



---

# Sorgente di ionizzazione Turbo V™

per i sistemi SCIEX QTOF

Guida per l'Operatore



---

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

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

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

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

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

AB Sciex è sul mercato come SCIEX.

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

AB SCIEX™ è utilizzato su licenza.

© 2015 AB Sciex



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

# Contenuto

---

<b>Capitolo 1 Panoramica della sorgente di ionizzazione.....</b>	<b>5</b>
Precauzioni operative e pericoli.....	5
Modalità ionizzazione.....	6
Modalità ESI.....	6
Modalità APCI.....	6
Componenti della sorgente di ionizzazione.....	7
Sonde.....	8
Sonda ESI doppia.....	8
Sonda APCI doppia.....	9
Collegamenti di elettricità e gas.....	10
Circuito di rilevamento della sorgente di ionizzazione.....	10
Sistema di Scarico della Sorgente.....	11
Contattateci.....	11
Documentazione correlata.....	12
Assistenza tecnica.....	12
<b>Capitolo 2 Installazione della Sorgente di ionizzazione.....</b>	<b>13</b>
Preparazione per l'Installazione.....	13
Installazione della sonda.....	14
Collegamento del tubo della sorgente di ionizzazione.....	14
Installare la Sorgente di ionizzazione sullo Spettrometro di Massa.....	15
Requisiti per il sistema di introduzione del campione.....	16
Verificare eventuali perdite.....	16
<b>Capitolo 3 Ottimizzazione della sorgente di ionizzazione.....</b>	<b>17</b>
Introduzione del campione.....	17
Metodo.....	17
Velocità di flusso.....	18
Ottimizzazione della sonda ESI doppia.....	18
Velocità di flusso e temperatura.....	18
Impostazione del Sistema.....	19
Preparazione del sistema.....	19
Impostare le Condizioni Iniziali.....	19
Ottimizzare la posizione della sonda ESI doppia.....	20
Ottimizzare la sorgente, i parametri del gas e il voltaggio.....	20
Ottimizzazione della temperatura del riscaldatore turbo.....	21
Ottimizzazione della sonda APCI doppia.....	21
Impostazione del Sistema.....	22
Preparazione del sistema.....	22
Impostare le Condizioni Iniziali.....	22
Ottimizzazione del flusso di Gas 1 e Curtain Gas .....	23
Regolare la posizione dell'ago di scarica corona.....	23
Ottimizzare la posizione della sonda doppia APCI.....	24
Ottimizzare la corrente del nebulizzatore.....	25
Ottimizzare la temperatura della sonda APCI.....	25

## Contenuto

---

Suggerimenti per l'ottimizzazione.....	25
<b>Capitolo 4 Manutenzione della Sorgente di ionizzazione.....</b>	<b>27</b>
Rimuovere la Sorgente di ionizzazione.....	28
Pulire le superfici della sorgente di ionizzazione.....	29
Pulizia della sonda.....	29
Rimuovere la sonda.....	30
Sostituzione dell'elettrodo doppio.....	30
Regolare l'estensione della punta dell'elettrodo.....	31
Sostituire l'Ago di Scarica a Corona.....	32
Sostituzione del tubo del campionamento.....	34
<b>Capitolo 5 Risoluzione dei problemi.....</b>	<b>35</b>
<b>Appendice A Principi di funzionamento - Sorgente di ionizzazione.....</b>	<b>38</b>
Modalità Ionizzazione electrospray.....	38
Modalità APCI.....	39
Regione di ionizzazione APCI.....	42
<b>Appendice B Parametri e voltaggi della sorgente.....</b>	<b>44</b>
Parametri della sonda ESI doppia.....	44
Parametri della sonda APCI doppia.....	45
Descrizione Parametri.....	46
Posizione della sonda.....	47
Composizione dei solventi.....	47
<b>Appendice C Elenco Materiali di Consumo e Parti di Ricambio.....</b>	<b>49</b>
<b>Cronologia delle revisioni.....</b>	<b>51</b>

# Panoramica della sorgente di ionizzazione

# 1

La sorgente di ionizzazione Turbo V™ può essere utilizzata sia per la ionizzazione elettrospray (ESI), sia per la ionizzazione chimica a pressione atmosferica (APCI).

La sonda ESI doppia viene usata per il funzionamento in modalità ESI. La sonda APCI doppia viene usata per la modalità APCI. La sonda standard fornita con la sorgente di ionizzazione è la sonda ESI doppia.

Le sonde doppie consentono l'introduzione su richiesta di calibrante e campione attraverso elettrodi indipendenti.

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

## Precauzioni operative e pericoli

Per informazioni su normative e sicurezza relative allo spettrometro di massa, fare riferimento alla *Guida per l'Utente del Sistema*.



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



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



**AVVERTENZA!** Pericolo di superfici calde. Prima di eseguire qualsiasi intervento di manutenzione, far raffreddare la sorgente di ionizzazione per almeno 30 minuti. Le superfici della sorgente di ionizzazione e i componenti dell'interfaccia di vuoto raggiungono temperature considerevoli durante il funzionamento.



**AVVERTENZA!** Pericolo di esposizione ad agenti chimici tossici. Indossare dispositivi di protezione individuale, inclusi camice da laboratorio, guanti e occhiali di sicurezza, per proteggere dall'esposizione gli occhi e la pelle.



**AVVERTENZA!** Pericolo di contaminazione da radiazioni, rischio biologico, pericolo di scosse elettriche o esposizione ad agenti chimici tossici. In caso di fuoriuscita di prodotti chimici, consultare le istruzioni contenute nelle schede di sicurezza dei materiali. Accertarsi che il sistema sia in modalità Standby prima di pulire una fuoriuscita vicina alla sorgente di ionizzazione. Usare i dispositivi di protezione individuale appropriati e panni assorbenti per contenere la fuoriuscita e smaltirla secondo le normative locali.

---



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

---



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

---

## Modalità ionizzazione

### Modalità ESI

La modalità ESI produce ioni in fase gassosa degli analiti in un campione applicando un'alta tensione all'effluente del campione che scorre attraverso un ago. Con l'aiuto del flusso di gas ausiliario, la modalità ESI produce ioni a carica semplice e a carica multipla in condizioni sufficientemente delicate per adattarsi a un'ampia gamma di composti, tra cui molecole di piccole dimensioni come farmaci o pesticidi, e molecole più grandi come peptidi, proteine e altri biopolimeri. La sensibilità dipende dalle proprietà chimiche dell'analita, dalla velocità di flusso del gas, dalla temperatura, dal voltaggio e dalla composizione della fase mobile.

La tecnica ESI è abbastanza delicata da poter essere utilizzata con composti labili come peptidi, proteine e farmaci termolabili. Funziona con velocità di flusso da 5 µL/min a 3000 µL/min e vaporizza solventi in una gamma che va dal 100% acquoso fino al 100% organico.

Fare riferimento a [Modalità Ionizzazione electrospray a pagina 38](#).

### Modalità APCI

La modalità APCI è adatta per:

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

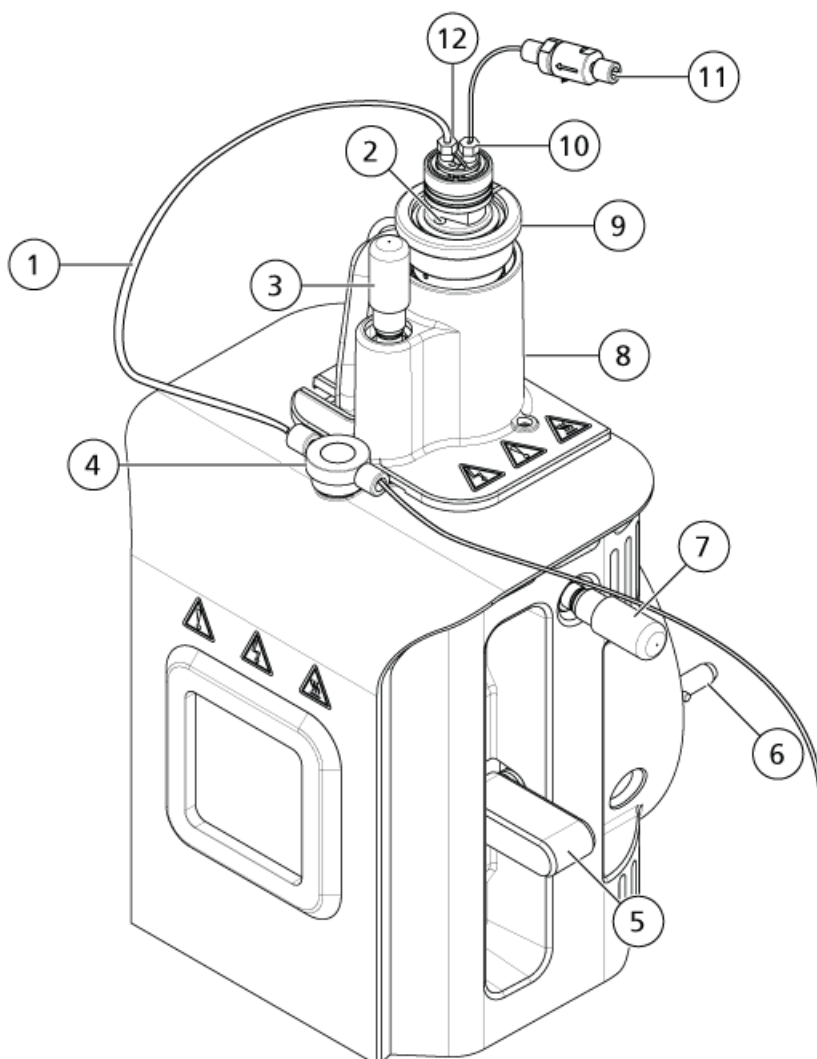
- Introduzione rapida del campione attraverso iniezione del flusso con o senza colonna LC.

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

Fare riferimento a [Modalità APCI a pagina 39](#).

## Componenti della sorgente di ionizzazione

Figura 1-1 Componenti della sorgente di ionizzazione



## Panoramica della sorgente di ionizzazione

Elemento	Descrizione
1	Tubo del campione
2	Vite di regolazione dell'ago di scarica a corona
3	Micrometro asse Y usato per posizionare la sonda sull'asse verticale per la regolazione della sensibilità della sorgente di ionizzazione
4	Giunzione di messa a terra
5	Uno dei due fermi che fissano la sorgente di ionizzazione allo spettrometro di massa
6	Perno guida
7	Micrometro asse X usato per posizionare la sonda sull'asse orizzontale quando si regola la sensibilità della sorgente di ionizzazione
8	Torretta della sonda
9	Ghiera di fermo
10	Porta calibrante con raccordo
11	Modulo di flusso (composto da tubo del calibrante e valvola di controllo)
12	Porta LC (campione) con raccordo

## Sonde

Le sonde ESI doppia e APCI doppia garantiscono una vasta gamma di capacità per il test dei campioni. Scegliere la sonda e il metodo più adatto ai composti per il campione.

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

Specifica	Sonda ESI doppia	Sonda APCI doppia
Gamma di temperature	Dalla temperatura ambiente a 750 °C, secondo il flusso dei liquidi	Da 50 °C a 750 °C, secondo il flusso dei liquidi
Cromatografia liquida (LC)	Si interfaccia con qualsiasi sistema LC	
Gas 1/Gas 2	Fare riferimento alla <i>Guida alla Pianificazione del Sito</i> per lo spettrometro di massa.	

Il software SCIEX OS determina quale sonda è installata e attiva i controlli corrispondenti per l'utente.

## Sonda ESI doppia

La sonda ESI doppia ha una lunghezza di 220 mm. Contiene due elettrodi in acciaio inossidabile di 100 µm (0,004 pollici) di diametro interno (ID) ed è in posizione centrale, in mezzo a due riscaldatori turbo disposti ad un'angolazione di 45 gradi su ogni lato.



L'alimentazione del campione è collegata alla porta recante l'etichetta **LC** e il calibrante è collegato alla porta recante l'etichetta **Cal**. Gli analiti (campioni o calibranti) introdotti attraverso la sonda ESI doppia sono ionizzati all'interno del tubo mediante l'applicazione dell'alta tensione (voltage IonSpray). Gli ioni quindi sono nebulizzati da un getto di aria di zero compressa, creando una nebbia di goccioline altamente cariche. La combinazione tra l'effluente IonSpray e il gas secco portato a temperatura dai turboriscaldatori è proiettata a un'angolazione di 90 gradi verso il percorso degli ioni.

**Figura 1-2 Parti della sonda ESI doppia**



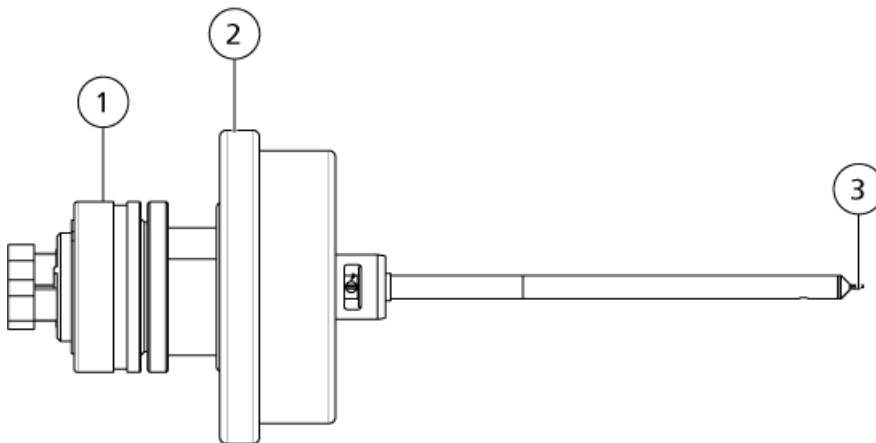
Elemento	Descrizione
1	Dado di regolazione dell'elettrodo (di colore nero) che regola l'estensione delle punte dell'elettrodo
2	Ghiera di fermo che fissa la sonda alla torretta sul corpo della sorgente di ionizzazione.
3	Punte dell'elettrodo attraverso il quale il campione o il calibrante viene nebulizzato nella zona di introduzione del campione della sorgente di ionizzazione

## Sonda APCI doppia

La sonda APCI doppia ha una lunghezza di 125 mm. Contiene due elettrodi di acciaio inossidabile, dal diametro interno (d.i.) di 100 µm (0,004"), circondati da un flusso di gas di nebulizzazione (Gas 1).

L'alimentazione del campione è collegata alla porta recante l'etichetta **LC** e il calibrante è collegato alla porta recante l'etichetta **Cal**. Gli analiti (campioni o calibranti) vengono pompato nel nebulizzatore, dove vengono nebulizzati in un tubo di ceramica che contiene un riscaldatore. La parete interna del tubo in ceramica può essere mantenuta ad una temperatura tra 100 °C e 750 °C e viene monitorata dal sensore incorporato nel riscaldatore. Un getto ad alta velocità di gas di nebulizzazione scorre intorno alla punta dell'elettrodo per disperdere il campione in un aerosol di particelle fini. Il campione si sposta attraverso il riscaldatore di vaporizzazione in ceramica nella zona di reazione della sorgente di ionizzazione e dopo l'ago di scarica a corona dove le molecole del campione vengono ionizzate al passaggio attraverso il corpo della sorgente di ionizzazione.

Figura 1-3 Componenti della sonda APCI doppia (TBD)



Elemento	Descrizione
1	Dado di regolazione dell'elettrodo (di colore nero) che regola l'estensione delle punte dell'elettrodo
2	Ghiera di fermo che fissa la sonda alla torretta sul corpo della sorgente di ionizzazione.
3	Punte dell'elettrodo attraverso il quale il campione o il calibrante viene nebulizzato nella zona di introduzione del campione della sorgente di ionizzazione

## Collegamenti di elettricità e gas

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

## Circuito di rilevamento della sorgente di ionizzazione

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

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

## Sistema di Scarico della Sorgente



**AVVERTENZA!** Pericolo di contaminazione da radiazioni o esposizione ad agenti tossici chimici e rischio biologico. Accertarsi che il sistema di scarico della sorgente sia collegato e funzionante, per rimuovere in tutta sicurezza i vapori di scarico del campione dall'ambiente di laboratorio. Per i requisiti del sistema di scarico della sorgente, fare riferimento alla *Guida alla Pianificazione del Sito*.

---



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

---



**AVVERTENZA!** Pericolo di Incendio. Non inviare più di 3 mL/min di solvente infiammabile nella sorgente di ionizzazione. Il superamento della portata massima potrebbe causare un accumulo di solvente nella sorgente di ionizzazione. Non utilizzare la sorgente di ionizzazione se il sistema di scarico della sorgente non è abilitato e funzionante quando la sorgente di ionizzazione e la sonda sono installati correttamente.

---

Tutte le sorgenti di ionizzazione producono vapori di solvente e di campione. Questi vapori comportano dei rischi per l'ambiente di laboratorio. Il sistema di scarico della sorgente è progettato per rimuovere in tutta sicurezza e consentire un trattamento adeguato dei vapori del campione e del solvente. Quando la sorgente di ionizzazione è installata, lo spettrometro di massa non funzionerà finché il sistema di scarico della sorgente non sarà operativo.

Un vacuostato montato nel circuito di scarico della sorgente misura il vuoto nella sorgente. Se il vuoto nella sorgente aumenta oltre il valore prefissato mentre la sonda è installata, il sistema entra in stato "Not Ready" (Non pronto), indicando un guasto allo scarico.

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

## Contattateci

### Supporto SCIEX

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

### Formazione dei clienti

## Panoramica della sorgente di ionizzazione

---

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

### Centro di istruzione online

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

## Documentazione correlata

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

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

## Assistenza tecnica

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

# Installazione della Sorgente di ionizzazione

## 2



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

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

Quando la sorgente di ionizzazione è installata, il software SCIEX OS riconosce la sorgente di ionizzazione e ne mostra l'identificazione.

### Materiali richiesti

- Sorgente di ionizzazione
- Sonda ESI doppia
- (Opzionale) Sonda APCI doppia
- Chiave da 1/4"
- Kit dei materiali di consumo della sorgente di ionizzazione

## Preparazione per l'Installazione



**AVVERTENZA!** Pericolo di perforazione. Prestare attenzione quando si maneggia l'elettrodo. Le punte degli elettrodi sono estremamente acuminate.

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

- Regolare il dado di regolazione dell'elettrodo sulla sonda per spostare le punte dell'elettrodo all'interno del tubo.

Per stabilità e prestazioni ottimali, la punta dell'elettrodo dell'elettrodo più corto deve essere di lunghezza compresa tra 0,5 mm e 1,0 mm dall'estremità della sonda. Fare riferimento a [Regolare l'estensione della punta dell'elettrodo a pagina 31](#).

## Installazione della sonda

### Procedure preliminari

- [Rimuovere la Sorgente di ionizzazione a pagina 28](#)



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

---

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

---

**ATTENZIONE:** Rischio di danni al sistema. Assicurarsi che la punta dell'ago di scarica a corona non sia rivolta verso la fenditura mentre si usa la sonda ESI doppia o TurbolonSpray®.

---

La sorgente di ionizzazione non viene fornita con la sonda già installata. Rimuovere sempre la sorgente di ionizzazione dallo spettrometro di massa prima di cambiare le sonde.

Se la sonda non è installata correttamente nella sorgente di ionizzazione, la corrente ad alta tensione non arriverà dallo spettrometro di massa ed il sistema di scarico della sorgente sarà disattivato.

1. Inserire la sonda nella torretta. Allineare il buco sulla sonda con la vite di regolazione dell'ago di scarica a corona sulla parte superiore della sorgente di ionizzazione. Fare riferimento a [Componenti della sorgente di ionizzazione a pagina 7](#).
2. Spingere delicatamente la sonda verso il basso in modo che i contatti siano agganciati a quelli presenti nella torretta.
3. Ruotare la ghiera di fermo sulla sonda, spingerla verso il basso, in modo da agganciarne la filettatura con la filettatura nella torretta e infine serrare la ghiera a fondo.
4. Solo per la sonda APCI doppia, assicurarsi che la punta dell'ago di scarica a corona sia rivolta verso la fenditura del separatore di interfaccia. Fare riferimento a [Regolare la posizione dell'ago di scarica corona a pagina 23](#).

## Collegamento del tubo della sorgente di ionizzazione



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

---



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

---

[Componenti della sorgente di ionizzazione a pagina 7.](#)

1. Inserire un pezzo di tubo rosso in PEEK lungo 30 cm nel dado del tubo di campionamento.
2. Inserire il dado del tubo del campione nella porta LC in cima alla sonda e quindi serrare il dado senza forzare eccessivamente. Utilizzare una chiave da 1/4" per serrare di un ulteriore quarto di giro.  
La sonda doppia è dotata di due porte. Assicurarsi di utilizzare la porta recante l'etichetta **LC**.
3. Collegare l'altra estremità del tubo alla giunzione di messa a terra sulla sorgente di ionizzazione.
4. Collegare il tubo del calibrante alla porta recante l'etichetta **CAL**.

## Installare la Sorgente di ionizzazione sullo Spettrometro di Massa



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

---



**AVVERTENZA!** Pericolo di schiacciamento. Quando si installa la sorgente di ionizzazione, prestare attenzione a non schiacciarsi le dita fra la sorgente di ionizzazione e l'interfaccia di vuoto.

---

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

1. Assicurarsi che i fermi posti sui lati della sorgente di ionizzazione siano diretti verso la posizione ore 12. Fare riferimento a [Componenti della sorgente di ionizzazione a pagina 7](#).
2. Allineare la sorgente di ionizzazione con l'interfaccia di vuoto, assicurandosi che i fermi sulla sorgente di ionizzazione siano allineati agli attacchi dell'interfaccia di vuoto.
3. Premere delicatamente la sorgente di ionizzazione contro l'interfaccia di vuoto e poi ruotare i fermi della sorgente di ionizzazione verso il basso per bloccare la sorgente di ionizzazione in posizione.  
Lo spettrometro di massa riconosce la sorgente di ionizzazione e visualizza l'identificazione della sorgente di ionizzazione nel software SCIEX OS
4. Collegare il tubo in PEEK rosso dal dispositivo di erogazione del campione fino alla giunzione di messa a terra posta sulla sorgente di ionizzazione .

### Requisiti per il sistema di introduzione del campione

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

### Verificare eventuali perdite



---

**AVVERTENZA!** Pericolo di esposizione ad agenti chimici tossici. Indossare dispositivi di protezione individuale, inclusi camice da laboratorio, guanti e occhiali di sicurezza, per proteggere dall'esposizione gli occhi e la pelle.

---

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



# Ottimizzazione della sorgente di ionizzazione

## 3



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



**AVVERTENZA!** Pericolo di Incendio. Non inviare più di 3 mL/min di solvente infiammabile nella sorgente di ionizzazione. Il superamento della portata massima potrebbe causare un accumulo di solvente nella sorgente di ionizzazione. Non utilizzare la sorgente di ionizzazione se il sistema di scarico della sorgente non è abilitato e funzionante quando la sorgente di ionizzazione e la sonda sono installati correttamente.



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

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

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

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

## Introduzione del campione

### Metodo

Il flusso di campione liquido viene erogato nella sorgente di ionizzazione tramite una pompa LC. il campione può essere iniettato direttamente nella fase mobile usando l'analisi mediante iniezione in flusso (FIA) o

## Ottimizzazione della sorgente di ionizzazione

---

l'infusione con raccordo a T, tramite una pompa a siringa (non fornita) o attraverso una colonna di separazione usando un iniettore con loop o un autocampionatore.

## Velocità di flusso

Le velocità di flusso del campione vengono determinate dal sistema LC o dalla pompa a siringa. La sonda ESI doppia supporta velocità di flusso da 5 µl/min a 3000 µl/min. La sonda APCI doppia supporta velocità di flusso da 50 µl/min a 3.000 µl/min.

## Ottimizzazione della sonda ESI doppia



---

**AVVERTENZA!** Pericolo di contaminazione da radiazioni o esposizione ad agenti tossici chimici e rischio biologico. Accertarsi che il sistema di scarico della sorgente sia collegato e funzionante e che sia garantita una buona ventilazione generale del laboratorio. Un'adeguata ventilazione del laboratorio è necessaria per controllare le emissioni di solventi e campioni e per un funzionamento sicuro dello spettrometro di massa.

---



---

**AVVERTENZA!** Pericolo di Incendio. Non inviare più di 3 mL/min di solvente infiammabile nella sorgente di ionizzazione. Il superamento della portata massima potrebbe causare un accumulo di solvente nella sorgente di ionizzazione. Non utilizzare la sorgente di ionizzazione se il sistema di scarico della sorgente non è abilitato e funzionante quando la sorgente di ionizzazione e la sonda sono installati correttamente.

---

---

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

---

---

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

---

---

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

---

## Velocità di flusso e temperatura

La velocità di flusso dell'introduzione del campione e la composizione del solvente del campione influenzano la temperatura ottimale della sonda ESI doppia. Più è alta la velocità di flusso o elevato il contenuto acquoso, maggiore sarà la temperatura ottimale.

La sonda ESI doppia è spesso utilizzata con velocità di flusso da 40 µl/min a 1.000 µl/min. Il riscaldamento viene utilizzato per aumentare il tasso di evaporazione che migliora l'efficienza della ionizzazione, producendo

una maggiore sensibilità. Velocità di flusso estremamente basse di solventi altamente organici non necessitano di temperature più alte. Fare riferimento a [Parametri e voltaggi della sorgente a pagina 44](#).

### Impostazione del Sistema

1. Configurare la pompa LC per fornire alla fase mobile la portata richiesta. Fare riferimento a [Parametri e voltaggi della sorgente a pagina 44](#).
2. Collegare la giunzione di messa a terra posta sulla sorgente di ionizzazione a una pompa LC, attraverso un iniettore dotato di un loop da 5 µL o a un autocampionatore.
3. Se si utilizza un autocampionatore, configurare l'autocampionatore per eseguire più iniezioni.

### Preparazione del sistema

1. Avviare il software SCIEX OS.
2. Aprire un metodo ottimizzato in precedenza o creare un metodo basato sui composti.
3. Se la sorgente di ionizzazione ha avuto il tempo necessario per raffreddarsi, procedere come segue.
  - a. Impostare il parametro **Temperature** (Temperatura) su **450**.
  - b. Lasciar riscaldare la sorgente di ionizzazione per almeno 30 minuti.  
La fase di riscaldamento, della durata di 30 minuti, impedisce ai vapori di solvente di condensarsi nella sonda ancora fredda.
4. Avviare il flusso del campione e l'iniezione del campione.

### Impostare le Condizioni Iniziali

1. Digitare un valore iniziale per **(Gas Sorgente di ionizzazione 1)**.  
Per le pompe LC, immettere un valore compreso tra 40 e 60 per Gas 1.
2. Immettere un valore iniziale per **(Gas Sorgente di ionizzazione 2) Ion Source Gas 2** (Gas sorgente di ionizzazione 2)  
Per le pompe LC, immettere un valore compreso fra 30 e 50 per Gas 2.

---

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

---

3. Digitare il valore appropriato nel campo **IonSpray Voltage** (Tensione IonSpray).
  - Modalità positiva: **5500**
  - Modalità negativa: **-4500**
4. Digitare **25** nel campo **Curtain Gas**.
5. Avviare l'acquisizione.

### Ottimizzare la posizione della sonda ESI doppia



**AVVERTENZA!** Pericolo di contaminazione da radiazioni o esposizione ad agenti tossici chimici e rischio biologico. Assicurarsi che gli elettrodi protendano oltre l'estremità della sonda, in modo da evitare la fuoriuscita di vapori pericolosi dalla sorgente. L'elettrodo non deve essere incassato all'interno della sonda.

---

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

1. Guardare attraverso la finestrella nel corpo della sorgente di ionizzazione per controllare la posizione della sonda.
2. Usare le impostazioni precedenti dei micrometri orizzontali e verticali o impostarli con **5** come posizione di partenza.
3. Monitorare il segnale o il rapporto segnale-rumore degli analiti nel SCIEX OS.
4. Utilizzare il micrometro orizzontale per regolare la posizione della sonda in piccoli incrementi, per ottenere il segnale o il rapporto segnale-rumore migliore.

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

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

---

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

---

6. Usare il dado di regolazione dell'elettrodo (di colore nero) in cima alla sonda per regolare la punta dell'elettrodo. Fare riferimento a [Regolare l'estensione della punta dell'elettrodo a pagina 31](#).

---

**Nota:** Assicurarsi che entrambi gli elettrodi sporgano dalla sonda.

---

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

---

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

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

Una temperatura troppo alta può causare una vaporizzazione prematura del solvente nella punta della sonda doppia ESI, soprattutto se la sonda sporge troppo, comportando un'instabilità del segnale e un elevato rumore di fondo chimico. Allo stesso modo un flusso elevato di gas ausiliario può generare rumore o instabilità del segnale.

Utilizzare la tensione IonSpray™ più bassa possibile senza che il segnale ne risenta. Concentrarsi sul rapporto segnale-rumore e non solo sul segnale. Se la tensione di IonSpray™ è troppo elevata, può verificarsi un effetto di scarica a corona. Lo scarico è visibile come bagliore blu in corrispondenza della punta della sonda doppia ESI. Il risultato sarà una perdita di sensibilità e di stabilità del segnale ionico.

1. Regolare i valori del **Ion Source Gas 1** (Sorgente di ionizzazione Gas 1) e **Ion Source Gas 2** (Sorgente di ionizzazione Gas 2) in incrementi di 5 per ottenere il segnale o il rapporto segnale-rumore migliore.
2. Aumentare il valore nel campo **Curtain Gas**, fino a quando il segnale inizierà a diminuire.

---

**Nota:** Usare il valore maggiore possibile per il CUR in modo da impedire la contaminazione senza compromettere la sensibilità. Non impostare il CUR su valori inferiori a 25. Ciò contribuisce a evitare la penetrazione del flusso di Curtain Gas™, che può generare un segnale rumoroso, a evitare la contaminazione della fenditura e ad aumentare il rapporto segnale-rumore complessivo.

---

3. Regolare **Ion Spray Voltage** (Tensione Ion Spray) con incrementi di 500 V, per massimizzare il rapporto segnale-rumore.

## Ottimizzazione della temperatura del riscaldatore turbo

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

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

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

## Ottimizzazione della sonda APCI doppia



---

**AVVERTENZA!** Pericolo di contaminazione da radiazioni o esposizione ad agenti tossici chimici e rischio biologico. Accertarsi che il sistema di scarico della sorgente sia collegato e funzionante e che sia garantita una buona ventilazione generale del laboratorio. Un'adeguata ventilazione del laboratorio è necessaria per controllare le emissioni di solventi e campioni e per un funzionamento sicuro dello spettrometro di massa.

---



---

**AVVERTENZA!** Pericolo di contaminazione da radiazioni o esposizione ad agenti tossici chimici e rischio biologico. Assicurarsi che gli elettrodi protendano oltre l'estremità della sonda, in modo da evitare la fuoriuscita di vapori pericolosi dalla sorgente. L'elettrodo non deve essere incassato all'interno della sonda.

---

## Ottimizzazione della sorgente di ionizzazione

---

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

---

Fare riferimento a [Parametri della sonda APCI doppia a pagina 45](#).

---

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

---

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

---

## Impostazione del Sistema

1. Configurare la pompa LC per fornire alla fase mobile la portata richiesta. Fare riferimento a [Parametri e voltaggi della sorgente a pagina 44](#).
2. Collegare la giunzione di messa a terra posta sulla sorgente di ionizzazione a una pompa LC, attraverso un iniettore dotato di un loop da 5 µL o a un autocampionatore.
3. Se si utilizza un autocampionatore, configurare l'autocampionatore per eseguire più iniezioni.

## Preparazione del sistema

1. Avviare il software SCIEX OS.
2. Aprire un metodo ottimizzato in precedenza o creare un metodo basato sui composti.
3. Se la sorgente di ionizzazione ha avuto il tempo necessario per raffreddarsi, procedere come segue.
  - a. Impostare il parametro **Temperature** (Temperatura) su **450**.
  - b. Lasciar riscaldare la sorgente di ionizzazione per almeno 30 minuti.  
La fase di riscaldamento, della durata di 30 minuti, impedisce ai vapori di solvente di condensarsi nella sonda ancora fredda.
4. Avviare il flusso del campione e l'iniezione del campione.

## Impostare le Condizioni Iniziali

1. Digitare **30** nel campo **Ion Source Gas 1 (GS1)** (Gas Sorgente di ionizzazione 1).
2. Nel campo **Curtain Gas (CUR)**, digitare il valore appropriato per lo spettrometro di massa.

**Tabella 3-1 Valori dei parametri CUR**

Spettrometro di massa	Valore iniziale
Sistemi 3200, 3500, 4000 e 4500	20
Sistemi 5000 e 5500	25
Sistemi 6500 e 6500 <sup>+</sup>	30
TripleTOF <sup>®</sup>	da 20 a 25 a seconda della velocità di flusso

3. Digitare **1** nel campo **Nebulizer Current (NC)**.
4. Avviare l'acquisizione.

## Ottimizzazione del flusso di Gas 1 e Curtain Gas™

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

**Nota:** Usare il valore maggiore possibile per il CUR in modo da impedire la contaminazione senza compromettere la sensibilità. Non impostare il CUR su valori inferiori a 25. Ciò contribuisce a evitare la penetrazione del flusso di Curtain Gas™, che può generare un segnale rumoroso, a evitare la contaminazione della fenditura e ad aumentare il rapporto segnale-rumore complessivo.

## Regolare la posizione dell'ago di scarica corona

### Materiali richiesti

- Cacciavite a taglio isolato



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

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

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

## Ottimizzare la posizione della sonda doppia APCI

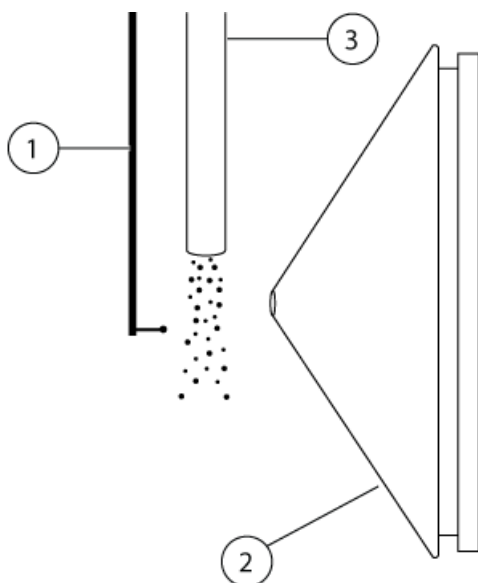


**AVVERTENZA!** Pericolo di contaminazione da radiazioni o esposizione ad agenti tossici chimici e rischio biologico. Assicurarsi che gli elettrodi protendano oltre l'estremità della sonda, in modo da evitare la fuoriuscita di vapori pericolosi dalla sorgente. L'elettrodo non deve essere incassato all'interno della sonda.

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

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

**Figura 3-1** Posizione dell'ugello nebulizzatore



Elemento	Descrizione
1	Ago di scarica a corona
2	Separatore di interfaccia
3	Sonda doppia APCI

1. Usare le impostazioni precedenti dei micrometri orizzontali e verticali, impostarli a 5 come posizione di partenza.

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



2. Monitorare il segnale o il rapporto segnale-rumore degli analiti nel software SCIEX OS.
3. Utilizzare il micrometro orizzontale per regolare la sonda in piccoli incrementi, per ottenere il segnale o il rapporto segnale-rumore migliore.

---

**Nota:** Regolare il micrometro orizzontale fino al raggiungimento di una sensibilità adeguata sia per gli ioni campione che per gli ioni calibrante.

---

4. Utilizzare il micrometro verticale per regolare la sonda in piccoli incrementi, per ottenere il segnale o il rapporto segnale-rumore migliore.
5. Regolare il dado di regolazione dell'elettrodo (di colore nero) sulla sonda per inserire o estrarre l'elettrodo tubolare dalla sonda. Fare riferimento a [Regolare l'estensione della punta dell'elettrodo a pagina 31](#).

---

**Nota:** Assicurarsi che entrambi gli elettrodi sporgano dalla sonda.

---

## Ottimizzare la corrente del nebulizzatore

La sorgente di ionizzazione è controllata dalla corrente e non dalla tensione. Selezionare il valore di corrente appropriato per il metodo di acquisizione, indipendentemente dalla posizione di selezione della sorgente di ionizzazione.

- Iniziare con un valore di **Nebulizer Current** (Corrente del nebulizzatore) pari a 1, quindi aumentarlo per ottenere il segnale migliore o un rapporto segnale-rumore ottimale.

La corrente del nebulizzatore applicata all'ago di scarica corona è di norma ottimizzata tra 1  $\mu\text{A}$  e 5  $\mu\text{A}$  in modalità positiva. Se non si osservano cambiamenti nel segnale quando si aumenta la corrente, lasciare la corrente al valore più basso che fornisce il segnale o il rapporto segnale-rumore migliore.

## Ottimizzare la temperatura della sonda APCI

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

- Regolare il parametro del valore **Temperature** in incrementi da 50 a 100 °C fino a ottenere il miglior segnale o rapporto segnale-rumore.

## Suggerimenti per l'ottimizzazione

L'ottimizzazione della sorgente di ionizzazione minimizza la necessità di pulizia di quest'ultima e i componenti dell'interfaccia di vuoto.

- Usare le temperature più alte possibili quando si ottimizzano i composti. La temperatura di 700 °C è comune per la maggior parte dei composti. Le temperature alte aiutano a mantenere pulita la sorgente di ionizzazione e riducono il rumore di fondo.

## Ottimizzazione della sorgente di ionizzazione

---

- Utilizzare la velocità di flusso (CUR) flusso di Curtain Gas™ maggiore possibile senza causare la diminuzione del segnale. Questo aiuta a:
  - Impedire la penetrazione del flusso di Curtain Gas™, che può generare rumore.
  - Impedire la contaminazione della fenditura.
  - Aumentare nel complesso il rapporto segnale-rumore.
- Dirigere la nebulizzazione dei liquidi dalla sonda lontano dalla fenditura per:
  - Impedire la contaminazione della fenditura.
  - Impedire la penetrazione del flusso di Curtain Gas™, che può generare instabilità nel segnale.
  - Impedire il cortocircuito elettrico dovuto alla presenza di liquido.
- Utilizzare la tensione IonSpray™ più bassa possibile senza che il segnale ne risenta. Concentrarsi sul rapporto segnale-rumore e non solo sul segnale.

# Manutenzione della Sorgente di ionizzazione

# 4

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



**AVVERTENZA!** Pericolo di superfici calde. Prima di eseguire qualsiasi intervento di manutenzione, far raffreddare la sorgente di ionizzazione per almeno 30 minuti. Le superfici della sorgente di ionizzazione e i componenti dell'interfaccia di vuoto raggiungono temperature considerevoli durante il funzionamento.



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



**AVVERTENZA!** Pericolo di esposizione ad agenti chimici tossici. Indossare dispositivi di protezione individuale, inclusi camice da laboratorio, guanti e occhiali di sicurezza, per proteggere dall'esposizione gli occhi e la pelle.



**AVVERTENZA!** Pericolo di contaminazione da radiazioni, rischio biologico, pericolo di scosse elettriche o esposizione ad agenti chimici tossici. In caso di fuoriuscita di prodotti chimici, consultare le istruzioni contenute nelle schede di sicurezza dei materiali. Accertarsi che il sistema sia in modalità Standby prima di pulire una fuoriuscita vicina alla sorgente di ionizzazione. Usare i dispositivi di protezione individuale appropriati e panni assorbenti per contenere la fuoriuscita e smaltirla secondo le normative locali.



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



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

## Manutenzione della Sorgente di ionizzazione

---

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

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

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

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

---

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

---

### Materiali richiesti

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

## Rimuovere la Sorgente di ionizzazione

---

**Nota:** L'azoto continua a fluire ad una velocità di 9 L/min quando lo spettrometro di massa è acceso.

---

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

1. Arrestare le scansioni in corso.
2. Disattivare il flusso del campione.
3. Nel software SCIEX OS, fare clic su **Standby** nel pannello di stato.

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

## Pulire le superfici della sorgente di ionizzazione

### Procedure preliminari

- [Rimuovere la Sorgente di ionizzazione a pagina 28](#)



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

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

- Pulire le superfici della sorgente di ionizzazione con un panno morbido e umido.

## Pulizia della sonda

La sorgente di ionizzazione va lavata regolarmente, indipendentemente dal tipo di composti campionati. Svolgere questa operazione configurando un metodo nel software SCIEX OS specifico per eseguire un lavaggio.

1. Passare a una fase mobile composta da acqua/acetonitrile 1:1 o acqua/metanolo 1:1.
2. Regolare la posizione della sonda in modo che si trovi il più lontano possibile dall'orifizio.
3. Nel software SCIEX OS, nell'area di lavoro **MS Methods** (Metodi MS):
  - a. Impostare **Temperature** tra **500** e **600**.
  - b. Impostare **Ion Source Gas 1** (Sorgente di ionizzazione Gas 1) e **Ion Source Gas 2** (Sorgente di ionizzazione Gas 2) ad almeno **40**.
  - c. Impostare **Curtain Gas** al valore massimo possibile.
  - d. Attendere fino al raggiungimento del valore impostato per **Temperature**.
4. Assicurarsi che la sonda e il tubo di campionamento siano lavati abbondantemente.

## Rimuovere la sonda

### Procedure preliminari

- [Rimuovere la Sorgente di ionizzazione a pagina 28](#)



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

---

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

---

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

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

## Sostituzione dell'elettrodo doppio

### Procedure preliminari

- [Rimuovere la Sorgente di ionizzazione a pagina 28](#)
- [Rimuovere la sonda a pagina 30](#)



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

---



**AVVERTENZA! Pericolo di perforazione. Prestare attenzione quando si maneggia l'elettrodo. Le punte degli elettrodi sono estremamente acuminatae.**

---

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

1. Rimuovere il dado di regolazione dell'elettrodo, quindi rimuovere l'elettrodo doppio.

2. Installare l'elettrodo doppio all'interno della sonda e serrare il dado di fissaggio dell'elettrodo.
3. Installare la sonda. Fare riferimento a [Installazione della sonda a pagina 14](#).
4. Collegare il tubo del campione.
5. Collegare il tubo del calibrante.
6. Installare la sorgente di ionizzazione sullo spettrometro di massa. Fare riferimento alla [Installazione della Sorgente di ionizzazione a pagina 13](#).
7. Regolare l'estensione della punta dell'elettrodo. Fare riferimento a [Regolare l'estensione della punta dell'elettrodo a pagina 31](#).

## Regolare l'estensione della punta dell'elettrodo



**AVVERTENZA!** Pericolo di contaminazione da radiazioni o esposizione ad agenti tossici chimici e rischio biologico. Assicurarsi che gli elettrodi protendano oltre l'estremità della sonda, in modo da evitare la fuoriuscita di vapori pericolosi dalla sorgente. L'elettrodo non deve essere incassato all'interno della sonda.

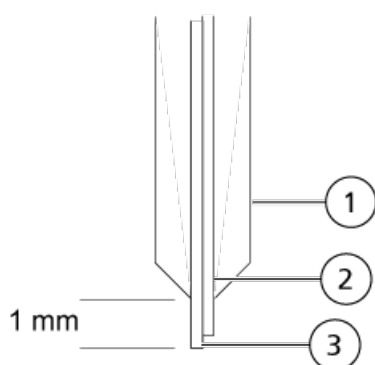


**AVVERTENZA!** Pericolo di perforazione. Prestare attenzione quando si maneggia l'elettrodo. Le punte degli elettrodi sono estremamente acuminatae.

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

- Regolare il dado di regolazione dell'elettrodo (di colore nero) in cima alla sonda per estendere o ritirare la punta dell'elettrodo. La punta dell'elettrodo del campione deve fuoriuscire almeno di 1,0 mm dall'estremità della sonda.

**Figura 4-1** Regolazione dell'estensione della punta dell'elettrodo



## Manutenzione della Sorgente di ionizzazione

---

Elemento	Descrizione
1	Sonda
2	Elettrodo calibrante
3	Elettrodo elettrodo

**Nota:** Assicurarsi che entrambi gli elettrodi sporgano dalla sonda.

---

## Sostituire l'Ago di Scarica a Corona

### Procedure preliminari

- [Rimuovere la Sorgente di ionizzazione a pagina 28](#)
- [Rimuovere la sonda a pagina 30](#)



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

---



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

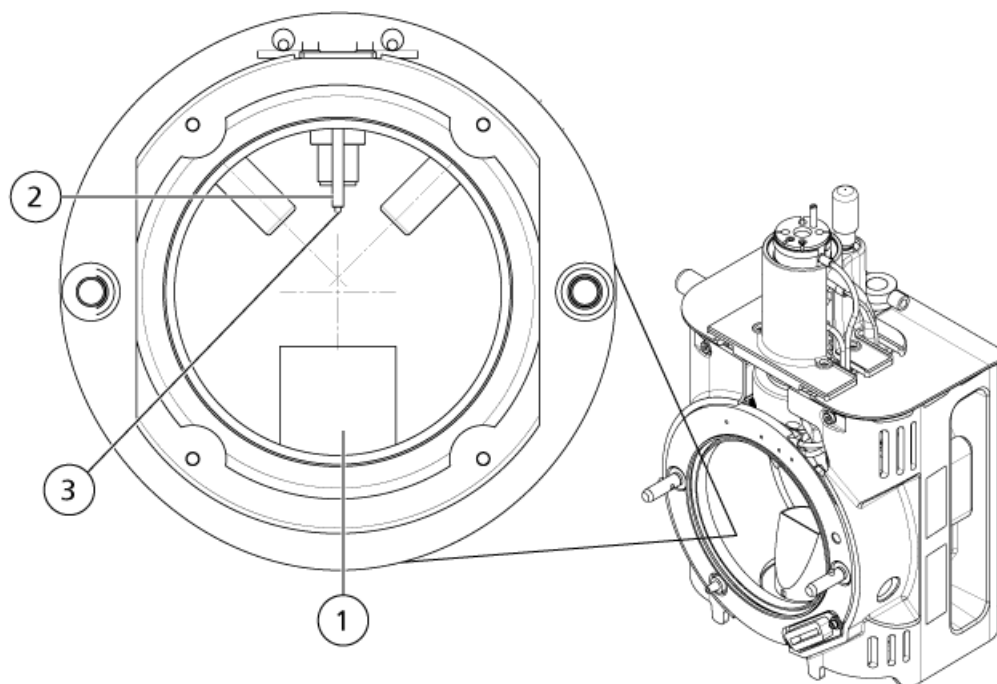
---

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

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



Figura 4-2 Ago di scarica a corona



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

2. Mentre si tiene la punta dell'ago di scarica a corona tra pollice e indice di una mano e l'ago di scarica a corona con l'altra mano, ruotare la punta dell'ago di scarica a corona in verso anti-orario per allentarla e rimuovere delicatamente la punta.
3. Inserire il nuovo ago attraverso il camino di scarico nella cannula in ceramica più in fondo possibile.
4. Mentre si tiene una nuova punta tra pollice e indice di una mano e l'ago di scarica a corona con l'altra mano, ruotare la punta dell'ago di scarica a corona in verso orario per installare la punta.
5. Inserire la sonda e installare la sorgente di ionizzazione sullo spettrometro di massa. Fare riferimento a [Installazione della Sorgente di ionizzazione a pagina 13](#).

## Sostituzione del tubo del campionamento

### Procedure preliminari

- Arrestare il flusso del campione e assicurarsi che tutto il gas rimanente sia stato rimosso attraverso il sistema di scarico della sorgente.
- [Rimuovere la Sorgente di ionizzazione a pagina 28.](#)



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

---

**Nota:** Per sostituire il tubo del calibrante, fare riferimento alla *Guida per l'utente del sistema*.

---

Utilizzare la seguente procedura per sostituire il tubo di campionamento se è ostruito.

1. Scollegare il tubo del campione dalla sonda e dalla giunzione di messa a terra.
2. Sostituire il tubo del campione con uno della stessa lunghezza.
3. Installare la sorgente di ionizzazione. Fare riferimento a [Installazione della Sorgente di ionizzazione a pagina 13](#).
4. Avviare il flusso del campione.

Problema	Probabile causa	Azioni da intraprendere
Il software SCIEX OS riporta che lo spettrometro di massa è in stato di Fault (guasto).	<ul style="list-style-type: none"><li>• Non è presente alcuna sonda.</li><li>• La sonda non è collegata correttamente.</li></ul>	<ul style="list-style-type: none"><li>• Installare la sonda. Fare riferimento alla <a href="#">Installazione della sonda a pagina 14</a>.</li><li>• Reinstallare la sonda.<ol style="list-style-type: none"><li>1. Rimuovere la sonda. Fare riferimento a <a href="#">Rimuovere la sonda a pagina 30</a>.</li><li>2. Installare la sonda assicurandosi di serrare saldamente la ghiera di fermo. Fare riferimento alla <a href="#">Installazione della sonda a pagina 14</a>.</li></ol></li></ul>
La nebulizzazione non è uniforme.	L'elettrodo è bloccato.	Sostituire l'elettrodo. Fare riferimento a <a href="#">Sostituzione dell'elettrodo doppio a pagina 30</a> .
La sensibilità è scarsa.	<ul style="list-style-type: none"><li>• I componenti dell'interfaccia (parte frontale) sono sporchi.</li><li>• Vapori di solvente o altri composti ignoti sono presenti nella regione dell'analizzatore.</li><li>• L'elettrodo più corto non sporge dalla sonda.</li></ul>	<ul style="list-style-type: none"><li>• Pulire le componenti dell'interfaccia e installare la sorgente di ionizzazione.</li><li>• Ottimizzare il flusso del Curtain Gas™. Fare riferimento alla <a href="#">Ottimizzazione della sorgente di ionizzazione a pagina 17</a>.</li><li>• Regolare l'estensione della punta dell'elettrodo. Fare riferimento alla <a href="#">Regolare l'estensione della punta dell'elettrodo a pagina 31</a>.</li></ul>

## Risoluzione dei problemi

Problema	Probabile causa	Azioni da intraprendere
Durante il test, la sorgente di ionizzazione non soddisfa le specifiche.	<ul style="list-style-type: none"><li>• La soluzione di test non è stata preparata correttamente.</li><li>• Lo spettrometro di massa non ha superato i test di installazione.</li></ul>	<ul style="list-style-type: none"><li>• Verificare che le soluzioni di test siano state preparate correttamente.</li><li>• Se il problema non può essere risolto, contattare il Responsabile dell'Assistenza Tecnica (FSE) per l'esecuzione dei test di installazione.</li></ul>
Il rumore di fondo è alto	<ul style="list-style-type: none"><li>• Temperature (TEM) è troppo alta.</li><li>• La velocità di flusso del gas ausiliario (GS2) è troppo alta.</li><li>• La sorgente di ionizzazione è contaminata.</li></ul>	<ul style="list-style-type: none"><li>• Ottimizzare la temperatura.</li><li>• Ottimizzare il flusso del gas ausiliario.</li><li>• Pulire o sostituire i componenti della sorgente di ionizzazione, quindi mettere a punto la sorgente e la parte frontale:<ol style="list-style-type: none"><li>1. Spostare la sonda nella posizione più lontana dalla fenditura (verticalmente e orizzontalmente).</li><li>2. Assicurarsi che il riscaldatore dell'interfaccia sia su On.</li><li>3. Infondere o iniettare una soluzione metanolo/acqua 50:50 con una portata di 1 mL/min.</li><li>4. Nel software SCIEX OS, impostare <b>TEM</b> su 650, <b>GS1</b> su <b>60</b> e <b>GS2</b> su <b>60</b>.</li><li>5. Impostare il flusso del <b>CUR</b> su <b>45</b> o <b>50</b>.</li><li>6. Far girare per un minimo di 2 ore, o ancora meglio per tutta la notte, per ottenere i risultati migliori.</li></ol></li></ul>

Problema	Probabile causa	Azioni da intraprendere
Le prestazioni della sorgente di ionizzazione sono peggiorate.	<ul style="list-style-type: none"> <li>• La sonda non è ottimizzata.</li> <li>• Il campione non era preparato a dovere o era degradato.</li> <li>• Perdite negli attacchi di entrata del campione.</li> </ul>	<ul style="list-style-type: none"> <li>• Ottimizzare la sonda. Fare riferimento a <a href="#">Ottimizzazione della sonda ESI doppia a pagina 18</a> o <a href="#">Ottimizzazione della sonda APCI doppia a pagina 21</a>.</li> <li>• Verificare che il campione sia stato preparato correttamente.</li> <li>• Verificare che gli attacchi siano serrati; sostituire se le perdite persistono. Non stringere eccessivamente gli attacchi.</li> <li>• Installare e ottimizzare una sorgente di ionizzazione alternativa. Se il problema persiste, contattare un Responsabile dell'Assistenza Clienti (FSE).</li> </ul>
Scariche ad arco o scintille.	La posizione dell'ago di scarica a corona non è corretta.	Girare l'ago di scarica corona verso la piastra Curtain e lontana dal flusso di gas ausiliario. Fare riferimento a <a href="#">Regolare la posizione dell'ago di scarica corona a pagina 23</a> .
Il segnale del calibrante è basso.	<ul style="list-style-type: none"> <li>• Il CDS non è collegato.</li> <li>• I tubi del CDS sono ostruiti.</li> </ul>	<ul style="list-style-type: none"> <li>• Verificare i collegamenti del CDS.</li> <li>• Verificare la presenza di ostruzioni nei tubi del calibrante.</li> </ul>

# Principi di funzionamento - Sorgente di ionizzazione

# A

## Modalità Ionizzazione electrospray

La sonda è posizionata centralmente tra i due riscaldatori turbo, che sono collocati con un angolo di 45 gradi su ogni lato della sonda. La combinazione tra l'effluente IonSpray™ e il gas secco, portato a temperatura dai riscaldatori turbo, è proiettata con un angolo di 90 gradi verso la fenditura della piastra Curtain.

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

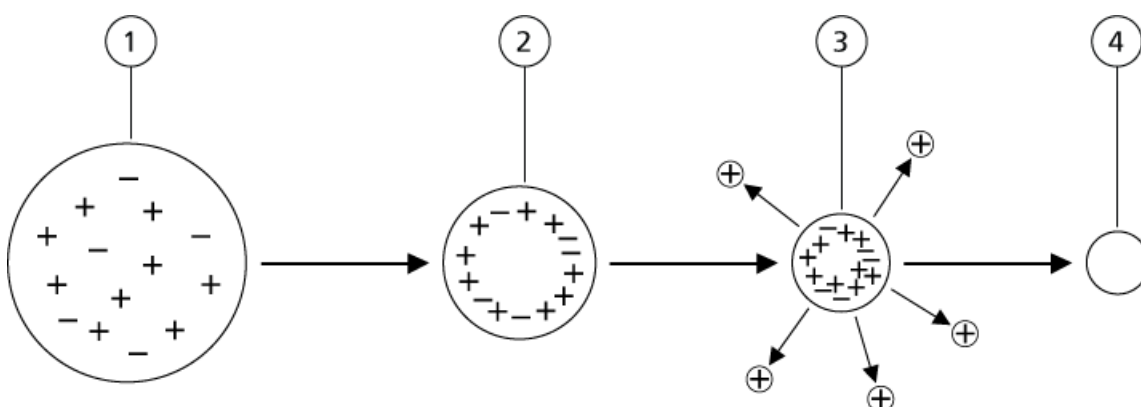
L'interazione tra la tensione di IonSpray™ e i riscaldatori turbo aiuta a concentrare il getto e aumenta il tasso di evaporazione delle goccioline, incrementando di conseguenza il segnale degli ioni. Il gas riscaldato aumenta l'efficienza dell'evaporazione degli ioni, con conseguente maggiore sensibilità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

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

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

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

Figura A-1 Evaporazione ioni



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

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

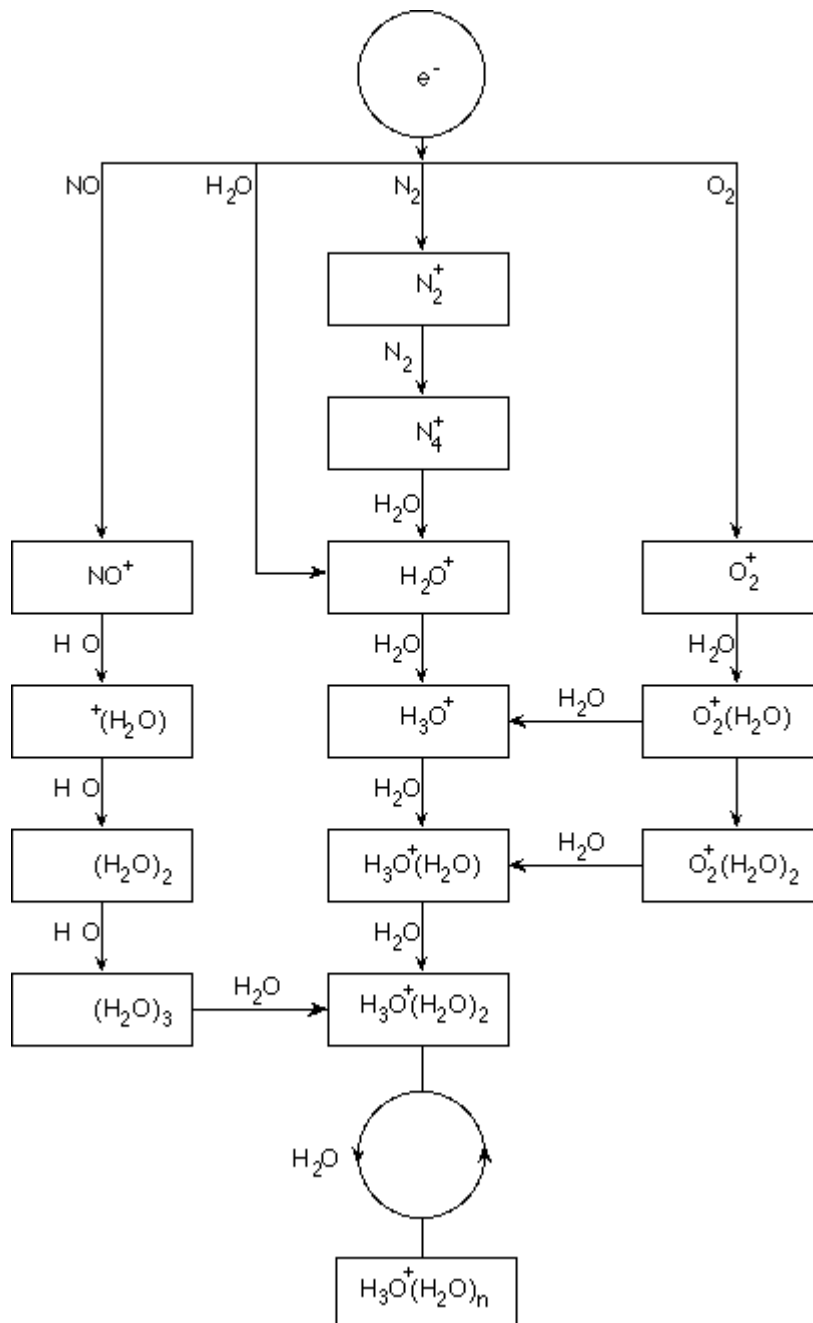
Dato che le energie di solvatazione di buona parte delle molecole organiche sono sconosciute, le sensibilità di ogni dato ione organico all'evaporazione di ionizzazione sono difficili da prevedere. L'importanza dell'energia di solvatazione è evidente, in quanto i surfattanti che si concentrano sulla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

## Modalità APCI

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

La [Figura A-2](#) mostra il flusso di reazione del processo di ionizzazione chimica a pressione atmosferica (APCI) per gli ioni reagenti positivi (i protoni idrati,  $\text{H}_3\text{O}^+[\text{H}_2\text{O}]_n$ ).

Figura A-2 Diagramma di flusso reazione APCI



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

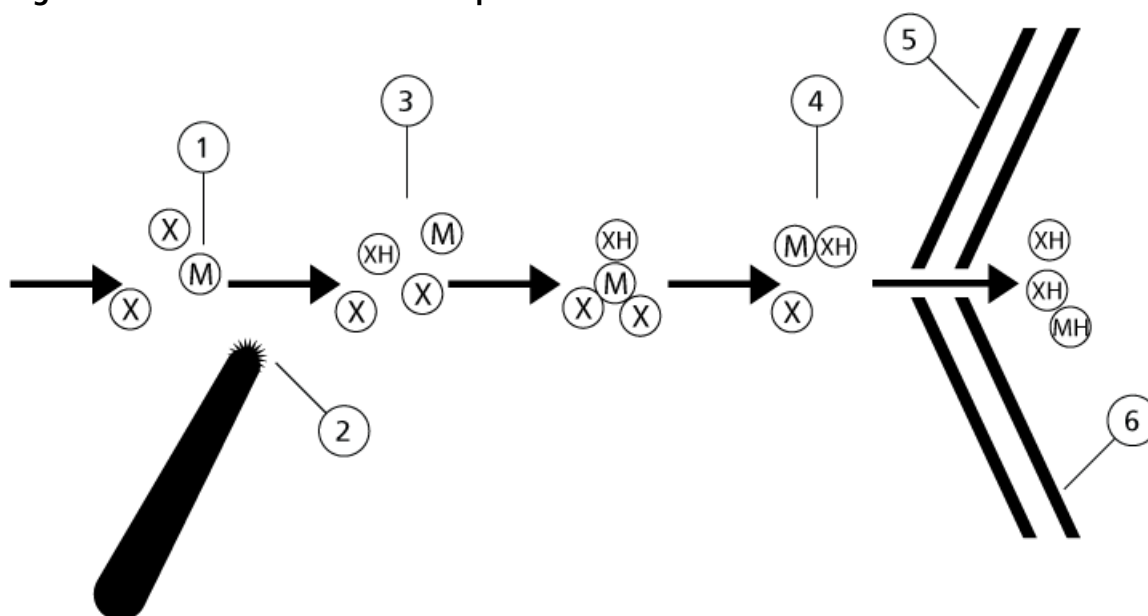
I campioni introdotti attraverso la sonda doppia APCI vengono nebulizzati, con l'aiuto di un gas nebulizzatore, nel tubo in ceramica riscaldato. All'interno del tubo le goccioline finemente disperse di campione e di solvente



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

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

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



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

x = molecole solvente; M = molecole campione

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

## Principi di funzionamento - Sorgente di ionizzazione

---

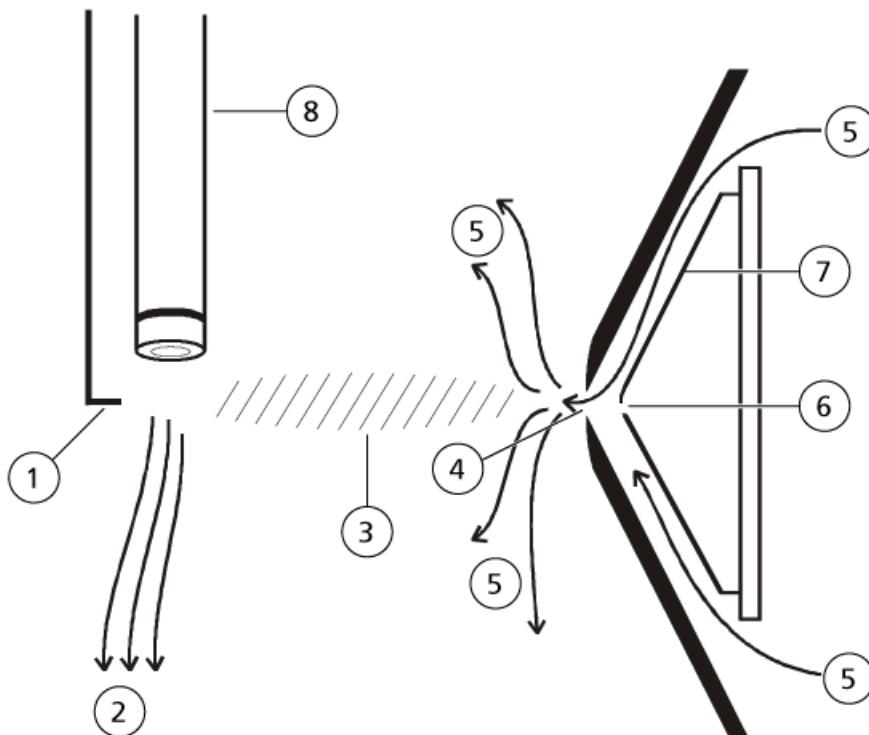
Per applicazioni in fase inversa, gli ioni reagenti sono costituiti da molecole di solvente protonate in modalità positiva e ioni di ossigeno solvatati in modalità negativa. In condizioni termodinamiche favorevoli, l'aggiunta di modificatori cambia la composizione dello ione reagente. Ad esempio l'aggiunta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

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

### Regione di ionizzazione APCI

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

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



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

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

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

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

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

# Parametri e voltaggi della sorgente

# B

## Parametri della sonda ESI doppia

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

**Tabella B-1 Ottimizzazione dei parametri per la sonda ESI doppia**

Parametri	Valori tipici			Gamma di esercizio
Velocità di flusso LC	da 5 µl/min a 50 µl/min	200 µl/min	1000 µl/min	da 5 µl/min a 3.000 µl/min
Gas 1 (nebulizergas) (GAS 1 (gas di nebulizzazione))	da 20 psi a 40 psi	da 40 psi a 60 psi	da 40 psi a 60 psi	da 0 psi a 90 psi
Gas 2 (heatergas) (Gas 2 (gas riscaldatore))	0 psi	50 psi	50 psi	da 0 psi a 90 psi
Tensione IonSpray	5500	5500 V	5500 V	5500 V
Curtain Gas <sup>TM</sup> supply (Erogazione Curtain Gas <sup>TM</sup> )	25 psi	25 psi	25 psi	da 25 psi a 50 psi
Temperature* (Temperatura)	da 0 °C a 200 °C	da 200 °C a 650 °C	da 400 °C a 750 °C	Fino a 750 °C
Declustering Potential (DP) (Potenziale di declustering) **	Positiva: 70 V Negativa: -70 V	Positiva: 70 V Negativa: -70 V	Positiva: 70 V Negativa: -70 V	Positiva: da 0 V a 400 V Negativa: da -400 V a 0 V
Sonda impostazione micrometro verticale	da 7 a 10	da 2 a 5	da 0 a 2	da 0 a 13

**Tabella B-1 Ottimizzazione dei parametri per la sonda ESI doppia (continua)**

Parametri	Valori tipici			Gamma di esercizio
	da 4 a 6	da 4 a 6	da 4 a 6	
Sonda impostazione micrometro orizzontale	da 4 a 6	da 4 a 6	da 4 a 6	da 0 a 10
<p>* I valori di temperatura ottimali dipendono dal composto e dalla composizione della fase mobile (un contenuto acquoso più elevato richiede una temperatura più alta). Zero (0) indica che non è applicata alcuna temperatura.</p> <p>** I valori DP dipendono dal composto.</p>				

## Parametri della sonda APCI doppia

**Tabella B-2 Ottimizzazione dei parametri per la sonda APCI doppia**

Parametro	Valore tipico	Gamma di esercizio
Velocità di flusso LC	1000 µl/min	da 200 µl/min a 2000 µl/min
Gas 1 (gas di nebulizzazione)	30 psi	da 0 psi a 90 psi
Curtain Gas™ supply (Erogazione Curtain Gas™)	25 psi	da 25 psi a 50 psi
Temperature*	400°C	da 100 °C a 750 °C
Nebulizer Current (Corrente del Nebulizzatore) (NC)	Positivo: 3 µA Negativo: -3 µA	Positivo: da 0 mA a 5 µA Negativo: da -5 mA a 0 µA
Declustering Potential (DP) (Potenziale di declustering)	Positiva: 60 V Negativa: -60 V	Positiva: da 0 V a 300 V Negativa: da -300 V a 0 V
Sonda impostazione micrometro verticale	4	Scala da 0 a 13
* Il valore della temperatura dipende dal composto.		

## Descrizione Parametri

Tabella B-3 Parametri dipendenti dalla sorgente

Parametro	Descrizione
Sorgente di ionizzazione Gas 1	Controlla il gas di nebulizzazione per le sonde ESI doppia, APCI doppia, TurbolonSpray® e APCI. Fare riferimento a <a href="#">Principi di funzionamento - Sorgente di ionizzazione a pagina 38</a> .
Ion Source Gas 2	Controlla il gas ausiliario per la sonda ESI. La sensibilità migliore si ottiene quando la combinazione di temperatura (TEM) e velocità di flusso del gas ausiliario (GS2) porta il solvente LC ad un punto in cui è quasi completamente vaporizzato. Per ottimizzare il GS2, incrementare il flusso per ottenere il miglior segnale o rapporto segnale-rumore se vi è un aumento significativo del rumore di fondo. Un flusso troppo elevato di gas può generare rumore o instabilità del segnale. Fare riferimento alla <a href="#">Principi di funzionamento - Sorgente di ionizzazione a pagina 38</a> .
Curtain Gas	Controlla il flusso di gas nell'interfaccia del Curtain Gas™ interfaccia. L'interfaccia del Curtain Gas è posizionata tra il separatore di interfaccia e l'orifizio. Impedisce all'aria presente nell'ambiente e alle goccioline di solvente di entrare e contaminare le ottiche ioniche, permettendo allo stesso tempo il convogliamento degli ioni campione nella camera da vuoto tramite i campi elettrici generati tra l'interfaccia di vuoto e l'ago del nebulizzatore. La contaminazione delle ottiche ioniche di ingresso riduce la trasmissione al Q0, la stabilità e la sensibilità, e aumenta inoltre il rumore di fondo.  Mantenere il flusso di Curtain Gas™ il più alto possibile senza perdere la sensibilità.
Temperature	Controlla il calore applicato al campione per vaporizzarlo. La temperatura ottimale è la temperatura più bassa alla quale il campione è completamente vaporizzato.  Ottimizzare a incrementi di 50 °C.
Temperature - Sonda ESI	Controlla la temperatura del gas ausiliario nella sonda ESI.  La sensibilità migliore si ottiene quando la combinazione di temperatura e velocità di flusso del gas ausiliario(Sorgente di ionizzazione Gas 2) porta il solvente LC a raggiungere un punto in cui è quasi completamente vaporizzato.  Quando il contenuto organico del solvente aumenta, la temperatura ottimale della sonda diminuisce. Con solventi costituiti da 100% metanolo o acetonitrile, le prestazioni della sonda possono essere ottimizzate a temperature non inferiori ai 300 °C. I solventi acquosi costituiti da 100% acqua a un flusso di circa 1000 µL/min richiedono una temperatura massima della sonda di 750 °C.  Se la temperatura è impostata a valori troppo bassi, la vaporizzazione resta incompleta e grandi e visibili goccioline sono espulse nel corpo della sorgente di ionizzazione.  Se la temperatura è impostata su valori troppo alti, il solvente può essere vaporizzato prematuramente alla punta della sonda, specialmente se la sonda è posizionata troppo in basso (da 5 mm a 13 mm).

Tabella B-3 Parametri dipendenti dalla sorgente (continua)

Parametro	Descrizione
Temperature - sonda APCI	<p>Controlla la temperatura nella sonda APCI.</p> <p>Quando il contenuto organico del solvente aumenta, la temperatura ottimale della sonda diminuisce. Con solventi costituiti da 100% metanolo o acetonitrile, le prestazioni della sonda possono essere ottimizzate a temperature non inferiori ai 400 °C a velocità di flusso di 1000 µL/min. I solventi acquosi costituiti da 100% acqua a un flusso di circa 2000 µl/min richiedono una temperatura minima della sonda di 700 °C.</p> <p>Se la temperatura è impostata a valori troppo bassi, la vaporizzazione resta incompleta e grandi e visibili goccioline sono espulse nel corpo della sorgente di ionizzazione.</p> <p>Se la temperatura è impostata su valori troppo alti, avviene la degradazione termica del campione.</p>
Nebulizer Current (Corrente del Nebulizzatore)	<p>Controlla la corrente applicata all'ago di scarica a corona nella sonda APCI. La scarica ionizza le molecole di solvente, che a loro volta ionizzano le molecole del campione. Per la sonda APCI la corrente applicata all'ago di scarica a corona ottimizzata solitamente in un intervallo piuttosto ampio (da 1 µA a 5 µA circa in modalità positiva). Ottimizzare iniziando con un valore di 1 e aumentarlo fino a raggiungere il miglior segnale o rapporto segnale-rumore. Se aumentando la corrente non si osserva alcun cambiamento nel segnale, lasciare la corrente al valore più basso che fornisce la migliore sensibilità (ad esempio, 2 µA).</p>
IonSpray Voltage (IS) (Voltaggio IonSpray)	<p>Sonda controlla la tensione applicata al nebulizzatore nella sonda ESI, che ionizza il campione nella sorgente di ionizzazione. Il valore del parametro dipende dalla polarità e influenza la stabilità del getto e la sensibilità.</p>
Riscaldatore interfaccia	<p>Questo parametro è sempre attivo per i sistemi .</p> <p>Il parametro ihe consente di attivare o disattivare il funzionamento del riscaldatore di interfaccia. Riscaldare l'interfaccia permette di massimizzare il segnale degli ioni e impedisce la contaminazione delle ottiche ioniche. A meno che il composto che si desidera analizzare sia estremamente fragile, è consigliabile riscaldare l'interfaccia.</p>

## Posizione della sonda

La posizione della sonda può influenzare la sensibilità dell'analisi. Fare riferimento a [Ottimizzazione della sorgente di ionizzazione a pagina 17](#) per ulteriori informazioni su come ottimizzare la posizione della sonda.

## Composizione dei solventi

La concentrazione standard del formiato d'ammonio o dell'acetato d'ammonio va da 2 mmol/L a 10 mmol/L per gli ioni positivi e da 2 mmol/L a 50 mmol/L per gli ioni negativi. La concentrazione degli acidi organici è

## Parametri e voltaggi della sorgente

---

compresa tra 0,1% e 0,5% in volume per la sonda ESI doppia e tra 0,1% e 2,0% in volume per la sonda APCI doppia.

I solventi comunemente impiegati sono:

- Acetonitrile
- Metanolo
- Propanolo
- Acqua

I modificatori comunemente impiegati sono:

- Acido acetico
- Acido formico
- Formiato d'ammonio
- Acetato d'ammonio

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

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



# Elenco Materiali di Consumo e Parti di Ricambio

# C

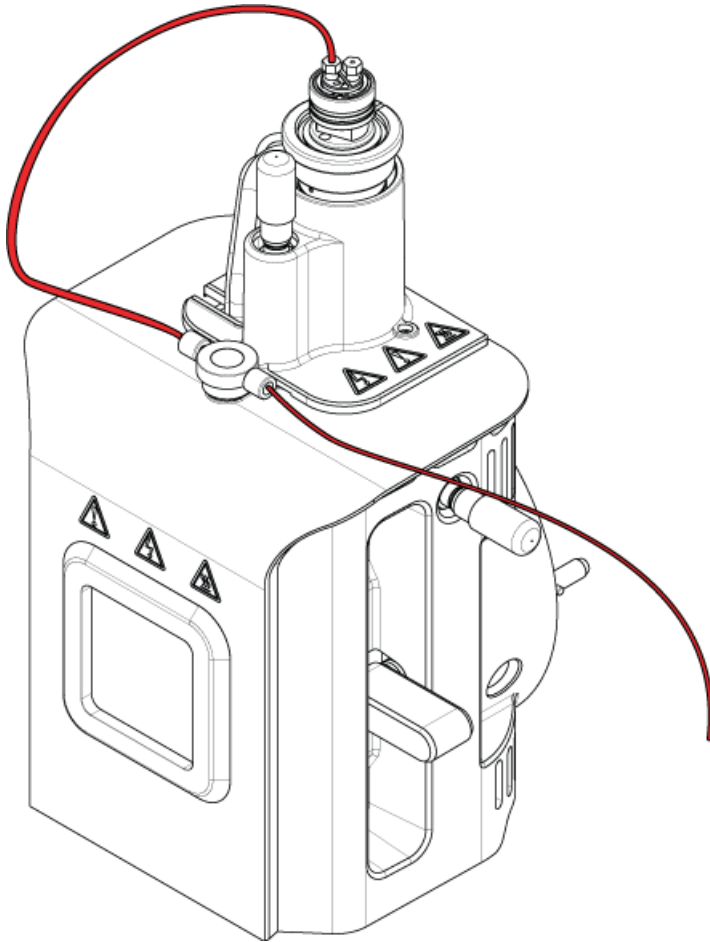
Tabella C-1 Materiali di consumo

Codice articolo	Descrizione	Quantità	Dettagli
016316	TUBE*1 16 OD X .005 BORE	cm	Tubo rosso in PEEK (d.i. [ID] da 0,0005"). Fare riferimento a <a href="#">Sostituzione del tubo del campionamento a pagina 34.</a>
016325	FITTING*PEEK 10 32 X 1 16 INCH	1	Raccordo marrone in PEEK. Fare riferimento a <a href="#">Sostituzione del tubo del campionamento a pagina 34.</a>
016485	TUBE* 1 16 OD-0.0025 INCH ID PEEK	cm	Tubo marrone chiaro in PEEK (d.i. [ID] da 0,0025"). Fare riferimento a <a href="#">Sostituzione del tubo del campionamento a pagina 34.</a>
019675	FITTING*TEE INSERT .25 BORE	1	Inserito a T (d.i. [ID] da 0,25 mm)
5044626	GRUPPO* ELETTRODO ESI DOPPIO	1	Elettrodo sonda ESI doppia
5045380	GRUPPO* ELETTRODO APCI DOPPIO	1	Elettrodo sonda APCI doppia

Tabella C-2 Ricambi

Codice articolo	Descrizione	Quantità	Dettagli
027947	FRU*KIT NEB NEEDLE	1	Ago di scarica a corona. Fare riferimento alla <a href="#">Sostituire l'Ago di Scarica a Corona a pagina 32.</a>
5041898	KIT* SONDA NEBULIZZATORE ESI DOPPIA TESTATA	1	Gruppo sonda ESI doppia
5041899	KIT* SONDA NEBULIZZATORE APCI DOPPIA TESTATA	1	Gruppo sonda APCI doppia

Figura C-1 Tubo rosso in PEEK



# Cronologia delle revisioni

---

<b>Revisione</b>	<b>Descrizione della modifica</b>	<b>Data</b>
A	Prima versione del documento.	Dicembre 2015