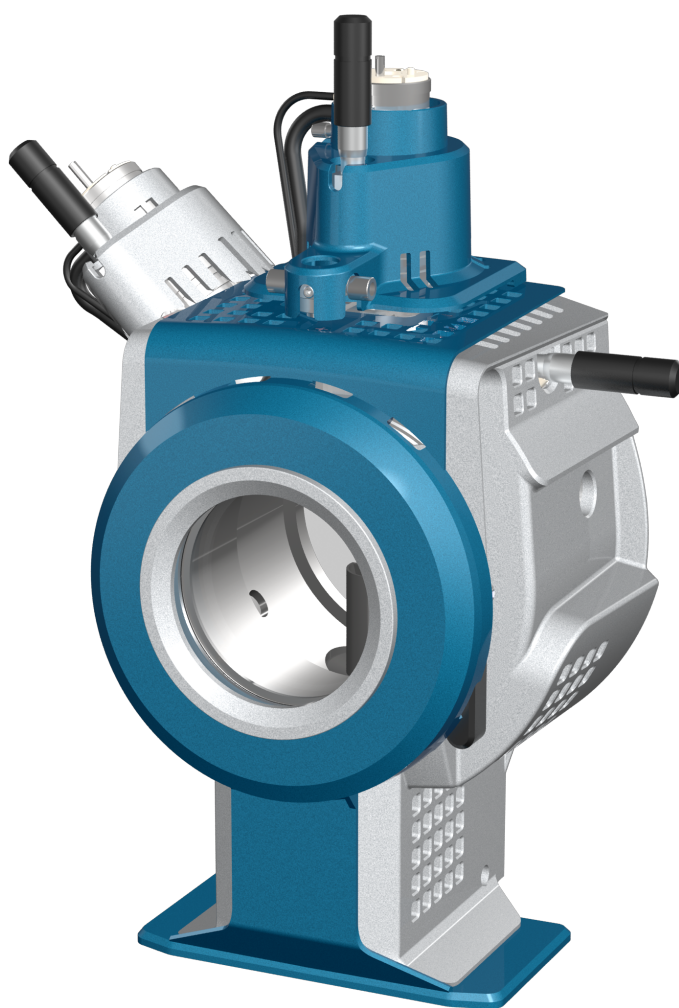


DuoSpray™-Ionenquelle

für TripleTOF®-Systeme

Bedienerhandbuch



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

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

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

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

Nur für Forschungszwecke. Nicht zur Verwendung bei Diagnoseverfahren.

AB Sciex tätigt Geschäfte als SCIEX.

Die in diesem Dokument angegebenen Marken sind Eigentum von AB Sciex Pte. Ltd. oder ihrer jeweiligen Eigentümer.

AB SCIEX™ wird unter Lizenz verwendet.

© 2017 AB Sciex



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

Inhalt

Kapitel 1 Vorsichtsmaßnahmen und Einschränkungen für den Betrieb.....	5
Vorsichtsmaßnahmen und Gefahren beim Betrieb.....	5
Chemische Vorsichtsmaßnahmen.....	6
Sichere Systemflüssigkeiten.....	7
Laborbedingungen.....	8
Betriebsbedingungen.....	8
Leistungsspezifikationen.....	8
Verwendung und Änderungen der Ausrüstung.....	9
Kontakt.....	9
Weiterführende Dokumentation.....	10
Technischer Support.....	10
Kapitel 2 Einführung in die Ionenquellen.....	11
Ionisationsmodi.....	11
ESI-Modus.....	11
APCI-Modus.....	11
Komponenten der Ionenquelle.....	12
Probes.....	13
TurbolonSpray® -Probe.....	13
APCI-Probe.....	14
Gas- und elektrische Anschlüsse.....	15
Ionenquellen-Sensorschaltung.....	15
Quellenabluftanlage (Exhaust).....	16
Kapitel 3 Installation der Ionenquelle.....	18
Vorbereitung der Installation.....	18
Installieren der Probe.....	19
Anschließen der Ionenquelle zur Probeninjizierung mit der TurbolonSpray® -Probe.....	20
Anschließen der Ionenquelle zur Probenzufuhr mit der APCI-Probe.....	20
Installieren Sie die Ionenquelle auf dem Massenspektrometer.....	21
Probeneinlassanforderungen.....	22
Auf Undichtigkeiten überprüfen.....	23
Kapitel 4 Optimieren der Ionenquelle.....	24
Probeninjektion.....	25
Methode.....	25
Flussrate.....	25
TurbolonSpray® -Doppelprobe.....	25
Durchflussrate und Temperatur der Ionenquelle.....	26
Einrichten des Systems.....	26
System vorbereiten.....	26
Einstellen der Startbedingungen.....	27
Optimieren der TurbolonSpray® -Probeposition.....	27

Optimieren von Quellen- und Gas-Parametern sowie der Spannung.....	28
Optimieren der Temperatur des Turboheizers.....	29
Optimierung der APCI-Probe.....	30
Einrichten des Systems.....	31
System vorbereiten.....	31
Einstellen der Startbedingungen.....	31
Optimieren von Gas 2 und Curtain Gas™ Fluss.....	32
Einstellen der Position der Koronaentladungsnadel.....	32
Optimieren der Position der APCI-Probe	32
Optimieren der IonSpray™-Probe Schwebespannung.....	34
Optimieren der Temperatur der APCI-Probe.....	34
Tipps zur Optimierung.....	34
Kapitel 5 Wartung der Ionenquelle.....	36
Empfohlener Wartungsplan.....	37
Entfernen der Ionenquelle.....	38
Reinigen Sie die Oberflächen der Ionenquelle.....	39
Probe reinigen.....	39
Entfernen der Probe.....	40
Ersetzen der Elektrode.....	40
Tauschen Sie die Spitze der Koronaentladungsnadel aus.....	42
Koronaentladungsnadel ersetzen.....	43
Ersetzen Sie die Probenkapillare.....	45
Lagerung und Handhabung.....	45
Kapitel 6 Fehlerbehebung.....	47
Anhang A Grundlagen der Handhabung – Ionenquelle.....	50
Elektrospray-Ionisationsmethode.....	50
APCI-Modus.....	51
APCI-Ionisationsbereich.....	54
Anhang B Quellen-Parameter und Spannungen.....	56
TurbolonSpray®-Probe.....	56
Parameter der APCI-Probe.....	57
Parameter-Beschreibungen.....	57
Probeposition.....	59
Zusammensetzung der Lösungsmittel.....	60
Anhang C Glossar der Symbole.....	61

Vorsichtsmaßnahmen und Einschränkungen für den Betrieb

1

Hinweis: Lesen Sie vor der Bedienung des Systems alle Abschnitte dieses Handbuchs sorgfältig.

Dieser Abschnitt enthält allgemeine sicherheitsrelevante Informationen. Er beschreibt ebenfalls mögliche Gefahren und die damit verbundenen Warnhinweise für das System und die Vorsichtsmaßnahmen, die getroffen werden sollten, um Gefahren zu minimieren.

Bitte beachten Sie zusätzlich zu diesem Abschnitt auch [Glossar der Symbole auf Seite 61](#). Dort finden Sie Informationen über die Symbole und Konventionen, die im Zusammenhang mit dem System in der Laborumgebung und in dieser Dokumentation verwendet werden.

Vorsichtsmaßnahmen und Gefahren beim Betrieb

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



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



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



WARNHINWEIS! Gefahr durch heiße Oberfläche. Lassen Sie die Ionenquelle vor Beginn der Wartungsarbeiten mindestens 30 Minuten abkühlen. Die Oberflächen der Ionenquelle erhitzen sich während des Betriebs.



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



WARNHINWEIS! Strahlengefährdung, Biogefährdung, oder toxisch-chemische Gefahr. Überprüfen Sie bei einem Chemieunfall die Sicherheitsdatenblätter auf spezifische Anweisungen. Vergewissern Sie sich, dass sich das System im Standby-Modus befindet, bevor Sie ausgelaufene Flüssigkeiten in der Nähe der Ionenquelle säubern. Verwenden Sie eine geeignete persönliche Schutzausrüstung und Absorptionstücher, um ausgelaufene Flüssigkeiten aufzunehmen, und entsorgen Sie die ausgelaufenen Materialien entsprechend den lokalen Vorschriften.



WARNHINWEIS! Umweltgefährdung. Entsorgen Sie die Systemkomponenten nicht mit dem Hausmüll. Befolgen Sie die lokalen Vorschriften für die Entsorgung von Komponenten.



WARNHINWEIS! Stromschlaggefahr. Vermeiden Sie den Kontakt mit der Hochspannung, die während des Betriebs an der Ionenquelle anliegt. Schalten Sie das System in den Standby-Modus, bevor Sie den Probenschlauch oder andere Ausrüstungsteile in der Nähe der Ionenquelle anpassen.

Chemische Vorsichtsmaßnahmen



WARNHINWEIS! Strahlengefährdung, Biogefährdung oder toxisch-chemische Gefahren. Klären Sie vor der Reinigung oder Wartung, ob eine Dekontamination erforderlich ist. Der Kunde muss das System vor der Reinigung oder vor Wartungsarbeiten dekontaminieren, wenn radioaktive Stoffe, biologische Wirkstoffe oder giftige Chemikalien in dem System eingesetzt wurden.



WARNHINWEIS! Umweltgefährdung. Entsorgen Sie die Systemkomponenten nicht mit dem Hausmüll. Befolgen Sie die lokalen Vorschriften für die Entsorgung von Komponenten.



WARNHINWEIS! Biogefährdung, toxisch-chemische Gefahren. Befestigen Sie den Ablaufschlauch ordnungsgemäß am Massenspektrometer und am Quellenabluftauffangbehälter, um ein Auslaufen zu verhindern.

- Bestimmen Sie, welche Chemikalien im System vor dem Einsatz und der regelmäßigen Wartung verwendet wurden. Informationen zu Gesundheits- und Sicherheitsvorkehrungen, die im Zusammenhang mit Chemikalien zu beachten sind, finden Sie in den *Sicherheitsdatenblättern*.

- Führen Sie alle Arbeiten nur in einem gut belüfteten Raum oder unter einer Abzugshaube durch.
- Tragen Sie immer die Ihnen zugewiesene persönliche Schutzausrüstung, einschließlich puderfreier Neopren- oder Nitril-Handschuhe, einer Schutzbrille und einem Laborkittel.
- Vermeiden Sie Zündquellen bei Arbeiten mit brennbaren Materialien, wie z. B. Isopropanol, Methanol und andere brennbare Lösungsmittel.
- Lassen Sie in der Verwendung und Entsorgung von Chemikalien Vorsicht walten. Potenzielles Risiko für Personenschäden, wenn die ordnungsgemäßen Verfahren zur Handhabung und Entsorgung von Chemikalien nicht befolgt werden.
- Bei der Reinigung Hautkontakt mit Chemikalien vermeiden und Hände nach Gebrauch waschen.
- Vergewissern Sie sich, dass alle Abluftschläuche ordnungsgemäß angeschlossen sind und alle Anschlüsse wie gewünscht funktionieren.
- Sammeln Sie alle gebrauchten Flüssigkeiten und entsorgen Sie diese als gefährlichen Abfall.
- Befolgen Sie alle lokalen Vorschriften für die Lagerung, den Umgang und die Entsorgung mit biogefährdenden, giftigen oder radioaktiven Stoffen.
- (Empfohlen) Verwenden Sie unter der Vakuumpumpe, den Lösungsmittelflaschen und dem Abfallaufnahmebehälter eine zweite Auffangschale zur Aufnahme von potenziell verschütteten Chemikalien.

Sichere Systemflüssigkeiten

Die folgenden Flüssigkeiten können mit dem System sicher verwendet werden.

VORSICHT! Mögliche Schäden am System. Verwenden Sie keine anderen Flüssigkeiten, bevor SCIEX nicht bestätigt, dass dadurch keine Gefahren entstehen. Diese Liste ist nicht vollständig.

- **Organische Lösungsmittel**
 - Acetonitril, MS-Qualität, bis zu 100 %
 - Methanol, MS-Qualität, bis zu 100 %
 - Isopropanol, bis zu 100 %
 - Wasser, HPLC-Qualität oder höher, bis zu 100 %
 - Tetrahydrofuran, bis zu 100 %
 - Toluol und andere aromatische Lösungsmittel, bis zu 100 %
 - Hexane, bis zu 100 %
- **Puffer**
 - Ammoniumacetat, weniger als 1 %
 - Ammoniumformiat, weniger als 1 %
 - Phosphat, weniger als 1 %

- **Säuren und Basen**

- Ameisensäure, weniger als 1 %
- Essigsäure, weniger als 1 %
- Trifluoressigsäure (TFA), weniger als 1 %
- Heptafluorbuttersäure (HFBA), weniger als 1 %
- Ammoniak/Ammoniumhydroxid, weniger als 1 %
- Phosphorsäure, weniger als 1 %
- Trimethylamin, weniger als 1 %
- Triethylamin, weniger als 1 %

Laborbedingungen

Betriebsbedingungen

Das System für den sicheren Betrieb unter diesen Bedingungen ausgelegt:

- Innenbereich
- Höhe: bis zu 2.000 m (6.400 Fuß) über dem Meeresspiegel
- Umgebungstemperatur: 5 °C (41 °F) bis 40 °C (104 °F)
- Relative Luftfeuchtigkeit: 80 % für Temperaturen bis zu 31 °C (88 °F), linear abnehmend bis 50 % bei 40 °C (104 °F)
- Spannungsschwankungen der Netzversorgung: ± 10 % der Nennspannung
- Transiente Überspannungen: bis zu einem Niveau der Überspannungskategorie II
- Temporäre Überspannungen an der Netzversorgung
- Grad der Umweltverschmutzung: Grad der Umweltverschmutzung 2

Leistungsspezifikationen

Das System für die Einhaltung der Spezifikationen unter diesen Bedingungen ausgelegt:

- Umgebungstemperatur: 15 °C (59 °F) bis 30 °C (86 °F)
Im Laufe der Zeit darf die Temperatur um nicht mehr als 4 °C (7,2 °F) schwanken, wobei die Temperaturänderungsrate nicht mehr als 2 °C (3,6 °F) pro Stunde betragen darf. Schwankungen der Umgebungstemperatur, die die Grenzwerte übersteigen, können zu Masseverschiebungen in den Spektren führen.
- Relative Luftfeuchtigkeit: 20 % bis 80 %, nicht kondensierend

Verwendung und Änderungen der Ausrüstung



WARNHINWEIS! Gefahr für Personenschäden. Wenden Sie sich an einen Vertreter von SCIEX, wenn eine Installation, Anpassung oder Ortsveränderung des Produkts notwendig ist.



WARNHINWEIS! Stromschlaggefahr. Entfernen Sie nicht die Abdeckungen. Durch das Entfernen der Abdeckungen kann es zu Verletzungen oder Fehlfunktionen des Systems kommen. Die Abdeckungen müssen für routinemäßige Wartungsarbeiten, Inspektionen oder Einstellungen nicht entfernt werden. Bei Reparaturen, die eine Entfernung der Hauptabdeckung erfordern, wenden Sie sich bitte an einen SCIEX-Außendienstmitarbeiter (FSE).



WARNHINWEIS! Gefahr für Personenschäden. Verwenden Sie ausschließlich von SCIEX empfohlene Teile. Die Verwendung von Teilen, die nicht von SCIEX empfohlen werden oder die Verwendung von Teilen für Zwecke, die nicht dem empfohlenen Verwendungszweck entsprechen, kann den Benutzer gefährden oder die Systemleistung beeinträchtigen.

Verwenden Sie das Massenspektrometer und die Ionenquelle im Innenbereich in einem Labor, das den empfohlenen Umgebungsbedingungen im *Handbuch zur Standortplanung* entspricht.

Wenn das Massenspektrometer und die Ionenquelle in einer Umgebung oder in einer Weise verwendet werden, die nicht den Vorschriften des Herstellers entspricht, kann der im Gerät eingebaute Schutz beeinträchtigt werden.

Unautorisierte Veränderungen oder Bedienungen des Massenspektrometers und der Ionenquelle können zu Personenschäden und Schäden am Gerät und zum Erlöschen der Garantie führen. Wenn das Massenspektrometer und die Ionenquelle unter Umgebungsbedingungen, die über oder unter dem empfohlenen Bereich liegen, oder mit nicht genehmigten Änderungen betrieben wird, können fehlerhafte Daten erzeugt werden. Informationen zur Wartung des Systems erhalten Sie von einem Außendienstmitarbeiter.

Kontakt

SCIEX Support

- sciex.com/contact-us
- sciex.com/request-support

Kundenschulung

- In Nordamerika: NA.CustomerTraining@sciex.com
- In Europa: Europe.CustomerTraining@sciex.com

- Die Kontaktinformationen für Länder außerhalb der EU und Nordamerikas finden Sie unter sciex.com/education.

Online-Lernzentrum

- [SCIEXUniversity](https://sciex.com/education)

Cybersicherheit

Die aktuellsten Hinweise zur Cybersicherheit von SCIEX-Produkten finden Sie unter sciex.com/Documents/brochures/win7-SecurityGuidance.pdf.

Weiterführende Dokumentation

Softwareprodukt dokumentationen entnehmen Sie den Versionshinweisen oder dem mit der Software mitgelieferten Software-Installationshandbuch. Dokumentationen für die Hardwareprodukte können auf der mit dem System oder der Komponente mitgelieferten *Kundendokumente*-DVD gefunden werden.

Die neuesten Versionen der Dokumentation finden Sie auf der SCIEX Website unter sciex.com.

Informationen über die Symbole und Konventionen, die im Zusammenhang mit dem System in der Laborumgebung und in dieser Dokumentation verwendet werden finden Sie in [Glossar der Symbole auf Seite 61](#).

Technischer Support

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

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

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

Die DuoSpray™-Ionenquelle mit dem optionalen Kalibrierungs-Abgabesystem (CDS) kann zur Injektion von Kalibriermittel zur automatischen Massenkalisierung des Massenspektrometers verwendet werden. Durch das CDS wird sichergestellt, dass die Massengenauigkeit des Systems während der Batch-Erfassung aufrechterhalten wird. Weitere Informationen finden Sie im *Bedienerhandbuch zum Calibrant Delivery System*.

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

Ionisationsmodi

ESI-Modus

Elektrospray-Ionisation (ESI) erzeugt Gasphasenionen von Analyten in einer Probe, indem eine Hochspannung an den durch eine Nadel fließenden Probenfluss angelegt wird. Mithilfe des beheizten Gasflusses erzeugt die ESI ein- und mehrfach geladene Ionen unter relativ sanften Bedingungen und ist daher für einen großen Bereich an Verbindungen geeignet, u. a. für kleine Moleküle wie Arzneimittel oder Pestizide sowie für größere Moleküle wie Peptide, Proteine und andere Biopolymere. Die Empfindlichkeit hängt von den chemischen Eigenschaften der Analyten, der Flussrate des Gases, der Temperatur und Spannung sowie von der Zusammensetzung der mobilen Phase ab.

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

Siehe [Elektrospray-Ionisationsmethode auf Seite 50](#).

APCI-Modus

Der APCI-Modus eignet sich für:

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

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

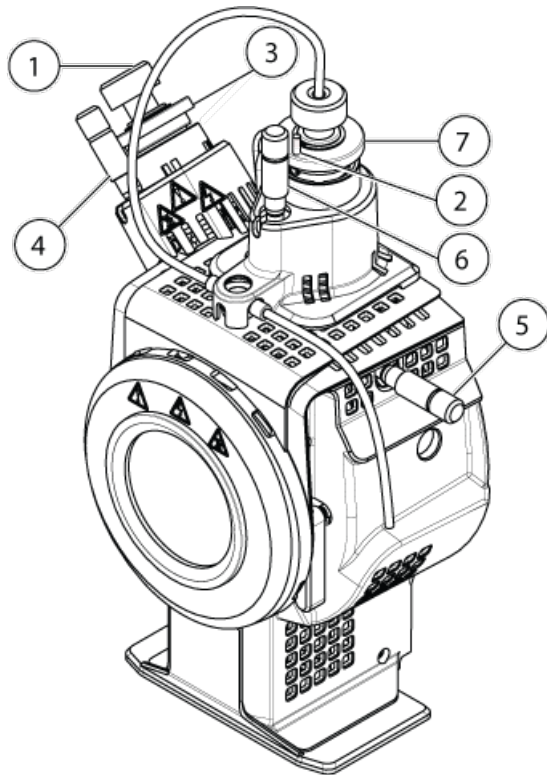
Die APCI-Technik kann für flüchtige und labile Verbindungen bei minimaler thermischer Zersetzung verwendet werden. Die schnelle Desolvatisierung und Verdampfung der Tröpfchen und mitgerissenen Analyten minimiert die thermische Zersetzung und bewahrt die molekulare Identität für die Ionisierung durch die Koronaentladungsnadel. Puffer werden von der Ionenquelle ohne nennenswerte Verunreinigung toleriert und aufgrund der Flash-Verdampfung des zerstäubten Probenstroms kann bis zu 100 % Wasser verwendet werden. Die Probe ist in der Lage, den gesamten flüssigen Probenstrom, ohne Splitting, bei Flussraten von 200 µl/min bis 3000 µl/min (durch eine Säule mit großem Durchmesser) aufzunehmen.

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

Komponenten der Ionenquelle

[Abbildung 2-1](#) zeigt die Teile der Ionenquelle.

Abbildung 2-1 Komponenten der Ionenquelle



Position	Beschreibung
1	Elektrodenstellmutter
2	Koronaentladungsnadel-Einstellschraube
3	APCI-Probe

Position	Beschreibung
4	Mikrometer zur Positionierung der APCI-Probe auf der vertikalen Achse, um die Empfindlichkeit der Ionenquelle anzupassen
5	Mikrometer für die TurbolonSpray®-Probe zur Positionierung der horizontalen Achse, um die Empfindlichkeit der Ionenquelle anzupassen
6	Mikrometer für die TurbolonSpray®-Probe zur Positionierung der vertikalen Achse, um die Empfindlichkeit der Ionenquelle anzupassen
7	TurbolonSpray®-Probe

Probes

Die TurbolonSpray®- und APCI-Probes ermöglichen eine Reihe von Probestests. Wählen Sie die Probe und Methode, die sich am besten für die Verbindungen in der Probe eignen.

Die DuoSpray™-Ionenquelle ist so konzipiert, dass die beiden Probes bei der Installation nicht gegeneinander ausgetauscht werden können.

Tabelle 2-1 Spezifikation der Ionenquellen

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

Wenn das optionale CDS verwendet wird, kann der Benutzer durch Wechseln des Anschlusses der Proben- und Kalibriersubstanzkapillaren („Replumbing“) zwischen den Ionisationsmodi wechseln.

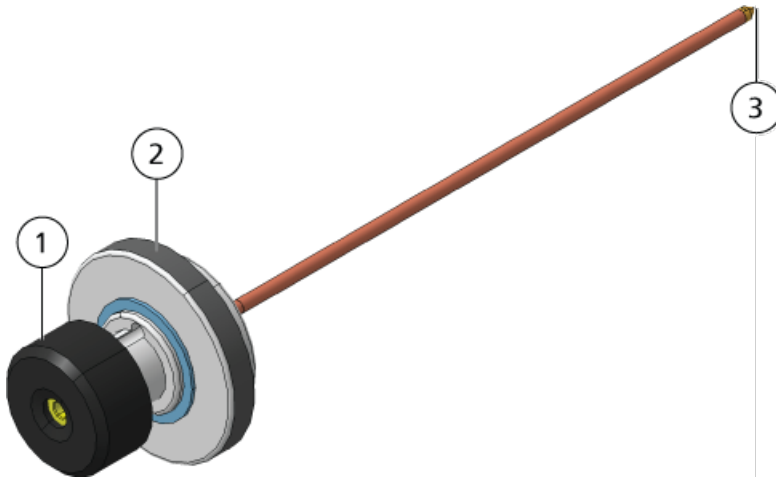
TurbolonSpray®-Probe

Die TurbolonSpray®-Probe besteht aus einem Edelstahlröhrchen mit einem Außendurchmesser (AD) von 0,012 Zoll. Sie befindet sich mittig in einem 45-Grad-Winkel zu einem Turboheizer auf der rechten Seite (Frontansicht auf die Ionenquelle). Proben die durch die TurbolonSpray®-Probe eingeführt werden, werden in der Rohrleitung durch hohe Spannung (IonSpray™-Spannung) ionisiert. Und dann durch einen Strahl von heißem, trockenem und ultrareinem Stickstoffgas aus den Turboheizern zerstäubt, wodurch ein Nebel aus

Einführung in die Ionenquellen

kleinen, hoch aufgeladenen Tröpfchen entsteht. Die Kombination aus IonSpray™-Probenstrom und erhitztem Trockengas aus dem Turbozerstäuber wird in einem 90-Grad-Winkel auf den Ionenpfad gesprüht. Siehe [Grundlagen der Handhabung – Ionenquelle auf Seite 50](#).

Abbildung 2-2 Teile der TurbolonSpray®-Probe



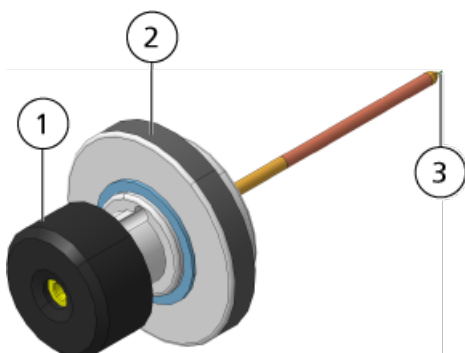
Position	Beschreibung
1	Elektrodenstellmutter (schwarzer Ring), die den Überstand der Elektrodenspitze einstellt
2	Sicherungsring, der die Probe an der Probeturm auf dem Ionenquellengehäuse befestigt
3	Elektrodenspitze, durch die Proben in den Probeneinlassbereich der Ionenquelle gesprüht werden

APCI-Probe

Die APCI-Probe besteht aus einer Edelstahlkapillare mit einem Innendurchmesser (ID) von 100 µm (0,004 Zoll), die von einem Strom aus Zerstäubergas (Gas 2) Der flüssige Probenstrom wird durch den Zerstäuber gepumpt, wo er in einem beheizten Keramikrohr vernebelt wird. Die Innenwand des Keramikrohrs kann in einem Temperaturbereich von 100 °C bis 750 °C gehalten werden und wird von dem Sensor überwacht, der in den Heizer integriert ist.

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

Abbildung 2-3 Teile der APCI-Probe



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

Gas- und elektrische Anschlüsse

Gasanschlüsse sowie Niedrig- und Hochspannungsanschlüsse verlaufen durch die Vorderplatte der Schnittstelle und werden intern durch das Ionenquellengehäuse angeschlossen. Wenn die Ionenquelle am Massenspektrometer installiert wird, liegen alle elektrischen Anschlüsse und Gasanschlüsse vollständig vor.

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

- Es verhindert ein Zurückströmen in die Probesäule (Teil der Quelle) und vermeidet so die Ansammlung von Verunreinigungen.
- Es ergänzt das Heizergas, indem es einen Gasstrom in den Mitreibbereich des Zerstäubergases leitet und so die Zirkulation verringert und die Sprühleistung verbessert.
- Es trägt zur Abkühlung des Säulenbereichs während des Betriebs bei hoher Hitze abzukühlen (wie z. B. im APCI-Modus).

Ionenquellen-Sensorschaltung

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

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

- Die Ionenquelle zu heiß geworden ist.

Quellenabluftanlage (Exhaust)



WARNHINWEIS! Strahlengefährdung, Biogefährdung oder toxisch-chemische Gefahren. Stellen Sie sicher, dass die Quellenabluftanlage angeschlossen ist und funktioniert, damit die Probendampfabluft aus der Laborumgebung sicher entfernt werden. Aus der Ausrüstung austretende Emissionen müssen in das Hauptabluftsystem des Gebäudes geleitet werden und dürfen nicht in den Arbeitsbereich des Labors gelangen. Anforderungen an die Quellenabluftanlage siehe *Handbuch zur Standortplanung*.



WARNHINWEIS! Strahlengefährdung, Biogefährdung oder toxisch-chemische Gefahren. Entlüften Sie die Quellenabluftanlage über eine speziell dafür vorgesehene Laborabzugshaube oder ein externes Entlüftungssystem, damit gefährliche Dämpfe nicht in der Laborumgebung freigesetzt werden.



WARNHINWEIS! Strahlengefährdung, Biogefährdung oder toxisch-chemische Gefahren. Wenn ein LC-System mit dem Massenspektrometer verwendet wird und das Quellen-Abluftsystem nicht ordnungsgemäß funktioniert, schalten Sie das LC-System ab, bis das Quellen-Abluftsystem wieder funktioniert.



WARNHINWEIS! Brandgefahr. Führen Sie der Ionenquelle nicht mehr als 3 ml/min entzündliches Lösungsmittel zu. Bei Überschreitung des maximalen Volumenstroms kann sich Lösungsmittel in der Ionenquelle ansammeln. Verwenden Sie die Ionenquelle nur bei ordnungsgemäß installierter Ionenquelle und Probe und wenn die Quellenabluftanlage aktiviert ist und funktioniert.

Hinweis: Stellen Sie sicher, dass alle Abluftleitungen sicher angeschlossen sind, um das Risiko zu verringern, dass Abluft in den Raum austritt.

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

Ein Vakuum-Schalter im Quellenabluftkreislauf misst das Vakuum in der Quelle. Wenn das Vakuum in der Quelle bei installierten Proben über den Sollwert steigt, geht das System in den Abgas-Fehler-Modus (Not Ready) über.

Ein aktives Abgassystem entfernt die Abluft der Ionenquellen (Gase, Lösungsmittel, Probendampf) durch eine Ablassöffnung, ohne dabei ein chemisches Rauschen zu erzeugen. Die Ablassöffnung ist über eine Kammer

und eine Quellenabsaugpumpe an einen Auffangbehälter angeschlossen. Vom Auffangbehälter aus ist die Ablassöffnung an ein vom Kunden bereitgestelltes Absaugsystem angeschlossen. Informationen zu den Belüftungsanforderungen der Quellenabluftanlage finden Sie im *Handbuch zur Standortplanung*.

Hinweis: Das Abluftsystem muss regelmäßig untersucht werden, damit sichergestellt ist, dass die Abzugsleitung intakt ist und dass keine Abluft in den Raum freigesetzt wird.

Installation der Ionenquelle

3



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

Die Ionenquelle ist an eine Vakuumschnittstelle angeschlossen und wird durch zwei Hebel festgehalten. Das Innere der Ionenquelle ist durch die Fenster an der Seite und an der Vorderseite der Ionenquelle sichtbar.

Wenn die Ionenquelle installiert wird, erkennt die Software die Ionenquelle und zeigt die Ionenquellenbezeichnung an.

VORSICHT! Mögliche Schäden am System. Heben oder tragen Sie die Ionenquelle nicht mit einer Hand. Die Ionenquelle ist so konzipiert, dass sie mit den geformten Griffen an jeder Seite der Ionenquelle angehoben oder getragen wird.

Erforderliche Materialien

- Ionenquelle
- TurbolonSpray® -Probe
- APCI-Probe
- Rote PEEK-Kapillare (Durchmesser 0,005 Zoll)

Vorbereitung der Installation



WARNHINWEIS! Gefahr von Stichverletzungen. Seien Sie beim Umgang mit der Elektrode vorsichtig. Die Spitze der Elektrode ist sehr scharf.

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

- Stellen Sie die Elektrodenstellmutter an der Probe ein, um die Elektroden spitze in der Elektrodenröhre zu verschieben.

Für eine optimale Stabilität und Leistung sollte die Elektroden spitze 0,5 bis 1,00 mm aus dem Ende der Probe herausragen. Siehe [Optimieren der TurbolonSpray® -Probeposition auf Seite 27](#) oder [Optimieren der Position der APCI-Probe auf Seite 32](#).

Installieren der Probe



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



WARNHINWEIS! Stromschlaggefahr. Installieren Sie zuerst die Probes in der Ionenquelle und danach die Ionenquelle auf dem Massenspektrometer.

VORSICHT! Mögliche Schäden am System. Um Beschädigungen der Probe zu vermeiden, achten Sie darauf, dass die hervorstehenden Elektroden spitzen bzw. die Koronaentladungsnadel keine Teile des Ionenquellengehäuses berühren.



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

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

Die Probes können bei Bedarf getrennt eingeführt und entfernt werden. Siehe [Entfernen der Ionenquelle auf Seite 38](#).

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

1. Führen Sie die APCI-Probe in die Probesäule ein, sodass sie sich auf der linken Seite der Ionenquelle befindet, wenn das Glasfenster zu Ihnen gerichtet ist und führen Sie den hervorstehenden Kunststoffstab in die Nut der Probe ein. Siehe [Komponenten der Ionenquelle auf Seite 12](#).
2. Drücken Sie vorsichtig auf die Probe, damit die Kontakte mit denen der Probesäule einrasten.
3. Streifen Sie den Sicherungsring über die Probe, schieben Sie ihn nach unten, damit sein Gewinde in das Gewinde der Probesäule greift und ziehen Sie den Ring fest.
4. Führen Sie die TurbolonSpray[®]-Probe in die Probesäule auf der Ionenquelle ein, wobei Sie den hervorstehenden Kunststoffstab in die Nut der Probe einführen.
5. Drücken Sie vorsichtig auf die Probe, damit die Kontakte mit denen der Probesäule einrasten.
6. Streifen Sie den Sicherungsring über die Probe, schieben Sie ihn nach unten, damit sein Gewinde in das Gewinde der Probesäule greift und ziehen Sie den Ring handfest an

Anschließen der Ionenquelle zur Probeninjizierung mit der TurbolonSpray[®]-Probe



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



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

1. Schieben Sie einen 30 cm langen roten PEEK-Schlauch in die Probenschlauchmutter an der Spitze der TurbolonSpray[®]-Probe.
2. Stecken Sie die Probenschlauchmutter an den Anschluss an der Spitze der TurbolonSpray[®]-Probe und ziehen Sie die Probenschlauchmutter handfest an.
3. Schließen Sie das andere Ende des roten PEEK-Schlauchs an den Erdungsanschluss an.

Anschließen der Ionenquelle zur Probenzufuhr mit der APCI-Probe



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



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

1. Schieben Sie einen 30 cm langen roten PEEK-Schlauch in die Probenschlauchmutter oben an der APCI-Probe.
2. Bringen Sie die Probenschlauchmutter am Anschlussstück oben an der APCI-Probe an und ziehen Sie die Probenschlauchmutter handfest an.
3. Schließen Sie das andere Ende des roten PEEK-Schlauchs an den Erdungsanschluss an.

Installieren Sie die Ionenquelle auf dem Massenspektrometer



WARNHINWEIS! Stromschlaggefahr. Installieren Sie zuerst die Probe in der Ionenquelle und danach die Ionenquelle auf dem Massenspektrometer.



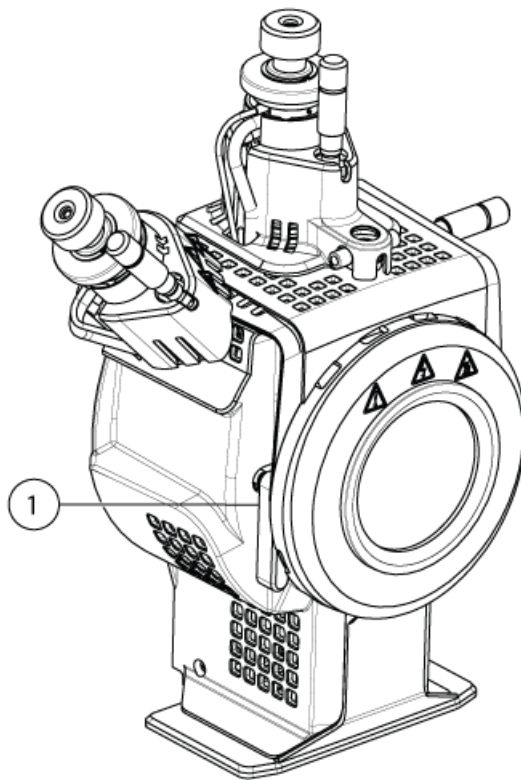
WARNHINWEIS! Quetschgefahr. Achten Sie beim Installieren der Ionenquelle darauf, dass Sie Ihre Finger nicht zwischen der Ionenquelle und der Vakuum-Schnittstelle einklemmen.

VORSICHT! Mögliche Schäden am System. Um Beschädigungen der Probe zu vermeiden, achten Sie darauf, dass die hervorstehenden Elektroden spitzen bzw. die Koronaentladungsnadel keine Teile des Ionenquellengehäuses berühren.

Hinweis: Wenn die Probe nicht sachgemäß in der Ionenquelle installiert wurde, wird die Hochspannung für das Massenspektrometer und für die Quellenabluftanlage ausgeschaltet.

1. Stellen Sie sicher, dass die Ionenquellenhebel auf jeder Seite der Ionenquelle nach oben zeigen d. h. sich in 12-Uhr-Position befinden. Siehe [Abbildung 3-1 auf Seite 22](#).
2. Richten Sie die Ionenquelle auf die Vakuumschnittstelle aus und stellen dabei sicher, dass die Führungsstifte an der Ionenquelle auf die Anschlüsse in der Vakuumschnittstelle ausgerichtet sind.
3. Drücken Sie die Ionenquelle vorsichtig auf die Vakuumschnittstelle und drehen die Hebel der Ionenquelle dabei nach unten, um die Ionenquelle zu arretieren.

Abbildung 3-1 Ionenquellenverriegelung



Position	Beschreibung
1	Quellenverriegelung in arretierter Position (6-Uhr-Position)

Das Massenspektrometer erkennt die Ionenquelle und zeigt die Kennung der Ionenquelle dann über die Analyst[®] TF-Software an.

4. Verbinden Sie den Schlauch der Probenzufuhrvorrichtung mit dem Erdungsanschluss der Ionenquelle.
5. Schließen Sie die rote PEEK-Kapillare des Probenaufgabegeräts an der anderen Seite des Erdungsanschlusses der Ionenquelle an.

Probeneinlassanforderungen

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

Auf Undichtigkeiten überprüfen



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

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

Optimieren der Ionenquelle

4



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



WARNHINWEIS! Brandgefahr. Führen Sie der Ionenquelle nicht mehr als 3 ml/min entzündliches Lösungsmittel zu. Bei Überschreitung des maximalen Volumenstroms kann sich Lösungsmittel in der Ionenquelle ansammeln. Verwenden Sie die Ionenquelle nur bei ordnungsgemäß installierter Ionenquelle und Probe und wenn die Quellenabluftanlage aktiviert ist und funktioniert.



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

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

Bei der Optimierung ionenquellenspezifischer Parameter führen Sie die Probe bei der Flussrate ein, die während der Probenanalyse verwendet wird, und verwenden Sie entweder Fließinjektionsanalyse (FIA) oder T-Infusion als Methode der Probeninjektion. Optimieren Sie die Position der Ionenquelle, bevor Sie die ionenquellenspezifischen Parameter optimieren.

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

Siehe [ESI-Modus auf Seite 11](#) oder [APCI-Modus auf Seite 11](#).

Wenn der optionale CDS verwendet wird, befolgen Sie zur Optimieren der Ionenquelle die Anweisungen im *CDS-Handbuch*.

Probeninjektion

Methode

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

Flussrate

Die Probenflussraten werden vom LC-System oder der Spritzenpumpe bestimmt. Die TurbolonSpray[®] probe unterstützt Flussraten von 5 µl/min bis 3000 µl/min. Die APCIprobe unterstützt Flussraten von 50 µl/min bis 3000 µl/min.

TurbolonSpray[®] -Doppelprobe



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



WARNHINWEIS! Brandgefahr. Führen Sie der Ionenquelle nicht mehr als 3 ml/min entzündliches Lösungsmittel zu. Bei Überschreitung des maximalen Volumenstroms kann sich Lösungsmittel in der Ionenquelle ansammeln. Verwenden Sie die Ionenquelle nur bei ordnungsgemäß installierter Ionenquelle und Probe und wenn die Quellenabluftanlage aktiviert ist und funktioniert.



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

VORSICHT! Mögliche Schäden am System. Wenn die an das Massenspektrometer angeschlossenen des HPCL-Systems nicht von der Software gesteuert werden, muss das Massenspektrometer während des Betriebs beaufsichtigt werden. Der flüssige Strom der HPLC-System kann die Ionenquelle überfluten, wenn sich das Massenspektrometer im Standby-Modus befindet.

Optimieren der Ionenquelle

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

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

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

Hinweis: Die Spannung von IonSpray™ wird immer gleichzeitig auf die TurbolonSpray®-Probe und die APCI-Probe übertragen und der Temperaturparameter gilt immer gleichzeitig für die Turbo- und die APCI-Heizungen.

Durchflussrate und Temperatur der Ionenquelle

Bei einer höheren Flussrate oder einem höheren Anteil wässriger Bestandteile ist die optimale Temperatur höher.

Die Hitze erhöht die Verdampfungsrate und verbessert die Ionisationseffizienz, die wiederum zu einer höheren Empfindlichkeit führt. Extrem niedrige Flussraten von Lösungsmitteln mit einem hohen organischen Gehalt benötigen in der Regel keine höheren Temperaturen. Siehe [Quellen-Parameter und Spannungen auf Seite 56](#).

Einrichten des Systems

1. Konfigurieren Sie die HPLC-Pumpe so, dass sie die mobile Phase mit der erforderlichen Flussrate liefert. Siehe [Quellen-Parameter und Spannungen auf Seite 56](#).
2. Verbinden Sie den Erdungsanschluss an der Ionenquelle über einen Injektor, der mit einer 5-µl-Schleife ausgerüstet ist, mit einer HPCL-Pumpe, oder schließen Sie ihn an einen Autosampler an.
3. Wenn ein Autosampler verwendet wird, konfigurieren Sie diesen, um mehrere Injektionen auszuführen.

System vorbereiten

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

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

Einstellen der Startbedingungen

1. Stellen Sie im Tune Method Editor sicher, dass der richtige **Scan Type** ausgewählt ist.
2. Geben Sie auf der Registerkarte Source/Gas einen Startwert für **Ion Source Gas 1 (GS1)** ein.

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

3. Geben Sie einen Startwert für das **Ion Source Gas 2 (GS2)** ein.

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

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

4. Geben Sie im Feld **IonSpray Voltage Floating (ISVF)** den Wert **5500** ein.
5. Geben Sie **25** in das Feld **Curtain Gas (CUR)** ein.
6. Starten Sie die Aufnahme.

Optimieren der TurbolonSpray[®]-Probeposition



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



WARNHINWEIS! Gefahr von Stichverletzungen. Seien Sie beim Umgang mit der Elektrode vorsichtig. Die Spitze der Elektrode ist sehr scharf.

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

1. Schauen Sie durch das Fenster am Ionenquellengehäuse, um die Position der Probe zu sehen.
2. Verwenden Sie die vorherigen horizontalen und vertikalen Mikrometereinstellungen, oder stellen Sie diese als Ausgangsposition auf **5**.
3. Überwachen Sie das Signal bzw. das Signal-Rausch-Verhältnis der Analyten in der Analyst[®] TF-Software.
4. Passen Sie mit den horizontalen Mikrometereinstellungen die Probeposition in kleinen Schritten an, um das beste Signal oder Signal-zu-Rausch-Verhältnis zu erreichen.

Die Probe kann zu jeder Seite der Öffnung optimiert werden.

Optimieren der Ionenquelle

Tipp! Passen Sie die horizontale Mikrometereinstellung an, um den flüssigen Sprühnebel der TurbolonSpray[®]-Probe von der Öffnung weg zu richten, um eine Verunreinigung der Öffnung und ein Durchschlagen des Curtain Gas[™]-Flusses zu verhindern, was ein instabiles Signal hervorrufen kann, und um einen elektrischen Kurzschluss aufgrund vorhandener Flüssigkeit zu verhindern.

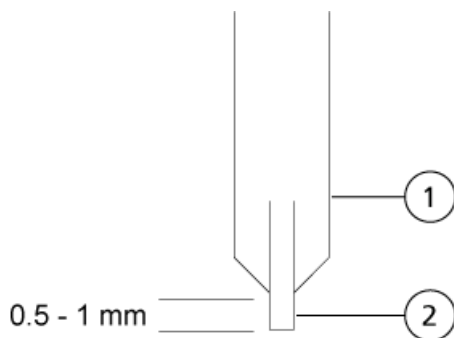
5. Passen Sie mit den vertikalen Mikrometereinstellungen die Probeposition in kleinen Schritten an, um das beste Signal oder Signal-zu-Rausch-Verhältnis zu erreichen.

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

6. Stellen Sie die schwarze Elektrodenstellmutter oben auf der Probe ein, um den Überstand der Elektrodenkapillare zu vergrößern oder zu verkleinern. Die Elektrodenspitze sollte 0,5 bis 1,0 mm über das Ende der Probe hinausragen.

Die optimale Einstellung für die Elektrodenspitze ist abhängig von der Verbindung. Der Abstand, um den die Spitze der Elektrode hervorsteht, wirkt sich auf die Form des Sprühkegels aus, diese wiederum wirkt sich auf die Empfindlichkeit des Massenspektrometers aus.

Abbildung 4-1 Anpassung des Elektrodenspitzen-Überstands



Position	Beschreibung
1	Probe
2	Elektrode

Optimieren von Quellen- und Gas-Parametern sowie der Spannung

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

Eine zu hohe Temperatur kann jedoch zu einer frühzeitigen Verdampfung des Lösungsmittels an der Spitze der TurbolonSpray[®] führen, insbesondere wenn die Probe zu weit herausragt, was eine Instabilität des Signals sowie ein hohes chemisches Hintergrundrauschen verursacht. Genauso kann ein hoher Heizergasstrom ein verrauschtes oder instabiles Signal hervorbringen.

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

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

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

2. Erhöhen Sie den Parameter im Feld **CUR**, bis das Signal schwächer wird.

Hinweis: Verwenden Sie zur Vermeidung von Verunreinigungen den höchstmöglichen Wert für CUR, ohne dabei Abstriche bei der Empfindlichkeit zu machen. Stellen Sie CUR nicht niedriger als 20 ein. Das hilft ein Durchschlagen des Curtain Gas[™]-Stroms zu verhindern, was ein rauschendes Signal hervorrufen kann. Es verhindert eine Verunreinigung der Öffnung und erhöht das gesamte Signal-zu-Rausch-Verhältnis.

3. Passen Sie die **oder ISVF** in Schritten von 500 V an, um das Signal-zu-Rausch-Verhältnis zu maximieren.

Optimieren der Temperatur des Turboheizers

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

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

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

Optimierung der APCI-Probe



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



WARNHINWEIS! Brandgefahr. Führen Sie der Ionenquelle nicht mehr als 3 ml/min entzündliches Lösungsmittel zu. Bei Überschreitung des maximalen Volumenstroms kann sich Lösungsmittel in der Ionenquelle ansammeln. Verwenden Sie die Ionenquelle nur bei ordnungsgemäß installierter Ionenquelle und Probe und wenn die Quellenabluftanlage aktiviert ist und funktioniert.



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

VORSICHT! Mögliche Schäden am System. Wenn die an das Massenspektrometer angeschlossenen des HPCL-Systems nicht von der Software gesteuert werden, muss das Massenspektrometer während des Betriebs beaufsichtigt werden. Der flüssige Strom der HPLC-System kann die Ionenquelle überfluten, wenn sich das Massenspektrometer im Standby-Modus befindet.

Hinweis: Der Mindestvolumenstrom für den Einsatz der APCI-Probe beträgt 200 µl/min. In [Parameter der APCI-Probe auf Seite 57](#) finden Sie eine vollständige Liste der APCI-Probenparameter.

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

Hinweis: Die Spannung von IonSpray™ wird immer gleichzeitig auf die TurbolonSpray®-Probe und die APCI-Probe übertragen und der Temperaturparameter gilt immer gleichzeitig für die Turbo- und die APCI-Heizungen.

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

Einrichten des Systems

1. Konfigurieren Sie die HPLC-Pumpe so, dass sie die mobile Phase mit der erforderlichen Flussrate liefert. Siehe [Quellen-Parameter und Spannungen auf Seite 56](#).
2. Verbinden Sie den Erdungsanschluss an der Ionenquelle über einen Injektor, der mit einer 5-µl-Schleife ausgerüstet ist, mit einer HPCL-Pumpe, oder schließen Sie ihn an einen Autosampler an.
3. Wenn ein Autosampler verwendet wird, konfigurieren Sie diesen, um mehrere Injektionen auszuführen.

System vorbereiten

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

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

Einstellen der Startbedingungen

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

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

1. Stellen Sie im Tune Method Editor sicher, dass der richtige **Scan Type** ausgewählt ist.
2. Geben Sie in der Auf der Registerkarte **Source/Gas** (Quelle/Gas) des Tune Method Editor (Tuning-Methoden-Editor) die Quelle **HN** aus der Liste auswählen.
3. Geben Sie den Wert **20** im Feld **Ion Source Gas 2 (GS2)** ein.
4. Geben Sie **25** in das Feld **Curtain Gas (CUR)** ein.
5. Geben Sie im Feld **IonSpray Voltage Floating (ISVF)** den Wert **5500** ein.
6. Starten Sie die Aufnahme.

Optimieren von Gas 2 und Curtain GasTM Fluss

1. Passen Sie **GS2** in Schritten von 5 an, bis Sie das beste Signal oder Signal-zu-Rausch-Verhältnis erzielen.
2. Erhöhen Sie den Parameter **CUR**, bis das Signal schwächer wird.

Hinweis: Verwenden Sie zur Vermeidung von Verunreinigungen den höchstmöglichen Wert für CUR, ohne dabei Abstriche bei der Empfindlichkeit zu machen. Stellen Sie CUR nicht niedriger als 20 ein. Das hilft ein Durchschlagen des Curtain GasTM-Stroms zu verhindern, was ein rauschendes Signal hervorrufen kann. Es verhindert eine Verunreinigung der Öffnung und erhöht das gesamte Signal-zu-Rausch-Verhältnis.

Einstellen der Position der Koronaentladungsnadel

Erforderliche Materialien
<ul style="list-style-type: none">• Isolierter Schlitzschraubendreher



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

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

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

Optimieren der Position der APCI-Probe



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



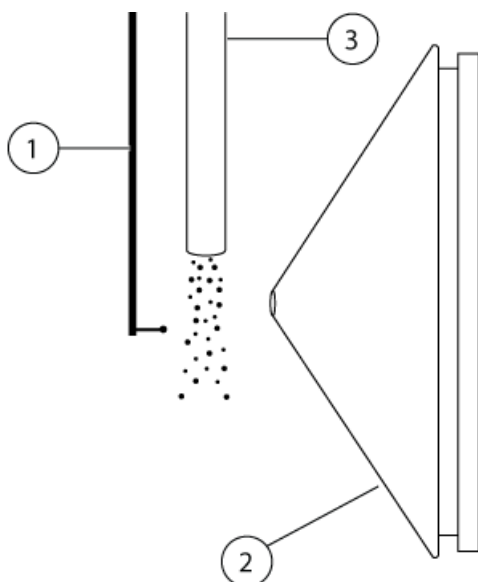
WARNHINWEIS! Gefahr von Stichverletzungen. Seien Sie beim Umgang mit der Elektrode vorsichtig. Die Spitze der Elektrode ist sehr scharf.

Die Transferkapillar-Öffnung sollte immer frei von Lösungsmittel oder Lösungsmitteltröpfchen sein.

Die Position der Sprühdüse beeinflusst die Empfindlichkeit und Signalstabilität. Passen Sie die Position der Probe lediglich in kleinen Schritten an. Bei niedrigeren Volumenströmen sollte die Probe näher an der Öffnung liegen. Bei höheren Flussraten sollte die Probe weiter von der Öffnung entfernt sein. Nachdem die Probe

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

Abbildung 4-2 Position der Sprühdüse



Position	Beschreibung
1	Koronaentladungsnadel
2	Curtainplatte
3	APCI-Probe

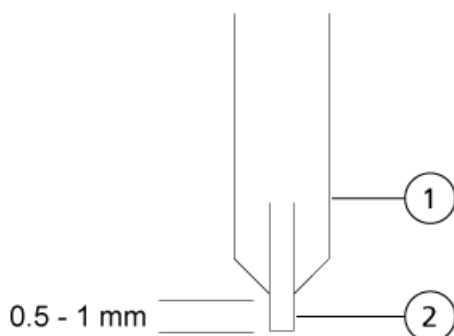
1. Verwenden Sie die vorherigen Mikrometereinstellungen oder verwenden Sie 5 als Ausgangsposition.

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

2. Überwachen Sie das Signal bzw. das Signal-zu-Rausch-Verhältnis der Analyten in der Analyst[®] TF-Software.
3. Passen Sie mit den vertikalen Mikrometereinstellungen die Probe in kleinen Schritten an, um das beste Signal oder Signal-zu-Rausch-Verhältnis zu erreichen.
4. Stellen Sie die schwarze Elektrodenstellmutter oben auf der Probe ein, um den Überstand der Elektrodenkapillare zu vergrößern oder zu verkleinern. Die Elektrodenspitze sollte 0,5 bis 1,0 mm über das Ende der Probe hinausragen.

Die optimale Einstellung für die Elektrodenspitze ist abhängig von der Verbindung. Der Abstand, um den die Spitze der Elektrode hervorsteht, wirkt sich auf die Form des Sprühkegels aus, diese wiederum wirkt sich auf die Empfindlichkeit des Massenspektrometers aus.

Abbildung 4-3 Anpassung des Elektrodenspitzen-Überstands



Position	Beschreibung
1	Probe
2	Elektrode

Optimieren der IonSpray™-Probe Schwebespannung

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

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

Optimieren der Temperatur der APCI-Probe

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

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

Tipps zur Optimierung

Die Optimierung der Ionenquelle minimiert die erforderliche Reinigung der Ionenquelle und der Komponenten der Vakuumschnittstelle.

- Verwenden Sie die höchstmögliche Temperatur beim Optimieren von Verbindungen. Für viele Verbindungen ist eine Temperatur von 700 °C üblich. Hohe Temperaturen helfen dabei, die Ionenquelle sauber zu halten und Untergrundrauschen zu reduzieren.

- Verwenden Sie den höchstmöglichen Curtain GasTM-Volumenstrom (CUR) ohne das Signal zu verringern.
Vorteile:
 - Verhindert ein Durchschlagen des Curtain GasTM-Stroms, der ein rauschendes Signal hervorrufen kann.
 - Verhindert eine Verunreinigung der Öffnung.
 - Erhöht das gesamte Signal-zu-Rausch-Verhältnis.
- Stellen Sie das horizontale Mikrometer so ein, dass das flüssige Spray der Probe von Öffnung weggeleitet wird, um:
 - Eine Verunreinigung der Öffnung zu verhindern.
 - Ein Durchschlagen des Curtain GasTM-Stroms zu verhindern, der ein instabiles Signal hervorrufen kann.
 - Einen elektrischen Kurzschluss aufgrund der vorhandenen Flüssigkeit zu verhindern.
Um dies zu tun, verwenden Sie das vertikale Mikrometer, um die Probe nach oben zu bewegen.
- Verwenden Sie die niedrigste IonSprayTM-Spannung, die möglich ist, ohne dass das Signal verloren geht.
Achten Sie auf das Signal-zu-Rausch-Verhältnis und nicht nur auf das Signal.

Wartung der Ionenquelle

5

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



WARNHINWEIS! Gefahr durch heiße Oberfläche. Lassen Sie die Ionenquelle vor Beginn der Wartungsarbeiten mindestens 30 Minuten abkühlen. Die Oberflächen der Ionenquelle erhitzen sich während des Betriebs.



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



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



WARNHINWEIS! Strahlengefährdung, Biogefährdung, oder toxisch-chemische Gefahr. Überprüfen Sie bei einem Chemieunfall die Sicherheitsdatenblätter auf spezifische Anweisungen. Vergewissern Sie sich, dass sich das System im Standby-Modus befindet, bevor Sie ausgelaufene Flüssigkeiten in der Nähe der Ionenquelle säubern. Verwenden Sie eine geeignete persönliche Schutzausrüstung und Absorptionstücher, um ausgelaufene Flüssigkeiten aufzunehmen, und entsorgen Sie die ausgelaufenen Materialien entsprechend den lokalen Vorschriften.



WARNHINWEIS! Stromschlaggefahr. Vermeiden Sie den Kontakt mit der Hochspannung, die während des Betriebs an der Ionenquelle anliegt. Schalten Sie das System in den Standby-Modus, bevor Sie den Probenschlauch oder andere Ausrüstungsteile in der Nähe der Ionenquelle anpassen.



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

VORSICHT! Mögliche Schäden am System. Heben oder tragen Sie die Ionenquelle nicht mit einer Hand. Die Ionenquelle ist so konzipiert, dass sie mit den geformten Griffen an jeder Seite der Ionenquelle angehoben oder getragen wird.

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

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

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

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

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

Erforderliche Materialien

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

Empfohlener Wartungsplan

[Tabelle 5-1](#) enthält einen empfohlenen Zeitplan zur Reinigung und Wartung der Ionenquelle. Eine Liste der Verbrauchsmaterialien und Ersatzteile finden Sie im *Handbuch für Teile und Ausrüstung für Ionenquellen und Massenspektrometer*.

Wartung der Ionenquelle

Tipp! Führen Sie die Wartungsaufgaben regelmäßig durch, um sicherzustellen, dass das Massenspektrometer optimal funktioniert.

Wenden Sie sich an einen qualifizierten Wartungstechniker (QMP), um Verbrauchsmaterialien sowie grundlegende Anforderungen an Service- und Wartungsdienste zu bestellen. Wenden Sie sich für alle weiteren Wartungsanforderungen an einen Außendienstmitarbeiter von SCIEX.

Hinweis: Die Artikelnummern erfahren Sie im *Handbuch für Teile und Ausrüstung* für das Massenspektrometer.

Tabelle 5-1 Wartungsaufgaben

Komponenten	Häufigkeit	Aufgabe	Weitere Informationen erhalten Sie unter...
TurbolonSpray [®] - und APCI-Probes	Nach Bedarf	Ersetzen	Siehe Entfernen der Probe auf Seite 40 und Installieren der Probe auf Seite 19 .
TurbolonSpray [®] und APCI-Elektroden	Nach Bedarf	Überprüfen und ersetzen	Siehe Ersetzen der Elektrode auf Seite 40 .
Koronaentladungsnadel	Nach Bedarf	Ersetzen	Siehe Koronaentladungsnadel ersetzen auf Seite 43 .
Turboheizer	Nach Bedarf	Ersetzen	Wenden Sie sich an einen qualifizierten Wartungstechniker vor Ort oder einen Außendienstmitarbeiter.
Probenschlauch	Nach Bedarf	Ersetzen	Siehe Anschließen der Ionenquelle zur Probeninjizierung mit der TurbolonSpray[®]-Probe oder Anschließen der Ionenquelle zur Probenzufuhr mit der APCI-Probe

Entfernen der Ionenquelle

Hinweis: Es liegt weiterhin ein Stickstoff-Durchfluss von 5,3 l/min vor, wenn das Massenspektrometer ausgeschaltet ist oder die Ionenquelle vom System entfernt wird. Zur Verringerung des Stickstoffgas-Verbrauchs und um das Massenspektrometer bei Nichtverwendung sauber zu halten, lassen Sie die Ionenquelle auf dem Massenspektrometer installiert und das System eingeschaltet.

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

1. Beenden Sie alle laufenden Scans.
2. Schalten Sie den Probenstrom aus.
3. Geben Sie **0** im Feld **TEM** ein, wenn die Heizer in Betrieb sind.
4. Lassen Sie die Ionenquelle mindestens 30 Minuten lang abkühlen.
5. Trennen Sie die Probenkapillare vom Erdungsanschluss.
6. Drehen Sie die beiden Hebel nach oben in die 12-Uhr-Position, um die Ionenquelle freizugeben.
7. Ziehen Sie die Ionenquelle vorsichtig von der Vakuumschnittstelle weg.

Hinweis: Achten Sie darauf, dass die O-Ringe, die auf der Vakuum-Schnittstelle installiert werden, nicht verloren gehen.

8. Legen Sie die Ionenquelle auf eine saubere und sichere Oberfläche.

Reinigen Sie die Oberflächen der Ionenquelle

Voraussetzungen

- [Entfernen der Ionenquelle auf Seite 38](#)



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

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

- Wischen Sie die Oberflächen der Ionenquelle mit einem weichen, feuchten Tuch ab.

Probe reinigen

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

1. Wechseln Sie zu einer mobilen Phase, wie z. B. 1:1 Wasser:Acetonitril oder 1:1 Wasser:Methanol.
2. Stellen Sie die Stellung der Probe so ein, dass sie möglichst weit von der Öffnung entfernt sind.
3. Tun Sie in der Analyst[®] TF-Software auf Folgendes:
 - a. Erstellen Sie eine MS methode (MS-Methode).
 - b. Stellen Sie die **TEM** auf **500** bis **600**.
 - c. Stellen Sie **GS1** und **GS2** auf mindestens **40** ein.
 - d. Geben Sie die höchstmögliche Einstellung für **CUR** ein.

4. Warten Sie, bis der Sollwert für **TEM** erreicht ist.
5. Injizieren Sie die mobile Phase 10 bis 15 Minuten lang durch die Kapillare und die Probe bei einer Flussrate von 1 ml/min.
6. Stellen Sie sicher, dass beide Proben und die Probenkapillare gründlich durchgespült werden.

Entfernen der Probe



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

VORSICHT! Mögliche Schäden am System. Um Beschädigungen der Probe zu vermeiden, achten Sie darauf, dass die hervorstehenden Elektroden spitzen bzw. die Koronaentladungsnadel keine Teile des Ionenquellengehäuses berühren.

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

Voraussetzungen

- [Entfernen der Ionenquelle auf Seite 38](#)

1. Lösen Sie die Probenkapillarenschraube und entfernen Sie dann die Probenkapillare von der Probe.
2. Lösen Sie den Sicherungsring, der die Probe am Ionenquellengehäuse hält.
3. Ziehen Sie die Probe gerade aus der Probesäule heraus.
4. Legen Sie die Probe auf einen sicheren und sauberen Untergrund.

Ersetzen der Elektrode



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



WARNHINWEIS! Gefahr von Stichverletzungen. Seien Sie beim Umgang mit der Elektrode vorsichtig. Die Spitze der Elektrode ist sehr scharf.

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

Hinweis: Bewerten Sie, wie sich der Austausch nach dem Ersetzen der Elektrode auf die Systemleistung auswirkt.

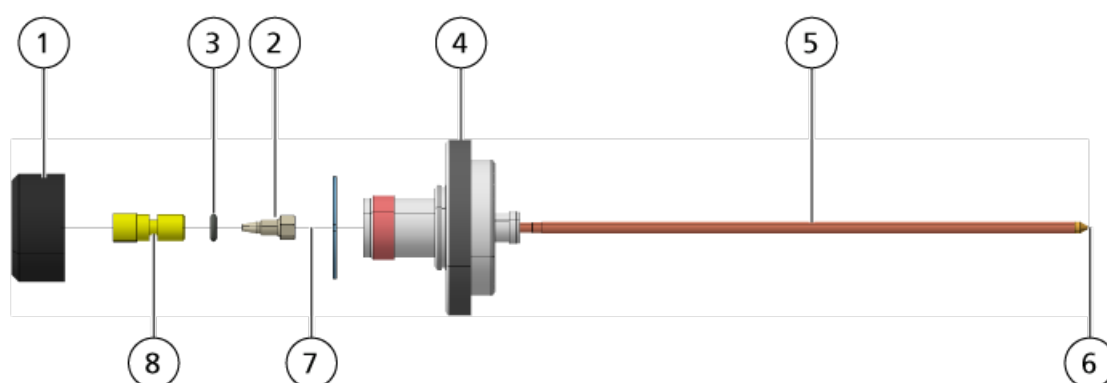
Voraussetzungen

- [Entfernen der Ionenquelle auf Seite 38](#)
- [Entfernen der Probe auf Seite 40](#)

Dieses Verfahren gilt für beide Probes.

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

Abbildung 5-1 Probe – erweiterte Ansicht



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

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

Wartung der Ionenquelle

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

6. Ziehen Sie die Sicherungsmutter fest.

Gewindgänge nicht verkanten und Sicherungsmutter nicht zu fest anziehen, da es ansonsten zu einer Undichtigkeit des Schlauchs führen kann.

7. Setzen Sie die Doppelelektrode in die Probe ein, und ziehen Sie anschließend die Elektrodenstellmutter an.
8. Richten Sie die Elektrodenkapillare auf die schmale Öffnung des Zerstäuberrohrs aus und schieben Sie anschließend die PEEK-Verbindung mit der eingeführten Elektrodenkapillare in die Probe. Achten Sie darauf, die Elektrodenkapillare nicht zu verbiegen.
9. Bringen Sie die Elektrodenstellmutter an und ziehen Sie sie fest.
10. Installieren Sie die Probe. Siehe [Installieren der Probe auf Seite 19](#).
11. Schließen Sie die Probenschläuche an.
12. Installieren Sie die Ionenquelle an Massenspektrometer. Siehe [Installation der Ionenquelle auf Seite 18](#).
13. Einstellen des Elektrodenspitzen-Überstands. Siehe [Optimieren der TurbolonSpray®-Probeposition auf Seite 27](#) oder [Optimieren der Position der APCI-Probe auf Seite 32](#).

Tauschen Sie die Spitze der Koronaentladungsnadel aus



WARNHINWEIS! Gefahr durch heiße Oberfläche. Lassen Sie die Ionenquelle vor Beginn der Wartungsarbeiten mindestens 30 Minuten abkühlen. Die Oberflächen der Ionenquelle erhitzen sich während des Betriebs.



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



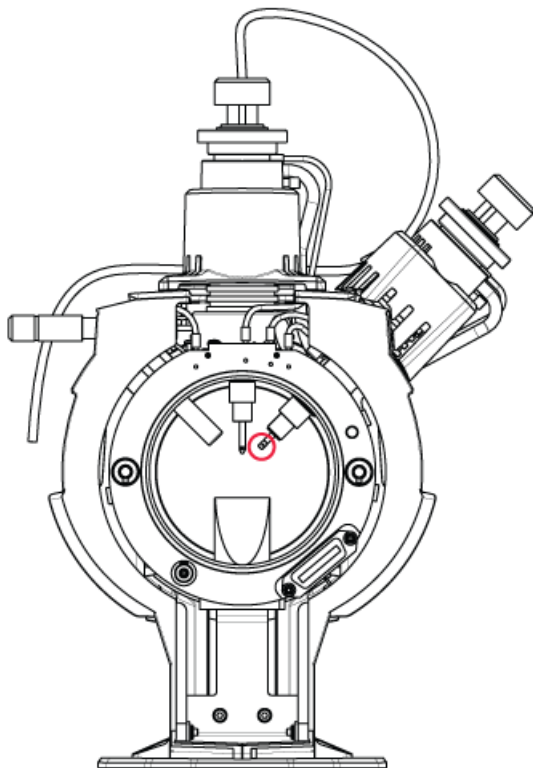
WARNHINWEIS! Gefahr von Stichverletzungen. Gehen Sie mit der Nadel vorsichtig um. Die Spitze der Nadel ist sehr scharf.

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

1. Trennen Sie die Ionenquelle vom Massenspektrometer. Siehe [Entfernen der Ionenquelle auf Seite 38](#).
2. Drehen Sie die Ionenquelle, sodass die offene Seite zugänglich ist.
3. Drücken Sie den Koronaentladungsnadel-Einstellknopf oben auf der Säule nach unten. Die Koronaentladungsnadel steht nun über.

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

Abbildung 5-2 Spitze der Koronaentladungsnadel an der Rückseite der Ionenquelle



5. Halten Sie in der einen Hand eine neue Spitze zwischen Daumen und Zeigefinger und in der anderen Hand die Koronaentladungsnadel. Drehen Sie die Spitze der Koronaentladungsnadel im Uhrzeigersinn, um diese auf die Nadel zu schrauben.
6. Installieren Sie die Ionenquelle an dem Massenspektrometer. Siehe [Installation der Ionenquelle auf Seite 18](#).

Koronaentladungsnadel ersetzen



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



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

Wartung der Ionenquelle

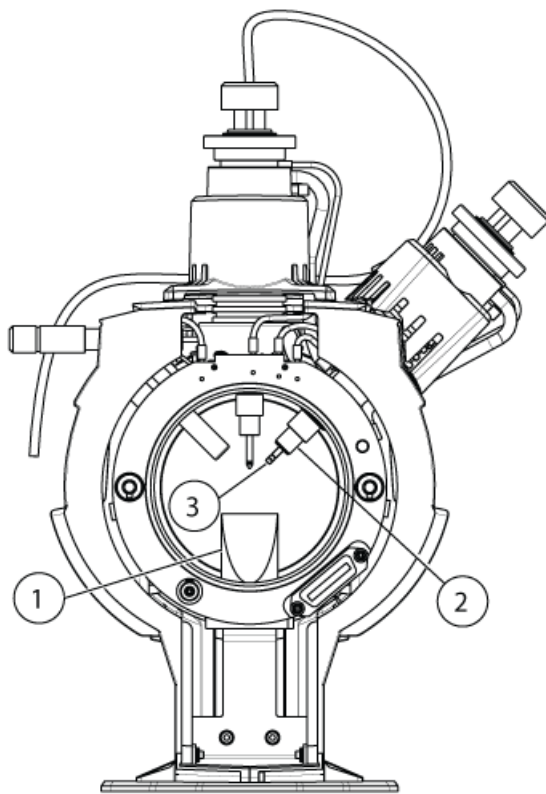
Voraussetzungen

- [Entfernen der Ionenquelle auf Seite 38](#)
- [Entfernen der Probe auf Seite 40](#)

Wenn die Spitze der Koronaentladungsnadel verrostet ist, kann sie evtl. nicht von Hand ausgetauscht werden. Schneiden Sie in diesem Fall die Nadelspitze ab, um die Nadel zu entfernen und ersetzen Sie anschließend die gesamte Koronaentladungsnadel.

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

Abbildung 5-3 Koronaentladungsnadel



Position	Beschreibung
1	Abluftanlage
2	Keramikhülse
3	Spitze der Koronaentladungsnadel

2. Halten Sie die Einstellschraube für die Koronaentladungsnadel in der einen Hand zwischen Daumen und Zeigefinger und die Koronaentladungsnadel in der anderen Hand. Drehen Sie die Spitze der Koronaentladungsnadel gegen den Uhrzeigersinn, um diese zu lösen und vorsichtig zu entfernen.
3. Ziehen Sie die Koronaentladungsnadel sanft nach unten durch die Abluftanlage, um sie zu entfernen.
4. Schieben Sie die neue Nadel durch die Abluftanlage so weit wie möglich in die Keramikhülse hinein.
5. Halten Sie in der einen Hand eine neue Spitze zwischen Daumen und Zeigefinger und in der anderen Hand die Einstellschraube für die Koronaentladungsnadel. Drehen Sie die Spitze der Koronaentladungsnadel im Uhrzeigersinn, um sie zu befestigen.
6. Führen Sie die Probe ein und installieren Sie anschließend die Ionenquelle auf dem Massenspektrometer. Siehe [Installation der Ionenquelle auf Seite 18](#).

Ersetzen Sie die Probenkapillare



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

Voraussetzungen

- Stoppen Sie den Probenlauf und stellen Sie sicher, dass die gesamten Gase durch die Quellenabluftanlage abgeführt wurden.
- [Entfernen der Ionenquelle auf Seite 38](#).

Gehen Sie folgendermaßen vor, um den Probenschlauch zu ersetzen, wenn es blockiert ist.

1. Trennen Sie die Probenkapillare von der Probe und vom Erdungsanschluss.
2. Ersetzen Sie den Probenschlauch durch einen Schlauch geeigneter Länge, schneiden Sie ihn mit einem passenden Schlauchschneider zu. .
3. Installieren Sie die Ionenquelle. Siehe [Installation der Ionenquelle auf Seite 18](#).
4. Starten Sie den Probendurchsatz.

Lagerung und Handhabung



WARNHINWEIS! Umweltgefährdung. Entsorgen Sie die Systemkomponenten nicht mit dem Hausmüll. Befolgen Sie die lokalen Vorschriften für die Entsorgung von Komponenten.

Die Umgebungsanforderungen für die Aufbewahrung und den Transport der Ionenquelle:

- Umgebungstemperatur zwischen –30 °C und +60 °C (–22 °F und 140 °F)

Wartung der Ionenquelle

- Atmosphärendruck zwischen 75 kPa und 101 kPa
- Relative Luftfeuchtigkeit nicht über 99 %

Fehler	Mögliche Ursache	Fehlerbehebung
Die Analyst® TF-Software meldet, dass sich das Massenspektrometer in einem Fehlerstatus befindet.	<ol style="list-style-type: none"> 1. Die Probe ist nicht installiert. 2. Die Probe ist nicht sachgemäß angeschlossen. 	<ol style="list-style-type: none"> 1. Installieren Sie die Probe. Siehe Installieren der Probe auf Seite 19. 2. Installieren Sie die Probe neu: <ol style="list-style-type: none"> a. Entfernen Sie die Probe. Siehe Entfernen der Probe auf Seite 40. b. Installieren Sie die Probe, und achten Sie darauf, dass der Sicherungsring fest angezogen ist. Siehe Installieren der Probe auf Seite 19.
Die Analyst® TF-Software zeigt an, dass eine bestimmte Probe verwendet wird, jedoch eine andere Probe installiert ist.	Die F3-Sicherung ist durchgebrannt.	Wenden Sie sich an einen Außendienstmitarbeiter.
Das Spray wird nicht gleichmäßig verteilt.	Die Elektrode ist verstopft.	Ersetzen Sie die Elektrode. Siehe Ersetzen der Elektrode auf Seite 40 .
Die Empfindlichkeit ist unzureichend.	<ol style="list-style-type: none"> 1. Die Interface-Komponenten (Front-End) sind verschmutzt. 2. Lösungsmitteldämpfe oder andere unbekannte Verbindungen liegen im Bereich des Analysators vor. 	<ol style="list-style-type: none"> 1. Reinigen Sie die Schnittstellenkomponenten und installieren Sie anschließend die Ionenquelle neu. 2. Optimieren Sie den Curtain Gas™-Strom. Siehe Optimieren der Ionenquelle auf Seite 24.
Beim Überprüfen kann die Ionenquelle nicht die Spezifikationen einhalten.	<ol style="list-style-type: none"> 1. Die Testlösung wurde nicht sachgemäß vorbereitet. 2. Das Massenspektrometer hat die Installationstests nicht bestanden. 	<ol style="list-style-type: none"> 1. Bestätigen Sie, dass die Testlösungen sachgemäß vorbereitet wurden. 2. Wenn das Problem nicht gelöst werden kann, wenden Sie sich an den Außendienstmitarbeiter (FSE), damit er die Installationstests durchführt.

Fehler	Mögliche Ursache	Fehlerbehebung
Starkes Hintergrundrauschen.	<ol style="list-style-type: none"> 1. Die Temperatur (TEM) ist zu hoch. 2. Der Volumenstrom des Heizergases (GS2) ist zu hoch. 3. Die Ionenquelle ist verunreinigt. 	<ol style="list-style-type: none"> 1. Optimieren Sie die Temperatur. 2. Optimieren Sie den Heizergasfluss. 3. Reinigen oder ersetzen Sie die Komponenten der Ionenquellen, stellen Sie dann die geeigneten Bedingungen für Ionenquelle und Frontend her: <ol style="list-style-type: none"> a. Positionieren Sie die Probe so weit wie möglich von der Öffnung entfernt (vertikal und horizontal). b. Stellen Sie sicher, dass die Schnittstellenheizung eingeschaltet ist. c. Infundieren oder injizieren Sie Methanol und Wasser im Verhältnis von 50:50 bei einer Pumpförderleistung von 1 ml/min. d. Stellen Sie in der Analyst[®] TF-Software TEM auf 650, GS1 auf 60 und GS2 auf 60 ein. e. Stellen Sie den CUR-Durchfluss auf 45 oder 50 ein. f. Lassen Sie es mindestens 2 Stunden, am besten jedoch über Nacht laufen.

Fehler	Mögliche Ursache	Fehlerbehebung
Die Leistung der Ionenquelle hat nachgelassen.	<ol style="list-style-type: none"> 1. Die Probe ist nicht richtig optimiert. 2. Die Probe wurde nicht richtig vorbereitet oder die Probe hat sich verschlechtert. 3. Es besteht ein Leck an den Probeneinlassanschlüssen. 	<ol style="list-style-type: none"> 1. Optimieren Sie die Probe. Siehe TurbolonSpray®-Doppelprobe auf Seite 25. 2. Bestätigen Sie, dass die Probe sachgemäß vorbereitet wurde. 3. Stellen Sie sicher, dass die Anschlüsse dicht sind, und ersetzen Sie diese, wenn die Undichtigkeit weiter besteht. Die Anschlussstücke nicht zu fest anziehen. 4. Installieren und optimieren Sie eine alternative Ionenquelle. Wenn das Problem weiterhin besteht, wenden Sie sich an einen Außendienstmitarbeiter.
Lichtbögen oder Funken treten auf.	Die Koronaentladungsnadel befindet sich nicht an der richtigen Position.	Drehen der Koronaentladungsnadel in Richtung der Curtainplatte und weg vom Heizergasstrom. Siehe Einstellen der Position der Koronaentladungsnadel auf Seite 32 .

Elektrospray-Ionisationsmethode

Die Probe ist in der vertikalen Probesäule installiert, wobei sich der Turboheizer in einem 45-Grad-Winkel auf der rechten Seite befindet (Frontansicht auf die Ionenquelle). Die Kombination aus IonSpray™-Probenstrom und erhitztem Trockengas aus den Turboheizern wird in einem 90-Grad-Winkel auf die Öffnung der Curtainplatte gesprüht.

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

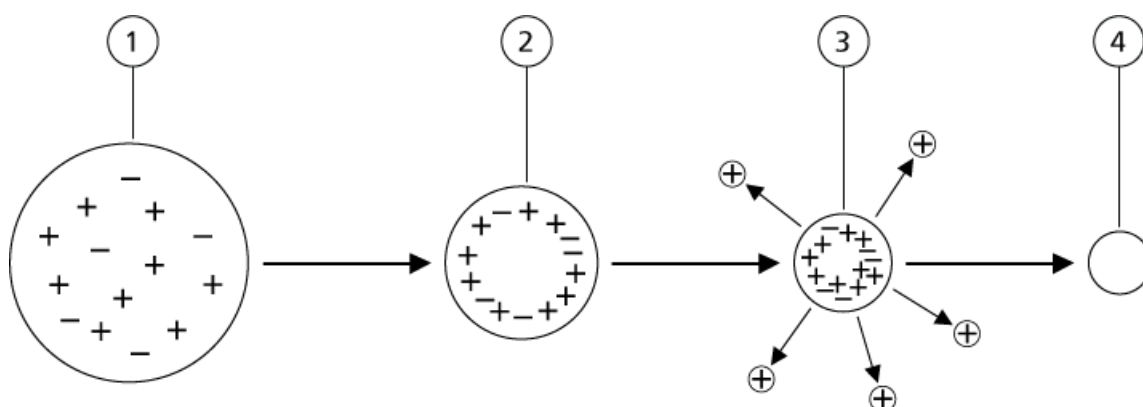
Das Zusammenwirken von IonSpray™-Spannung und dem Turboheizer hilft dabei, den Strahl zu bündeln und erhöht außerdem die Rate der Tropfenverdampfung, was zu einem stärkeren Ionensignal führt. Das erhitzte Gas erhöht die Effizienz der Ionenverdampfung, wodurch die Empfindlichkeit erhöht und die Fähigkeit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

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

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

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

Abbildung A-1 Ionenverdampfung



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

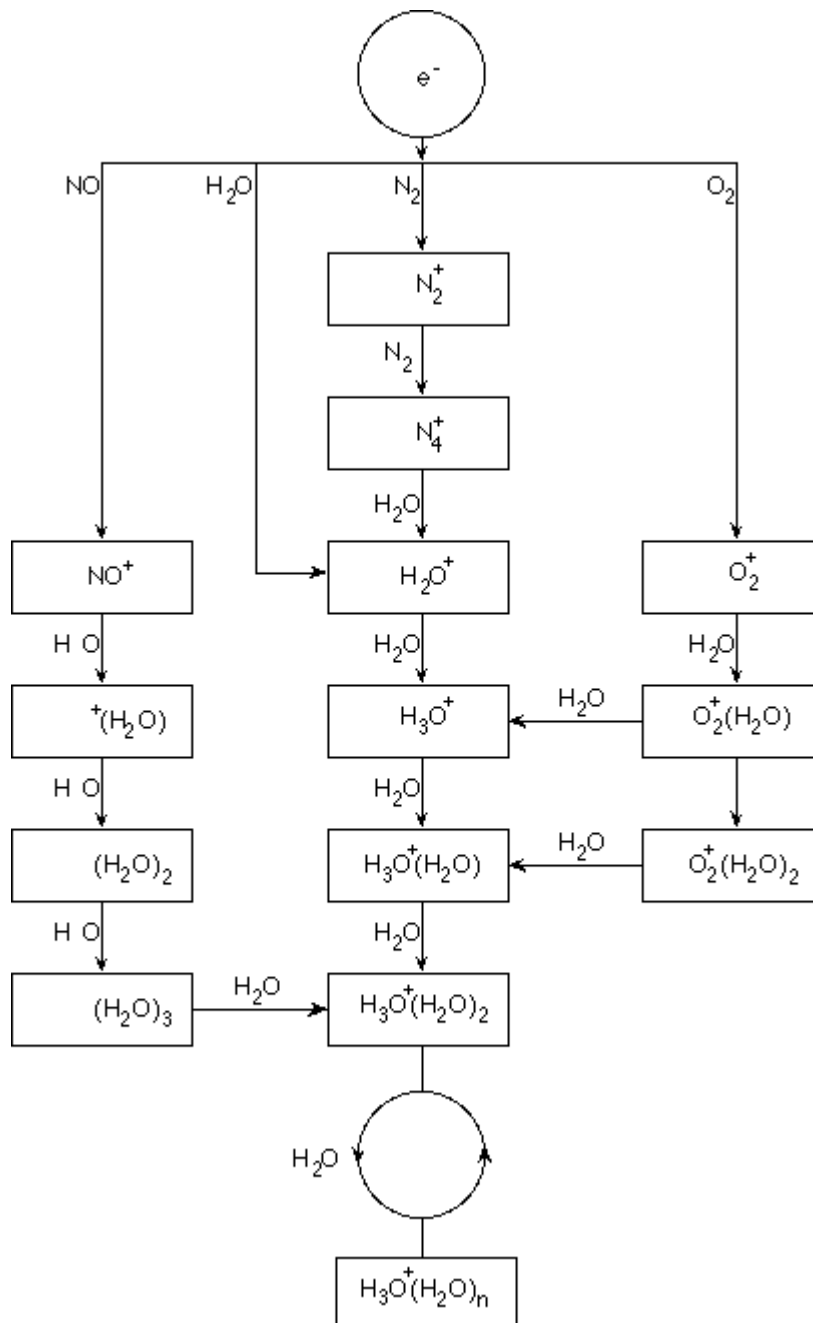
Wenn das Tröpfchen überschüssige Ionen enthält und genügend Lösungsmittel aus dem Tröpfchen verdunstet, wird ein kritisches Feld erreicht, an dem Ionen von der Oberfläche emittiert werden. Schließlich wird das gesamte Lösungsmittel aus dem Tröpfchen verdunstet und es bleibt ein trockenes Teilchen aus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

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

APCI-Modus

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

Abbildung A-2 Flussdiagramm der APCI-Reaktion

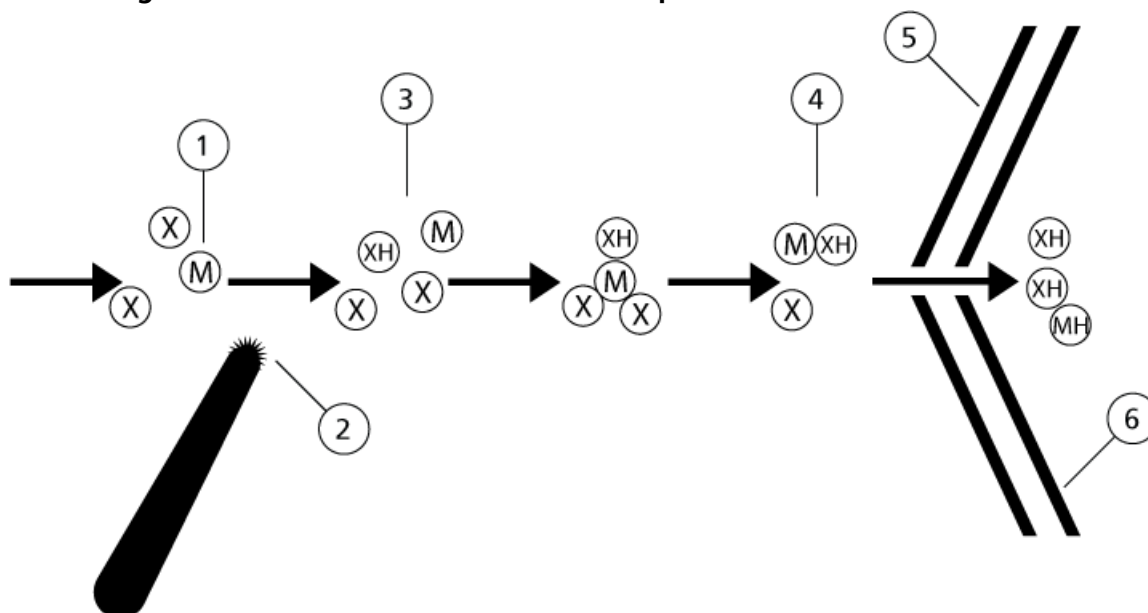


Die großen Primärionen N_2^+ , O_2^+ , H_2O^+ und NO^+ werden gebildet, indem durch die Korona erzeugte Elektronen in einem Elektronenstoß auf die großen neutralen Komponenten der Luft treffen. Obgleich NO^+ normalerweise kein Hauptbestandteil von sauberer Luft ist, wird die Konzentration dieses Stoffes in der Quelle von durch Koronaentladungen eingeleiteten neutralen Reaktionen verbessert.

Die gasförmigen Proben- und Lösungsmittel-Moleküle wandern in das Ionenquellengehäuse, in dem die APCI-Ionisierung durch eine mit dem Ende der Keramikröhre verbundenen Koronaentladungsnadel eingeleitet wird. Die Probenmoleküle werden durch Kollision mit den Reaktandionen ionisiert, die durch die Ionisierung

von Lösungsmittel-Molekülen der mobilen Phase erzeugt wurden. Wie in [Abbildung A-3](#) gezeigt, ionisieren die verdampften Lösungsmittel-Moleküle und produzieren im positiven Modus die Reaktandionen $[X+H]^+$ und im negativen Modus $[X-H]^-$. Es sind diese Reaktandionen, die stabile Probenionen erzeugen, wenn sie mit den Probenmolekülen kollidieren.

Abbildung A-3 Chemische Ionisation bei Atmosphärendruck



Position	Beschreibung
1	Probe
2	Primärionen werden in der Nähe der Koronaentladungsnadel erzeugt.
3	Die Ionisation produziert überwiegend Lösungsmittelionen.
4	Reaktandionen reagieren mit Probenmolekülen und bilden Cluster.
5	Curtainplatte
6	Schnittstelle
X = Lösungsmittel-Moleküle, M = Probenmoleküle	

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

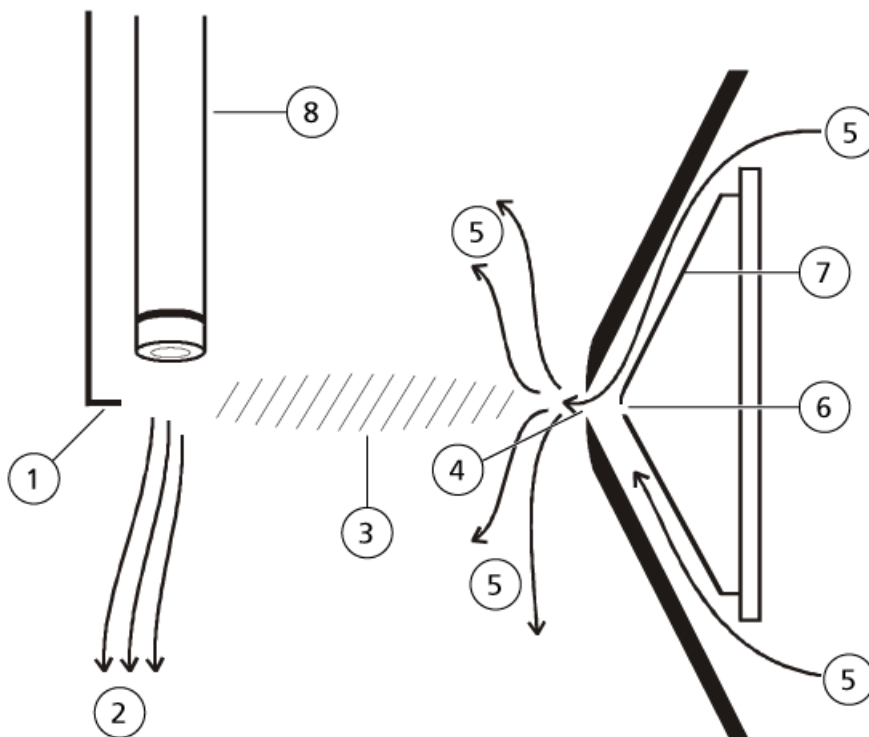
Bei Reverse-Phase-Anwendungen bestehen die Reaktandionen aus protonierten Lösungsmittelmolekülen im positiven Modus und solvatisierten Sauerstoffionen im negativen Modus. Bei günstiger Thermodynamik ändert der Zusatz von Modifikatoren die Zusammensetzung von Reaktandionen. Zum Beispiel kann die Zugabe von Acetatpuffer oder Modifikatoren das Acetat-Ion $[CH_3COO]^-$ im negativen Modus zum primären Reagenz machen. Ammonium-Modifikatoren können protonierten Ammoniak $[NH_4]^+$ zum primären Reagenz im positiven Modus machen.

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

APCI-Ionisationsbereich

Abbildung A-4 zeigt die allgemeine Position des Ionen-Molekül-Reaktors der APCI-Probe. Die schrägen Linien stellen einen wandlosen Reaktor dar. Ein selbststartender Koronaentladungs-Ionenstrom im Mikroampere-Bereich wird durch das elektrische Feld zwischen der Entladungsnadel und der Curtainplatte erzeugt. Primäre Ionen, beispielsweise N_2^+ und O_2^+ , entstehen durch den Verlust von Elektronen, die aus dem Plasma in unmittelbarer Nähe der Entladungsnadelspitze stammen. Die Energie dieser Elektronen wird durch eine Reihe von Kollisionen mit Gasmolekülen gemildert, bevor sie ein Energieniveau erreichen, auf dem ihr effektiver Ionisationsquerschnitt die effiziente Ionisation neutraler Moleküle ermöglicht.

Abbildung A-4 APCI-Ionisationsbereich



Position	Beschreibung
1	Entladungsnadelspitze
2	Probendurchsatz
3	Wandloser Reaktor
4	Öffnung der Curtainplatte

Position	Beschreibung
5	Curtain Gas TM -Zufuhr
6	Orifice
7	Orificeplatte
8	Keramikrohr

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

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

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

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

Quellen-Parameter und Spannungen

B

TurbolonSpray[®]-Probe

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

Tabelle B-1 Parameteroptimierung für die TurbolonSpray[®]-Doppelprobe

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

Parameter der APCI-Probe

Tabelle B-2 Parameteroptimierung für die APCI-Probe

Parameter	Typische Werte	Einsatzbereich
LC-Flussrate	1000 µl/min	200 bis 2000 µl/min
Gas 2 (Zerstäubergas)	30 psi	0 psi bis 90 psi
Curtain Gas TM -Zufuhr	25 psi	20 psi bis 50 psi
Temperatur*	400 °C	100 °C bis 750 °C
Zerstäuberstrom (NC)	Positiv: 2 µA Negativ: –2 µA	Positiv: 1 mA bis 5 µA Negativ: –1 mA bis 0 µA
IonSpray TM -Schwebespannung	Positiv: 5.500 V Negativ: –4.500 V	Positiv: 0 V bis 5.500 V Negativ: –4.500 V bis 0 V
Auflösungspotenzial von Ionenclustern (DP)	Positiv: 60 V Negativ: –60 V	Positiv: 0 V bis 300 V Negativ: –300 V bis 0 V
Probe vertikale Mikrometereinstellung	4	Skala 0 bis 13
* Der Temperaturwert hängt von der Verbindung ab.		

Parameter-Beschreibungen

Tabelle B-3 Ionenquellenabhängige Parameter

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

Tabelle B-3 Ionenquellenabhängige Parameter (Fortsetzung)

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

Tabelle B-3 Ionenquellenabhängige Parameter (Fortsetzung)

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

Probeposition

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

Zusammensetzung der Lösungsmittel

Die Standard-Konzentration von Ammoniumformiat oder Ammoniumacetat liegt zwischen 2 und 10 mmol/L bei positiven Ionen und zwischen 2 und 50 mmol/L bei negativen Ionen. Die Konzentration der organischen Säuren beträgt zwischen 0,1 und 0,5 Vol.-% für die TurbolonSpray[®] probe und 0,1 bis 2,0 Vol.-% für die APCI-probe.

Häufig verwendete Lösungsmittel:

- Acetonitril
- Methanol
- Propanol
- Wasser

Häufig verwendete Modifikatoren sind:

- Essigsäure
- Ameisensäure
- Ammoniumformiat
- Ammoniumacetat









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

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

Glossar der Symbole

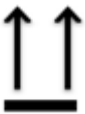










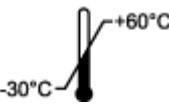


C

Hinweis: Nicht alle Symbole der folgenden Tabelle gelten für jedes Gerät.



Symbol	Beschreibung
	Wechselstrom
A	Ampere (Strom)
	Autorisierter Vertreter in der Europäischen Gemeinschaft
	Biogefährdung
	CE-Konformitätskennzeichnung
	cCSAus-Prüfzeichen. Zeigt den elektrischen Sicherheitsnachweis für Kanada und die USA.
	Katalognummer
	Achtung Hinweis: In der SCIEX-Dokumentation bezeichnet dieses Symbol eine Verletzungsgefahr.
	China RoHS-Label „Achtung“. Das elektronische Informationsprodukt enthält bestimmte toxische oder gefährliche Stoffe. Die Zahl in der Mitte steht für den Zeitraum, in dem eine umweltfreundliche Nutzung gegeben ist (Environmentally Friendly Use Period, EFUP) und gibt die Anzahl an Kalenderjahren an, über die das Produkt betrieben werden darf. Nach Ablauf des EFUP muss das Produkt unverzüglich recycelt werden. Der kreisförmige Pfeil weist darauf hin, dass das Produkt wiederverwertbar ist. Der Datumscode auf dem Etikett oder dem Produkt gibt das Herstellungsdatum an.

Glossar der Symbole

Symbol	Beschreibung
	China RoHS-Logo. Das Gerät enthält keine toxischen und gefährlichen Stoffe oder Elemente über den Konzentrationshöchstwerten und es ist ein umweltfreundliches Produkt, das recycelt und wiederverwendet werden kann.
	Bedienungsanleitung beachten.
	Datenmatrix-Symbol, das mit einem Strichcode-Lesegerät gescannt werden kann, um eine eindeutige Gerätekennung (UDI) zu erhalten.
	Ethernetanschluss
	Explosionsgefahr
	Brandgefahr
	Zerbrechlich
	Sicherung
Hz	Hertz
	Hochspannung Stromschlaggefahr Wenn die Hauptabdeckung entfernt werden muss, wenden Sie sich an einen SCIEEX-Vertreter, um einen Stromschlag zu vermeiden.
	Gefahr durch heiße Oberfläche
	Gefährdung durch ionisierende Strahlung
	Trocken aufbewahren. Vor Regen schützen. Relative Luftfeuchtigkeit darf 99 % nicht überschreiten.

Symbol	Beschreibung
	Aufrecht halten.
	Gefährliche Laserstrahlung
	Gefahr durch Heben
	Hersteller
	Quetschgefahr
	Gefahr durch Druckgasflaschen
	Schutzerdung (Erdung)
	Gefahr von Stichverletzungen
	Seriennummer
	Toxisch-chemische Gefahren
	Das System bei einem Druck zwischen 75 kPa und 101 kPa transportieren und lagern.
	Das System zwischen -30 °C und +60 °C transportieren und lagern.
	USB 2.0-Anschluss
	Gefahr durch ultraviolette Strahlung

Glossar der Symbole

Symbol	Beschreibung
VA	Voltampere (Leistung)
V	Volt (Spannung)
	Richtlinie über Elektro- und Elektronik-Altgeräte (WEEE). Das Gerät darf nicht im Hausmüll entsorgt werden.
W	Watt
	<i>JJJJ-MM-TT</i> Herstellungsdatum