di ionizzazione.

**Figura 1-1 Componenti della sorgente di ionizzazione**



## Panoramica della sorgente di ionizzazione

| Elemento | Descrizione  |
|----------|--|
| 1        | Dado regolazione elettrodo   |
| 2        | Manopolina di regolazione ago di scarica a corona  |
| 3        | Sonda APCI   |
| 4        | Micrometro per la sonda APCI usato per posizionare la sonda sull'asse verticale per la regolazione della sensibilità della sorgente di ionizzazione  |
| 5        | Ago di scarica a corona, che ionizza le specie di tracciato o il gas campione. Gli ioni primari, formati conseguentemente alla scarica, vengono convertiti tramite i processi di collisione nei prodotti finali di reazione ione-molecola. |
| 6        | Riscaldatore turbo   |
| 7        | Micrometro per la sonda TurbolonSpray <sup>®</sup> usato per posizionare l'asse orizzontale per le regolazioni della sensibilità della sorgente di ionizzazione  |
| 8        | Micrometro per la sonda TurbolonSpray <sup>®</sup> usato per posizionare l'asse verticale per le regolazioni della sensibilità della sorgente di ionizzazione  |
| 9        | Sonda TurbolonSpray <sup>®</sup>   |

## Sonde

Le sonde TurbolonSpray<sup>®</sup> e APCI garantiscono una vasta gamma di capacità per il test dei campioni. Scegliere la sonda e il metodo più adatto al composto che verrà introdotto nel flusso di campione.

Lo spettrometro di massa utilizza una valvola di commutazione a basso volume morto controllata dal software per deviare rapidamente il flusso di campione alla sonda TurbolonSpray<sup>®</sup> o alla sonda APCI.

**Tabella 1-1 Specifiche della sorgente di ionizzazione**

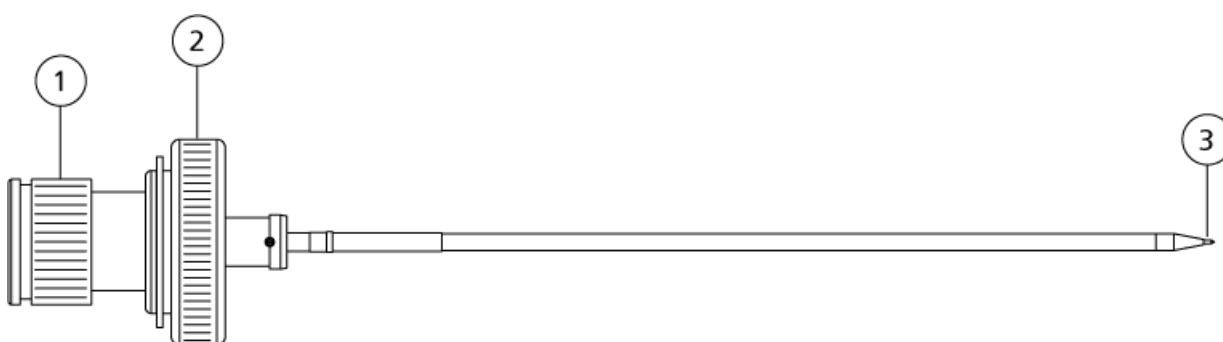
| Specifica                  | Sonda TurbolonSpray <sup>®</sup>  | Sonda APCI  |
|----------------------------|---|---|
| Temperature (Temperatura)  | Temperatura della sonda da da 0 °C a 750 °C   | Temperatura della sonda da da 50 °C a 750 °C  |
| Cromatografia liquida (LC) | Interfaccia con qualsiasi sistema LC  |   |
| Gas 1                      | Gas di nebulizzazione. Azoto ultra puro UHP (99,999%) o un generatore di gas raccomandato da SCIEX. | N/A   |
| Gas 2                      | Gas ausiliario. Azoto ultra puro UHP (99,999%) o un generatore di gas raccomandato da SCIEX.        | Gas di nebulizzazione. Azoto ultra puro UHP (99,999%) o un generatore di gas raccomandato da SCIEX. |
| Bath gas                   | Azoto ultra puro UHP (99,999%) o un generatore di gas raccomandato da SCIEX.                        |   |



## Sonda TurbolonSpray®

La sonda TurbolonSpray® è composta da un tubo d'acciaio inossidabile di diametro esterno (d.e.) pari a 0,012". È posta centralmente con un riscaldatore turbo disposto a un'angolazione di 45 gradi sul lato destro, visto dalla parte frontale della sorgente di ionizzazione. I campioni introdotti attraverso la sonda TurbolonSpray® sono ionizzati all'interno del tubo mediante l'applicazione dell'alta tensione (voltaggio IonSpray™). Quindi sono nebulizzati da un getto di azoto ultra puro (UHP) caldo e secco dai riscaldatori turbo, creando una nebbia di piccole goccioline altamente cariche. La combinazione tra l'effluente della IonSpray™ e il gas secco, portato a temperatura dai riscaldatori turbo, è proiettata ad un'angolazione di 90 gradi verso il percorso degli ioni. Fare riferimento a [Principi di funzionamento - Sorgente di ionizzazione a pagina 51](#).

**Figura 1-2 Componenti della sonda TurbolonSpray**



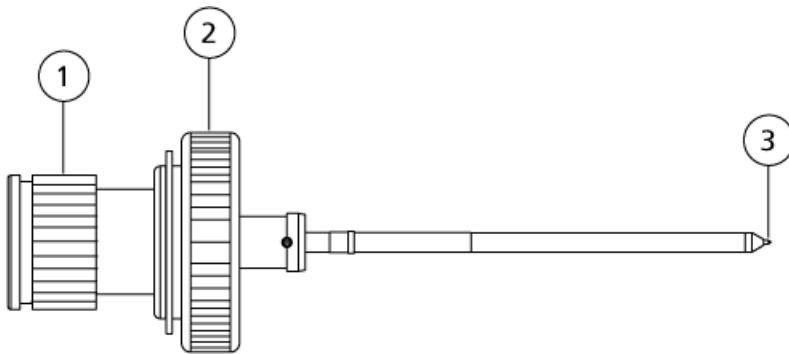
| Elemento | Descrizione  |
|----------|--|
| 1        | Dado di regolazione dell'elettrodo (di colore nero) che regola l'estensione della punta dell'elettrodo.                                      |
| 2        | Ghiera di fermo che fissa la sonda alla torretta sul corpo della sorgente di ionizzazione  |
| 3        | Punta dell'elettrodo attraverso la quale i campioni sono nebulizzati nella zona di introduzione del campione della sorgente di ionizzazione. |

## Sonda APCI

La sonda APCI è composta da un tubo di acciaio inossidabile, dal diametro interno (d.i.) di 100 µm (0,004"), circondato da un flusso di gas di nebulizzazione (Gas 2). Il flusso del campione liquido viene pompato nel nebulizzatore, dove viene nebulizzato in un tubo di ceramica che contiene un riscaldatore. La parete interna del tubo in ceramica può essere mantenuta ad una temperatura tra 100 °C e 750 °C e viene monitorata dal sensore incorporato nel riscaldatore.

Un getto ad alta velocità di gas di nebulizzazione scorre intorno alla punta dell'elettrodo per disperdere il campione in un aerosol di particelle fini. Si sposta attraverso il riscaldatore di vaporizzazione in ceramica nella zona di reazione della sorgente di ionizzazione e dopo l'ago di scarica a corona dove le molecole del campione vengono ionizzate al passaggio attraverso il corpo della sorgente di ionizzazione. Fare riferimento a [Principi di funzionamento - Sorgente di ionizzazione a pagina 51](#).

Figura 1-3 Componenti della sonda APCI



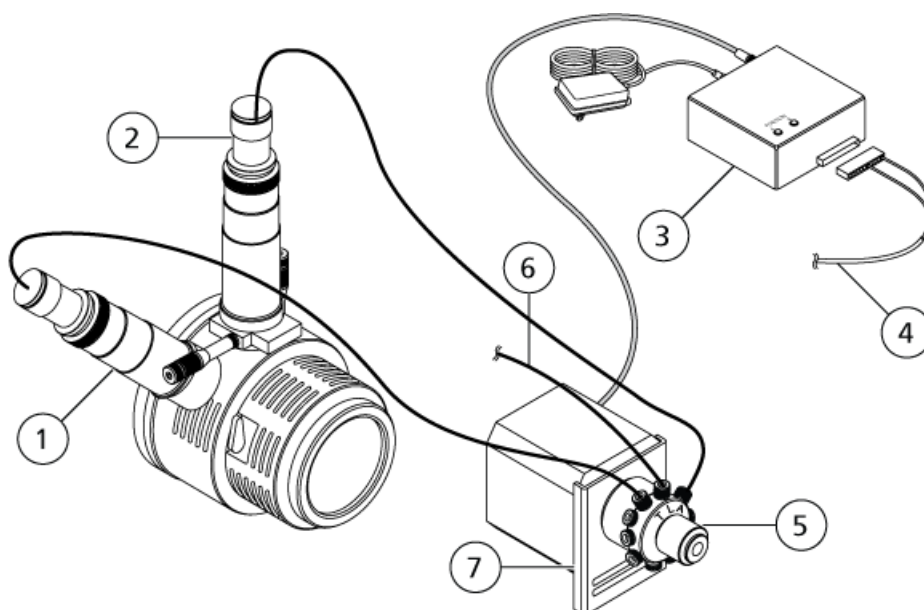
| Elemento | Descrizione   |
|----------|---|
| 1        | Dado di regolazione dell'elettrodo (di colore nero) che regola l'estensione della punta dell'elettrodo                                      |
| 2        | Ghiera di fermo che fissa la sonda alla torretta della sonda  |
| 3        | Punta dell'elettrodo attraverso la quale i campioni sono nebulizzati nella zona di introduzione del campione della sorgente di ionizzazione |

## Valvola di commutazione

**ATTENZIONE: Rischio di danni al sistema. Non impostare il tempo di ciclo su un valore inferiore a un secondo. Velocità di commutazione superiori ridurranno la durata e, alla fine, danneggeranno la valvola di commutazione.**

La valvola di commutazione a basso volume morto è un meccanismo controllato dal software che consente di commutare rapidamente il flusso del campione da una sonda all'altra durante l'esecuzione di un'analisi. La valvola di commutazione contiene un rotore con canali che deviano il flusso di campione nel tubo del campione diretto alla sonda, selezionata nel metodo di acquisizione, alla velocità impostata per ciascun ciclo.

Figura 1-4 Collegamenti della sorgente di ionizzazione



| Elemento | Descrizione   |
|----------|---|
| 1        | Sonda APCI  |
| 2        | Sonda TurbolonSpray   |
| 3        | Dispositivo di controllo valvola: il dispositivo di controllo della valvola controlla il motorino della valvola e, pertanto, la velocità e la frequenza di commutazione. È alimentato da un alimentatore esterno a bassa tensione a collegamento diretto. |
| 4        | Cavo di comando: il cavo di comando è collegato alla porta delle sorgenti ioniche sul retro dello spettrometro di massa.  |
| 5        | Valvola di commutazione   |
| 6        | Connessione alla colonna LC   |
| 7        | Staffa di montaggio valvola: la staffa di montaggio della valvola di commutazione tiene in posizione il gruppo valvola e motorino sulla parte superiore dello spettrometro di massa.  |

## Collegamenti elettricità e gas

I collegamenti del gas e dell'alta tensione sono forniti attraverso la piastra frontale dell'interfaccia e si connettono internamente attraverso il corpo della sorgente di ionizzazione. Quando la sorgente di ionizzazione è installata sullo spettrometro di massa, tutti i collegamenti elettrici e del gas sono completati.

Per ulteriori informazioni sulla funzione di Gas 1 e Gas 2 nella sorgente di ionizzazione, fare riferimento a [Parametri e voltaggi della sorgente a pagina 57](#). Il "bath gas" effettua le seguenti funzioni:

- Impedisce il flusso di ritorno nella parte della torretta della sorgente, evitando in tal modo l'accumulo di sostanze contaminanti.

## Panoramica della sorgente di ionizzazione

---

- Fornisce il gas ausiliario, garantendo un flusso di gas alla zona di intrattenimento per l'espansione del gas di nebulizzazione, riducendo in tal modo la circolazione e migliorando la nebulizzazione.
- Contribuisce a raffreddare l'area della torretta durante il funzionamento a calore elevato (come ad esempio in modalità APCI).

## Circuito di rilevamento della sorgente di ionizzazione

Un circuito di rilevamento della sorgente di ionizzazione disabilita l'alimentazione ad alta tensione per lo spettrometro di massa e il sistema di scarico della sorgente se:

- Il corpo della sorgente di ionizzazione non è installato o non è installato correttamente.
- Non è presente alcuna sonda.
- Lo spettrometro di massa rileva un guasto al sistema del gas.
- Il riscaldatore turbo è guasto.

## Sistema di scarico della sorgente



---

**AVVERTENZA!** Pericolo di contaminazione da radiazioni, rischio biologico o di esposizione ad agenti chimici tossici. Assicurarsi di usare il sistema di scarico della sorgente per rimuovere in tutta sicurezza i vapori di scarico del campione dall'ambiente di laboratorio. Per i requisiti del sistema di scarico della sorgente, fare riferimento alla *Guida alla pianificazione del sito*.

---



---

**AVVERTENZA!** Pericolo di contaminazione da radiazioni, rischio biologico o di esposizione ad agenti chimici tossici. Collegare il sistema di scarico della sorgente a una cappa aspirante o un impianto di ventilazione che scaricano verso l'esterno per impedire la diffusione di vapori pericolosi nell'ambiente del laboratorio.

---



---

**AVVERTENZA!** Pericolo di incendio. Non inviare più di 3 mL/min di solvente nella sorgente di ionizzazione. Il superamento della portata massima potrebbe causare un accumulo di solvente nella sorgente di ionizzazione. Assicurarsi che il sistema di scarico della sorgente sia in funzione per evitare che vapori infiammabili si accumulino nella sorgente di ionizzazione.

---

Tutte le sorgenti di ionizzazione producono vapori di solvente e di campione. Questi vapori comportano dei rischi per l'ambiente di laboratorio. Il sistema di scarico della sorgente è progettato per rimuovere in tutta sicurezza i vapori del campione e del solvente e consentirne un trattamento adeguato. Quando la sorgente di

ionizzazione è installata, lo spettrometro di massa non entrerà in funzione finché il sistema di scarico della sorgente non sarà operativo.

Un vacuostato montato nel circuito di scarico della sorgente misura il vuoto nella sorgente. Se il vuoto nella sorgente aumenta oltre il valore prefissato quando le sonde sono installate, il sistema entra in modalità "Not Ready" (Non pronto), indicando un guasto allo scarico.

Un sistema di scarico attivo rimuove gli scarichi dalla sorgente di ionizzazione (vapore di gas, di solvente e di campione) attraverso un raccordo di scarico, senza introdurre rumore chimico. Il raccordo di scarico si collega attraverso una camera di scarico e una pompa dello scarico della sorgente a un contenitore per raccolta residui e da qui a un sistema di ventilazione di scarico fornito dal cliente. Per ulteriori informazioni sui requisiti di ventilazione del sistema di scarico della sorgente, fare riferimento alla *Guida alla pianificazione del sito*.

## Tipi di Metodi

La capacità di commutazione della sorgente di ionizzazione è ideale per le analisi investigative e ad ampio spettro, consentendo all'utente di determinare la tecnica e le impostazioni dei parametri ottimali per il composto da sottoporre a test.

### Metodi multi-esperimento

In un metodo multi-esperimento, la commutazione tra le due sonde durante l'esecuzione di un'analisi si verifica quando la valvola sposta il campione da una sonda all'altra al completamento di ciascun ciclo.

### Metodi multi-periodo

La commutazione periodica dalla sonda TurbolonSpray alla sonda APCI durante l'analisi multi-periodo consente il completamento di tutti i cicli su una sonda prima di passare all'altra sonda.

## Contattateci

### Supporto SCIEX

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

### Formazione dei clienti

- In Nord America: [NA.CustomerTraining@absciex.com](mailto:NA.CustomerTraining@absciex.com)
- In Europa: [Europe.CustomerTraining@absciex.com](mailto:Europe.CustomerTraining@absciex.com)
- Al di fuori dell'Unione Europea e del Nord America, visitare [sciex.com/education](https://sciex.com/education) per conoscere le informazioni di contatto.

### Centro di istruzione online

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

## Documentazione correlata

Le guide e le esercitazioni per il software Analyst<sup>®</sup> sono installate automaticamente con il software e sono disponibili nel menu Start (Avvio): **All Programs > SCIEX > Analyst** (Tutti i programmi > SCIEX > Analyst). Un elenco completo della documentazione disponibile è riportato nel menu Help (Guida). Per visualizzare la Guida, premere **F1**.

La documentazione per lo spettrometro di massa è disponibile nel DVD *Customer Reference* per lo spettrometro di massa.

La documentazione per la sorgente di ionizzazione è disponibile nel DVD *Customer Reference* della sorgente di ionizzazione.

## Assistenza tecnica

SCIEX e i suoi rappresentanti si affidano a uno staff di tecnici di manutenzione e assistenza formati e qualificati, presenti in tutto il mondo. Saranno felici di rispondere a domande sul sistema o su eventuali problemi tecnici che potrebbero sorgere. Per ulteriori informazioni visitare il sito Web SCIEX all'indirizzo [sciex.com](http://sciex.com).

# Installazione della sorgente di ionizzazione

## 2



**AVVERTENZA!** Pericolo di scosse elettriche. L'installazione della sorgente di ionizzazione sullo spettrometro di massa deve essere l'ultimo passo di questa procedura. L'alta tensione è presente quando la sorgente di ionizzazione è installata.

La sorgente di ionizzazione è collegata al corpo dell'interfaccia di vuoto ed è mantenuta in posizione da due fermi. L'interno della sorgente di ionizzazione è visibile attraverso le finestre di vetro temperato sul lato e sulla parte anteriore della sorgente di ionizzazione.

Quando è installata la sorgente di ionizzazione, il software Analyst<sup>®</sup> riconosce la sorgente di ionizzazione e visualizza l'identificazione della sorgente di ionizzazione.

### Materiali richiesti

- Sorgente di ionizzazione
- Sonda TurbolonSpray<sup>®</sup>
- Sonda APCI
- Kit dei materiali di consumo della sorgente di ionizzazione

## Installazione della staffa di montaggio valvola di commutazione sugli strumenti della serie 4000 e API 5000<sup>TM</sup>

La staffa di montaggio della valvola di commutazione tiene in posizione il gruppo valvola e motorino sulla parte superiore dello spettrometro di massa, accanto alla sorgente di ionizzazione. Per uno strumento della serie 4500, 5500, 6500 o 6500<sup>+</sup> un Responsabile dell'Assistenza Clienti (FSE) deve installare la valvola di commutazione.

### Materiali richiesti

- Chiave esagonale 5 mm (attrezzo a L)
- Matita magnetica

1. Spegnerlo lo spettrometro di massa.
2. Utilizzare la chiave esagonale da 5 mm per allentare i due bulloni superiori che tengono il gruppo interfaccia sulla camera da vuoto.

## Installazione della sorgente di ionizzazione

---

3. Allineare le fessure sulla parte inferiore della staffa di montaggio sopra i bulloni e farla scendere in posizione.
4. Serrare i bulloni a mano.
5. Collegare il tubo di scarico alla porta di scarico sulla valvola e al contenitore dei residui.

## Installazione della staffa di montaggio valvola di commutazione sugli strumenti della serie 3200

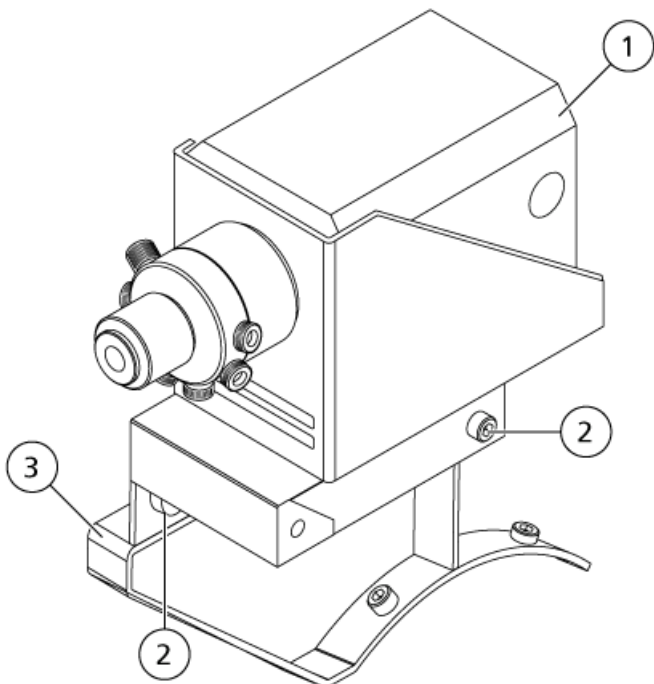
La staffa di montaggio della valvola di commutazione tiene in posizione il gruppo valvola e motorino sulla parte superiore dello spettrometro di massa, accanto alla sorgente di ionizzazione.

| Materiali richiesti   |
|---|
| <ul style="list-style-type: none"><li>• Chiave esagonale 5 mm (attrezzo a L)</li><li>• Matita magnetica</li></ul> |



1. Spegnerlo spettrometro di massa.
2. Utilizzare la chiave esagonale da 5 mm per collegare la valvola di commutazione alla staffa dell'adattatore, come mostrato nella figura.

**Figura 2-1 Vista posteriore della valvola di commutazione sullo spettrometro di massa**

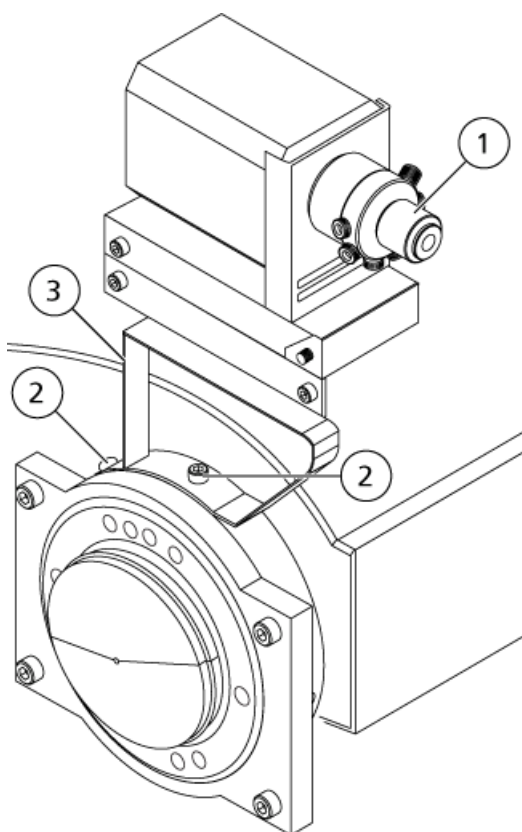




| Elemento | Descrizione             |
|----------|-------------------------|
| 1        | Valvola di commutazione |
| 2        | Vite e rondella (due)   |
| 3        | Staffa adattatore       |

3. Utilizzare la chiave esagonale da 5 mm per collegare la staffa dell'adattatore all'interfaccia, come mostrato nella figura.

**Figura 2-2 Vista frontale della valvola di commutazione sullo spettrometro di massa**

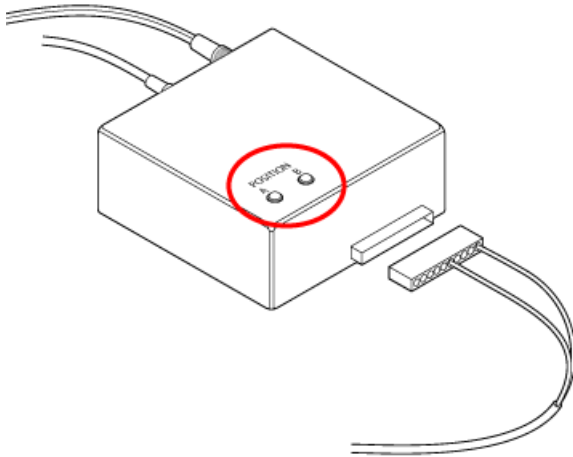


| Elemento | Descrizione             |
|----------|-------------------------|
| 1        | Valvola di commutazione |
| 2        | Vite e rondella (due)   |
| 3        | Staffa adattatore       |

## Installazione del dispositivo di controllo

Per completare l'installazione della valvola di commutazione, collegare il dispositivo di controllo della valvola di commutazione. Il dispositivo di controllo della valvola di commutazione controlla il motorino della valvola che, a sua volta, controlla la velocità e la frequenza di commutazione. Il gruppo dispositivo di controllo valvola di commutazione è composto da un alimentatore CC esterno da 24 V, relativo cavo elettrico, un modulo di comando attuatore a due posizioni e cavi di collegamento. La [Figura 2-3](#) mostra il dispositivo di controllo della valvola di commutazione e il cavo di comando.

**Figura 2-3 LED sul dispositivo di controllo della valvola di commutazione**



1. Collegare l'alimentatore CC esterno da 24 V alla presa a parete.
2. Collegare il cavo di alimentazione al dispositivo di controllo della valvola di commutazione. I LED rossi **A** e **B** potrebbero non illuminarsi fino a quando il dispositivo di controllo non è completamente collegato e non ha eseguito l'inizializzazione dopo qualche azionamento.
3. Collegare un cavo dal dispositivo di controllo al motorino della valvola sulla staffa di montaggio.
4. Collegare l'altro cavo dal dispositivo di controllo alla porta **Sources** (sorgenti) sul retro dello spettrometro di massa.
5. Verificare che uno dei LED **A** e **B** sia acceso.

Quando la valvola di commutazione è in funzione, questi LED si accendono in sequenza alternata mentre la valvola cambia posizione.

## Preparazione per l'installazione



**AVVERTENZA!** Pericolo di perforazione. Prestare attenzione quando si maneggia l'elettrodo tubolare. La punta dell'elettrodo è estremamente acuminata.

---

**Suggerimento!** Non gettare via gli imballaggi. Usarli per conservare la sorgente di ionizzazione quando non usata.

---

- Regolare il dado di regolazione dell'elettrodo (di colore nero) sulla sonda per spostare la punta dell'elettrodo all'interno del tubo.

## Installare le sonde



**AVVERTENZA!** Pericolo di scosse elettriche. Rimuovere la sorgente di ionizzazione dallo spettrometro di massa prima di iniziare questa procedura. Seguire tutte le norme di sicurezza relative ai lavori in presenza di elettricità.

---



**AVVERTENZA!** Pericolo di scosse elettriche. Installare la sonda nella sorgente di ionizzazione prima di installare la sorgente di ionizzazione sullo spettrometro di massa.

---

**ATTENZIONE:** Rischio di danni al sistema. Non lasciare che la punta sporgente dell'elettrodo o l'ago di scarica a corona tocchi una qualsiasi parte del corpo della sorgente di ionizzazione, onde evitare che la sonda subisca danni.

---



**AVVERTENZA!** Pericolo di contaminazione da radiazioni o esposizione ad agenti tossici chimici e biologici. Assicurarsi che l'elettrodo protenda oltre l'estremità della sonda, in modo da evitare che i vapori pericolosi fuoriescano dalla sorgente. L'elettrodo non deve essere incassato all'interno della sonda.

---

La sorgente di ionizzazione non viene fornita con le sonde già preinstallate. Installare le sonde nel corpo della sorgente di ionizzazione prima di installare la sorgente di ionizzazione. Accertarsi di inserire ciascuna sonda nella torretta corretta. Le sonde non possono essere intercambiabili.

Le sonde possono essere inserite e rimosse separatamente secondo necessità. Fare riferimento a [Rimuovere la sorgente di ionizzazione a pagina 39](#).

Se entrambe le sonde non sono installate correttamente nel corpo della sorgente di ionizzazione, il software Analyst<sup>®</sup> segnala che la sorgente di ionizzazione non è installata. L'alimentazione ad alta tensione per lo spettrometro di massa e il sistema di scarico della sorgente viene disattivata e la scheda Source/Gas (Sorgente/Gas) nel software Analyst<sup>®</sup> non visualizza la tensione o la temperatura.

1. Inserire la sonda APCI nella torretta situata sul lato sinistro della sorgente di ionizzazione quando la finestrella in vetro è rivolta verso l'utilizzatore, inserendo il montante in plastica sollevato nella scanalatura sulla sonda. Fare riferimento a [Componenti della sorgente di ionizzazione a pagina 7](#).
2. Spingere delicatamente la sonda verso il basso fino a innestare i contatti con quelli presenti nella torretta.
3. Ruotare la ghiera di fermo sulla sonda, spingerla verso il basso, in modo da agganciarne la filettatura con la filettatura nella torretta e infine serrare la ghiera.

## Installazione della sorgente di ionizzazione

---

4. Inserire la sonda TurbolonSpray<sup>®</sup> nella torretta situata sulla parte superiore della sorgente di ionizzazione, inserendo il montante in plastica sollevato nella scanalatura sulla sonda.
5. Spingere delicatamente la sonda verso il basso fino a innestare i contatti con quelli presenti nella torretta.
6. Ruotare la ghiera di fermo sulla sonda, spingerla verso il basso, in modo da agganciarne la filettatura con la filettatura nella torretta e infine serrare la ghiera senza forzare eccessivamente

## Collegamento della sorgente di ionizzazione per l'introduzione del campione alla sonda TurbolonSpray<sup>®</sup>

---



**AVVERTENZA!** Pericolo di contaminazione da radiazioni o esposizione ad agenti tossici chimici e biologici. Per evitare perdite, assicurarsi che il dado del tubo del campione sia stretto correttamente prima di usare questa apparecchiatura.

---



**AVVERTENZA!** Pericolo di scosse elettriche. Non bypassare la giunzione di messa a terra. La giunzione di messa a terra fornisce una protezione tra lo spettrometro di massa e il sistema di introduzione del campione.

---

Se non viene utilizzata la valvola di commutazione, attenersi alla procedura seguente per collegare il tubo del campione alla sonda TurbolonSpray<sup>®</sup>.

1. Inserire un pezzo di tubo rosso in PEEK lungo 30 cm nel dado del tubo del campione alla sommità della sonda TurbolonSpray<sup>®</sup>.
2. Montare il dado del tubo del campione nel raccordo in cima alla sonda TurbolonSpray<sup>®</sup> e stringere il dado del tubo del campione senza forzare eccessivamente.
3. Collegare l'altro capo del tubo rosso in PEEK alla giunzione di messa a terra.

## Collegamento della sorgente di ionizzazione per l'introduzione del campione con la sonda APCI

---



**AVVERTENZA!** Pericolo di contaminazione da radiazioni o esposizione ad agenti tossici chimici e biologici. Per evitare perdite, assicurarsi che il dado del tubo del campione sia stretto correttamente prima di usare questa apparecchiatura.

---



**AVVERTENZA! Pericolo di scosse elettriche. Non bypassare la giunzione di messa a terra. La giunzione di messa a terra fornisce una protezione tra lo spettrometro di massa e il sistema di introduzione del campione.**

---

Se non viene utilizzata la valvola di commutazione, attenersi alla procedura seguente per collegare il tubo del campione alla sonda APCI.

1. Inserire un pezzo di tubo rosso in PEEK lungo 30 cm nel dado del tubo del campione alla sommità della sonda APCI.
2. Montare il dado del tubo di campionamento nel raccordo in cima alla sonda APCI e infine serrare il dado senza forzare eccessivamente.
3. Collegare l'altro capo del tubo rosso in PEEK alla giunzione di messa a terra.

## Installare la sorgente di ionizzazione sullo spettrometro di massa



**AVVERTENZA! Pericolo di scosse elettriche. Installare la sonda nella sorgente di ionizzazione prima di installare la sorgente di ionizzazione sullo spettrometro di massa.**

---

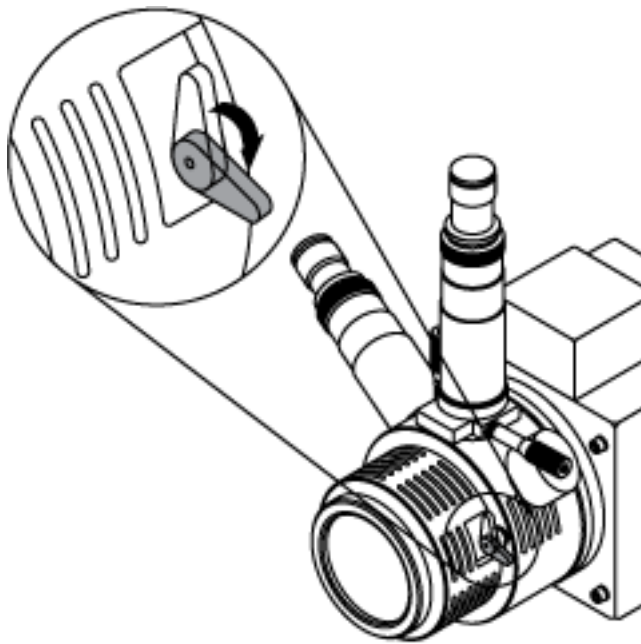
**Suggerimento!** Utilizzare il separatore di vuoto corretto per il sistema per ottenere prestazioni ottimali. Non utilizzare un separatore di vuoto di un altro sistema. Il numero del modello del sistema è inciso nel separatore di vuoto.

---

Se la sonda della sorgente di ionizzazione non è installata correttamente, l'alimentazione elettrica ad alta tensione non sarà disponibile.

1. Assicurarsi che i fermi posti sui lati della sorgente di ionizzazione siano diretti verso la posizione ore 12. Fare riferimento a [Componenti della sorgente di ionizzazione a pagina 7](#).
2. Allineare la sorgente di ionizzazione con l'interfaccia di vuoto, assicurandosi che i fermi sulla sorgente di ionizzazione siano allineati agli attacchi dell'interfaccia di vuoto.
3. Premere delicatamente la sorgente di ionizzazione contro l'interfaccia di vuoto e poi ruotare i fermi della sorgente di ionizzazione verso il basso per bloccare la sorgente di ionizzazione in posizione.

Figura 2-4 Blocco della sorgente di ionizzazione



Lo spettrometro di massa riconosce la sorgente di ionizzazione e visualizza l'identificazione della sorgente di ionizzazione nel software Analyst®.

## Collegare il tubo del campione

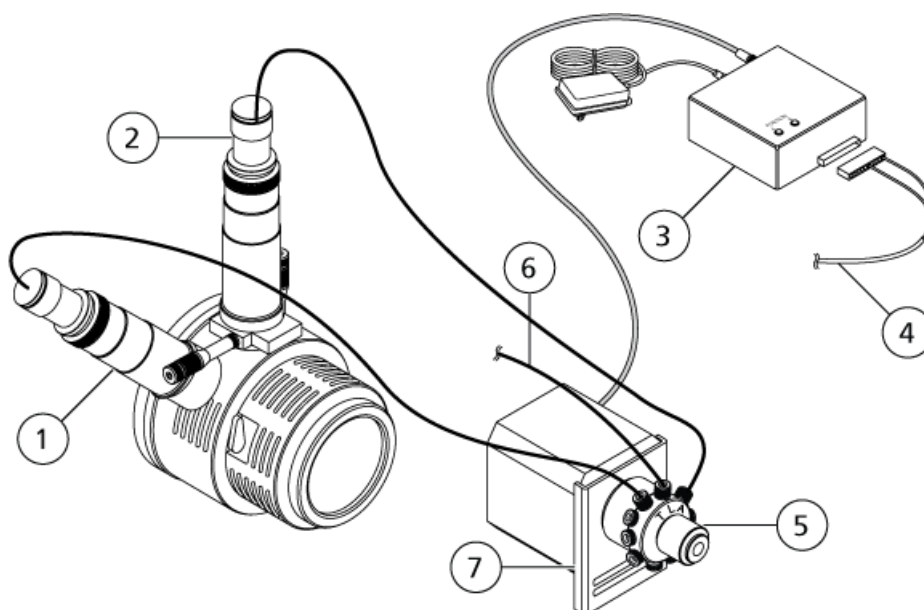


**AVVERTENZA!** Pericolo di contaminazione da radiazioni o esposizione ad agenti tossici chimici e biologici. Per evitare perdite, assicurarsi che il dado del tubo del campione sia stretto correttamente prima di usare questa apparecchiatura.

Se viene utilizzata la valvola di commutazione, attenersi alla procedura seguente per collegare il tubo della sorgente alla sonda TurbolonSpray® e alla sonda APCI.

1. Collegare il tubo del campione dalla colonna LC alla porta centrale della valvola di commutazione, indicata con **L**.
2. Inserire il tubo del campione con d.i. da 0,005" dalle porte della valvola alla parte superiore delle sonde.
3. Inserire un pezzo di tubo in PEEK lungo 30 cm nel dado del tubo del campione sulla sonda TurbolonSpray®, serrandolo a mano, quindi collegare l'altra estremità alla porta della valvola indicata con **T**.
4. Inserire un pezzo di tubo in PEEK lungo 45 cm nel dado del tubo del campione sulla sonda APCI, serrandolo a mano, quindi collegare l'altra estremità alla porta della valvola indicata con **A**.

Figura 2-5 Collegamenti della sorgente di ionizzazione



| Elemento | Descrizione   |
|----------|---|
| 1        | Sonda APCI  |
| 2        | Sonda TurbolonSpray®  |
| 3        | Dispositivo di controllo valvola: il dispositivo di controllo della valvola controlla il motorino della valvola e, pertanto, la velocità e la frequenza di commutazione. È alimentato da un alimentatore esterno a bassa tensione a collegamento diretto. |
| 4        | Cavo di comando: il cavo di comando è collegato alla porta delle sorgenti ioniche sul retro dello spettrometro di massa.  |
| 5        | Valvola di commutazione   |
| 6        | Connessione alla colonna LC   |
| 7        | Staffa di montaggio valvola: la staffa di montaggio della valvola di commutazione tiene in posizione il gruppo valvola e motorino sulla parte superiore dello spettrometro di massa.  |

## Verificare eventuali perdite

Controllare i raccordi e il tubo per constatare l'assenza di perdite.

# Ottimizzazione della sorgente di ionizzazione

## 3



**AVVERTENZA!** Pericolo di contaminazione da radiazioni, rischio biologico o di esposizione ad agenti chimici tossici. Utilizzare la sorgente di ionizzazione solo se si hanno la conoscenza e l'esperienza necessarie riguardo l'utilizzo, il contenimento e l'evacuazione dei materiali tossici o nocivi utilizzati con la sorgente di ionizzazione.



**AVVERTENZA!** Pericolo di incendio. Non inviare più di 3 mL/min di solvente nella sorgente di ionizzazione. Il superamento della portata massima potrebbe causare un accumulo di solvente nella sorgente di ionizzazione. Assicurarsi che il sistema di scarico della sorgente sia in funzione per evitare che vapori infiammabili si accumulino nella sorgente di ionizzazione.



**AVVERTENZA!** Pericolo di perforazione, contaminazione da radiazioni o esposizione ad agenti tossici chimici e biologici. Interrompere l'uso della sorgente di ionizzazione se la finestra della sorgente stessa risulta crepata o rotta e contattare un responsabile dell'assistenza tecnica SCIEX. Qualsiasi materiale tossico o nocivo introdotto nell'apparecchiatura sarà presente nella sorgente di ionizzazione e nel sistema di scarico. Smaltire gli oggetti taglienti seguendo le procedure di sicurezza previste dal laboratorio.

**Nota:** Se la tensione di IonSpray™ è troppo elevata, può verificarsi un effetto di scarica a corona. Ciò si manifesta come un bagliore blu all'estremità della sonda. Una scarica a corona avrà come conseguenza una perdita di sensibilità e di stabilità del segnale.

Ottimizzare la sorgente di ionizzazione ogniqualvolta si modifica l'analita, la velocità di flusso o la composizione della fase mobile.

Diversi parametri possono influenzare le prestazioni della sorgente. Ottimizzare le prestazioni mentre si inietta un composto già noto monitorando il segnale dello ione noto. Regolare i parametri del gas, del voltaggio e del micrometro per massimizzare il rapporto segnale/rumore e la stabilità del segnale.

## Introduzione del campione

### Metodo

Il flusso di campione liquido viene erogato nella sorgente di ionizzazione tramite una pompa LC o una pompa a siringa. Se erogato da una pompa LC, il campione può essere iniettato direttamente nella fase mobile usando l'analisi mediante iniezione in flusso (FIA) o l'infusione tramite raccordo a T, oppure attraverso una colonna di separazione usando un iniettore con loop o un autocampionatore. Se introdotto tramite una pompa a siringa,



il campione è iniettato direttamente nella sorgente di ionizzazione. L'ottimizzazione dell'infusione ha lo scopo di ottimizzare il percorso degli ioni e la selezione dei frammenti MS/MS.

### Velocità di flusso

La velocità di flusso di ogni campione è determinata dal sistema di cromatografia o dal volume del campione disponibile.

### Requisiti per il sistema di introduzione del campione

- Usare procedure e pratiche analitiche appropriate per minimizzare i volumi morti esterni. Il sistema di introduzione del campione trasferisce il campione liquido alla sorgente di ionizzazione senza perdite e con un volume morto ridotto al minimo.
- Filtrare preventivamente i campioni in modo che i tubi capillari presenti nel sistema di introduzione del campione non siano bloccati da particelle, campioni precipitati o sali.
- Assicurarsi che tutti i collegamenti siano ermetici e stretti allo scopo di prevenire eventuali perdite. Non serrare con troppa forza.

## Ottimizzazione della sonda TurbolonSpray<sup>®</sup>



---

**AVVERTENZA!** Pericolo di contaminazione da radiazioni o esposizione ad agenti tossici chimici e biologici. Assicurarsi che lo spettrometro di massa sia adeguatamente ventilato e che sia garantita una buona ventilazione generale del laboratorio. Un'adeguata ventilazione del laboratorio è necessaria per controllare le emissioni di solventi e campioni e per un funzionamento sicuro dello spettrometro di massa.

---



---

**AVVERTENZA!** Pericolo di incendio. Non inviare più di 3 mL/min di solvente nella sorgente di ionizzazione. Il superamento della portata massima potrebbe causare un accumulo di solvente nella sorgente di ionizzazione. Assicurarsi che il sistema di scarico della sorgente sia in funzione per evitare che vapori infiammabili si accumulino nella sorgente di ionizzazione.

---

---

**ATTENZIONE:** Rischio di danni al sistema. Se il sistema HPLC connesso allo spettrometro di massa non è controllato dal software, non lasciare lo spettrometro incustodito mentre è in funzione. Il sistema HPLC può allagare la sorgente di ionizzazione quando lo spettrometro di massa entra in modalità Standby.

---

---

**Nota:** Per mantenere pulito il sistema e alle prestazioni ottimali, regolare la posizione della sonda quando si cambia la velocità di flusso.

---

## Ottimizzazione della sorgente di ionizzazione

---

**Suggerimento!** È più facile ottimizzare il segnale e il rapporto segnale-rumore con analisi mediante iniezioni in flusso o iniezioni in testa alla colonna.

---

**Nota:** La tensione di IonSpray™ è sempre applicata sia alla sonda TurbolonSpray® sia alla sonda APCI contemporaneamente e il parametro di temperatura viene sempre applicato sia al riscaldatore turbo sia al riscaldatore APCI contemporaneamente.

---

## Velocità di flusso e temperatura

La quantità e il tipo di campione influenzano la temperatura della sonda TurbolonSpray®. La temperatura ottimale aumenta alle velocità di flusso più elevate. La composizione del solvente è un fattore più significativo. Quando il contenuto organico del solvente aumenta, la temperatura ottimale della sonda dovrebbe diminuire.

La sonda TurbolonSpray® è utilizzata normalmente con velocità di flusso da 40 µl/min a 1.000 µl/min. Il riscaldamento viene utilizzato per aumentare il tasso di evaporazione che migliora l'efficienza della ionizzazione, producendo una maggiore sensibilità. Velocità di flusso estremamente basse di solventi altamente organici non necessitano di temperature più alte. Fare riferimento a [Parametri e voltaggi della sorgente a pagina 57](#).

## Impostazione del sistema

1. Configurare la pompa LC per fornire la fase mobile alla velocità di flusso richiesta. Fare riferimento a [Parametri e voltaggi della sorgente a pagina 57](#).
2. Collegare la giunzione di messa a terra posta sulla sorgente di ionizzazione a una pompa LC, attraverso un iniettore dotato di un loop da 5 µL o a un autocampionatore.
3. Se si utilizza un autocampionatore, configurare l'autocampionatore per eseguire più iniezioni.

## Eseguire il metodo

1. Avviare il software Analyst®.
2. Nella barra di navigazione, nella modalità **Tune and Calibrate** (Sintonizzazione e calibrazione), fare doppio clic su **Manual Tuning** (Sintonizzazione manuale).
3. Aprire un metodo ottimizzato in precedenza o creare un metodo basato sui composti.
4. Se la sorgente di ionizzazione ha avuto il tempo necessario per raffreddarsi, procedere come segue:
  - a. Impostare il parametro **Temperature (TEM)** (Temperatura) su **450**.
  - b. Lasciar riscaldare la sorgente di ionizzazione per almeno 30 minuti.  
La fase di riscaldamento, della durata di 30 minuti, impedisce ai vapori di solvente di condensarsi nella sonda ancora fredda.
5. Avviare l'acquisizione.
6. Avviare il flusso del campione e l'iniezione del campione.

## Impostare le condizioni iniziali

1. Sulla scheda **Source/Gas** (Sorgente/Gas) nel **Tune Method Editor** (Editor metodo sintonizzazione), digitare un valore iniziale per **Ion Source Gas 1 (GS1)** (Sorgente di ionizzazione Gas 1).

Per le pompe LC, immettere un valore compreso tra 40 e 60 per Gas 1.

2. Immettere un valore iniziale per **Ion Source Gas 2 (GS2)** (Sorgente di ionizzazione Gas 2).

Per le pompe LC, immettere un valore compreso fra 30 e 50 per Gas 2.

---

**Nota:** Il Gas 2 è usato a velocità di flusso più elevate, comuni quando si usa un sistema LC e a temperature più alte.

---

3. Digitare **4500** nel campo **IonSpray Voltage (IS)** (Tensione IonSpray).

4. Digitare **30** nel campo **Curtain Gas (CUR)**.

## Ottimizzare la posizione della sonda TurbolonSpray®



**AVVERTENZA! Pericolo di contaminazione da radiazioni o esposizione ad agenti tossici chimici e biologici. Assicurarsi che l'elettrodo protenda oltre l'estremità della sonda, in modo da evitare che i vapori pericolosi fuoriescano dalla sorgente. L'elettrodo non deve essere incassato all'interno della sonda.**

---

Una volta che la sonda è stata ottimizzata, richiederà solo alcune piccole regolazioni. Se si rimuove la sonda, o se cambiano l'analita, la portata o la composizione del solvente, ripetere la procedura di ottimizzazione.

1. Guardare attraverso la finestrella nel corpo della sorgente di ionizzazione per controllare la posizione della sonda.
2. Usare le impostazioni precedenti dei micrometri orizzontali e verticali o impostarli con **5** come posizione di partenza.
3. Usare l'analisi mediante iniezioni in flusso (FIA) o un'infusione tramite raccordo a T per iniettare il campione ad una portata elevata.
4. Monitorare il segnale all'interno del software.
5. Utilizzare il micrometro orizzontale per regolare la posizione della sonda in piccoli incrementi, per ottenere il segnale o il rapporto segnale-rumore migliore.

La sonda può essere leggermente ottimizzata su ambo i lati della fenditura.

6. Utilizzare il micrometro verticale per regolare la posizione della sonda in piccoli incrementi, per ottenere il segnale o il rapporto segnale-rumore migliore.

## Ottimizzazione della sorgente di ionizzazione

---

**Nota:** La posizione verticale della sonda dipende dalla velocità di flusso. A velocità di flusso più basse, la sonda dovrebbe essere posta più vicina alla fenditura. A velocità di flusso più elevate, la sonda dovrebbe esserne allontanata.

---

7. Usare il dado di regolazione dell'elettrodo (di colore nero) in cima alla sonda per regolare la punta dell'elettrodo. Solitamente, l'estensione ottimale dell'elettrodo è compresa tra 0,5 mm e 1,0 mm oltre l'estremità della sonda. Fare riferimento a [Regolare l'estensione della punta dell'elettrodo a pagina 42](#).

**Nota:** La posizione della APCI potrebbe influenzare le prestazioni della sonda TurbolonSpray®. Regolare la posizione della sonda APCI per ottenere prestazioni ottimali. Fare riferimento a [Ottimizzare la posizione della sonda APCI a pagina 31](#).

---

**Suggerimento!** Dirigere la nebulizzazione dei liquidi dalla sonda TurbolonSpray® lontano dalla fenditura, in modo da impedire la contaminazione della fenditura, la penetrazione del flusso del Curtain Gas™ che può generare instabilità nel segnale e il cortocircuito elettrico dovuto alla presenza di liquido.

---

## Ottimizzare la sorgente, i parametri del gas e il voltaggio

Ottimizzare la Sorgente di ionizzazione Gas 1 gas nebulizzatore per una migliore stabilità e sensibilità del segnale. La Sorgente di ionizzazione Gas 2 gas ausiliario favorisce l'evaporazione del solvente, aumentando così la ionizzazione del campione.

Una temperatura troppo alta può causare una vaporizzazione prematura del solvente alla punta della sonda TurbolonSpray®, specialmente se la sonda è troppo lontana, producendo instabilità del segnale e un elevato rumore chimico di fondo. Allo stesso modo, un flusso elevato di gas ausiliario può generare rumore o instabilità del segnale.

Utilizzare la tensione IonSpray™ più bassa possibile senza che il segnale ne risenta. Concentrarsi sul rapporto segnale-rumore e non solo sul segnale. Se la tensione di IonSpray™ è troppo elevata, può verificarsi un effetto di scarica a corona. Ciò si manifesta come un bagliore blu all'estremità della sonda TurbolonSpray®. Il risultato sarà una perdita di sensibilità e di stabilità del segnale ionico.

1. Regolare i valori del **GS1** (Sorgente di ionizzazione Gas 1) e **GS2** (Sorgente di ionizzazione Gas 2) in incrementi di 5 per ottenere il segnale o il rapporto segnale-rumore migliore.

**Nota:** Il GS2 è usato a portate più elevate, comuni quando si usa un sistema LC, e a temperature più alte.

---

2. Aumentare il valore nel campo **CUR**, fino a quando il segnale inizierà a diminuire.
3. Regolare **IS** (Tensione IonSpray) (Fluttuazione tensione IonSpray) con incrementi di 500 V, per massimizzare il rapporto segnale-rumore.

## Ottimizzazione della temperatura del riscaldatore turbo

La temperatura ottimale del riscaldatore deve essere regolata in funzione del composto, della velocità di flusso e della composizione della fase mobile. Maggiori saranno la velocità di flusso e la composizione acquosa, maggiore sarà la temperatura ottimale.

Quando si ottimizza la temperatura della sorgente, assicurarsi che la sorgente di ionizzazione sia assestata sulla nuova temperatura prima di procedere.

- Regolare il valore **TEM** (Temperatura) in incrementi da 50 °C a 100 °C fino a ottenere il miglior segnale o rapporto segnale-rumore.

## Ottimizzazione della sonda APCI



---

**AVVERTENZA!** Pericolo di contaminazione da radiazioni o esposizione ad agenti tossici chimici e biologici. Assicurarsi che lo spettrometro di massa sia adeguatamente ventilato e che sia garantita una buona ventilazione generale del laboratorio. Un'adeguata ventilazione del laboratorio è necessaria per controllare le emissioni di solventi e campioni e per un funzionamento sicuro dello spettrometro di massa.

---



---

**AVVERTENZA!** Pericolo di contaminazione da radiazioni o esposizione ad agenti tossici chimici e biologici. Assicurarsi che l'elettrodo protenda oltre l'estremità della sonda, in modo da evitare che i vapori pericolosi fuoriescano dalla sorgente. L'elettrodo non deve essere incassato all'interno della sonda.

---

---

**ATTENZIONE:** Rischio di danni al sistema. Se il sistema HPLC connesso allo spettrometro di massa non è controllato dal software, non lasciare lo spettrometro incustodito mentre è in funzione. Il sistema HPLC può allagare la sorgente di ionizzazione quando lo spettrometro di massa entra in modalità Standby.

---

Fare riferimento a [Parametri sonda APCI a pagina 58](#).

---

**ATTENZIONE:** È più facile ottimizzare il segnale e il rapporto segnale-rumore con analisi mediante iniezioni in flusso o iniezioni in testa alla colonna.

---

**Nota:** La tensione di IonSpray™ è sempre applicata sia alla sonda TurbolonSpray® sia alla sonda APCI contemporaneamente e il parametro di temperatura viene sempre applicato sia al riscaldatore turbo sia al riscaldatore APCI contemporaneamente.

---

**Nota:** Quando si usa la sonda APCI, assicurarsi che l'ago di scarica corona punti verso la fenditura.

---

### Impostazione del sistema

1. Configurare la pompa LC per fornire la fase mobile alla velocità di flusso richiesta. Fare riferimento a [Parametri e voltaggi della sorgente a pagina 57](#).
2. Collegare la giunzione di messa a terra posta sulla sorgente di ionizzazione a una pompa LC, attraverso un iniettore dotato di un loop da 5 µL o a un autocampionatore.
3. Se si utilizza un autocampionatore, configurare l'autocampionatore per eseguire più iniezioni.

### Eseguire il metodo

1. Avviare il software Analyst®.
2. Nella barra di navigazione, nella modalità **Tune and Calibrate** (Sintonizzazione e calibrazione), fare doppio clic su **Manual Tuning** (Sintonizzazione manuale).
3. Aprire un metodo ottimizzato in precedenza o creare un metodo basato sui composti.
4. Se la sorgente di ionizzazione ha avuto il tempo necessario per raffreddarsi, procedere come segue:
  - a. Impostare il parametro **Temperature (TEM)** (Temperatura) su **450**.
  - b. Lasciar riscaldare la sorgente di ionizzazione per almeno 30 minuti.La fase di riscaldamento, della durata di 30 minuti, impedisce ai vapori di solvente di condensarsi nella sonda ancora fredda.
5. Avviare l'acquisizione.
6. Avviare il flusso del campione e l'iniezione del campione.

### Impostare le condizioni iniziali

---

**Nota:** Il valore per il parametro GS1, utilizzato dalla sonda TurbolonSpray®, può influenzare le prestazioni della sonda APCI. Regolare il valore del parametro GS1 per ottenere prestazioni ottimali.

---

**Nota:** Gas 2 è utilizzato come gas di nebulizzazione per la sonda APCI.

---

1. Nella scheda **Source/Gas** (Sorgente/Gas) di **Tune Method Editor** (Editor metodo sintonizzazione), selezionare la sorgente **HN** dall'elenco
2. Digitare **0** nel campo **Ion Source Gas 1 (GS1)** (Sorgente di ionizzazione Gas 1).
3. Digitare **20** nel campo **Ion Source Gas 2 (GS2)** (Sorgente di ionizzazione Gas 2).
4. Digitare **30** nel campo **Curtain Gas (CUR)**.
5. Digitare **1** nel campo **Nebulizer Current (NC)** (Corrente del nebulizzatore).

## Ottimizzazione del flusso di gas 2 e Curtain Gas™

1. Regolare i valori del **GS2** (Sorgente di ionizzazione Gas 2) in incrementi da cinque fino a ottenere il segnale o il rapporto segnale-rumore migliore.
2. Aumentare il parametro **CUR** fino a quando il segnale non inizia a diminuire.

**Nota:** Usare il valore maggiore possibile per il CUR in modo da impedire la contaminazione senza compromettere la sensibilità. Non impostare il CUR su valori minori di 20. Questo contribuisce a evitare la penetrazione del flusso di Curtain Gas™, che può generare un segnale rumoroso, a evitare la contaminazione della fenditura e ad aumentare il rapporto segnale-rumore complessivo.

## Regolare la posizione dell'ago di scarica a corona



**AVVERTENZA! Pericolo di scosse elettriche. Seguire questa procedura per evitare il contatto con le alte tensioni presenti sull'ago di scarica a corona, sulla piastra Curtain e sui turboriscaldatori.**

Quando si usa la sonda APCI, assicurarsi che l'ago di scarica corona punti verso la fenditura.

### Materiali richiesti

- Cacciavite a taglio isolato

1. Utilizzare un cacciavite a lama piatta isolato per ruotare la vite di regolazione dell'ago di scarica a corona in cima all'ago.
2. Guardare attraverso la finestrella per assicurarsi che la punta dell'ago sia allineata in direzione della fenditura.

## Ottimizzare la posizione della sonda APCI

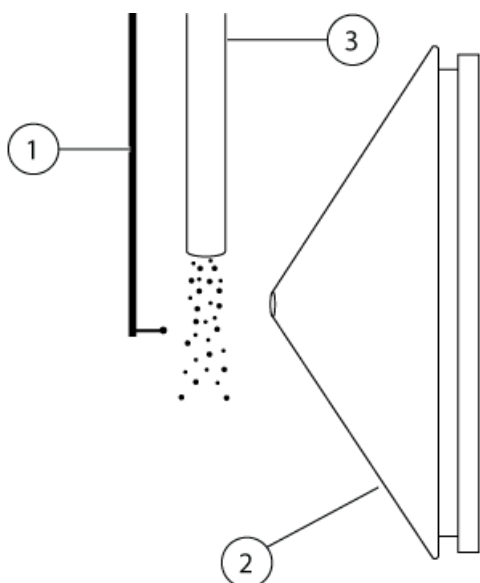


**AVVERTENZA! Pericolo di contaminazione da radiazioni o esposizione ad agenti tossici chimici e biologici. Assicurarsi che l'elettrodo protenda oltre l'estremità della sonda, in modo da evitare che i vapori pericolosi fuoriescano dalla sorgente. L'elettrodo non deve essere incassato all'interno della sonda.**

Assicurarsi che la fenditura della piastra Curtain sia sempre libera da solventi o goccioline di solvente.

La posizione dell'ugello nebulizzatore influenza la sensibilità e la stabilità del segnale. Regolare la sensibilità della sonda esclusivamente con piccoli incrementi. Avvicinare la sonda alla fenditura alle basse velocità di flusso. Allontanare la sonda dalla fenditura alle velocità di flusso elevate. Una volta che la sonda è stata ottimizzata, richiederà solo alcune piccole regolazioni. Se si rimuove la sonda, o se cambiano l'analita, la portata o la composizione del solvente, ripetere la procedura di ottimizzazione.

Figura 3-1 Posizione dell'ugello nebulizzatore



| Elemento | Descrizione             |
|----------|-------------------------|
| 1        | Ago di scarica a corona |
| 2        | Piastra Curtain         |
| 3        | Sonda APCI              |

1. Usare le impostazioni precedenti o impostare il micrometro a 5 mm come posizione iniziale.

---

**Nota:** Per evitare la riduzione delle prestazioni dello spettrometro di massa, non nebulizzare direttamente nella fenditura.

---

2. Usare la FIA o un'infusione tramite raccordo a T per iniettare il campione ad una portata elevata.
3. Monitorare il segnale all'interno del software.
4. Utilizzare il micrometro verticale per regolare la sonda in piccoli incrementi, per ottenere il segnale o il rapporto segnale-rumore migliore.
5. Regolare il dado di regolazione dell'elettrodo (di colore nero) sulla sonda per inserire o estrarre l'elettrodo tubolare dalla sonda. Fare riferimento a [Regolare l'estensione della punta dell'elettrodo a pagina 42](#).

## Ottimizzazione della tensione IonSpray™

- Nella modalità positiva, iniziare con un valore pari a 5500, quindi diminuire con incrementi da 100 V a 500 V; nella modalità negativa, iniziare con un valore di -4500, quindi aumentare con incrementi da 100 V a 500 V. Continuare con la regolazione per ottenere il miglior segnale o il miglior rapporto segnale/rumore.



Solitamente questo parametro ottimizza attorno a 5500 V in modalità positiva. Se non si osservano cambiamenti nel segnale quando si aumenta IS (Tensione IonSpray) lasciare IS al valore più basso che fornisce il segnale o il rapporto segnale/rumore migliore.

### Ottimizzare la temperatura della sonda APCI

La quantità e il tipo di solvente influenzano la temperatura ottimale della sonda APCI. La temperatura ottimale aumenta alle velocità di flusso più elevate.

- Regolare il valore **TEM** (Temperatura) in incrementi da 50 °C a 100 °C fino a ottenere il miglior segnale o rapporto segnale-rumore.

### Suggerimenti per l'ottimizzazione

- Usare le temperature più alte possibili quando si ottimizzano i composti. La temperatura di 700 °C è comune per la maggior parte dei composti. Le temperature alte aiutano a mantenere pulita la sorgente di ionizzazione e riducono il rumore di fondo.
- Utilizzare la velocità di flusso (CUR) di Curtain Gas™ maggiore possibile senza causare la diminuzione del segnale. Questo aiuta a:
  - Impedire la penetrazione del flusso di Curtain Gas™, che può generare rumore.
  - Impedire la contaminazione della fenditura.
  - Aumentare nel complesso il rapporto segnale-rumore.
- Dirigere la nebulizzazione dei liquidi dalla sonda lontano dalla fenditura, in modo da:
  - Impedire la contaminazione della fenditura.
  - Impedire la penetrazione del flusso di Curtain Gas™, che può generare instabilità nel segnale.
  - Impedire il cortocircuito elettrico dovuto alla presenza di liquido.
- Utilizzare la tensione IonSpray™ più bassa possibile senza che il segnale ne risenta. Concentrarsi sul rapporto segnale-rumore e non solo sul segnale.

# Manutenzione della sorgente di ionizzazione

# 4

Le seguenti avvertenze riguardano tutte le procedure di manutenzione della presente sezione.



**AVVERTENZA!** Pericolo di superfici calde. Lasciar raffreddare la sorgente di ionizzazione per almeno 30 minuti prima di iniziare qualsiasi procedura di manutenzione. Le superfici della sorgente di ionizzazione e i componenti dell'interfaccia di vuoto raggiungono temperature considerevoli durante il funzionamento.



**AVVERTENZA!** Pericolo di incendio e di esposizione ad agenti chimici tossici. Tenere i liquidi infiammabili lontano da fiamme e scintille e usarli solo sotto una cappa aspirante per fumi chimici o negli armadi di sicurezza.



**AVVERTENZA!** Pericolo di esposizione ad agenti chimici tossici. Indossare i dispositivi di protezione individuale, inclusi camice da laboratorio, guanti e occhiali di sicurezza, per evitare l'esposizione degli occhi o della pelle.



**AVVERTENZA!** Pericolo di contaminazione da radiazioni, rischio biologico o esposizione ad agenti chimici tossici. In caso di fuoriuscita di prodotti chimici, consultare le istruzioni contenute nelle schede di sicurezza dei materiali. Arrestare la fuoriuscita solo se ciò può essere fatto in sicurezza. Usare i dispositivi di protezione individuale appropriati e panni assorbenti per contenere la fuoriuscita e smaltirla secondo le normative locali.



**AVVERTENZA!** Pericolo di scosse elettriche. Evitare il contatto con le alte tensioni presenti sulla sorgente di ionizzazione durante il funzionamento. Porre il sistema in modalità Standby prima di regolare il tubo del campione o altre apparecchiature vicino alla sorgente di ionizzazione.



**AVVERTENZA!** Pericolo di perforazione, contaminazione da radiazioni o esposizione ad agenti tossici chimici e biologici. Interrompere l'uso della sorgente di ionizzazione se la finestra della sorgente stessa risulta crepata o rotta e contattare un responsabile dell'assistenza tecnica SCIEX. Qualsiasi materiale tossico o nocivo introdotto nell'apparecchiatura sarà presente nella sorgente di ionizzazione e nel sistema di scarico. Smaltire gli oggetti taglienti seguendo le procedure di sicurezza previste dal laboratorio.

Questa sezione descrive le procedure di manutenzione generale della sorgente di ionizzazione. Per determinare la frequenza delle operazioni di pulizia della sorgente di ionizzazione o della manutenzione preventiva, tenere in considerazione quanto segue:

- Composti testati
- Pulizia dei metodi di preparazione
- Periodo di inattività di una sonda contenente un campione
- Tempo di attività generale del sistema

Questi fattori possono causare dei cambiamenti nelle prestazioni della sorgente di ionizzazione, che indicano la necessità di un intervento di manutenzione.

Assicurarsi che la tenuta della sorgente di ionizzazione montata sullo spettrometro di massa sia perfetta, senza alcuna traccia di perdite di gas. Ispezionare regolarmente la sorgente di ionizzazione e i relativi raccordi alla ricerca di perdite. Pulire regolarmente i componenti della sorgente di ionizzazione per mantenerla in condizioni ottimali.

---

**ATTENZIONE: Rischio di danni al sistema. Usare solo i materiali e i metodi di pulizia raccomandati per evitare di danneggiare l'apparecchiatura.**

---

### Materiali richiesti

- Chiave aperta da 1/4"
- Cacciavite a taglio
- Metanolo per MS
- Acqua deionizzata per HPLC
- Occhiali di sicurezza
- Mascherina e filtro
- Guanti senza polvere (consigliati neoprene o nitrile)
- Camice da laboratorio

## Pulire le superfici della sorgente di ionizzazione



**AVVERTENZA! Pericolo di scosse elettriche. Rimuovere la sorgente di ionizzazione dallo spettrometro di massa prima di iniziare questa procedura. Seguire tutte le norme di sicurezza relative ai lavori in presenza di elettricità.**

---

Lavare le superfici della sorgente di ionizzazione dopo un'eventuale fuoriuscita di liquido o quando divengono sporche.

1. Rimuovere la sorgente di ionizzazione dallo spettrometro di massa.
2. Pulire le superfici della sorgente di ionizzazione con un panno morbido e umido.

## Pulizia della valvola di commutazione e delle sonde

La sorgente di ionizzazione va lavata regolarmente, indipendentemente dal tipo di composti campionati. Svolgere questa operazione configurando un metodo nel software Analyst<sup>®</sup> specifico per eseguire un lavaggio.

1. Passare a una fase mobile composta da acqua/acetonitrile 1:1 o acqua/metanolo 1:1.
2. Regolare la posizione delle sonde in modo che si trovino il più lontano possibile dall'orifizio.
3. Nel software Analyst<sup>®</sup>
  - a. Impostare **TEM** (Temperatura) tra **500** e **600**.
  - b. Impostare **GS1** (Sorgente di ionizzazione Gas 1) e **GS2** (Sorgente di ionizzazione Gas 2) ad almeno **40**.
  - c. Impostare **CUR** al valore massimo possibile.
  - d. Attendere fino al raggiungimento del valore impostato per **TEM** (Temperatura).
4. Dirigere il flusso di fase mobile attraverso la valvola di commutazione, i tubi e ogni sonda a 1 mL/min per circa 10 o 15 minuti.
5. Assicurarsi che la sonda e il tubo del campione siano adeguatamente spurgati.

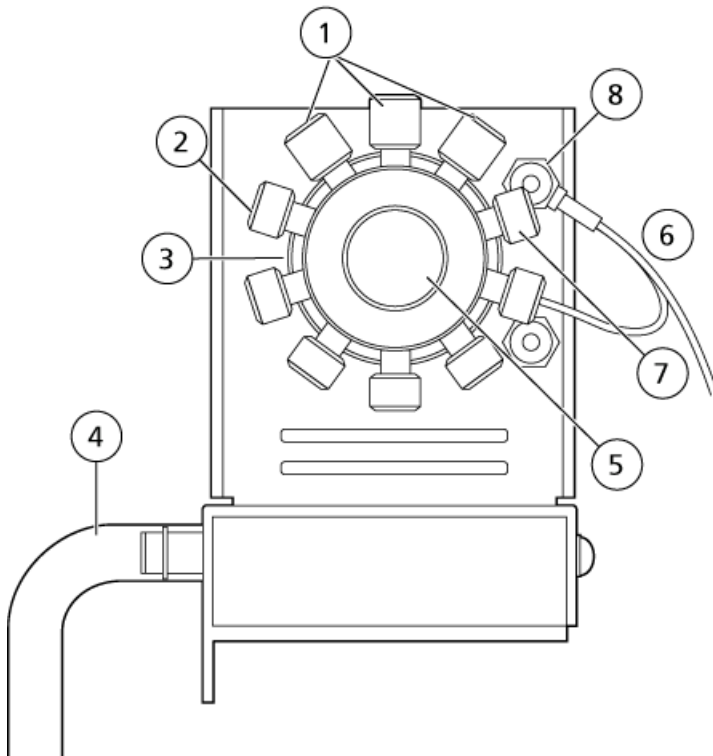
## Sostituzione della valvola di commutazione



**AVVERTENZA! Pericolo ambientale. Non smaltire i componenti del sistema nei residui comuni. Per lo smaltimento dei componenti, seguire le procedure stabilite.**

---

Figura 4-1 Valvola di commutazione



| Elemento | Descrizione                        |
|----------|------------------------------------|
| 1        | Attacchi del tubo del campione (3) |
| 2        | Spine (sei)                        |
| 3        | Testa valvola                      |
| 4        | Tubo di scarico                    |
| 5        | Dado zigrinato                     |
| 6        | Cavo di messa a terra              |
| 7        | Porta di messa a terra             |
| 8        | Dado di messa a terra              |

## Rimozione del rotore

1. Arrestare il flusso del campione.
2. Rimuovere il dado zigrinato sulla parte anteriore della valvola ed estrarlo dalla valvola.
3. Utilizzare una matita magnetica per estrarre il rotore dalla valvola.

Il rotore è ubicato direttamente dietro al dado zigrinato.

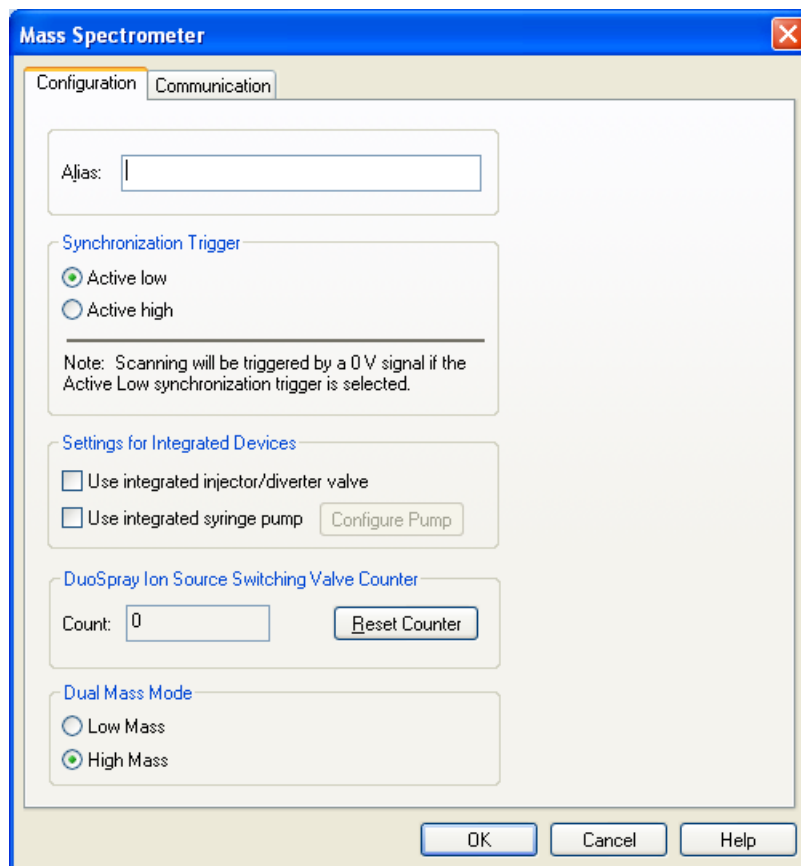
### Installazione del rotore

Il software Analyst<sup>®</sup> monitora l'uso della valvola di commutazione e un contatore sulla scheda Configuration (Configurazione) ne visualizza l'utilizzo. Azzerare il contatore ogni volta che il rotore viene sostituito oppure ogni volta che è richiesto dalle procedure di laboratorio.

1. Utilizzare una matita magnetica per reinstallare il rotore, prestando attenzione a non graffiare la superficie specchiata all'interno della valvola e a non toccare la guarnizione sul rotore.
2. Riposizionare il raccordo zigrinato sulla parte anteriore della valvola e serrare manualmente fino a fine corsa.
3. Per azzerare il contatore della valvola di commutazione, procedere come segue:
  - a. Accedere al software Analyst<sup>®</sup> come amministratore.
  - b. Sulla barra di navigazione, alla voce **Configure** (Configura), fare doppio clic su **Hardware Configuration** (Configurazione hardware).
  - c. Fare clic su **Deactivate Profile** (Disattiva profilo) quindi fare clic su **Edit Profile** (Modifica profilo).
  - d. Fare clic sullo spettrometro di massa nel campo **Devices in current profile** (Dispositivi nel profilo corrente), quindi fare clic su **Setup Device** (Configurazione dispositivo).

- e. Sulla scheda **Configuration** (Configurazione), fare clic su **Reset Counter** (Azzera il contatore).

**Figura 4-2 Scheda Configuration (Configurazione) per gli strumenti della serie 6500 e 6500+**



4. Fare clic su **OK**.

## Rimuovere la sorgente di ionizzazione

**Nota:** (sistemi 3500, 4500, 5500, 6500, 6500<sup>+</sup> e TripleTOF<sup>®</sup>) Altri 5,3 l/min di azoto scorrono quando lo spettrometro di massa è spento o la sorgente di ionizzazione viene rimossa dal sistema. Per ridurre al minimo il consumo di gas azoto e per mantenere pulito lo spettrometro di massa quando non lo si utilizza, lasciare la sorgente di ionizzazione installata sullo spettrometro di massa e lasciare acceso il sistema.

La sorgente di ionizzazione può essere rimossa facilmente e rapidamente, senza l'uso di attrezzi. Rimuovere sempre la sorgente di ionizzazione dallo spettrometro di massa prima di svolgere qualsiasi attività di manutenzione sulla sorgente di ionizzazione o durante lo scambio delle sonde.

1. Arrestare le scansioni in corso.
2. Disattivare il flusso del campione.
3. Digitare **0** nel campo **TEM** (Temperatura) se sono in uso i riscaldatori.

## Manutenzione della sorgente di ionizzazione

---

4. Lasciar raffreddare la sorgente di ionizzazione per almeno 30 minuti.
5. Scollegare il tubo del campione dalla giunzione di messa a terra.
6. Sbloccare la sorgente di ionizzazione girando i due fermi di sicurezza verso la posizione ore 12.
7. Staccare delicatamente la sorgente di ionizzazione dall'interfaccia di vuoto.
8. Posizionare la sorgente di ionizzazione su una superficie pulita e stabile.

## Rimuovere la sonda



**AVVERTENZA! Pericolo di scosse elettriche. Rimuovere la sorgente di ionizzazione dallo spettrometro di massa prima di iniziare questa procedura. Seguire tutte le norme di sicurezza relative ai lavori in presenza di elettricità.**

---

**ATTENZIONE: Rischio di danni al sistema. Non lasciare che la punta sporgente dell'elettrodo o l'ago di scarica a corona tocchi una qualsiasi parte del corpo della sorgente di ionizzazione, onde evitare che la sonda subisca danni.**

---

La sonda può essere rimossa facilmente e rapidamente, senza l'uso di attrezzi. Rimuovere sempre la sorgente di ionizzazione dallo spettrometro di massa prima di cambiare le sonde o di svolgere la manutenzione sulle stesse.

Quando si riposizionano le sonde, inserirle nella torretta esatta. Le sonde non possono essere intercambiabili. Fare riferimento a [Installare le sonde a pagina 19](#).

### Procedure preliminari

- [Rimuovere la sorgente di ionizzazione a pagina 39](#)

1. Allentare il dado del tubo del campione e scollegare il tubo della sonda.
2. Allentare la ghiera di fermo in ottone che fissa la sonda al corpo della sorgente di ionizzazione.
3. Estrarre delicatamente la sonda dall'alto della torretta.
4. Riporre la sonda su una superficie pulita e stabile.

## Sostituzione dell'elettrodo tubolare



**AVVERTENZA! Pericolo di scosse elettriche. Rimuovere la sorgente di ionizzazione dallo spettrometro di massa prima di iniziare questa procedura. Seguire tutte le norme di sicurezza relative ai lavori in presenza di elettricità.**

---



**AVVERTENZA! Pericolo di perforazione. Prestare attenzione quando si maneggia l'elettrodo tubolare. La punta dell'elettrodo è estremamente acuminata.**

---



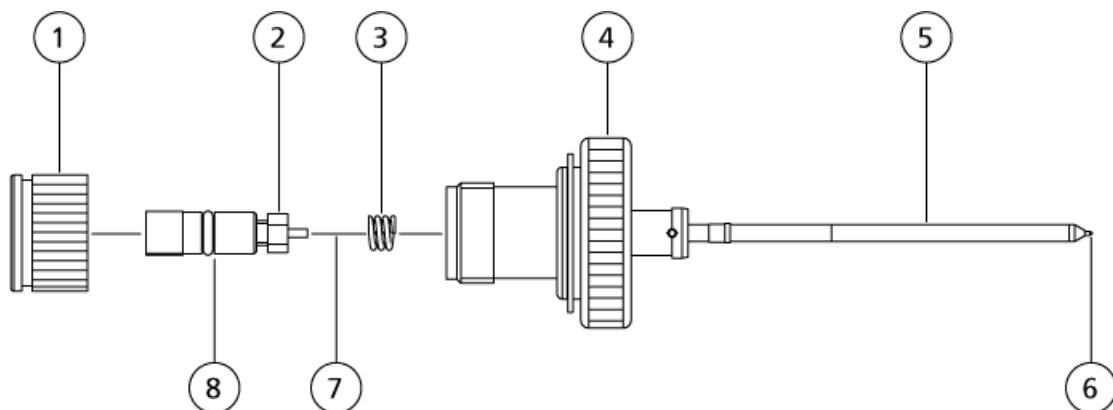
La sonda contiene un elettrodo tubolare. Sostituire l'elettrodo tubolare quando si nota un calo delle prestazioni. Questa procedura è applicabile a entrambe le sonde.

### Procedure preliminari

- [Rimuovere la sorgente di ionizzazione a pagina 39](#)
- [Rimuovere la sonda a pagina 40](#)

1. Rimuovere il dado di regolazione dell'elettrodo.
2. Tenendo la sonda con la punta rivolta verso il basso in modo che la molla resti all'interno della sonda, estrarre dalla sonda la giunzione in PEEK e l'elettrodo tubolare collegato.

**Figura 4-3 Sonda, vista esplosa**



| Elemento | Descrizione                 |
|----------|-----------------------------|
| 1        | Dado regolazione elettrodo  |
| 2        | Dado di regolazione da 1/4" |
| 3        | Molla                       |
| 4        | Ghiera di fermo             |
| 5        | Nebulizzatore tubolare      |
| 6        | Punta dell'elettrodo        |
| 7        | Elettrodo tubolare          |
| 8        | Raccordo in PEEK            |

3. Usare la chiave aperta da 1/4" per rimuovere il dado di fissaggio che mantiene l'elettrodo tubolare nel raccordo in PEEK.
4. Rimuovere l'elettrodo tubolare dal dado di fissaggio.
5. Inserire il nuovo elettrodo tubolare nel dado di fissaggio e poi nella giunzione in PEEK.

## Manutenzione della sorgente di ionizzazione

---

Assicurarsi che l'elettrodo tubolare sia inserito a fondo nella giunzione in PEEK. Se resta dello spazio vuoto tra l'elettrodo tubolare e la sua sede all'interno della giunzione, potrebbe generarsi un volume morto.

6. Serrare il dado di fissaggio.

Non spanare o stringere troppo il dado di fissaggio poiché il tubo potrebbe fuoriuscire.

7. Assicurarsi che la molla sia ancora all'interno della sonda e poi serrare il dado di fissaggio dell'elettrodo.
8. Allineare l'elettrodo tubolare con l'apertura presente nel tubo del nebulizzatore e inserire nella sonda la giunzione in PEEK e l'elettrodo tubolare ad essa collegato. Fare attenzione a non piegare l'elettrodo tubolare.
9. Installare la sonda. Fare riferimento a [Installare le sonde a pagina 19](#).
10. Collegare il tubo del campione. Fare riferimento a [Collegare il tubo del campione a pagina 22](#)
11. Installare la sorgente di ionizzazione sullo spettrometro di massa. Fare riferimento a [Installazione della sorgente di ionizzazione a pagina 15](#).
12. Regolare l'estensione della punta dell'elettrodo. Fare riferimento a [Regolare l'estensione della punta dell'elettrodo a pagina 42](#).

## Regolare l'estensione della punta dell'elettrodo



---

**AVVERTENZA! Pericolo di contaminazione da radiazioni o esposizione ad agenti tossici chimici e biologici. Assicurarsi che l'elettrodo protenda oltre l'estremità della sonda, in modo da evitare che i vapori pericolosi fuoriescano dalla sorgente. L'elettrodo non deve essere incassato all'interno della sonda.**

---



---

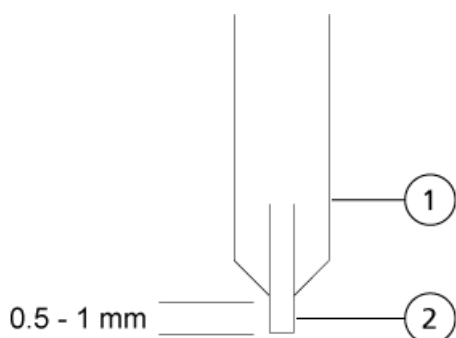
**AVVERTENZA! Pericolo di perforazione. Prestare attenzione quando si maneggia l'elettrodo tubolare. La punta dell'elettrodo è estremamente acuminata.**

---

Regolare l'estensione della punta dell'elettrodo per prestazioni migliori. La configurazione ottimale varia secondo il composto. La distanza di estensione della punta dell'elettrodo influisce sulla forma del cono di nebulizzazione e la forma di tale cono influisce sulla sensibilità dello spettrometro di massa.

- Regolare il dado di regolazione dell'elettrodo (di colore nero) in cima alla sonda per estendere o ritirare la punta dell'elettrodo. La punta dell'elettrodo dovrebbe fuoriuscire per una lunghezza compresa tra 0,5 mm e 1,0 mm dall'estremità della sonda.

Figura 4-4 Regolazione dell'estensione della punta dell'elettrodo



| Elemento | Descrizione |
|----------|-------------|
| 1        | Sonda       |
| 2        | Elettrodo   |

## Sostituzione della punta dell'ago di scarica a corona



**AVVERTENZA!** Pericolo di superfici calde. Lasciar raffreddare la sorgente di ionizzazione per almeno 30 minuti prima di iniziare qualsiasi procedura di manutenzione. Le superfici della sorgente di ionizzazione e i componenti dell'interfaccia di vuoto raggiungono temperature considerevoli durante il funzionamento.



**AVVERTENZA!** Pericolo di scosse elettriche. Assicurarsi che la sorgente di ionizzazione sia completamente scollegata dallo spettrometro di massa prima di procedere.



**AVVERTENZA!** Pericolo di perforazione. Maneggiare l'ago con cura. La punta dell'ago è estremamente acuminata.

Sostituire la punta dell'ago di scarica a corona se corroso.

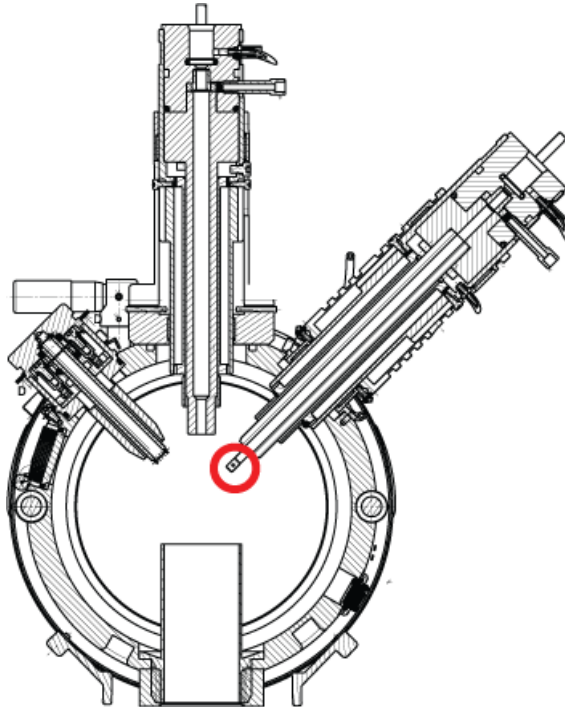
1. Rimuovere la sorgente di ionizzazione dallo spettrometro di massa. Fare riferimento alla [Rimuovere la sorgente di ionizzazione a pagina 39](#).
2. Girare la sorgente di ionizzazione in modo che il lato dell'apertura sia accessibile.
3. Spingere in basso la manopola di regolazione dell'ago di scarica a corona posizionata in cima alla torretta. L'ago di scarica a corona si estende.

## Manutenzione della sorgente di ionizzazione

---

4. Tenendo la punta dell'ago di scarica a corona tra pollice e indice di una mano e l'ago di scarica a corona con l'altra mano, ruotare la punta dell'ago di scarica a corona in verso anti-orario per allentarla e rimuovere delicatamente la punta.

**Figura 4-5 Punta dell'ago di scarica a corona sul retro della sorgente di ionizzazione**



5. Mentre si tiene una nuova punta tra pollice e indice di una mano e l'ago di scarica a corona con l'altra mano, ruotare la punta dell'ago di scarica a corona in verso orario per installare la punta.
6. Installare la sorgente di ionizzazione sullo spettrometro di massa. Fare riferimento alla [Installazione della sorgente di ionizzazione a pagina 15](#).

## Sostituire l'ago di scarica a corona



**AVVERTENZA!** Pericolo di scosse elettriche. Rimuovere la sorgente di ionizzazione dallo spettrometro di massa prima di iniziare questa procedura. Seguire tutte le norme di sicurezza relative ai lavori in presenza di elettricità.



**AVVERTENZA!** Pericolo di perforazione. Maneggiare l'ago con cura. La punta dell'ago è estremamente acuminata.

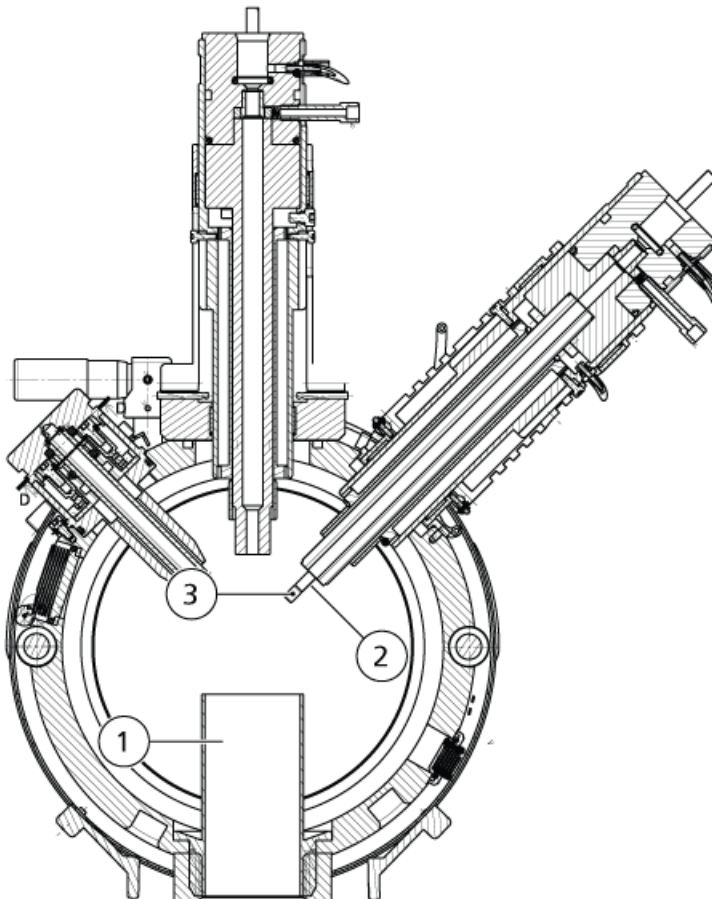
La punta dell'ago di scarica a corona può essere soggetta a corrosione, fino al punto che dovrà essere tagliata dall'ago. Se questo accade, sostituire l'intero ago di scarica a corona.

### Procedure preliminari

- [Rimuovere la sorgente di ionizzazione a pagina 39](#)
- [Rimuovere la sonda a pagina 40](#)

1. Ruotare la sorgente di ionizzazione in modo da avere accesso all'apertura.

**Figura 4-6 Ago di scarica a corona**



## Manutenzione della sorgente di ionizzazione

---

| Elemento | Descrizione                        |
|----------|------------------------------------|
| 1        | Camino di scarico                  |
| 2        | Cannula in ceramica                |
| 3        | Punta dell'ago di scarica a corona |

2. Mentre si tiene la punta dell'ago di scarica a corona tra pollice e indice di una mano e l'ago di scarica a corona con l'altra mano, ruotare la punta dell'ago di scarica a corona in verso anti-orario per allentarla e rimuovere delicatamente la punta.
3. Inserire il nuovo ago attraverso il camino di scarico nella cannula in ceramica fino in fondo.
4. Mentre si tiene una nuova punta tra pollice e indice di una mano e l'ago di scarica a corona con l'altra mano, ruotare la punta dell'ago di scarica a corona in verso orario per installare la punta.
5. Inserire la sonda e installare la sorgente di ionizzazione sullo spettrometro di massa. Fare riferimento a [Installazione della sorgente di ionizzazione a pagina 15](#).

## Sostituzione del tubo del campione



**AVVERTENZA! Pericolo di scosse elettriche. Rimuovere la sorgente di ionizzazione dallo spettrometro di massa prima di iniziare questa procedura. Seguire tutte le norme di sicurezza relative ai lavori in presenza di elettricità.**

---

Utilizzare la seguente procedura per sostituire il tubo del campione se è ostruito.

### Procedure preliminari

- Arrestare il flusso del campione e assicurarsi che tutto il gas rimanente sia stato rimosso attraverso il sistema di scarico della sorgente.
- [Rimuovere la sorgente di ionizzazione a pagina 39](#)

1. Scollegare il tubo del campione dalla sonda e dalla giunzione di messa a terra.
2. Sostituire il tubo del campione con uno della stessa lunghezza.
3. Installare la sorgente di ionizzazione. Fare riferimento a [Installazione della sorgente di ionizzazione a pagina 15](#).
4. Avviare il flusso del campione.

| Problema  | Probabile causa   | Azioni da intraprendere  |
|---|---|--|
| Il software Analyst <sup>®</sup> segnala che lo spettrometro di massa è nello stato Fault (Guasto).             | Non è presente alcuna sonda.  | Installare la sonda. Fare riferimento a <a href="#">Installare le sonde a pagina 19</a> .  |
|   | La sonda non è collegata correttamente.   | <ol style="list-style-type: none"><li>1. Rimuovere la sonda. Fare riferimento a <a href="#">Rimuovere la sonda a pagina 40</a>.</li><li>2. Installare la sonda assicurandosi di serrare saldamente la ghiera di fermo in ottone. Fare riferimento a <a href="#">Installare le sonde a pagina 19</a>.</li></ol> |
| Il software Analyst <sup>®</sup> segnala che si sta usando una sonda specifica, ma è installata un'altra sonda. | Il fusibile F3 è bruciato.  | Contattare un responsabile dell'assistenza tecnica (FSE).  |
| La nebulizzazione non è uniforme.   | L'elettrodo è bloccato.   | Sostituire l'elettrodo. Fare riferimento a <a href="#">Sostituzione dell'elettrodo tubolare a pagina 40</a> .  |
| La sensibilità è scarsa.  | I componenti dell'interfaccia (parte frontale) sono sporchi.                              | Pulire le componenti dell'interfaccia e installare la sorgente di ionizzazione.  |
|   | Vapori di solvente o altri composti ignoti sono presenti nella regione dell'analizzatore. | Ottimizzare il flusso del Curtain Gas <sup>™</sup> . Fare riferimento a <a href="#">Ottimizzazione della sorgente di ionizzazione a pagina 24</a> .  |
| Durante il test, la sorgente di ionizzazione non soddisfa le specifiche.  | Lo spettrometro di massa non ha superato i test di installazione.                         | Eseguire i test di installazione sullo spettrometro di massa con la sorgente predefinita.  |

## Risoluzione dei problemi

---

| <b>Problema</b>           | <b>Probabile causa</b>  | <b>Azioni da intraprendere</b>  |
|---------------------------|---|---|
|                           | La soluzione di test non è stata preparata correttamente.     | <ol style="list-style-type: none"><li>1. Verificare che le soluzioni di test siano state preparate correttamente.</li><li>2. Se il problema non può essere risolto, contattare il responsabile dell'assistenza tecnica (FSE).</li></ol> |
| Il rumore di fondo è alto | Temperature (TEM) (Temperatura) è troppo alta.                | Ottimizzare la temperatura.   |
|                           | La velocità di flusso del gas ausiliario (GS2) è troppo alta. | Ottimizzare il flusso del gas ausiliario.   |



| Problema   | Probabile causa  | Azioni da intraprendere  |
|--|--|--|
|  | La sorgente di ionizzazione è contaminata.                   | <ul style="list-style-type: none"> <li>• Pulire o sostituire i componenti della sorgente di ionizzazione. Fare riferimento a <a href="#">Manutenzione della sorgente di ionizzazione a pagina 34</a>.</li> <li>• Mettere a punto la sorgente e la parte frontale:               <ol style="list-style-type: none"> <li>1. Spostare la sonda nella posizione più lontana dalla fenditura (verticalmente e orizzontalmente).</li> <li>2. Assicurarsi che il riscaldatore dell'interfaccia sia su On (Acceso).</li> <li>3. Infondere o iniettare una soluzione metanolo/acqua 50:50 con una portata di 1 mL/min.</li> <li>4. Nel software Analyst<sup>®</sup>, impostare <b>TEM</b> (Temperatura) su <b>650</b>, <b>GS1</b> (Sorgente di ionizzazione Gas 1) su <b>60</b> e <b>GS2</b> (Sorgente di ionizzazione Gas 2) su <b>60</b>.</li> <li>5. Impostare il flusso del <b>CUR</b> su <b>45</b> o <b>50</b>.</li> <li>6. Far girare per un minimo di 2 ore, o ancora meglio per tutta la notte, per ottenere i risultati migliori.</li> </ol> </li> </ul> |
| Le prestazioni della sorgente di ionizzazione sono peggiorate. | La sonda non è ottimizzata.                                  | Fare riferimento a <a href="#">Ottimizzazione della sonda TurbolonSpray a pagina 25</a> o <a href="#">Ottimizzazione della sonda APCI a pagina 29</a> .  |
|  | Il campione non era preparato correttamente o era degradato. | Verificare che il campione sia stato preparato correttamente.  |

## Risoluzione dei problemi

| Problema   | Probabile causa  | Azioni da intraprendere   |
|--|--|---|
|  | Perdite negli attacchi di entrata del campione.  | <ol style="list-style-type: none"><li>1. Verificare che gli attacchi siano serrati; sostituire se le perdite persistono. Non stringere eccessivamente gli attacchi.</li><li>2. Installare e ottimizzare una sorgente di ionizzazione alternativa. Se il problema persiste contattare un responsabile dell'assistenza tecnica (FSE).</li></ol> |
| Scariche ad arco o scintille.  | La posizione dell'ago di scarica a corona non è corretta.                              | Girare l'ago di scarica a corona verso la piastra Curtain e allontanarlo dal flusso di gas ausiliario. Fare riferimento a <a href="#">Regolare la posizione dell'ago di scarica a corona a pagina 31</a> .  |
| La valvola presenta delle perdite. Condizione indicata da un'area sporca sotto la valvola o da perdite evidenti. | La valvola del rotore è striata o si sono formati degli accumuli di particelle o sali. | Sostituire la valvola. Fare riferimento a <a href="#">Sostituzione della valvola di commutazione a pagina 36</a> .  |

# Principi di funzionamento - Sorgente di ionizzazione

# A

## Modalità TurbolonSpray<sup>®</sup>

La sonda TurbolonSpray<sup>®</sup> usa un riscaldatore turbo per immettere azoto ultra puro (UHP) caldo e secco. Il riscaldatore è disposto a un'angolazione di 45 gradi rispetto alla sonda, sul lato destro, visto dalla parte frontale della sorgente di ionizzazione. La combinazione tra l'effluente IonSpray<sup>™</sup> e il gas secco, portato a temperatura dai riscaldatori turbo, è proiettata con un angolo di 90 gradi verso la fenditura della piastra Curtain.

Solo i composti che si ionizzano nel solvente liquido possono essere generati come ioni in fase gassosa nella sorgente. L'efficienza e la velocità di generazione degli ioni dipende dalle energie di solvatazione degli ioni in questione. Gli ioni con energie di solvatazione inferiori hanno più probabilità di evaporare rispetto agli ioni con energie di solvatazione superiori.

L'interazione tra la tensione di IonSpray<sup>™</sup> e il riscaldatore turbo aiuta a concentrare il getto e aumenta il tasso di evaporazione delle goccioline, incrementando di conseguenza il segnale degli ioni. Il gas riscaldato aumenta l'efficienza dell'evaporazione degli ioni, con conseguente maggiore sensibilità e capacità di gestire velocità di flusso più elevate di campione liquido.

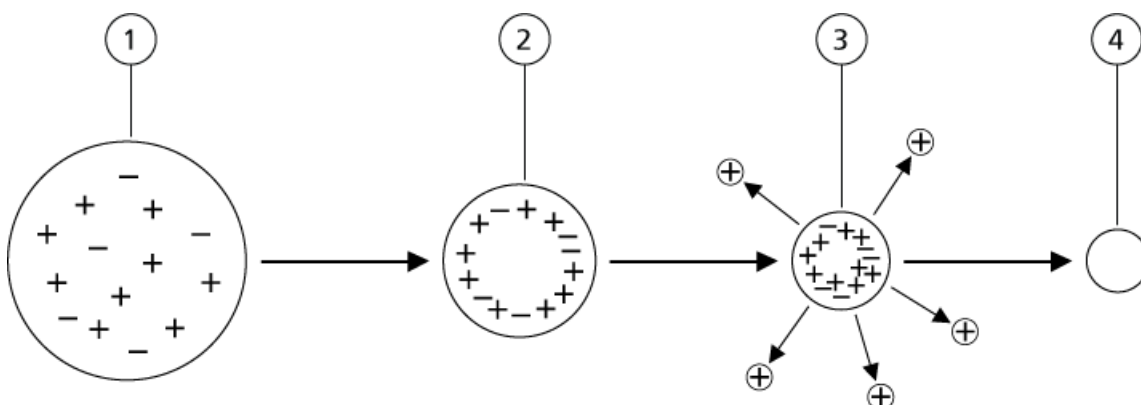
Un flusso ad alta velocità di gas di nebulizzazione fa staccare delle goccioline dal flusso del campione liquido nell'ingresso della IonSpray. Utilizzando l'alta tensione variabile applicata al nebulizzatore, la sorgente di ionizzazione applica una carica netta a ogni gocciolina. Questa carica favorisce la dispersione delle goccioline. L'alta tensione tende ad estrarre di preferenza gli ioni unipolari nelle goccioline appena queste sono separate dal getto del liquido. Tuttavia questa separazione è incompleta e ciascuna gocciolina contiene molti ioni di entrambe le polarità. Gli ioni di una polarità definita sono predominanti in ciascuna gocciolina e la differenza tra il numero di ioni caricati positivamente o negativamente rappresenta la carica netta. Solo gli ioni in eccesso della polarità predominante sono disponibili per l'evaporazione di ionizzazione e solo una frazione di questi riesce effettivamente ad evaporare.

La polarità e la concentrazione degli ioni in eccesso dipendono dall'intensità e dalla polarità del potenziale ad alta tensione applicato alla punta del nebulizzatore. Ad esempio, quando un campione contiene arginina in una soluzione di acqua e acetonitrile e si applica un potenziale positivo al nebulizzatore gli ioni positivi in eccesso saranno H<sup>+</sup> e MH<sup>+</sup> arginina.

La sonda può generare ioni multicarica a partire da composti che hanno molti siti protonabili, come peptidi e oligonucleotidi. Questo è di grande utilità quando si osservano specie ad alto peso molecolare, dove le cariche multiple producono ioni con un rapporto massa/carica ( $m/z$ ) nell'intervallo di massa dello spettrometro. Questo permette la determinazione ordinaria del peso molecolare dei composti nell'ordine del kiloDalton (kDa).

Come illustrato in [Figura A-1](#), ogni gocciolina carica contiene solvente e ioni negativi e positivi, ma con il predominio di una delle due polarità. Dato che si tratta di un mezzo di conduzione, le cariche in eccesso risiedono sulla superficie della gocciolina. Quando il solvente evapora, il campo elettrico alla superficie della gocciolina aumenta poiché il raggio della gocciolina diminuisce.

Figura A-1 Evaporazione ioni



| Elemento | Descrizione   |
|----------|---|
| 1        | Le goccioline contengono ioni di ambo le polarità con una polarità predominante.                    |
| 2        | Quando il solvente evapora, il campo elettrico aumenta e gli ioni si muovono verso la superficie.   |
| 3        | Una volta raggiunto un determinato valore critico del campo, gli ioni sono emessi dalle goccioline. |
| 4        | I residui non volatili restano come particella secca.   |

Se la gocciolina contiene ioni in eccesso e una quantità di solvente sufficiente evapora dalla gocciolina, si raggiunge un campo critico dove gli ioni sono emessi dalla superficie. Al termine del processo tutto il solvente sarà evaporato dalla gocciolina, lasciando una particella secca costituita dai componenti volatili della soluzione campione.

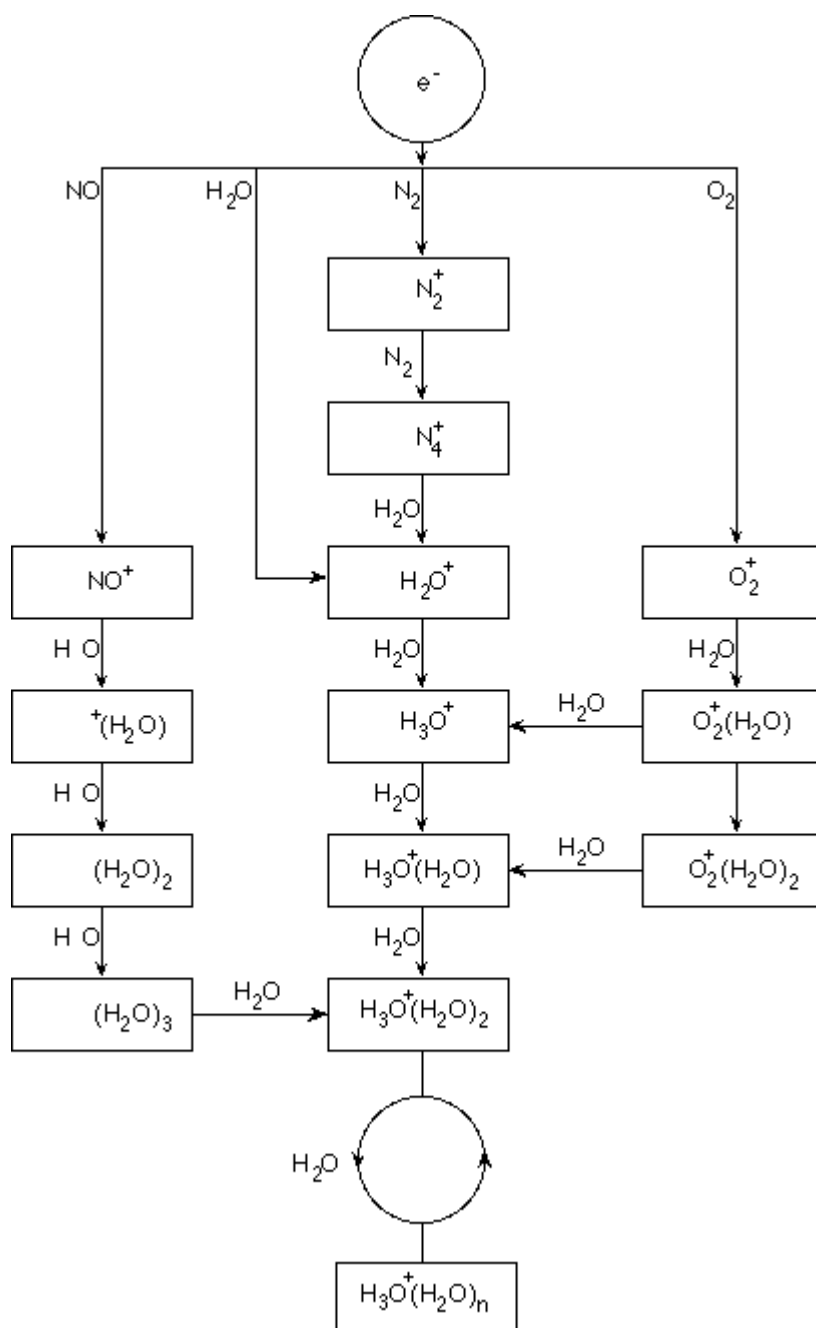
Dato che le energie di solvatazione di buona parte delle molecole organiche sono sconosciute, le sensibilità di ogni dato ione organico all'evaporazione di ionizzazione sono difficili da prevedere. L'importanza dell'energia di solvatazione è evidente, in quanto i surfattanti che si concentrano sulla superficie di un liquido possono essere rilevati in modo molto sensibile.

## Modalità APCI

I motivi delle incompatibilità riscontrate in passato nel collegare la cromatografia liquida con la spettrometria di massa sussistevano nella difficoltà di convertire molecole relativamente non volatili in un gas molecolare senza indurre una decomposizione eccessiva. La sonda APCI nebulizza delicatamente il campione in piccole goccioline finemente disperse in un tubo di ceramica riscaldato, permettendo una rapida vaporizzazione del campione in modo che le molecole del campione stesso non siano decomposte.

La [Figura A-2](#) mostra il flusso di reazione del processo di ionizzazione chimica a pressione atmosferica (APCI) per gli ioni reagenti positivi (i protoni idrati,  $H_3O^+[H_2O]_n$ ).

Figura A-2 Diagramma di flusso reazione APCI



Gli ioni primari principali  $N_2^+$ ,  $O_2^+$ ,  $H_2O^+$  e  $NO^+$  sono formati dall'impatto degli elettroni originati dall'effetto corona sulle componenti neutre principali dell'aria. Anche se il  $NO^+$  non è di norma uno dei maggiori costituenti dell'aria pulita, la concentrazione di questa specie nella sorgente è aumentata a causa delle reazioni neutre iniziate dalla scarica a corona.

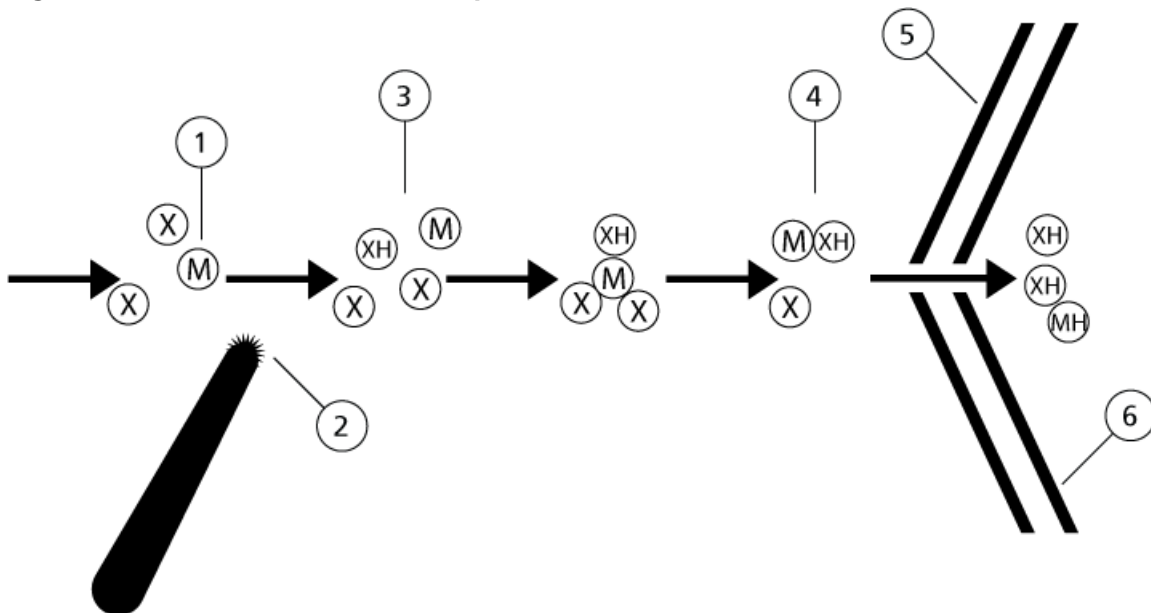
I campioni introdotti attraverso la sonda APCI vengono nebulizzati, con l'aiuto di un gas di nebulizzazione, nel tubo in ceramica riscaldato. All'interno del tubo le goccioline finemente disperse di campione e di solvente

## Principi di funzionamento - Sorgente di ionizzazione

subiscono una vaporizzazione rapida con la decomposizione termica ridotta al minimo. La vaporizzazione delicata preserva l'identità molecolare del campione.

Le molecole di campione gassoso e di solvente passano nel corpo della sorgente di ionizzazione, all'interno della quale la ionizzazione tramite APCI è indotta da un ago di scarica a corona collegato all'estremità del tubo in ceramica. Le molecole del campione sono ionizzate dalla collisione con gli ioni reagenti creati dalla ionizzazione delle molecole di solvente della fase mobile. Come illustrato in [Figura A-3](#), le molecole di solvente vaporizzate sono ionizzate per produrre gli ioni reagenti  $[X+H]^+$  in modalità positiva  $[X-H]^-$  in modalità negativa. Sono questi ioni reagenti che producono ioni campione stabili quando collidono con le molecole del campione.

**Figura A-3 Ionizzazione chimica a pressione atmosferica**



| Elemento | Descrizione  |
|----------|--|
| 1        | Campione   |
| 2        | Gli ioni primari sono creati in prossimità dell'ago di scarico a corona        |
| 3        | La ionizzazione produce in prevalenza ioni solvente                            |
| 4        | Gli ioni reagenti reagiscono con le molecole del campione formando dei cluster |
| 5        | Piastra Curtain  |
| 6        | Interfaccia  |

x = molecole di solvente; M = molecole del campione

Le molecole del campione sono ionizzate attraverso un processo di trasferimento di protoni in modalità positiva e da una trasferimento di elettroni o protoni in modalità negativa. L'energia per il processo di formazione degli ioni di APCI è dominata dalla collisione a causa della pressione atmosferica relativamente elevata della sonda API.

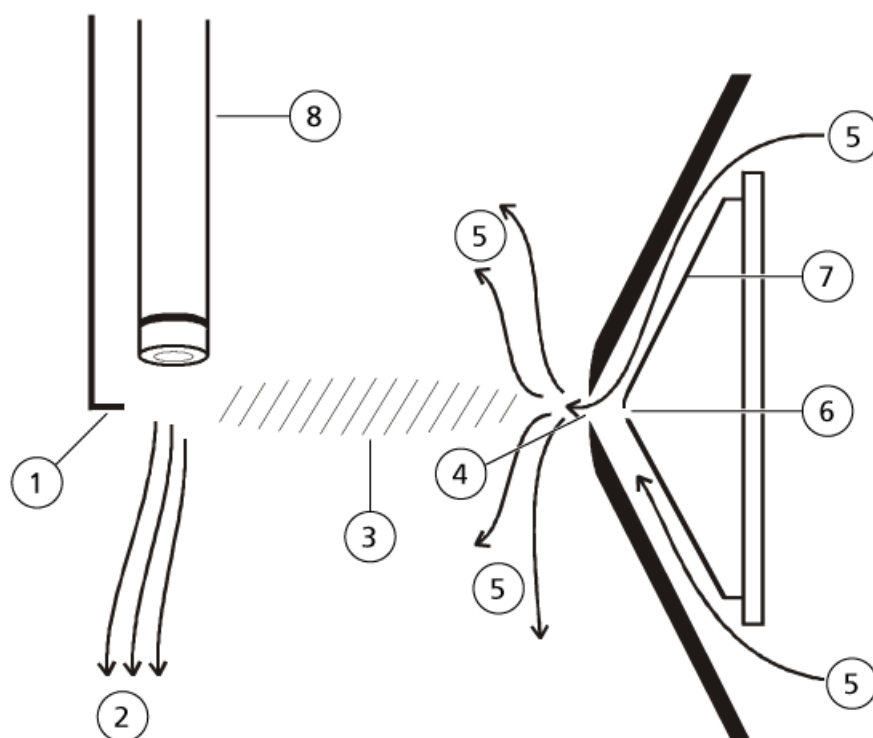
Per applicazioni in fase inversa, gli ioni reagenti sono costituiti da molecole di solvente protonate in modalità positiva e ioni di ossigeno solvatati in modalità negativa. In condizioni termodinamiche favorevoli, l'aggiunta di modificatori cambia la composizione dello ione reagente. Ad esempio, l'aggiunta di modificatori o tamponi acetato può rendere lo ione acetato  $[\text{CH}_3\text{COO}]^-$  il reagente primario in modalità negativa. I modificatori di ammonio possono rendere l'ammoniaca protonata  $[\text{NH}_4]^+$  il reagente primario in modalità positiva.

Attraverso le collisioni, viene mantenuto un equilibrio nella distribuzione di determinati ioni (ad esempio, cluster di ioni d'acqua protonati). La probabilità di una frammentazione prematura degli ioni del campione nella sorgente di ionizzazione viene ridotta dall'influenza moderatrice dei cluster di solvente sugli ioni reagenti e dalla pressione del gas relativamente elevata nella sorgente. Di conseguenza, il processo di ionizzazione genera principalmente ioni prodotto molecolari per l'analisi delle masse nello spettrometro di massa.

### Regione di ionizzazione APCI

La [Figura A-4](#) mostra la posizione generale del reattore ione-molecola della sonda APCI. Le linee oblique indicano un reattore senza pareti. Una corrente ionica spontanea nell'ordine dei microampere è generata da una scarica a effetto corona, come conseguenza del campo elettrico tra l'ago di scarica e la piastra Curtain. Gli ioni primari, ad esempio,  $\text{N}_2^+$  e  $\text{O}_2^+$  sono creati dalla perdita di elettroni che avviene nel plasma nelle immediate vicinanze della punta dell'ago di scarica. L'energia di questi elettroni è limitata da un certo numero di collisioni con molecole gassose, prima di raggiungere un'energia in cui la loro sezione d'urto effettiva gli consente di ionizzare le molecole neutre in modo efficiente.

**Figura A-4 Regione di ionizzazione APCI**



## Principi di funzionamento - Sorgente di ionizzazione

---

| Elemento | Descrizione                     |
|----------|---------------------------------|
| 1        | Punta dell'ago di scarica       |
| 2        | Flusso del campione             |
| 3        | Reattore senza pareti           |
| 4        | Fenditura della piastra Curtain |
| 5        | Erogazione Curtain Gas™         |
| 6        | Orifizio                        |
| 7        | Separatore di vuoto             |
| 8        | Tubo in ceramica                |

Gli ioni primari, a loro volta, generano ioni intermedi che portano alla formazione di ioni campione. Gli ioni della polarità prescelta sono deviati sotto l'influenza del campo elettrico in direzione della piastra Curtain e poi nell'analizzatore di massa attraverso la cortina di gas. L'intero processo di formazione degli ioni è dominato dalla collisione a causa della pressione atmosferica relativamente elevata della sonda APCI. Ad eccezione delle immediate vicinanze della punta dell'ago di scarica, dove la forza del campo elettrico è più grande, l'energia impartita a uno ione dal campo elettrico è irrilevante in confronto all'energia termica dello ione.

Attraverso le collisioni, viene mantenuta una eguale distribuzione di determinati ioni (ad esempio, cluster di ioni d'acqua protonati). Tutta l'energia in eccesso che uno ione può acquistare nel processo di reazione ione-molecola è termalizzata. Molti degli ioni prodotti sono fissati attraverso la stabilizzazione collisionale, anche se avvengono molte altre collisioni in seguito. La formazione sia degli ioni prodotto, sia degli ioni reagenti è governata da condizioni di equilibrio a una pressione di esercizio (atmosferica) di 760 torr.

La sonda APCI funziona come un reattore senza pareti, dato che gli ioni che passano dalla sorgente alla camera da vuoto ed infine nel rivelatore non vanno mai incontro a collisioni con una parete, ma solo a collisioni con altre molecole. Gli ioni si formano anche fuori dalla sorgente APCI designata, ma non sono rilevati e sono infine neutralizzati dall'interazione con una parete.

La temperatura della sonda è un fattore importante per il funzionamento della sonda APCI. Per mantenere l'identità molecolare la temperatura deve essere abbastanza alta da garantire un'evaporazione rapida. Ad una temperatura di funzionamento sufficientemente elevata, le goccioline sono vaporizzate rapidamente in modo che le molecole organiche siano desorbite dalle goccioline con una degradazione termica ridotta al minimo. Tuttavia, qualora la temperatura fosse troppo bassa, il processo di evaporazione è più lento e la pirólisi, o decomposizione, può verificarsi prima che la vaporizzazione sia completa. Il funzionamento della sonda APCI a temperature superiori alla temperatura ottimale può provocare la decomposizione termica del campione.



# Parametri e voltaggi della sorgente

# B

## Parametri per la sonda TurbolonSpray®

La seguente tabella mostra le condizioni operative raccomandate per la sonda TurbolonSpray® a tre velocità di flusso differenti. A qualsiasi velocità di flusso, il flusso del Curtain Gas™ dovrebbe essere sempre impostato sul valore massimo possibile. La composizione del solvente usato per l'ottimizzazione era acqua/acetonitrile 1:1. Queste condizioni rappresentano un punto a partire dal quale si può ottimizzare la sonda. Attraverso un processo iterativo, si possono ottimizzare i parametri usando l'analisi mediante iniezione in flusso per raggiungere il segnale o il rapporto segnale-rumore migliore per il composto in questione.

**Tabella B-1 Ottimizzazione dei parametri per la sonda TurbolonSpray®**

| Parametri   | Valori tipici                     |                                   |                                   | Gamma di esercizio                                    |
|---|-----------------------------------|-----------------------------------|-----------------------------------|---|
|   |                                   |                                   |                                   |   |
| LC flow rate (Velocità di flusso LC)  | da 5 µl/min a 50 µl/min           | 200 µl/min                        | 1.000 µl/min                      | da 5 µl/min a 3.000 µl/min                            |
| Gas 1 (nebulizer gas) (Gas 1 (gas di nebulizzazione))                       | da 20 psi a 40 psi                | da 40 psi a 60 psi                | da 40 psi a 60 psi                | da 0 psi a 90 psi                                     |
| Gas 2 (heater gas) (Gas 2 (gas ausiliario))                                 | 50                                | 50 psi                            | 50 psi                            | da 0 psi a 90 psi                                     |
| IonSpray voltage (Tensione IonSpray)  | 5.500                             | 5.500                             | 5.500                             | 5.500   |
| Curtain Gas™ supply (Erogazione Curtain Gas™)                               | 20 psi                            | 30 psi                            | 35 psi                            | da 20 psi a 50 psi                                    |
| Temperature* (Temperatura)  | da 0 °C a 200 °C                  | da 425 °C a 650 °C                | da 550 °C a 750 °C                | Fino a 750 °C   |
| Declustering Potential (DP) (Potenziale di declustering) **                 | Positiva: 70 V<br>Negativa: -70 V | Positiva: 70 V<br>Negativa: -70 V | Positiva: 70 V<br>Negativa: -70 V | Positiva: da 0 V a 400 V<br>Negativa: da -400 V a 0 V |
| Probe vertical micrometer setting (Impostazione sonda micrometro verticale) | da 10 a 13                        | da 0 a 2                          | 0                                 | da 0 a 13   |

## Parametri e voltaggi della sorgente

**Tabella B-1 Ottimizzazione dei parametri per la sonda TurbolonSpray® (continua)**

| Parametri  | Valori tipici |          |          | Gamma di esercizio |
|--|---------------|----------|----------|--------------------|
|  |               |          |          |                    |
| Probe horizontal micrometer setting (Impostazione sonda micrometro orizzontale)  | da 5 a 8      | da 5 a 8 | da 5 a 8 | da 0 a 10          |
| * I valori di temperatura ottimali dipendono dal composto e dalla composizione della fase mobile (un contenuto acquoso più elevato richiede una temperatura più alta). Zero (0) indica che non è applicata alcuna temperatura. |               |          |          |                    |
| ** I valori DP dipendono dal composto.   |               |          |          |                    |

## Parametri sonda APCI

**Tabella B-2 Ottimizzazione dei Parametri per la sonda APCI**

| Parametro   | Valore tipico                     | Gamma di esercizio                                    |
|---|-----------------------------------|---|
| Velocità di flusso LC   | 1.000 µl/min                      | da 200 µl/min a 2.000 µl/min                          |
| Gas 2 (gas di nebulizzazione)   | 30                                | da 0 a 90   |
| Curtain Gas™ supply (Erogazione Curtain Gas™)                               | 25                                | da 20 a 50  |
| Temperature* (Temperatura)  | 400°C                             | da 100 °C a 750 °C                                    |
| Nebulizer Current (NC) (Corrente del Nebulizzatore)                         | Positiva: 2<br>Negativa: -2       | Positiva: da 1 a 5<br>Negativa: da -1 a 0             |
| Declustering Potential (DP) (Potenziale di declustering)                    | Positiva: 60 V<br>Negativa: -60 V | Positiva: da 0 V a 300 V<br>Negativa: da -300 V a 0 V |
| Probe vertical micrometer setting (Impostazione sonda micrometro verticale) | 4 mm                              | Scala da 0 mm a 13 mm                                 |
| * Il valore della temperatura dipende dal composto.                         |                                   |   |

## Descrizione parametri

Tabella B-3 Parametri dipendenti dalla sorgente

| Parametro   | Descrizione   |
|---|---|
| Ion Source Gas 1 (GS1) (Sorgente di ionizzazione Gas 1) | Controlla il gas di nebulizzazione per la sonda TurbolonSpray <sup>®</sup> . Fare riferimento a <a href="#">Principi di funzionamento - Sorgente di ionizzazione a pagina 51</a> .  |
| Ion Source Gas 2 (GS2) (Sorgente di ionizzazione Gas 2) | <p>Sonda TurbolonSpray<sup>®</sup>: controlla il gas ausiliario. La sensibilità migliore si ottiene quando la combinazione di temperatura (TEM) e velocità di flusso del gas ausiliario (GS2) porta il solvente LC ad un punto in cui è quasi completamente vaporizzato. Per ottimizzare il GS2 incrementare il flusso, in modo da ottenere il miglior segnale o rapporto segnale-rumore. Se si nota un aumento significativo del rumore di fondo, ridurre il valore. Un flusso troppo elevato di gas può generare rumore o instabilità del segnale.</p> <p>Sonda APCI: controlla il gas di nebulizzazione.<br/>Fare riferimento a <a href="#">Principi di funzionamento - Sorgente di ionizzazione a pagina 51</a>.</p>                  |
| Curtain Gas (CUR)                                       | <p>Controlla il flusso di gas nell'interfaccia del Curtain Gas<sup>™</sup>. L'interfaccia del Curtain Gas è posizionata tra la piastra Curtain e l'orifizio. Impedisce all'aria presente nell'ambiente e alle goccioline di solvente di entrare e contaminare le ottiche ioniche, permettendo allo stesso tempo il convogliamento degli ioni campione nella camera da vuoto tramite i campi elettrici generati tra l'interfaccia di vuoto e l'ago del nebulizzatore. La contaminazione delle ottiche ioniche di ingresso riduce la trasmissione al Q0, la stabilità e la sensibilità, e aumenta inoltre il rumore di fondo.</p> <p>Mantenere il flusso di Curtain Gas<sup>™</sup> il più alto possibile senza perdere la sensibilità.</p> |
| Temperature (TEM) (Temperatura)                         | <p>Controlla il calore applicato al campione per vaporizzarlo. La temperatura ottimale è la temperatura più bassa alla quale il campione è completamente vaporizzato.</p> <p>La temperatura è applicabile contemporaneamente a entrambe le sonde.</p> <p>Ottimizzare a incrementi di 50 °C.</p>   |

**Tabella B-3 Parametri dipendenti dalla sorgente (continua)**

| Parametro  | Descrizione  |
|--|--|
| Temperature (TEM) (Temperatura) - TurbolonSpray <sup>®</sup> probe (sonda TurbolonSpray <sup>®</sup> ) | <p>Controlla la temperatura del gas ausiliario nella sonda TurbolonSpray<sup>®</sup>.</p> <p>La sensibilità migliore si ottiene quando la combinazione di temperatura (TEM) e velocità di flusso del gas ausiliario (GS2) porta il solvente LC a raggiungere un punto in cui è quasi completamente vaporizzato.</p> <p>Quando il contenuto organico del solvente aumenta, la temperatura ottimale della sonda diminuisce. Con solventi costituiti da 100% metanolo o acetonitrile, le prestazioni della sonda possono essere ottimizzate a temperature non inferiori ai 300 °C. I solventi acquosi costituiti da 100% acqua a un flusso di circa 1.000 µL/min richiedono una temperatura massima della sonda di 750 °C.</p> <p>Se la temperatura è impostata a valori troppo bassi, la vaporizzazione resta incompleta e grandi e visibili goccioline sono espulse nel corpo della sorgente di ionizzazione.</p> <p>Se la temperatura è impostata su valori troppo alti, il solvente può essere vaporizzato prematuramente alla punta della sonda, specialmente se la sonda è posizionata troppo in basso (da 5 mm a 13 mm).</p> |
| Temperature (TEM) (Temperatura) - APCI probe (sonda APCI)  | <p>Controlla la temperatura nella sonda APCI.</p> <p>Quando il contenuto organico del solvente aumenta, la temperatura ottimale della sonda diminuisce. Con solventi costituiti da 100% metanolo o acetonitrile, le prestazioni della sonda possono essere ottimizzate a temperature non inferiori ai 400 °C a velocità di flusso di 1.000 µL/min. I solventi acquosi costituiti da 100% acqua a un flusso di circa 2.000 µL/min richiedono una temperatura minima della sonda di 700 °C.</p> <p>Se la temperatura è impostata a valori troppo bassi, la vaporizzazione resta incompleta e grandi e visibili goccioline sono espulse nel corpo della sorgente di ionizzazione.</p> <p>Se la temperatura è impostata su valori troppo alti, avviene la degradazione termica del campione.</p>   |
| Nebulizer Current (NC) (Corrente del nebulizzatore)  | <p>Controlla la corrente applicata all'ago di scarica a corona nella sonda APCI. La scarica ionizza le molecole di solvente, che a loro volta ionizzano le molecole del campione. Per la sonda APCI la corrente applicata all'ago di scarica a corona (NC) è ottimizzata solitamente in un intervallo piuttosto ampio (da 1 mA a 5 mA circa in modalità positiva). Ottimizzare iniziando con un valore di 1 e aumentarlo fino a raggiungere il miglior segnale o rapporto segnale-rumore. Se aumentando la corrente non si osserva alcun cambiamento nel segnale, lasciare la corrente al valore più basso che fornisce la migliore sensibilità (ad esempio, 2 mA).</p>  |

**Tabella B-3 Parametri dipendenti dalla sorgente (continua)**

| Parametro  | Descrizione  |
|--|--|
| IonSpray Voltage (IS)<br>(Tensione IonSpray)         | <p>La tensione IonSpray™ viene usata sia per la sonda TurbolonSpray® che per APCI. È applicabile contemporaneamente ad entrambe le sonde.</p> <p>Controlla TurbolonSpray® la tensione applicata al nebulizzatore che ionizza il campione nella sorgente di ionizzazione. Dipende dalla polarità e influenza la stabilità del getto e la sensibilità.</p> <p>Sonda APCI: controlla la corrente applicata all'ago di scarica a corona. La scarica ionizza le molecole di solvente, che a loro volta ionizzano le molecole del campione. La corrente si ottimizza solitamente su un intervallo ampio.</p> |
| Interface Heater (ihe)<br>(Riscaldatore interfaccia) | <p>Questo parametro è sempre attivo per gli spettrometri di massa della serie 3500, 4500, 5500, 6500 e 6500<sup>+</sup>.</p> <p>Il parametro ihe consente di attivare o disattivare il funzionamento del riscaldatore di interfaccia. Riscaldare l'interfaccia permette di massimizzare il segnale degli ioni e impedisce la contaminazione delle ottiche ioniche. A meno che il composto che si desidera analizzare sia estremamente fragile, è consigliabile riscaldare l'interfaccia.</p>   |

## Posizione della sonda

La posizione della sonda può influenzare la sensibilità dell'analisi. Fare riferimento a [Ottimizzazione della sorgente di ionizzazione a pagina 24](#) per ulteriori informazioni su come ottimizzare la posizione della sonda.

## Composizione dei solventi

La concentrazione standard del formiato d'ammonio o dell'acetato d'ammonio va da 2 mmol/L a 10 mmol/L per gli ioni positivi e da 2 mmol/L a 50 mmol/L per gli ioni negativi. La concentrazione degli acidi organici è compresa tra 0,1% e 0,5% in volume per la sonda TurbolonSpray® e tra 0,1% e 2,0% in volume per la sonda APCI.

I solventi comunemente impiegati sono:

- Acetonitrile
- Metanolo
- Propanolo
- Acqua

I modificatori comunemente impiegati sono:

- Acido acetico
- Acido formico

## Parametri e voltaggi della sorgente

---

- Formiato d'ammonio
- Acetato d'ammonio

I seguenti modificatori non sono di norma impiegati, in quanto complicano lo spettro con le loro miscele ioniche e le combinazioni in cluster. Possono anche sopprimere la forza del segnale ionico del composto bersaglio:

- Trietilammina (TEA)
- Fosfato di sodio
- Acido trifluoroacetico (TFA)
- Dodecilsolfato di sodio (SLS)

# Elenco materiali di consumo e parti di ricambio

# C

Le tabelle seguenti elencano i componenti inclusi nel kit materiali di consumo (PN 1005603) nonché le parti di ricambio per la sorgente di ionizzazione DuoSpray™.

**Tabella C-1 Parti ordinabili**

| Codice  | Quantità | Descrizione  |
|---------|----------|--|
| 016316  | 100 cm   | Tubazione PEEK, rosso, d.e. 1/16 poll. × 0.005 alesaggio. Fare riferimento alla <a href="#">Sostituzione del tubo del campione a pagina 46</a> . |
| 016325  | 5        | Fissaggio PEEK, marrone, 10-32 × 1/16". Fare riferimento alla <a href="#">Sostituzione del tubo del campione a pagina 46</a> .                   |
| 025388  | 1        | Elettrodo, nebulizzatore. Fare riferimento alla <a href="#">Sostituzione dell'elettrodo tubolare a pagina 40</a> .                               |
| 025392  | 1        | Elettrodo, TurbolonSpray. Fare riferimento alla <a href="#">Sostituzione dell'elettrodo tubolare a pagina 40</a> .                               |
| 027471  | 2        | Fissaggio Graph-tite in PEEK, 1/16"  |
| 1005601 | 1        | Kit tubazione in PEEK per il collegamento alla sonda TurbolonSpray®, 30 cm   |
| 1005602 | 1        | Kit tubazione in PEEK per il collegamento alla sonda APCI, 45 cm   |
| 025348  | 1        | Raccordo in PEEK nella sonda   |
| 026626  | 1        | Molla per la sonda   |

**Tabella C-2 Ricambi**

| Codice  | Quantità | Descrizione  |
|---------|----------|--|
| 1006177 | 1        | Punta dell'ago di scarica a corona APCI. Fare riferimento alla <a href="#">Sostituzione della punta dell'ago di scarica a corona a pagina 43</a> . |
| 1006174 | 1        | Asta dell'ago di scarica a corona APCI   |
| 027497  | 1        | Molla placcata in oro per collegamento HV  |
| 027013  | 1        | Molla per l'ago di scarica a corona  |

# Cronologia delle revisioni

---

| <b>Numero documento</b> | <b>Motivazione della modifica</b>   | <b>Data</b> |
|-------------------------|---|-------------|
| RUO-IDV-05-2096-A       | Sostituisce il documento numero: D1000044566 F. Aggiunto supporto per gli strumenti della serie 6500 <sup>+</sup> . Ridenominato. | Agosto 2015 |