



Fonte de Íons Turbo V™

para sistemas SCIEX QTOF

Guia do Operador



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

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

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

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

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

A AB Sciex está fazendo negócios como SCIEX.

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

AB SCIEX™ está sendo usada sob licença.

© 2015 AB Sciex



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

Conteúdo

Cápitulo 1 Visão geral da fonte de íons.....	5
Precauções e riscos durante a operação.....	5
Modos de ionização.....	6
Modo ESI.....	6
Modo APCI.....	6
Componentes da fonte de íons.....	7
Sondas.....	8
Sonda ESI.....	8
Sonda APCI.....	9
Conexões de gás e eletricidade.....	10
Circuito de sensor da fonte de íons.....	10
Sistema de exaustão da fonte.....	11
Entre em contato conosco.....	11
Documentação relacionada.....	12
Suporte Técnico.....	12
Cápitulo 2 Instalação da fonte de íons.....	13
Preparar para instalação.....	13
Instalação da sonda.....	14
Conectar o tubo da fonte de íons.....	14
Instalar a fonte de íons no espectrômetro de massa.....	15
Exigências de entrada da amostra.....	16
Inspeccionar vazamentos.....	16
Cápitulo 3 Otimização da fonte de íons.....	17
Introdução da amostra.....	17
Método.....	17
Vazão.....	18
Otimização da sonda ESI	18
Vazão e temperatura.....	18
Configurar o sistema.....	19
Preparar o sistema.....	19
Definir as condições iniciais.....	19
Otimizar a posição da sonda de ESI.....	20
Otimizar os parâmetros e a tensão da fonte e de gás.....	20
Otimizar a Temperatura do Aquecedor Turbo.....	21
Otimização da sonda APCI	21
Configurar o sistema.....	22
Preparar o sistema.....	22
Definir as condições iniciais.....	22
Otimizações do fluxo de Gás 1 e Curtain Gas	23
Ajustar a posição da agulha de descarga corona.....	23
Otimizar a posição da sonda de APCI.....	24
Otimizar a Corrente do nebulizador.....	25
Otimizar a Temperatura da Sonda APCI.....	25

Conteúdo

Dicas para otimização.....	25
Capítulo 4 Manutenção da fonte de íons.....	27
Remoção da fonte de íons.....	28
Limpar as superfícies da fonte de íons.....	29
Limpeza das sondas.....	29
Remoção da sonda.....	29
Trocar os eletrodos.....	30
Ajustar a extensão da ponta do eletrodo.....	31
Substituição da agulha de descarga corona.....	32
Substituição do tubo de amostra.....	33
Capítulo 5 Solução de problemas.....	34
Apendice A Princípios de operação — Fonte de íons.....	37
Modo de Ionização por Eletrospray.....	37
Modo APCI.....	38
Região de ionização APCI.....	41
Apendice B Parâmetros e tensões da fonte.....	43
Parâmetros da sonda ESI.....	43
Parâmetros da sonda APCI	44
Descrições dos Parâmetros.....	44
Posição da sonda.....	46
Composição do Solvente.....	46
Apendice C Insumos e peças de reposição.....	48
Revision History.....	50

Visão geral da fonte de íons

1

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

A sonda ESI é usada para a operação no modo ESI. A sonda APCI é usada para a operação do modo APCI. A sonda padrão fornecida com a fonte de íons é a sonda ESI.

As sondas possibilitam a introdução por demanda da calibração e da amostra por meio de eletrodos independentes.

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

Precauções e riscos durante a operação

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



AVISO! Risco de Radiação, Risco Biológico ou Produto Químico Tóxico. Use a fonte de íons somente se você tiver o conhecimento, o treinamento adequado para o uso, retenção e evacuação de materiais prejudiciais ou tóxicos usados com a fonte de íons.



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



AVISO! Risco de superfície quente. Deixe a fonte de íons esfriar por pelo menos 30 minutos antes de iniciar qualquer procedimento de manutenção. Superfícies da fonte de íons e os componentes de interface de vácuo aquecem durante a operação.



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



AVISO! Risco de Radiação, Risco Biológico, Risco de Choque Elétrico ou Risco de Produto Químico Tóxico. No caso de vazamento de produto químico, revise as Fichas de Dados de Segurança quanto a instruções específicas. Certifique-se de que o sistema está em modo de espera antes de limpar um vazamento perto da fonte de íons. Use equipamento de proteção individual apropriado e lenços absorventes para conter o vazamento e descarte-os seguindo as regulamentações locais.



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



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

Modos de ionização

Modo ESI

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

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

Consulte [Modo de Ionização por Eletrospray na página 37](#).

Modo APCI

O modo APCI é adequado para:

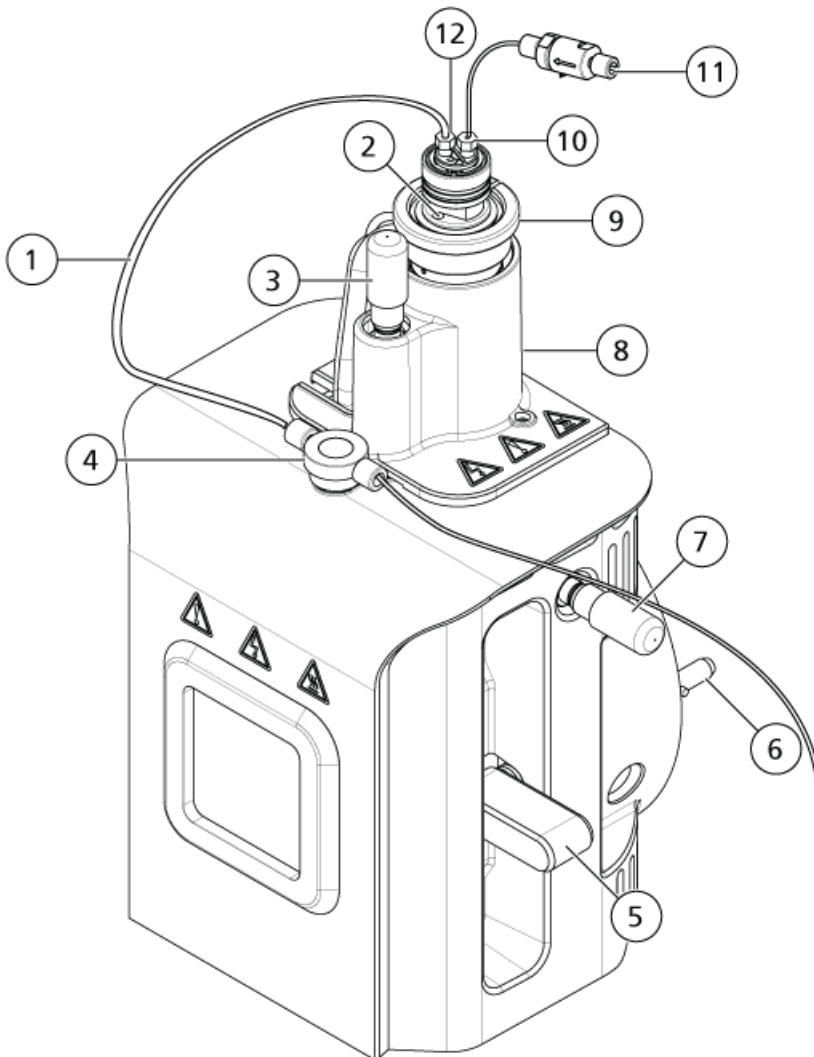
- Ionização dos compostos que não formam íons prontamente na solução. Normalmente, eles são compostos não molares.
- Criação de espectros APCI simples para os experimentos LC-MS/MS.
- Análises de alto rendimento de amostras complexas e sujas. É menos sensível aos efeitos de supressão do íon.
- Introdução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

A técnica APCI pode ser usada para compostos voláteis e instáveis, com decomposição térmica mínima. A rápida dessolvatação e vaporização das gotículas e do analito minimiza a decomposição térmica e preserva a identidade molecular para ionização por agulha de descarga corona. Os tampões são facilmente tolerados pela fonte de íons sem contaminação significativa e a rápida vaporização do efluente permite que até 100% de água seja utilizada. A sonda pode aceitar todo o efluente, sem divisão, com vazão de 50 µL/min a 3.000 µL/min (por meio de uma coluna de grande calibre).

Consulte [Modo APCI na página 38](#).

Componentes da fonte de íons

Figura 1-1 Componentes da fonte de íons



Visão geral da fonte de íons

Item	Descrição
1	Tubo de amostra
2	Parafuso de ajuste da agulha de descarga corona
3	Micrômetro do eixo Y usado para posicionar a sonda no eixo vertical para os ajustes de sensibilidade da fonte de íons
4	União de aterramento
5	Uma das duas travas que prendem a fonte de íons ao espectrômetro de massa
6	Pino guia
7	Micrômetro do eixo X usado para posicionar a sonda no eixo horizontal para os ajustes de sensibilidade da fonte de íons
8	Torre da sonda
9	Anel retentor
10	Porta de calibração com ajuste
11	Módulo de vazão, consiste em tubo de calibração e válvula de retenção
12	Porta LC (amostra) com ajuste

Sondas

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

Tabela 1-1 Especificações da Fonte de Íons

Especificação	Sonda de ESI	Sonda de APCI
Faixa de temperatura	Da temperatura ambiente até 750 °C, dependendo do fluxo de líquido	De 50 °C a 750 °C, dependendo do fluxo de líquido
Cromatografia líquida (LC)	Interfaces com qualquer sistema LC	
Gás 1 /Gás 2	Consulte o <i>Guia de Planejamento do Local</i> para o espectrômetro de massa.	

O software SCIEX OS identifica qual sonda é instalada e ativa os controles do usuário correspondentes.

Sonda ESI

A sonda ESI gêmea tem 220 mm de comprimento. Ela contém dois eletrodos de aço inoxidável com diâmetro interno (i.d.) de 100 µm (0,004 polegada) e está localizada centralmente com os dois turboaquecedores localizados a um ângulo de 45 graus para cada lado.

A fonte de amostra é conectada à porta intitulada **LC** e o calibrante é conectado à porta intitulada **Cal**. Os analitos (amostras ou calibrantes) introduzidos por meio da sonda ESI são ionizados dentro do tubo, pela aplicação de alta tensão (IonSpray voltage). Os íons são então nebulizados por um jato de ar zero comprimido, criando uma névoa de gotículas pequenas e altamente carregadas. A combinação do efluente do IonSpray e o gás seco aquecido dos turboaquecedores está projetada em um ângulo de 90 graus para a via do íon.

Figura 1-2 Partes da sonda ESI



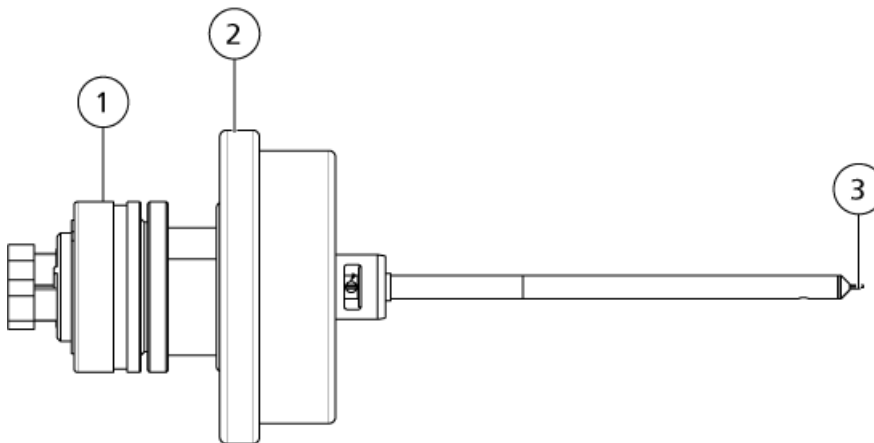
Item	Descrição
1	Porca de ajuste do eletrodo (arruela preta) que ajusta a extensão das pontas do eletrodo
2	O anel retentor que prende a sonda à torre da sonda no compartimento da fonte de íons
3	As pontas do eletrodo pelas quais a amostra ou o calibrante são pulverizados na área da entrada da amostra da fonte de íons

Sonda APCI

A sonda APCI tem 125 mm de comprimento. Ela contém dois eletrodos de aço inoxidável de diâmetro interno (i.d.) de 100 µm (0,004 polegada) rodeados por um fluxo de gás nebulizador (Gás 1).

A fonte de amostra é conectada à porta intitulada **LC** e o calibrante é conectado à porta intitulada **Cal**. Os analitos (amostras ou calibrantes) são bombeados pelo pulverizador, onde são nebulizados em um tubo de cerâmica que contém um aquecedor. A parede interna do tubo de cerâmica pode ser mantida a uma variação de temperatura de 100 °C a 750 °C e é monitorada por um sensor embutido no aquecedor. Um jato de alta velocidade do gás nebulizador flui ao redor da ponta do eletrodo para dispersar a amostra como uma névoa de partículas finas. A amostra se move através do aquecedor de vaporização de cerâmica na região de reação da fonte de íons e, em seguida, passa a agulha da descarga corona, onde as moléculas da amostra são ionizadas conforme passam pelo compartimento da fonte de íons.

Figura 1-3 Partes da sonda APCI (TBD)



Item	Descrição
1	Porca de ajuste do eletrodo (arruela preta) que ajusta a extensão das pontas do eletrodo
2	O anel retentor que prende a sonda à torre da sonda no compartimento da fonte de íons
3	As pontas do eletrodo pelas quais a amostra ou o calibrante são pulverizados na área da entrada da amostra da fonte de íons

Conexões de gás e eletricidade

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

Circuito de sensor da fonte de íons

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

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

Sistema de exaustão da fonte



AVISO! Risco de Radiação, Risco Biológico ou Produto Químico Tóxico. Certifique-se de que o sistema do exaustor da fonte está conectado e funcionando, para remover com segurança o exaustor do vapor da amostra do ambiente de laboratório. Para requisitos para o sistema do exaustor fonte, consulte o *Guia de Planejamento do Local*.



AVISO! Risco de Radiação, Risco Biológico ou Produto Químico Tóxico. Ventile o sistema do exaustor da fonte para uma chaminé dedicada ao laboratório ou uma ventilação externa para evitar a liberação de vapores perigosos no ambiente do laboratório.



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

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

Uma válvula de vácuo montada no circuito do exaustor mede o vácuo da fonte. Se a fonte de íons se levantar acima do ponto definido, enquanto a sonda é instalada, então o sistema entra em estado de falha de exaustão (Não operacional).

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

Entre em contato conosco

Suporte SCIEX

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

Treinamento ao Consumidor

- Na América do Norte: NA.CustomerTraining@sciex.com
- Na Europa: Europe.CustomerTraining@sciex.com

Visão geral da fonte de íons

- Fora da União Europeia e da América do Norte, visite sciex.com/education para maiores informações e contato.

Centro de Aprendizagem Online

- training.sciex.com

Documentação relacionada

A documentação referente ao espectrômetro de massa pode ser encontrada no DVD de *Referência do Cliente*.

A documentação para a fonte de íons pode ser encontrada no DVD de *Referência do Cliente*.

Suporte Técnico

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

Instalação da fonte de íons

2



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

A fonte de íons está conectada à interface a vácuo e é mantida no lugar pelas duas travas da fonte. O interior da fonte de íons é visível pela janela de vidro temperado na frente da fonte de íons.

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

Materiais necessários

- Fonte de íons
- Sonda ESI
- Sonda APCI (opcional)
- Chave inglesa 1/4
- Kit de insumos da fonte de íons

Preparar para instalação



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

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

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

Para melhor desempenho e estabilidade, a ponta do eletrodo mais curto deve estender entre 0,5 mm e 1,0 mm da extremidade da sonda. Consulte [Ajustar a extensão da ponta do eletrodo na página 31](#).

Instalação da sonda

Procedimentos de pré-requisito

- [Remoção da fonte de íons na página 28](#)



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

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

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

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

Se a sonda não estiver instalada corretamente na fonte de íons, então a potência de alta tensão do espectrômetro de massa e o sistema do exaustor da fonte serão desligados.

1. Insira a sonda na torre. Alinhe o orifício da sonda com o parafuso de ajuste da agulha de descarga corona no topo da fonte de íons. Consulte [Componentes da fonte de íons na página 7](#).
2. Empurre-o com cuidado na sonda até que os contatos se encaixem com aqueles da torre.
3. Gire o anel retentor sobre a sonda, empurre-o para baixo para engatar seus fios com os fios na torre e, em seguida, aperte o anel.
4. Somente para a sonda APCI, certifique-se de que a ponta da agulha da descarga corona da sonda esteja apontada para a abertura placa do gás de cortina. Consulte [Ajustar a posição da agulha de descarga corona na página 23](#).

Conectar o tubo da fonte de íons



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



AVISO! Risco de Radiação, Risco Biológico ou Produto Químico Tóxico. Certifique-se de que a porca do tubo de amostra está devidamente apertada antes de operar este equipamento pra evitar vazamento.

[Componentes da fonte de íons na página 7.](#)

1. Coloque um pedaço de 30 cm do tubo PEEK vermelho na porca do tubo de amostra.
2. Instale a porca do tubo de amostra na porta LC no topo da sonda e, em seguida, aperte a porca do tubo de amostra o máximo possível manualmente. Use uma chave inglesa 1/4 para apertar um quarto a mais.
A sonda tem duas portas. Use a porta intitulada **LC**.
3. Conecte a outra extremidade do tubo à união de aterramento da fonte de íons.
4. Conecte o tubo de calibração à porta intitulada **CAL**.

Instalar a fonte de íons no espectrômetro de massa



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



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

Se a sonda da fonte de íons não está instalada corretamente, então a fonte de alimentação de alta voltagem não está disponível.

1. Certifique-se de que as travas da fonte de íons de cada lado da fonte estejam voltadas para cima na posição de 12 horas. Consulte [Componentes da fonte de íons na página 7.](#)
2. Alinhe a fonte de íons com a interface de vácuo, certificando-se de que as travas na fonte de íons estejam alinhadas com os soquetes na interface de vácuo.
3. Empurre a fonte de íons suavemente contra a interface de vácuo e, em seguida, gire as travas da fonte de íons para baixo para travar no lugar.
O espectrômetro de massa reconhece a fonte de íons e mostra a identificação no software SCIEX OS.
4. Conecte o tubo PEEK vermelho do dispositivo de fornecimento da amostra à união de aterramento da fonte de íons.

Exigências de entrada da amostra

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

Inspecionar vazamentos



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

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



AVISO! Risco de Radiação, Risco Biológico ou Produto Químico Tóxico. Use a fonte de íons somente se você tiver o conhecimento, o treinamento adequado para o uso, retenção e evacuação de materiais prejudiciais ou tóxicos usados com a fonte de íons.



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



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

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

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

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

Introdução da amostra

Método

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

Vazão

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

Otimização da sonda ESI



AVISO! Risco de Radiação, Risco Biológico ou Produto Químico Tóxico. Certifique-se de que o sistema do exaustor esteja conectado e funcionando e que haja uma boa ventilação geral no laboratório. A ventilação laboratorial adequada é necessária para controlar as emissões de amostra e de solventes e para fornecer operação segura do espectrômetro de massa.



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

CUIDADO: Danos potenciais ao sistema. Se o sistema de HPLC conectado ao espectrômetro de massa não é controlado pelo software, não deixe o espectrômetro de massa sozinho enquanto ele estiver em operação. O sistema HPLC pode inundar a fonte de íons quando o espectrômetro de massa entra em modo de espera.

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

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

Vazão e temperatura

A vazão de introdução da sonda e a composição do solvente de amostra afetam a temperatura ideal da sonda ESI. Uma vazão mais alta ou um teor aquoso mais alto a temperatura ideal será mais alta.

A sonda ESI normalmente é usada com vazões de amostra de 40 µL/min a 1000 µL/min. O calor é utilizado para aumentar a taxa de evaporação que melhora a eficiência de ionização, resultando em mais sensibilidade. Vazões extremamente baixas de solvente altamente orgânico, normalmente, não exigem temperaturas mais altas. Consulte [Parâmetros e tensões da fonte na página 43](#).

Configurar o sistema

1. Configure a bomba de LC para fornecer a fase móvel na vazão necessária. Consulte [Parâmetros e tensões da fonte na página 43](#).
2. Conecte a união de aterramento a fonte de íons para uma bomba de LC, por meio de um injetor equipado com um loop de 5 µL ou para um amostrador.
3. Se o amostrador automático for usado, configure-o para diversas injeções.

Preparar o sistema

1. Inicie o software SCIEX OS.
2. Abra um método previamente otimizado ou crie um método baseado nos compostos
3. Se a fonte de íon pôde esfriar, então faça o seguinte.
 - a. Defina o parâmetro **Temperature** (Temperatura) para **450**.
 - b. Deixe a fonte de íons aquecer por 30 minutos.
A fase de aquecimento de 30 minutos impede a condensação de vapores de solventes na sonda fria.
4. Inicie o fluxo da amostra e a injeção da amostra.

Definir as condições iniciais

1. Digite um valor inicial para **Ion Source Gas 1**.
Para bombas LC, use um valor entre 40 e 60 para Gas 1.
2. Digite um valor inicial para **Ion Source Gas 2**.
Para bombas LC, use um valor entre 30 e 50 para Gas 2.

Nota: O Gás 2 é usado como taxas de vazão maiores, geralmente com um sistema LC e em conjunto com a temperatura elevada.

3. Digite o valor apropriado no campo **IonSpray Voltage** .
 - Modo positivo: **5500**
 - Modo negativo: **-4500**
4. Digite **25** no campo **Curtain Gas (Gás da Cortina)**.
5. Inicie a aquisição.

Otimizar a posição da sonda de ESI



AVISO! Risco de Radiação, Risco Biológico ou Produto Químico Tóxico. Verifique se o eletrodos saem da ponta da sonda para evitar que vapores perigosos escapem da fonte. O eletrodo não deve ser suspenso dentro da sonda.

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

1. Olhe através da janela do compartimento da fonte de íons para visualizar a posição da sonda.
2. Use as configurações do micrômetro horizontal e vertical anteriores ou defina-o para **5** como uma posição de partida.
3. Monitore o sinal ou a relação entre sinal e ruído dos analitos no software SCIEX OS.
4. Use o micrômetro horizontal para ajustar a posição da sonda em pequenos incrementos para alcançar o melhor sinal ou a razão entre sinal e ruído.

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

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

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

6. Use a tampa de ajuste do eletrodo preto na sonda para ajustar a projeção da ponta do eletrodo. Consulte [Ajustar a extensão da ponta do eletrodo na página 31](#).

Nota: Veja se os dois eletrodos se projetam pela sonda.

Dica! Direcione spray líquido da sonda de ESI para longe da abertura a fim de evitar a contaminação; para prevenir a perfuração na fluidez de Curtain Gas™ que pode criar um sinal instável; e para evitar curto-circuito em consequência da presença do líquido.

Otimizar os parâmetros e a tensão da fonte e de gás

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

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

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

1. Ajuste o **Gás 1 da fonte de íons** e o **Gás da fonte de íons** em incrementos de 5 para alcançar o melhor sinal e a melhor relação entre sinal e ruído.
2. Aumente o valor no campo **Curtain Gas** até o sinal começar a decair.

Nota: Para prevenir contaminação, use o maior volume para CUR possível sem sacrificar a sensibilidade. Não configure o CUR com valores menores que 25. Isto ajuda a prevenir a penetração do fluxo do Curtain Gas™ o qual pode gerar um sinal ruidoso; evitar contaminação da abertura e aumentar a proporção sinal/ruído total.

3. Ajuste a tensão de **Ion Spray** em incrementos de 500 V até maximizar a relação entre sinal e ruído.

Otimizar a Temperatura do Aquecedor Turbo

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

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

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

Otimização da sonda APCI



AVISO! Risco de Radiação, Risco Biológico ou Produto Químico Tóxico. Certifique-se de que o sistema do exaustor esteja conectado e funcionando e que haja uma boa ventilação geral no laboratório. A ventilação laboratorial adequada é necessária para controlar as emissões de amostra e de solventes e para fornecer operação segura do espectrômetro de massa.



AVISO! Risco de Radiação, Risco Biológico ou Produto Químico Tóxico. Verifique se o eletrodos saem da ponta da sonda para evitar que vapores perigosos escapem da fonte. O eletrodo não deve ser suspenso dentro da sonda.

Otimização da fonte de íons

CUIDADO: Danos potenciais ao sistema. Se o sistema de HPLC conectado ao espectrômetro de massa não é controlado pelo software, não deixe o espectrômetro de massa sozinho enquanto ele estiver em operação. O sistema HPLC pode inundar a fonte de íons quando o espectrômetro de massa entra em modo de espera.

Consulte [Parâmetros da sonda APCI na página 44](#).

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

Nota: Ao usar a sonda APCI, tenha certeza que a agulha de descarga corona esteja apontada em direção à abertura.

Configurar o sistema

1. Configure a bomba de LC para fornecer a fase móvel na vazão necessária. Consulte [Parâmetros e tensões da fonte na página 43](#).
2. Conecte a união de aterramento a fonte de íons para uma bomba de LC, por meio de um injetor equipado com um loop de 5 µL ou para um amostrador.
3. Se o amostrador automático for usado, configure-o para diversas injeções.

Preparar o sistema

1. Inicie o software SCIEX OS.
2. Abra um método previamente otimizado ou crie um método baseado nos compostos
3. Se a fonte de íon pôde esfriar, então faça o seguinte.
 - a. Defina o parâmetro **Temperature** (Temperatura) para **450**.
 - b. Deixe a fonte de íons aquecer por 30 minutos.
A fase de aquecimento de 30 minutos impede a condensação de vapores de solventes na sonda fria.
4. Inicie o fluxo da amostra e a injeção da amostra.

Definir as condições iniciais

1. Digite **30** no campo **Ion Source Gas 1 (GS1)**.
2. No campo **Curtain Gas (CUR)**, digite o valor apropriado para o espectrômetro de massa.

Tabela 3-1 Valores do Parâmetro CUR

Espectrômetro de Massas	Valor Inicial
Sistemas 3200, 3500, 4000 e 4500	20
Sistemas 5000 e 5500	25
Sistemas 6500 e 6500 ⁺	30
Sistemas TripleTOF [®]	20 a 25, dependendo da vazão

3. Digite **1** no campo **Nebulizer Current (NC)**.
4. Inicie a aquisição.

Otimizações do fluxo de Gás 1 e Curtain Gas[™]

1. Ajuste o **Gás 1 da fonte de íons** em incrementos de cinco para alcançar o melhor sinal e a melhor relação entre sinal e ruído.
2. Aumente o parâmetro **Curtain Gas** até que o sinal comece a decair.

Nota: Para prevenir contaminação, use o maior volume para CUR possível sem sacrificar a sensibilidade. Não configure o CUR com valores menores que 25. Isto ajuda a prevenir a penetração do fluxo do Curtain Gas[™] o qual pode gerar um sinal ruidoso; evitar contaminação da abertura e aumentar a proporção sinal/ruído total.

Ajustar a posição da agulha de descarga corona

Materiais necessários

- Chave de fenda isolada



AVISO! Risco de Choque Elétrico. Siga este procedimento para evitar contato com altas voltagens aplicadas à agulha de descarga corona, placa do gás de cortina e turbo aquecedores.

Ao usar a sonda APCI, tenha certeza de que a agulha de descarga corona esteja apontada em direção à abertura.

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

Otimizar a posição da sonda de APCI

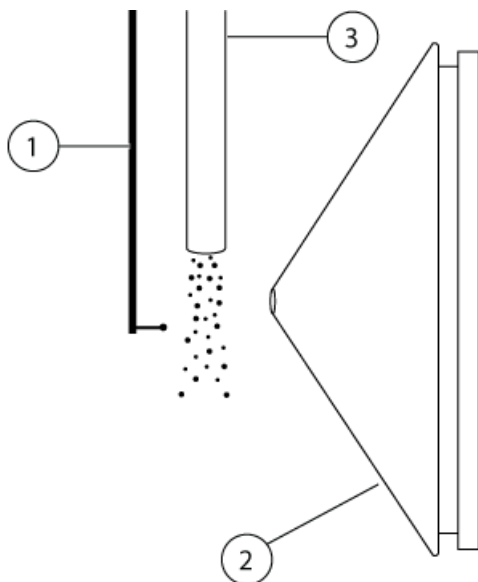


AVISO! Risco de Radiação, Risco Biológico ou Produto Químico Tóxico. Verifique se o eletrodos saem da ponta da sonda para evitar que vapores perigosos escapem da fonte. O eletrodo não deve ser suspenso dentro da sonda.

Certifique-se que a abertura da placa do gás de cortina continua livre de solvente ou gotículas de solvente por todo o tempo.

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

Figura 3-1 Posição do Bico do Pulverizador



Item	Descrição
1	Agulha de descarga corona
2	Placa de gás de cortina
3	Sonda APCI

1. Use as configurações anteriores dos micrômetros horizontal e vertical ou as defina como 5 como posição inicial.

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

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

Nota: Ajuste o micrômetro horizontal até que a sensibilidade adequada seja alcançada tanto pelos íons de amostra como de calibração.

4. Use o micrômetro vertical para ajustar a sonda em pequenos incrementos para alcançar o melhor sinal ou a razão entre sinal e ruído.
5. Ajuste a rosca preta do eletrodo na sonda para mover o tubo do eletrodo dentro do tubo da sonda. Consulte [Ajustar a extensão da ponta do eletrodo na página 31](#).

Nota: Veja se os dois eletrodos se projetam pela sonda.

Otimizar a Corrente do nebulizador

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

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

Otimizar a Temperatura da Sonda APCI

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

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

Dicas para otimização

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

- Use a temperatura mais alta possível quando otimizar os compostos. Uma temperatura de 700 °C é comum para muitos compostos. Temperaturas altas ajudam a manter a fonte de íons limpa e a reduzir o ruído de fundo.

Otimização da fonte de íons

- Use a vazão mais alta de Curtain Gas™ (CUR) possível sem reduzir o sinal. Isso ajuda a:
 - Evitar a penetração do fluxo de Curtain Gas™, que pode produzir um sinal ruidoso.
 - Prevenir a contaminação da entrada do espectrômetro de massas.
 - Aumentar a razão geral entre sinal e ruído.
- Afaste o spray do líquido da sonda da abertura a fim de:
 - Prevenir a contaminação da entrada do espectrômetro de massas.
 - Evitar perfurar o fluxo do Curtain Gas™, que pode criar um sinal instável.
 - Evitar curto-circuito devido à presença do líquido.
- Use a menor tensão possível de IonSpray™ sem perder o sinal. Concentre-se na razão entre sinal e ruído, não apenas no sinal.

Manutenção da fonte de íons

4

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



AVISO! Risco de superfície quente. Deixe a fonte de íons esfriar por pelo menos 30 minutos antes de iniciar qualquer procedimento de manutenção. Superfícies da fonte de íons e os componentes de interface de vácuo aquecem durante a operação.



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



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



AVISO! Risco de Radiação, Risco Biológico, Risco de Choque Elétrico ou Risco de Produto Químico Tóxico. No caso de vazamento de produto químico, revise as Fichas de Dados de Segurança quanto a instruções específicas. Certifique-se de que o sistema está em modo de espera antes de limpar um vazamento perto da fonte de íons. Use equipamento de proteção individual apropriado e lenços absorventes para conter o vazamento e descarte-os seguindo as regulamentações locais.



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



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

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

- Compostos testados

Manutenção da fonte de íons

- Limpeza dos métodos de preparação
- Quantidade de tempo que uma sonda ociosa contém uma amostra
- Tempo total de execução do sistema

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

Certifique-se de que a fonte de íons instalada esteja totalmente vedada ao espectrômetro de massa, sem evidência de vazamento de gás. Sempre inspecione se há vazamentos na fonte de íons e conexões. Limpe regularmente os componentes da fonte de íons para manter em boa condição de trabalho.

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

Materiais necessários

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

Remoção da fonte de íons

Nota: Nitrogênio continua a fluir a 9 L/min enquanto o espectrômetro de massa estiver ligado.

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

1. Interrompa quaisquer varreduras em andamento.
2. Desligue o fluxo de amostra.
3. No software SCIEX OS, clique em **Standby (Modo de espera)** no painel de status.
4. Aguarde pelo menos 30 minutos para que a fonte de íons esfrie.
5. Desconecte a porca do tubo de amostra da união de aterramento.
6. Desconecte o tubo de calibração da válvula de retenção.
7. Gire as duas travas da origem para cima até a posição de 12 horas para destravar a fonte de íons.
8. Puxe a fonte de íons delicadamente da interface a vácuo.

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

Limpar as superfícies da fonte de íons

Procedimentos de Pré-requisito

- [Remoção da fonte de íons na página 28](#)



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

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

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

Limpeza das sondas

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

1. Altere para uma fase móvel que seja água 1:1: acetonitrila ou água 1:1: metanol.
2. Ajuste a posição da sonda de forma que fique o mais longe possível do orifício.
3. No software SCIEX OS, no espaço de trabalho **MS Methods** (Método de MS), faça o seguinte:
 - a. Ajuste a **Temperature** (Temperatura) entre **500** e **600**.
 - b. Ajuste **Ion Source Gas 1** (Gás da fonte de íons 1) e **Ion Source Gas 2** (Gás da fonte de íons 2) para, pelo menos, **40**.
 - c. Ajuste o **Curtain Gas** (Gás de cortina) para a configuração mais alta possível.
 - d. Espere até que o ponto **Temperature** (Temperatura) seja atingido.
4. Certifique-se que a sonda e o tubo de amostra são lavados completamente.

Remoção da sonda

Procedimentos de Pré-requisito

- [Remoção da fonte de íons na página 28](#)



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

Manutenção da fonte de íons

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

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

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

Trocar os eletrodos

Procedimentos de Pré-requisito

- [Remoção da fonte de íons na página 28](#)
- [Remoção da sonda na página 29](#)



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



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

A sonda contém eletrodos. Troque os eletrodos quando houver queda de desempenho.

Este procedimento se aplica as sondas de ESI e APCI.

1. Remova a porca de ajuste do eletrodo e remova os eletrodos.
2. Instale os eletrodos na sonda e aperte a porca de ajuste do eletrodo.
3. Instale a sonda. Consulte [Instalação da sonda na página 14](#).
4. Conecte o tubo de amostra.
5. Conecte o tubo de calibração.
6. Instale a fonte de íons no espectrômetro de massa. Consulte [Instalação da fonte de íons na página 13](#).
7. Ajuste a extensão da ponta do eletrodo. Consulte [Ajustar a extensão da ponta do eletrodo na página 31](#).

Ajustar a extensão da ponta do eletrodo



AVISO! Risco de Radiação, Risco Biológico ou Produto Químico Tóxico. Verifique se o eletrodos saem da ponta da sonda para evitar que vapores perigosos escapem da fonte. O eletrodo não deve ser suspenso dentro da sonda.

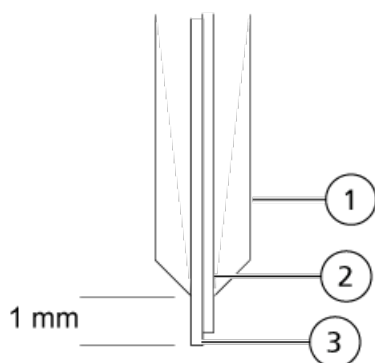


AVISO! Risco de perfuração. Tome cuidado ao manusear o eletrodo. A pontas do eletrodos são extremamente afiadas.

Ajuste a extensão da ponta do eletrodo para melhor desempenho. A configuração ótima depende do composto. A distância até onde a ponta do eletrodo da amostra se projeta afeta o formato do cone do spray, e o formato do cone do spray afeta a sensibilidade do espectrômetro de massa.

- Ajuste a tampa preta do eletrodo no topo da sonda para alongar ou retrain a ponta do eletrodo. A ponta do eletrodo da amostra deve se projetar pelo menos a 1,0 mm da extremidade da sonda.

Figura 4-1 Ajuste da Extensão da ponta do eletrodo



Item	Descrição
1	Sonda
2	Eletrodo de calibração
3	Eletrodo da amostra

Nota: Veja se os dois eletrodos se projetam pela sonda.

Substituição da agulha de descarga corona

Procedimentos de Pré-requisito

- [Remoção da fonte de íons na página 28](#)
- [Remoção da sonda na página 29](#)



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

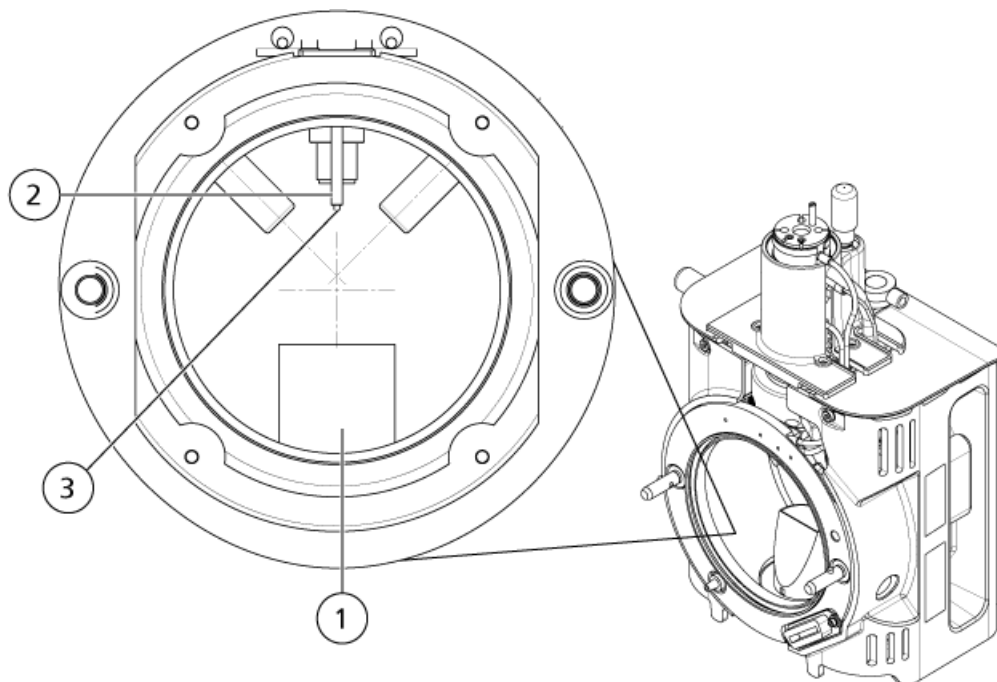


AVISO! Risco de perfuração. Manuseie a agulha com cuidado. A ponta da agulha é extremamente afiada.

A ponta da agulha de descarga corona pode ficar demasiadamente corroída de forma que deve ser cortada da agulha. Se isso ocorrer, substitua toda a agulha de descarga corona.

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

Figura 4-2 Agulha de descarga corona



Item	Descrição
1	Saída do exaustor
2	Tubo de aquecimento de cerâmica
3	Ponta da agulha da descarga corona

2. Enquanto segura a ponta da agulha de descarga corona entre o polegar e o dedo indicador e a agulha de descarga corona com a outra mão, gire a ponta da agulha da descarga corona no sentido anti-horário para afrouxar e, em seguida remova suavemente a ponta.
3. Insira o máximo possível da nova agulha através da saída do exaustor no tubo de aquecimento de cerâmica.
4. Segurando uma nova ponta entre o polegar e o dedo indicador e a agulha de descarga corona com a outra mão, gire a ponta da agulha da descarga corona no sentido horário para instalar a ponta.
5. Insira a sonda e, em seguida, instale a fonte de íons no espectrômetro de massa. Consulte [Instalação da fonte de íons na página 13](#).

Substituição do tubo de amostra

Procedimentos de Pré-requisito

- Pare o fluxo da amostra e certifique-se de que qualquer gás restante tenha sido removido por meio do sistema de exaustão da fonte.
- [Remoção da fonte de íons na página 28](#).



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

Nota: Para substituir o tubo de calibração, consulte o *Guia do Usuário do Sistema*.

Use o seguinte procedimento para substituir o tubo de amostra se ele estiver entupido.

1. Desconecte o tubo de amostra da sonda e da união de aterramento.
2. Substitua o tubo de amostra com o mesmo comprimento de tubo usado anteriormente.
3. Instale a fonte de íons. Consulte [Instalação da fonte de íons na página 13](#).
4. Inicie o fluxo da amostra.

Sinal	Causa possível	Ação Corretiva
O software SCIEX OS reporta que o espectrômetro de massa entrou em estado de erro.	<ul style="list-style-type: none">A sonda não está instalada.A sonda não está conectada de maneira firme.	<ul style="list-style-type: none">Instale a sonda. Consulte Instalação da sonda na página 14.Reinstale a sonda:<ol style="list-style-type: none">Remova a sonda. Consulte Remoção da sonda na página 29.Instale a sonda certificando-se de apertar o anel retentor de maneira firme. Consulte Instalação da sonda na página 14.
O spray não está uniforme.	O eletrodo está bloqueado.	Troque o eletrodo. Consulte Trocar os eletrodos na página 30 .
A sensibilidade é reduzida.	<ul style="list-style-type: none">Os componentes da interface (extremidade frontal) estão sujos.Vapor do solvente ou outros compostos desconhecidos estão presentes na região do analisador.O eletrodo mais curto não está se projetando para fora da sonda.	<ul style="list-style-type: none">Limpe os componentes da interface e, em seguida, instale a fonte de íons.Otimize a vazão da Curtain Gas™. Consulte Otimização da fonte de íons na página 17.Ajustar a extensão da ponta do eletrodo. Consulte Ajustar a extensão da ponta do eletrodo na página 31.
Durante os testes, a fonte de íons não atende às especificações.	<ul style="list-style-type: none">A solução de teste não foi preparada corretamente.O espectrômetro de massa não passou nos testes de instalação.	<ul style="list-style-type: none">Confirme que as soluções de teste foram preparadas corretamente.Se o problema não for resolvido, contate a FSE para fazer os testes de instalação.

Sinal	Causa possível	Ação Corretiva
O ruído de fundo é alto.	<ul style="list-style-type: none"> • A temperatura (TEM) está muito alta. • A vazão do gás do aquecedor (GS2) é excessivamente alta. • A fonte de íons está contaminada. 	<ul style="list-style-type: none"> • Otimize a temperatura. • Otimize a vazão de gás do aquecedor. • Limpe ou troque os componentes da fonte de íons, depois condicione a fonte de íons e a extremidade frontal: <ol style="list-style-type: none"> 1. Mova as sondas para a posição mais afastada da abertura (nas orientações vertical e horizontal). 2. Certifique-se que Interface heater (Aquecedor de interface) está ligado. 3. Faça a infusão ou injete metanol:água 50:50 com uma vazão de bomba de 1 mL/min. 4. No software SCIEX OS, defina TEM como 650, GS1 como 60 e GS2 como 60. 5. Defina a vazão de CUR para 45 ou 50. 6. Execute durante pelo menos 2 horas ou, de preferência, durante a noite, para obter melhores resultados.

Solução de problemas

Sinal	Causa possível	Ação Corretiva
O desempenho da fonte de íons degradou.	<ul style="list-style-type: none">• A sonda não está otimizada.• A amostra não foi preparada corretamente ou a amostra degradou.• As conexões de entrada da amostra estão vazando.	<ul style="list-style-type: none">• Otimize a sonda. Consulte Otimização da sonda ESI na página 18 ou Otimização da sonda APCI na página 21.• Confirme se a amostra foi preparada corretamente.• Verifique se os ajustes estão apertados e substitua-os se o vazamento continuar. Não aperte demais os ajustes.• Instale e otimize uma fonte de íons alternativa. Se o problema persistir, entre em contato com uma FSE.
Ocorrência arco elétrico ou faíscas.	A posição da agulha de descarga corona está incorreta.	Gire a agulha de descarga corona em direção à placa do gás de cortina e longe do vapor do gás aquecedor. Consulte Ajustar a posição da agulha de descarga corona na página 23 .
O sinal do calibrante está pouco intenso.	<ul style="list-style-type: none">• O CDS não está conectado.• O tubo do CDS está entupido.	<ul style="list-style-type: none">• Verifique as conexões do CDS.• Inspeccione se há entupimento nos tubos de calibração.

Princípios de operação — Fonte de íons

A

Modo de Ionização por Eletrospray

A sonda está localizada no centro entre os dois turboaquecedores, que são colocados em um ângulo de 45 graus em relação a sonda. A combinação do efluente do IonSpray™ e gás seco aquecido dos turboaquecedores é projetada em um ângulo de 90 graus em relação à abertura na placa do gás de cortina.

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

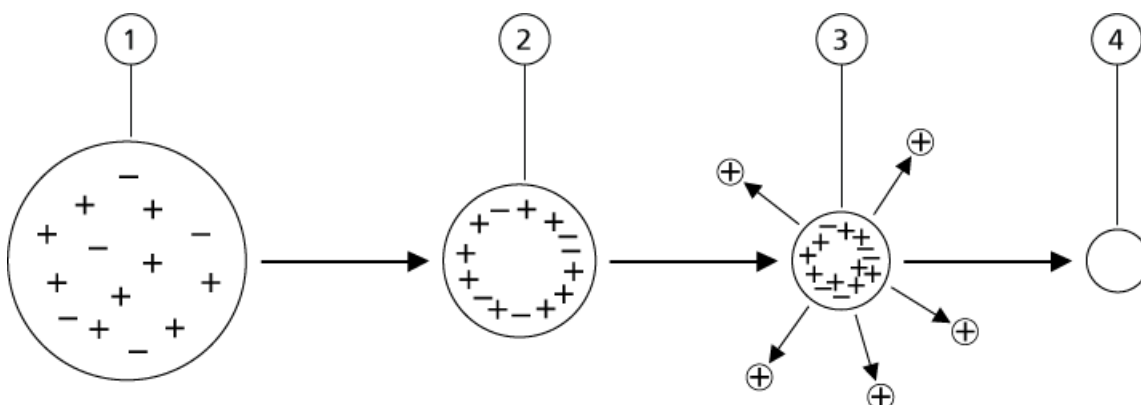
A interação da voltagem do IonSpray™ e dos turboaquecedores ajuda a concentrar o fluxo e aumentar a taxa de evaporação da gotícula, resultando em um sinal do íon mais intenso. O gás aquecido aumenta a eficiência da evaporação de íons, resultando em mais sensibilidade e capacidade de manusear vazões mais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

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

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

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

Figura A-1 Evaporação do Íon



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

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

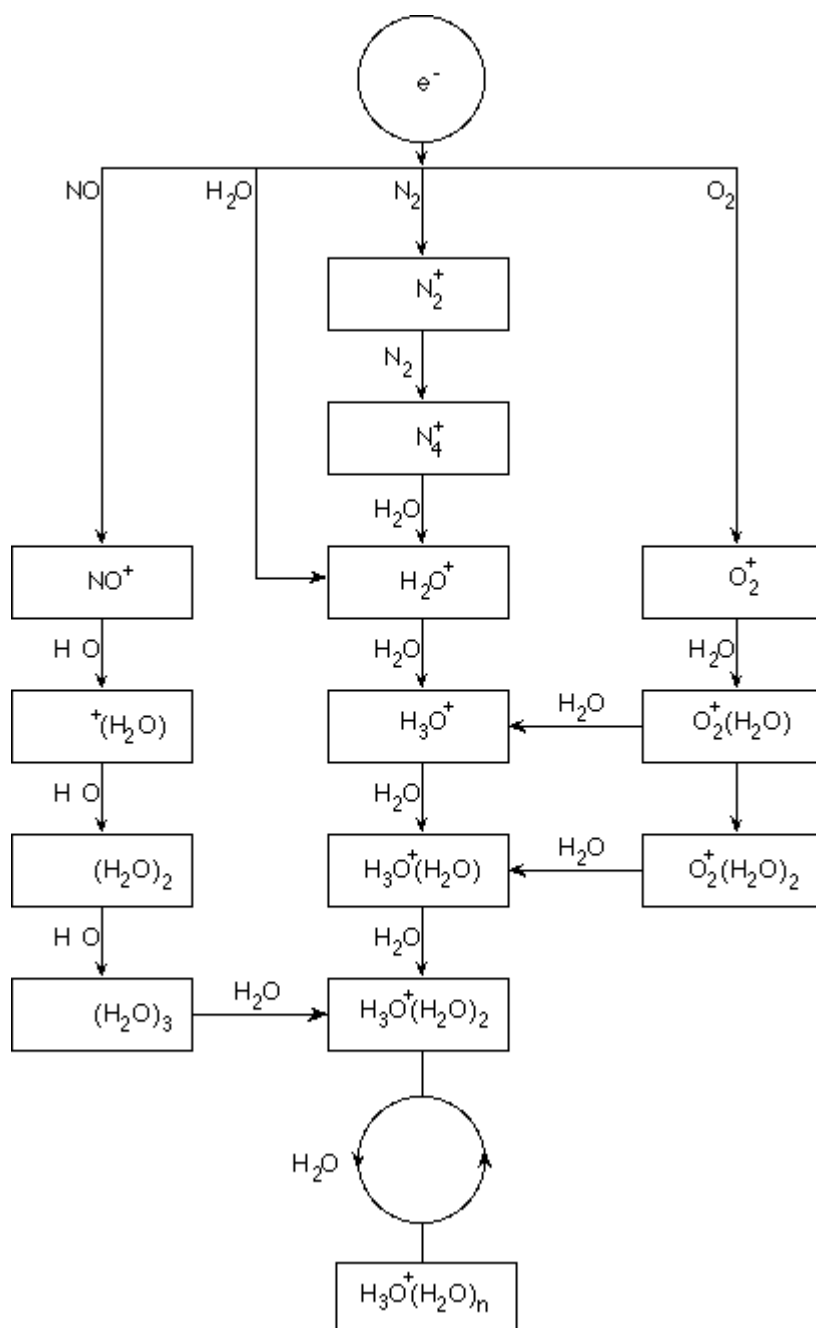
Como as energias de solvatação para a maioria das moléculas orgânicas são desconhecidas, as sensibilidades de qualquer íon orgânico evaporado são difíceis de prever. A importância da energia de solvatação é evidente uma vez que os surfactantes que se concentram na superfície de um líquido podem ser detectados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

Modo APCI

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

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

Figura A-2 Fluxograma de Reação por APCI



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

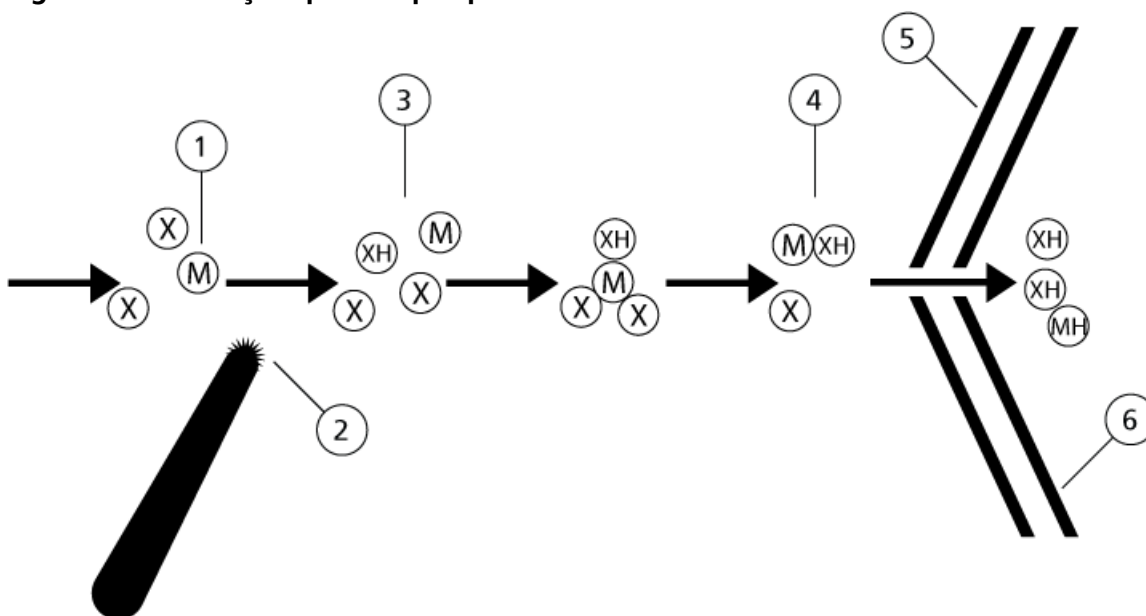
As amostras que são introduzidas por meio da sonda APCI são pulverizadas com o auxílio de um gás nebulizador, no tubo de cerâmica aquecido. Dentro do tubo, as gotículas finamente dispersas da amostra e o solvente

Princípios de operação — Fonte de íons

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

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

Figura A-3 Ionização química por pressão atmosférica



Item	Descrição
1	Amostra
2	Íons primários são criados nas proximidades da agulha de descarga corona
3	A ionização produz predominantemente íons solventes
4	Íons reagentes reagem com as moléculas da amostra formando agregados.
5	Placa do gás de cortina
6	Interface

x = moléculas do solvente; M = moléculas da amostra

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

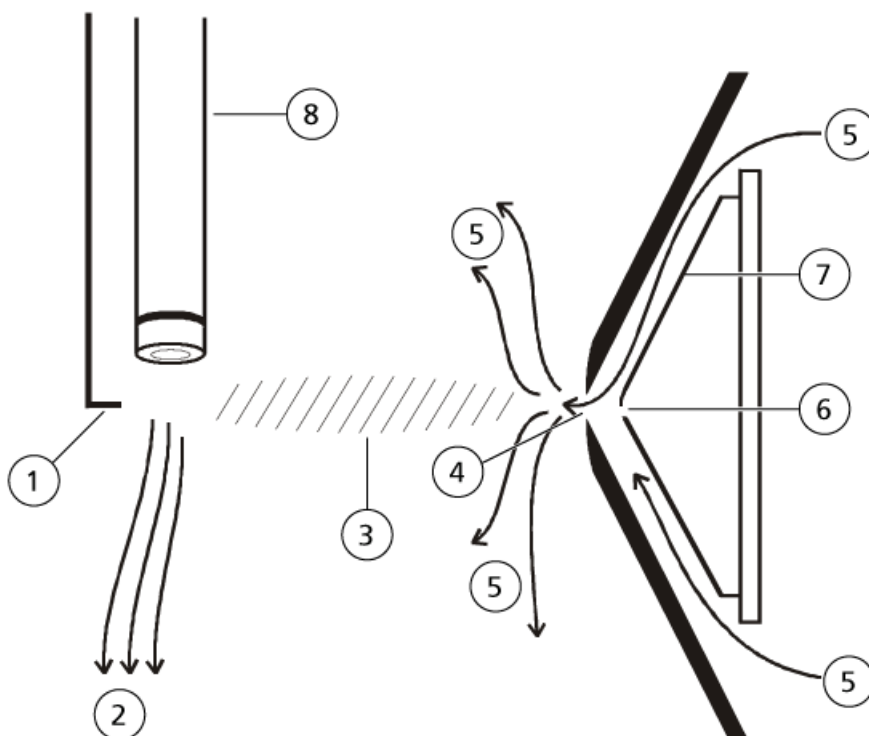
Para aplicações de fase reversa, os íons reativos consistem de moléculas de solvente protonado no modo positivo e íons de oxigênio solvatados no modo negativo. Com termodinâmicas favoráveis, a adição de modificadores altera a composição do íon. Por exemplo, a adição de tampões de acetato ou modificadores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

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

Região de ionização APCI

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

Figura A-4 Região de ionização por APCI



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

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

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

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

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

Parâmetros da sonda ESI

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

Tabela B-1 Otimização de parâmetro da sonda de ESI.

Parâmetros	Valores típicos			Faixa operacional
Vazão LC	5 µL/min a 50 µL/min	200 µL/min	1.000 µL/min	5 µL/min a 3000 µL/min
Gás 1 (gás nebulizador)	20 psi a 40 psi	40 psi a 60 psi	40 psi a 60 psi	0 psi a 90 psi
Gás 2 (gás aquecedor)	0 psi	50 psi	50 psi	0 psi a 90 psi
Tensão do IonSpray	5500	5500 V	5500 V	5500 V
Suprimento da Curtain Gas TM	25 psi	25 psi	25 psi	25 psi a 50 psi
Temperatura*	0 °C a 200 °C	200 °C a 650 °C	400 °C a 750 °C	Até 750 °C
Potencial de Desagregação (DP)**	Positivo: 70 V Negativo -70 V	Positivo: 70 V Negativo -70 V	Positivo: 70 V Negativo -70 V	Positivo: 0 V a 400 V Negativo -400 V a 0 V
Ajuste do micrômetro vertical da sonda	7 a 10	2 a 5	0 a 2	0 a 13
Ajuste do micrômetro horizontal da sonda	4 a 6	4 a 6	4 a 6	0 a 10
*Os valores de temperatura ótima dependem do composto e da composição da fase móvel (maior teor aquoso exige maior temperatura). Zero (0) significa que nenhuma temperatura é aplicada.				
**Os valores DP dependem do composto.				

Parâmetros da sonda APCI

Tabela B-2 Otimização do parâmetro para a sonda APCI

Parâmetro	Valor típico	Faixa operacional
Vazão LC	1.000 µL/min	200 µL/min a 2.000 µL/min
Gás 1 (gás nebulizador)	30 psi	0 psi a 90 psi
Curtain Gas™ suprimimento	25 psi	25 psi a 50 psi
Temperatura*	400 °C	100 °C a 750 °C
Corrente do nebulizador (NC)	Positivo: 3 µA Negativo: -3 µA	Positivo: 0 mA a 5 µA Negativo: -5 mA a 0 µA
Potencial de Desagregação (DP)	Positivo: 60 V Negativo: -60 V	Positivo: 0 V a 300 V Negativo: -300 V a 0 V
Ajuste do micrômetro vertical da sonda	4	Escala 0 a 13
*O valor da temperatura depende do composto.		

Descrições dos Parâmetros

Tabela B-3 Parâmetros Fonte Dependentes

Parâmetro	Descrição
Fonte de íons Gás 1	Controla o gás nebulizador das sondas de ESI, APCI, TurbolonSpray® e APCI. Consulte Princípios de operação — Fonte de íons na página 37 .
Fonte de íons Gás 2	Controla o gás do aquecedor da sonda ESI. Melhor sensibilidade é alcançada quando a combinação de temperatura (TEM) e vazão do gás do aquecedor (GS2) provoca que o solvente da LC alcance um ponto em que esteja quase completamente vaporizado. Para otimizar o GS2, aumente o fluxo para obter melhor sinal ou razão entre sinal e ruído se tiver um aumento significativo no ruído de fundo. Um fluxo de gás muito elevado pode produzir um sinal ruidoso ou instável. Consulte Princípios de operação — Fonte de íons na página 37 .
Curtain Gas	Controla o fluxo de gás para a interface Curtain Gas™. A interface Curtain Gas situa-se entre a placa do gás de cortina e o orifício. Ela evita que o ar do ambiente e as gotículas de solvente entrem e contaminem a óptica iônica, enquanto permite a direção dos íons da amostra na câmara a vácuo por campos elétricos gerados entre a interface a vácuo e a agulha de pulverização. A contaminação de entrada de íons reduz a transmissão de Q0, estabilidade e sensibilidade, e aumenta o ruído de fundo. Mantenha a vazão de Curtain Gas™ o mais alta possível sem perder a sensibilidade.

Tabela B-3 Parâmetros Fonte Dependentes (continuação)

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

Tabela B-3 Parâmetros Fonte Dependentes (continuação)

Parâmetro	Descrição
Voltagem do IonSpray	controla a voltagem aplicada ao vaporizador na sonda ESI , que ioniza a amostra na fonte de íons. O valor do parâmetro depende da polaridade e afeta a estabilidade de pulverização e a sensibilidade.
Interface de aquecimento	Este parâmetro está sempre ativo nos sistemas. O parâmetro ihe liga e desliga o aquecedor de interface. Aquecer a interface ajuda a maximizar o sinal de íon e evita a contaminação da óptica iônica. A menos que o composto que o usuário está analisando seja extremamente frágil, recomendamos que o usuário aqueça a interface.

Posição da sonda

A posição da sonda pode afetar a sensibilidade durante a análise. Para mais informações sobre como otimizar a posição da sonda procure [Otimização da fonte de íons na página 17](#).

Composição do Solvente

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

Solventes comumente usados são:

- Acetonitrila
- Metanol
- Propanol
- Água

Modificadores comumente usados são:

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

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

- Trietilamina (TEA)
- Fosfato sódico
- Ácido trifluoroacético (TFA)

- Dodecil sulfato de sódio

Insumos e peças de reposição

C

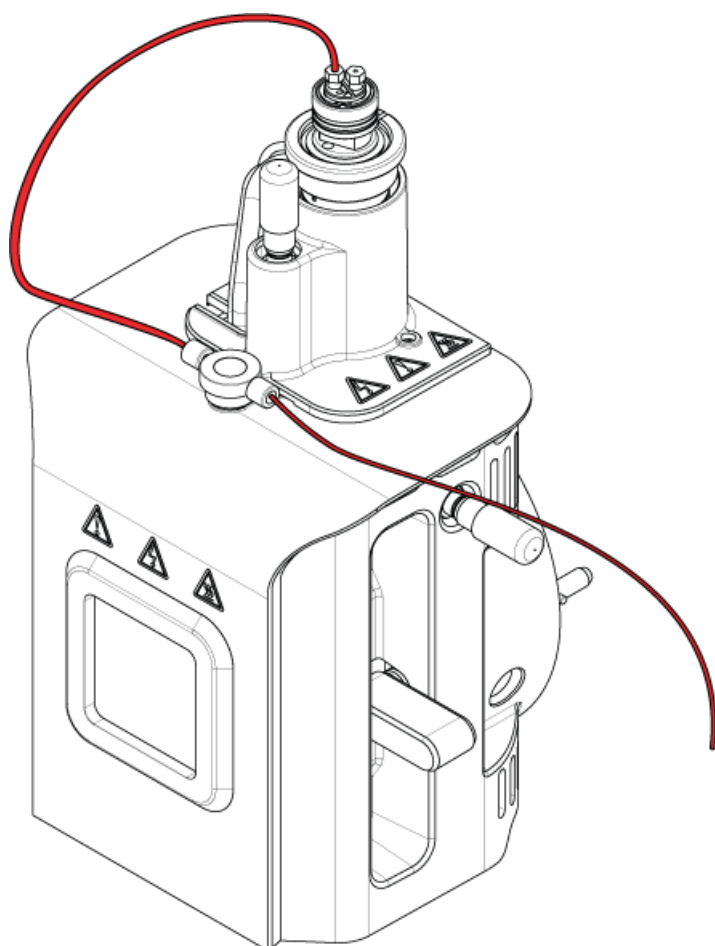
Tabela C-1 Descartáveis

PN	Descrição	Quantidade	Detalhes
016316	TUBO*1 16 OD X 0,005 ORIFÍCIO	cm	Tubo PEEK vermelho (orifício de 0,005 pol). Consulte Substituição do tubo de amostra na página 33 .
016325	AJUSTE*PEEK 10 32 X 1 16 POL	1	Ajuste PEEK marrom. Consulte Substituição do tubo de amostra na página 33 .
016485	TUBO* 1 16 OD-0,0025 POL ID PEEK	cm	Tubo PEEK bronze (orifício de 0,0025 pol). Consulte Substituição do tubo de amostra na página 33 .
019675	AJUSTE*INSERIR T 0,25 ORIFÍCIO	1	Inserir T (orifício de 0,25 mm)
5044626	ELETRODO GÊMEO ASSY* ESI	1	Eletrodo da sonda ESI
5045380	ELETRODO GÊMEO ASSY* APCI	1	Eletrodo da sonda APCI

Tabela C-2 Peças de substituição

PN	Descrição	Quantidade	Detalhes
027947	FRU*KIT AGULHA NEB	1	Agulha de descarga corona. Consulte Substituição da agulha de descarga corona na página 32 .
5041898	SONDA GÊMEA DO PULVERIZADOR KIT* ESI TESTADA	1	Montagem da sonda ESI
5041899	SONDA GÊMEA DO PULVERIZADOR KIT* APCI TESTADA	1	Montagem da sonda APCI.

Figura C-1 Tubo PEEK vermelho



Revision History

Revisão	Descrição da alteração	Data
A	Primeira liberação do documento.	Dezembro de 2015