



Source d'ions Turbo V™

pour les systèmes SCIEX QTOF

Guide de l'opérateur



Ce document est fourni aux clients qui ont acheté un équipement SCIEX afin de les informer sur le fonctionnement de leur équipement SCIEX. Ce document est protégé par les droits d'auteur et toute reproduction de tout ou partie de son contenu est strictement interdite, sauf autorisation écrite de SCIEX.

Le logiciel éventuellement décrit dans le présent document est fourni en vertu d'un accord de licence. Il est interdit de copier, modifier ou distribuer un logiciel sur tout support, sauf dans les cas expressément autorisés dans le contrat de licence. En outre, l'accord de licence peut interdire de décomposer un logiciel intégré, d'inverser sa conception ou de le décompiler à quelque fin que ce soit. Les garanties sont celles indiquées dans le présent document.

Des parties de ce document peuvent faire référence à d'autres fabricants ou à leurs produits, qui peuvent comprendre des pièces dont les noms sont des marques déposées ou fonctionnent comme des marques de commerce appartenant à leurs propriétaires respectifs. Cet usage est destiné uniquement à désigner les produits des fabricants tels que fournis par SCIEX intégrés dans ses équipements et n'induit pas implicitement le droit et/ou l'autorisation de tiers d'utiliser ces noms de produits comme des marques commerciales.

Les garanties fournies par SCIEX se limitent aux garanties expressément offertes au moment de la vente ou de la cession de la licence de ses produits. Elles sont les uniques représentations, garanties et obligations exclusives de SCIEX. SCIEX ne fournit aucune autre garantie, quelle qu'elle soit, expresse ou implicite, notamment quant à leur qualité marchande ou à leur adéquation à un usage particulier, en vertu d'un texte législatif ou de la loi, ou découlant d'une conduite habituelle ou de l'usage du commerce, toutes étant expressément exclues, et ne prend en charge aucune responsabilité ou passif éventuel, y compris des dommages directs ou indirects, concernant une quelconque utilisation effectuée par l'acheteur ou toute conséquence néfaste en découlant.

Réservé exclusivement à des fins de recherche. Ne pas utiliser dans le cadre de procédures de diagnostic.

AB Sciex faisant affaires sous le nom de SCIEX.

Les marques commerciales citées dans le présent document appartiennent à AB Sciex Pte. Ltd. ou à leurs propriétaires respectifs.

AB SCIEX™ est utilisé sous licence.

© 2015 AB Sciex



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

Table des matières

Chapitre 1 Présentation de la source d'ions.....	5
Précautions et risques liés au fonctionnement.....	5
Modes d'ionisation.....	6
Mode ESI.....	6
Mode APCI.....	6
Composants de la source d'ions.....	8
Sondes.....	9
Sonde double ESI.....	9
Sonde double APCI.....	10
Raccordements de gaz et branchements électriques.....	11
Circuit de détection de la source d'ions.....	11
Système d'évacuation de la source.....	12
Nous contacter.....	12
Documentation connexe.....	13
Assistance technique.....	13
Chapitre 2 Installation de la source d'ions.....	14
Préparer l'installation.....	14
Installer la sonde.....	15
Connexion de la tubulure de la source d'ions.....	15
Installer la source d'ions sur le spectromètre de masse.....	16
Conditions d'entrée des échantillons.....	17
Rechercher les fuites éventuelles.....	17
Chapitre 3 Optimisation de la source d'ions.....	18
Introduction de l'échantillon.....	18
Méthode.....	18
Débit.....	19
Sonde double ESI.....	19
Débit et température.....	19
Configurer le système.....	20
Préparer le système.....	20
Définition des conditions de démarrage.....	20
Optimiser la position de la sonde double ESI.....	21
Optimisez les paramètres source et gaz et la tension.....	21
Optimisez la température du chauffage à turbine.....	22
Optimisation de la sonde double APCI.....	22
Configurer le système.....	23
Préparer le système.....	23
Définition des conditions de démarrage.....	23
Optimisez les paramètres Gaz 1 et débit Curtain Gas	24
Régler la position de l'aiguille de décharge par effet corona.....	24
Optimiser la position de la sonde APCI double.....	25
Optimiser l'électro-nébuliseur.....	26
Optimiser la température de la sonde APCI.....	26

Table des matières

Conseils d'optimisation.....	26
Chapitre 4 Maintenance de la source d'ions.....	28
Retirer la source d'ions.....	29
Nettoyage des surfaces de la source d'ions.....	30
Nettoyez la les sondes.....	30
Retirer la sonde.....	31
Remplacer l'électrode double.....	31
Régler l'extension de la pointe de l'électrode.....	32
Remplacer l'aiguille de décharge par effet corona.....	33
Remplacer le tube échantillon.....	35
Chapitre 5 Dépannage.....	36
Annexe A Principes de fonctionnement : source d'ions.....	39
Mode Ionisation par électronébulisation.....	39
Mode APCI.....	40
Région d'ionisation APCI.....	43
Annexe B Paramètres de la source et tensions.....	45
ESI double.....	45
Paramètres de la sonde double APCI.....	46
Description des paramètres.....	47
Position de la sonde.....	48
Composition du solvant.....	48
Annexe C Consommables et pièces de rechange.....	50
Historique des révisions.....	52

Présentation de la source d'ions

1

La source d'ions Turbo V™ peut être utilisée pour l'ionisation par électronébulisation (ESI) ou pour l'ionisation chimique à pression atmosphérique (APCI).

La sonde double ESI est utilisée pour le fonctionnement en mode ESI. La sonde double APCI est utilisée pour un fonctionnement en mode APCI. La sonde standard fournie avec la source d'ions est la sonde double ESI.

Les sondes doubles permettent l'introduction à la demande de la solution d'étalonnage et de l'échantillon à travers des électrodes indépendantes.

Les applications pour la source d'ions comprennent le développement d'une méthode qualitative et une analyse qualitative et quantitative.

Précautions et risques liés au fonctionnement

Pour obtenir des informations sur la réglementation et la sécurité relatives au spectromètre de masse, consultez le *Guide de l'utilisateur du système*.



AVERTISSEMENT ! Risque d'irradiation, risques biologiques ou de toxicité chimique : utiliser la source d'ions uniquement si vous avez les qualifications et la formation appropriées et si vous connaissez les règles d'utilisation correcte, de confinement et d'évacuation des matériaux toxiques ou nuisibles utilisés avec la source d'ions.



AVERTISSEMENT ! Risque de perforations, risque de rayonnements, risque biologique ou risque de toxicité chimique. Cessez d'utiliser la source d'ions si la fenêtre correspondante est fissurée ou cassée et contactez un technicien de service (FSE) SCIEX. Tout matériau toxique ou nocif introduit dans l'équipement sera présent dans la sortie d'évacuation de la source. Éliminez les objets tranchants conformément aux procédures de sécurité établies par le laboratoire.



AVERTISSEMENT ! Risque sur surface chaude. Laissez la source d'ions refroidir pendant au moins 30 minutes avant de commencer la moindre procédure de maintenance. Les surfaces de la source d'ions et des composants de l'interface de l'enceinte sous vide deviennent chaudes pendant le fonctionnement.



AVERTISSEMENT ! Risque de toxicité chimique. Portez un équipement de protection individuelle comprenant une blouse de laboratoire, des gants et des lunettes de sécurité pour éviter toute exposition de la peau ou des yeux.



AVERTISSEMENT ! Risque d'irradiation, risque biologique, risque d'électrocution, ou risque d'exposition à des produits chimiques toxiques. En cas de fuite de produits chimiques, passez en revue les fiches techniques de données de sécurité du produit pour obtenir des instructions spécifiques. S'assurer que le système est en mode veille avant de nettoyer un déversement près de la source d'ions. Utiliser un équipement de protection personnelle approprié et des tissus absorbants pour contenir le déversement et le mettre au rebut conformément aux réglementations locales.



AVERTISSEMENT ! Risque pour l'environnement : ne pas jeter de composants du système dans les déchetteries municipales. Suivez les réglementations locales lors de la mise au rebut des composants.



AVERTISSEMENT ! Risque d'électrocution : éviter tout contact avec les hautes tensions appliquées à la source d'ions durant le fonctionnement. Mettez le système en mode Standby (Veille) avant de régler la tubulure d'échantillon ou tout autre équipement à proximité de la source d'ions.

Modes d'ionisation

Mode ESI

La technique ESI permet de générer des ions d'analyte en phase gazeuse dans un échantillon donné via l'application d'une haute tension sur l'effluent de l'échantillon par l'intermédiaire d'une aiguille. À l'aide du flux de gaz chauffé, cette technique produit des ions à charge unique et à charge multiple dans des conditions relativement douces. Elle est donc adaptée à un grand nombre de composés, notamment aux molécules de petite taille, comme les médicaments ou les pesticides, et aux molécules de grande taille, comme les peptides, les protéines et autres biopolymères. La sensibilité dépend des propriétés chimiques de l'analyte, du débit du gaz, de la température, de la tension et de la composition de la phase mobile.

La technique ESI est suffisamment douce pour être utilisée avec des composés labiles comme les peptides, les protéines et les produits pharmaceutiques thermolabiles. Elle fonctionne avec des débits compris entre 5 µl/min et 3 000 µl/min, et elle vaporise les compositions de solvants 100 % aqueuses à 100 % organiques.

Consultez [Mode Ionisation par électronébulisation à la page 39](#).

Mode APCI

Le mode APCI convient pour :

- L'ionisation de composés qui ne forment pas aisément des ions dans une solution. Il s'agit généralement de composés non polaires.
- La création de spectres APCI simples pour des expériences LC-MS/MS.

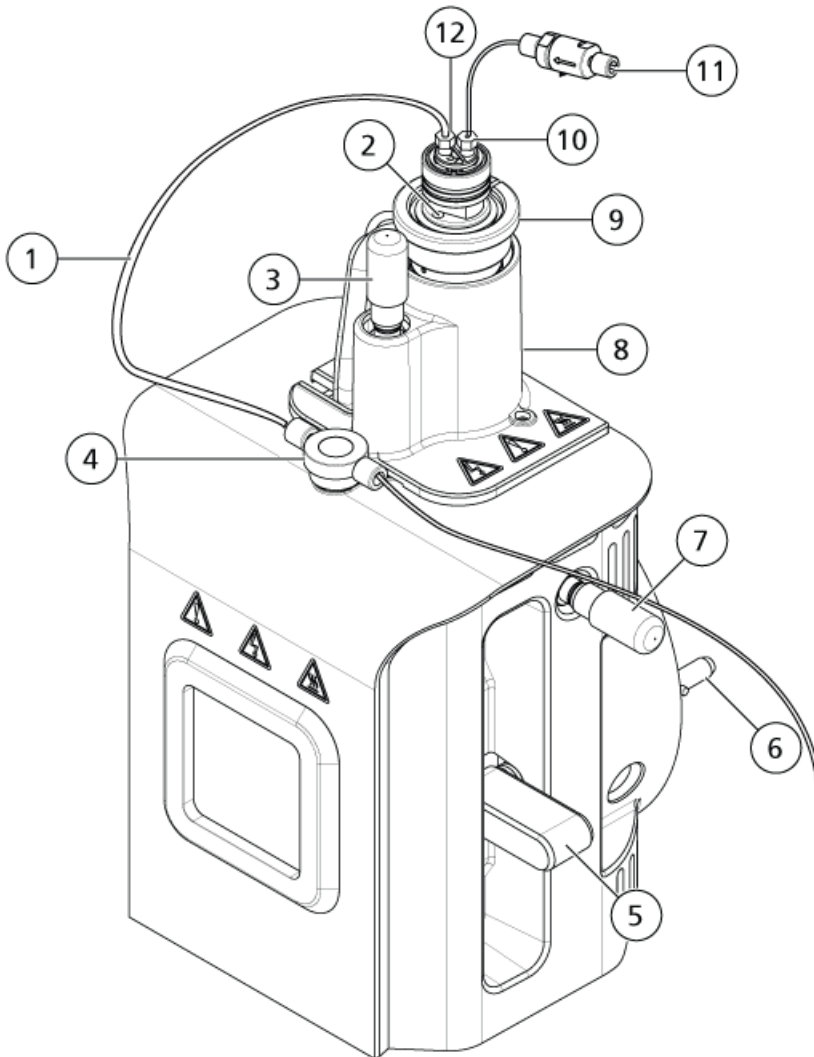
- Les analyses à haut débit d'échantillons complexes et impurs. Ces analyses sont moins sensibles aux effets de suppression d'ions.
- L'Introduction rapide de l'échantillon par une injection en flux avec ou sans colonne LC.

La technique APCI peut être utilisée pour les composés volatils et labiles avec une décomposition thermique minimale. La désolvatation et la vaporisation rapides des gouttelettes et de l'analyte minimisent la décomposition thermique et préservent l'identité moléculaire pour l'ionisation par l'aiguille de décharge par effet corona. Les tampons sont facilement tolérés par la source d'ions sans contamination importante et la vaporisation instantanée de l'effluent pulvérisé permet d'utiliser jusqu'à 100 % d'eau. La sonde peut accepter l'ensemble de l'effluent sans partage à des débits compris entre 50 µl/min et 3 000 µl/min (avec une colonne à gros diamètre).

Consultez [Mode APCI à la page 40](#).

Composants de la source d'ions

Figure 1-1 Composants de la source d'ions



Élément	Description
1	Tube échantillon
2	Vis de réglage de la position de l'aiguille de décharge par effet corona
3	Micromètre de l'axe Y utilisé pour positionner la sonde sur l'axe vertical en vue de régler la sensibilité de la source d'ions
4	Jonction de mise à la terre
5	L'un des deux loquets de la source qui la sécurisent dans le spectromètre de masse
6	Broche de guidage

Élément	Description
7	Micromètre de l'axe X utilisé pour positionner la sonde sur l'axe horizontal en vue de régler la sensibilité de la source d'ions
8	Tour de la sonde
9	Anneau de retenue
10	Port de solution d'étalonnage avec raccord
11	Module de débit, constitué d'une tubulure de solution d'étalonnage et d'un clapet anti-retour
12	Port LC (échantillon) avec raccord

Sondes

Les sondes ESI double et APCI double fournissent un éventail de possibilités pour tester les échantillons. Choisissez la sonde et la méthode les plus appropriées pour les composés dans l'échantillon.

Tableau 1-1 Caractéristiques de la source d'ions

Caractéristique	Sonde double ESI	Sonde double APCI
Plage de température	À partir d'une température ambiante à 750 °C, en fonction du débit du liquide	À partir de 50 °C à 750 °C, en fonction du débit du liquide
Chromatographie en phase liquide (LC)	Interfaces avec tout système LC	
Gaz 1/Gaz 2	Se reporter au <i>Guide d'aménagement sur site</i> pour le spectromètre de masse.	

Le logiciel SCIEX OS identifie la sonde installée et active les commandes utilisateur correspondantes.

Sonde double ESI

La sonde double ESI mesure 220 mm de long. Elle contient deux électrodes en acier inoxydable de 100 µm (0,012 pouce) de diamètre extérieur (d.e.) et est installée dans un emplacement central avec les deux chauffages à turbine placés à un angle de 45° de chaque côté.

Le dispositif de distribution des échantillons est raccordé au port désigné par la mention **LC** et la solution d'étalonnage est raccordée au port désigné par la mention **Cal**. Les analytes (échantillons ou solutions d'étalonnage) introduits par le biais de la sonde double ESI sont ionisés dans la tubulure par l'application d'une haute tension (tension IonSpray). Les ions sont ensuite nébulisés par un souffle d'air zéro comprimé, ce qui a pour effet de créer un brouillard de petites gouttelettes hautement chargées. La combinaison de l'effluent IonSpray et du gaz sec chauffé sortant des chauffages à turbine est projetée à un angle de 90° dans la trajectoire des ions.

Figure 1-2 Pièces de la sonde double ESI



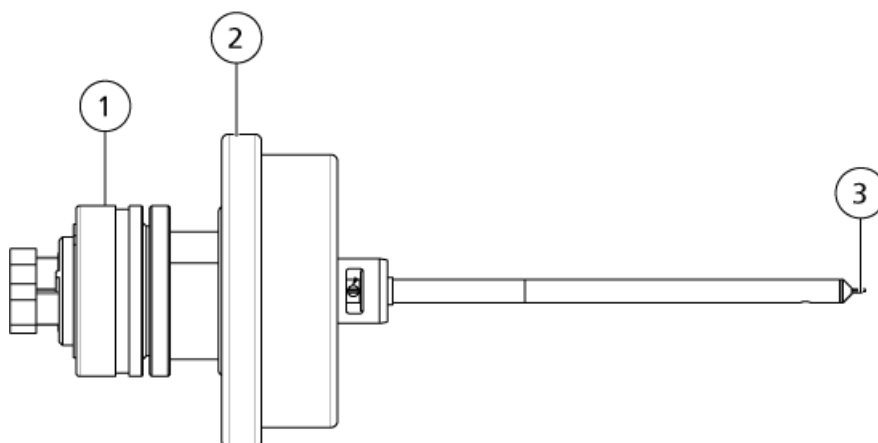
Élément	Description
1	Écrou de réglage de l'électrode (collier noir) qui permet d'ajuster l'extension des pointes de l'électrode
2	Anneau de retenue qui fixe la sonde à sa tour sur le boîtier de la source d'ions
3	Pointes de l'électrode à travers lesquelles la solution d'étalonnage ou l'échantillon est pulvérisé dans la zone d'introduction de l'échantillon de la source d'ions

Sonde double APCI

La sonde double APCI mesure 125 mm de long. Elle contient deux électrodes en acier inoxydable de 100 µm (0,004 pouce) de diamètre intérieur (d.i.), entourées d'un flux de gaz nébuliseur (Gaz 1).

Le dispositif de distribution des échantillons est raccordé au port désigné par la mention **LC** et la solution d'étalonnage est raccordée au port désigné par la mention **Cal**. Les analytes (échantillons ou solutions d'étalonnage) sont pompés à travers le pulvérisateur où ils sont nébulisés dans un tube en céramique contenant un chauffage. La paroi interne du tube en céramique peut être maintenue à une température de 100 °C à 750 °C et est contrôlée par le capteur intégré dans le chauffage. Un jet à haute vitesse de gaz nébuliseur circule autour de la pointe de l'électrode pour disperser l'échantillon en un brouillard de fines particules. L'échantillon se déplace à travers le chauffage de vaporisation en céramique dans la région de réaction de la source d'ions, puis au-delà de l'aiguille de décharge par effet corona où les molécules de l'échantillon sont ionisées quand elles traversent le boîtier de la source d'ions.

Figure 1-3 Pièces de la sonde double APCI (à déterminer)



Élément	Description
1	Écrou de réglage de l'électrode (collier noir) qui permet d'ajuster l'extension des pointes de l'électrode
2	Anneau de retenue qui fixe la sonde à sa tour sur le boîtier de la source d'ions
3	Pointes de l'électrode à travers lesquelles la solution d'étalonnage ou l'échantillon est pulvérisé dans la zone d'introduction de l'échantillon de la source d'ions

Raccordements de gaz et branchements électriques

Les raccordements de gaz et les branchements électriques haute et basse tension entrent par la plaque frontale de l'interface et sont raccordés en interne à travers le logement de la source d'ions. Lorsque la source d'ions est installée sur le spectromètre de masse, tous les raccordements électriques et de gaz doivent être en place.

Circuit de détection de la source d'ions

Un circuit de détection de la source d'ions désactive l'alimentation haute tension du spectromètre de masse et le système d'évacuation de la source si :

- Le logement de la source d'ions n'est pas installé ou est mal installé.
- Une sonde n'est pas installée.
- Le spectromètre de masse détecte une anomalie au niveau du gaz.
- Un chauffage à turbine est défectueux.
- La source d'ions a surchauffé.

Système d'évacuation de la source



AVERTISSEMENT ! Risque d'irradiation, risque biologique ou risque de toxicité chimique. Vérifiez que le système d'évacuation de la source est branché et en service afin d'éliminer en toute sécurité les vapeurs d'échantillon dégagées de l'environnement du laboratoire. Pour connaître les exigences prescrites pour le système d'évacuation de la source, consultez le *Guide d'installation sur site*.



AVERTISSEMENT ! Risque d'irradiation, risque biologique ou risque de toxicité chimique. Ventilez le système d'évacuation de la source vers une hotte aspirante de laboratoire prévue à cet effet ou un système de ventilation externe afin d'éviter la diffusion de vapeurs dangereuses dans l'environnement du laboratoire.



AVERTISSEMENT ! Risque d'incendie. N'introduisez pas plus de 3 ml/min de solvant inflammable dans la source d'ions. Dépasser le débit maximum peut entraîner une accumulation de solvant dans la source d'ions. N'utilisez pas la source d'ions si le système d'évacuation de la source n'est pas activé et en service lorsque la source d'ions et la sonde sont correctement installées.

Toutes les sources d'ions produisent des vapeurs d'échantillon et de solvant. Ces vapeurs représentent un danger potentiel pour l'environnement du laboratoire. Le système d'évacuation de la source est conçu pour éliminer en toute sécurité et gérer correctement les vapeurs d'échantillon et de solvant. Lorsque la source d'ions est installée, le spectromètre de masse ne fonctionne que si le système d'évacuation de la source fonctionne.

Un capteur de dépression monté dans le circuit d'évacuation de la source mesure la dépression dans la source. Si la dépression dans la source est supérieure au point de consigne alors que la sonde est installée, le système passe à un état de panne d'évacuation (Not Ready) (Non prêt).

Un système d'évacuation en activité élimine les résidus de la source d'ions (gaz, solvant, vapeur d'échantillon) par une sortie de vidange sans provoquer de bruit chimique. La sortie de vidange est raccordée à une bouteille de vidange par le biais d'une chambre de vidange et d'une pompe d'évacuation de la source, et de là à un système de ventilation d'évacuation fourni par le client. Pour obtenir des informations sur les exigences en matière de ventilation pour le système d'évacuation de la source, se reporter au *Guide d'aménagement sur site*.

Nous contacter

Assistance SCIEX

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

Formation destinée aux clients

- En Amérique du Nord : NA.CustomerTraining@sciex.com
- En Europe : Europe.CustomerTraining@sciex.com
- En dehors des États-Unis et de l'Amérique du Nord, visitez le site sciex.com/education pour obtenir les coordonnées.

Centre d'apprentissage en ligne

- training.sciex.com

Documentation connexe

La documentation pour le spectromètre de masse se trouve sur le DVD *Référence client* pour le spectromètre de masse.

La documentation relative à la source d'ions se trouve sur le DVD *Référence client* pour la source d'ions.

Assistance technique

SCIEX et ses représentants maintiennent un personnel dûment qualifié et des spécialistes techniques installés dans le monde entier. Ils peuvent répondre aux questions sur le système ou à tout problème technique qui pourrait survenir. Pour plus d'informations, rendez-vous sur le site Web de SCIEX à l'adresse sciex.com.

Installation de la source d'ions

2



AVERTISSEMENT ! Risque de choc électrique. Installer la source d'ions sur le spectromètre de masse à la fin de cette procédure. Une haute tension est présente lorsque la source d'ions est installée.

La source d'ions est connectée à l'interface de dépression et est maintenue en place par deux loquets. L'intérieur de la source d'ions est visible à travers la fenêtre située à l'avant de la source d'ions.

Quand la source d'ions est installée, le SCIEX OS la reconnaît et affiche son identification.

Matériel nécessaire

- Source d'ions
- Sonde double ESI
- (En option) Sonde double APCI
- Clé 1/4"
- Kit de consommables de la source d'ions

Préparer l'installation



AVERTISSEMENT ! Danger de perforation. Faire preuve de vigilance lors de la manipulation de l'électrode. Les pointes des électrodes sont extrêmement acérées.

Conseil ! Ne jetez pas l'emballage vide. Le garder pour stocker la source d'ions lorsqu'elle n'est pas utilisée.

- Réglez l'écrou de réglage de l'électrode sur la sonde pour déplacer la pointe à l'intérieur du tube électrode.

Pour une stabilité et des performances optimales, la pointe de l'électrode la plus courte doit s'étendre entre 0,5 mm et 1,0 mm au-delà de l'extrémité de la sonde. Consultez [Réglage l'extension de la pointe de l'électrode à la page 32](#).

Installer la sonde

Procédures prérequis

- [Retirer la source d'ions à la page 29](#)



AVERTISSEMENT ! Risque d'électrocution : vérifier que la source d'ions est complètement débranchée du spectromètre de masse avant de continuer.

ATTENTION : Risque d'endommagement du système. Évitez tout contact entre les pointes de l'électrode saillante ou l'aiguille de décharge par effet corona et le boîtier de la source d'ions afin d'éviter d'endommager la sonde.

ATTENTION : Risque d'endommagement du système. Assurez-vous que la pointe de l'aiguille de décharge par effet corona est éloignée de l'orifice si la sonde double ESI ou la sonde TurbolonSpray[®] est utilisée.

La sonde n'est pas préinstallée dans la source d'ions. Toujours enlever la source d'ions du spectromètre de masse avant d'échanger les sondes.

Si la sonde n'est pas correctement installée dans la source d'ions, l'alimentation haute tension du spectromètre de masse et du système d'évacuation de la source est alors désactivée.

1. Insérez la sonde dans la tour. Alignez l'orifice de la sonde sur la broche d'alignement qui se trouve sur le dessus de la source d'ions. Voir [Composants de la source d'ions à la page 8](#).
2. Appuyez délicatement sur la sonde de façon à ce que les contacts s'engagent avec ceux de la tour.
3. Tournez l'anneau de retenue sur la sonde, appuyez dessus pour engager ses filetages dans ceux de la tour, puis serrez-le (à la main).
4. Uniquement pour la sonde double APCI, s'assurer que la pointe de l'aiguille de décharge par effet corona est orientée vers l'orifice de la plaque rideau. Voir [Régler la position de l'aiguille de décharge par effet corona à la page 24](#).

Connexion de la tubulure de la source d'ions



AVERTISSEMENT ! Risque de choc électrique. Ne pas négliger le raccordement de la jonction de mise à la terre. Le raccord de mise à terre fournit une mise à la terre entre le spectromètre de masse et le dispositif d'introduction de l'échantillon.

Installation de la source d'ions



AVERTISSEMENT ! Risque d'irradiation, risque biologique ou risque de toxicité chimique. Assurez-vous que l'écrou du tube échantillon est serré correctement avant de faire fonctionner cet équipement pour éviter les fuites.

[Composants de la source d'ions à la page 8.](#)

1. Insérez une tubulure PEEK rouge de 30 cm dans l'écrou du tube échantillon.
2. Installez l'écrou de la tubulure échantillon sur le port LC situé au-dessus de la sonde, puis serrez-le à la main jusqu'à ce qu'il soit bien ajusté. Utilisez une clé de 1/4" pour le serrer d'un quart de tour de plus.
La sonde double comporte deux ports. Veillez à utiliser le port désigné par la mention **LC**.
3. Connectez l'autre extrémité du tube à la jonction de mise à la terre sur la source d'ions.
4. Raccordez la tubulure de la solution d'étalonnage au port désigné par la mention **CAL**.

Installer la source d'ions sur le spectromètre de masse



AVERTISSEMENT ! Risque de choc électrique. Installez la sonde dans la source d'ions avant d'installer la source d'ions sur le spectromètre de masse.



AVERTISSEMENT ! Danger d'écrasement. Lors de l'installation de la source d'ions, prenez garde à ne pas vous pincer les doigts entre la source d'ions et l'interface avec le vide.

Si la sonde de la source d'ions n'est pas correctement installée, l'alimentation haute tension n'est alors pas disponible.

1. S'assurer que les loquets de la source d'ions qui se trouvent de part et d'autre de cette source sont à 12 h. Voir [Composants de la source d'ions à la page 8.](#)
2. Aligner la source d'ions sur l'interface de dépression en veillant à ce que les loquets de la source d'ions soient alignés sur les connecteurs de l'interface de dépression.
3. Appuyez délicatement la source d'ions contre l'interface de vide, puis tournez les loquets de la source d'ions vers le bas de manière à verrouiller la source d'ions en position.

Le spectromètre de masse reconnaît la source d'ions, puis affiche son identifiant dans le SCIEX OS.

4. Raccordez la tubulure PEEK rouge du dispositif de distribution de l'échantillon à la jonction de masse de la source d'ions.

Conditions d'entrée des échantillons

- Utiliser les procédures et les pratiques analytiques appropriées pour réduire au minimum les volumes inertes. L'entrée des échantillons transfère l'échantillon liquide vers l'entrée de la source d'ions sans perte et avec un volume inerte minimal.
- Préfiltrer les échantillons de sorte que les tubes capillaires de l'échantillon en entrée ne soient pas bloqués par des particules, des précipités d'échantillons et des sels.
- S'assurer que toutes les connexions sont suffisamment ajustées pour empêcher les fuites. Ne serrez pas excessivement.

Rechercher les fuites éventuelles



AVERTISSEMENT ! Risque de toxicité chimique. Portez un équipement de protection individuelle comprenant une blouse de laboratoire, des gants et des lunettes de sécurité pour éviter toute exposition de la peau ou des yeux.

Inspectez les raccords et la tubulure pour vous assurer qu'il n'existe aucune fuite.



AVERTISSEMENT ! Risque d'irradiation, risques biologiques ou de toxicité chimique : utiliser la source d'ions uniquement si vous avez les qualifications et la formation appropriées et si vous connaissez les règles d'utilisation correcte, de confinement et d'évacuation des matériaux toxiques ou nuisibles utilisés avec la source d'ions.



AVERTISSEMENT ! Risque d'incendie. N'introduisez pas plus de 3 ml/min de solvant inflammable dans la source d'ions. Dépasser le débit maximum peut entraîner une accumulation de solvant dans la source d'ions. N'utilisez pas la source d'ions si le système d'évacuation de la source n'est pas activé et en service lorsque la source d'ions et la sonde sont correctement installées.



AVERTISSEMENT ! Risque de perforations, risque de rayonnements, risque biologique ou risque de toxicité chimique. Cessez d'utiliser la source d'ions si la fenêtre correspondante est fissurée ou cassée et contactez un technicien de service (FSE) SCIEX. Tout matériau toxique ou nocif introduit dans l'équipement sera présent dans la sortie d'évacuation de la source. Éliminez les objets tranchants conformément aux procédures de sécurité établies par le laboratoire.

Remarque : Si la tension IonSpray™ est trop élevée, une décharge par effet corona peut se produire. Elle sera visible sous la forme d'une lumière bleue à la pointe de la sonde. Une décharge par effet corona entraîne une diminution de la sensibilité et de la stabilité du signal.

Optimiser la source d'ions chaque fois que l'analyte, son débit ou la composition de la phase mobile change.

Plusieurs paramètres influent sur les performances de la source. Optimiser les performances tout en injectant un composé connu et en surveillant le signal de l'ion reconnu. Régler le micromètre, les paramètres du gaz et de la tension pour optimiser le rapport signal-bruit et la stabilité du signal.

Introduction de l'échantillon

Méthode

Le flux d'échantillon liquide est acheminé vers la source d'ions par une pompe LC. L'échantillon peut être injecté directement dans la phase mobile par la technique FIA (analyse par injection en flux continu), par un dispositif de perfusion avec raccord en T, par une pompe à seringue (non fournie) ou à travers une colonne de séparation avec un injecteur à boucle ou un auto-échantillonneur.

Débit

Les débits d'échantillon sont déterminés par la pompe à seringue ou le système LC. La sonde double ESI est utilisée avec des débits d'échantillon compris entre 5 µl/min et 3 000 µl/min. La sonde double APCI est utilisée avec des débits d'échantillon compris entre 50 µl/min et 3 000 µl/min.

Sonde double ESI



AVERTISSEMENT ! Risque d'irradiation, risque biologique ou risque de toxicité chimique. Vérifiez que le système d'évacuation de la source est branché et en service, et que le laboratoire dispose d'une bonne ventilation générale. Une ventilation adéquate dans le laboratoire est indispensable pour un contrôle des émissions de solvants et d'échantillons et pour un fonctionnement sûr du spectromètre de masse.



AVERTISSEMENT ! Risque d'incendie. N'introduisez pas plus de 3 ml/min de solvant inflammable dans la source d'ions. Dépasser le débit maximum peut entraîner une accumulation de solvant dans la source d'ions. N'utilisez pas la source d'ions si le système d'évacuation de la source n'est pas activé et en service lorsque la source d'ions et la sonde sont correctement installées.

ATTENTION : Risque d'endommagement du système. Si le système HPLC raccordé au spectromètre de masse n'est pas contrôlé par le logiciel, ne laissez pas le spectromètre de masse sans surveillance pendant son fonctionnement. Le système HPLC peut déborder la source d'ions quand le spectromètre de masse bascule en mode Veille.

Remarque : Pour maintenir le système propre et garantir son fonctionnement optimal, ajuster la position de la sonde lors de la modification du débit.

Conseil ! Il est plus facile d'optimiser le signal et le rapport signal-bruit avec une analyse par injection en flux continu qu'avec des injections sur colonne.

Débit et température

Le débit d'introduction de l'échantillon et la composition du solvant ont une incidence sur la température optimale de la sonde double ESI. Un débit élevé ou un contenu fortement aqueux sont associés à une température optimale supérieure.

La sonde double ESI est souvent utilisée avec des débits d'échantillon compris entre 40 µl/min et 1 000 µl/min. La chaleur est utilisée pour augmenter la vitesse d'évaporation, ce qui améliore l'efficacité de l'ionisation et augmente la sensibilité. Les débits de solvant hautement organique extrêmement faibles n'exigent généralement pas des températures accrues. Se reporter à [Paramètres de la source et tensions à la page 45](#).

Configurer le système

1. Configurez la pompe LC de sorte qu'elle distribue la phase mobile au débit requis. Consultez [Paramètres de la source et tensions à la page 45](#).
2. Raccordez la jonction de masse de la source d'ions à une pompe LC par le biais d'un injecteur équipé d'une boucle de 5 µl ou à un auto-échantillonneur.
3. En cas d'utilisation d'un auto-échantillonneur, configurez ce dernier pour l'exécution d'injections multiples.

Préparer le système

1. Démarrez le logiciel SCIEX OS.
2. Ouvrez une méthode précédemment optimisée ou créez une méthode basée sur les composés.
3. Si la source d'ions a eu le temps de refroidir, procédez comme suit.
 - a. Définissez le paramètre **Temperature (Température)** sur **450**.
 - b. Laissez la source d'ions chauffer pendant 30 minutes.
Les 30 minutes de préchauffage empêchent la condensation des vapeurs de solvant dans la sonde froide.
4. Lancez la circulation et l'injection de l'échantillon.

Définition des conditions de démarrage

1. Saisissez une valeur de départ pour **Ion Source Gas 1** (Gaz 1 de la source d'ions).
Pour les pompes LC, utilisez une valeur comprise entre 40 et 60 pour Gaz 1.
2. Saisissez une valeur de départ pour **Ion Source Gas 2** (Gaz 2 de la source d'ions).
Pour les pompes LC, utilisez une valeur comprise entre 30 et 50 pour Gaz 2.

Remarque : Le gaz 2 est utilisé avec les débits élevés typiques avec un système LC et conjointement avec l'augmentation de la température.

3. Saisissez la valeur appropriée dans le champ **IonSpray Voltage (Tension IonSpray)**.
 - Mode positif : **5500**
 - Mode négatif : **-4500**
4. Saisissez **25** dans le champ **Curtain Gas**.
5. Démarrez l'acquisition.

Optimiser la position de la sonde double ESI



AVERTISSEMENT ! Risque d'irradiation, risque biologique ou risque de toxicité chimique. S'assurer que les électrodes dépassent au-delà de la pointe de la sonde, afin de prévenir des fuites de vapeurs dangereuses de la source. L'électrode ne doit pas être encastrée dans la sonde.

Après l'optimisation de la sonde, il convient d'effectuer quelques réglages mineurs. Si la sonde est retirée, ou si l'analyte, le débit ou la composition du solvant change, la procédure d'optimisation doit alors être répétée.

1. Regarder à travers la fenêtre du logement de la source d'ions pour se reporter à la position de la sonde.
2. Utilisez les réglages du micromètre sur les axes horizontal et vertical précédents ou réglez-les sur **5** comme position de départ.
3. Surveiller le signal ou le rapport signal/bruit des analytes dans le logiciel SCIEX OS.
4. Utiliser le micromètre de l'axe horizontal pour régler la position de la sonde par petits incréments afin d'obtenir le meilleur signal ou rapport signal/bruit possible.

La sonde peut être optimisée légèrement de l'un ou l'autre côté de l'orifice.

5. Utiliser le micromètre de l'axe vertical pour régler la position de la sonde par petits incréments afin d'obtenir le meilleur signal ou rapport signal/bruit possible.

Remarque : La position verticale de la sonde dépend du débit. Lorsque le débit est plus faible, la sonde doit être plus près de l'orifice. Lorsque le débit est plus élevé, la sonde doit être placée plus loin de l'orifice.

6. Utilisez le capuchon de réglage de l'électrode noir sur la sonde de manière à régler la partie saillante de la pointe de l'électrode. Consultez [Régler l'extension de la pointe de l'électrode à la page 32](#).

Remarque : Assurez-vous que les deux électrodes dépassent de la sonde.

Conseil ! Éloignez le liquide de pulvérisation de la sonde double ESI de l'ouverture afin d'éviter la contamination de cette dernière et la perforation du débit Curtain Gas™, ce qui peut créer un signal instable, et d'éviter un court-circuit électrique dû à la présence du liquide.

Optimisez les paramètres source et gaz et la tension

Optimisez le gaz 1 de la source d'ions (gaz nébuliseur) de façon à obtenir la meilleure stabilité et la meilleure sensibilité du signal. Le gaz 2 de la source d'ions (gaz chauffant) aide à l'évaporation des solvants, ce qui contribue à renforcer l'ionisation de l'échantillon.

Une température trop élevée peut provoquer la vaporisation du solvant à l'extrémité de la sonde ESI double, en particulier si la sonde ressort trop loin, ce qui occasionne une instabilité du signal et un bruit de fond chimique important. De même, un débit de gaz chauffant important peut produire un signal bruyant ou instable.

Optimisation de la source d'ions

Utilisez la plus faible tension IonSpray™ possible sans perte du signal. Concentrez-vous sur le rapport signal/bruit et pas seulement sur le signal. Si la tension IonSpray™ est trop élevée, une décharge par effet corona peut se produire. La décharge est visible sous la forme d'une brillance bleue à l'extrémité de la sonde ESI double. Il en résultera une dégradation de la sensibilité et de la stabilité du signal ionique.

1. Réglez les valeurs **Ion Source Gas 1** (Gaz 1 de la source d'ions [GS1]) et **Ion Source Gas 2** (Gaz 2 de la source d'ions [GS2]) par incréments de 5 pour obtenir le meilleur signal ou le meilleur rapport signal/bruit.
2. Augmentez la valeur du champ **Curtain Gas** jusqu'à ce que le signal commence à diminuer.

Remarque : Pour éviter toute contamination, utilisez la valeur CUR la plus élevée possible sans pour autant sacrifier la sensibilité. Ne réglez pas la valeur CUR en dessous de 25. Cela permet d'éviter la pénétration du flux de Curtain Gas™, ce qui peut produire un signal bruyant, empêcher la contamination de l'orifice et augmenter le rapport signal-bruit global.

3. Réglez les valeurs **Ion Spray Voltage** (Tension pour nébulisation ionique IS ou ISVF) par incréments de 500 V pour maximiser le rapport signal/bruit.

Optimisez la température du chauffage à turbine

La température optimale du chauffage dépend du composé, du débit et de la composition de la phase mobile. Plus le débit et la composition aqueuse sont élevés, plus la température est optimisée.

Lors de l'optimisation de la température de la source, assurez-vous que la source d'ions s'équilibre au nouveau réglage de la température.

- Réglez la valeur **Temperature (Température) (TEM)** par incréments de 50 °C à 100 °C de manière à obtenir le meilleur signal ou le meilleur rapport signal/bruit.

Optimisation de la sonde double APCI



AVERTISSEMENT ! Risque d'irradiation, risque biologique ou risque de toxicité chimique. Vérifiez que le système d'évacuation de la source est branché et en service, et que le laboratoire dispose d'une bonne ventilation générale. Une ventilation adéquate dans le laboratoire est indispensable pour un contrôle des émissions de solvants et d'échantillons et pour un fonctionnement sûr du spectromètre de masse.



AVERTISSEMENT ! Risque d'irradiation, risque biologique ou risque de toxicité chimique. S'assurer que les électrodes dépassent au-delà de la pointe de la sonde, afin de prévenir des fuites de vapeurs dangereuses de la source. L'électrode ne doit pas être encastrée dans la sonde.

ATTENTION : Risque d'endommagement du système. Si le système HPLC raccordé au spectromètre de masse n'est pas contrôlé par le logiciel, ne laissez pas le spectromètre de masse sans surveillance pendant son fonctionnement. Le système HPLC peut déborder la source d'ions quand le spectromètre de masse bascule en mode Veille.

Voir [Paramètres de la sonde double APCI à la page 46](#).

Conseil ! Il est plus facile d'optimiser le signal et le rapport signal-bruit avec une analyse par injection en flux continu qu'avec des injections sur colonne.

Remarque : Lors de l'utilisation de la sonde APCI, assurez-vous que l'aiguille de décharge corona est orientée vers l'orifice.

Configurer le système

1. Configurez la pompe LC de sorte qu'elle distribue la phase mobile au débit requis. Consultez [Paramètres de la source et tensions à la page 45](#).
2. Raccordez la jonction de masse de la source d'ions à une pompe LC par le biais d'un injecteur équipé d'une boucle de 5 µl ou à un auto-échantillonneur.
3. En cas d'utilisation d'un auto-échantillonneur, configurez ce dernier pour l'exécution d'injections multiples.

Préparer le système

1. Démarrez le logiciel SCIEX OS.
2. Ouvrez une méthode précédemment optimisée ou créez une méthode basée sur les composés.
3. Si la source d'ions a eu le temps de refroidir, procédez comme suit.
 - a. Définissez le paramètre **Temperature (Température)** sur **450**.
 - b. Laissez la source d'ions chauffer pendant 30 minutes.
Les 30 minutes de préchauffage empêchent la condensation des vapeurs de solvant dans la sonde froide.
4. Lancez la circulation et l'injection de l'échantillon.

Définition des conditions de démarrage

1. Saisissez **30** dans le champ **Ion Source Gas 1 (GS1)** (Gaz 1 de la source d'ions [GS1]).
2. Dans le champ **Curtain Gas (CUR)**, saisir la valeur appropriée pour le spectromètre de masse.

Tableau 3-1 Valeurs des paramètres CUR

Spectromètre de masse	Valeur de départ
Systèmes 3200, 3500, 4000 et 4500	20
Systèmes 5000 et 5500	25
Systèmes 6500 et 6500 ⁺	30
TripleTOF [®]	20 à 25, selon le débit

3. Saisir **1** dans le champ **Nebulizer Current (NC)** (Électro-nébuliseur).
4. Démarrez l'acquisition.

Optimisez les paramètres Gaz 1 et débit Curtain Gas[™]

1. Réglez **Ion Source Gas 1** (Gaz 1 de la source d'ions [GS1]) par incréments de cinq pour obtenir le meilleur signal ou le meilleur rapport signal/bruit.
2. Augmentez le paramètre **Curtain Gas** jusqu'à ce que le signal commence à diminuer.

Remarque : Pour éviter toute contamination, utilisez la valeur CUR la plus élevée possible sans pour autant sacrifier la sensibilité. Ne réglez pas la valeur CUR en dessous de 25. Cela permet d'éviter la pénétration du flux de Curtain Gas[™], ce qui peut produire un signal bruyant, empêcher la contamination de l'orifice et augmenter le rapport signal-bruit global.

Régler la position de l'aiguille de décharge par effet corona

Matériel nécessaire

- Tournevis plat isolé



AVERTISSEMENT ! Risque d'électrocution : suivre cette procédure pour éviter tout contact avec les hautes tensions appliquées à l'aiguille de décharge corona, à la plaque rideau et aux chauffages à turbine.

Lors de l'utilisation de la sonde APCI double, assurez-vous que l'aiguille de décharge par effet corona est orientée vers l'ouverture.

1. Utilisez un tournevis plat isolé pour tourner la vis de réglage de l'aiguille de décharge par effet corona sur le haut de l'aiguille.
2. Regardez à travers la fenêtre en verre pour vous assurer que l'aiguille est alignée sur la pointe faisant face à l'ouverture.

Optimiser la position de la sonde APCI double

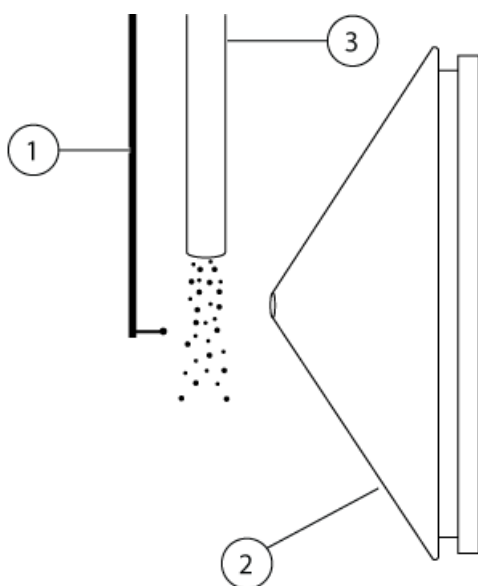


AVERTISSEMENT ! Risque d'irradiation, risque biologique ou risque de toxicité chimique. S'assurer que les électrodes dépassent au-delà de la pointe de la sonde, afin de prévenir des fuites de vapeurs dangereuses de la source. L'électrode ne doit pas être encastrée dans la sonde.

Assurez-vous que l'orifice de la plaque rideau reste exempté à tout moment de solvant ou de gouttelettes de solvant.

La position de la buse du nébuliseur affecte la sensibilité et la stabilité du signal. Réglez la position de la sonde par petits incréments seulement. Lorsque le débit est faible, placez la sonde plus près de l'orifice. À débits élevés, éloignez la sonde de l'orifice. Après l'optimisation de la sonde, il convient d'effectuer quelques réglages mineurs. Si la sonde est retirée ou si l'analyte, le débit ou la composition du solvant change, répétez alors la procédure d'optimisation.

Figure 3-1 Position de la buse du nébuliseur



Élément	Description
1	Aiguille de décharge par effet corona
2	Plaque rideau
3	Sonde APCI double

1. Utilisez les paramètres des micromètres horizontal et vertical précédents ou réglez-les sur 5 comme position de départ.

Optimisation de la source d'ions

Remarque : Pour éviter la dégradation des performances du spectromètre de masse, ne pas pulvériser directement dans l'orifice.

2. Surveillez le signal ou le rapport signal/bruit des analytes dans le logiciel SCIEX OS.
3. Utilisez le micromètre de l'axe horizontal pour régler la sonde par petits incréments afin d'obtenir le meilleur signal ou rapport signal/bruit possible.

Remarque : Réglez le micromètre horizontal jusqu'à obtenir une sensibilité adéquate pour les ions d'échantillon et de solution d'étalonnage.

4. Utilisez le micromètre de l'axe vertical pour régler la sonde par petits incréments afin d'obtenir le meilleur signal ou rapport signal/bruit possible.
5. Réglez le capuchon de réglage noir de l'électrode sur la sonde pour déplacer le tube électrode dans ou hors de la sonde. Consultez [Réglage l'extension de la pointe de l'électrode à la page 32](#).

Remarque : Assurez-vous que les deux électrodes dépassent de la sonde.

Optimiser l'électro-nébuliseur

La source d'ions est contrôlée par le courant et non par la tension. Sélectionnez le courant approprié pour la méthode d'acquisition, quelle que soit la position choisie de la source d'ions.

- Commencez avec une valeur égale à 1 dans le champ **Nebulizer Current (Électro-nébuliseur) (NC)**, puis augmentez cette valeur de manière à obtenir le meilleur signal ou le meilleur rapport signal/bruit.

L'électro-nébuliseur appliqué à l'aiguille de décharge par effet corona s'optimise généralement entre 1 μA et 5 μA en mode positif. Si aucun changement dans le signal n'est constaté lorsque le courant est augmenté, alors laissez le courant à la valeur la plus basse fournissant le meilleur signal ou le meilleur rapport signal/bruit.

Optimiser la température de la sonde APCI

La quantité et le type de solvant influent sur la température optimale de la sonde APCI. À un débit élevé, la température optimale augmente.

- Réglez la valeur **Temperature (Température) (TEM)** par incréments de 50 °C à 100 °C de manière à obtenir le meilleur signal ou le meilleur rapport signal/bruit.

Conseils d'optimisation

L'optimisation de la source d'ions réduit au maximum le besoin de nettoyage des composants de la source d'ions et de l'interface avec le vide.

- Utilisez la plus haute température possible lors de l'optimisation des composés. Une température de 700 °C est courante pour de nombreux composés. Des températures élevées contribuent à maintenir une source d'ions propre et à réduire le bruit de fond.
- Utilisez le débit Curtain Gas™ (CUR) le plus élevé possible sans diminuer le signal. Cela permet de :
 - Éviter l'incursion du débit Curtain Gas™ qui peut produire un signal bruiteux.
 - Éviter la contamination de l'orifice.
 - Augmenter globalement le rapport signal/bruit.
- Dirigez le liquide de nébulisation de la sonde de manière à l'éloigner de l'ouverture pour :
 - Éviter la contamination de l'orifice.
 - Éviter la perforation du débit Curtain Gas™ qui peut créer un signal instable.
 - Éviter un court-circuit électrique dû à la présence de liquide.
- Utilisez la plus faible tension IonSpray™ possible sans perte du signal. Concentrez-vous sur le rapport signal/bruit et pas seulement sur le signal.

Maintenance de la source d'ions

4

Les avertissements suivants s'appliquent à toutes les procédures de maintenance de cette section.



AVERTISSEMENT ! Risque sur surface chaude. Laissez la source d'ions refroidir pendant au moins 30 minutes avant de commencer la moindre procédure de maintenance. Les surfaces de la source d'ions et des composants de l'interface de l'enceinte sous vide deviennent chaudes pendant le fonctionnement.



AVERTISSEMENT ! Risque d'incendie et de toxicité chimique : maintenir les liquides inflammables à distance des flammes et des étincelles et les utiliser uniquement avec des hottes aspirantes ou dans des enceintes de sécurité.



AVERTISSEMENT ! Risque de toxicité chimique. Portez un équipement de protection individuelle comprenant une blouse de laboratoire, des gants et des lunettes de sécurité pour éviter toute exposition de la peau ou des yeux.



AVERTISSEMENT ! Risque d'irradiation, risque biologique, risque d'électrocution, ou risque d'exposition à des produits chimiques toxiques. En cas de fuite de produits chimiques, passez en revue les fiches techniques de données de sécurité du produit pour obtenir des instructions spécifiques. S'assurer que le système est en mode veille avant de nettoyer un déversement près de la source d'ions. Utiliser un équipement de protection personnelle approprié et des tissus absorbants pour contenir le déversement et le mettre au rebut conformément aux réglementations locales.



AVERTISSEMENT ! Risque d'électrocution : éviter tout contact avec les hautes tensions appliquées à la source d'ions durant le fonctionnement. Mettez le système en mode Standby (Veille) avant de régler la tubulure d'échantillon ou tout autre équipement à proximité de la source d'ions.



AVERTISSEMENT ! Risque de perforations, risque de rayonnements, risque biologique ou risque de toxicité chimique. Cessez d'utiliser la source d'ions si la fenêtre correspondante est fissurée ou cassée et contactez un technicien de service (FSE) SCIEX. Tout matériau toxique ou nocif introduit dans l'équipement sera présent dans la sortie d'évacuation de la source. Éliminez les objets tranchants conformément aux procédures de sécurité établies par le laboratoire.

Cette section décrit les procédures de maintenance générale de la source d'ions. Pour déterminer la fréquence de nettoyage de la source d'ions ou effectuer des tâches de maintenance préventive, prendre en compte ce qui suit :

- Composés testés
- Propreté des méthodes de préparation
- Temps d'inactivité d'une sonde contenant un échantillon
- Temps d'exécution global du système

Ces facteurs peuvent entraîner des changements dans le rendement de la source d'ions, qui est l'indicateur de la nécessité d'un entretien.

Vérifiez que la source d'ions installée est hermétiquement raccordée au spectromètre de masse et qu'il n'y a aucune trace de fuites de gaz. Inspectez régulièrement la source d'ions et ses raccords à la recherche de fuites. Nettoyer les composants de la source d'ions régulièrement pour préserver l'état de bon fonctionnement de celle-ci.

ATTENTION : Risque d'endommagement du système. Utilisez uniquement les méthodes et matériaux de nettoyage recommandés pour éviter d'endommager l'équipement.

Matériel nécessaire

- Clé plate 1/4"
- Tournevis plat
- Méthanol de qualité SM
- Eau dé-ionisée qualité HPLC
- Lunettes de sécurité
- Masque de respiration et filtre
- Gants sans talc (nitrile ou néoprène recommandé)
- Blouse de laboratoire

Retirer la source d'ions

Remarque : L'azote continue à circuler, à un débit de 9 l/min lorsque le spectromètre de masse est sous tension.

La source d'ions peut être retirée rapidement et facilement sans outils. Toujours retirer la source d'ions du spectromètre de masse avant d'effectuer tout entretien sur celle-ci ou d'échanger les sondes.

1. Arrêter toutes les analyses électroniques en cours.
2. Mettez le flux d'échantillon hors tension.
3. Dans le logiciel SCIEX OS, cliquez sur **Standby** (Veille) sur le panneau d'état.

Maintenance de la source d'ions

4. Laisser la source d'ions refroidir pendant au moins 30 minutes.
5. Débrancher le tube d'échantillonnage de la prise de mise à la terre.
6. Débrancher la tubulure de solution d'étalonnage du clapet anti-retour.
7. Tourner vers le haut les deux loquets de la source d'ions à la position de 12 heures afin de dégager cette dernière.
8. Éloigner délicatement la source d'ions de l'interface de dépression.
9. Placer la source d'ions dans un endroit propre et sûr.

Nettoyage des surfaces de la source d'ions

Procédures prérequis

- [Retirer la source d'ions à la page 29](#)



AVERTISSEMENT ! Risque de choc électrique : retirer la source d'ions du spectromètre de masse avant de commencer cette procédure. Observez toutes les pratiques de sécurité applicables aux travaux d'électricité.

Nettoyer les surfaces de la source d'ions si celle-ci est éclaboussée ou sale.

- Nettoyer les surfaces de la source d'ions avec un chiffon doux humide.

Nettoyez la les sondes

Rincer régulièrement la source d'ions, quel que soit le type de composé échantillonné. Pour ce faire, configurer une méthode dans le logiciel SCIEX OS destinée tout particulièrement à la réalisation d'une opération de rinçage.

1. Passez à une phase mobile composée à 1:1 d'eau et d'acétonitrile ou à 1:1 d'eau et de méthanol.
2. Réglez la position de la sonde de manière à ce qu'elle soit aussi éloignée que possible de l'orifice.
3. Dans le logiciel SCIEX OS, dans l'espace de travail **MS Methods** (Méthodes MS), il convient de procéder comme suit :
 - a. Définissez le paramètre **Temperature (Température)** entre **500** et **600**.
 - b. Définissez **Ion Source Gas 1** (Gaz 1 de la source d'ions GS1) et **Ion Source Gas 2** (Gaz 2 de la source d'ions GS2) sur **40** au moins.
 - c. Définissez **Curtain Gas** (Curtain Gas CUR) sur la valeur la plus élevée possible.
 - d. Attendez que le point de consigne **Temperature (Température)** soit atteint.
4. S'assurer que la sonde et le tube d'échantillonnage sont bien rincés.

Retirer la sonde

Procédures prérequis

- [Retirer la source d'ions à la page 29](#)



AVERTISSEMENT ! Risque de choc électrique : retirer la source d'ions du spectromètre de masse avant de commencer cette procédure. Observez toutes les pratiques de sécurité applicables aux travaux d'électricité.

ATTENTION : Risque d'endommagement du système. Évitez tout contact entre les pointes de l'électrode saillante ou l'aiguille de décharge par effet corona et le boîtier de la source d'ions afin d'éviter d'endommager la sonde.

La sonde peut être retirée rapidement et facilement sans outils. Retirer toujours la source d'ions du spectromètre de masse avant de changer les sondes ou d'effectuer des travaux d'entretien sur la sonde.

1. Desserrez l'écrou du tube échantillon, puis déconnectez le tube échantillon de la sonde.
2. Desserrez l'écrou de la tubulure de la solution d'étalonnage, puis détachez la tubulure de la sonde.
3. Desserrez l'anneau de retenue qui fixe la sonde au boîtier de la source d'ions.
4. Tirer délicatement la sonde vers le haut du logement.
5. Mettre la sonde sur une surface propre.

Remplacer l'électrode double

Procédures prérequis

- [Retirer la source d'ions à la page 29](#)
- [Retirer la sonde à la page 31](#)



AVERTISSEMENT ! Risque de choc électrique : retirer la source d'ions du spectromètre de masse avant de commencer cette procédure. Observez toutes les pratiques de sécurité applicables aux travaux d'électricité.



AVERTISSEMENT ! Danger de perforation. Faire preuve de vigilance lors de la manipulation de l'électrode. Les pointes des électrodes sont extrêmement acérées.

La sonde contient des doubles électrodes. Remplacez l'les doubles électrodes en cas de diminution des performances.

Cette procédure s'applique aux deux sondes.

1. Retirez l'écrou d'ajustement de l'électrode, puis retirez les doubles électrodes.

Maintenance de la source d'ions

2. Installez l'électrode double à l'intérieur de la sonde, puis serrez l'écrou d'ajustement de l'électrode.
3. Installer la sonde. Consultez [Installer la sonde à la page 15](#).
4. Raccordez la tubulure d'échantillonnage.
5. Connectez la tubulure de solution d'étalonnage.
6. Installer la source d'ions sur le spectromètre de masse. Se reporter à [Installation de la source d'ions à la page 14](#).
7. Régler l'extension de la pointe de l'électrode. Se reporter à [Régler l'extension de la pointe de l'électrode à la page 32](#).

Régler l'extension de la pointe de l'électrode



AVERTISSEMENT ! Risque d'irradiation, risque biologique ou risque de toxicité chimique. S'assurer que les électrodes dépassent au-delà de la pointe de la sonde, afin de prévenir des fuites de vapeurs dangereuses de la source. L'électrode ne doit pas être encastrée dans la sonde.

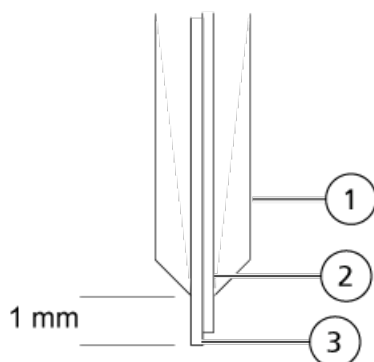


AVERTISSEMENT ! Danger de perforation. Faire preuve de vigilance lors de la manipulation de l'électrode. Les pointes des électrodes sont extrêmement acérées.

Régler l'extension de la pointe de l'électrode pour des performances optimales. Le réglage optimal dépend des composés. La distance sur laquelle ressort la pointe de l'électrode échantillon affecte la forme du cône de nébulisation, forme qui à son tour a une incidence sur la sensibilité du spectromètre de masse.

- Réglez le capuchon de réglage noir de l'électrode sur le dessus de la sonde de manière à étendre ou rétracter la pointe de l'électrode. La pointe de l'électrode d'échantillon doit ressortir au moins de 1,0 mm de l'extrémité de la sonde.

Figure 4-1 Réglage de l'extension de la pointe de l'électrode



Élément	Description
1	Sonde
2	Électrode de solution d'étalonnage
3	Électrode électrode

Remarque : Assurez-vous que les deux électrodes dépassent de la sonde.

Remplacer l'aiguille de décharge par effet corona

Procédures prérequis

- [Retirer la source d'ions à la page 29](#)
- [Retirer la sonde à la page 31](#)



AVERTISSEMENT ! Risque de choc électrique : retirer la source d'ions du spectromètre de masse avant de commencer cette procédure. Observez toutes les pratiques de sécurité applicables aux travaux d'électricité.

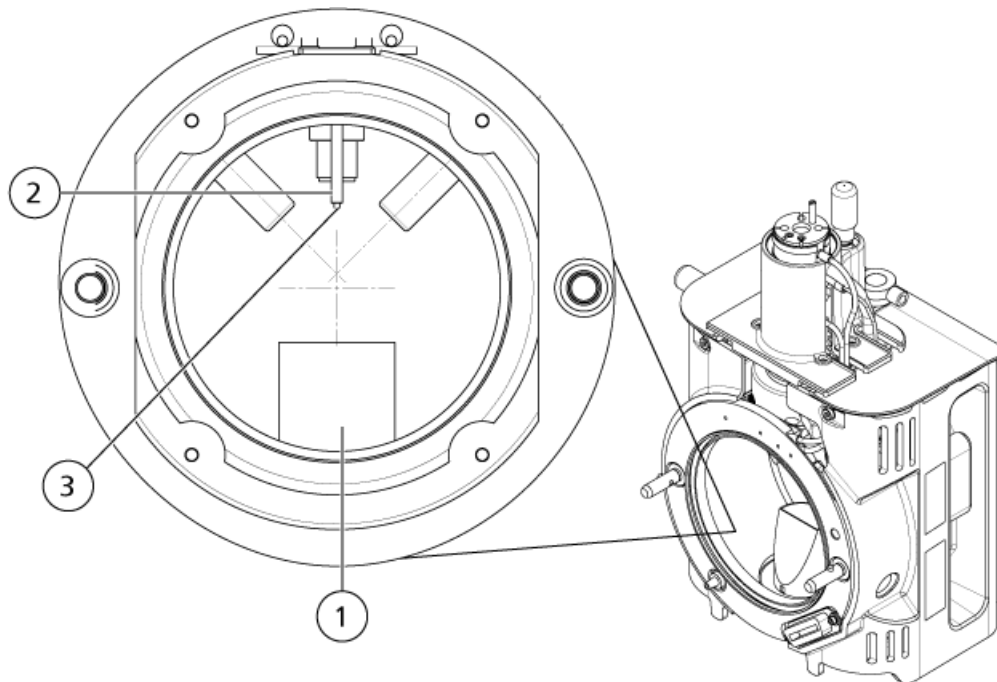


AVERTISSEMENT ! Danger de perforation. Manipuler l'aiguille avec précautions. La pointe de l'aiguille est extrêmement acérée.

La pointe de l'aiguille de décharge par effet corona peut se corroder au point de devoir être retirée de l'aiguille. Dans ce cas, remplacer l'intégralité de l'aiguille de décharge par effet corona.

1. Faire pivoter la source d'ions de sorte que le côté ouvert soit accessible.

Figure 4-2 Aiguille de décharge par effet corona



Élément	Description
1	Cheminée d'évacuation
2	Manchon en céramique
3	Aiguille de décharge par effet corona

2. Tout en tenant la pointe de l'aiguille de décharge par effet corona entre le pouce et l'index d'une main et l'aiguille de décharge par effet corona avec l'autre main, tourner la pointe de l'aiguille de décharge par effet corona dans le sens contraire des aiguilles d'une montre afin de desserrer et de retirer délicatement la pointe.
3. Insérer la nouvelle aiguille dans la cheminée d'évacuation, aussi loin que possible dans le manchon en céramique.
4. Tout en tenant une pointe neuve entre le pouce et l'index d'une main et l'aiguille de décharge par effet corona avec l'autre main, tourner la pointe de l'aiguille de décharge par effet corona dans le sens des aiguilles d'une montre afin de mettre en place la pointe.
5. Insérez la sonde, puis installez la source d'ions sur le spectromètre de masse. Consultez [Installation de la source d'ions à la page 14](#).

Remplacer le tube échantillon

Procédures prérequis

- Arrêter le flux de l'échantillon et vérifier que tout gaz résiduel a été éliminé à travers le système d'évacuation de la source.
- [Retirer la source d'ions à la page 29.](#)



AVERTISSEMENT ! Risque de choc électrique : retirer la source d'ions du spectromètre de masse avant de commencer cette procédure. Observez toutes les pratiques de sécurité applicables aux travaux d'électricité.

Remarque : Pour remplacer la tubulure de la solution d'étalonnage, se référer au *Guide de l'utilisateur du système*.

Utiliser la procédure suivante pour remplacer le tube d'échantillonnage s'il bloque.

1. Déconnectez la tubulure des échantillons de la sonde et de la jonction de mise à la terre.
2. Remplacer le tube échantillon avec un tube de la même longueur que celui utilisé précédemment.
3. Installer la source d'ions. Voir [Installation de la source d'ions à la page 14.](#)
4. Commencer à assurer le versement de l'échantillon.

Symptôme	Cause possible	Action corrective
Le SCIEX OS signale une panne du spectromètre de masse.	<ul style="list-style-type: none"> La sonde n'est pas installée. La sonde n'est pas connectée correctement. 	<ul style="list-style-type: none"> Installer la sonde. Voir Installer la sonde à la page 15. Réinstaller la sonde : <ol style="list-style-type: none"> Retirer la sonde. Voir Retirer la sonde à la page 31. Installer la sonde en prenant soin de bien serrer l'anneau de retenue. Consultez Installer la sonde à la page 15.
La pulvérisation n'est pas uniforme.	L'électrode est bloquée.	Remplacez l'électrode. Consultez Remplacer l'électrode double à la page 31 .
La sensibilité est mauvaise.	<ul style="list-style-type: none"> Les composants de l'interface (à l'avant) sont sales. Des vapeurs de solvants ou d'autres composés inconnus sont présents à proximité de l'analyseur. L'électrode la plus courte ne dépasse pas de la sonde. 	<ul style="list-style-type: none"> Nettoyer les composants de l'interface, puis installer la source d'ions. Optimiser le flux Curtain Gas™. Se reporter à Optimisation de la source d'ions à la page 18. Régler l'extension de la pointe de l'électrode. Se reporter à Régler l'extension de la pointe de l'électrode à la page 32.
Pendant le test, la source d'ions ne satisfait pas aux caractéristiques requises.	<ul style="list-style-type: none"> La solution de test n'a pas été préparée correctement. Le spectromètre de masse a échoué aux tests d'installation. 	<ul style="list-style-type: none"> Vérifier que les solutions de test ont été préparées correctement. Si le problème ne peut pas être résolu, contacter l'ingénieur (FSE) afin qu'il réalise les tests d'installation.

Symptôme	Cause possible	Action corrective
Bruit de fond élevé.	<ul style="list-style-type: none"> • La température (TEM) est trop élevée. • Le débit du gaz chauffant (GS2) est trop haut. • La source d'ions est contaminée. 	<ul style="list-style-type: none"> • Optimiser la température. • Optimiser le débit du gaz chauffant. • Nettoyer ou remplacer les composants de la source d'ions, puis conditionner la source d'ions et l'avant du système : <ol style="list-style-type: none"> 1. Déplacez la sonde à la position la plus éloignée de l'orifice (verticalement et horizontalement). 2. S'assurer que le chauffage de l'interface est en marche. 3. Infuser ou injecter un mélange à 50:50 de méthanol et d'eau avec un débit de pompe de 1 ml/min. 4. Dans le SCIEX OS, régler TEM sur 650, GS1 sur 60 et GS2 sur 60. 5. Définissez le débit CUR sur 45 ou 50. 6. Faire fonctionner pendant au moins 2 heures ou de préférence toute la nuit pour un résultat optimal.

Dépannage

Symptôme	Cause possible	Action corrective
Les performances de la source d'ions se sont dégradées.	<ul style="list-style-type: none">• La sonde n'est pas optimisée.• L'échantillon n'a pas été préparé correctement ou s'est dégradé.• Les raccords d'introduction de l'échantillon fuient.	<ul style="list-style-type: none">• Optimiser la sonde. Se reporter à Sonde double ESI à la page 19 ou à Optimisation de la sonde double APCI à la page 22.• Vérifier que l'échantillon a été préparé correctement.• Vérifier que les raccords sont bien serrés et les remplacer si les fuites continuent. Ne pas trop serrer les raccords.• Installer et optimiser une autre source d'ions. Si le problème persiste, contactez un ingénieur (FSE).
Production d'arcs électriques ou d'étincelles.	La position de l'aiguille de décharge par effet corona est incorrecte.	Tourner l'aiguille de décharge par effet corona vers la plaque rideau et loin du flux du gaz chauffant. Consultez Régler la position de l'aiguille de décharge par effet corona à la page 24 .
Le signal de la solution d'étalonnage est faible.	<ul style="list-style-type: none">• Le système CDS n'est pas connecté.• La tubulure du CDS est obstruée.	<ul style="list-style-type: none">• Vérifiez les raccordements du CDS.• Vérifiez si la tubulure de la solution d'étalonnage est obstruée.

Principes de fonctionnement : source d'ions

A

Mode Ionisation par électronébulisation

La sonde est centrée entre les deux chauffages à turbine qui sont placées à un angle de 45 degrés de chaque côté de la sonde. La combinaison de l'effluent IonSpray™ et du gaz sec chauffé sortant des chauffages à turbine est projetée à un angle de 90 ° par rapport à l'ouverture de la plaque rideau.

Seuls les composés qui ionisent dans le solvant liquide peuvent être générés en ions en phase gazeuse dans la source. L'efficacité et la vitesse de production des ions dépendent de l'énergie de solvatation des ions spécifiques. Les ions dont l'énergie de solvatation est basse sont plus sujets à l'évaporation que ceux dont l'énergie de solvatation est supérieure.

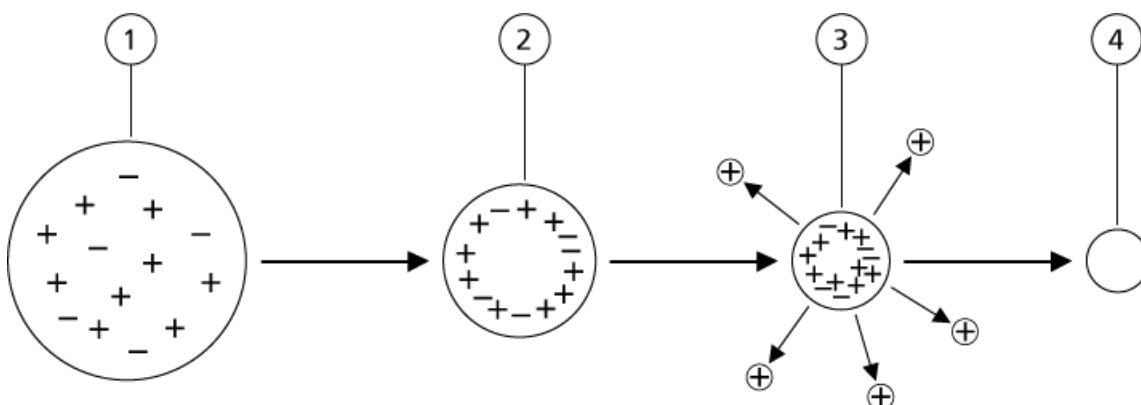
L'interaction de la tension IonSpray™ et des chauffages à turbine permet de concentrer le flux et augmente le taux d'évaporation des gouttelettes, avec pour résultat un signal ionique accru. Le gaz chauffé augmente l'efficacité de l'évaporation des ions, ce qui entraîne une augmentation de la sensibilité et un meilleur contrôle du flux de l'échantillon.

Un débit de gaz nébuliseur à grande vitesse sépare les gouttelettes du flux de l'échantillon liquide dans l'entrée de l'IonSpray™. En utilisant la haute tension variable appliquée au nébuliseur, la source d'ions applique une charge nette à chaque gouttelette ; cette charge facilite la dispersion des gouttelettes. Les ions à polarité simple sont attirés de préférence dans les gouttelettes par la haute tension à mesure qu'ils sont séparés du flux liquide. Cependant, cette séparation est incomplète et chaque gouttelette contient de nombreux ions à double polarité. Les ions à polarité simple sont prédominants dans chaque gouttelette et la différence entre le nombre d'ions chargés positivement ou négativement donne la charge nette. Seuls les ions en excès de la polarité prédominante sont disponibles pour leur évaporation et seule une fraction de ces ions s'évapore effectivement.

La sonde peut générer des ions à charges multiples à partir des composés comportant des sites de charges multiples, comme les peptides et les oligonucléotides. Cela est utile lors de l'analyse d'espèces de haut poids moléculaire dans lesquelles les charges multiples produisent des ions dont la valeur du rapport masse sur charge (m/z) est comprise dans la plage de masse du spectromètre de masse. Cela permet de déterminer le poids moléculaire de routine des composés en kilodaltons (kDa).

Comme illustré dans la [Figure A-1](#), chaque gouttelette chargée contient un solvant et des ions positifs et négatifs, mais avec une polarité dominante. Comme un vecteur conducteur, les charges en excès restent à la surface du précipité. À mesure que le solvant s'évapore, le champ électrique à la surface du précipité de gouttes augmente en raison de la réduction du rayon du précipité.

Figure A-1 Évaporation des ions



Élément	Description
1	Le précipité de gouttes contient des ions des deux polarités dont une dominante.
2	À mesure que le solvant s'évapore, le champ électrique augmente et les ions se déplacent à la surface.
3	À certaines valeurs de champ critiques, des ions sont émis par les gouttelettes.
4	Les résidus non volatils restent sous forme de particule sèche.

Si le précipité contient un excès d'ions et que suffisamment de solvant s'en évapore, un champ critique est atteint pour chaque ion émis de la surface. En fin de compte, le solvant s'évaporerait du précipité en laissant une particule sèche composée de matière non volatile de la solution de l'échantillon.

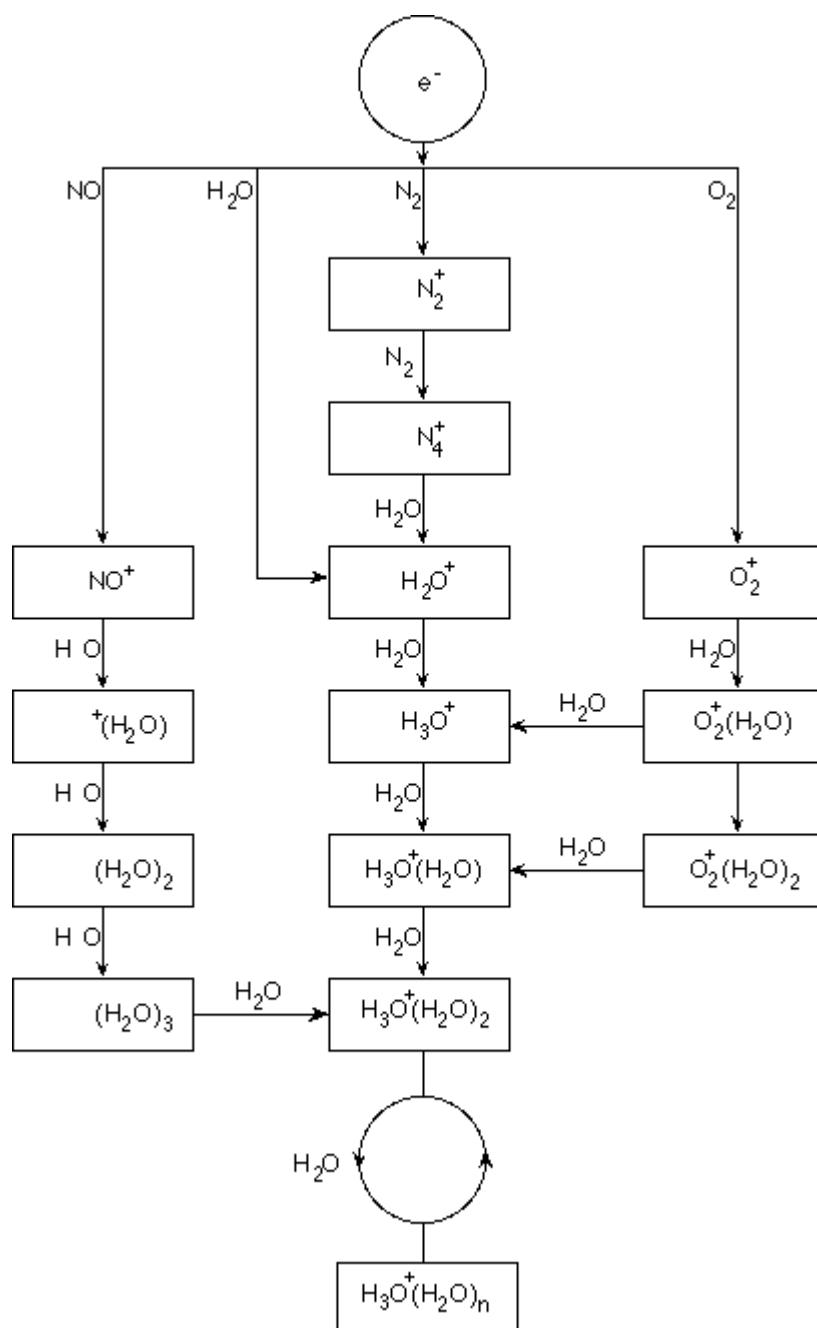
Les énergies de solvation pour la plupart des molécules organiques étant inconnues, les sensibilités de tout ion organique à l'évaporation ionique sont difficiles à prédire. L'importance de l'énergie de solvation est évidente parce que les agents tensioactifs concentrés à la surface du liquide peuvent être détectés très finement.

Mode APCI

Les incompatibilités qu'impliquait par le passé l'association de la chromatographie en phase liquide avec la spectrométrie de masse étaient dues aux difficultés observées lors de la conversion des molécules relativement non volatiles de la solution liquide en gaz moléculaire sans provoquer de décomposition excessive. Le processus de la sonde double APCI, consistant en une nébulisation douce de l'échantillon dans un précipité de gouttelettes finement dispersées dans un tube chauffé en céramique, permet une vaporisation rapide de l'échantillon de sorte que les molécules de ce dernier ne se décomposent pas.

La [Figure A-2](#) illustre le flux de la réaction du processus APCI pour les ions positifs réactifs (hydrates de proton, $H_3O^+[H_2O]_n$).

Figure A-2 Diagramme du flux de la réaction APCI



Les principaux ions primaires N_2^+ , O_2^+ , H_2O^+ et NO^+ sont formés par l'impact d'électrons créés par une décharge corona sur les composants neutres majeurs de l'air. Bien que NO^+ ne soit pas habituellement un des principaux constituants de l'air, sa concentration dans la source est augmentée par les réactions de neutralité initiées par la décharge corona.

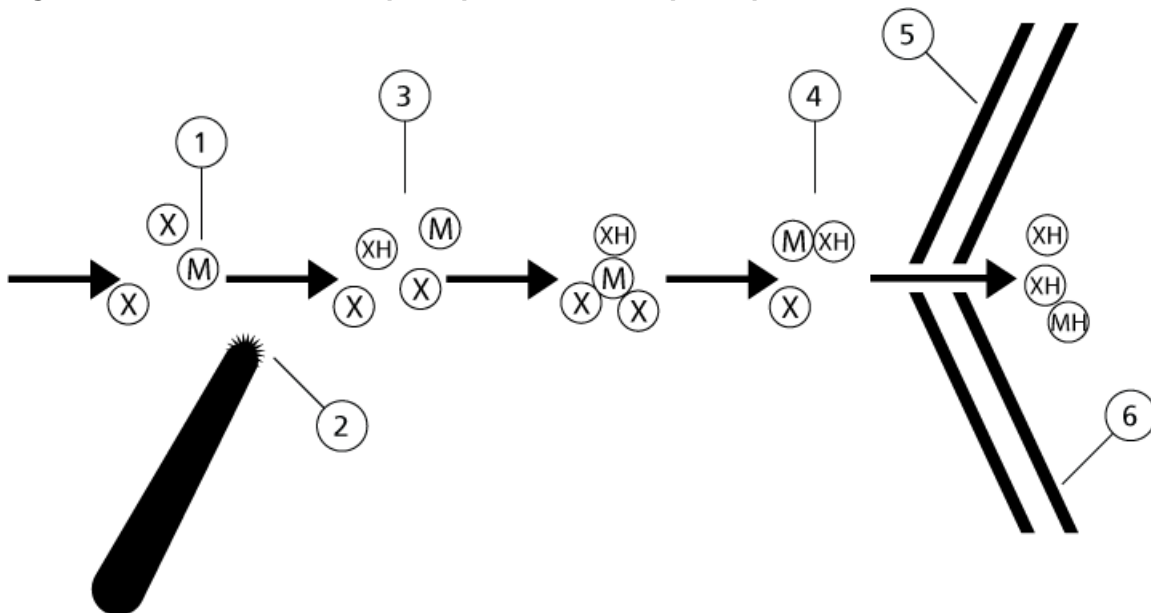
Les échantillons introduits par la sonde double APCI sont pulvérisés, avec un gaz nébuliseur, dans le tube chauffé en céramique. À l'intérieur du tube, les gouttelettes de l'échantillon et du solvant dispersées finement

Principes de fonctionnement : source d'ions

sont soumises à une vaporisation rapide avec une décomposition thermique minimale. La vaporisation douce préserve l'identité moléculaire de l'échantillon.

Les molécules de l'échantillon et du solvant en phase gazeuse passent dans le logement de la source d'ions où l'ionisation par APCI est induite par une aiguille de décharge par effet corona connectée à l'extrémité du tube en céramique. Les molécules de l'échantillon sont ionisées par les collisions avec les ions réactifs créés par l'ionisation des molécules de solvant en phase mobile. Comme illustré dans la [Figure A-3](#), les molécules de solvant vaporisé ionisent pour produire les ions réactifs $[X+H]^+$ en mode positif et $[X-H]^-$ en mode négatif. Ce sont ces ions réactifs qui produisent des ions d'échantillonnage stable quand ils entrent en collision avec les molécules de l'échantillon.

Figure A-3 Ionisation chimique à pression atmosphérique



Élément	Description
1	Échantillon
2	Les ions primaires sont créés dans les environs de l'aiguille de décharge par effet corona
3	L'ionisation produit surtout des ions de solvant
4	Les ions réactifs réagissent aux molécules de l'échantillon formant des grappes
5	Plaque rideau
6	Interface

x = molécules de solvant ; M=molécules de l'échantillon

Les molécules de l'échantillon sont ionisées par un processus de transfert de protons en mode positif ou par transfert d'électrons ou de protons en mode négatif. L'énergie du processus d'ionisation APCI naît essentiellement de la collision par la pression atmosphérique relativement élevée de la source d'ions.

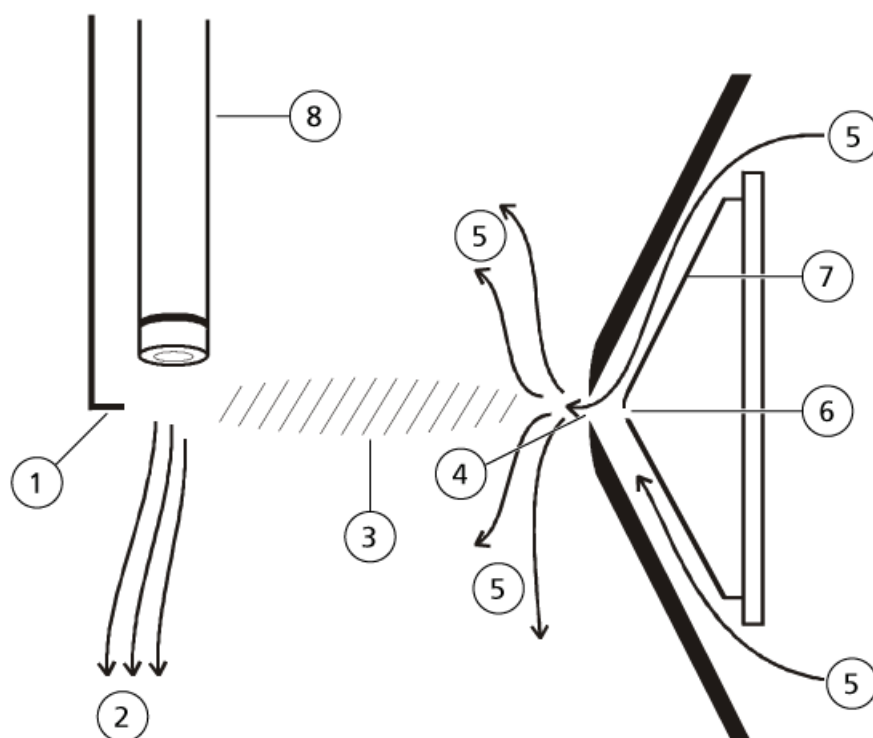
Pour les applications en phase inverse, les ions réactifs se composent de molécules de solvants protonées en mode positif et des ions d'oxygène solvatés en mode négatif. Avec une thermodynamique favorable, l'ajout des modificateurs change la composition des ions réactifs. Par exemple, l'ajout de tampons ou de modificateurs d'acétate peut faire de l'ion d'acétate $[\text{CH}_3\text{COO}]^-$ le réactif primaire en mode négatif. Les modificateurs d'ammonium peuvent faire de l'ammoniac protoné $[\text{NH}_4]^+$ le réactif primaire en mode positif.

Par les collisions, une distribution en équilibre de certains ions (p. ex. des ions en grappe d'eau protonée) est préservée. La probabilité d'une fragmentation prématurée de l'échantillon d'ions dans la source est faible en raison de l'influence modératrice des grappes de solvant sur les ions réactifs et la pression relativement forte des gaz de la source. En conséquence, le processus d'ionisation donne des ions moléculaires produits principalement pour l'analyse de masse dans le spectromètre de masse.

Région d'ionisation APCI

La [Figure A-4](#) indique l'emplacement général du réacteur ion-molécule de la sonde double APCI. Les lignes inclinées indiquent un réacteur sans paroi. Un courant d'ions de décharge corona à démarrage automatique dans la plage du microampère est créé consécutivement au champ électrique entre l'aiguille de décharge et la plaque rideau. Les ions primaires, p. ex. N_2^+ et O_2^+ sont formés par la perte d'électrons provenant du plasma à proximité immédiate de la pointe de l'aiguille de décharge. L'énergie de ces électrons est modérée par un certain nombre de collisions avec les molécules de gaz avant d'atteindre une énergie où leur courbe d'efficacité d'ionisation leur permet d'ioniser efficacement des molécules neutres.

Figure A-4 Région d'ionisation APCI



Principes de fonctionnement : source d'ions

Élément	Description
1	Pointe de l'aiguille de décharge
2	Débit de l'échantillon
3	Réacteur sans paroi
4	Ouverture de la plaque rideau
5	Curtain gas™ alimentation
6	Orifice
7	Plaque à orifice
8	Tube en céramique

Les ions primaires, à leur tour, génèrent des ions intermédiaires qui conduisent à la formation de l'échantillon d'ions. Les ions de la polarité choisie dérivent sous l'influence du champ électrique dans le sens de la plaque rideau et à travers le rideau de gaz dans l'analyseur de masse. L'ensemble du processus de formation des ions naît essentiellement de phénomènes de collision du fait de la pression atmosphérique relativement élevée de la sonde double APCI. Sauf dans la proximité immédiate de la pointe de l'aiguille de décharge, où la force du champ électrique est plus grande, l'énergie impartie à un ion par le champ électrique est faible en comparaison avec l'énergie thermique de cet ion.

Par les collisions, une distribution égale de certains ions (p. ex. des ions en grappe d'eau protonée) est préservée. Tout excédent d'énergie qu'un ion peut acquérir pendant le processus de réaction ion-molécule est thermalisé. Par la stabilisation des collisions, bon nombre des ions produits sont réparés, même si de nombreuses collisions se sont succédées. La formation des deux produits, ions et ions réactifs, est régie par des conditions d'équilibre à une pression atmosphérique de fonctionnement de 760 torr.

La sonde double APCI fonctionne comme un réacteur sans paroi, car les ions qui passent de la source vers la chambre de dépression, puis finalement dans le détecteur, n'entrent jamais en collision avec la paroi. Ils entrent uniquement en collision avec d'autres molécules. Les ions sont également formés en dehors de la source d'ions désignée. Ils ne sont toutefois pas détectés et sont finalement neutralisés en interagissant avec la surface de la paroi.

La température de la sonde est un facteur important intervenant dans le fonctionnement de la sonde double APCI. Pour préserver l'identité moléculaire, la température doit être suffisamment élevée pour assurer une évaporation rapide. À une assez haute température de fonctionnement, les gouttelettes s'évaporent rapidement pour que les molécules organiques soient désorbées des précipités avec un minimum de dégradation thermique. Si, toutefois, le réglage de la température est trop bas, l'évaporation est plus lente et une pyrolyse, ou décomposition, peut se produire avant la fin de l'évaporation. Le fonctionnement de la sonde double APCI à des températures supérieures à la température optimale peut provoquer la décomposition thermique de l'échantillon.

Paramètres de la source et tensions

B

ESI double

Le tableau suivant indique les conditions de fonctionnement recommandées pour la sonde ESI double à trois débits différents. Pour chaque débit, le flux Curtain Gas™ doit être aussi élevé que possible. La composition du solvant utilisé pour l'optimisation était un mélange à 1:1 d'eau et d'acétonitrile. Ces conditions représentent un point de départ pour l'optimisation de la sonde. Par un processus itératif, optimiser les paramètres en utilisant l'analyse des injections de flux de manière à obtenir le meilleur signal ou rapport signal/bruit possible pour le composé d'intérêt.

Tableau B-1 Optimisation des paramètres pour la sonde ESI double

Paramètres	Valeurs typiques			Plage de fonctionnement
Débit LC	5 µl/min à 50 µl/min	200 µl/min	1 000 µl/min	5 µl/min à 3 000 µl/min
Gaz 1 (gaz nébuliseur)	20 psi à 40 psi	40 psi à 60 psi	40 psi à 60 psi	0 psi à 90 psi
Gaz 2 (gaz chauffant)	0 psi	50 psi	50 psi	0 psi à 90 psi
Tension IonSpray	5 500	5 500 V	5 500 V	5 500 V
Curtain gas™ alimentation	25 psi	25 psi	25 psi	25 psi à 50 psi
Température*	0 °C à 200 °C	200 °C à 650 °C	400 °C à 750 °C	Jusqu'à 750 °C
Declustering Potential (DP) (Potentiel de défragmentation) **	Positif : 70 V Négatif : -70 V	Positif : 70 V Négatif : -70 V	Positif : 70 V Négatif : -70 V	Positif : 0 V à 400 V Négatif : -400 V à 0 V
Probe vertical micrometer setting (Réglage du micromètre vertical de la sonde)	7 à 10	2 à 5	0 à 2	0 à 13

Paramètres de la source et tensions

Tableau B-1 Optimisation des paramètres pour la sonde ESI double (Suite)

Paramètres	Valeurs typiques			Plage de fonctionnement
Probe horizontal micrometer setting (Réglage du micromètre horizontal de la sonde)	4 à 6	4 à 6	4 à 6	0 à 10
* Les valeurs de température optimales dépendent du composé et de la composition de la phase mobile (un contenu hautement aqueux exige une température supérieure). La valeur zéro (0) signifie qu'aucune température n'est appliquée.				
** La valeur DP dépend du composé.				

Paramètres de la sonde double APCI

Tableau B-2 Paramètre d'optimisation de la sonde double APCI

Paramètre	Valeur typique	Plage de fonctionnement
Débit LC	1 000 µL/min	200 µl/min à 2 000 µl/min
Gaz 1 (gaz nébuliseur)	30 psi	0 psi à 90 psi
Gaz du rideau™	25 psi	25 psi à 50 psi
Température*	400 °C	100 °C à 750 °C
Nebulizer Current (NC) (Électro-nébuliseur)	Positif : 3 µA Négatif : -3 µA	Positif : de 0 mA à 5 µA Négatif : de -5 mA à 0 µA
Declustering Potential (DP) (Potentiel de défragmentation)	Positif : 60 V Négatif : -60 V	Positif : 0 V à 300 V Négatif : -300 V à 0 V
Probe vertical micrometer setting (Réglage du micromètre vertical de la sonde)	4	Échelle : de 0 à 13
* La valeur de température dépend du composé		

Description des paramètres

Tableau B-3 Paramètres dépendants de la source

Paramètre	Description
Ion Source Gas 1 (Gaz 1 de la source d'ions [GS1])	Contrôle le gaz nébuliseur pour la sonde double ESI, la sonde double APCI et les sondes TurbolonSpray [®] et APCI. Se reporter à Principes de fonctionnement : source d'ions à la page 39 .
Ion Source Gas 2 (Gaz 2 de la source d'ions [GS2])	Contrôle le gaz chauffant pour la sonde ESI. La meilleure sensibilité est obtenue lorsque la combinaison de la température (TEM) et du débit du gaz chauffant (GS2) conduit le solvant LC au point auquel il est presque entièrement vaporisé. Pour optimiser GS2, augmenter le flux pour obtenir le meilleur signal ou le meilleur rapport signal-bruit en cas d'augmentation notable du bruit d'arrière-plan. Un débit de gaz trop élevé peut produire du bruit ou un signal instable. Se reporter à Principes de fonctionnement : source d'ions à la page 39 .
Curtain Gas	Contrôle le débit du gaz vers l'interface Curtain Gas [™] . L'interface de Curtain Gas est située entre la plaque rideau et l'ouverture. Elle empêche la pénétration de l'air ambiant et des gouttes de solvants et la contamination des valeurs des éléments optiques ioniques tout en dirigeant les ions de l'échantillon vers la chambre de dépression par la production de champs électriques entre l'interface de dépression et l'aiguille de pulvérisation. La contamination des composants optiques d'entrée ioniques réduit la transmission Q0, la stabilité et la sensibilité, et augmente le bruit de fond. Maintenez le débit Curtain Gas [™] à un niveau aussi élevé que possible sans perte de sensibilité.
Température (Température [TEM])	Contrôle la chaleur appliquée à l'échantillon pour le vaporiser. La température optimale est la température la plus basse à laquelle l'échantillon est complètement vaporisé. Optimiser par incréments de 50 °C.
Température (Température [TEM]) - sonde ESI	Contrôle la température du gaz chauffant dans la sonde ESI. La meilleure sensibilité est obtenue lorsque la combinaison de la température et du débit du gaz chauffant (gaz 2 de la source d'ions) conduit le solvant LC au point auquel il est presque entièrement vaporisé. À mesure que la teneur en matière organique du solvant augmente, la température optimale de la sonde diminue. Avec les solvants composés à 100 % de méthanol ou d'acétonitrile, les performances de la sonde peuvent être optimisées à une température minimale de 300 °C. Les solvants aqueux composés d'eau à 100 %, à des débits d'environ 1 000 µl/min, nécessitent une température de sonde maximale de 750 °C. Si le réglage de la température est trop bas, l'évaporation est incomplète et de grosses gouttes visibles sont expulsées dans le logement de la source d'ions. Si la température est trop élevée, le solvant peut être vaporisé prématurément au niveau de la pointe de la sonde, en particulier si le réglage de celle-ci est trop bas (5 mm à 13 mm).

Tableau B-3 Paramètres dépendants de la source (Suite)

Paramètre	Description
Temperature (Température [TEM]) - Sonde APCI	<p>Contrôle la température de la sonde APCI.</p> <p>À mesure que la teneur en matière organique du solvant augmente, la température optimale de la sonde doit diminuer. Avec les solvants composés à 100 % de méthanol ou d'acétonitrile, les performances de la sonde peuvent être optimisées à des températures minimales de 400 °C à des débits de 1 000 µl/min. Les solvants aqueux sont composés de 100 % d'eau à un débit d'environ 2000 µl/min et nécessitent un minimum de température de sonde de 700 °C.</p> <p>Si le réglage de la température est trop bas, l'évaporation est incomplète et de grosses gouttes visibles sont expulsées dans le logement de la source d'ions.</p> <p>Si le réglage de la température est trop élevé, une dégradation thermique de l'échantillon se produit.</p>
Nebulizer Current (Électro-nébuliseur)	<p>Contrôle le courant appliqué à l'aiguille de décharge par effet corona dans la sonde APCI. La décharge ionise les molécules de solvant qui à leur tour ionisent les molécules de l'échantillon. Pour la sonde APCI, le courant appliqué sur l'aiguille de décharge par effet corona est généralement optimum dans une fourchette large (de 1 µA à 5 µA en mode positif). Pour l'optimisation, commencer avec la valeur 1, puis augmenter cette valeur de manière à obtenir le meilleur signal ou rapport signal/bruit possible. Si, lorsque le courant est augmenté, aucune variation du signal n'est observée, laisser le courant au niveau le plus bas qui permet d'obtenir la meilleure sensibilité (p. ex., 2 µA).</p>
IonSpray Voltage (Tension IonSpray [IS])	<p>Sonde contrôle la tension appliquée au pulvérisateur dans la sonde ESI qui ionise l'échantillon dans la source d'ions. La valeur du paramètre dépend de la polarité, et affecte la stabilité du jet et la sensibilité.</p>
Interface Heater (Chauffage de l'interface)	<p>Ce paramètre est toujours actif.</p> <p>Le paramètre ihe permet d'enclencher ou d'arrêter le chauffage de l'interface. Chauffer l'interface permet d'optimiser le signal d'ionisation et empêche la contamination des valeurs de l'optique ionique. À moins que le composé analysé par l'utilisateur ne soit extrêmement fragile, nous recommandons que l'interface soit chauffée.</p>

Position de la sonde

La position de la sonde peut affecter la sensibilité de l'analyse. Consultez [Optimisation de la source d'ions à la page 18](#) pour plus d'informations sur la manière d'optimiser la position de la sonde.

Composition du solvant

La concentration standard de formate d'ammonium ou d'acétate d'ammonium est de 2 mmol/l à 10 mmol/l pour les ions positifs et de 2 mmol/l à 50 mmol/l pour les ions négatifs. La concentration des acides organiques

est comprise entre 0,1 % et 0,5 % par volume pour la sonde double ESI , et entre 0,1 % et 2,0 % par volume pour la sonde double APCI.

Solvants courants :

- Acétonitrile
- Méthanol
- Propanol
- Eau

Modificateurs courants :

- Acide acétique
- Acide formique
- Formate d'ammonium
- Acétate d'ammonium

Les modificateurs suivants ne sont pas fréquemment utilisés, car ils compliquent le spectre avec leurs mélanges d'ions et leurs combinaisons en grappes. Ils peuvent également atténuer la puissance du signal ionique des composés cibles :

- Triéthylamine (TEA)
- Phosphate de sodium
- Acide trifluoroacétique (TFA)
- Sulfate dodécyl de sodium

Consommables et pièces de rechange

C

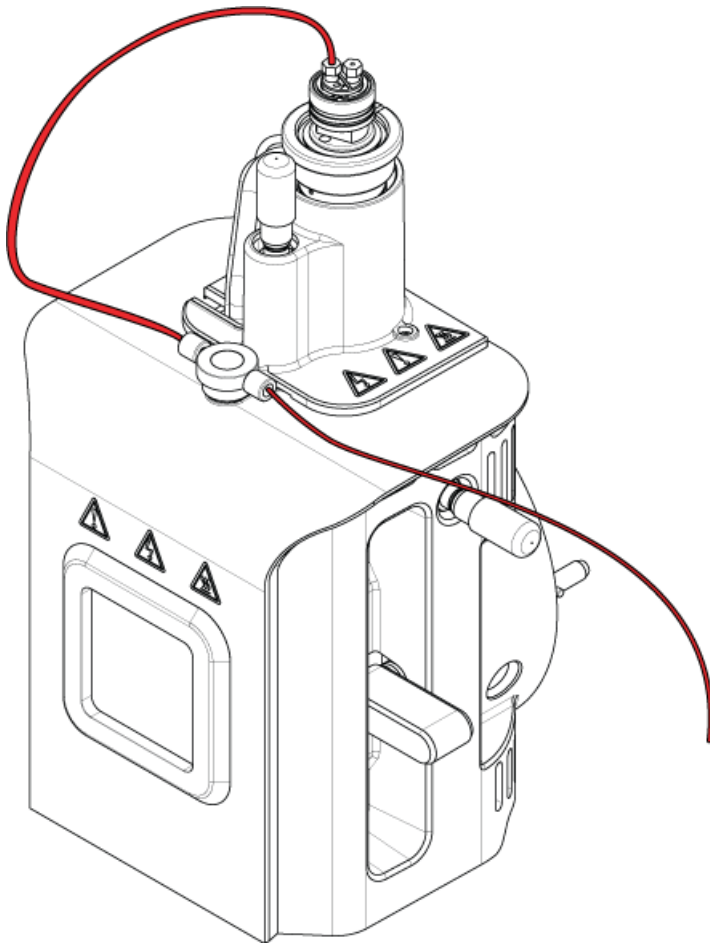
Tableau C-1 Consommables

Référence	Description	Quantité	Détails
016316	TUBE* DE 1 16 X ORIFICE 0,005	cm	Tubulure PEEK rouge (orifice de 0,005"). Consultez Remplacer le tube échantillon à la page 35 .
016325	RACCORD* PEEK 10 32 X 1 16"	1	Raccord PEEK marron. Consultez Remplacer le tube échantillon à la page 35 .
016485	TUBE* PEEK DE 1 16-DI 0,0025"	cm	Tubulure PEEK chair (orifice de 0,0025"). Consultez Remplacer le tube échantillon à la page 35 .
019675	RACCORD* INSERT EN T ORIFICE 0,25	1	Insert en T (diamètre de 0,25 mm)
5044626	ENSEMBLE* ÉLECTRODE DOUBLE ESI	1	Électrode de sonde double ESI
5045380	ENSEMBLE* ÉLECTRODE APCI DOUBLE	1	Électrode de sonde double APCI

Tableau C-2 Pièces de rechange

Référence	Description	Quantité	Détails
027947	FRU*KIT AIGUILLE NÉB	1	Aiguille de décharge par effet corona. Se reporter à Remplacer l'aiguille de décharge par effet corona à la page 33 .
5041898	KIT* SONDE DE PULVÉRISATION DOUBLE ESI	1	Ensemble de la sonde double ESI
5041899	KIT* SONDE DE PULVÉRISATION DOUBLE APCI	1	Ensemble de la sonde double APCI

Figure C-1 Tubulure PEEK rouge



Historique des révisions

Révision	Description de la modification	Date
A	Première version du document.	Décembre 2015