

Fonte de íons Turbo V™

Guia do Operador



Este documento é fornecido aos clientes que compraram um equipamento SCIEX para uso na operação de tal equipamento. Este documento é protegido por direitos autorais e qualquer reprodução deste documento ou qualquer parte do mesmo é estritamente proibida, exceto quando houver autorização por escrito da SCIEX.

O software que pode ser descrito neste documento é fornecido sob um contrato de licença. É contra a lei copiar, modificar ou distribuir o software em qualquer meio de comunicação, exceto se permitido especificamente no contrato de licença. Além disso, o contrato de licença pode proibir o software de ser desmontado, passar por engenharia reversa ou decompilado para qualquer finalidade. As garantias são conforme definidas em tal documento.

Partes deste documento podem fazer referência a outros fabricantes e/ou os seus produtos, que podem conter peças cujos nomes estão registrados como marcas registradas e/ou funcionam como marcas registradas dos seus respectivos proprietários. Qualquer uso é destinado apenas para designar estes produtos do fabricante como fornecidos pela SCIEX para incorporação em seu equipamento e não implica em qualquer direito e/ou licença para usar ou permitir que outros usem tais nomes de produto seus e/ou do fabricante como marcas registradas.

As garantias da SCIEX estão limitadas a estas garantias expressas fornecidas no momento da venda ou licença de seus produtos e são representações, garantias e obrigações únicas e exclusivas da SCIEX. A SCIEX não oferece nenhuma outra garantia de nenhum tipo, expressa ou implícita, incluindo, entre outras, garantias de comercialização ou adequação para um propósito particular, decorrentes de um estatuto ou da lei, ou de uma negociação ou utilização comercial expressamente divulgada, e não assume nenhuma responsabilidade ou obrigação contingente, incluindo danos indiretos ou consequentes, para qualquer uso pelo comprador ou por quaisquer circunstâncias adversas decorrentes.

Produto destinado apenas para pesquisa científica. Não destinado ao uso em procedimentos diagnósticos.

A AB Sciex está fazendo negócios como SCIEX.

As marcas registradas mencionadas aqui são propriedade da AB Sciex Pte. Ltd. ou seus respectivos proprietários.

AB SCIEX™ está sendo usada sob licença.

© 2018 AB Sciex



AB Sciex Pte. Ltd.
Blk33, n.º 04-06 Marsiling Industrial Estate Road 3
Woodlands Central Industrial Estate, Singapore 739256

Conteúdo

1 Precauções e limitações operacionais.....	5
Precauções e riscos durante a operação.....	5
Precauções químicas.....	6
Solventes e aditivos recomendados para uso seguro do sistema.....	7
Condições de laboratório.....	8
Condições de operação.....	8
Especificações de desempenho.....	8
Uso e modificação do equipamento.....	9
2 Visão geral da fonte de íons.....	10
Modos de ionização.....	10
Modo ESI.....	10
Modo APCI.....	10
Componentes da fonte de íons.....	11
Sondas.....	12
Sonda TurbolonSpray®	12
Sonda APCI.....	13
Conexões de gás e eletricidade.....	14
Circuito de sensor da fonte de íons.....	14
Sistema de exaustão da fonte.....	15
3 Instalação da fonte de íons.....	17
Preparar para instalação.....	17
Instalar a sonda.....	18
Conectar o tubo da fonte de íons.....	19
Instalar a fonte de íons no espectrômetro de massas.....	19
Exigências de entrada da amostra.....	21
Inspeccionar vazamentos.....	21
4 Otimização da fonte de íons.....	22
Introdução da amostra.....	23
Método.....	23
Vazão.....	23
Otimização da sonda TurbolonSpray®	23
Vazão e temperatura da fonte de íons.....	24
Configurar o sistema.....	24
Preparar o sistema.....	24
Definir as condições iniciais.....	25
Otimizar a posição da sonda TurbolonSpray®	26
Otimizar os parâmetros e a tensão da fonte e de gás.....	27
Otimizar a temperatura do aquecedor turbo.....	28
Otimização da sonda APCI.....	28
Configurar o sistema.....	29
Preparar o sistema.....	29

Conteúdo

Definir as condições iniciais.....	29
Otimizações do fluxo de Gás 1 e Curtain Gas™	30
Ajustar a posição da agulha de descarga corona.....	30
Otimizar a Posição da Sonda APCI.....	30
Otimizar a corrente do nebulizador.....	32
Otimizar a temperatura da sonda APCI.....	33
Dicas para otimização.....	33
5 Manutenção da fonte de íons.....	34
Cronograma de manutenção recomendado.....	35
Manuseio da fonte de íons.....	36
Remover a fonte de íons.....	37
Limpar as superfícies da fonte de íons.....	38
Limpar a sonda.....	38
Remoção da sonda.....	38
Trocar o eletrodo.....	39
Substituir a agulha de descarga corona.....	41
Substituir a tubulação de amostra.....	43
Armazenamento e manuseio.....	43
6 Solução de problemas da fonte de íons.....	44
A Princípios de operação — Fonte de íons.....	47
Modo de ionização por eletrospray.....	47
Modo APCI.....	48
Região de ionização APCI.....	51
B Parâmetros e tensões da fonte.....	53
Parâmetros da sonda TurbolonSpray®	53
Parâmetros da sonda APCI	54
Descrições dos Parâmetros.....	54
Posição da sonda.....	56
Composição do solvente.....	56
C Glossário de símbolos.....	58
Fale conosco.....	63
Treinamento do consumidor.....	63
Centro de aprendizagem on-line.....	63
Suporte SCIEX.....	63
Segurança cibernética.....	63
Documentação.....	63

Precauções e limitações operacionais

1

Nota: Antes de operar o sistema, leia com atenção todas as seções deste guia.

Esta seção contém informações gerais relacionadas à segurança. Também descreve os riscos potenciais e avisos associados para o sistema e as precauções que devem ser tomadas para minimizar os riscos.

Além desta seção, consulte o [Glossário de símbolos](#) para obter informações sobre os símbolos e convenções utilizados em ambiente de laboratório, no sistema e nesta documentação.

Precauções e riscos durante a operação

Para informações regulatórias e de segurança para o espectrômetro de massa, consulte o guia de segurança ou o *Guia do Usuário do Sistema*.



AVISO! Risco de radiação ionizante, risco biológico ou produto químico tóxico. Use a fonte de íons somente se você tiver o conhecimento, o treinamento adequado para o uso, retenção e evacuação de materiais prejudiciais ou tóxicos usados com a fonte de íons.



AVISO! Risco de Perfuração, Risco de Radiação Ionizante, Risco Biológico ou Risco de Produto Químico Tóxico. Interrompa o uso da fonte de íons se a janela da fonte de íons estiver rachada ou quebrada e entre em contato com um Funcionário de Serviço de Campo (FSE) da SCIEX. Quaisquer materiais prejudiciais ou tóxicos introduzidos no equipamento estarão presentes no produto de exaustão da fonte. A exaustão do equipamento deve ser ventilada para fora da sala. Descarte os materiais cortantes seguindo os procedimentos de segurança laboratoriais estabelecidos.



AVISO! Risco de superfície quente. Deixe a fonte de íons esfriar por pelo menos 30 minutos antes de iniciar qualquer procedimento de manutenção. As superfícies da fonte de íons aquecem durante a operação.



AVISO! Risco de produtos químicos tóxicos. Use equipamento de proteção pessoal, incluindo um jaleco de laboratório, luvas e óculos de segurança, para evitar a exposição da pele ou dos olhos.

Precauções e limitações operacionais



AVISO! Risco de radiação ionizante, risco biológico, risco de choque elétrico ou risco de produto químico tóxico. No caso de vazamento de produto químico, revise as Fichas de Dados de Segurança quanto a instruções específicas. Certifique-se de que o sistema está em modo de espera antes de limpar um vazamento perto da fonte de íons. Use equipamento de proteção individual apropriado e lenços absorventes para conter o vazamento e descarte-os seguindo as regulamentações locais.



AVISO! Risco ambiental. Não descarte os componentes do sistema no lixo municipal. Siga as normas locais ao descartar os componentes.



AVISO! Risco de choque elétrico. Evite o contato com as altas voltagens aplicadas à fonte de íons durante a operação. Coloque o sistema no modo de espera antes de ajustar o tubo de amostra ou outros equipamentos nas proximidades da fonte de íons.

Precauções químicas



AVISO! Risco de radiação ionizante, risco biológico ou produto químico tóxico. Determine se a descontaminação é necessária antes da limpeza ou manutenção. O cliente deve descontaminar o sistema antes da limpeza ou manutenção se materiais radioativos, agentes biológicos ou substâncias químicas tóxicas foram utilizadas com o sistema.



AVISO! Risco ambiental. Não descarte os componentes do sistema no lixo municipal. Siga as normas locais ao descartar os componentes.



AVISO! Risco biológico, risco de produtos químicos tóxicos. Conecte o tubo de drenagem para ao espectrômetro de massas e o frasco de drenagem do exaustor da fonte corretamente, para evitar vazamentos.

- Determine quais produtos químicos foram usados no sistema antes do serviço e manutenção regular. Consulte as *fichas de informações de segurança de produtos químicos* para as precauções de saúde e segurança que devem ser seguidas com os produtos químicos. As *fichas de informações de segurança de produtos químicos* da SCIEX podem ser encontradas em scieux.com/tech-regulatory.
 - Sempre utilize o equipamento de proteção individual designado, incluindo luvas nitrílicas ou de neoprene sem talco, óculos de segurança e um jaleco.
 - Trabalhe em uma área bem ventilada ou capela química.
-

- Evite fontes de ignição ao trabalhar com materiais inflamáveis, como isopropanol, metanol e outros solventes inflamáveis.
- Tome cuidado no uso e descarte de quaisquer produtos químicos. Risco potencial de lesão pessoal se os procedimentos adequados para o manuseio e descarte de produtos químicos não forem seguidos.
- Evite contato da pele com produtos químicos durante a limpeza e lave as mãos após o uso.
- Verifique se todas as mangueiras de exaustão estão conectadas corretamente e se todas as conexões estão funcionando conforme projetado.
- Colete todos os líquidos gastos e descarte-os como resíduos perigosos.
- Siga todas as regulamentações locais para o armazenamento, manipulação e descarte de materiais com risco biológico, tóxicos ou radioativos.

Solventes e aditivos recomendados para uso seguro do sistema

Os seguintes fluidos podem ser usados com segurança no sistema.

CUIDADO: Danos potenciais ao sistema. Não use qualquer outro fluido até receber confirmação da SCIEX de que não representará perigo. Esta não é uma lista exaustiva.

- **Solventes Orgânicos**
 - Acetonitrila grau MS; até 100%
 - Metanol grau MS; até 100%
 - Isopropanol; até 100%
 - Água grau HPLC ou superior, até 100%
 - tetra-hidrofurano; até 100%
 - Tolueno e outros solventes aromáticos; até 100%
 - Hexano; até 100%
- **Tampões**
 - Acetato de amônio; menos que 1%
 - Formiato de amônio; menos que 1%
 - Fosfato; menos que 1%

- **Ácidos e bases**

- Ácido fórmico; menos que 1%
- Ácido acético; menos que 1%
- Ácido trifluoroacético; (TFA) menos que 1%
- Ácido heptafluorobutírico; (HFBA) menos que 1%
- Hidróxido de amônio/amônia; menos que 1%
- Ácido fosfórico; menos que 1%
- Trimetilamina; menos que 1%
- Trietilamina; menos que 1%

Condições de laboratório

Condições de operação

O sistema foi projetado para operar com segurança sob as seguintes condições:

- Ambientes internos
- Altitude: até 2.000 m (6.560 pés) acima do nível do mar
- Temperatura ambiente: 5 °C (41 °F) a 40 °C (104 °F)
- Umidade relativa máxima: 80% para temperaturas de até 31 °C (88 °F), diminuindo linearmente até 50% a 40 °C (104 °F)
- Flutuações de tensão da alimentação elétrica: $\pm 10\%$ da tensão nominal
- Supervoltagens transitórias: até os níveis de Categoria II de sobretensão
- Supervoltagens temporárias na alimentação elétrica
- Grau de poluição: grau 2 de poluição

Especificações de desempenho

O sistema foi projetado para atender às especificações sob as seguintes condições:

- Uma temperatura ambiente de 15 °C a 30 °C (59 °F a 86 °F)
Ao longo do tempo, a temperatura deve permanecer dentro de uma variação de 4 °C (7,2 °F), com a taxa de mudança na temperatura não excedendo 2 °C (3,6 °F) por hora. As flutuações da temperatura ambiente excedendo os limites podem resultar em deslocamento de massa no espectro.
- Umidade relativa de 20% a 80%, sem condensação.

Uso e modificação do equipamento



AVISO! Risco de choque elétrico. Não remova as tampas de cobertura. A remoção das tampas de cobertura pode causar lesões ou mau funcionamento do sistema. As tampas de cobertura não precisam ser removidas para manutenção de rotina, inspeção ou ajuste. Entre em contato com o FSE (Funcionário de Serviço de Campo) da SCIEX para reparos que exijam a remoção das tampas de cobertura.



AVISO! Risco de lesões pessoais. Use somente peças recomendadas pela SCIEX. O uso de peças não recomendadas pela SCIEX ou de peças para qualquer propósito que não seja o seu propósito específico pode colocar o usuário em risco ou afetar negativamente o desempenho do sistema.

Use o sistema dentro de um laboratório que está em conformidade com as condições ambientais recomendadas no *Guia de Planejamento do Local* para o sistema.

Se o espectrômetro de massas e a fonte de íons forem utilizados em um ambiente ou de forma não prescrita pelo fabricante, então a proteção fornecida pelo equipamento pode ser comprometida.

A modificação ou operação não autorizada do espectrômetro de massas e da fonte de íons pode causar lesão pessoal e danos ao equipamento podendo anular a garantia. Dados errados podem ser gerados se o espectrômetro de massas e a fonte de íons forem operados acima ou abaixo das condições ambientais recomendadas, ou operados com modificações não autorizadas. Entre em contato com um FSE para informações sobre a manutenção do sistema.

A fonte de íons Turbo V™ pode ser usada tanto para ionização por eletrospray (ESI) como para ionização química por pressão atmosférica (APCI).

A sonda gêmea TurbolonSpray® é usada para a operação no modo ESI. A sonda APCI é usada para a operação no modo APCI.

As aplicações para a fonte de íons incluem o desenvolvimento de método qualitativo e análise qualitativa e quantitativa.

Modos de ionização

Modo ESI

O ESI produz íons em fase gasosa dos analitos em uma amostra quando se aplica alta tensão ao efluente da amostra que passa por uma agulha. Com a ajuda da vazão de gás aquecido, a ESI produz íons carregados múltipla e individualmente em uma condição relativamente amena para que seja ideal a diversos compostos, incluindo pequenas moléculas, como de medicamentos ou pesticidas, e grandes moléculas, como peptídeos, proteínas e outros biopolímeros. A sensibilidade depende das propriedades químicas do analito, da vazão do gás, da temperatura, da tensão e composição da fase móvel.

A técnica ESI é leve o suficiente para ser usada com compostos instáveis, como peptídeos, proteínas e produtos farmacêuticos termicamente instáveis. Ela funciona com vazões a partir de 5 µL/min a 3000 µL/min e vaporiza solventes 100% aquosos a 100% orgânicos.

Consulte [Modo de ionização por eletrospray](#).

Modo APCI

O modo APCI é adequado para:

- Ionização dos compostos que não formam íons prontamente na solução. Normalmente, eles são compostos não molares.
- Criação de espectros APCI simples para os experimentos LC-MS/MS.
- Análises de alto rendimento de amostras complexas e sujas. É menos sensível aos efeitos de supressão do íon.
- Introdução da amostra rápida por injeção de fluxo com ou sem uma coluna LC.

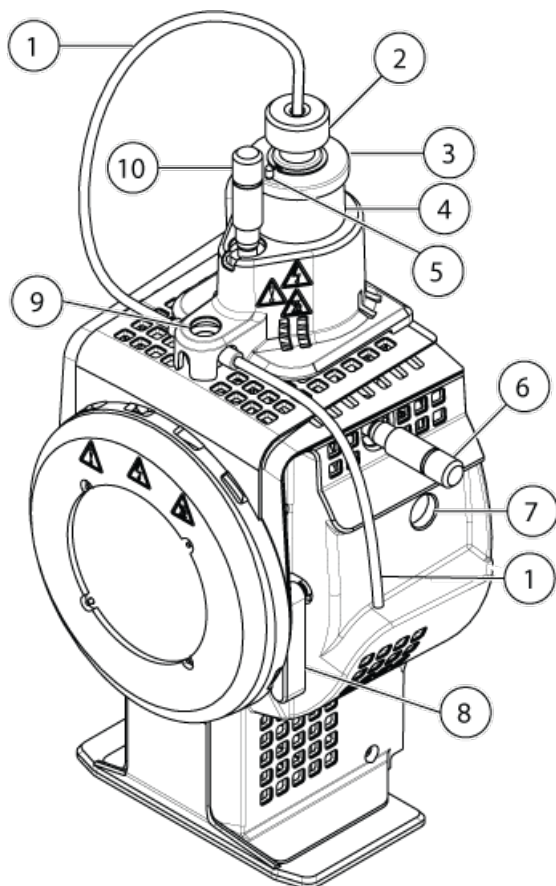
A técnica APCI pode ser usada para compostos voláteis e instáveis, com decomposição térmica mínima. A rápida dessolvatação e vaporização das gotículas e do analito minimiza a decomposição térmica e preserva a identidade molecular para ionização por agulha de descarga corona. Os tampões são facilmente tolerados pela fonte de íons sem contaminação significativa e a rápida vaporização do efluente permite que até 100%

de água seja utilizada. A sonda pode aceitar todo o efluente, sem divisão, com vazão de 200 µL/min a 3.000 µL/min (por meio de uma coluna de grande calibre).

Consulte [Modo APCI](#).

Componentes da fonte de íons

Figura 2-1 Componentes da fonte de íons



Item	Descrição	Materiais primários
1	Tubo de amostra de um dispositivo de fornecimento de amostra	Tubo PEEK vermelho
2	Porca de ajuste do eletrodo	Aço inoxidável
3	Anel retentor	Aço inoxidável
4	Torre da sonda	Aço inoxidável
5	Parafuso de ajuste da agulha de descarga corona	Tubo PEEK

Visão geral da fonte de íons

Item	Descrição	Materiais primários
6	Micrômetro usado para posicionar a sonda no eixo horizontal para os ajustes de sensibilidade da fonte de íons	Vidro
7	Porta da janela	Aço inoxidável
8	Uma das duas travas que prendem a fonte de íons ao espectrômetro de massas	Aço inoxidável
9	União de aterramento. Está localizado abaixo da tampa de cobertura da fonte de íons.	Aço inoxidável
10	Micrômetro usado para posicionar a sonda no eixo vertical para os ajustes de sensibilidade da fonte de íons	Bronze de alumínio

Sondas

As sondas TurbolonSpray® e APCI fornecem diversos recursos para testar amostras. Escolha a sonda e o método mais adequado para os compostos na amostra.

Tabela 2-1 Especificações da Fonte de Íons

Especificação	Sonda TurbolonSpray®	Sonda de APCI
Faixa de temperatura	Da temperatura ambiente até 750 °C, dependendo do fluxo líquido	De 50 °C a 750 °C, dependendo do fluxo de líquido
Entrada de fluxo de líquido	40 µL/min a 1000 µL/min	200 µL/min a 2000 µL/min
Gás 1 /Gás 2	Consulte o <i>Guia de Planejamento do Local</i> para o espectrômetro de massa.	

O software para o espectrômetro de massas identifica a sonda instalada e permite os controles de usuário correspondentes. Todos os dados adquiridos usando a fonte de íons são identificados com uma abreviação que representa a sonda utilizada para adquirir os dados (TIS para a sonda TurbolonSpray® e HN para a sonda APCI).

Sonda TurbolonSpray®

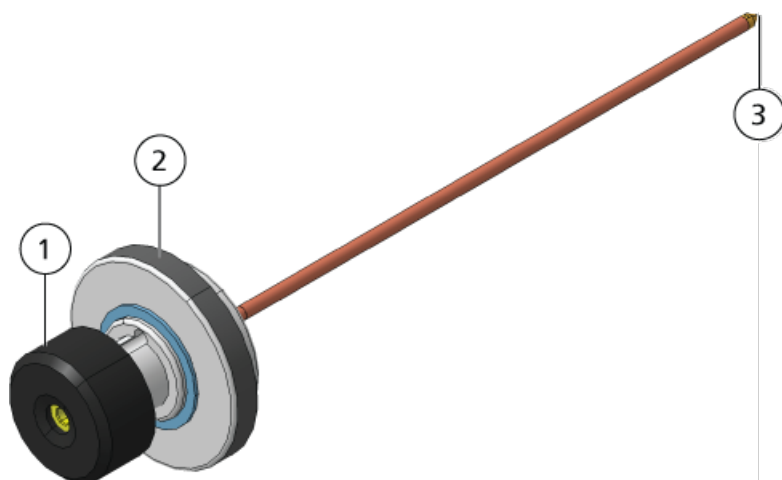
A sonda TurbolonSpray® consiste de uma tubulação de aço inoxidável com diâmetro externo (o.d.) de 0,012 polegada. Ela está localizada centralmente nos aquecedores turbo colocados a um ângulo de 45 graus em cada lado. As amostras introduzidas por meio da sonda TurbolonSpray® são ionizadas dentro da tubulação, pela aplicação de alta tensão (IonSpray™). Então, são nebulizadas por um jato de gás nitrogênio de pureza ultra-alta (UHP) seco, quente dos aquecedores turbo, criando uma névoa de pequenas gotículas altamente carregadas. A combinação do efluente do IonSpray™ e do gás seco aquecido do pulverizador turbo está

projetada em um ângulo de 90 graus até o percurso de íons. Consulte [Princípios de operação — Fonte de íons](#).



AVISO! Risco de perfuração. Tome cuidado ao manusear o eletrodo. As pontas dos eletrodos são extremamente afiadas.

Figura 2-2 Partes da sonda TurbolonSpray®.



Item	Descrição
1	Porca de ajuste do eletrodo (colar preto) que ajusta a extensão da ponta do eletrodo
2	O anel retentor que prende a sonda à torre da sonda no compartimento da fonte de íons
3	A ponta do eletrodo através da qual as amostras são pulverizadas na área da entrada de amostra da fonte de íons

Sonda APCI

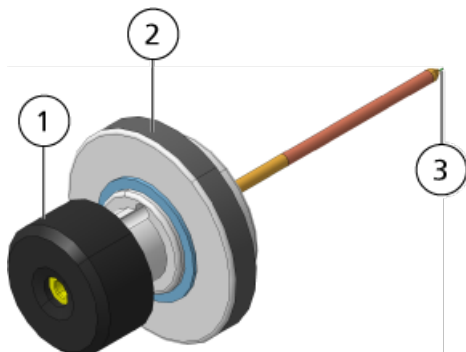
A sonda APCI consiste de uma tubulação de aço inoxidável com diâmetro interno (i.d.) de 100 µm (0,004 pol) rodeado por um fluxo de gás nebulizador (Gás 1). O fluxo da amostra líquida é bombeado através do pulverizador, onde é nebulizado para um tubo de cerâmica que tem um aquecedor. A parede interna do tubo de cerâmica pode ser mantida a uma variação de temperatura de 100 °C a 750 °C e é monitorada por um sensor embutido no aquecedor.

Um jato de alta velocidade do gás nebulizador flui ao redor da ponta do eletrodo para dispersar a amostra como uma névoa de partículas finas. Ele se move através do aquecedor cerâmico de vaporização na região de reação da fonte de íons e, em seguida, passa a agulha de descarga corona, onde as moléculas da amostra são ionizadas conforme passam pelo compartimento da fonte de íons. Consulte [Princípios de operação — Fonte de íons](#).



AVISO! Risco de perfuração. Tome cuidado ao manusear o eletrodo. As pontas dos eletrodos são extremamente afiadas.

Figura 2-3 Peças da sonda APCI



Item	Descrição
1	Porca de ajuste do eletrodo (colar preto) que ajusta a extensão da ponta do eletrodo
2	Anel retentor que prende a torre da sonda
3	A ponta do eletrodo através da qual as amostras são pulverizadas na área da entrada de amostra da fonte de íons

Conexões de gás e eletricidade

As conexões de gás e de eletricidade de baixa e alta tensão são fornecidas por meio da placa frontal da interface e se conectam internamente pelo compartimento da fonte de íons. Quando a fonte de íons está instalada no espectrômetro de massa, todas as conexões elétricas e de gás estão completas.

Circuito de sensor da fonte de íons

Um circuito de sensor da fonte de íons desativa o fornecimento de energia de alta tensão para o espectrômetro de massa e o sistema do exaustor:

- O compartimento da fonte de íons não está instalado ou está instalado de modo inadequado.
- Uma sonda não é instalada.
- O espectrômetro de massa detecta uma falha do gás.
- Um turboaquecedor falhou.
- A fonte de íons superaqueceu.

Sistema de exaustão da fonte



AVISO! Risco de radiação ionizante, risco biológico ou produto químico tóxico. Certifique-se de que o sistema do exaustor da fonte está conectado e funcionando, para remover com segurança o exaustor do vapor da amostra do ambiente de laboratório. As emissões do equipamento devem ter ventilação para a exaustão geral do prédio e não deve haver uma saída para o espaço de trabalho do laboratório. Para requisitos para o sistema do exaustor fonte, consulte o *Guia de Planejamento do Local*.



AVISO! Risco de radiação ionizante, risco biológico ou produto químico tóxico. Ventile o sistema do exaustor da fonte para uma chaminé dedicada ao laboratório ou uma ventilação externa para evitar a liberação de vapores perigosos no ambiente do laboratório.



AVISO! Risco de radiação ionizante, risco biológico ou produto químico tóxico. Se um sistema de LC for usado com o espectrômetro de massas, e se o sistema exaustor da fonte não estiver funcionando corretamente, desligue o sistema de LC até que a funcionalidade do sistema exaustor da fonte tenha sido restaurada.



AVISO! Risco de incêndio. Não direcione mais de 3 ml/min de solvente inflamável para a fonte de íons. Exceder a vazão máxima pode causar acúmulo de solvente na fonte de íons. Não utilize a fonte de íons se o sistema de exaustor da fonte não estiver habilitado e funcionando quando a fonte de íons e a sonda estiverem instaladas corretamente.

Nota: Verifique se toda tubulação de exaustão está conectada firmemente para reduzir as chances de que o produto da exaustão do equipamento entre na sala.

Uma fonte de íons produz vapores da amostra e do solvente. Esses vapores são um risco potencial ao ambiente laboratorial. O sistema de exaustão da fonte tem por objetivo remover de forma segura os vapores da amostra e do solvente, bem como permitir seu manuseio apropriado. Quando a fonte de íons está instalada, o espectrômetro de massas não opera a menos que o sistema de exaustão da fonte esteja operando.

Uma válvula de vácuo instalada no circuito de detecção de exaustão da fonte mede o vácuo da fonte. Se o vácuo na fonte aumentar e ultrapassar o valor definido, enquanto a sonda é instalada, o sistema entra em estado de falha de exaustão (Not Ready).

Um sistema de exaustão ativo remove a exaustão da fonte de íons (gases, vapor de solvente e da amostra) através de uma porta de dreno sem introduzir ruído químico. A porta de dreno se conecta através de uma câmara de drenagem e uma bomba do exaustor em um frasco de drenagem e, a partir daí, em um sistema de ventilação do exaustor fornecido pelo cliente. Para obter informações sobre as exigências de ventilação para o sistema de exaustão da fonte, consulte o *Guia de Planejamento do Local* do .

Visão geral da fonte de íons

Nota: O sistema de exaustão deve ser inspecionado periodicamente para garantir que a linha de exaustão esteja intacta e que não haja vazamentos na sala.

Instalação da fonte de íons

3



AVISO! Risco de choque elétrico. Instale a fonte de íons no espectrômetro de massas como última etapa neste procedimento. Ocorre alta tensão quando a fonte de íons está instalada.

A fonte de íons está conectada à interface de vácuo e é mantida no lugar pelas duas travas da fonte. O interior da fonte de íons é visível através de janelas na lateral e na frente da fonte de íons.

Quando a fonte de íons é instalada, o software a reconhece e mostra sua identificação.

CUIDADO: Danos potenciais ao sistema. Não levante ou mova a fonte de íons com uma mão. A fonte de íons é projetada para ser levantada ou movida pelas alças nas laterais da fonte de íons.

Materiais necessários

- Fonte de íons
- Sonda TurbolonSpray®.
- Sonda APCI (opcional)
- Tubo PEEK vermelho (orifício de 0,005 pol)

Preparar para instalação



AVISO! Risco de perfuração. Tome cuidado ao manusear o eletrodo. A ponta do eletrodo é extremamente afiada.

Dica! Não descarte a embalagem vazia. Use-a para armazenar a fonte de íons quando a mesma não estiver em uso.

- Ajuste a porca de ajuste do eletrodo na sonda para mover a ponta do eletrodo dentro do tubo do eletrodo.

Para desempenho e estabilidade ótimos, o ponta do eletrodo deve estender entre 0,5 mm e 1,0 mm da extremidade da sonda. Consulte [Otimizar a posição da sonda TurbolonSpray®](#) ou [Otimizar a Posição da Sonda APCI](#).

Instalar a sonda

Procedimentos de pré-requisito
<ul style="list-style-type: none">• Remover a fonte de íons



AVISO! Risco de choque elétrico. Certifique-se que a fonte de íons esteja completamente desconectada do espectrômetro de massas antes do procedimento.



AVISO! Risco de perfuração. Tome cuidado ao manusear o eletrodo. A ponta do eletrodo é extremamente afiada.

CUIDADO: Danos potenciais ao sistema. Não deixe que a ponta do eletrodo saliente ou a agulha de descarga corona toque em qualquer parte do revestimento da fonte de íons para evitar danos à sonda.

CUIDADO: Danos potenciais ao sistema. Certifique-se de que a ponta da agulha de descarga corona esteja distante da abertura se a sonda TurbolonSpray® estiver em uso.

A sonda não está pré-instalada na fonte de íons. Sempre remova a fonte de íons do espectrômetro de massa antes de trocar as sondas.

Nota: Se a sonda não estiver instalada corretamente na fonte de íons, a potência de alta tensão do espectrômetro de massas e o sistema de exaustão da fonte serão desligados.

1. Certifique-se de que a ponta da agulha de descarga corona está apontada para longe da abertura do curtain plate. Consulte [Ajustar a posição da agulha de descarga corona](#).
2. Insira a sonda na torre. Alinhe o orifício da sonda com o parafuso de ajuste da agulha de descarga corona na parte superior da fonte de íons. Consulte [Componentes da fonte de íons](#).
3. Empurre a sonda com cuidado até que os contatos se encaixem nos contatos da torre.
4. Gire o anel retentor sobre a sonda, empurre-o para baixo para engatar seus fios com os fios na torre e, em seguida, aperte o anel.
5. Somente para a sonda APCI, certifique-se de que a ponta da agulha de descarga corona esteja voltada para a abertura da curtain plate. Consulte [Ajustar a posição da agulha de descarga corona](#).

Conectar o tubo da fonte de íons



AVISO! Risco de choque elétrico. Não desvie a conexão de união de aterramento. A união terra fornece fio terra entre o espectrômetro de massas e o dispositivo de introdução da amostra.



AVISO! Risco de radiação ionizante, risco biológico ou produto químico tóxico. Certifique-se de que a porca do tubo de amostra está devidamente apertada antes de operar este equipamento para evitar vazamento.

Consulte [Componentes da fonte de íons](#).

1. Coloque um pedaço de 30 cm do tubo PEEK vermelho na porca do tubo de amostra.
2. Instale a porca do tubo de amostra na porta na parte superior da sonda e aperte manualmente a porca do tubo de amostra até ela ficar bem apertada.
3. Conecte a outra extremidade do tubo à união de aterramento da fonte de íons.

Instalar a fonte de íons no espectrômetro de massas



AVISO! Risco de choque elétrico. Instale a sonda na fonte de íons antes de instalar a fonte de íons no espectrômetro de massas.



AVISO! Risco de esmagamento: Ao instalar a fonte de íons, tenha cuidado para não prender os dedos entre a fonte de íons e a interface de vácuo.

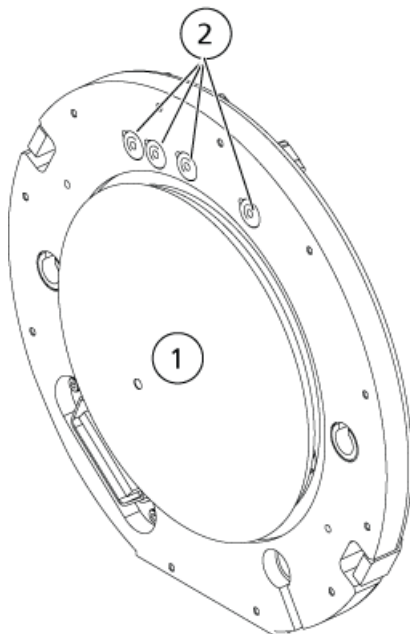
CUIDADO: Danos potenciais ao sistema. Não deixe que a ponta do eletrodo saliente ou a agulha de descarga corona toque em qualquer parte do revestimento da fonte de íons para evitar danos à sonda.

Nota: Se a sonda não estiver instalada corretamente na fonte de íons, a potência de alta tensão do espectrômetro de massas e o sistema de exaustão da fonte serão desligados.

Pré-requisitos

- Verifique se todos os anéis de vedação estão presentes na interface de vácuo.

Figura 3-1 Anéis de vedação na interface de vácuo



Item	Descrição
1	Curtain plate
2	Anéis de vedação

1. Certifique-se de que as travas da fonte de íons de cada lado da fonte estejam voltadas para cima na posição de 12 horas. Consulte [Componentes da fonte de íons](#).
2. Alinhe a fonte de íons com a interface de vácuo, certificando-se de que os pinos guia da fonte de íons estejam alinhados com os soquetes na interface de vácuo.
3. Empurre a fonte de íons suavemente contra a interface de vácuo e, em seguida, gire as travas da fonte de íons para baixo para travar no lugar.

O espectrômetro de massas reconhece a fonte de íons e mostra sua identificação no software Analyst® ou Analyst® TF.

4. Conecte o tubo PEEK vermelho do dispositivo de fornecimento da amostra ao outro lado da união de aterramento da fonte de íons.

Exigências de entrada da amostra

- Use procedimentos e práticas analíticas apropriadas para minimizar volumes mortos externos. A entrada da amostra transfere a amostra de líquido para a entrada da fonte de íons, sem perdas e com volume morto mínimo.
- Faça a pré-filtração das amostras de forma que o tubo capilar nas entradas das amostras não seja bloqueado pelas partículas, amostras precipitadas ou sais.
- Certifique-se que todas as conexões estejam suficientemente apertadas para evitar vazamentos. Não aperte demais.

Inspecionar vazamentos



AVISO! Risco de produtos químicos tóxicos. Use equipamento de proteção pessoal, incluindo um jaleco de laboratório, luvas e óculos de segurança, para evitar a exposição da pele ou dos olhos.

- Inspeccione as conexões e os tubos para confirmar que não há vazamentos.

Otimização da fonte de íons

4



AVISO! Risco de radiação ionizante, risco biológico ou produto químico tóxico. Use a fonte de íons somente se você tiver o conhecimento, o treinamento adequado para o uso, retenção e evacuação de materiais prejudiciais ou tóxicos usados com a fonte de íons.



AVISO! Risco de incêndio. Não direcione mais de 3 ml/min de solvente inflamável para a fonte de íons. Exceder a vazão máxima pode causar acúmulo de solvente na fonte de íons. Não utilize a fonte de íons se o sistema de exaustor da fonte não estiver habilitado e funcionando quando a fonte de íons e a sonda estiverem instaladas corretamente.



AVISO! Risco de Perfuração, Risco de Radiação Ionizante, Risco Biológico ou Risco de Produto Químico Tóxico. Interrompa o uso da fonte de íons se a janela da fonte de íons estiver rachada ou quebrada e entre em contato com um Funcionário de Serviço de Campo (FSE) da SCIEX. Quaisquer materiais prejudiciais ou tóxicos introduzidos no equipamento estarão presentes no produto de exaustão da fonte. A exaustão do equipamento deve ser ventilada para fora da sala. Descarte os materiais cortantes seguindo os procedimentos de segurança laboratoriais estabelecidos.

Otimize a fonte de íons sempre que o analito, a vazão ou a composição da fase móvel mudar.

Ao otimizar os parâmetros dependentes da fonte de íons, introduza a amostra em uma vazão que seja usada durante a análise da amostra, usando Flow Injection Analysis (FIA, Análise de injeção de fluxo) ou infusão em T como o método de introdução da amostra. Otimize a posição da fonte de íons antes de otimizar os parâmetros dependentes da fonte de íons.

Diversos parâmetros afetam o desempenho da fonte. Otimize o desempenho enquanto injeta um composto conhecido e monitora o sinal do íon conhecido. Ajuste os parâmetros do micrômetro, do gás e da tensão para maximizar a razão entre sinal e ruído e a estabilidade do sinal.

Consulte [Modo ESI](#) ou [Modo APCI](#).

Introdução da amostra

Método

O fluxo da amostra de líquido é entregue para a fonte de íons por uma bomba LC ou por uma bomba de seringa. Se ele for entregue por uma bomba LC, então a amostra poderá ser injetada diretamente na fase móvel usando a análise de injeção de fluxo (FIA) ou a infusão em T, por meio de uma bomba de seringa, ou por meio de uma coluna de separação usando um injetor em loop ou um amostrador automático. Se ele for introduzido por uma bomba de seringa, então a amostra é injetada diretamente na fonte de íons. A otimização da infusão pode ser usada apenas para a otimização da via do íon e para a seleção do fragmento MS/MS.

O fluxo da amostra de líquido é fornecido à fonte de íons por uma bomba LC. A amostra pode ser injetada diretamente na fase móvel usando a análise de injeção de fluxo (FIA) ou a infusão em T, por meio de uma bomba de seringa (não fornecida), ou por meio de uma coluna de separação usando um injetor em loop ou um amostrador automático.

Vazão

As vazões da amostra são determinadas pelo sistema LC ou pela bomba da seringa. A sonda de TurbolonSpray[®] comporta vazões de 5 µL/min a 3000 µL/min. A sonda de APCI comporta vazões de 50 µL/min a 3000 µL/min.

Otimização da sonda TurbolonSpray[®]



AVISO! Risco de radiação ionizante, risco biológico ou produto químico tóxico. Certifique-se de que o sistema do exaustor da fonte esteja conectado e funcionando e que haja uma boa ventilação geral no laboratório. A ventilação laboratorial adequada é necessária para controlar as emissões de amostra e de solventes e para fornecer operação segura do espectrômetro de massas.



AVISO! Risco de incêndio. Não direcione mais de 3 ml/min de solvente inflamável para a fonte de íons. Exceder a vazão máxima pode causar acúmulo de solvente na fonte de íons. Não utilize a fonte de íons se o sistema de exaustor da fonte não estiver habilitado e funcionando quando a fonte de íons e a sonda estiverem instaladas corretamente.



AVISO! Risco de radiação ionizante, risco biológico ou produto químico tóxico. Certifique-se de que o eletrodo atravessa a ponta da sonda para prevenir que vapores perigosos escapem da fonte. O eletrodo não deve ser suspenso dentro da sonda.

Otimização da fonte de íons

CUIDADO: Danos potenciais ao sistema. Se os componentes de LC do sistema de HPLC ao espectrômetro de massas não forem controlados pelo software, não deixe o espectrômetro de massas sem supervisão enquanto ele estiver em operação. O fluxo de líquido dos componentes de LC do sistema de HPLC inundar a fonte de íons quando o espectrômetro de massas entra em modo de espera.

Nota: Mantenha o sistema limpo e em seu desempenho ideal, ajuste a posição da sonda quando mudar a vazão.

Dica! É mais fácil otimizar o sinal e a relação entre sinal e ruído com a análise de injeção do fluxo ou com injeções na coluna.

Nota: Se a tensão do IonSpray™ for muito alta, pode ocorrer descarga corona. Ela é visível como um brilho azulado na ponta da sonda. Uma descarga corona causa uma diminuição da sensibilidade e estabilidade do sinal.

Vazão e temperatura da fonte de íons

A vazão de introdução da amostra e a composição do solvente de amostra afetam a temperatura ideal da sonda TurbolonSpray®. Quanto maior for a vazão ou o teor aquoso, maior será a temperatura ideal.

A sonda TurbolonSpray® normalmente é usada com vazões de amostra de 5 µL/min a 1000 µL/min. O calor é utilizado para aumentar a taxa de evaporação que melhora a eficiência da ionização, resultando em mais sensibilidade. Vazões extremamente baixas de solvente altamente orgânico, normalmente, não exigem temperaturas mais altas. Consulte [Parâmetros e tensões da fonte](#).

Configurar o sistema

1. Configure a bomba HPLC para fornecer a fase móvel na vazão necessária. Consulte [Parâmetros e tensões da fonte](#).
2. Conecte a união de aterramento na fonte de íons a uma bomba de HPLC, por meio de um injetor equipado com um loop de 5 µL, ou a um amostrador automático.
3. Se o amostrador automático estiver em uso, configure-o para diversas injeções.

Preparar o sistema

1. Inicie o software Analyst® ou Analyst® TF.
2. Na barra de navegação, no modo **Tune and Calibrate**, clique duas vezes em **Manual Tuning**.
3. Abra um método previamente otimizado ou crie um método baseado nos compostos.
4. Se a fonte de íon pôde esfriar, então faça o seguinte.
 - a. Defina o parâmetro **Temperature (TEM)** para **450**.

b. Deixe a fonte de íons aquecer por 30 minutos.

A fase de aquecimento de 30 minutos impede a condensação de vapores de solventes na sonda fria.

5. Inicie o fluxo da amostra e a injeção da amostra.

Definir as condições iniciais

1. Em Tune Method Editor, verifique se o **Scan Type** correto e os parâmetros de composto apropriados estão selecionados.

2. Na aba Source/Gas, digite um valor inicial para **Ion Source Gas 1 (GS1)**.

Para bombas LC, use um valor entre 40 e 60 para Gas 1.

3. Digite um valor inicial para **Ion Source Gas 2 (GS2)**.

Para bombas LC, use um valor entre 30 e 50 para Gas 2.

Nota: O Gas 2 é usado com vazões maiores, geralmente com um sistema LC e em conjunto com a temperatura elevada.

4. No campo **IonSpray Voltage (IS)** ou **IonSpray Voltage Floating (ISVF)**, digite o valor apropriado para o espectrômetro de massas.

Tabela 4-1 Valores do parâmetro de IS

Espectrômetro de massas	Valor inicial
Sistemas das séries 3500, 4000, 4500, 5000, 5500, 6500 e 6500+	4500
Sistemas TripleTOF®	5500

5. No campo Curtain Gas (CUR), digite o valor apropriado para o espectrômetro de massas.

Tabela 4-2 Valores do parâmetro CUR

Espectrômetro de massas	Valor inicial
Sistemas 3500, 4000 e 4500	20
Sistemas 5000, 5500 e 5500+	25
Sistemas 6500 e 6500+	30
Sistemas TripleTOF®	20 a 25, dependendo da vazão

6. Digite **45** no campo **Collision Energy**.

7. Inicie a aquisição.

Otimizar a posição da sonda TurbolonSpray®



AVISO! Risco de radiação ionizante, risco biológico ou produto químico tóxico. Certifique-se que o eletrodo atravessa a ponta da sonda para prevenir que vapores perigosos escapem da fonte. O eletrodo não deve ser suspenso dentro da sonda.



AVISO! Risco de perfuração. Tome cuidado ao manusear o eletrodo. A ponta do eletrodo é extremamente afiada.

Depois que a sonda for otimizada, ela precisará somente de ajustes finos. Se a sonda for removida, ou se o analito, a vazão ou a composição do solvente mudar, repita o procedimento de otimização.

Consulte [Componentes da fonte de íons](#).

1. Olhe através da janela do compartimento da fonte de íons para visualizar a posição da sonda.
2. Monitore o sinal ou a relação entre sinal e ruído dos analitos no software Analyst® ou Analyst® TF.
3. Use o micrômetro horizontal para ajustar a posição da sonda em pequenos incrementos para alcançar o melhor sinal ou a razão entre sinal e ruído.

A sonda pode otimizar ligeiramente para um dos lados da abertura.

Dica! Ajuste a configuração do micrômetro horizontal para afastar o spray líquido da sonda TurbolonSpray® da abertura para prevenir a contaminação da abertura; para prevenir a perfuração na fluidez da Curtain Gas™, que pode criar um sinal instável; e para evitar curto-circuito em consequência da presença do líquido.

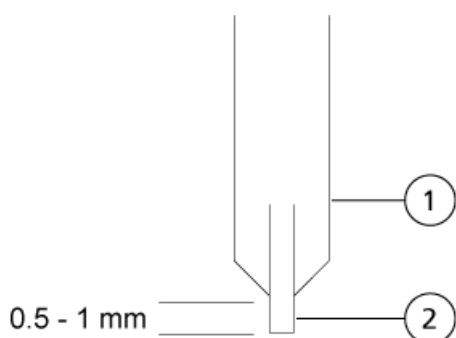
4. Use o micrômetro vertical para ajustar a posição da sonda em pequenos incrementos para alcançar o melhor sinal ou a razão entre sinal e ruído.
-

Nota: A posição vertical da sonda depende da vazão. Em vazões menores, a sonda deve estar mais perto da abertura. Em vazões maiores, a sonda deve estar mais distante da abertura.

5. Ajuste a porca de ajuste do eletrodo preto na sonda para mover o tubo do eletrodo para dentro ou para fora da sonda. Normalmente, a projeção ideal do eletrodo é de 0,5 mm a 1,0 mm além da extremidade da sonda.

A configuração ideal para a ponta do eletrodo depende do composto. A distância até onde a ponta do eletrodo se projeta afeta o formato do cone do spray, e o formato do cone do spray afeta a sensibilidade do espectrômetro de massas.

Figura 4-1 Ajuste da extensão da ponta do eletrodo



Item	Descrição
1	Sonda
2	Eletrodo

Otimizar os parâmetros e a tensão da fonte e de gás

Otimize o Gás 1 da fonte de íons (gás nebulizador) para melhor estabilidade e sensibilidade do sinal. O Gás 2 da fonte de íons (gás do aquecedor) ajuda na evaporação do solvente, que ajuda a aumentar a ionização da amostra.

Uma temperatura muito alta pode causar a vaporização prematura do solvente na ponta da sonda de TurbolonSpray[®], principalmente se a sonda for projetada muito longe, podendo resultar na instabilidade do sinal e em alto ruído de fundo. Da mesma forma, um alto fluxo de gás do aquecedor produz um sinal ruidoso e instável.

Use a menor tensão possível de IonSpray[™] sem perder o sinal. Concentre-se na razão entre sinal e ruído, não apenas no sinal. Se a tensão do IonSpray[™] for muito alta, poderá ocorrer uma descarga corona. A descarga é vista como um brilho azulado na ponta da sonda de TurbolonSpray[®]. Isso resultará em sensibilidade e estabilidade reduzidas do sinal do íon.

1. Ajuste o **GS1** e o **GS2** em incrementos de 5 para alcançar o melhor sinal e a melhor relação entre sinal e ruído.
2. Aumente o valor no campo **CUR** até o sinal começar a decair.

Nota: Para prevenir contaminação, use o maior valor para CUR possível sem sacrificar a sensibilidade. Não configure CUR com valores menores que 20. Isto ajuda a prevenir a penetração do fluxo do Curtain Gas[™], que pode gerar um sinal ruidoso; evitar contaminação da abertura e aumentar a razão entre sinal e ruído total.

3. Ajuste a tensão de **IS** ou **ISVF** em incrementos de 500 V até maximizar a relação entre sinal e ruído.

Otimizar a temperatura do aquecedor turbo

A temperatura ótima do aquecedor é dependente do composto, dependente da vazão e dependente da composição da fase móvel. Quanto mais elevada for a vazão e mais elevada for a composição aquosa, mais elevada é a temperatura otimizada.

Ao otimizar a temperatura da fonte, certifique-se de que a fonte de íons equilibra para o novo ajuste de temperatura.

- Ajuste o valor **TEM** em incrementos de 50 °C a 100 °C para alcançar o melhor sinal e a melhor relação entre sinal e ruído.

Otimização da sonda APCI



AVISO! Risco de radiação ionizante, risco biológico ou produto químico tóxico. Certifique-se de que o sistema do exaustor da fonte esteja conectado e funcionando e que haja uma boa ventilação geral no laboratório. A ventilação laboratorial adequada é necessária para controlar as emissões de amostra e de solventes e para fornecer operação segura do espectrômetro de massas.



AVISO! Risco de incêndio. Não direcione mais de 3 ml/min de solvente inflamável para a fonte de íons. Exceder a vazão máxima pode causar acúmulo de solvente na fonte de íons. Não utilize a fonte de íons se o sistema de exaustor da fonte não estiver habilitado e funcionando quando a fonte de íons e a sonda estiverem instaladas corretamente.



AVISO! Risco de radiação ionizante, risco biológico ou produto químico tóxico. Certifique-se que o eletrodo atravessa a ponta da sonda para prevenir que vapores perigosos escapem da fonte. O eletrodo não deve ser suspenso dentro da sonda.

CUIDADO: Danos potenciais ao sistema. Se os componentes de LC do sistema de HPLC ao espectrômetro de massas não forem controlados pelo software, não deixe o espectrômetro de massas sem supervisão enquanto ele estiver em operação. O fluxo de líquido dos componentes de LC do sistema de HPLC inundar a fonte de íons quando o espectrômetro de massas entra em modo de espera.

Nota: A vazão da amostra mínima suportada pela sonda de APCI é de 200 µL/min. Consulte [Parâmetros da sonda APCI](#) para ver uma lista completa dos parâmetros da sonda APCI.

Dica! É mais fácil otimizar o sinal e a relação entre sinal e ruído com a análise de injeção do fluxo ou com injeções na coluna.

Nota: Ao usar a sonda APCI, verifique se a agulha de descarga corona está apontada em direção à abertura.

Configurar o sistema

1. Configure a bomba HPLC para fornecer a fase móvel na vazão necessária. Consulte [Parâmetros e tensões da fonte](#).
2. Conecte a união de aterramento na fonte de íons a uma bomba de HPLC, por meio de um injetor equipado com um loop de 5 µL, ou a um amostrador automático.
3. Se o amostrador automático estiver em uso, configure-o para diversas injeções.

Preparar o sistema

1. Inicie o software Analyst® ou Analyst® TF.
2. Na barra de navegação, no modo **Tune and Calibrate**, clique duas vezes em **Manual Tuning**.
3. Abra um método previamente otimizado ou crie um método baseado nos compostos.
4. Se a fonte de íon pôde esfriar, então faça o seguinte.
 - a. Defina o parâmetro **Temperature (TEM)** para **450**.
 - b. Deixe a fonte de íons aquecer por 30 minutos.

A fase de aquecimento de 30 minutos impede a condensação de vapores de solventes na sonda fria.
5. Inicie o fluxo da amostra e a injeção da amostra.

Definir as condições iniciais

1. Em Tune Method Editor, verifique se o **Scan Type** correto e os parâmetros de composto apropriados estão selecionados.
2. Digite **30** no campo **Ion Source Gas 1 (GS1)**.
3. No campo Curtain Gas (CUR), digite o valor apropriado para o espectrômetro de massas.

Tabela 4-3 Valores do parâmetro CUR

Espectrômetro de massas	Valor inicial
Sistemas 3500, 4000 e 4500	20
Sistemas 5000, 5500 e 5500+	25
Sistemas 6500 e 6500+	30
Sistemas TripleTOF®	20 a 25, dependendo da vazão

4. Digite **1** no campo **Nebulizer Current (NC)**.

Otimização da fonte de íons

5. Na aba Compound, no campo **Declustering Potential (DP)**, digite **100**.
6. Digite **45** no campo **Collision Energy**.
7. Inicie a aquisição.

Otimizações do fluxo de Gás 1 e Curtain Gas™

1. Ajuste o **GS1** em incrementos de cinco para alcançar o melhor sinal e a melhor relação entre sinal e ruído.
2. Aumente o parâmetro **CUR** até que o sinal comece a decair.

Nota: Para prevenir contaminação, use o maior valor para CUR possível sem sacrificar a sensibilidade. Não configure CUR com valores menores que 20. Isto ajuda a prevenir a penetração do fluxo do Curtain Gas™, que pode gerar um sinal ruidoso; evitar contaminação da abertura e aumentar a razão entre sinal e ruído total.

Ajustar a posição da agulha de descarga corona

Materiais necessários
<ul style="list-style-type: none">• Chave de fenda isolada



AVISO! Risco de choque elétrico. Siga este procedimento para evitar contato com altas voltagens aplicadas à agulha de descarga corona, Curtain Plate e turboaquecedores.

Ao usar a sonda APCI, verifique se a agulha de descarga corona está apontada em direção à abertura. Ao usar a sonda TurbolonSpray®, verifique se a agulha de descarga corona está apontada para longe da abertura.

1. Use uma chave de fenda isolada para girar o parafuso de ajuste da agulha de descarga corona no topo da agulha.
2. Olhe através da janela de vidro para se certificar de que a agulha está alinhada com a ponta voltada para a abertura.

Otimizar a Posição da Sonda APCI



AVISO! Risco de radiação ionizante, risco biológico ou produto químico tóxico. Certifique-se que o eletrodo atravessa a ponta da sonda para prevenir que vapores perigosos escapem da fonte. O eletrodo não deve ser suspenso dentro da sonda.

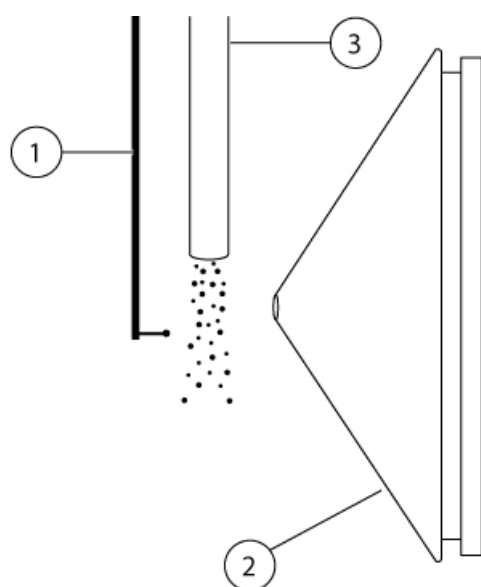


AVISO! Risco de perfuração. Tome cuidado ao manusear o eletrodo. A ponta do eletrodo é extremamente afiada.

Certifique-se de que a abertura da curtain plate continue sempre livre de solvente ou gotículas de solvente.

A posição do bico do pulverizador afeta a sensibilidade e a estabilidade do sinal. Ajuste a posição da sonda apenas em pequenos incrementos. Em vazões menores, posicione a sonda mais perto da abertura. Em vazões maiores, afaste a sonda da abertura. Depois que a sonda for otimizada, ela precisará somente de ajustes finos. Se a sonda for removida, ou se o analito, a vazão ou a composição do solvente mudar, repita o procedimento de otimização.

Figura 4-2 Posição do Bico do Pulverizador



Item	Descrição
1	Agulha de descarga corona
2	Curtain plate
3	Sonda APCI

1. Use as configurações anteriores do micrômetro horizontal e vertical ou configure-o para 5 como uma posição inicial.

Nota: Para evitar a redução do desempenho do espectrômetro de massas, não borife diretamente na abertura.

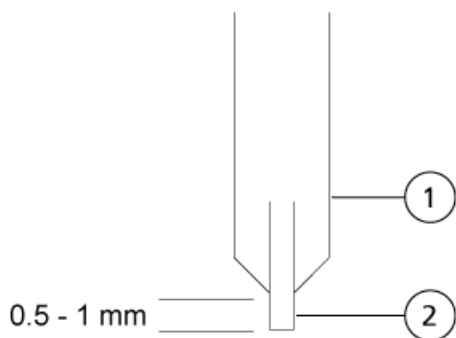
2. Monitore o sinal ou a relação entre sinal e ruído dos analitos no software Analyst[®] ou Analyst[®] TF.
3. Use o micrômetro horizontal para ajustar a posição da sonda em pequenos incrementos para alcançar o melhor sinal ou a razão entre sinal e ruído.

Otimização da fonte de íons

4. Use o micrômetro vertical para ajustar a sonda em pequenos incrementos para alcançar o melhor sinal ou a razão entre sinal e ruído.
5. Ajuste a porca de ajuste do eletrodo preto na sonda para mover o tubo do eletrodo para dentro ou para fora da sonda. A ponta do eletrodo deve se projetar entre 0,5 mm e 1,0 mm a partir da extremidade da sonda.

A configuração ideal para a ponta do eletrodo depende do composto. A distância até onde a ponta do eletrodo se projeta afeta o formato do cone do spray, e o formato do cone do spray afeta a sensibilidade do espectrômetro de massas.

Figura 4-3 Ajuste da extensão da ponta do eletrodo



Item	Descrição
1	Sonda
2	Eletrodo

Otimizar a corrente do nebulizador

A fonte de íons é controlada pela corrente e não pela tensão. Selecione a corrente apropriada para o método de aquisição, independentemente da posição de seleção da fonte de íons.

- Comece com o valor de **Nebulizer Current** igual a 3 e aumente ou diminua para alcançar o melhor sinal ou relação entre sinal e ruído.

A corrente do nebulizador aplicada à agulha de descarga corona geralmente otimiza entre 1 μA e 5 μA no modo positivo. Se não há alterações observadas no sinal quando a corrente é aumentada, então, deixe a corrente com o menor valor que proporciona o melhor sinal ou razão entre sinal e ruído.

Otimizar a temperatura da sonda APCI

A quantidade e o tipo de solvente afetam a temperatura ótima da sonda APCI. Em vazões maiores, a temperatura ótima aumenta.

- Ajuste o valor **TEM** em incrementos de 50 °C a 100 °C para alcançar o melhor sinal e a melhor relação entre sinal e ruído.

Dicas para otimização

A otimização da fonte de íons minimiza a necessidade de limpeza dos componentes dela e da interface de vácuo.

- Use a temperatura mais alta possível quando otimizar os compostos. Uma temperatura de 700 °C é comum para muitos compostos. Temperaturas altas ajudam a manter a fonte de íons limpa e a reduzir o ruído de fundo.
- Use a vazão mais alta de Curtain Gas™ (CUR) possível sem reduzir o sinal. Isso ajuda a:
 - Evitar a penetração do fluxo de Curtain Gas™, que pode produzir um sinal ruidoso.
 - Prevenir a contaminação da entrada do espectrômetro de massas.
 - Aumentar a razão geral entre sinal e ruído.
- Ajuste a configuração do micrômetro horizontal para direcionar o spray líquido da sonda para longe da abertura para:
 - Prevenir a contaminação da entrada do espectrômetro de massas.
 - Evitar perfurar o fluxo do Curtain Gas™, que pode criar um sinal instável.
 - Evitar curto-circuito devido à presença do líquido.Para fazer isso, use o micrômetro vertical para mover a sonda para cima.
- Use a menor tensão possível de IonSpray™ sem perder o sinal. Concentre-se na razão entre sinal e ruído, não apenas no sinal.

Manutenção da fonte de íons

5

Os seguintes avisos aplicam-se a todos os procedimentos de manutenção nesta seção.



AVISO! Risco de superfície quente. Deixe a fonte de íons esfriar por pelo menos 30 minutos antes de iniciar qualquer procedimento de manutenção. As superfícies da fonte de íons aquecem durante a operação.



AVISO! Risco para Produtos Químicos Tóxicos e Fogo. Mantenha líquidos inflamáveis longe de chamas e faíscas e use-os apenas em capela química ventilada ou armários de segurança.



AVISO! Risco de produtos químicos tóxicos. Use equipamento de proteção pessoal, incluindo um jaleco de laboratório, luvas e óculos de segurança, para evitar a exposição da pele ou dos olhos.



AVISO! Risco de radiação ionizante, risco biológico, risco de choque elétrico ou risco de produto químico tóxico. No caso de vazamento de produto químico, revise as Fichas de Dados de Segurança quanto a instruções específicas. Certifique-se de que o sistema está em modo de espera antes de limpar um vazamento perto da fonte de íons. Use equipamento de proteção individual apropriado e lenços absorventes para conter o vazamento e descarte-os seguindo as regulamentações locais.



AVISO! Risco de choque elétrico. Evite o contato com as altas voltagens aplicadas à fonte de íons durante a operação. Coloque o sistema no modo de espera antes de ajustar o tubo de amostra ou outros equipamentos nas proximidades da fonte de íons.



AVISO! Risco de Perfuração, Risco de Radiação Ionizante, Risco Biológico ou Risco de Produto Químico Tóxico. Interrompa o uso da fonte de íons se a janela da fonte de íons estiver rachada ou quebrada e entre em contato com um Funcionário de Serviço de Campo (FSE) da SCIEX. Quaisquer materiais prejudiciais ou tóxicos introduzidos no equipamento estarão presentes no produto de exaustão da fonte. A exaustão do equipamento deve ser ventilada para fora da sala. Descarte os materiais cortantes seguindo os procedimentos de segurança laboratoriais estabelecidos.

CUIDADO: Danos potenciais ao sistema. Não levante ou mova a fonte de íons com uma mão. A fonte de íons é projetada para ser levantada ou movida pelas alças nas laterais da fonte de íons.

Esta seção contém os procedimentos de manutenção geral para a fonte de íons. Para determinar quantas vezes limpar a fonte de íons ou realizar a manutenção preventiva, considere o seguinte:

- Compostos testados
- Limpeza das amostras e técnicas de preparação de amostras
- Quantidade de tempo que uma sonda ociosa contém uma amostra
- Tempo total de análise do sistema

Esses fatores podem causar alterações no desempenho da fonte de íons, indicando que a manutenção é necessária.

Certifique-se de que a fonte de íons instalada esteja totalmente vedada ao espectrômetro de massas, sem evidência de vazamento de gás. Sempre inspecione se há vazamentos na fonte de íons e conexões. Limpe regularmente os componentes da fonte de íons para mantê-la em boas condições de trabalho.

CUIDADO: Danos potenciais ao sistema. Use somente os métodos de limpeza e materiais recomendados para evitar danificar o equipamento.

Materiais necessários

- Chave de boca de 1/4 pol.
- Chave de fenda
- Metanol grau MS
- Água deionizada grau HPLC
- Óculos de segurança
- Máscara de respiração e filtro
- Luvas sem talco (nitrílica ou de neoprene recomendadas)
- Avental de laboratório

Cronograma de manutenção recomendado

A tabela a seguir fornece uma programação recomendada para limpeza e a manutenção do espectrômetro de massa. Consulte o *Guia de peças e equipamentos para fontes de íons e espectrômetro de massas* para obter uma lista de consumíveis e peças de reposição.

Dica! Realize as tarefas de manutenção regularmente para ter certeza de que o espectrômetro de massas esteja funcionando de maneira ideal.

Manutenção da fonte de íons

Entre em contato com um Funcionário de Manutenção Qualificado (QMP) para solicitar peças consumíveis e requisitos de serviço e manutenção básicos. Entre em contato com um Funcionário de serviço de manutenção (FSE) da SCIEX para saber sobre outras exigências de manutenção.

Nota: Para números de peças, consulte o *Guia de peças e equipamentos* do espectrômetro de massas.

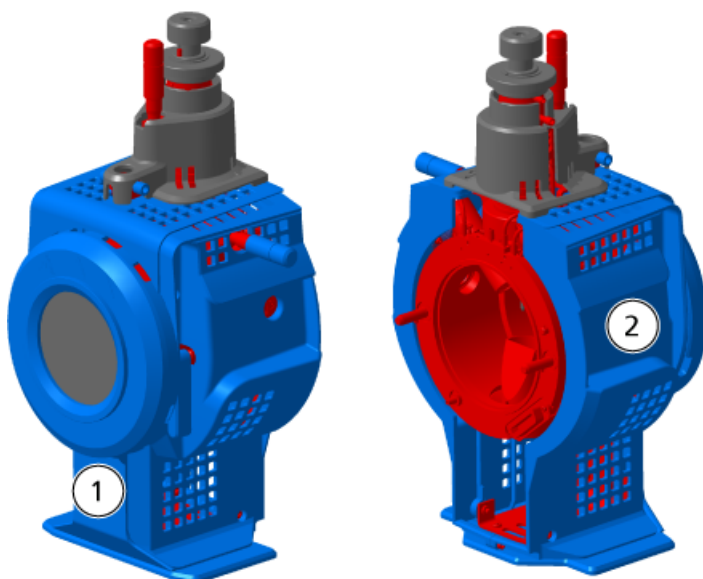
Tabela 5-1 Tarefas de manutenção da fonte de íons

Componente	Frequência	Tarefa	Para mais informações...
Sondas TurbolonSpray® e APCI	Conforme necessário	Inspecionar e substituir	Consulte Remoção da sonda e Instalar a sonda .
Eletrodos TurbolonSpray® e APCI	Conforme necessário	Inspecionar e substituir	Consulte Trocar o eletrodo .
Agulha de descarga corona	Conforme necessário	Substituir	Consulte Substituir a agulha de descarga corona .
Aquecedor turbo	Conforme necessário	Substituir	Entre em contato com o QMP ou FSE local.
Tubo de amostra	Conforme necessário	Substituir	Consulte Conectar o tubo da fonte de íons .

Manuseio da fonte de íons

As superfícies da fonte de íons aquecem durante a operação. A [Figura 5-1](#) mostra as superfícies que estão mais frias (azul e cinza) e as superfícies que permanecem quentes por um período prolongado (vermelho). Não toque nas superfícies vermelhas apresentadas abaixo enquanto estiver usando ou removendo a fonte de íons.

Figura 5-1 Superfícies quentes da fonte de íons (vermelho=quente, cinza=morna, azul=manusear com cuidado)



Item	Descrição
1	Frente
2	Traseira

Remover a fonte de íons

Nota: (sistemas 3500, 4500, 5500, 5500+, 6500, 6500+ e TripleTOF®) O nitrogênio continua a fluir a uma taxa de 5,3 L/min quando o espectrômetro de massas está desligado ou a fonte de íons é removida do sistema. Para reduzir o consumo de gás nitrogênio e manter o espectrômetro de massas limpo quando não estiver em uso, deixe a fonte de íons instalada no espectrômetro de massa e deixe o sistema ligado.

A fonte de íons pode ser removida de forma rápida e fácil, sem ferramentas. Sempre remova a fonte de íons do espectrômetro de massa antes de realizar qualquer manutenção na fonte de íons ou mudar as sondas.

1. Interrompa quaisquer varreduras em andamento.
2. Desligue o fluxo de amostra.
3. Digite **0** no campo **TEM** se os aquecedores estiverem em uso.
4. Aguarde pelo menos 30 minutos para que a fonte de íons esfrie.
5. Desconecte a porca do tubo de amostra da união de aterramento.
6. Gire as duas travas da origem para cima até a posição de 12 horas para destravar a fonte de íons.
7. Puxe a fonte de íons delicadamente da interface a vácuo.

Nota: Tome cuidado para não perder os anéis de vedação instalados na interface de vácuo.

8. Coloque a fonte de íons em uma superfície limpa e segura.

Limpar as superfícies da fonte de íons

Procedimentos de pré-requisito
<ul style="list-style-type: none">• Remover a fonte de íons



AVISO! Risco de choque elétrico. Remova a fonte de íons do espectrômetro de massas antes de iniciar este procedimento. Siga todas as práticas seguras necessárias para realização de trabalho em componentes elétricos.

Limpe as superfícies da fonte de íons após um derramamento ou quando ficarem sujas.

- Limpe as superfícies da fonte de íons com um tecido macio úmido.

Limpar a sonda

Lave a fonte de íons periodicamente, independentemente do tipo de compostos incluídos na amostra. Faça isso configurando um método no software Analyst® ou Analyst® TF especificamente para executar uma operação de lavagem.

1. Altere para uma fase móvel que seja água/acetonitrila 1:1 ou água/metanol 1:1.
2. Ajuste a posição da sonda de forma que fique o mais longe possível do orifício.
3. No software Analyst® ou Analyst® TF faça o seguinte:
 - a. Crie um método MS.
 - b. Ajuste a **TEM** entre **500** e **600**.
 - c. Ajuste **GS1** e **GS2** para, pelo menos, **40**.
 - d. Ajuste o **CUR** para a configuração mais alta possível.
4. Espere até que o ponto **TEM** seja atingido.
5. Certifique-se que a sonda e o tubo de amostra são lavados completamente.

Remoção da sonda



AVISO! Risco de choque elétrico. Remova a fonte de íons do espectrômetro de massas antes de iniciar este procedimento. Siga todas as práticas seguras necessárias para realização de trabalho em componentes elétricos.

CUIDADO: Danos potenciais ao sistema. Não deixe que a ponta do eletrodo saliente ou a agulha de descarga corona toque em qualquer parte do revestimento da fonte de íons para evitar danos à sonda.

A sonda pode ser removida rápida e facilmente, sem ferramentas. Sempre remova a fonte de íons do espectrômetro de massas antes de mudar ou realizar manutenção na sonda.

Procedimentos de pré-requisito

- [Remover a fonte de íons](#)

1. Solte a porca do tubo de amostra e, em seguida, desligue o tubo de amostra da sonda.
2. Solte o anel retentor que prende a sonda ao compartimento da fonte de íons.
3. Puxe delicadamente a sonda para cima, para removê-la da torre.
4. Coloque a sonda em uma superfície firme e limpa.

Trocar o eletrodo



AVISO! Risco de choque elétrico. Remova a fonte de íons do espectrômetro de massas antes de iniciar este procedimento. Siga todas as práticas seguras necessárias para realização de trabalho em componentes elétricos.



AVISO! Risco de perfuração. Tome cuidado ao manusear o eletrodo. A ponta do eletrodo é extremamente afiada.

A sonda contém um eletrodo. Troque o eletrodo quando houver queda no desempenho.

Nota: Depois de trocar o eletrodo, avalie o efeito da mudança sobre o desempenho do sistema.

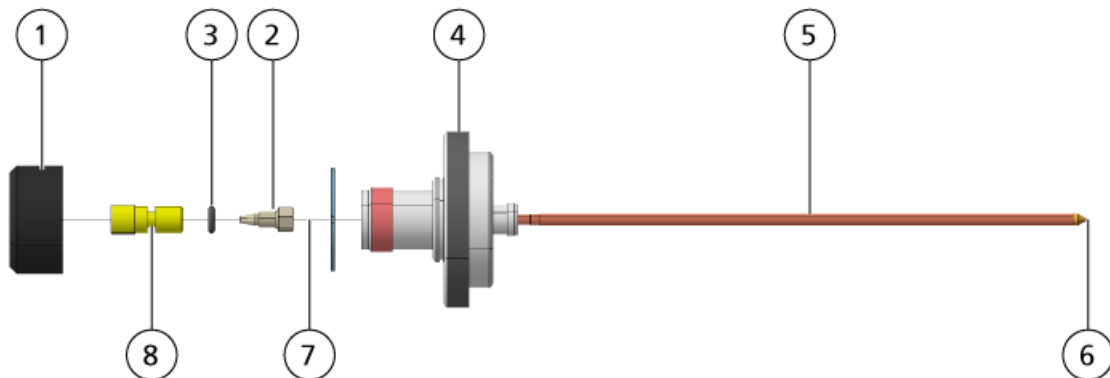
Procedimentos de pré-requisito

- [Remover a fonte de íons](#)
- [Remoção da sonda](#)

Este procedimento aplica-se às duas sondas.

1. Remova a porca de ajuste do eletrodo e remova o eletrodo.
2. Segure a sonda com a ponta apontada para baixo, de modo que a mola permaneça no interior da sonda, instale um ajuste de amostra na união PEEK e aperte até que esteja bem firme.

Figura 5-2 Sonda, Visualização Expandida



Item	Descrição
1	Porca de ajuste do eletrodo
2	Porca de retenção de 1/4 polegadas
3	Mola
4	Anel retentor
5	Tubo do pulverizador
6	Ponta do eletrodo
7	Tubo do eletrodo
8	União PEEK

3. Puxe a união PEEK e o tubo do eletrodo anexado da sonda.
4. Remova o ajuste da amostra da união PEEK.
5. Use a chave inglesa aberta de 1/4 pol para remover a porca de retenção que segura o tubo do eletrodo na união PEEK.
6. Remova o tubo do eletrodo da porca de retenção.
7. Insira o novo tubo do eletrodo na porca de retenção e, em seguida, na união PEEK.

Certifique-se de que o tubo do eletrodo esteja inserido na união PEEK o máximo possível. Se houver uma lacuna entre o tubo de eletrodo e sua sede dentro da união, um volume morto pode ocorrer.

8. Aperte a porca de retenção.

Não cruze ou aperte excessivamente a porca de retenção ou o tubo pode vazar.

9. Certifique-se de que a mola ainda esteja dentro da sonda e, em seguida, aperte a porca de ajuste do eletrodo.
10. Alinhe o tubo do eletrodo com a abertura estreita no tubo do pulverizador e, em seguida, insira a união PEEK e o tubo do eletrodo ligado na sonda. Tenha cuidado para não dobrar o tubo do eletrodo.

11. Instale e aperte a porca de ajuste do eletrodo.
12. Instale a sonda. Consulte [Instalar a sonda](#).
13. Instale a fonte de íons no espectrômetro de massas. Consulte [Instalação da fonte de íons](#).
14. Conecte a tubulação de amostra. Consulte [Conectar o tubo da fonte de íons](#).
15. Ajuste a extensão da ponta do eletrodo. Consulte [Otimizar a posição da sonda TurbolonSpray®](#) ou [Otimizar a Posição da Sonda APCI](#).

Substituir a agulha de descarga corona



AVISO! Risco de choque elétrico. Remova a fonte de íons do espectrômetro de massas antes de iniciar este procedimento. Siga todas as práticas seguras necessárias para realização de trabalho em componentes elétricos.



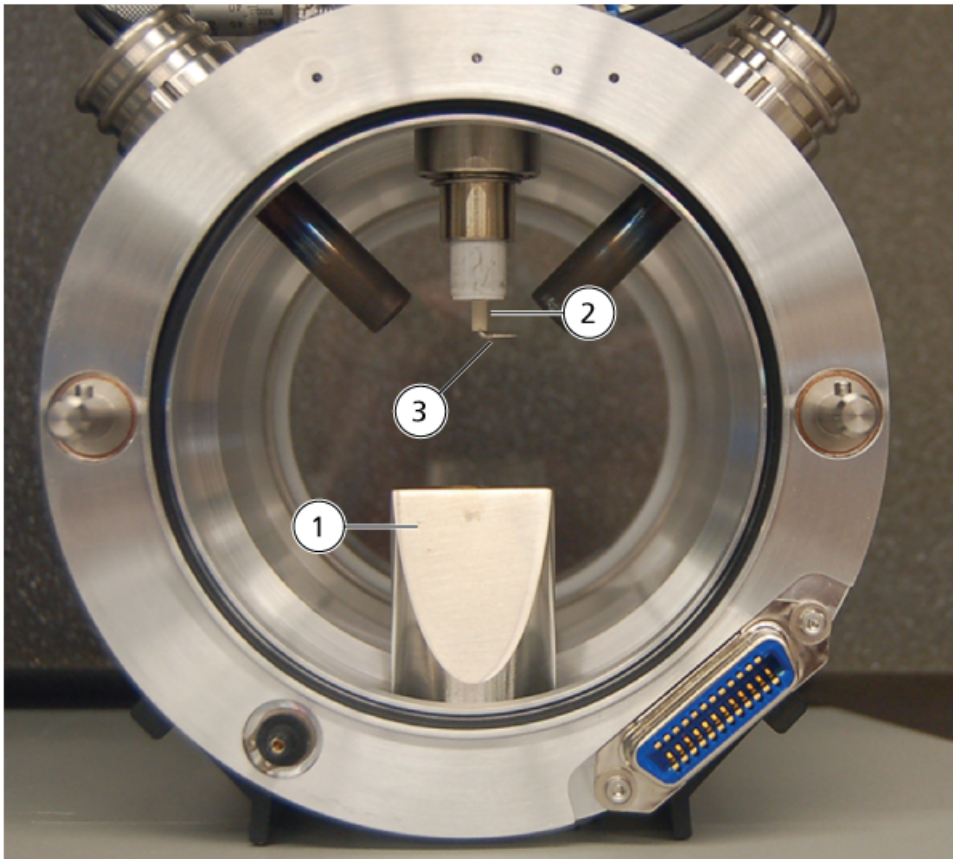
AVISO! Risco de perfuração. Manuseie a agulha com cuidado. A ponta da agulha é extremamente afiada.

Procedimentos de pré-requisito
<ul style="list-style-type: none">• Remover a fonte de íons• Remoção da sonda

Se a ponta da agulha de descarga corona for corroída, talvez fique difícil removê-la. Nesse caso, corte a ponta da agulha para removê-la, depois troque toda a agulha de descarga corona.

1. Gire a fonte de íons de forma que a lateral aberta fique acessível.

Figura 5-3 Agulha de descarga corona



Item	Descrição
1	Chaminé de exaustão
2	Manga de cerâmica
3	Ponta da agulha da descarga corona

2. Enquanto segura o parafuso de ajuste da agulha de descarga corona (consulte [Componentes da fonte de íons](#)) entre o polegar e o dedo indicador e a agulha de descarga corona com a outra mão, gire a ponta da agulha da descarga corona no sentido anti-horário para afrouxar e, em seguida, remova com cuidado a ponta.
3. Puxe gentilmente a agulha de descarga corona através da chaminé de exaustão para removê-la.
4. Insira o máximo possível da nova agulha através da chaminé de exaustão na manga de cerâmica.
5. Segurando uma nova ponta entre o polegar e o dedo indicador e o parafuso de ajuste da agulha de descarga corona com a outra mão, gire a ponta da agulha da descarga corona no sentido horário para instalar a ponta.

6. Insira a sonda e, em seguida, instale a fonte de íons no espectrômetro de massas. Consulte [Instalação da fonte de íons](#).

Substituir a tubulação de amostra



AVISO! Risco de choque elétrico. Remova a fonte de íons do espectrômetro de massas antes de iniciar este procedimento. Siga todas as práticas seguras necessárias para realização de trabalho em componentes elétricos.

Procedimentos de pré-requisito

- Pare o fluxo de amostra e certifique-se de que qualquer gás restante tenha sido removido por meio do sistema de exaustão da fonte.
- [Remover a fonte de íons](#).

Use o seguinte procedimento para substituir a tubulação de amostra se estiver entupida.

1. Desconecte a tubulação de amostra da sonda e da união de aterramento.
2. Troque a tubulação de amostra por uma tubulação de comprimento adequado; corte-a com um cortador de tubo adequado. Consulte [Conectar o tubo da fonte de íons](#).
3. Instale a fonte de íons. Consulte [Instalação da fonte de íons](#).
4. Inicie o fluxo da amostra.

Armazenamento e manuseio



AVISO! Risco ambiental. Não descarte os componentes do sistema no lixo municipal. Siga as normas locais ao descartar os componentes.

Os requerimentos ambientais para o armazenamento e o transporte da fonte de íons:

- Temperatura ambiente entre $-30\text{ }^{\circ}\text{C}$ e $+60\text{ }^{\circ}\text{C}$ ($-22\text{ }^{\circ}\text{F}$ e $140\text{ }^{\circ}\text{F}$)
- Pressão atmosférica entre 75 kPa e 101 kPa
- Umidade relativa não ultrapassa 99%

Solução de problemas da fonte de íons

6

Sinal	Causa possível	Ação Corretiva
O software Analyst® ou Analyst® TF software informa que o espectrômetro de massas entrou em estado de falha.	<ol style="list-style-type: none">1. A sonda não está instalada.2. A sonda não está conectada de maneira firme.	<ol style="list-style-type: none">1. Instale a sonda. Consulte Instalar a sonda.2. Reinstale a sonda:<ol style="list-style-type: none">a. Remova a sonda. Consulte Remoção da sonda.b. Instale a sonda certificando-se de apertar o anel retentor de maneira firme. Consulte Instalar a sonda.
O software Analyst® ou Analyst® TF indica que há uma sonda específica em uso, mas há outra sonda instalada.	O fusível F3 queimou.	Entre em contato com um FSE.
O spray não está uniforme.	O eletrodo está bloqueado.	Troque o eletrodo. Consulte Trocar o eletrodo .
A sensibilidade é reduzida.	<ol style="list-style-type: none">1. Os componentes da interface (parte frontal) estão sujos.2. Vapor do solvente ou outros compostos desconhecidos estão presentes na região do analisador.	<ol style="list-style-type: none">1. Limpe os componentes da interface e, em seguida, instale a fonte de íons.2. Otimize a vazão da Curtain Gas™. Consulte Otimização da fonte de íons.
Durante os testes, a fonte de íons não atende às especificações.	<ol style="list-style-type: none">1. A solução de teste não foi preparada corretamente.2. O espectrômetro de massa não passou nos testes de instalação.	<ol style="list-style-type: none">1. Confirme que as soluções de teste foram preparadas corretamente.2. Se o problema não for resolvido, contate a FSE para fazer os testes de instalação.

Sinal	Causa possível	Ação Corretiva
O ruído de fundo é alto.	<ol style="list-style-type: none"> 1. A temperatura (TEM) está muito alta. 2. A vazão do gás do aquecedor (GS2) é excessivamente alta. 3. A fonte de íons está contaminada. 	<ol style="list-style-type: none"> 1. Otimize a temperatura. 2. Otimize a vazão de gás do aquecedor. 3. Limpe ou troque os componentes da fonte de íons, depois condicione a fonte de íons e a extremidade frontal: <ol style="list-style-type: none"> a. Mova a sonda para a posição mais afastada da abertura (nas orientações vertical e horizontal). b. Certifique-se que o aquecedor de interface esteja ligado. c. Faça a infusão ou injete metanol/água 50:50 com uma vazão de bomba de 1 ml/min. d. No software Analyst® ou Analyst® TF, configure TEM como 650, GS1 como 60 e GS2 como 60. e. Defina a vazão de CUR para 45 ou 50. f. Execute durante pelo menos 2 horas ou, de preferência, durante a noite, para obter melhores resultados.

Solução de problemas da fonte de íons

Sinal	Causa possível	Ação Corretiva
O desempenho da fonte de íons degradou.	<ol style="list-style-type: none">1. A sonda não está otimizada.2. A amostra não foi preparada corretamente ou a amostra degradou.3. As conexões de entrada da amostra estão vazando.	<ol style="list-style-type: none">1. Otimize a sonda. Consulte Otimização da sonda TurbolonSpray® ou Otimização da sonda APCI.2. Confirme se a amostra foi preparada corretamente.3. Verifique se os ajustes estão apertados e substitua-os se o vazamento continuar. Não aperte demais os ajustes.4. Instale e otimize uma fonte de íons alternativa. Se o problema persistir, entre em contato com um FSE
Ocorrência de arco elétrico ou faíscas.	A posição da agulha de descarga corona está incorreta.	Gire a agulha de descarga corona em direção à curtain plate e longe do vapor do gás aquecedor. Consulte Ajustar a posição da agulha de descarga corona .

Princípios de operação — Fonte de íons

A

Modo de ionização por eletrospray

A sonda está localizada no centro entre os dois turboaquecedores, que estão localizados em um ângulo de 45 graus de cada lado da sonda. A combinação do efluente do IonSpray™ e gás seco aquecido dos turboaquecedores é projetada em um ângulo de 90 graus em relação à abertura na placa do Curtain Gas.

Somente compostos que são ionizados no solvente podem ser gerados como íons em fase gasosa na fonte. A eficiência de ionização depende da energia de solvatação dos íons específicos. Íons com energias de solvatação mais baixas tendem a evaporar mais do que os íons com energias de solvatação mais altas.

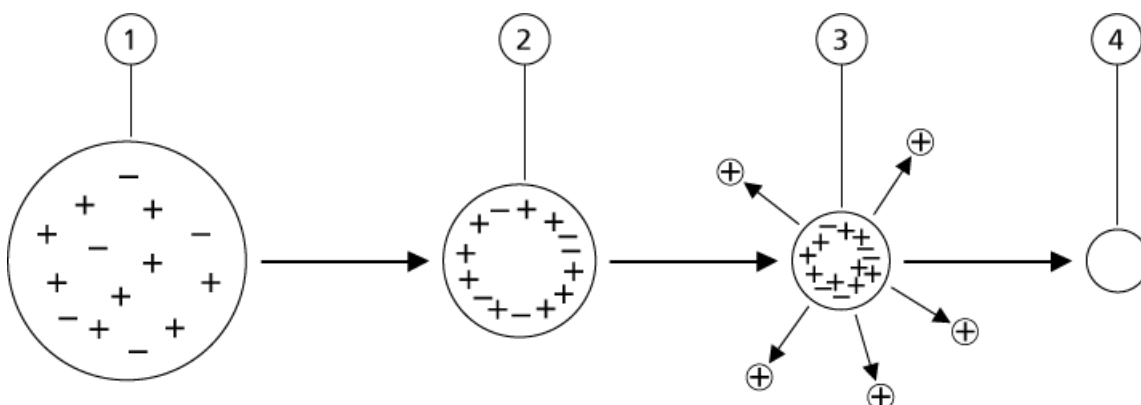
A interação da tensão do IonSpray™ e dos turboaquecedores ajuda a concentrar o fluxo e aumentar a taxa de evaporação de gotículas, resultando em um sinal do íon mais intenso. O gás aquecido aumenta a eficiência da evaporação de íons, resultando em mais sensibilidade e capacidade de manusear vazões mais altas de amostra líquida.

Um fluxo alto do gás nebulizador aparta gotículas da corrente da amostra líquida na entrada do IonSpray™. Usando a alta tensão variável aplicada ao pulverizador, a fonte de íons aplica uma carga líquida para cada gotícula. Esta carga ajuda na dispersão de gotículas. Íons de polaridade única são preferencialmente retirados nas gotículas por alta tensão, uma vez que são separados do fluxo líquido. No entanto, esta separação é incompleta e cada gotícula contém muitos íons de ambas as polaridades. Íons de mesma polaridade são predominantes em cada gotícula e a diferença entre o número de íons carregados positiva ou negativamente resulta em carga líquida. Somente os íons de polaridade dominante estão disponíveis para evaporação iônica e somente uma fração destes realmente evapora.

A sonda pode gerar íons com cargas múltiplas a partir dos compostos que têm múltiplos sítios de carga, como peptídeos e oligonucleotídeos. Isso é útil durante a análise de espécies de alto peso molecular, em que múltiplas cargas produzem íons de uma razão massa e carga (m/z) dentro do intervalo de massa do espectrômetro de massa. Isso permite determinar o peso molecular dos compostos em uma faixa de variação de KiloDalton (kDa).

Conforme mostrado na [Figura A-1](#), cada gotícula carregada contém solvente e tanto íons negativos como positivos, porém com íons de uma polaridade predominante. Como um meio de condução, cargas em excesso residem na superfície da gotícula. Conforme o solvente evapora, o campo elétrico da superfície da gotícula aumenta devido ao raio decrescente da gotícula.

Figura A-1 Evaporação do Íon



Item	Descrição
1	A gotícula contém íons de ambas as polaridades com uma polaridade sendo predominante.
2	Conforme o solvente evapora, o campo elétrico aumenta e os íons se movem para a superfície.
3	Em algum valor do campo crítico, íons são emitidos das gotículas.
4	Resíduo não volátil continua como uma partícula seca.

Se a gotícula contiver excesso de íons e quantidade suficiente de solvente para evaporar a partir da gotícula, um campo crítico é alcançado, no qual os íons são emitidos a partir da superfície. Consequentemente, todo o solvente evaporará a partir da gotícula, resultando em uma partícula seca consistindo em componentes não voláteis da solução da amostra.

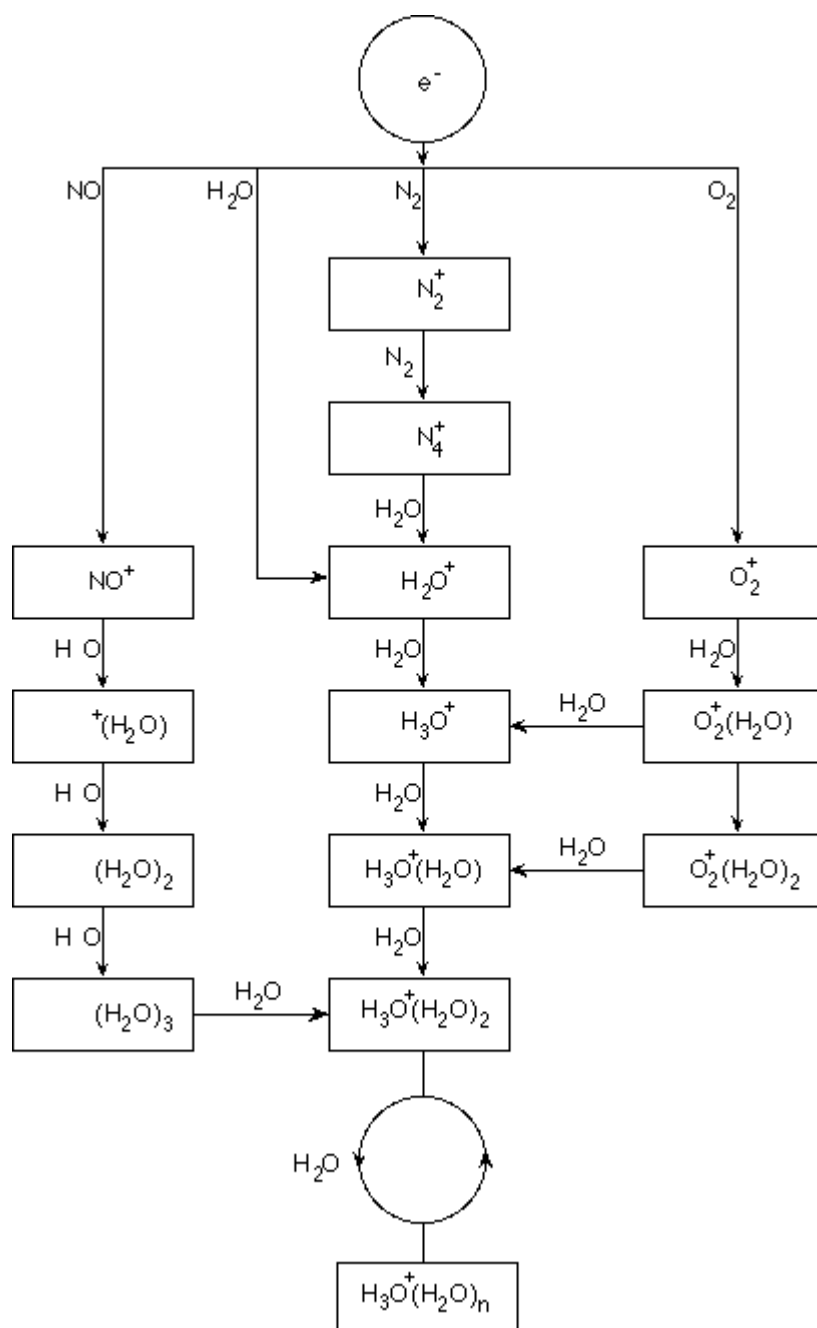
Como as energias de solvatação para a maioria das moléculas orgânicas são desconhecidas, as sensibilidades de qualquer íon orgânico evaporado são difíceis de prever. A importância da energia de solvatação é evidente uma vez que os surfactantes que se concentram na superfície de um líquido podem ser detectados muito facilmente.

Modo APCI

Algumas das incompatibilidades na cromatografia líquida acoplada à espectrometria de massa surge da dificuldade de conversão de moléculas relativamente não voláteis em solução em um gás molecular sem induzir uma decomposição excessiva. O processo da sonda de APCI de nebulizar suavemente a amostra em pequenas gotículas finamente dispersas em um tubo de cerâmica aquecido resulta na rápida vaporização da amostra, de modo que as moléculas da amostra não sejam decompostas.

A [Figura A-2](#) mostra o fluxo de reação do processo APCI para os íons positivos (os hidratos de próton, $\text{H}_3\text{O}^+[\text{H}_2\text{O}]_n$).

Figura A-2 Fluxograma de Reação por APCI



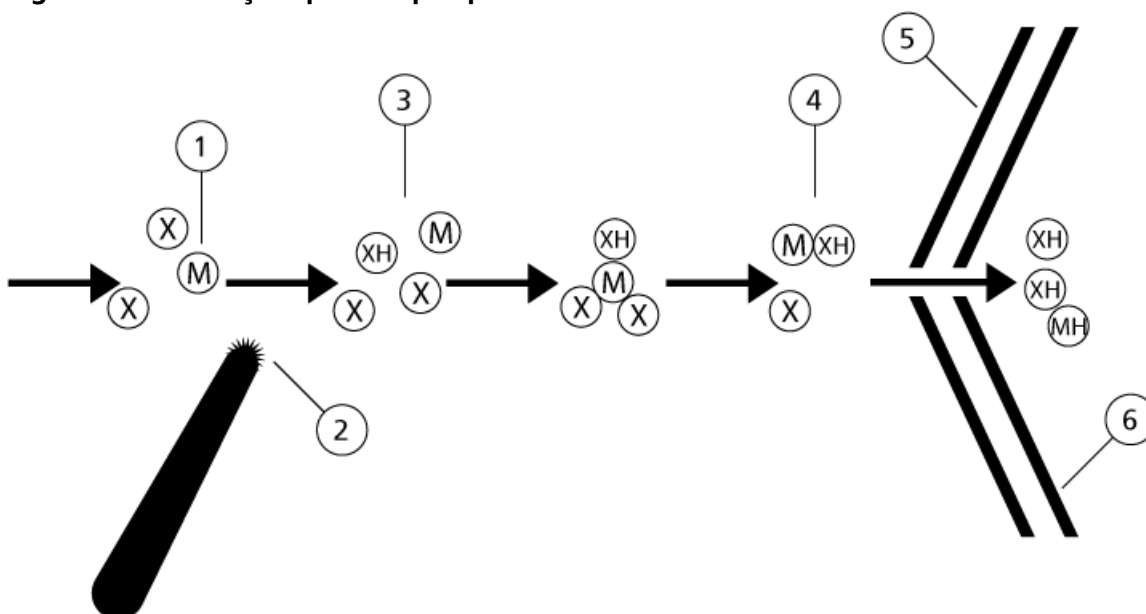
Os íons principais N_2^+ , O_2^+ , H_2O^+ e NO^+ são formados pelo impacto de elétrons criados por uma descarga corona nos componentes neutros presentes do ar. Embora o NO^+ não seja normalmente um componente principal do ar limpo, a concentração desta espécie na fonte é aumentada devido às reações neutras iniciadas pela descarga corona.

As amostras que são introduzidas por meio da sonda de APCI são pulverizadas com o auxílio de um gás nebulizador, no tubo de cerâmica aquecido. Dentro do tubo, as gotículas finamente dispersas da amostra e o

solvente passam por uma rápida vaporização com decomposição térmica mínima. O processo de vaporização preserva a identidade molecular da amostra.

A amostra gasosa e as moléculas do solvente passam para o compartimento da fonte de íons onde a ionização APCI é induzida por uma agulha de descarga corona conectada à extremidade do tubo. As moléculas da amostra são ionizadas pela colisão com os íons do reagente criados a partir da ionização das moléculas do solvente da fase móvel. Conforme mostrado no [Figura A-3](#), as moléculas do solvente vaporizado ionizam até produzir os íons reagentes $[X+H]^+$ no modo positivo e $[X-H]^-$ no modo negativo. São estes íons reagentes que produzem íons da amostra estáveis quando colidem com as moléculas da amostra.

Figura A-3 Ionização química por pressão atmosférica



Item	Descrição
1	Amostra
2	Íons primários são criados nas proximidades da agulha de descarga corona
3	A ionização produz predominantemente íons solventes
4	Íons reagentes reagem com as moléculas da amostra formando agregados
5	Curtain plate
6	Interface
x = moléculas do solvente; M = moléculas da amostra	

As moléculas da amostra são ionizadas por meio de um processo de transferência do próton no modo positivo e tanto pela transferência do elétron ou transferência do próton no modo negativo. A energia para o processo de ionização APCI é predominantemente por colisão por causa da pressão atmosférica relativamente elevada da fonte de íon.

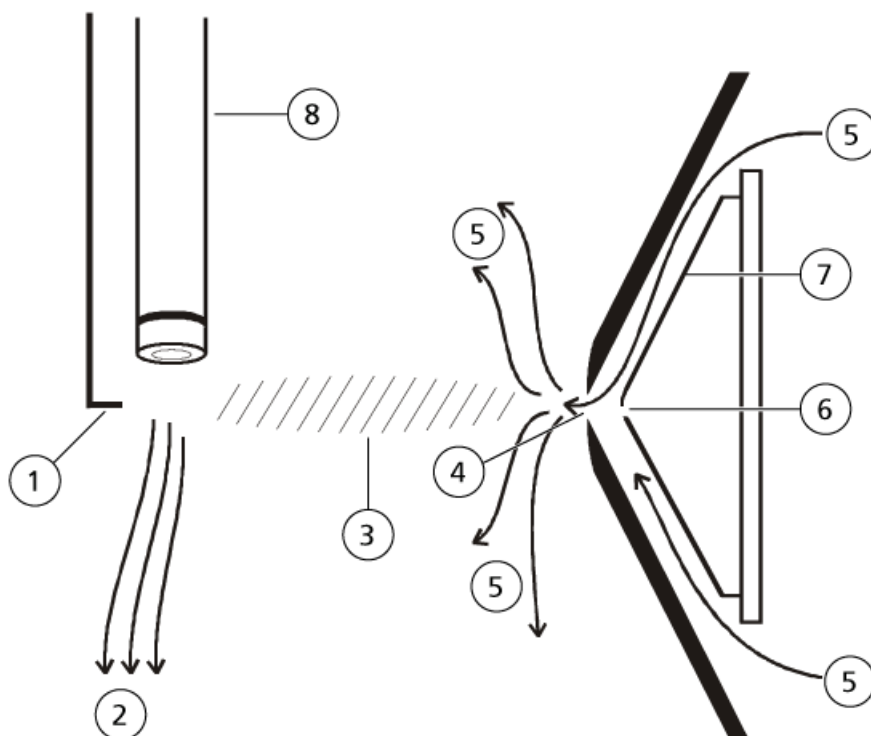
Para aplicações de fase reversa, os íons reativos consistem de moléculas de solvente protonado no modo positivo e íons de oxigênio solvatados no modo negativo. Com termodinâmicas favoráveis, a adição de modificadores altera a composição do íon. Por exemplo, a adição de tampões de acetato ou modificadores pode fazer o íon acetato $[\text{CH}_3\text{COO}]^-$ o reagente primário no modo negativo. Os modificadores de amônio podem formar amônia protonada $[\text{NH}_4]^+$, o reagente primário no modo positivo.

Através de colisões, uma distribuição equilibrada de certos íons (por exemplo, íons agregados de água protonada) é mantida. A probabilidade de fragmentação prematura dos íons da amostra na fonte de íons é reduzida por causa da influência moderada dos agregados de solvente nos íons reagentes e a pressão do gás relativamente alta na fonte. Como resultado, o processo de ionização produz principalmente íons do produto molecular para análise de massa no espectrômetro de massa.

Região de ionização APCI

A [Figura A-4](#) mostra a posição geral da reação íon-molécula da sonda APCI. As linhas inclinadas mostram a região de reação entre a descarga corona até a entrada do espectrômetro de massas. Uma corrente de íons de descarga corona é criada como um resultado de um campo elétrico entre a agulha de descarga e da placa do gás de cortina. Íons primários, por exemplo, N_2^+ e O_2^+ , são criados pela perda dos elétrons que se originam no fluido ao redor da ponta da agulha de descarga. A energia dos elétrons é moderada por um número de colisões com as moléculas de gás antes de atingir uma determinada energia, onde a sua seção transversal de ionização eficaz lhes permite ionizar moléculas neutras de forma eficiente.

Figura A-4 Região de ionização por APCI



Item	Descrição
1	Ponta da agulha de descarga
2	Fluxo da amostra
3	Reator sem paredes
4	Abertura da placa do gás de cortina
5	Suprimento de Curtain Gas™.
6	Orifício
7	Placa de orifício
8	Tubo de cerâmica

Os íons primários, por sua vez, geram íons intermediários que conduzem à formação de íons da amostra. Íons de polaridade escolhida, são direcionados sob a influência do campo elétrico até a placa do gás de cortina e pela cortina de gás no analisador de massas. Todo o processo de formação de íons por colisão devido a pressão atmosférica relativamente elevada da sonda APCI. Exceto região ao redor da ponta da agulha de descarga, em que a força do campo elétrico é maior, a energia transmitida para um íon por um campo elétrico é pequena em comparação com a energia térmica do íon.

Através de colisões, uma distribuição igual de certos íons (por exemplo, íons agregados de água protonada) é mantida. Qualquer excesso de energia que um íon possa adquirir no processo de reação íon-molécula é termalizada. Através das colisões, muitos dos íons produtos são estabilizados, embora muitas colisões subsequentes ocorram. A formação de íons produtos e reagentes é governada pelas condições de equilíbrio à pressão de operação de 760 torr (atmosférica).

A sonda APCI funciona como um reator sem paredes porque os íons que passam da fonte até a câmara de vácuo e, por fim, até o detector nunca experimentam colisões com uma parede - somente colisões com outras moléculas. Os íons também são formados no exterior da fonte de íon designada, mas não são detectados e acabam sendo neutralizados por interagir com a superfície.

A temperatura da sonda é um fator importante para o funcionamento da sonda APCI. Para preservar a identidade molecular, a temperatura deve ser suficientemente elevada para assegurar uma evaporação rápida. A uma temperatura de funcionamento suficientemente alta, as gotículas são vaporizadas rapidamente de modo a que as moléculas orgânicas são desorvidas das gotículas com a degradação térmica mínima. Se, contudo, a temperatura for muito baixa, o processo de evaporação é mais lento e pirólise, ou decomposição, pode ocorrer antes da vaporização ser concluída. Operar a sonda APCI em temperaturas acima da temperatura ideal pode provocar a decomposição térmica da amostra.

Parâmetros e tensões da fonte

B

Parâmetros da sonda TurbolonSpray[®]

A tabela a seguir mostra as condições de operação recomendadas para a sonda TurbolonSpray[®] em três diferentes vazões. Para cada vazão, o fluxo da Curtain Gas[™] deve ser o mais alto possível. A composição do solvente utilizada para a otimização foi água/acetonitrila 1:1. Estas condições representam um ponto de partida para otimizar a sonda. Usando um processo iterativo, otimize os parâmetros utilizando análise de injeção de fluxo para atingir o melhor sinal ou a razão entre sinal e ruído para o composto de interesse.

Tabela B-1 Otimização de parâmetro da sonda TurbolonSpray[®]

Parâmetros	Valores típicos			Faixa operacional
Vazão LC	5 µL/min a 50 µL/min	200 µL/min	1.000 µL/min	5 µL/min a 3000 µL/min
Gás 1 (gás nebulizador)	20 psi a 40 psi	40 psi a 60 psi	40 psi a 60 psi	0 psi a 90 psi
Gás 2 (gás aquecedor)	0 psi	50 psi	50 psi	0 psi a 90 psi
Tensão do IonSpray	5500	5500 V	5500 V	5500 V
Suprimento da Curtain Gas [™]	20 psi	20 psi	20 psi	20 psi a 50 psi
Temperatura ¹	0 °C a 200 °C	200 °C a 650 °C	400 °C a 750 °C	Até 750 °C
Potencial de desagrupamento (DP) ²	Positivo: 70 V Negativo: -70 V	Positivo: 70 V Negativo: -70 V	Positivo: 70 V Negativo: -70 V	Positivo: 0 V a 400 V Negativo: -400 V a 0 V
Ajuste do micrômetro vertical da sonda	7 a 10	2 a 5	0 a 2	0 a 13
Ajuste do micrômetro horizontal da sonda	4 a 6	4 a 6	4 a 6	0 a 10

¹ Os valores de temperatura ótima dependem do composto e da composição da fase móvel (maior teor aquoso exige maior temperatura). Zero (0) significa que nenhuma temperatura é aplicada.

² Os valores DP dependem do composto.

Parâmetros da sonda APCI

Tabela B-2 Otimização do parâmetro para a sonda APCI

Parâmetro	Valor típico	Faixa operacional
Vazão LC	1.000 µL/min	200 µL/min a 2.000 µL/min
Gás 1 (gás nebulizador)	30 psi	0 psi a 90 psi
Suprimento da Curtain Gas™	20 psi	20 psi a 50 psi
Temperatura ³	400 °C	100 °C a 750 °C
Corrente do nebulizador (NC)	Positivo: 3 µA Negativo: -3 µA	Positivo: 0 mA a 5 µA Negativo: -5 mA a 0 µA
Potencial de desagrupamento (DP)	Positivo: 60 V Negativo: -60 V	Positivo: 0 V a 300 V Negativo: -300 V a 0 V
Ajuste do micrômetro vertical da sonda	4	Escala 0 a 13

Descrições dos Parâmetros

Tabela B-3 Parâmetros Fonte Dependentes

Parâmetro	Descrição
Fonte de íons Gás 1 (GS1)	Controla o gás nebulizador das sondas TurbolonSpray® e APCI. Consulte Princípios de operação — Fonte de íons .
Fonte de íons Gás 2 (GS2)	Controla o gás do aquecedor da sonda TurbolonSpray®. Melhor sensibilidade é alcançada quando a combinação de temperatura (TEM) e vazão do gás do aquecedor (GS2) provoca que o solvente da LC alcance um ponto em que esteja quase completamente vaporizado. Para otimizar o GS2, aumente o fluxo para obter melhor sinal ou razão entre sinal e ruído se tiver um aumento significativo no ruído de fundo. Um fluxo de gás muito elevado pode produzir um sinal ruidoso ou instável. Consulte Princípios de operação — Fonte de íons .
Curtain Gas (CUR)	Controla o fluxo de gás para a interface Curtain Gas™. A interface Curtain Gas situa-se entre a placa do gás de cortina e o orifício. Ela evita que o ar do ambiente e as gotículas de solvente entrem e contaminem a óptica iônica, enquanto permite a direção dos íons da amostra na câmara a vácuo por campos elétricos gerados entre a interface a vácuo e a agulha de pulverização. A contaminação de entrada de íons reduz a transmissão de Q0, estabilidade e sensibilidade, e aumenta o ruído de fundo. Mantenha a vazão de Curtain Gas™ o mais alta possível sem perder a sensibilidade.

³ O valor da temperatura depende do composto.

Tabela B-3 Parâmetros Fonte Dependentes (continuação)

Parâmetro	Descrição
Temperatura (TEM)	Controla o calor aplicado à amostra para vaporizá-la. A temperatura ótima é a temperatura mais baixa em que a amostra é vaporizada completamente. Otimize em incrementos de 50 °C.
Temperatura (TEM) - TurbolonSpray®	Controla a temperatura do gás do aquecedor na sonda TurbolonSpray®. A melhor sensibilidade é alcançada quando a combinação de temperatura (TEM) e vazão do gás do aquecedor (GS2) faz com que o solvente da LC alcance um ponto em que esteja quase completamente vaporizado. Conforme o teor orgânico do solvente aumenta, a temperatura ideal da sonda diminui. Com solventes consistindo em 100% de metanol ou acetonitrila, o desempenho da sonda pode ser otimizado em temperatura tão baixa quanto 300 °C. Solventes aquosos consistindo em 100% de água em fluxos de aproximadamente 1000 µL/min requerem uma temperatura da sonda de 750 °C. Se a temperatura definida for muito baixa, então a vaporização ficará incompleta e extensa, e gotículas visíveis serão expelidas no compartimento da fonte de íons. Se a temperatura definida for muito alta, o solvente poderá vaporizar prematuramente na ponta da sonda, especialmente se a sonda estiver definida com valor muito baixo (de 5 mm a 13 mm).
Temperatura (TEM) - sonda APCI	Controla a temperatura da sonda APCI. Conforme o teor orgânico do solvente aumenta, a temperatura ótima da sonda deve diminuir. Com solventes consistindo em 100% de metanol ou acetonitrila, o desempenho da sonda pode otimizar em temperaturas tão baixas quanto 400 °C nas vazões de 1000 µL/min. Solventes aquosos consistindo em 100% de água definidos em fluxos de aproximadamente 2000 µL/min requerem uma temperatura mínima da sonda de 700 °C. Se a temperatura definida for muito baixa, então a vaporização ficará incompleta e extensa, e gotículas visíveis serão expelidas no compartimento da fonte de íons. Se a temperatura definida for muito alta, ocorrerá degradação térmica da amostra.
Corrente do nebulizador (NC)	Controla a corrente aplicada à agulha da descarga corona na sonda APCI. A descarga ioniza as moléculas do solvente, que por sua vez ionizam as moléculas da amostra. Para a sonda APCI, a corrente aplicada à agulha de descarga corona (NC) geralmente é otimizada sobre um amplo intervalo (cerca de 1 µA a 5 µA no modo positivo). Para otimizar, inicie em um valor de 1 e aumente para alcançar o melhor sinal ou relação entre sinal e ruído. Se, ao aumentar a corrente, nenhuma alteração for observada no sinal, então deixe a corrente na configuração mais baixa, que proporciona a melhor sensibilidade (por exemplo, 2 µA).

Tabela B-3 Parâmetros Fonte Dependentes (continuação)

Parâmetro	Descrição
Flutuação de tensão do IonSpray (ISFV) ou Tensão do IonSpray (IS)	Controla a tensão aplicada ao vaporizador na sonda TurbolonSpray [®] , que ioniza a amostra na fonte de íons. O valor do parâmetro depende da polaridade e afeta a estabilidade de pulverização e a sensibilidade.
Interface de aquecimento (ihe)	Este parâmetro está sempre ativo nos sistemas 3500, 4500, 5500, 5500+, 6500, 6500+ e TripleTOF [®] . O parâmetro ihe liga e desliga o aquecedor de interface. Aquecer a interface ajuda a maximizar o sinal de íon e evita a contaminação da óptica iônica. A menos que o composto que o usuário está analisando seja extremamente frágil, recomendamos que o usuário aqueça a interface.

Posição da sonda

A posição da sonda pode afetar a sensibilidade durante a análise. Para mais informações sobre como otimizar a posição da sonda procure [Otimização da fonte de íons](#).

Composição do solvente

A concentração padrão de formiato de amônia ou acetato de amônio é de 2 mmol/L a 10 mmol/L para íons positivos e 2 mmol/L a 50 mmol/L de íons negativos. A concentração dos ácidos orgânicos é de 0,1% a 0,5% por volume na sonda TurbolonSpray[®] e de 0,1% a 2,0% por volume na sonda de APCI.

Solventes comumente usados são:

- Acetonitrila
- Metanol
- Propanol
- Água

Modificadores comumente usados são:

- Ácido acético
- Ácido fórmico
- Formato de amônio
- Acetato de amônia

Os modificadores a seguir não são comumente usados porque prejudicam análise devido a formação e agregados iônicos. Eles também podem suprimir a intensidade do sinal do íon do composto alvo:










- Trietilamina (TEA)











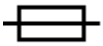
- Fosfato sódico
- Ácido trifluoroacético (TFA)
- Dodecil sulfato de sódio

Glossário de símbolos














C

Nota: Nem todos os símbolos indicados na tabela a seguir são aplicáveis a todos os instrumentos.

Símbolo	Descrição
	Marca de conformidade regulatória da Austrália. Indica a conformidade do produto às exigências EMC da Autoridade de Comunicação e Mídia da Austrália (ACMA).
	Corrente alternada
A	Amperes (corrente)
	Representante autorizado na comunidade europeia
	Risco biológico
	Marcação CE de conformidade
	Marcação cCSAus. Indica certificação de segurança elétrica para o Canadá e para os EUA.
	Número do catálogo
	Cuidado Nota: Na documentação SCIEEX, este símbolo identifica um risco de lesão pessoal.
	Rótulo sobre cuidados de Restrição de Substâncias Perigosas (RoHS) na China. O produto eletrônico de informação contém certas substâncias tóxicas ou perigosas. O número do meio refere-se à data do Período de Uso Ecologicamente Correto (EFUP) e indica o número de anos civis que o produto pode permanecer em operação. No vencimento do EFUP, o produto precisa ser imediatamente reciclado. As setas em círculo indicam que o produto é reciclável. O código de data no rótulo ou no produto indica a data de fabricação.



Símbolo	Descrição
	Logotipo RoHS na China. O dispositivo não contém substâncias nem elementos tóxicos ou perigosos acima dos valores máximos de concentração e é um produto ecologicamente correto que pode ser reciclado e reutilizado.
	Consulte as instruções de uso.
	Marca cTUVus para a TUV Rheinland of North America.
	O símbolo de matriz de dados, que pode ser escaneado por um leitor de código de barras para obter um identificador de dispositivo exclusivo (UDI).
	Risco ambiental
	Conexão com Ethernet
	Risco de explosão
	Risco de incêndio
	Risco de produtos químicos inflamáveis
	Frágil
	Fusível
Hz	Hertz

Glossário de símbolos

Símbolo	Descrição
	Alta tensão. Risco de choque elétrico Se a tampa principal precisar ser removida, entre em contato com um representante da SCIEX para evitar choque elétrico.
	Risco de superfície quente
	Dispositivo de diagnóstico in vitro
	Risco de radiação por ionização
	Mantenha seco. Não exponha à chuva. A umidade relativa não deve exceder 99%.
	Mantenha na posição vertical.
	Dilacerar/Risco grave
	Risco de radiação por laser
	Risco de suspensão
	Fabricante
	Risco para peças móveis
	Risco de esmagamento
	Risco de gás pressurizado

Símbolo	Descrição
	Condutor terra de proteção (aterramento)
	Risco de perfuração
	Risco de reações químicas
	SERIAL NUMBER
	Risco de produtos químicos tóxicos
	Transporte e armazene o sistema dentro de 66 kPa a 103 kPa.
	Transporte e armazene o sistema dentro de 75 kPa a 101 kPa.
	Transporte e armazene o sistema entre 10% e 90% de umidade relativa.
	Transporte e armazene o sistema dentro de -30 °C a +45 °C.
	Transporte e armazene o sistema dentro de -30 °C a +60 °C.
	Conexão USB 2.0
	Conexão USB 3.0
	Risco de radiação ultravioleta
VA	Volt Ampere (energia)
V	Volts (tensão)

Glossário de símbolos

Símbolo	Descrição
	WEEE. Não descarte o equipamento no lixo comum não seletivo. Risco ambiental
W	Watts
	<i>aaaa-mm-dd</i> Data de fabricação

Fale conosco

Treinamento do consumidor

- Na América do Norte: NA.CustomerTraining@sciex.com
- Na Europa: Europe.CustomerTraining@sciex.com
- Fora da União Europeia e da América do Norte, visite sciex.com/education para obter informações de contato.

Centro de aprendizagem on-line

- [SCIEXUniversity](#)

Suporte SCIEX

A SCIEX e seus representantes mantêm uma equipe de atendimento totalmente treinada e especialistas técnicos localizados em todo o mundo. Eles podem responder perguntas sobre o sistema ou quaisquer problemas técnicos que possam surgir. Para mais informações, visite o site da SCIEX em sciex.com ou entre em contato conosco através de uma das seguintes formas:

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

Segurança cibernética

Para obter as orientações mais recentes sobre segurança cibernética para produtos SCIEX, acesse sciex.com/productsecurity.

Documentação

Esta versão do documento substitui todas as versões anteriores deste documento.

Para visualizar este documento eletronicamente é necessário o Adobe Acrobat Reader. Para fazer download da versão mais recente, vá até <https://get.adobe.com/reader>.

Fale conosco

Para encontrar a documentação do produto do software, consulte as notas de versão ou o guia de instalação de software que acompanha o software. A documentação referente aos produtos de hardware pode ser encontrada no DVD de *Referência do cliente* que acompanha o sistema ou componente.

Para obter as versões mais recentes da documentação, visite o website SCIEX pelo endereço sciex.com.

Nota: Para solicitar uma versão gratuita e impressa deste documento, entre em contato com sciex.com/contact-us
