



Turbo V™ Ionenquelle

für SCIEX QTOF-Systeme

Bedienerhandbuch



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

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

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

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

Nur für Forschungszwecke. Nicht zur Verwendung bei Diagnoseverfahren.

AB Sciex tätigt Geschäfte als SCIEX.

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

AB SCIEX™ wird unter Lizenz verwendet.

© 2015 AB Sciex



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

Inhalt

Kapitel 1 Einführung in die Ionenquellen	5
Vorsichtsmaßnahmen und Gefahren beim Betrieb.....	5
Ionisationsmodi.....	6
ESI-Modus.....	6
APCI-Modus.....	6
Komponenten der Ionenquelle.....	8
Probe.....	9
ESI-Doppelprobe.....	9
APCI-Doppelprobe.....	10
Gas- und elektrische Anschlüsse.....	11
Ionenquellen-Sensorschaltung.....	11
Quellenabluftanlage (Exhaust).....	12
Kontaktangaben.....	12
Verwandte Dokumentation.....	13
Technischer Support.....	13
Kapitel 2 Installation der Ionenquelle	14
Vorbereitung der Installation.....	14
Installieren der Probe.....	15
Anschließen der Ionenquellenkapillaren.....	15
Installieren Sie die Ionenquelle auf dem Massenspektrometer.....	16
Probeneinlassanforderungen.....	17
Auf Undichtigkeiten überprüfen.....	17
Kapitel 3 Optimieren der Ionenquelle	18
Probeninjektion.....	18
Methode.....	18
Flussrate.....	19
ESI-Doppelprobeoptimierung.....	19
Flussrate und Temperatur.....	19
Einrichten des Systems.....	20
System vorbereiten.....	20
Einstellen der Startbedingungen.....	20
Optimieren der ESI-Doppelprobeposition.....	21
Optimieren von Quellen- und Gas-Parametern sowie der Spannung.....	21
Optimieren der Temperatur des Turboheizers.....	22
Optimierung der APCI-Doppelprobe.....	22
Einrichten des Systems.....	23
System vorbereiten.....	23
Einstellen der Startbedingungen.....	24
Optimieren von Gas 1 und Curtain Gas Fluss.....	24
Einstellen der Position der Koronaentladungsnadel.....	24
Optimieren der Position der APCI-Doppelprobe.....	25
Optimierung des Zerstäuberstroms.....	26
Optimieren der Temperatur der APCI-Probe.....	27

Inhalt

Tipps zur Optimierung.....	27
Kapitel 4 Wartung der Ionenquelle.....	28
Entfernen der Ionenquelle.....	29
Reinigen Sie die Oberflächen der Ionenquelle.....	30
Reinigen der Probes.....	30
Entfernen der Probe.....	31
Ersetzen der Doppelelektroden.....	31
Einstellen des Elektrodenspitzen-Überstands.....	32
Koronaentladungsnadel ersetzen.....	33
Ersetzen Sie die Probenkapillare.....	35
Kapitel 5 Fehlerbehebung.....	36
Anhang A Grundlagen der Handhabung – Ionenquelle.....	39
Elektrospray-Ionisation-Modus.....	39
APCI-Modus.....	40
APCI-Ionisationsbereich.....	43
Anhang B Quellen-Parameter und Spannungen.....	45
ESI-Doppelprobeparameter.....	45
Parameter der APCI-Doppelprobe.....	46
Parameter-Beschreibungen.....	46
Probeposition.....	48
Zusammensetzung der Lösungsmittel.....	48
Anhang C Verbrauchsmaterialien und Ersatzteile.....	50
Revisionen.....	52

Einführung in die Ionenquellen

1

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

Die ESI-Doppelprobe wird für den Betrieb im ESI-Modus verwendet. Die APCI-Doppelprobe wird für den Betrieb im APCI-Modus verwendet. Die zum Lieferumfang der Ionenquelle gehörende Standardprobe ist die ESI-Doppelprobe.

Die Doppelproben ermöglichen die Zufuhr von Kalibrierlösung und Probe bei Bedarf über unabhängige Elektroden.

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

Vorsichtsmaßnahmen und Gefahren beim Betrieb

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



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



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



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



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



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



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



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

Ionisationsmodi

ESI-Modus

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

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

Siehe [Elektrospray-Ionisation-Modus auf Seite 39](#).

APCI-Modus

Der APCI-Modus eignet sich für:

- Ionisation von Verbindungen, die in einer Lösung nicht zur Bildung von Ionen neigen. Diese sind in der Regel nichtpolare Verbindungen.
- Erstellung von einfachen APCI-Spektren für LC-MS/MS-Experimente.

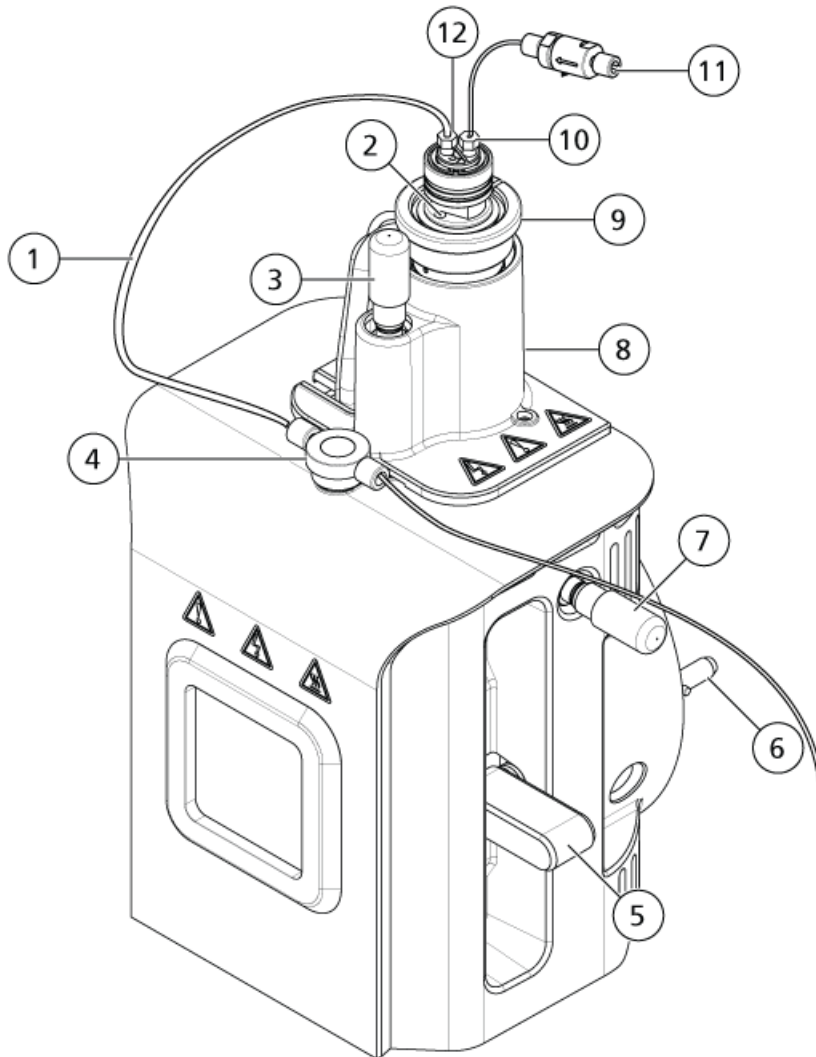
- Hochdurchsatz-Analysen von komplexen und verunreinigten Proben. APCI ist weniger empfindlich gegenüber Ionensuppressionseffekten.
- Schnelle Probeneinführung durch Fließinjektion mit oder ohne LC-Säule.

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

Siehe [APCI-Modus auf Seite 40](#).

Komponenten der Ionenquelle

Abbildung 1-1 Komponenten der Ionenquelle



Position	Beschreibung
1	Probenkapillare
2	Koronaentladungsnadel-Einstellschraube
3	Mikrometer für die vertikale Position zur Positionierung der Probe auf der vertikalen Achse, um die Empfindlichkeit der Ionenquelle anzupassen
4	Erdungsanschluss
5	Einer der beiden Hebel, die die Ionenquelle am Massenspektrometer befestigen
6	Führungsstift

Position	Beschreibung
7	Mikrometer für die horizontale Position zur Positionierung der Probe auf der horizontalen Achse, um die Empfindlichkeit der Ionenquelle anzupassen
8	Probeturm
9	Sicherungsring
10	Kalibrierlösungsanschluss mit Anschlussstück
11	Durchflussmodul, bestehend aus Kalibrierlösungskapillare und Rückschlagventil
12	LC-Anschluss (für Probe) mit Anschlussstück

Probe

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

Tabelle 1-1 Spezifikation der Ionenquellen

Spezifikation	ESI-Doppelprobe	APCI-Doppelprobe
Temperaturbereich	Von Umgebungstemperatur bis 750 °C, je nach Flussrate	Von 50 bis 750 °C, je nach Flussrate
Flüssigkeitschromatographie (LC)	Schnittstellen zu allen Flüssigchromatographiesystemen	
Gas 1/Gas 2	Informationen zum Massenspektrometer finden Sie im <i>Site Planning Guide</i> .	

Die SCIEX OS-Software erkennt, welche Probe installiert ist, und stellt die entsprechenden Bedienelemente zur Verfügung.

ESI-Doppelprobe

Die ESI-Doppelprobe ist 220 mm lang. Sie enthält zwei Edelstahlelektroden mit 100 µm (0,004 Zoll) Innendurchmesser (ID) und ist mittig angeordnet. Sie befindet sich in einem 45-Grad-Winkel zu den Turboheizern auf jeder Seite.

Die Probenzuführung ist an den Anschluss mit der Kennzeichnung **LC** und die Kalibrierlösung ist an den Anschluss mit der Kennzeichnung **Cal** angeschlossen. Durch die ESI-Doppelprobe eingeführte Analyten (Proben oder Kalibriermittel) werden in der Kapillare durch hohe Spannung (IonSpray-Spannung) ionisiert. Die Ionen werden dann durch einen Strahl von synthetischer Druckluft zerstäubt, wodurch ein Nebel aus kleinen, hoch geladenen Tröpfchen entsteht. Die Kombination aus IonSpray-Einlass und erhitztem Trockengas aus den Turboheizern wird in einem 90-Grad-Winkel auf den Ionenpfad gesprüht.

Abbildung 1-2 Teile der ESI-Doppelprobe



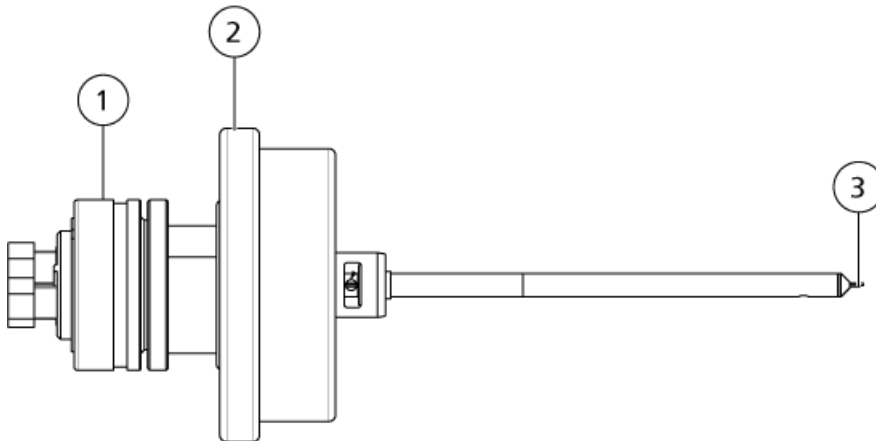
Position	Beschreibung
1	Elektrodenstellmutter (schwarzer Kragen), die den Überstand der Elektrodenspitzen einstellt.
2	Sicherungsring, der die Probe an dem Probeturm auf dem Ionenquellengehäuse befestigt.
3	Elektrodenspitzen, durch die die Probe oder die Kalibrierlösung in den Probeneinlassbereich der Ionenquelle gesprüht werden.

APCI-Doppelprobe

Die APCI-Doppelprobe ist 125 mm lang. Sie enthält zwei Edelstahlelektroden mit 100 µm (0,004 Zoll) Innendurchmesser (ID), die von einem Strom aus Zerstäubergas (Gas 1) umgeben sind.

Die Probenzuführung ist an den Anschluss mit der Kennzeichnung **LC** und die Kalibrierlösung ist an den Anschluss mit der Kennzeichnung **Cal** angeschlossen. Analyten (Proben oder Kalibrierlösung) werden durch den Zerstäuber gepumpt, wo sie in einem beheizten Keramikrohr, das einen Heizer enthält, zerstäubt werden. Die Temperatur der Keramikrohr-Innenwand kann zwischen 100-750 °C gehalten werden und wird durch einen in die Heizvorrichtung eingebetteten Sensor überwacht. Ein Hochgeschwindigkeitsstrahl aus Zerstäubergas strömt um die Elektrodenspitze und dispergiert die Probe als feinteiligen Nebel. Die Probe strömt durch den keramischen Verdampfungsheizer in die Reaktionszone der Ionenquelle und dann an der Koronaentladungsnadel vorbei, wo die Probenmoleküle ionisiert werden, wenn sie durch das Ionenquellengehäuse strömen.

Abbildung 1-3 Teile der APCI-Doppelprobe (TBD)



Position	Beschreibung
1	Elektrodenstellmutter (schwarzer Kragen), die den Überstand der Elektrodenspitzen einstellt.
2	Sicherungsring, der die Probe an dem Probeturm auf dem Ionenquellengehäuse befestigt.
3	Elektrodenspitzen, durch die die Probe oder die Kalibrierlösung in den Probeneinlassbereich der Ionenquelle gesprüht werden.

Gas- und elektrische Anschlüsse

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

Ionenquellen-Sensorschaltung

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

- Das Gehäuse der Ionenquelle nicht oder nicht sachgemäß montiert ist.
- Keine Probe installiert ist.
- Das Massenspektrometer einen Gasfehler feststellt.
- Ein Turbo-Heizer ausgefallen ist.
- Die Ionenquelle zu heiß geworden ist.

Quellenabluftanlage (Exhaust)



WARNHINWEIS! Strahlengefährdung, Biogefährdung oder toxisch-chemische Gefahren. Stellen Sie sicher, dass die Quellenabluftanlage angeschlossen ist und funktioniert, damit die Probendampfabluft aus der Laborumgebung sicher entfernt werden. Anforderungen an die Quellenabluftanlage siehe *Site Planning Guide*.



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



WARNHINWEIS! Brandgefahr. Führen Sie der Ionenquelle nicht mehr als 3 ml/min entzündliches Lösungsmittel zu. Ein Überschreiten von der maximalen Flussrate könnte zu einer Lösungsmittelansammlung in der Ionenquelle führen. Verwenden Sie die Ionenquelle nur, falls die Quellenabluftanlage aktiviert ist und funktioniert, wenn die Ionenquelle und die Probe ordnungsgemäß installiert sind.

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

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

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

Kontaktangaben

SCIEX Support

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

Kundenschulung

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

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

Online-Lernzentrum

- training.sciex.com

Verwandte Dokumentation

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

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

Technischer Support

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

Installation der Ionenquelle

2



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

Die Ionenquelle ist an eine Vakuumschnittstelle angeschlossen und wird durch zwei Hebel festgehalten. Das Innere der Ionenquelle ist durch das gehärtete Glasfenster an der Vorderseite der Ionenquelle sichtbar.

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

Erforderliche Materialien

- Ionenquelle
- ESI-Doppelprobe
- (Optional) APCI-Doppelprobe
- Schraubenschlüssel 1/4 Zoll
- Verbrauchsmaterialiensatz für die Ionenquelle

Vorbereitung der Installation



WARNHINWEIS! Gefahr von Stichverletzungen. Seien Sie beim Umgang mit der Elektrode vorsichtig. Die Spitzen der Elektroden sind sehr scharf.

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

- Drehen Sie an der Elektrodenstellmutter der Probe, um die Elektrodenspitzen in die Elektrodenkapillare zu schieben.

Für optimale Stabilität und Leistung sollte die Elektrodenspitze der kürzesten Elektrode zwischen 0,5 mm und 1,0 mm über das Ende der Probe hinausragen. Siehe [Einstellen des Elektrodenspitzen-Überstands auf Seite 32](#).

Installieren der Probe

Voraussetzungen

- [Entfernen der Ionenquelle auf Seite 29](#)



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

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

VORSICHT! Mögliche Schäden am System. Stellen Sie sicher, dass die Spitze der Koronaentladungsnadel von der Öffnung weg zeigt, wenn Sie die Twin-ESI- oder TurbolonSpray®-Probe verwenden.

Die Probe ist in der Ionenquelle nicht vorinstalliert. Trennen Sie vor dem Auswechseln von Proben immer die Ionenquelle vom Massenspektrometer.

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

1. Führen Sie die Probe in den Turm ein. Setzen Sie die Probe mit der Bohrung auf die Einstellschraube der Koronaentladungsnadel an der Oberseite der Ionenquelle. Siehe [Komponenten der Ionenquelle auf Seite 8](#).
2. Drücken Sie vorsichtig auf die Probe, damit die Kontakte mit denen des Probeturms einrasten.
3. Streifen Sie den Sicherungsring über die Probe, schieben Sie ihn nach unten, damit sein Gewinde in das Gewinde des Probeturms greift, und ziehen Sie ihn handfest an.
4. Nur bei der APCI-Doppelprobe: Stellen Sie sicher, dass die Spitze der Koronaentladungsnadel zur Öffnung der Curtainplatte zeigt. Siehe [Einstellen der Position der Koronaentladungsnadel auf Seite 24](#).

Anschließen der Ionenquellenkapillaren



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



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

[Komponenten der Ionenquelle auf Seite 8.](#)

1. Schieben Sie eine 30 cm lange rote PEEK-Kapillare in die Probenkapillarenmutter.
2. Stecken Sie die Probenkapillarenmutter in den LC-Anschluss oben an der Probe, und ziehen Sie die Probenkapillarenmutter handfest an. Ziehen Sie sie mit einem 1/4-Zoll-Schraubenschlüssel eine Vierteldrehung weiter an.
Die Doppelprobe hat zwei Anschlüsse. Verwenden Sie unbedingt den mit **LC** beschrifteten Anschluss.
3. Schließen Sie das andere Ende der roten PEEK-Kapillare an den Erdungsanschluss an der Ionenquelle an.
4. Schließen Sie die Kalibrierlösungskapillare an den mit **CAL** beschrifteten Anschluss an.

Installieren Sie die Ionenquelle auf dem Massenspektrometer



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



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

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

1. Stellen Sie sicher, dass die Ionenquellenhebel auf jeder Seite der Ionenquelle nach oben zeigen d. h. sich in 12-Uhr-Position befinden. Siehe [Komponenten der Ionenquelle auf Seite 8](#).
2. Richten Sie die Ionenquelle auf die Vakuumschnittstelle aus und stellen Sie dabei sicher, dass die Anschlüsse an der Ionenquelle auf die Anschlüsse in der Vakuumschnittstelle ausgerichtet sind.
3. Drücken Sie die Ionenquelle vorsichtig auf die Vakuumschnittstelle und drehen Sie die Hebel der Ionenquelle dabei nach unten, um die Ionenquelle zu arretieren.

Das Massenspektrometer erkennt die Ionenquelle und zeigt dann die Kennung der Ionenquelle in der SCIEX OS an.

4. Schließen Sie die rote PEEK-Kapillare des Probenaufgabegeräts an den Erdungsanschluss der Ionenquelle an.

Probeneinlassanforderungen

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

Auf Undichtigkeiten überprüfen



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

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



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



WARNHINWEIS! Brandgefahr. Führen Sie der Ionenquelle nicht mehr als 3 ml/min entzündliches Lösungsmittel zu. Ein Überschreiten von der maximalen Flussrate könnte zu einer Lösungsmittelansammlung in der Ionenquelle führen. Verwenden Sie die Ionenquelle nur, falls die Quellenabluftanlage aktiviert ist und funktioniert, wenn die Ionenquelle und die Probe ordnungsgemäß installiert sind.



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

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

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

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

Probeninjektion

Methode

Der flüssige Probenstrom wird der Ionenquelle mithilfe einer LC-Pumpe zugeführt. Die Probe kann entweder direkt unter Verwendung der Flussinjektionsanalyse (FIA) bzw. T-Infusion mithilfe einer Spritzenpumpe (nicht

im Lieferumfang enthalten) oder mithilfe eines Loop-Injektors oder Probengebers über eine Trennsäule in die mobile Phase injiziert werden.

Flussrate

Die Probenflussraten werden vom LC-System oder der Spritzenpumpe bestimmt. Die ESI-Doppelprobe unterstützt Flussraten von 5 µl/min bis 3000 µl/min. Die APCI-Doppelprobe unterstützt Flussraten von 50 µl/min bis 3000 µl/min.

ESI-Doppelprobeoptimierung



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



WARNHINWEIS! Brandgefahr. Führen Sie der Ionenquelle nicht mehr als 3 ml/min entzündliches Lösungsmittel zu. Ein Überschreiten von der maximalen Flussrate könnte zu einer Lösungsmittelansammlung in der Ionenquelle führen. Verwenden Sie die Ionenquelle nur, falls die Quellenabluftanlage aktiviert ist und funktioniert, wenn die Ionenquelle und die Probe ordnungsgemäß installiert sind.

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

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

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

Flussrate und Temperatur

Die Probeneinlassflussrate und die Zusammensetzung von Probe und Lösungsmittel beeinflussen die optimale ESI-Doppelprobetemperatur. Bei einer höheren Flussrate oder einem höheren Anteil wässriger Bestandteile ist die optimale Temperatur höher.

Die ESI-Doppelprobe wird oft bei Probenflussraten von 40 µl/min bis 1000 µl/min verwendet. Die Hitze erhöht die Verdampfungsrate und verbessert die Ionisationseffizienz, die wiederum zu einer höheren Empfindlichkeit

Optimieren der Ionenquelle

führt. Extrem niedrige Flussraten von Lösungsmitteln mit einem hohen organischen Gehalt benötigen in der Regel keine höheren Temperaturen. Siehe [Quellen-Parameter und Spannungen auf Seite 45](#).

Einrichten des Systems

1. Konfigurieren Sie die LC-Pumpe so, dass sie die mobile Phase mit der erforderlichen Flussrate liefert. Siehe [Quellen-Parameter und Spannungen auf Seite 45](#).
2. Verbinden Sie den Erdungsanschluss an der Ionenquelle über einen Injektor, der mit einer 5- μ l-Schleife ausgerüstet ist, mit einer LC-Pumpe oder schließen Sie ihn an einen Probengeber an.
3. Wenn ein Probengeber verwendet wird, konfigurieren Sie den Probengeber so, dass er mehrere Injektionen durchführt.

System vorbereiten

1. Starten Sie die SCIEX OS-Software.
2. Öffnen Sie eine vorhandene optimierte Methode oder erstellen Sie eine Methode auf Basis der Verbindungen.
3. Wenn die Ionenquelle abgekühlt ist, können folgende Schritte durchgeführt werden.
 - a. Stellen Sie den Parameter **Temperature** (Temperatur) auf **450** ein.
 - b. Lassen Sie die Ionenquelle mindestens 30 Minuten aufwärmen.
Die 30-minütige Aufwärmphase verhindert, dass Lösungsmitteldämpfe in der kalten Probe kondensieren.
4. Starten Sie den Probenstrom und die Probeninjektion.

Einstellen der Startbedingungen

1. Geben Sie einen Anfangswert für **Gas 1 der Ionenquelle** ein.
Verwenden Sie bei LC-Pumpen für Gas 1 einen Wert zwischen 40 und 60.
2. Geben Sie einen Startwert für **Gas 2 der Ionenquelle** ein.
Verwenden Sie bei LC-Pumpen für Gas 2 einen Wert zwischen 30 und 50.

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

3. Geben Sie den entsprechenden Wert im Feld **IonSpray Voltage (IonSpray-Spannung)** ein.
 - Positiver Modus: **5500**
 - Negativer Modus: **-4500**
4. Geben Sie den Wert **25** im Feld **Curtain Gas** ein.
5. Starten Sie die Aufnahme.

Optimieren der ESI-Doppelprobeposition



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

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

1. Schauen Sie durch das Fenster am Ionenquellengehäuse, um die Position der Probe zu sehen.
2. Verwenden Sie die vorherigen horizontalen und vertikalen Mikrometereinstellungen oder stellen Sie diese als Ausgangsposition auf **5**.
3. Beobachten Sie das Signal oder das Signal-zu-Rausch-Verhältnis in der SCIEX OS.
4. Passen Sie mit den horizontalen Mikrometereinstellungen die Probeposition in kleinen Schritten an, um das beste Signal oder Signal-zu-Rausch-Verhältnis zu erreichen.
Die Probe kann zu jeder Seite der Öffnung optimiert werden.
5. Passen Sie mit den vertikalen Mikrometereinstellungen die Probeposition in kleinen Schritten an, um das beste Signal oder Signal-zu-Rausch-Verhältnis zu erreichen.

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

6. Verwenden Sie die schwarze Einstellkappe für Elektroden an der Probe, um den Spitzenüberstand der Elektrode einzustellen. Siehe [Einstellen des Elektrodenspitzen-Überstands auf Seite 32](#).

Hinweis: Achten Sie darauf, dass beide Elektroden aus der Probe herausragen.

Tipp! Richten Sie den flüssigen Sprühnebel der ESI-Doppelprobe weg von der Öffnung, um eine Verunreinigung der Öffnung zu vermeiden und ein Durchschlagen des Curtain Gas™-Flusses zu verhindern, was ein instabiles Signal hervorrufen kann, und um einen elektrischen Kurzschluss aufgrund vorhandener Flüssigkeit zu verhindern.

Optimieren von Quellen- und Gas-Parametern sowie der Spannung

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

Optimieren der Ionenquelle

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

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

1. Passen Sie die Parameter für **Gas 1 der Ionenquelle** und **Gas 2 der Ionenquelle** in 5er-Schritten an, um das beste Signal oder Signal-zu-Rausch-Verhältnis zu erreichen.
2. Erhöhen Sie den Parameter im Feld **Curtain Gas**, bis das Signal schwächer wird.

Hinweis: Verwenden Sie zur Vermeidung von Verunreinigungen den höchstmöglichen Wert für CUR, ohne dabei Abstriche bei der Empfindlichkeit zu machen. Stellen Sie CUR nicht niedriger als 25 ein. Das hilft ein Durchschlagen des Curtain Gas™-Stroms verhindert, was ein rauschendes Signal hervorrufen kann; es verhindert eine Verunreinigung der Öffnung und erhöht das gesamte Signal-zu-Rausch-Verhältnis.

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

Optimieren der Temperatur des Turboheizers

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

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

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

Optimierung der APCI-Doppelprobe



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



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

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

Siehe [Parameter der APCI-Doppelprobe auf Seite 46](#).

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

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

Einrichten des Systems

1. Konfigurieren Sie die LC-Pumpe so, dass sie die mobile Phase mit der erforderlichen Flussrate liefert. Siehe [Quellen-Parameter und Spannungen auf Seite 45](#).
2. Verbinden Sie den Erdungsanschluss an der Ionenquelle über einen Injektor, der mit einer 5- μ l-Schleife ausgerüstet ist, mit einer LC-Pumpe oder schließen Sie ihn an einen Probengeber an.
3. Wenn ein Probengeber verwendet wird, konfigurieren Sie den Probengeber so, dass er mehrere Injektionen durchführt.

System vorbereiten

1. Starten Sie die SCIEX OS-Software.
2. Öffnen Sie eine vorhandene optimierte Methode oder erstellen Sie eine Methode auf Basis der Verbindungen.
3. Wenn die Ionenquelle abgekühlt ist, können folgende Schritte durchgeführt werden.
 - a. Stellen Sie den Parameter **Temperature** (Temperatur) auf **450** ein.
 - b. Lassen Sie die Ionenquelle mindestens 30 Minuten aufwärmen.
Die 30-minütige Aufwärmphase verhindert, dass Lösungsmitteldämpfe in der kalten Probe kondensieren.
4. Starten Sie den Probenstrom und die Probeninjektion.

Einstellen der Startbedingungen

1. Geben Sie den Wert **30** im Feld **Gas 1 der Ionenquelle (GS1)** ein.
2. Geben Sie in das Feld **Curtain Gas (CUR)** den entsprechenden Wert für das Massenspektrometer ein.

Tabelle 3-1 CUR-Parameterwerte

Massenspektrometer	Startwert
Systeme 3200, 3500, 4000 und 4500	20
System 5000 und 5500	25
System 6500 und 6500 ⁺	30
TripleTOF [®] -Systeme	20 bis 25, je nach Flussrate

3. Geben Sie den Wert **1** im Feld **Nebulizer Current (NC) (Verneblerstrom)** ein.
4. Starten Sie die Aufnahme.

Optimieren von Gas 1 und Curtain GasTM Fluss

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

Hinweis: Verwenden Sie zur Vermeidung von Verunreinigungen den höchstmöglichen Wert für CUR, ohne dabei Abstriche bei der Empfindlichkeit zu machen. Stellen Sie CUR nicht niedriger als 25 ein. Das hilft ein Durchschlagen des Curtain GasTM-Stroms verhindert, was ein rauschendes Signal hervorrufen kann; es verhindert eine Verunreinigung der Öffnung und erhöht das gesamte Signal-zu-Rausch-Verhältnis.

Einstellen der Position der Koronaentladungsnadel

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



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

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

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

Optimieren der Position der APCI-Doppelprobe

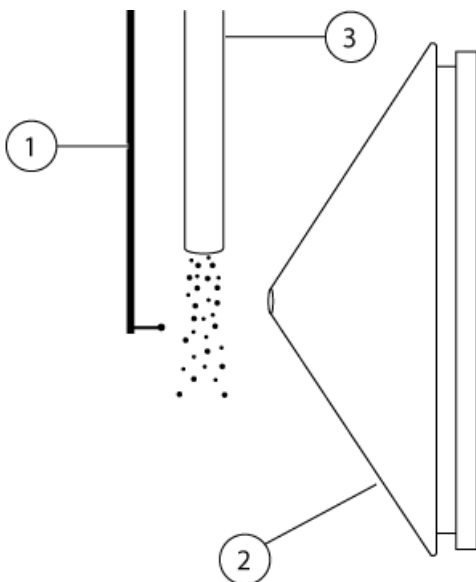


WARNHINWEIS! Strahlengefährdung, Biogefährdung oder toxisch-chemische Gefahren. Stellen Sie sicher, dass die die Elektroden über die Spitze der Probe hinausragen, damit gefährliche Dämpfe nicht aus der Quelle entweichen können. Die Elektrode darf nicht in die Probe eingelassen werden.

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

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

Abbildung 3-1 Position der Sprühdüse



Position	Beschreibung
1	Koronaentladungsnadel
2	Curtainplatte
3	APCI-Doppelprobe

Optimieren der Ionenquelle

1. Verwenden Sie die vorherigen horizontalen und vertikalen Mikrometereinstellungen, oder stellen Sie diese als Ausgangsposition auf Einstellung 5 ein.

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

2. Beobachten Sie das Signal oder das Signal-zu-Rausch-Verhältnis der Analyten in der SCIEX OS.
3. Passen Sie mit den horizontalen Mikrometereinstellungen die Probe in kleinen Schritten an, um das beste Signal oder Signal-zu-Rausch-Verhältnis zu erreichen.

Hinweis: Stellen Sie das horizontale Mikrometer so ein, dass sowohl Probe als auch Kalibrierungsionen über eine angemessene Empfindlichkeit verfügen.

4. Passen Sie mit den vertikalen Mikrometereinstellungen die Probe in kleinen Schritten an, um das beste Signal oder Signal-zu-Rausch-Verhältnis zu erreichen.
5. Stellen Sie die schwarze Elektrodenstellmutter oben auf der Probe ein, um den Überstand der Elektrodenkapillare zu vergrößern oder zu verkleinern. Siehe [Einstellen des Elektrodenspitzen-Überstands auf Seite 32](#).

Hinweis: Achten Sie darauf, dass beide Elektroden aus der Probe herausragen.

Optimierung des Zerstäuberstroms

Die Ionenquelle wird nicht durch die Spannung, sondern durch die Stromstärke gesteuert. Wählen Sie die passende Stromstärke für die Aufnahmemethode – unabhängig von der Auswahlposition der Ionenquelle.

- Beginnen Sie mit einem Wert von 1 für den **Zerstäuberstrom**, und erhöhen Sie ihn dann, bis das beste Signal oder Signal-zu-Rausch-Verhältnis erreicht ist.

Der auf die Koronaentladungsnadel angelegte Zerstäuberstrom optimiert sich im positiven Modus in der Regel zwischen 1 μA und 5 μA . Wenn bei der Erhöhung der Stromstärke keine Änderungen des Signals

beobachtet werden, stellen Sie die Stromstärke auf den niedrigsten Wert, der das beste Signal oder Signal-zu-Rausch-Verhältnis liefert.

Optimieren der Temperatur der APCI-Probe

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

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

Tipps zur Optimierung

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

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

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



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



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



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



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



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



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

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

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

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

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

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

Erforderliche Materialien

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

Entfernen der Ionenquelle

Hinweis: Es liegt weiterhin ein Stickstoff-Durchfluss vor (von 9 l/min), wenn das Massenspektrometer eingeschaltet ist.

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

1. Beenden Sie alle laufenden Scans.
2. Schalten Sie den Probenstrom aus.

Wartung der Ionenquelle

3. Klicken Sie im Statusfeld in der SCIEX OS Software auf **Standby**.
4. Lassen Sie die Ionenquelle mindestens 30 Minuten lang abkühlen.
5. Trennen Sie die Probenkapillare vom Erdungsanschluss.
6. Trennen Sie die Kalibrierlösungskapillare von dem Rückschlagventil.
7. Drehen Sie die beiden Hebel nach oben in die 12-Uhr-Position, um die Ionenquelle freizugeben.
8. Ziehen Sie die Ionenquelle vorsichtig von der Vakuumschnittstelle weg.
9. Legen Sie die Ionenquelle auf eine saubere und sichere Oberfläche.

Reinigen Sie die Oberflächen der Ionenquelle

Voraussetzungen
<ul style="list-style-type: none">• Entfernen der Ionenquelle auf Seite 29



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

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

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

Reinigen der Probes

Spülen Sie die Ionenquelle regelmäßig durch, unabhängig von der Art der Verbindungen, die als Proben dienen. Richten Sie zum Durchspülen eine Methode speziell zur Durchführung eines Spülvorgangs in der SCIEX OS ein.

1. Wechseln Sie zu einer mobilen Phase, wie z. B. 1:1 Wasser:Acetonitril oder 1:1 Wasser:Methanol.
2. Stellen Sie die Position der Probe so ein, dass sie möglichst weit von der Öffnung entfernt ist.
3. In der SCIEX OS-Software im Arbeitsbereich **MS Methods (MS-Methoden)** gehen Sie wie folgt vor:
 - a. Stellen Sie die **Temperatur** auf **500** bis **600**.
 - b. Stellen Sie **Gas 1 der Ionenquelle** und **Gas 2 der Ionenquelle** auf mindestens **40** ein.
 - c. Geben Sie die höchstmögliche Einstellung für **Curtain Gas** ein.
 - d. Warten Sie, bis der Sollwert für **Temperatur** erreicht ist.
4. Stellen Sie sicher, dass die Probe und die Probenkapillare sorgfältig gespült werden.

Entfernen der Probe

Voraussetzungen

- [Entfernen der Ionenquelle auf Seite 29](#)



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

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

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

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

Ersetzen der Doppel Elektroden

Voraussetzungen

- [Entfernen der Ionenquelle auf Seite 29](#)
- [Entfernen der Probe auf Seite 31](#)



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



WARNHINWEIS! Gefahr von Stichverletzungen. Seien Sie beim Umgang mit der Elektrode vorsichtig. Die Spitzen der der Elektroden sind sehr scharf.

Die Probe enthält Doppel elektroden. Ersetzen Sie die Doppel elektroden, wenn sich deren Leistung verschlechtert. Dieses Verfahren gilt für beide Proben.

1. Entfernen Sie die Elektrodenstellmutter, und entfernen Sie dann die Doppel elektroden.

2. Setzen Sie die Doppelelektrode in die Probe ein, und ziehen Sie anschließend die Elektrodenstellmutter an.
3. Installieren Sie die Probe. Siehe [Installieren der Probe auf Seite 15](#).
4. Schließen Sie die Probenkapillare an.
5. Schließen Sie die Kalibrierlösungskapillare an.
6. Installieren Sie die Ionenquelle an dem Massenspektrometer. Siehe [Installation der Ionenquelle auf Seite 14](#).
7. Einstellen des Elektrodenspitzen-Überstands. Siehe [Einstellen des Elektrodenspitzen-Überstands auf Seite 32](#).

Einstellen des Elektrodenspitzen-Überstands



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

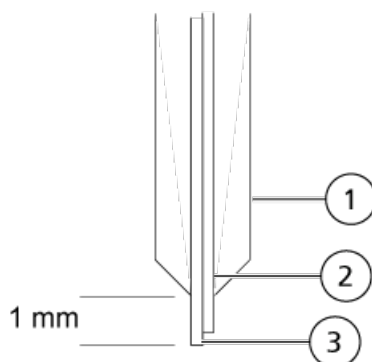


WARNHINWEIS! Gefahr von Stichverletzungen. Seien Sie beim Umgang mit der Elektrode vorsichtig. Die Spitzen der der Elektroden sind sehr scharf.

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

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

Abbildung 4-1 Anpassung des Elektrodenspitzen-Überstands



Position	Beschreibung
1	Probe
2	Kalibrierlösungselektrode
3	Probenelektrode

Hinweis: Achten Sie darauf, dass beide Elektroden aus der Probe herausragen.

Koronaentladungsnadel ersetzen

Voraussetzungen

- [Entfernen der Ionenquelle auf Seite 29](#)
- [Entfernen der Probe auf Seite 31](#)



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

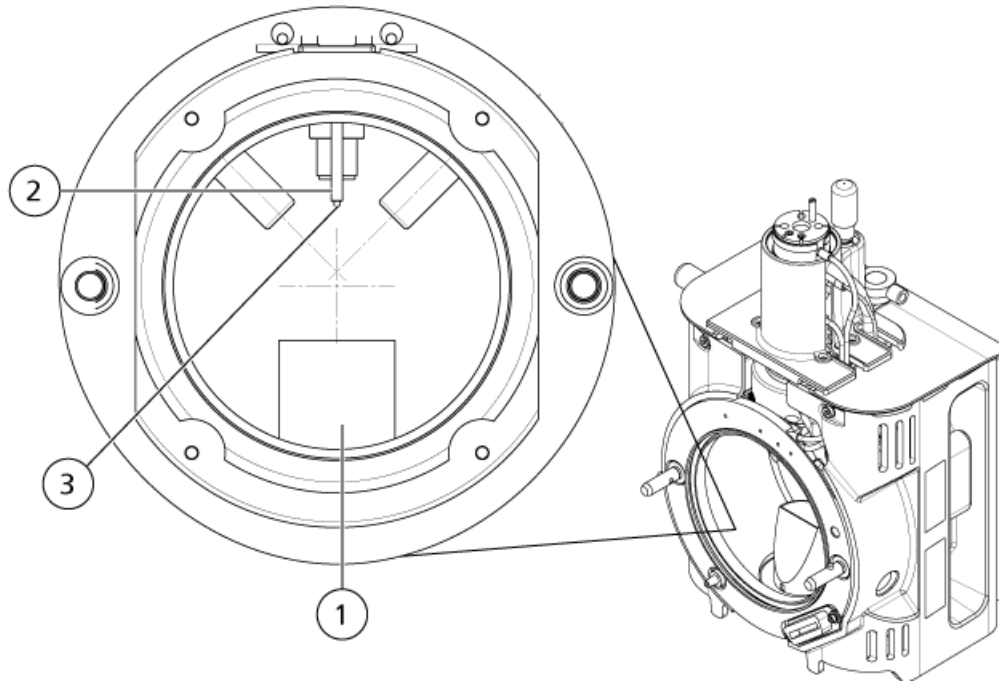


WARNHINWEIS! Gefahr von Stichverletzungen. Gehen Sie mit der Nadel vorsichtig um. Die Spitze der Nadel ist sehr scharf.

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

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

Abbildung 4-2 Koronaentladungsnadel



Position	Beschreibung
1	Abluftanlage
2	Keramikhülse
3	Spitze der Koronaentladungsnadel

2. Halten Sie in der einen Hand die Spitze der Koronaentladungsnadel und in der anderen Hand die Koronaentladungsnadel – jeweils zwischen Daumen und Zeigefinger. Drehen Sie die Spitze der Koronaentladungsnadel gegen den Uhrzeigersinn, um diese zu lösen und vorsichtig zu entfernen.
3. Schieben Sie die neue Nadel durch die Abluftanlage so weit wie möglich in die Keramikhülse hinein.
4. Halten Sie in der einen Hand eine neue Spitze zwischen Daumen und Zeigefinger und in der anderen Hand die Koronaentladungsnadel. Drehen Sie die Spitze der Koronaentladungsnadel im Uhrzeigersinn, um diese auf die Nadel zu schrauben.
5. Führen Sie die Probe ein und installieren Sie anschließend die Ionenquelle auf dem Massenspektrometer. Siehe [Installation der Ionenquelle auf Seite 14](#).

Ersetzen Sie die Probenkapillare

Voraussetzungen

- Stoppen Sie den Probenlauf und stellen Sie sicher, dass die gesamten Gase durch die Quellenabluftanlage abgeführt wurden.
- [Entfernen der Ionenquelle auf Seite 29.](#)



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

Hinweis: Hinweise zum Ersetzen der Kalibrierlösungskapillaren finden Sie im *Systemhandbuch*.

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

1. Trennen Sie die Probenkapillare von der Probe und vom Erdungsanschluss.
2. Ersetzen Sie die Probenkapillare durch eine Kapillare der gleichen Länge.
3. Installieren Sie die Ionenquelle. Siehe [Installation der Ionenquelle auf Seite 14.](#)
4. Starten Sie den Probendurchsatz.

Fehler	Mögliche Ursache	Fehlerbehebung
Die SCIEX OS meldet, dass sich das Massenspektrometer in einem Fehlerstatus befindet.	<ul style="list-style-type: none"> • Die Probe ist nicht installiert. • Die Probe ist nicht sachgemäß angeschlossen. 	<ul style="list-style-type: none"> • Installieren Sie die Probe. Siehe Installieren der Probe auf Seite 15. • Installieren Sie die Probe neu: <ol style="list-style-type: none"> 1. Entfernen Sie die Probe. Siehe Entfernen der Probe auf Seite 31. 2. Installieren Sie die Probe, und achten Sie darauf, dass der Sicherungsring fest angezogen ist. Siehe Installieren der Probe auf Seite 15.
Das Spray wird nicht gleichmäßig verteilt.	Die Elektrode ist verstopft.	Ersetzen Sie die Elektrode. Siehe Ersetzen der Doppelelektroden auf Seite 31 .
Die Empfindlichkeit ist unzureichend.	<ul style="list-style-type: none"> • Die Interface-Komponenten (Front-End) sind verschmutzt. • Lösungsmitteldämpfe oder andere unbekannte Verbindungen liegen im Bereich des Analysators vor. • Die kürzere Elektrode ragt nicht über die Probe heraus. 	<ul style="list-style-type: none"> • Reinigen Sie die Schnittstellenkomponenten und installieren Sie anschließend die Ionenquelle neu. • Optimieren Sie den Curtain Gas™-Strom. Siehe Optimieren der Ionenquelle auf Seite 18. • Einstellen des Elektrodenspitzen-Überstands. Siehe Einstellen des Elektrodenspitzen-Überstands auf Seite 32.

Fehler	Mögliche Ursache	Fehlerbehebung
Beim Überprüfen kann die Ionenquelle nicht die Spezifikationen einhalten.	<ul style="list-style-type: none"> • Die Testlösung wurde nicht sachgemäß vorbereitet. • Das Massenspektrometer hat die Installationstests nicht bestanden. 	<ul style="list-style-type: none"> • Bestätigen Sie, dass die Testlösungen sachgemäß vorbereitet wurden. • Wenn das Problem nicht gelöst werden kann, wenden Sie sich an den Außendienstmitarbeiter (FSE), damit er die Installationstests durchführt.
Starkes Hintergrundrauschen.	<ul style="list-style-type: none"> • Die Temperatur (TEM) ist zu hoch. • Der Volumenstrom des Heizergases (GS2) ist zu hoch. • Die Ionenquelle ist verunreinigt. 	<ul style="list-style-type: none"> • Optimieren Sie die Temperatur. • Optimieren Sie den Heizergasfluss. • Reinigen oder ersetzen Sie die Komponenten der Ionenquellen, stellen Sie dann die geeigneten Bedingungen für Ionenquelle und Frontend her: <ol style="list-style-type: none"> 1. Positionieren Sie die Probe so weit wie möglich von der Öffnung entfernt (vertikal und horizontal). 2. Stellen Sie sicher, dass der Interfaceheizer eingeschaltet ist. 3. Infundieren oder injizieren Sie Methanol und Wasser im Verhältnis von 50:50 bei einer Pumpförderleistung von 1 ml/min. 4. Stellen Sie in der SCIEX OS TEM auf 650, GS1 auf 60 und GS2 auf 60 ein. 5. Stellen Sie den CUR-Durchfluss auf 45 oder 50 ein. 6. Lassen Sie es mindestens 2 Stunden, am besten jedoch über Nacht laufen.

Fehlerbehebung

Fehler	Mögliche Ursache	Fehlerbehebung
Die Leistung der Ionenquelle hat nachgelassen.	<ul style="list-style-type: none"> • Die Probe ist nicht richtig optimiert. • Die Probe wurde nicht richtig vorbereitet oder die Probe hat sich verschlechtert. • Es besteht ein Leck an den Probeneinlassanschlüssen. 	<ul style="list-style-type: none"> • Optimieren Sie die Probe. Siehe ESI-Doppelprobeoptimierung auf Seite 19 oder Optimierung der APCI-Doppelprobe auf Seite 22. • Bestätigen Sie, dass die Probe sachgemäß vorbereitet wurde. • Stellen Sie sicher, dass die Anschlüsse dicht sind, und ersetzen Sie diese, wenn die Undichtigkeit weiter besteht. Die Anschlussstücke nicht zu fest anziehen. • Installieren und optimieren Sie eine alternative Ionenquelle. Wenn das Problem weiterhin besteht, wenden Sie sich an einen Außendienstmitarbeiter (FSE).
Lichtbögen oder Funken treten auf.	Die Koronaentladungsnadel befindet sich nicht an der richtigen Position.	Drehen der Koronaentladungsnadel in Richtung der Curtainplatte und weg vom Heizergasstrom. Siehe Einstellen der Position der Koronaentladungsnadel auf Seite 24 .
Das Signal der Kalibrierlösung ist schwach.	<ul style="list-style-type: none"> • Das CDS ist nicht angeschlossen. • Die CDS-Schläuche sind verstopft. 	<ul style="list-style-type: none"> • Prüfen Sie die CDS-Anschlüsse. • Überprüfen Sie die Kalibrierlösungskapillaren auf verstopfte Stellen.

Grundlagen der Handhabung – Ionenquelle

A

Elektrospray-Ionisation-Modus

Die Probe befindet sich in der Mitte zwischen den zwei Turboheizern, die in einem 45-Grad-Winkel auf beiden Seiten der Probe angeordnet sind. Die Kombination aus IonSpray™-Probenstrom und erhitztem Trockengas aus den Turboheizern wird in einem 90-Grad-Winkel auf die Öffnung der Curtainplatte gesprüht.

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

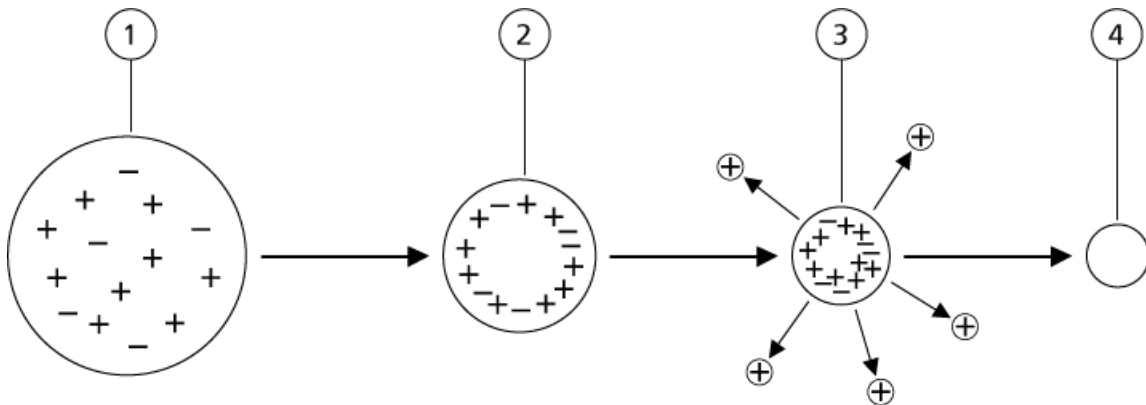
Das Zusammenwirken von IonSpray™-Spannung und den Turboheizern helfen dabei, den Strahl zu bündeln und erhöhen außerdem die Rate der Tropfenverdampfung, was zu einem stärkeren Ionensignal führt. Das erhitzte Gas erhöht die Effizienz der Ionenverdampfung, wodurch die Empfindlichkeit erhöht und die Fähigkeit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

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

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

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

Abbildung A-1 Ionenverdampfung



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

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

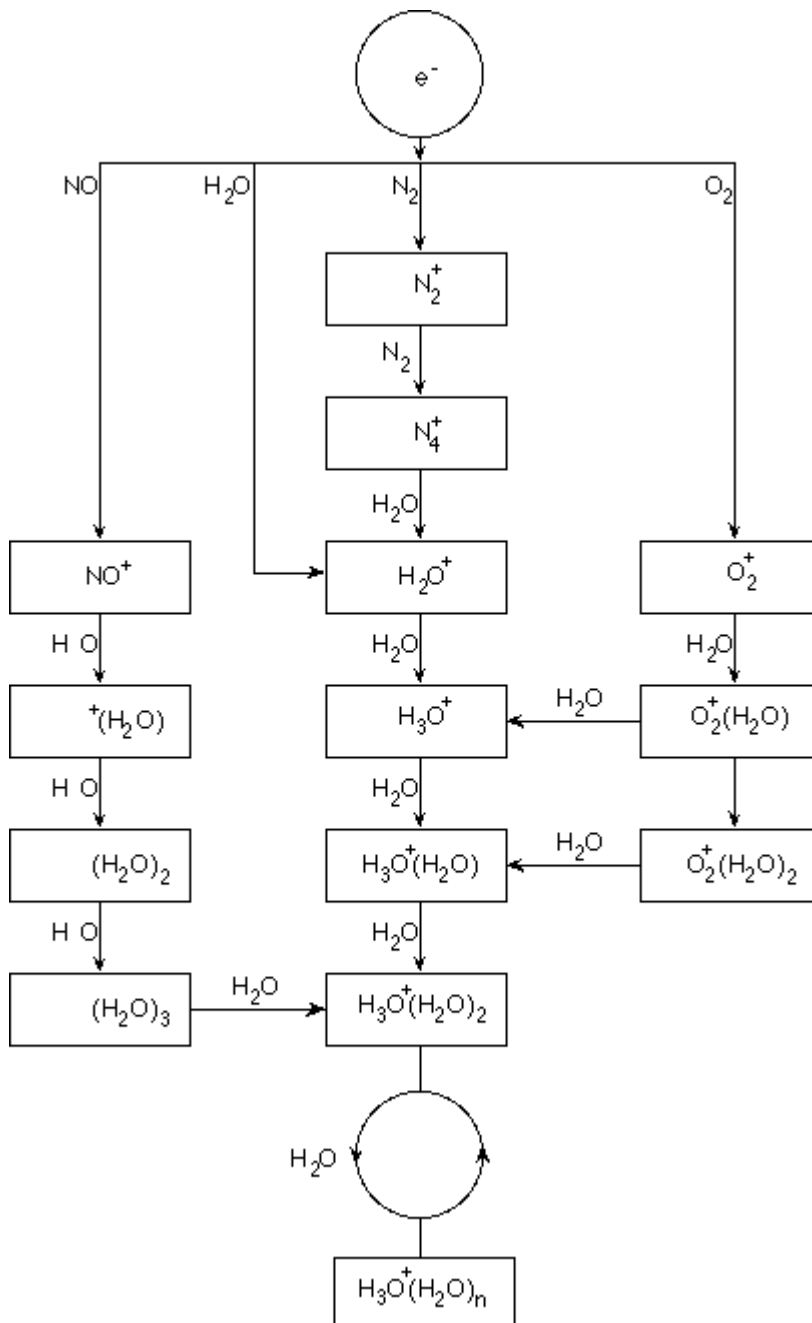
Weil die Solvatationsenergien für die meisten organischen Moleküle unbekannt sind, ist die Empfindlichkeit eines organischen Ions bei der Ionenverdampfung schwer vorherzusehen. Die Bedeutung der Solvatationsenergie ist offensichtlich, da Tenside, die sich an der Oberfläche einer Flüssigkeit konzentrieren,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

APCI-Modus

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

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

Abbildung A-2 Flussdiagramm der APCI-Reaktion



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

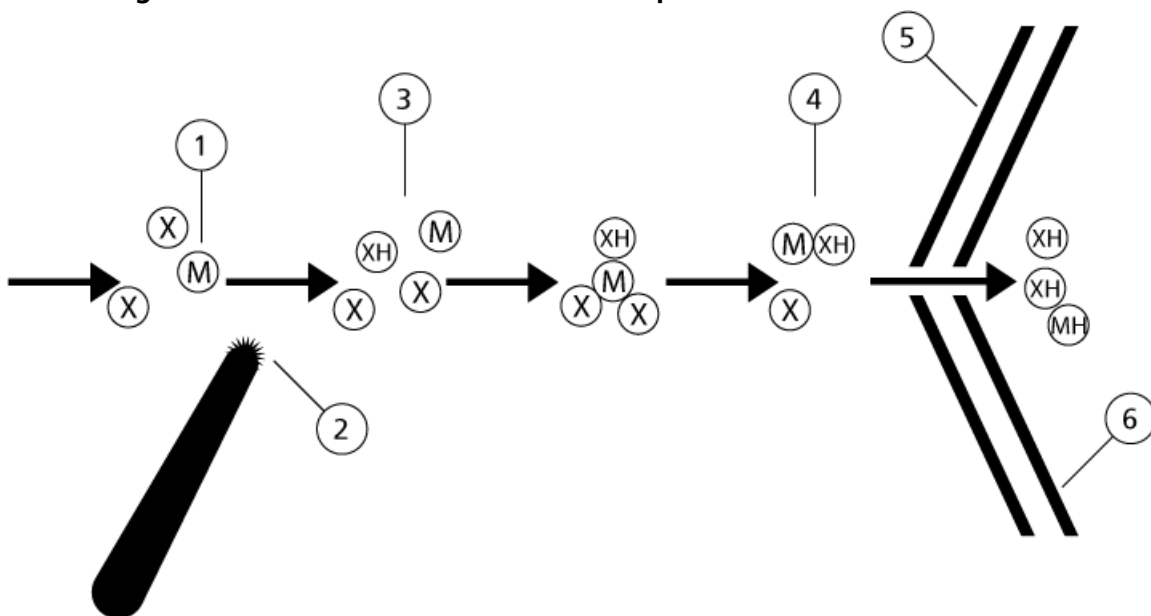
Die durch die APCI-Doppelprobe eingeführte Proben werden mit Hilfe eines Zerstäubergases in das erhitzte Keramikrohr gesprüht. Innerhalb des Rohrs durchlaufen die feinverteilten Proben- und Lösungsmittel-Tröpfchen

Grundlagen der Handhabung – Ionenquelle

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

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

Abbildung A-3 Chemische Ionisation bei Atmosphärendruck



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

X = Lösungsmittel-Moleküle; M = Probenmoleküle

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

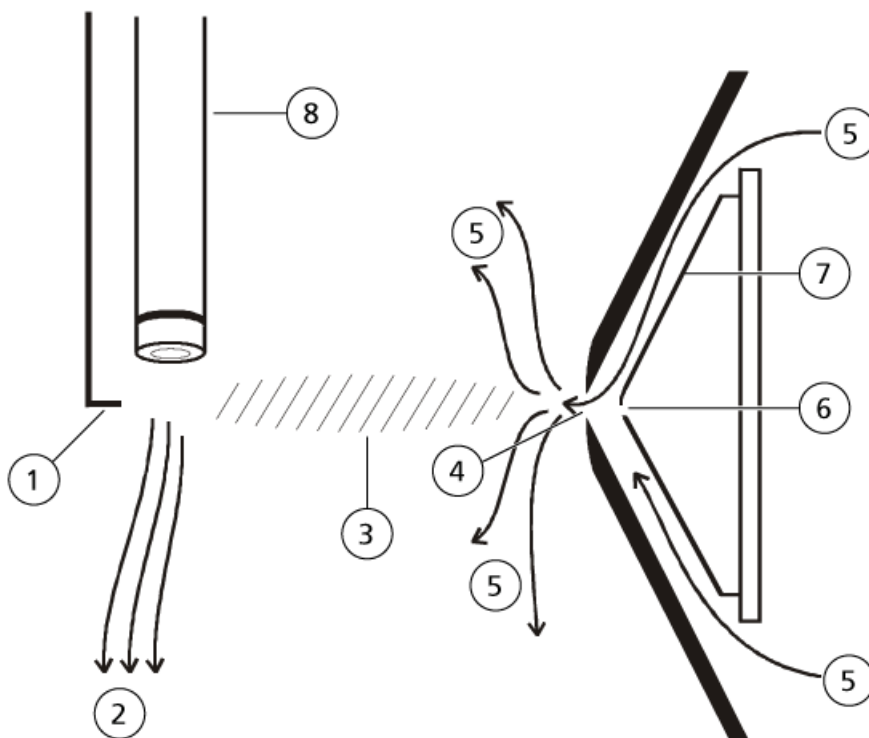
Bei Reverse-Phase-Anwendungen bestehen die Reaktandionen aus protonierten Lösungsmittelmolekülen im positiven Modus und solvatisierten Sauerstoffionen im negativen Modus. Bei günstiger Thermodynamik ändert der Zusatz von Modifikatoren die Zusammensetzung von Reaktandionen. Zum Beispiel kann die Zugabe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

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

APCI-Ionisationsbereich

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

Abbildung A-4 APCI-Ionisationsbereich



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

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

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

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

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

Quellen-Parameter und Spannungen

B

ESI-Doppelprobeparameter

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

Tabelle B-1 Parameteroptimierung für die ESI-Doppelprobe

Parameter	Typische Werte			Einsatzbereich
LC-Flussrate	5 µl/min bis 50 µl/min	200 µl/min	1000 µl/min	5 µl/min bis 3000 µl/min
Gas 1 (Zerstäubergas)	20 psi bis 40 psi	40 psi bis 60 psi	40 psi bis 60 psi	0 psi bis 90 psi
Gas 2 (Heizergas)	0 psi	50 psi	50 psi	0 psi bis 90 psi
IonSpray-Spannung	5500	5500 V	5500 V	5500 V
Curtain Gas TM -Zufuhr	25 psi	25 psi	25 psi	25 psi bis 50 psi
Temperatur*	0 °C bis 200 °C	200 °C bis 650 °C	400 °C bis 750 °C	Bis zu 750 °C
Auflösungspotenzial von Ionenclustern (DP) **	Positiv: 70 V Negativ: -70 V	Positiv: 70 V Negativ: -70 V	Positiv: 70 V Negativ: -70 V	Positiv: 0 V bis 400 V Negativ: -400 V bis 0 V
Probe vertikale Mikrometereinstellung	7 bis 10	2 bis 5	0 bis 2	0 bis 13
Probe horizontale Mikrometereinstellung	4 bis 6	4 bis 6	4 bis 6	0 bis 10
* Die optimale Temperatur hängt von der Verbindung und der Zusammensetzung der mobilen Phase ab (höherer wässriger Gehalt erfordert eine höhere Temperatur). Null (0) bedeutet, dass keine Temperatur vorhanden ist.				
** Der DP-Wert hängt von der Verbindung ab.				

Parameter der APCI-Doppelprobe

Tabelle B-2 Parameteroptimierung für die APCI-Doppelprobe

Parameter	Typische Werte	Einsatzbereich
LC-Flussrate	1000 µl/min	200 bis 2000 µl/min
Gas 1 (Zerstäubergas)	30 psi	0 psi bis 90 psi
Curtain Gas™-Zufuhr	25 psi	25 psi bis 50 psi
Temperatur*	400 °C	100 °C bis 750 °C
Zerstäuberstrom (NC)	Positiv: 3 µA Negativ: –3 µA	Positiv: 0 mA bis 5 µA Negativ: –5 mA bis 0 µA
Auflösungspotenzial von Ionenclustern (DP)	Positiv: 60 V Negativ: –60 V	Positiv: 0 V bis 300 V Negativ: –300 V bis 0 V
Probe vertikale Mikrometereinstellung	4	Skala 0 bis 13
* Der Temperaturwert hängt von der Verbindung ab.		

Parameter-Beschreibungen

Tabelle B-3 Ionenquellenabhängige Parameter

Parameter	Beschreibung
Gas 1 der Ionenquelle	Steuert das Zerstäubergas für die ESI- und APCI-Doppelprobe, TurbolonSpray®, und APCI-Probe. Siehe Grundlagen der Handhabung – Ionenquelle auf Seite 39 .
Gas 2 der Ionenquelle	Steuert das Heizergas für die ESI-Probe. Die optimale Empfindlichkeit wird erzielt, wenn das LC-Lösungsmittel durch die Kombination aus Temperatur (TEM) und Heizergas (GS2)-Strom einen Punkt erreicht, an dem es fast völlig verdampft. Um GS2 zu optimieren, erhöhen Sie den Durchfluss, bis Sie das beste Signal oder Signal-zu-Rausch-Verhältnis erhalten, wenn ein erheblicher Anstieg des Hintergrundrauschens vorliegt. Ein zu hoher Gasstrom kann ein verrauschtes oder instabiles Signal hervorbringen. Siehe Grundlagen der Handhabung – Ionenquelle auf Seite 39 .

Tabelle B-3 Ionenquellenabhängige Parameter (Fortsetzung)

Parameter	Beschreibung
Curtain Gas	<p>Steuert den Gasstrom zur Curtain GasTM-Schnittstelle. Die Curtain Gas-Schnittstelle ist zwischen der Curtainplatte und dem Orifice angeordnet. Sie verhindert, dass Umgebungsluft und Lösungsmittel-Tröpfchen eindringen und die Ionenoptik verunreinigen und führt Probenionen aufgrund der elektrischen Felder, die zwischen der Vakuumschnittstelle und der Spraynadel erzeugt werden, gleichzeitig in Richtung Vakuumkammer. Eine Verunreinigung der Ioneneingangsoptik reduziert Q0-Übertragungen, Stabilität und Empfindlichkeit und erhöht das Hintergrundrauschen. Halten Sie den Curtain GasTM-Strom so hoch wie möglich, ohne die Empfindlichkeit zu beeinträchtigen.</p>
Temperatur	<p>Steuert die Wärme, die zum Verdampfen der Probe angewendet wird. Die optimale Temperatur ist die niedrigste Temperatur, bei der die Probe vollständig verdampft wird.</p> <p>Optimieren Sie in Schritten von 50 °C.</p>
Temperatur – ESI-Probe	<p>Steuert die Temperatur des Heizergases in der ESI-Probe.</p> <p>Die optimale Empfindlichkeit wird erzielt, wenn das LC-Lösungsmittel durch die Kombination aus Temperatur und Heizergas(Ionenquellengas 2)-Strom einen Punkt erreicht, an dem es fast völlig verdampft.</p> <p>Je höher der organische Gehalt eines Lösungsmittels, desto geringer ist die optimale Probetemperatur. Bei Lösungsmitteln, die aus 100% Methanol und Acetonitril bestehen, kann die Probeleistung schon bei einer Temperatur von 300 °C optimiert werden. Wässrige Lösungsmittel, die aus 100% Wasser bestehen, benötigen bei einem Durchfluss von 1000 µL/min eine maximale Probetemperatur von 750 °C.</p> <p>Wenn die Temperatur zu niedrig eingestellt ist, erfolgt die Verdampfung unvollständig, und es bilden sich große, sichtbare Tröpfchen im Ionenquellengehäuse.</p> <p>Bei einer zu hohen Temperatureinstellung kann es zu einem vorzeitigen Verdampfen des Lösungsmittels an der Probespitze kommen, vor allem dann, wenn die Probe zu niedrig eingestellt wurde (5 bis 13 mm).</p>
Temperatur – APCI-Probe	<p>Steuert die Temperatur der APCI-Probe.</p> <p>Beim Ansteigen des organischen Gehaltes eines Lösungsmittels sollte sich die optimale Probetemperatur senken. Im Fall von Lösungsmitteln, die aus 100% Methanol und Acetonitril bestehen, kann die Probeleistung bei einem Durchfluss von 1000 µL/min schon bei einer Temperatur von 400 °C optimiert werden. Wässrige Lösungsmittel aus 100% Wasser brauchen bei einem Durchfluss von etwa 2000 µl/min eine Probetemperatur von mindestens 700 °C.</p> <p>Wenn die Temperatur zu niedrig eingestellt ist, erfolgt die Verdampfung unvollständig, und es bilden sich große, sichtbare Tröpfchen im Ionenquellengehäuse.</p> <p>Wenn die Temperatur zu hoch eingestellt ist, setzt der thermische Abbau der Probe ein.</p>

Tabelle B-3 Ionenquellenabhängige Parameter (Fortsetzung)

Parameter	Beschreibung
Zerstäuberstrom	Regelt den Strom, der an der Koronaentladungsnadel in der APCI-Probe angelegt ist. Die Entladung ionisiert die Lösungsmittelmoleküle, wodurch wiederum die Probenmoleküle ionisiert werden. Bei einer APCI-Probe optimiert sich der in die Koronaentladungsnadel eingeleitete Strom in der Regel über einen weiten Bereich (im positiven Modus etwa 1 µA bis 5 µA). Beginnen Sie bei der Optimierung mit einem Wert von 1, und erhöhen Sie diesen dann langsam, um das beste Signal oder das beste Signal-zu-Rausch-Verhältnis zu erzielen. Wenn bei einer Erhöhung der Stromstärke keine Veränderungen des Signals beobachtet werden, sollte die kleinstmögliche Stromstärke eingestellt werden, die die beste Empfindlichkeit liefert (z. B. 2 µA).
IonSpray-Spannung	Steuert die Spannung, die in der ESI-Probe am Zerstäuber anliegt und die Probe in der Ionenquelle ionisiert. Der Parameterwert hängt von der Polarität ab und beeinflusst die Spraystabilität sowie die Empfindlichkeit.
Interfaceheizer	Dieser Parameter ist bei den immer eingeschaltet. Der Parameter IHE schaltet den Interfaceheizer ein und aus. Das Heizen des Interfaces maximiert das Ionen-Signal und verhindert eine Kontamination der Ionenoptik. Wenn die zu analysierende Verbindung nicht extrem labil ist, empfehlen wir, das Interface aufzuheizen.

Probeposition

Die Position der Probe kann sich auf die Empfindlichkeit der Analyse auswirken. Weitere Informationen zum Optimieren der Probeposition finden Sie unter [Optimieren der Ionenquelle auf Seite 18](#).

Zusammensetzung der Lösungsmittel

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

Häufig verwendete Lösungsmittel:

- Acetonitril
- Methanol
- Propanol
- Wasser

Häufig verwendete Modifikatoren sind:

- Essigsäure
- Ameisensäure
- Ammoniumformiat
- Ammoniumacetat

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

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

Verbrauchsmaterialien und Ersatzteile

C

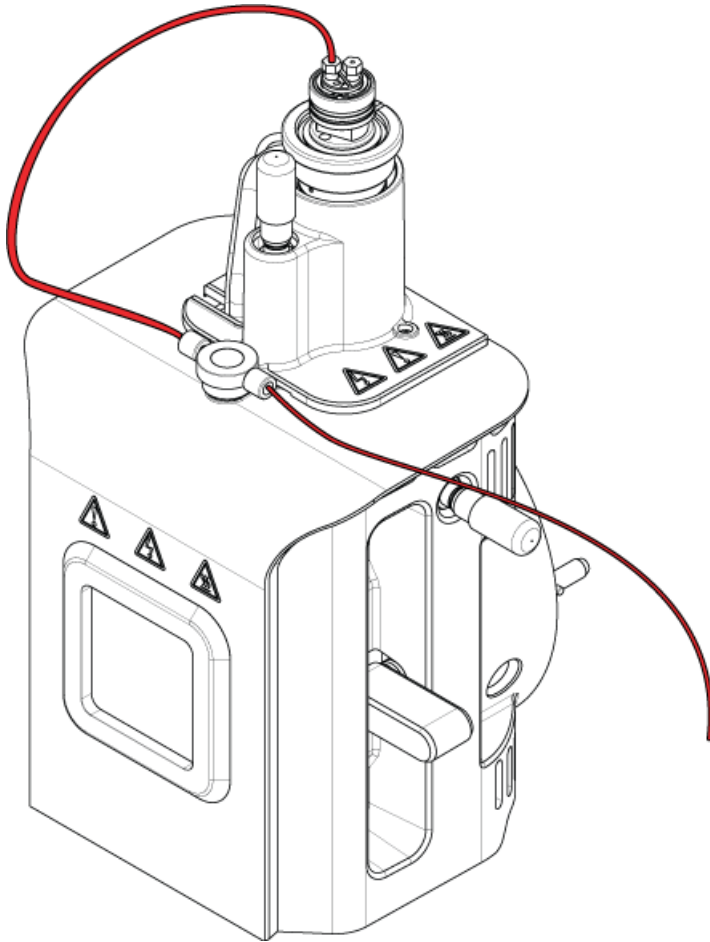
Tabelle C-1 Verbrauchsmaterial

Art.-Nr.	Beschreibung	Menge	Details
016316	ROHR*1 DURCHMESSER 16 X ,005	cm	Rote PEEK-Kapillare (Durchmesser 0,005 Zoll). Siehe Ersetzen Sie die Probenkapillare auf Seite 35.
016325	ANSCHLUSSSTÜCK*PEEK 10 32 X 1 16 ZOLL	1	Braunes PEEK-Fitting. Siehe Ersetzen Sie die Probenkapillare auf Seite 35.
016485	ROHR* 1 16 AUSSENDURCHMESSER - 0;0025 ZOLL INNENDURCHMESSER PEEK	cm	Hellbraune PEEK-Kapillare (Durchmesser 0,0025 Zoll). Siehe Ersetzen Sie die Probenkapillare auf Seite 35.
019675	ANSCHLUSSSTÜCK*T-EINSATZ DURCHMESSER ,25	1	T-Einsatz (Durchmesser 0,25 mm)
5044626	ASSY* ESI-DOPPELPROBEELEKTRODE	1	ESI-Doppelprobeelektrode
5045380	ASSY* APCI-DOPPELPROBEELEKTRODE	1	APCI-Doppelprobeelektrode

Tabelle C-2 Ersatzteile

Art.-Nr.	Beschreibung	Menge	Details
027947	FRU*KIT NEB NADEL	1	Koronaentladungsnadel. Siehe Koronaentladungsnadel ersetzen auf Seite 33.
5041898	KIT* ESI-ZERSTÄUBER-DOPPELPROBE, GEPRÜFT	1	ESI-Doppelprobebauteil
5041899	KIT* APCI-ZERSTÄUBER-DOPPELPROBE, GEPRÜFT	1	APCI-Doppelprobebauteil

Abbildung C-1 Rote PEEK-Kapillare



Revisionen

Änderung	Beschreibung der Änderung	Datum
A	Erste Veröffentlichung des Dokuments.	Dezember 2015