

Kalibrierlösungszufuhrsystem

Bedienerhandbuch



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

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

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

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

Nur für Forschungszwecke. Nicht zur Verwendung bei Diagnoseverfahren.

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

AB SCIEX™ wird unter Lizenz verwendet.

© 2014 AB SCIEX Pte. Ltd.



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

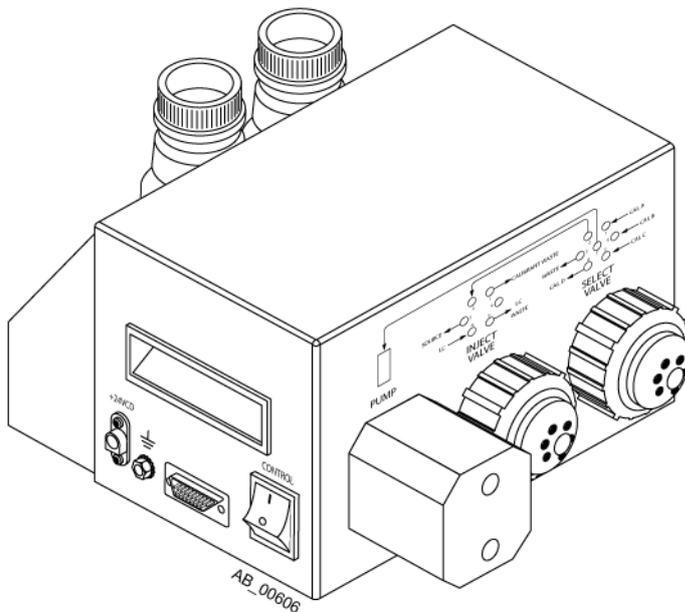
Inhalt

Kapitel 1 Überblick.....	4
Betriebsmodi.....	4
Flüssigkeitsanschlüsse.....	5
CDS-Schlauchdiagramme.....	6
LEDs.....	9
CDS-Konfigurationen.....	9
Verwendung des CDS mit der SelexION -Technologie.....	10
Kapitel 2 CDS-Installation.....	11
Anschließen der CDS-Leitungen.....	12
Installation des CDS.....	15
Anschließen der Ionenquelle.....	17
Standard-Konfiguration.....	17
Alternative Konfiguration.....	18
Konfigurieren des Hardware-Profiles.....	19
Testen der CDS-Installation.....	20
Füllen des CDS.....	45
Kapitel 3 CDS-Optimierung.....	22
Optimieren der Standard-CDS-Konfiguration.....	22
Optimieren des Probenflusses.....	22
Optimieren des Kalibrierflüssigkeitsstroms.....	25
Optimieren der alternativen CDS-Konfiguration.....	27
Optimieren des Probenflusses.....	27
Optimieren des Kalibrierflüssigkeitsstroms.....	31
Kapitel 4 Kalibrierung im Modus „Manual Tune“ (Manuelles Tuning).....	34
Kalibrieren des Massenspektrometers.....	34
Kapitel 5 Fehlerbehebung.....	38
Anhang A Verbrauchsmaterial.....	42
Kalibrierlösungen.....	43
Anhang B Einzelsonden-Konfiguration.....	44
Anschließen der CDS-Leitungen.....	44
Installation des CDS.....	44
Anschließen der Ionenquelle.....	44
Konfigurieren des CDS im Hardware-Profil.....	45
Testen der CDS-Installation.....	45
Füllen des CDS.....	45
Revisionen.....	46

Das Kalibrierlösungszufuhrsystem (CDS) führt die Kalibrierlösung für die automatische Massenkalisierung des Massenspektrometers zu, um sicherzustellen, dass die Massengenauigkeit des Systems während der gesamten Batch-Erfassung gewährleistet ist.

Da das Kalibrieren nur einige Minuten dauert, empfehlen wir eine häufige Kalibrierung. Kalibrieren Sie bei MS/MS-Scans wenigstens stündlich und bei TOF MS-Scans alle zwei bis drei Stunden.

Abbildung 1-1 Kalibrierlösungszufuhrsystem (CDS)



Das CDS ist eine separate Komponente, die oben auf dem Massenspektrometer installiert wird. Es ist über ein Steuerungskabel neben der Gas- und Vakuum-Schnittstelle links am Massenspektrometer verbunden.

Ein Halterung fasst eine Abfallflasche und bis zu zwei Flaschen mit Kalibrierlösung. Das System unterstützt bis zu vier verschiedene Kalibrierlösungen.

Betriebsmodi

Die Dauer jedes CDS-Betriebsmodus hängt von den Flussraten und Kapazitäten der Pumpe und Probenflaschen ab.

Tabelle 1-1 CDS-Betriebsmodi

Modus	Beschreibung
Nachfüllen	<p>Zieht die Kalibrierlösung in die Pumpe. Während des Nachfüllens erscheinen auf der Registerkarte Detailed Status (Detaillierter Status) für das CDS folgende Informationen:</p> <ul style="list-style-type: none"> • Status of Commands = Ready (Befehlsstatus = Bereit) • Pump Status = Running BWD (Pumpenstatus = BWD läuft) • Select Valve Position = Calibrant x (Auswahlventilposition = Kalibrierlösung x) • Inject Valve Position = LC (Injektionsventilposition = LC) <p>wobei x der verwendete Kalibrierlösungsausgang ist</p>
Injektion	<p>Injiziert die Kalibrierlösung aus der Pumpe und leitet sie zur Ionenquelle. Während der Injektion enthält die Registerkarte „Detailed Status“ (Detaillierter Status) für das CDS folgende Informationen:</p> <ul style="list-style-type: none"> • Status of Commands = Ready (Befehlsstatus = Bereit) • Pump Status = Running FWD (Pumpenstatus = FWD läuft) • Select Valve Position = Inject (Auswahlventilposition = Injektion) • Inject Valve Position = Calibrant (Injektionsventilposition = Kalibrierlösung)
Spülen	<p>Reinigt die Leitung (normalerweise nach Änderung der Kalibrierlösung) und eliminiert Luftbläschen aus dem System. Kalibrierlösung wird in die Ausgabepumpe gezogen und dann zu einem Abfallanschluss gepumpt. Der Spülzyklus besteht aus jeweils zwei Injektions- und Nachfüllzyklen. Die Dauer jedes Injektions- und Nachfüllzyklus wird wie folgt berechnet: <i>Pumpvolumen / Spülflussrate * 1,1</i></p> <p>Wenn zum Beispiel das Pumpvolumen 1000 µl beträgt und die Spülflussrate auf 1000 µl/min eingestellt ist, injiziert das CDS 1,1 Minuten lang und füllt 1,1 Minuten lang nach. Dieser Zyklus wird zweimal durchgeführt, womit die gesamte Spüldauer etwa 4,4 Minuten beträgt.</p>

Flüssigkeitsanschlüsse

Ventil	Anschluss	Bezeichnung
Injektion	1	CALIBRANT WASTE (KALIBRIERLÖSUNGS-ABFALL)
	3	SOURCE (QUELLE)
Auswahl	1	KAL A
	4	KAL D
	5	KAL C

Überblick

Ventil	Anschluss	Bezeichnung
	6	KAL B
	7	Gemeinsam: Auswahl für Pumpe

CDS-Schlauchdiagramme

Position	Beschreibung
	Kalibrierlösung ein
	Zu und von der Pumpe
	Zum Abfall
	Injektionsventil zu Auswahlventil
	Zur Ionenquelle
1	Pumpe
2	Injektionsventil
3	Auswahlventil
4	Zur Ionenquelle
5	An Abfall
6	Kalibrierlösung D
7	Kalibrierlösung C
8	Kalibrierlösung B
9	Kalibrierlösung A

Abbildung 1-2 Nachfüllmodus, Kalibrierlösung A

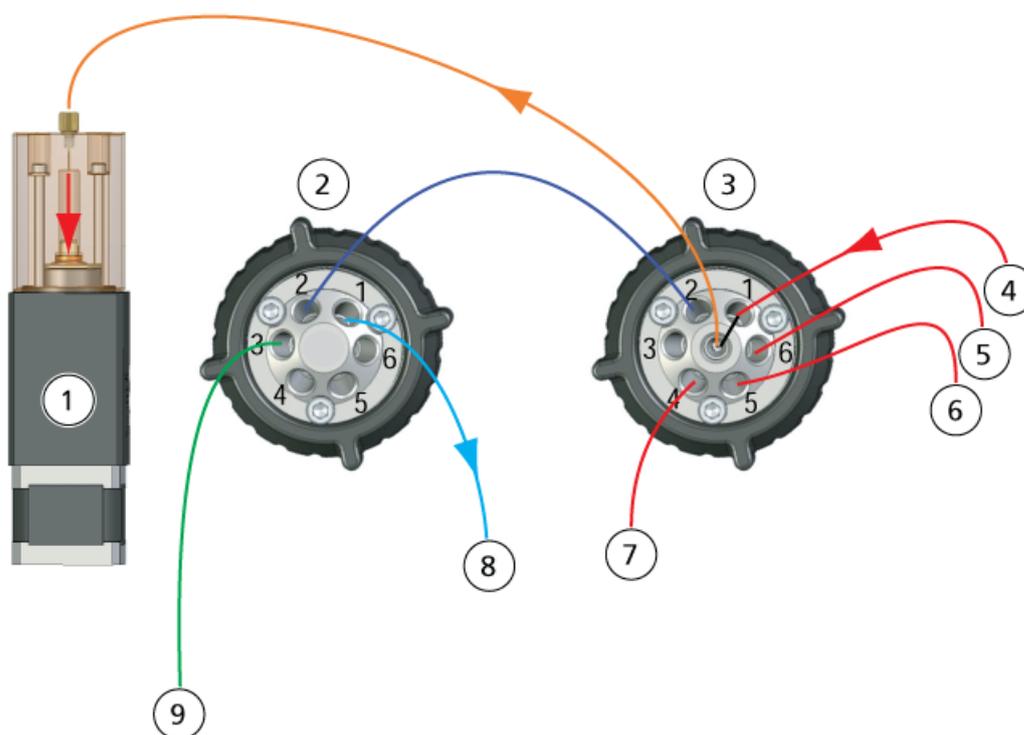


Abbildung 1-3 Injektionsmodus

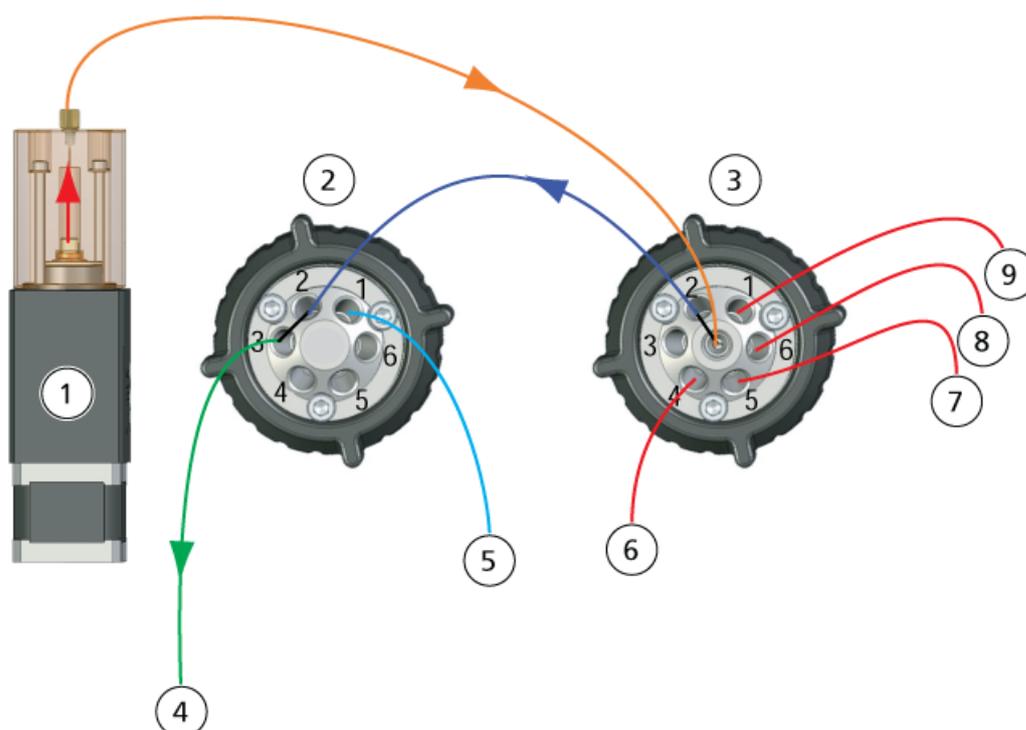


Abbildung 1-4 Spülmodus, Nachfüllzyklus

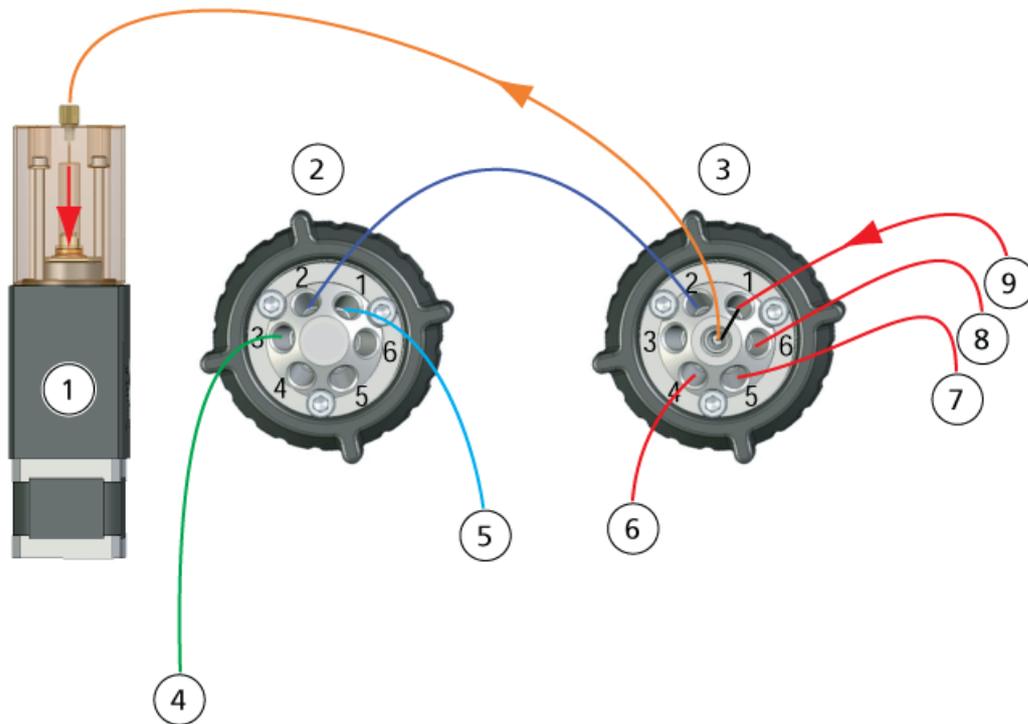
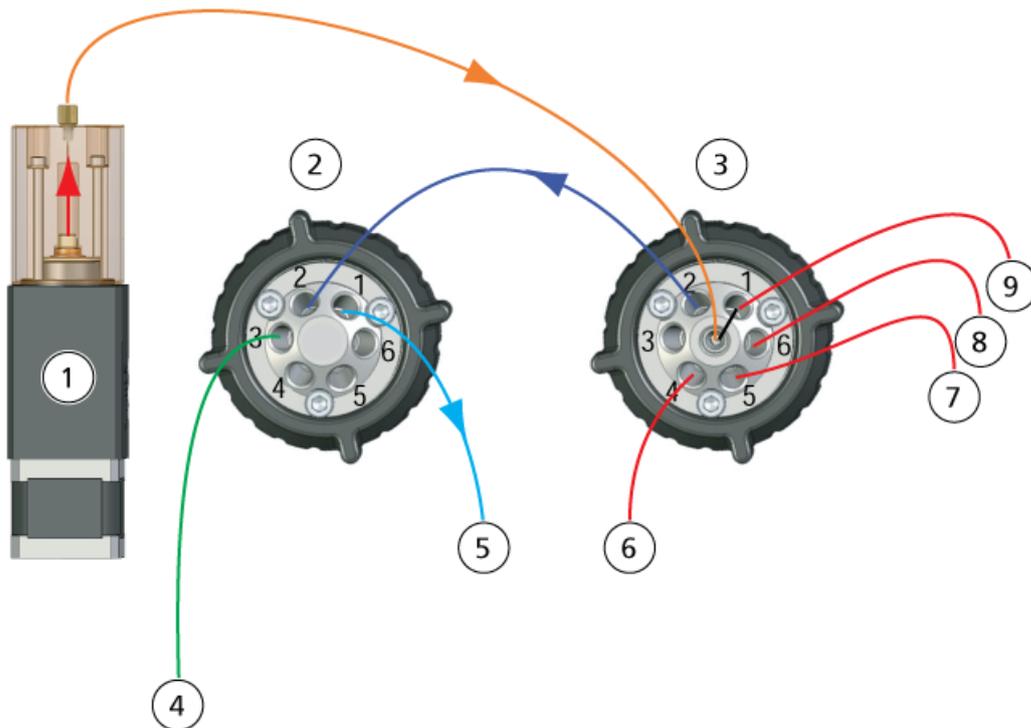


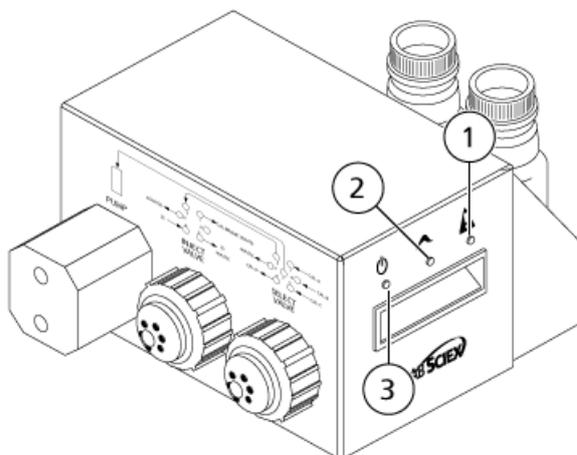
Abbildung 1-5 Spülmodus, Injektionszyklus



LEDs

Die LEDs des CDS befinden sich rechts am System.

Abbildung 1-6 CDS LEDs



Position	LED	Symbol	Beschreibung
1	Fehler (Rot)		Zeigt einen Pumpenfehler an.
2	Pumpenstatus (Blau)		<ul style="list-style-type: none"> Leuchtet: Die Pumpe befindet sich in der Ausgangsposition. Aus: Die Pumpe befindet sich nicht in der Ausgangsposition. Blinkt: Die Pumpe bewegt sich vorwärts oder rückwärts.
3	Netz (Grün)		Zeigt an, dass das CDS-System eingeschaltet ist.

CDS-Konfigurationen

Wenn das CDS zusammen mit der DuoSpray™ Ionenquelle verwendet wird, sind zwei Konfigurationen verfügbar:

- Standard-Konfiguration: Die TurbolonSpray® -Sonde wird zur Probenanalyse verwendet und die APCI (chemische Ionisation bei Atmosphärendruck)-Sonde zur Kalibrierung.
- Alternative Konfiguration: Die APCI-Sonde wird zur Probenanalyse und die TurbolonSpray-Sonde zur Kalibrierung verwendet.

Verwendung des CDS mit der SelexION™ -Technologie

Das CDS kann mit der SelexION-Technologie verwendet werden. Um die SelexION-Technologie mit dem CDS zu verwenden:

- Stellen Sie sicher, dass das CDS in dem SelexION Modifikator-Fach installiert ist.
- Schließen Sie die Ionenquelle und das CDS wie unter [Einzelsonden-Konfiguration auf Seite 44](#) beschrieben an.
- Verwenden Sie die ESI-Kalibrierlösungskits. Siehe [Verbrauchsmaterial auf Seite 42](#).



WARNHINWEIS! Toxisch-Chemische Gefahren: Befolgen Sie alle Sicherheitshinweise bei der Handhabung, Lagerung und Entsorgung von Chemikalien.



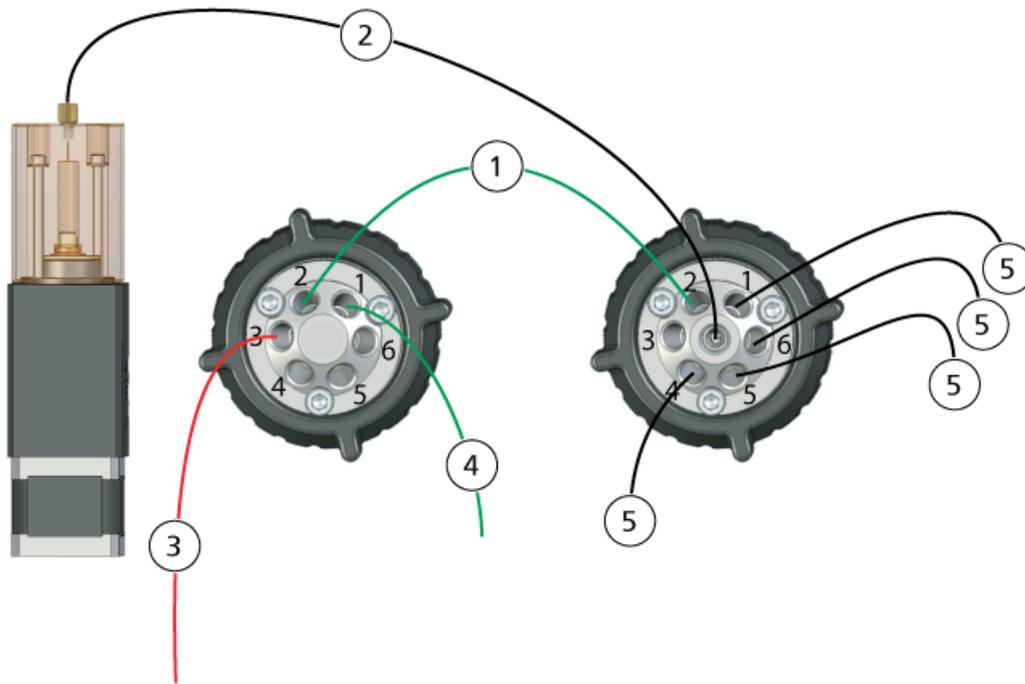
WARNHINWEIS! Strahlengefährdung, Biogefährdung oder toxisch-chemische Gefahren: Betreiben Sie das System nicht, wenn die Kapillaren nicht ordnungsgemäß angeschlossen sind oder Leckagen an den Kapillaren vorliegen.

Dieser Abschnitt gibt Anweisungen zur Installation des CDS zur Verwendung mit der DuoSpray™-Ionenquelle. Bei Verwendung des CDS mit der Turbo V™- oder IonDrive™ Turbo V-Ionenquelle beachten Sie die [Einzelsonden-Konfiguration auf Seite 44](#).

Folgende Kits werden mit dem CDS geliefert:

- Installationskit (PN 5008847): Enthält das Stromkabel und das Steuerungskabel für das CDS.
- Anschluss- und Kapillrenkit (PN 5011979): Enthält die Kapillaren, Anschlussstücke und Flaschen.
- Kit mit positiver Kalibrierlösung (PN 4460131)
- Kit mit negativer Kalibrierlösung (PN 4460134)

Abbildung 2-1 CDS-Schlauchverbindungen

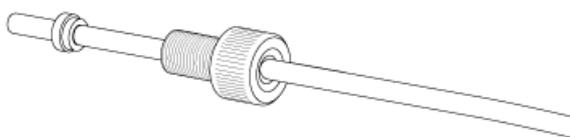


Position	Beschreibung
1	Transferleitung: grüne PEEK-Kapillare, 1/16 Zoll AD, 0,03 Zoll ID, 16 cm (PM1820G)
2	Pumpenleitung: farblose FEP-Kapillare, 1/16 Zoll AD, 0,03 Zoll ID, 17 cm (PM1000)
3	Ionenquellenleitung: rote PEEK-Kapillare, 1/16 Zoll AD, 0,005 Zoll (125 µm) ID, 40 cm (PM-1945R)
4	Abfallleitung:: grüne FEP-Kapillare, 1/16 Zoll AD, 0,03 Zoll ID, 60 cm (PM 1000G)
5	Kalibrierlösungsleitungen: farblose FEP-Kapillare, 1/16 Zoll AD, 0,03 Zoll ID, 60 cm (PM1000)

Anschließen der CDS-Leitungen

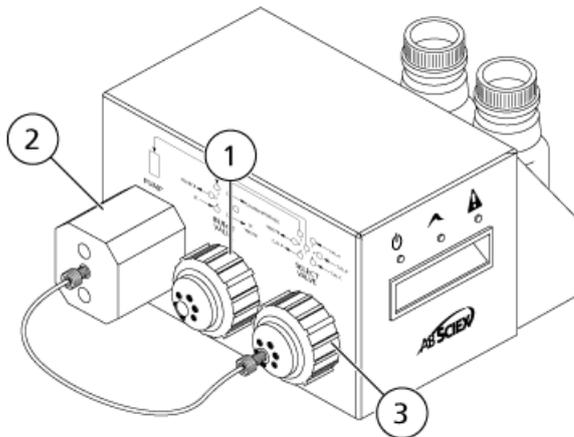
1. Bringen Sie die kurze Mutter und Hülse an der 17 cm langen farblosen FEP-Kapillare an.

Abbildung 2-2 Kapillare, Hülse und Mutter



- Um Totvolumen in der farblosen FEP-Kapillare zu vermeiden, schieben Sie die Kapillare so weit wie möglich in die Pumpe ein und ziehen Sie dann die Mutter fest.

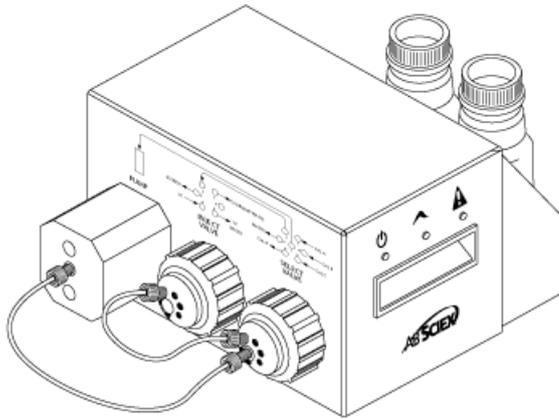
Abbildung 2-3 Farbloser Kapillare von der Pumpe zum Auswahlventil



Position	Beschreibung
1	Injektionsventil
2	Pumpe
3	Auswahlventil

- Bringen Sie die Hülse und das Rheodyne-Anschlussstück am anderen Ende der farblosen FEP-Kapillare an, schieben Sie die Kapillare so weit wie möglich in Anschluss 7 des Auswahlventils und ziehen Sie das Anschlussstück fest.
- Bringen Sie die Hülse und das Rheodyne-Anschlussstück an der 17 cm langen grünen PEEK-Kapillare an, schieben Sie die Kapillare so weit wie möglich in Anschluss 2 des Injektionsventils und ziehen Sie das Anschlussstück fest.
- Bringen Sie die Hülse und das Rheodyne-Anschlussstück am anderen Ende der grünen PEEK-Kapillare an, schieben Sie die Kapillare so weit wie möglich in Anschluss 2 des Auswahlventils und ziehen Sie das Anschlussstück fest.

Abbildung 2-4 Grüne PEEK-Kapillare



- Um die Kalibrierleitung zusammenzusetzen, bringen Sie die Hülse und das Rheodyne-Anschlussstück an der 60 cm langen farblosen FEP-Kapillare an, schieben Sie die Kapillare so weit wie möglich in das Auswahlventil KAL A und ziehen Sie das Anschlussstück fest.

7.



WARNHINWEIS! Toxisch-chemische Gefahren: Setzen Sie Kalibrierlösungsflaschen in die Wanne, um im Fall eines Verschüttens einen zweiten Auffangbehälter zur Verfügung zu haben.

Schieben Sie das andere Ende der farblosen FEP-Kapillare durch den Deckel in die Kalibrierlösungsflasche.

Hinweis: Wenn Sie mehr als eine Kalibrierlösung verwenden, schieben Sie die Kapillaren der zusätzlichen Kalibrierlösungsflaschen in die Anschlüsse 4 (CAL D), 5 (CAL C) oder 6 (CAL B) am Auswahlventil.

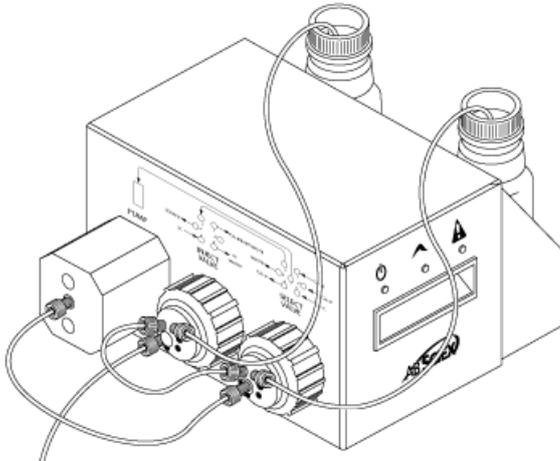
- Um die Abfallleitung zusammenzusetzen, bringen Sie die Hülse und das Rheodyne-Anschlussstück an der 60 cm langen grünen FEP-Kapillare an, schieben Sie die Kapillare so weit wie möglich in Anschluss 1 – CALIBRANT WASTE (KALIBRIERLÖSUNGS-ABFALL) – des Injektionsventils ein und ziehen Sie das Anschlussstück fest.
- Schieben Sie das andere Ende der grünen FEP-Kapillare in die Abfallflasche in dem Fach.
- Verschließen Sie Anschluss 6 des Injektionsventils mit einem Stopfen, um Leckagen zu vermeiden.

VORSICHT: Mögliche Schäden am System: Stellen Sie sicher, dass das CDS weit genug von der Vorderseite des Massenspektrometers entfernt ist, sodass sich die durchsichtige FEP-Kapillare vom Auswahlventil zur Pumpe nicht über der Ionenquelle befindet. Wenn sich die Kapillare über der Ionenquelle befindet, kann sie überhitzen und platzen.

- Schneiden Sie ein Stück rote PEEK-Kapillare ab, das vom CDS bis zur Sonde der Ionenquelle reicht (15 bis 20 cm).

12. Bringen Sie die Hülse und das Rheodyne-Anschlussstück an der roten PEEK-Kapillare an, schieben Sie die Kapillare so weit wie möglich in Anschluss 3 des Injektionsventils und ziehen Sie das Anschlussstück fest.

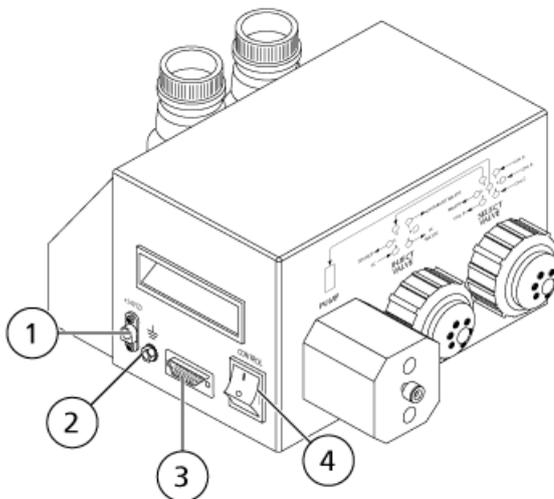
Abbildung 2-5 CDS mit installierten Kapillarverbindungen



Installation des CDS

1. Setzen Sie das CDS oben auf das Massenspektrometer.
2. Stellen Sie sicher, dass der Netzschalter ausgeschaltet ist.

Abbildung 2-6 CDS-Verbindungen

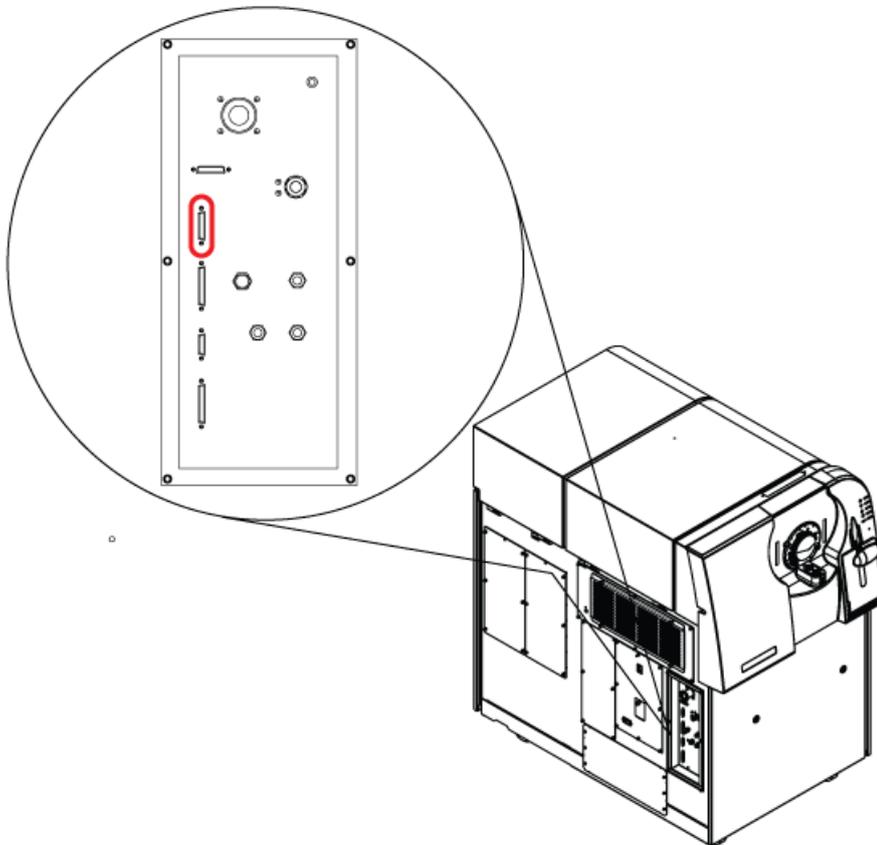


CDS-Installation

Position	Beschreibung
1	Stromkabelanschluss
2	Masseanschlussanzeige
3	Kontrollkabelanschluss
4	Ein-/Ausschalter

3. Verbinden Sie die Kabel mit den Anschlüssen am CDS.
 - a. Verbinden Sie das graue Kabel mit dem roten Netzkabelanschluss.
 - b. Verbinden Sie das grün-gelb gestreifte Kabel mit dem Masseanschluss.
 - c. Verbinden Sie das graue serielle Kabel mit dem Steuerungskabelanschluss.
4. Verbinden Sie das Steuerungskabel an der Gas- und Vakuum-Schnittstelle am Massenspektrometer.

Abbildung 2-7 CDS-Verbindungen an der Gas- und Vakuum-Schnittstelle (TripleTOF 6600-System)



5. Schalten Sie das CDS ein und prüfen Sie, dass das Power-LED eingeschaltet ist. Siehe [LEDs auf Seite 9](#).

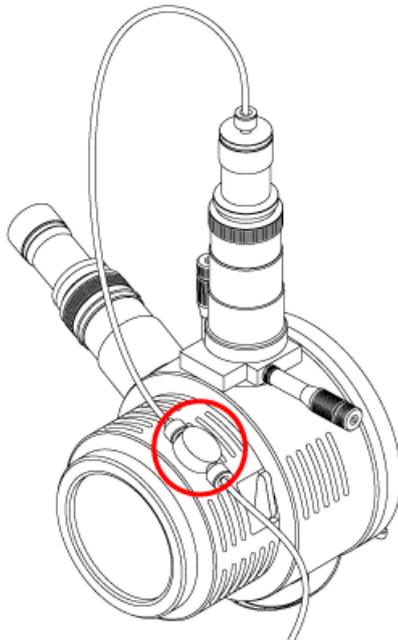
Anschließen der Ionenquelle

Standard-Konfiguration

Bei dieser Konfiguration wird die APCI-Sonde zur Kalibrierung verwendet.

1. Schieben Sie das andere Ende der roten PEEK-Kapillare vom Injektionsventil Anschluss 3 (siehe Schritt [12](#) in [Anschließen der CDS-Leitungen auf Seite 12](#)) in die Probenkapillarenmutter. Bringen Sie die Probenkapillarenmutter am Anschlussstück oben an der APCI-Sonde an und ziehen Sie die Probenkapillarenmutter handfest an.
2. Schließen Sie die rote PEEK-Kapillare des Probenaufgabegeräts an den Erdungsanschluss der Ionenquelle an.

Abbildung 2-8 Erdungsanschluss

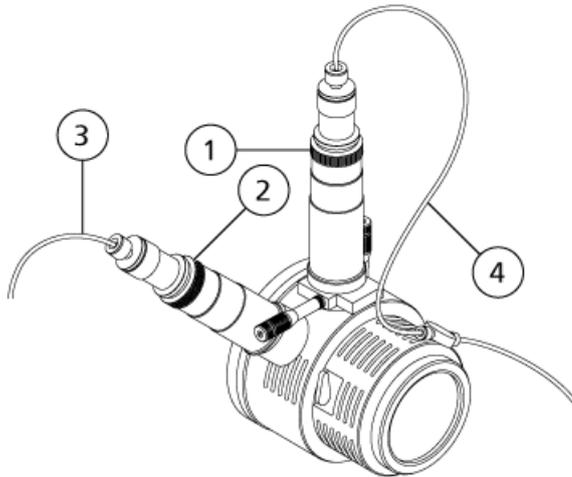


3. Verbinden Sie eine 30 cm lange rote PEEK-Kapillare mit dem Erdungsanschluss.
4. Schieben Sie das andere Ende der 30 cm langen roten PEEK-Kapillare in die Probenkapillarenmutter. Bringen Sie die Probenkapillarenmutter am Anschlussstück oben an der TurbolonSpray[®]-Sonde an und ziehen Sie die Probenkapillarenmutter handfest an.



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

Abbildung 2-9 Standard-Konfiguration



Position	Beschreibung
1	TurbolonSpray-Sonde
2	APCI-Sonde
3	Kalibrierlösungsstrom, vom CDS
4	Probenstrom, vom LC-System

Alternative Konfiguration

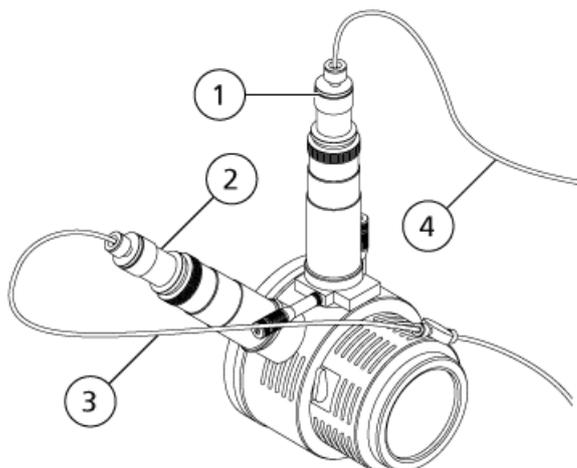
Bei dieser Konfiguration wird die TurbolonSpray[®]-Sonde zur Kalibrierung verwendet.

1. Schieben Sie das andere Ende der roten PEEK-Kapillare vom Injektionsventil Anschluss 3 (siehe Schritt 12 in [Anschließen der CDS-Leitungen auf Seite 12](#)) in die Probenkapillarenmutter. Bringen Sie die Probenkapillarenmutter am Anschlussstück oben an der TurbolonSpray-Sonde an und ziehen Sie die Probenkapillarenmutter handfest an.
2. Schließen Sie die rote PEEK-Kapillare des Probenaufgabegeräts an den Erdungsanschluss der Ionenquelle an.
3. Verbinden Sie eine 30 cm lange rote PEEK-Kapillare mit dem Erdungsanschluss.
4. Schieben Sie das andere Ende der 30 cm langen roten PEEK-Kapillare in die Probenkapillarenmutter. Bringen Sie die Probenkapillarenmutter am Anschlussstück oben an der APCI-Sonde an und ziehen Sie die Probenkapillarenmutter handfest an.



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

Abbildung 2-10 Alternative Konfiguration

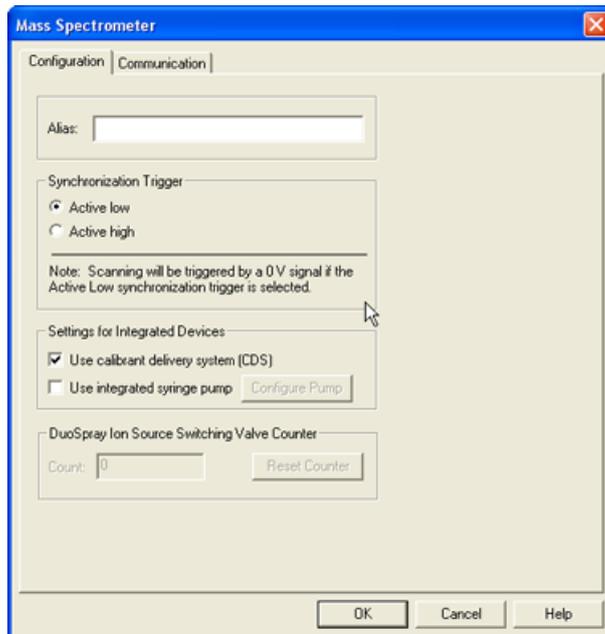


Position	Beschreibung
1	TurbolonSpray-Probe
2	APCI-Sonde
3	Probenstrom, vom LC-System
4	Kalibrierlösungsstrom, vom CDS

Konfigurieren des Hardware-Profiles

1. Doppelklicken Sie in der Navigationsleiste der Analyst[®] TF-Software auf **Hardware Configuration (Hardware-Konfiguration)**.
2. Erstellen Sie ein Hardware-Profil, das das Massenspektrometer enthält, oder bearbeiten Sie das Hardware-Profil dementsprechend.
3. Wählen Sie unter **Devices (Geräte)** in der aktuellen Profilliste das Massenspektrometer aus und klicken Sie auf **Setup Device (Gerät einrichten)**.
4. Wählen Sie in der Registerkarte **Configuration (Konfiguration) Use calibrant delivery system (CDS) (Kalibrierlösungszufuhrsystem (CDS) benutzen)** aus.

Abbildung 2-11 Dialog „Mass Spectrometer“ (Massenspektrometer)



5. Klicken Sie zweimal auf **OK**, um zum Dialog **Hardware Configuration Editor (Hardwarekonfigurations-Editor)** zurückzukehren.
6. Hardwareprofil aktivieren

Testen der CDS-Installation

1. Schalten Sie das CDS ein.
2. Nehmen Sie die Kapillare von der APCI-Sonde ab und führen Sie ihn in einen Behälter ein, beispielsweise die Reststoffflasche.
3. Doppelklicken Sie in der Navigationsleiste der Analyst[®] TF-Software auf **Manual Tuning (Manuelles Tuning)**.
4. Klicken Sie auf **CDS Inject (CDS Injektion)**. Achten Sie darauf, dass es klickt, sobald sich das Injektionsventil bewegt, und dass sich am Ende der Kapillare Tröpfchen bilden.
5. Verbinden Sie die Kapillare mit der APCI-Sonde.
6. Um die Kalibrierlösung zu testen, die an das Auswahlventil A angeschlossen ist, klicken Sie auf **CDS Refill (CDS Nachfüllen)**. Achten Sie darauf, dass ein Klicken zu hören ist, sobald sich das Auswahlventil bewegt.

Tipp! Die Kalibrierlösung ist nicht sichtbar, wenn sie durch den Schlauch fließt, da sie transparent ist. Um sicherzustellen, dass sich die Lösung bewegt, heben Sie den Schlauch einige Sekunden lang aus der Kalibrierlösung in der Flasche, damit eine Luftblase in den Schlauch gelangt. Klicken Sie auf **Refill (Nachfüllen)**. Die Luftblase müsste sich durch den Schlauch bewegen.

7. Nachdem die Pumpe nachgefüllt hat, stellen Sie sicher, dass sie zur Ausgangsposition zurückgekehrt ist, indem Sie auf das Massenspektrometer-Symbol in der Statusleiste und dann auf die Registerkarte **Calibrant Delivery System (CDS) Status (Status des Kalibrierlösungszufuhrsystems (CDS))** klicken. Im Feld „Home“ (Ausgangsposition) erscheint „Yes“ (Ja).
8. Um weitere Ventile zu testen, bearbeiten Sie die Referenztabelle, um das Ventil auszuwählen. Siehe Hilfe zur Analyst TF-Software. Wiederholen Sie Schritt 6 und Schritt 7.

Füllen des CDS

Die Leitungen werden mit der Lösung gefüllt, die mit dem Kalibrierventilanschluss verbunden ist, der in den **Tuning Options (Tuning-Optionen)** in der Analyst[®] TF-Software angegeben ist. Siehe Hilfe zur Analyst TF-Software.

Hinweis: Wenn das System zum ersten Mal benutzt wird, wenn das System seit längerer Zeit nicht benutzt wurde oder wenn sich die Positionen der Kalibrierventile geändert haben, kann es notwendig sein, die Leitungen mehrmals zu spülen.

1. Doppelklicken Sie in der Navigationsleiste der Analyst TF-Software auf **Manual Tuning (Manuelles Tuning)**.
2. Wählen Sie **Calibrate (Kalibrieren)** aus der Liste der Methodenarten.
3. Wählen Sie in der Liste **Calibrant Reference Table (Referenztabelle der Kalibrierlösung)** die Referenztabelle für die Kalibrierlösung aus.
4. Klicken Sie auf **CDS Purge (CDS Spülen)** und prüfen Sie dabei die Leitungen von der Kalibrierlösungsflasche zum Ventil und von der Pumpe zum Ventil auf Luftbläschen.
5. Klicken Sie so lange auf **CDS Purge (CDS Spülen)**, bis keine Luftbläschen mehr zu sehen sind.

Optimieren der Standard-CDS-Konfiguration

In der Standard-CDS-Konfiguration wird die TurbolonSpray[®]-Sonde zur Probenanalyse und die APCI-Sonde zur Kalibrierung verwendet.

Hinweis: Die Ionspray[™]-Spannung (IS) oder Ionspray-Schwebespannung (ISVF) wird immer gleichzeitig auf die TurbolonSpray[®]-Probe und die APCI-Sonde angewendet und die Temperatur (TEM) wird immer gleichzeitig auf Turboheizer und APCI-Heizer angewendet.

Optimieren des Probenflusses

Bei niedrigeren Flussraten kann die Sonde an der niedrigsten Position angebracht werden. Bei höheren Flussraten platzieren Sie die Sonde höher als die Curtain-Platten-Öffnung. Die Curtain-Platten-Öffnung sollte immer frei von Lösungsmittel oder Lösungsmitteltröpfchen sein.

Bei mehrfach geladenen Proteinen und Peptiden, die mit einem Volumen von wenigen Mikrolitern pro Minute zugeführt werden, positionieren Sie die Sprühdüse höher als die Curtain-Platten-Öffnung.

Tipp! Signale und Signal-zu-Rauschen lassen sich mit einer FIA oder „on-column“-Injektion einfacher optimieren.

Durchführen der Methode

1. Schalten Sie das CDS ein.
2. Starten Sie die Analyst[®] TF-Software.
3. Aktivieren Sie ein Hardware-Profil, welches das CDS enthält.
4. Doppelklicken Sie in der Navigationsleiste unter dem Modus **Tune und Calibrate (Tunen und Kalibrieren)** auf **Manual Tuning (Manuelles Tuning)**.
5. Wenn die Ionenquelle abgekühlt ist, können folgende Schritte durchgeführt werden.
 - a. Stellen Sie den Parameter **Temperatur (TEM)** auf **450** ein.
 - b. Lassen Sie die Ionenquelle mindestens 30 Minuten aufwärmen.
Die 30-minütige Aufwärmphase verhindert, dass Lösungsmitteldämpfe in der kalten Probe kondensieren.
6. Starten Sie die Aufnahme.
7. Führen Sie die verwendete Methode zur Optimierung des Probenflusses durch.

Einstellen der Startbedingungen

1. Geben Sie in der Registerkarte **Source/Gas (Quelle/Gas)** im **Tune Method Editor (Tuning-Methoden-Editor)** einen Anfangswert für das **Gas 1 der Ionenquelle (GS1)** ein.

Verwenden Sie bei LC-Pumpen einen GS1-Wert zwischen 40 und 60.

2. Geben Sie einen Startwert für das **Ion Source Gas 2 (GS2)** ein.

Für LC-Pumpen verwenden Sie einen GS-Wert zwischen 30 und 50.

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

3. Geben Sie den Wert **25** im Feld für das **Curtain Gas (CUR)** ein.
4. Geben Sie **5500** im Feld **IonSpray Voltage Floating (ISVF) (IonSpray-Schwebespannung (ISVF))** ein.

Optimieren der TurbolonSpray® -Probeposition

1. Schauen Sie durch das Fenster am Ionenquellengehäuse, um die Position der Probe zu sehen.
2. Verwenden Sie die vorherigen horizontalen und vertikalen Mikrometereinstellungen oder stellen Sie diese als Ausgangsposition auf **5**.
3. Verwenden Sie FIA oder eine T-Infusion, um die Probe mit einer hohen Flussrate zu injizieren.
4. Überwachen Sie das Signal in der Software.
5. Passen Sie mit den horizontalen Mikrometereinstellungen die Probeposition in kleinen Schritten an, um das beste Signal oder Signal-zu-Rausch-Verhältnis zu erreichen.

Die Probe kann auf jeder Seite der Öffnung optimiert werden.

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

6. Passen Sie mit den vertikalen Mikrometereinstellungen die Probeposition in kleinen Schritten an, um das beste Signal oder Signal-zu-Rausch-Verhältnis zu erreichen.

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



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

7. Justieren Sie die schwarze Einstellkappe für Elektroden an der Probe, um die Elektrodenspitze zu verlängern. In der Regel ist ein Elektrodenüberstand von 0,5–1,0 mm optimal.

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

Tipp! Richten Sie den flüssigen Sprühnebel der TurbolonSpray-Sonde weg von der Öffnung, um eine Verunreinigung der Öffnung zu vermeiden, ein Durchschlagen des Curtain Gas™-Flusses zu verhindern, welches ein instabiles Signal hervorrufen könnte, und um einen elektrischen Kurzschluss aufgrund der vorhandenen Flüssigkeit zu verhindern.

Optimieren von Quellen- und Gas-Parametern sowie der Spannung

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

Eine zu hohe Temperatur kann jedoch zu einer frühzeitigen Verdampfung des Lösungsmittels an der Spitze der TurbolonSpray®-Probe führen, insbesondere bei einer zu niedrigen Probeposition, die zu einer Signalinstabilität und einem hohen chemischen Hintergrundrauschen führt. Ähnlich könnte ein hoher Heizergasstrom ein verrauschtes oder instabiles Signal hervorbringen.

Verwenden Sie die niedrigstmögliche IonSpray™-Spannung, ohne dabei das Signal zu verlieren. Achten Sie auf das Signal-Rausch-Verhältnis und nicht nur auf das Signal. Wenn die Spannung der IonSpray-Quelle zu hoch ist, kann es zu einer Koronaentladung kommen. Sie wird durch ein blaues Leuchten an der Spitze der TurbolonSpray -Probe sichtbar. Dies hat eine verminderte Empfindlichkeit und Stabilität des Ionensignals zur Folge.

1. Passen Sie **GS1** und **GS2** in Schritten von 5 an, um das beste Signal oder Signal-zu-Rausch-Verhältnis zu erreichen.

Hinweis: Verwenden Sie zur Vermeidung von Verunreinigungen den höchstmöglichen Wert für CUR, ohne dabei Abstriche bei der Empfindlichkeit zu machen. CUR nicht niedriger als 20 einstellen. Dies hilft, ein Durchschlagen des Curtain Gas-Stroms zu verhindern, der ein rauschendes Signal hervorrufen kann, um eine Verunreinigung der Öffnung zu vermeiden und das gesamte Signal-zu-Rausch-Verhältnis zu erhöhen.

2. Erhöhen Sie den Parameter im Feld für das **CUR**, bis das Signal schwächer wird.
3. Passen Sie **ISVF** in Schritten von 500 V an, um das Signal-Rausch-Verhältnis zu maximieren.

Hinweis: Wenn die Bei einer zu hohen **IonSpray-Schwebespannung (ISVF)** kann es zu einer Koronaentladung kommen. Sie wird durch ein blaues Leuchten an der Spitze der -Probe sichtbar. TurbolonSpray® Eine Koronaentladung hat eine verminderte Empfindlichkeit und Stabilität des Ionensignals zur Folge.

Optimieren der Temperatur des Turboheizers

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

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

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

Optimieren der Position der APCI-Sonde

Die Position der APCI-Sonde hat Auswirkungen auf die Empfindlichkeit des Probensignals.

1. Stellen Sie den Einstellknopf der Y-Achse auf die maximale Position.
2. Überwachen Sie das Probensignal.
3. Nutzen Sie den Einstellknopf der Y-Achse, um die Sonde in kleinen Schritten zurückzuziehen, um das beste Signal oder Signal-zu-Rausch-Verhältnis zu erzielen.
4. Speichern Sie die optimierte Methode als neue Methode.

Optimieren des Kalibrierflüssigkeitsstroms

Verwenden Sie für das Optimieren des Kalibrierflüssigkeitsstroms die für die TurbolonSpray® -Sonde optimierten GS1- und GS2-Parameterwerte unter [Optimieren des Probenflusses auf Seite 22](#).

Durchführen der Methode

1. Schalten Sie das CDS ein.
2. Starten Sie die Analyst® TF-Software.
3. Aktivieren Sie ein Hardware-Profil, welches das CDS enthält.
4. Doppelklicken Sie in der Navigationsleiste unter dem Modus **Tune und Calibrate (Tunen und Kalibrieren)** auf **Manual Tuning (Manuelles Tuning)**.
5. Wenn die Ionenquelle abgekühlt ist, können folgende Schritte durchgeführt werden.
 - a. Stellen Sie den Parameter **Temperatur (TEM)** auf **450** ein.
 - b. Lassen Sie die Ionenquelle mindestens 30 Minuten aufwärmen.
Die 30-minütige Aufwärmphase verhindert, dass Lösungsmitteldämpfe in der kalten Probe kondensieren.
6. Starten Sie die Aufnahme.

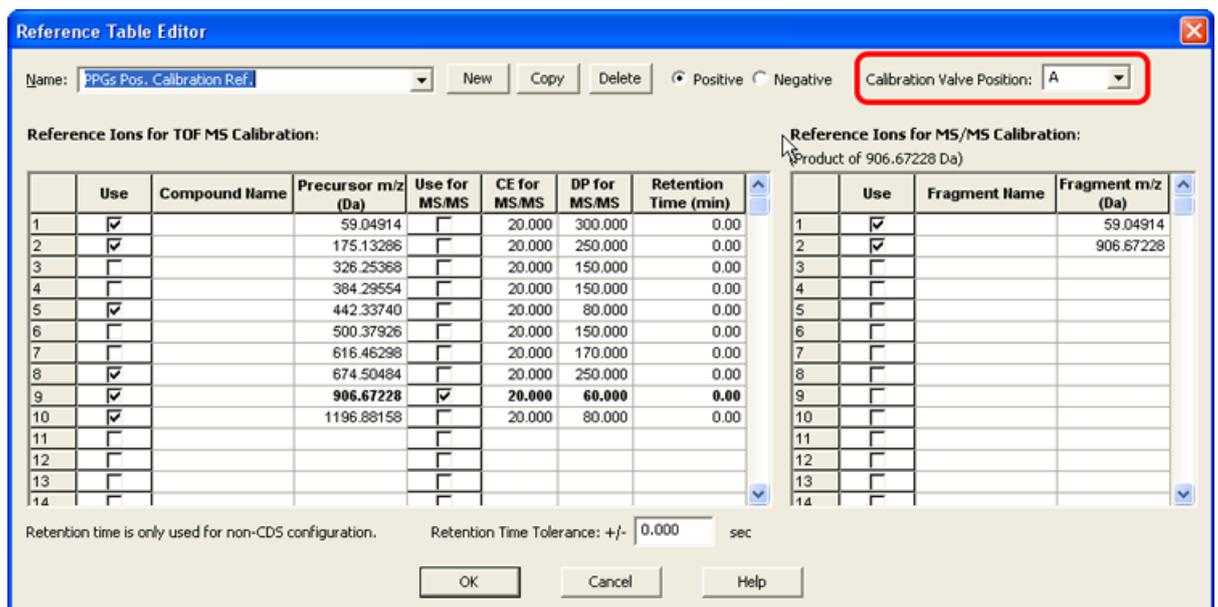
7. Führen Sie die verwendete Methode zur Optimierung des Probenflusses in *Optimieren des Probenflusses auf Seite 22* durch.

(Optional) Auswahl des Kalibrierlösungsventils

Standardmäßig sind alle Referenztabellen so konfiguriert, dass sie Cal A (Ventil 1) verwenden. Um ein anderes Ventil zu verwenden, befolgen Sie die folgenden Schritte.

1. Klicken Sie auf **Tools** > **Settings** > **Tuning Options** (Extras > Einstellungen > Tuning-Optionen).
2. Im Dialog **Tuning Options (Tuning-Optionen)** klicken Sie auf **Reference (Referenz)**.
3. Im Feld **Name** wählen Sie die Referenztable aus.

Abbildung 3-1 Feld „Calibration Valve Position“ (Kalibrierungsventilposition) im „Reference Table Editor“ (Referenztabelleneditor)



4. Im Feld **Calibration Valve Position (Kalibrierungsventilposition)** wählen Sie das Kalibrierungsventil: Cal B (Ventil 6), Cal C (Ventil 5) oder Cal D (Ventil 4).
5. Klicken Sie auf **OK**, um den **Reference Table Editor (Referenztabelleneditor)** zu schließen.
6. Klicken Sie auf **OK**, um den Dialog **Tuning Options (Tuning-Optionen)** zu schließen.

Einstellen der Startbedingungen

- Geben Sie **5500** im Feld **IonSpray Voltage Floating (ISVF) (IonSpray-Schwebespannung (ISVF))** ein.

Einstellen der Position der Koronaentladungsnadel



WARNHINWEIS! Stromschlaggefahr: Gehen Sie folgendermaßen vor, um einen Kontakt mit den Hochspannungen zu vermeiden, die auf der Koronaentladungsnadel, der Curtain-Platte und dem Turboheizer anliegen.

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

Erforderliche Materialien

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

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

Optimieren der Flussrate des Kalibrierflüssigkeitsstroms

- Erhöhen Sie die Flussrate in Schritten von 50 µl/min bis zu einem Maximum von 1000 µl/min, um ein stabiles Signal für die Kalibrierlösung zu erzielen.

Optimieren der alternativen CDS-Konfiguration

Bei der alternativen CDS-Konfiguration wird die APCI-Sonde zur Probenanalyse und die TurbolonSpray[®]-Sonde zur Kalibrierung verwendet.

Hinweis: Die IonSprayTM-Spannung (IS) oder IonSpray-Schwebespannung (ISVF) wird immer gleichzeitig auf die TurbolonSpray[®]-Probe und die APCI-Sonde angewendet und die Temperatur (TEM) wird immer gleichzeitig auf Turboheizer und APCI-Heizer angewendet.

Optimieren des Probenflusses

Durchführen der Methode

1. Schalten Sie das CDS ein.
2. Starten Sie die Analyst[®] TF-Software.

CDS-Optimierung

3. Aktivieren Sie ein Hardware-Profil, welches das CDS enthält.
4. Doppelklicken Sie in der Navigationsleiste unter dem Modus **Tune und Calibrate (Tunen und Kalibrieren)** auf **Manual Tuning (Manuelles Tuning)**.
5. Wenn die Ionenquelle abgekühlt ist, können folgende Schritte durchgeführt werden.
 - a. Stellen Sie den Parameter **Temperatur (TEM)** auf **450** ein.
 - b. Lassen Sie die Ionenquelle mindestens 30 Minuten aufwärmen.
Die 30-minütige Aufwärmphase verhindert, dass Lösungsmitteldämpfe in der kalten Probe kondensieren.
6. Starten Sie die Aufnahme.
7. Führen Sie die verwendete Methode zur Optimierung des Probenflusses durch.

Einstellen der Startbedingungen

1. Geben Sie den Wert **20** im Feld für das **Gas 2 der Ionenquelle (GS2)** ein.
2. Geben Sie den Wert **25** im Feld für das **Curtain Gas (CUR)** ein.
3. Geben Sie **5500** im Feld **IonSpray Voltage Floating (ISVF) (IonSpray-Schwebespannung (ISVF))** ein.

Optimieren von Gas 2 und Curtain Gas™ Fluss

1. Stellen Sie **GS2** in Schritten von 5 ein, bis Sie das beste Signal oder Signal-zu-Rausch-Verhältnis erhalten.

Hinweis: Verwenden Sie zur Vermeidung von Verunreinigungen den höchstmöglichen Wert für CUR, ohne dabei Abstriche bei der Empfindlichkeit zu machen. CUR nicht niedriger als 20 einstellen. Dies hilft, ein Durchschlagen des Curtain Gas-Stroms zu verhindern, der ein rauschendes Signal hervorrufen kann, um eine Verunreinigung der Öffnung zu vermeiden und das gesamte Signal-zu-Rausch-Verhältnis zu erhöhen.

2. Erhöhen Sie den Curtain Gas-Strom (**CUR**), bis das Signal schwächer wird.

Optimieren der IonSpray™-Schwebespannung

Hinweis: Wenn die Bei einer zu hohen **IonSpray-Schwebespannung (ISVF)** kann es zu einer Koronaentladung kommen. Sie wird durch ein blaues Leuchten an der Spitze der -Probe sichtbar. TurbolonSpray® Eine Koronaentladung hat eine verminderte Empfindlichkeit und Stabilität des Ionensignals zur Folge.

- Im positiven Modus beginnen Sie mit einem Wert von 5500 und verringern diesen in Schritten von 100–500 V. Im negativen Modus beginnen Sie mit einem Wert von -4500 und erhöhen diesen in Schritten von 100–500 V. Fahren Sie mit der Anpassung fort, bis Sie das beste Signal oder Signal-zu-Rausch-Verhältnis erzielt haben.

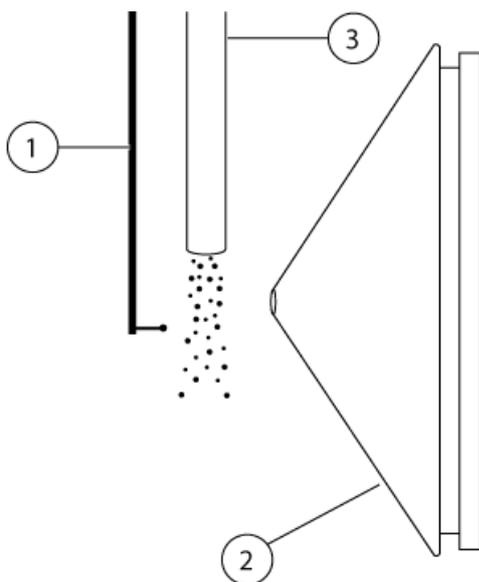
Der optimale Wert für diesen Parameter liegt im positiven Modus bei 5500 V. Wenn Sie bei steigender ISVF keine Änderungen des Signals beobachten, belassen Sie ISVF in der niedrigsten Einstellung, bei der das beste Signal oder Signal-zu-Rausch-Verhältnis erzielt wird.

Optimieren der Position der APCI-Sonde

Die Curtain-Platten-Öffnung sollte immer frei von Lösungsmittel oder Lösungsmitteltröpfchen sein.

Die Position der Sprühdüse beeinflusst die Empfindlichkeit und Signalstabilität. Passen Sie die Empfindlichkeit der Probe lediglich in kleinen Abständen an. Bei niedrigeren Flussraten sollte die Probe näher an der Öffnung liegen. Bei höheren Flussraten sollte die Probe weiter von der Öffnung entfernt sein.

Abbildung 3-2 Position der Sprühdüse



Position	Beschreibung
1	Koronaentladungsnadel
2	Curtain-Platte
3	APCI-Sonde

1. Verwenden Sie die vorherige Einstellung oder stellen Sie diese auf 5 mm als Ausgangsposition ein.

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

2. Verwenden Sie FIA oder eine T-Infusion, um die Probe mit einer hohen Flussrate zu injizieren.
3. Überwachen Sie das Signal in der Software.

CDS-Optimierung

4. Passen Sie mit den vertikalen Mikrometereinstellungen die Probe in kleinen Schritten an, um das beste Signal oder Signal-zu-Rausch-Verhältnis zu erreichen.

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

Optimieren der IonSpray™-Schwebespannung

Hinweis: Wenn die Bei einer zu hohen **IonSpray-Schwebespannung (ISVF)** kann es zu einer Koronaentladung kommen. Sie wird durch ein blaues Leuchten an der Spitze der -Probe sichtbar. TurbolonSpray® Eine Koronaentladung hat eine verminderte Empfindlichkeit und Stabilität des Ionensignals zur Folge.

- Im positiven Modus beginnen Sie mit einem Wert von 5500 und verringern diesen in Schritten von 100–500 V. Im negativen Modus beginnen Sie mit einem Wert von -4500 und erhöhen diesen in Schritten von 100–500 V. Fahren Sie mit der Anpassung fort, bis Sie das beste Signal oder Signal-zu-Rausch-Verhältnis erzielt haben.

Der optimale Wert für diesen Parameter liegt im positiven Modus bei 5500 V. Wenn Sie bei steigender ISVF keine Änderungen des Signals beobachten, belassen Sie ISVF in der niedrigsten Einstellung, bei der das beste Signal oder Signal-zu-Rausch-Verhältnis erzielt wird.

Optimieren der Temperatur der APCI-Sonde



WARNHINWEIS! Strahlengefährdung, Biogefährdung oder toxisch-chemische Gefahren: Stellen Sie sicher, dass das Massenspektrometer ordnungsgemäß belüftet wird und dass eine gute allgemeine Belüftung des Labors gewährleistet ist. Ausreichende Laborbelüftung zur Kontrolle der Lösungsmittel- und Probenemissionen ist für den sicheren Betrieb des Massenspektrometers erforderlich.

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

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

Einstellen der Position der Koronaentladungsnadel



WARNHINWEIS! Stromschlaggefahr: Gehen Sie folgendermaßen vor, um einen Kontakt mit den Hochspannungen zu vermeiden, die auf der Koronaentladungsnadel, der Curtain-Platte und dem Turboheizer anliegen.

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

Erforderliche Materialien

- Isolierter Schlitzschraubendreher

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

Optimieren des Kalibrierflüssigkeitsstroms

Verwenden Sie zum Optimieren des Kalibrierflüssigkeitsstroms die für die APCI-Sonde optimierten GS1- und GS2-Parameterwerte unter [Optimieren des Probenflusses auf Seite 27](#).

Die Position der TurbolonSpray[®]-Sonde kann sich auf die Leistung des analytischen Stroms auswirken. Prüfen Sie nach dem Optimieren des Kalibrierflüssigkeitsstroms die Leistung des analytischen Stroms.

Durchführen der Methode

1. Schalten Sie das CDS ein.
2. Starten Sie die Analyst[®] TF-Software.
3. Aktivieren Sie ein Hardware-Profil, welches das CDS enthält.
4. Doppelklicken Sie in der Navigationsleiste unter dem Modus **Tune und Calibrate (Tunen und Kalibrieren)** auf **Manual Tuning (Manuelles Tuning)**.
5. Wenn die Ionenquelle abgekühlt ist, können folgende Schritte durchgeführt werden.
 - a. Stellen Sie den Parameter **Temperatur (TEM)** auf **450** ein.
 - b. Lassen Sie die Ionenquelle mindestens 30 Minuten aufwärmen.
Die 30-minütige Aufwärmphase verhindert, dass Lösungsmitteldämpfe in der kalten Probe kondensieren.
6. Starten Sie die Aufnahme.
7. Führen Sie die in [Optimieren des Probenflusses auf Seite 27](#) zur Optimierung des Probenflusses verwendete Methode durch.

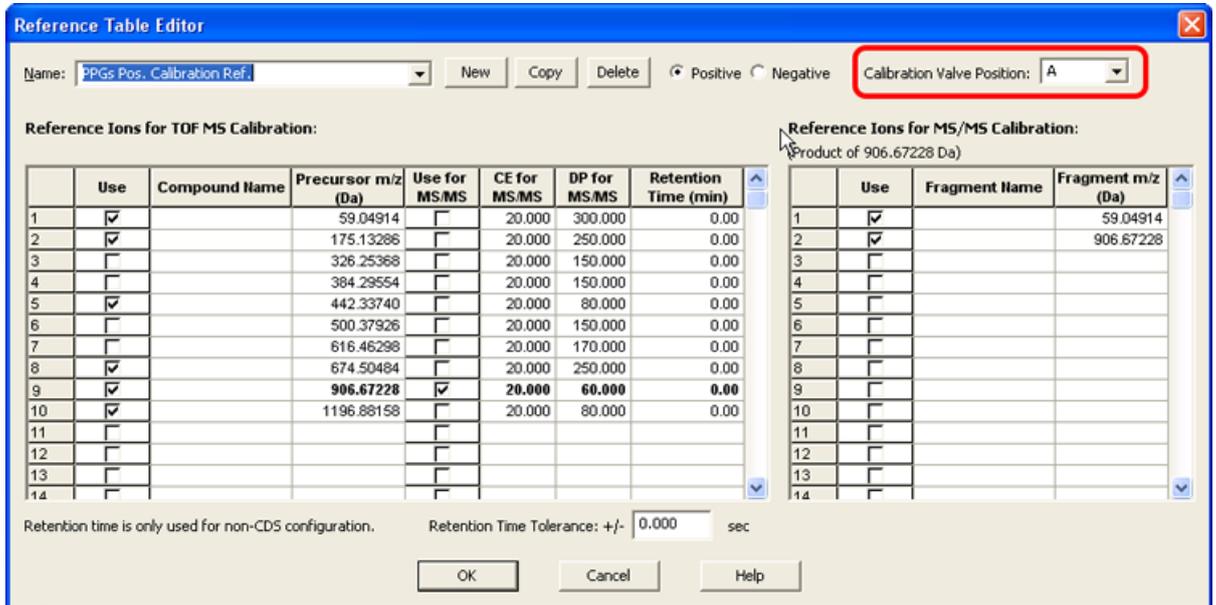
(Optional) Auswahl des Kalibrierlösungsventils

Standardmäßig sind alle Referenztabelle so konfiguriert, dass sie Cal A (Ventil 1) verwenden. Um ein anderes Ventil zu verwenden, befolgen Sie die folgenden Schritte.

1. Klicken Sie auf **Tools > Settings > Tuning Options** (Extras > Einstellungen > Tuning-Optionen).
2. Im Dialog **Tuning Options (Tuning-Optionen)** klicken Sie auf **Reference (Referenz)**.

3. Im Feld **Name** wählen Sie die Referenztabelle aus.

Abbildung 3-3 Feld „Calibration Valve Position“ (Kalibrierungsventilposition) im „Reference Table Editor“ (Referenztabelleneditor)



4. Im Feld **Calibration Valve Position (Kalibrierungsventilposition)** wählen Sie das Kalibrierungsventil: Cal B (Ventil 6), Cal C (Ventil 5) oder Cal D (Ventil 4).
5. Klicken Sie auf **OK**, um den **Reference Table Editor (Referenztabelleneditor)** zu schließen.
6. Klicken Sie auf **OK**, um den Dialog **Tuning Options (Tuning-Optionen)** zu schließen.

Optimieren der Flussrate des Kalibrierflüssigkeitsstroms

- Erhöhen Sie die Flussrate in Schritten von 50 µl/min bis zu einem Maximum von 1000 µl/min, um ein stabiles Signal für die Kalibrierlösung zu erzielen.

Optimieren der TurbolonSpray®

1. Stellen Sie **IonSpray Voltage (ISV) (IonSpray-Spannung)** auf **5500** ein.
2. Schauen Sie durch das Fenster am Ionenquellengehäuse, um die Position der Probe zu sehen.
3. Stellen Sie das horizontale Mikrometer auf 5 und das vertikale Mikrometer auf 0.
4. Klicken Sie auf **CDS Inject (CDS Injektion)**.
5. Überwachen Sie das Signal in der Software.
6. Passen Sie mit den horizontalen Mikrometereinstellungen die Probeposition in kleinen Schritten an, um das beste Signal oder Signal-zu-Rausch-Verhältnis zu erreichen.

Die Probe kann auf jeder Seite der Öffnung optimiert werden.

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

7. Passen Sie mit den vertikalen Mikrometereinstellungen die Probeposition in kleinen Schritten an, um das beste Signal oder Signal-zu-Rausch-Verhältnis zu erreichen.

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



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

8. Justieren Sie die schwarze Einstellkappe für Elektroden an der Probe, um die Elektrodenspitze zu verlängern. In der Regel ist ein Elektrodenüberstand von 0,5–1,0 mm optimal.

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

Tipp! Richten Sie den flüssigen Sprühnebel der TurbolonSpray-Sonde weg von der Öffnung, um eine Verunreinigung der Öffnung zu vermeiden, ein Durchschlagen des Curtain Gas™-Flusses zu verhindern, welches ein instabiles Signal hervorrufen könnte, und um einen elektrischen Kurzschluss aufgrund der vorhandenen Flüssigkeit zu verhindern.

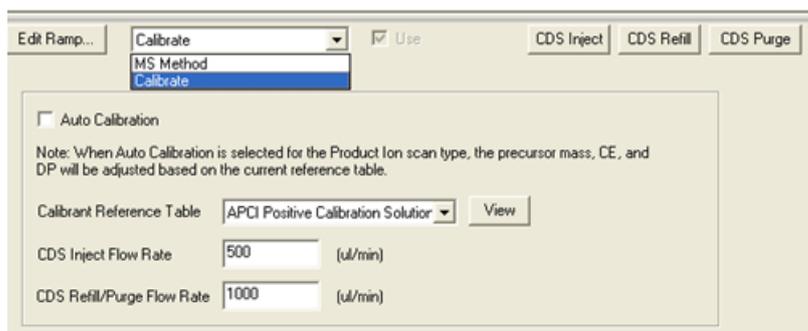
Kalibrierung im Modus „Manual Tune“ (Manuelles Tuning)

4

Kalibrieren des Massenspektrometers

1. Starten Sie die Analyst® TF Software.
2. Stellen Sie sicher, dass das CDS mit dem Massenspektrometer verbunden und eingeschaltet ist.
3. Aktivieren Sie ein Hardware-Profil, welches das CDS enthält.
4. In der Navigationsleiste unter **Tune und Calibrate (Tunen und Kalibrieren)** klicken Sie auf **Manual Tuning (Manuelles Tuning)**.
5. Wählen Sie im Fenster **Tune Method Editor (Tuning-Methoden-Editor) Calibrate (Kalibrieren)** aus der Liste aus.

Abbildung 4-1 Fenster „Tune Method Editor“ (Tuning-Methoden-Editor)



6. Wählen Sie im Feld **Calibrant Reference Table (Referenztabelle der Kalibrierlösung)** die benötigte Referenztabelle der Kalibrierlösung aus.

Hinweis: Die Kalibrierventilposition wird in der Referenztabelle der Kalibrierlösung konfiguriert. Standardmäßig verwendet das System Cal A (Ventil 1). Um ein anderes Ventil zu benutzen, befolgen Sie die Anweisungen unter [\(Optional\) Auswahl des Kalibrierventils \(Optional\) Auswahl des Kalibrierventils auf Seite 31](#).

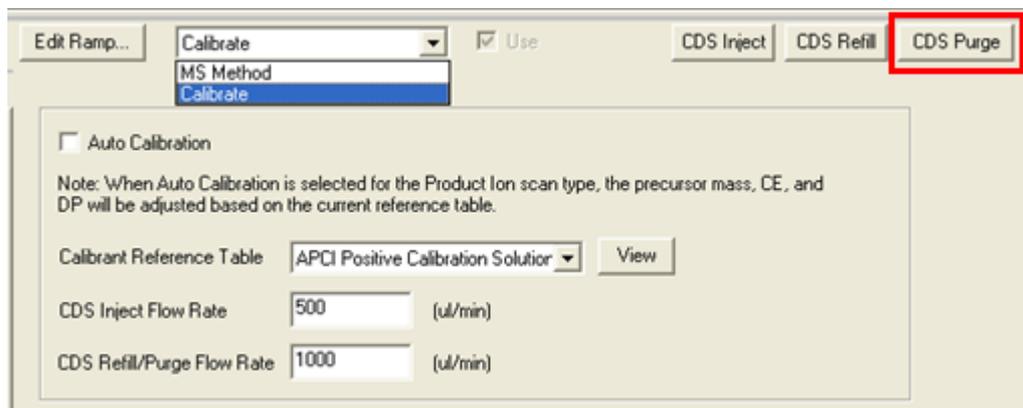
7. Klicken Sie auf **View (Ansicht)**, um die Kalibrierungen und die Kalibrierventilposition anzuzeigen.

Stellen Sie sicher, dass die korrekten Ionen für den experimentellen Massenbereich und die korrekte Kalibrierventilposition ausgewählt sind. Weitere Informationen zur Bearbeitung von Referenztabellen finden Sie in der Hilfe zur Analyst TF Software.

8. Klicken Sie auf **CDS Purge (CDS spülen)**, um das CDS mit Kalibrierlösung zu füllen.

Während das CDS gefüllt wird oder injiziert, blinkt die blaue LED. Wenn das Spülen des Systems abgeschlossen ist, befindet sich das CDS in der Ausgangsposition und ist mit Kalibrierlösung gefüllt.

Abbildung 4-2 Taste „CDS Purge“ (CDS spülen)



9. Geben Sie in das Feld **CDS Inject Flow Rate (CDS Injektions-Flussrate)** 200 ein.
10. Aus der Methodenliste wählen Sie **MS**.
11. Erstellen Sie eine MS-Methode.
12. Stellen Sie die Ionenquelle und das Massenspektrometer auf typische Werte für diese Anwendung ein. Bei einer TOF MS-Methode und einer LC-Flussrate von 200 µL/min könnten die Ausgangsbedingungen zum Beispiel wie in [Tabelle 4-1](#) gezeigt sein.

Tabelle 4-1 TOF MS-Methode

Parameter	Wert
MS	
Scan-Methode	TOF MS
TOF Masse (Da)	Min = 100, Max = 2000
Akkumulationszeit (Sekunden)	0,250
Source/Gas	
Gas 1 der Ionenquelle (GS1)	40
Gas 2 der Ionenquelle (GS2)	50
Curtain Gas (CUR)	25
Temperatur (TEM)	550
IonSpray-Schwebespannung (ISVF)	5500
Verbindung	

Tabelle 4-1 TOF MS-Methode (Fortsetzung)

Parameter	Wert
Auflösungspotenzial von Ionenclustern (DP)	80
Kollisionsenergie (CE)	10

Tipp! Wenn **Auto Calibration (Autokalibrierung)** auf der Registerkarte **Calibrate (Kalibrierung)** ausgewählt ist, werden die Felder **Product of (Da) (Produkt von (Da))**, **Declustering Potential (DP) (Auflösungspotenzial)** und **Collision Energy (CE) (Kollisionsenergie)** automatisch mit den angegebenen Werten in der Referenztabelle der Kalibrierlösung ausgefüllt, wenn als Scan-Methode **Product Ion (Produkt-Ion)** ausgewählt ist.

13. Geben Sie den LC-Fluss in die TurbolonSpray[®]-Sonde der Ionenquelle entsprechend den Ausgangsbedingungen der typischen LC-Methode ein. Im positiven Modus könnten die LC-Bedingungen beispielsweise 95:5 Wasser:Acetonitril + 0,1% Ameisensäure bei 200 µL/min sein.
14. Nachdem das CDS gefüllt wurde, klicken Sie auf **CDS Inject (CDS Injektion)**, um damit zu beginnen, die Kalibrierlösung in die APCI-Sonde zu injizieren.
15. Klicken Sie auf **Start**, um mit der Datenerfassung zu beginnen.

Die Kalibrierungsionen sollten im Massenspektrum erscheinen. Siehe Probenspektren in [Abbildung 4-3](#).

Hinweis: Wenn das CDS längere Zeit nicht verwendet wurde oder wenn zuvor eine andere Kalibrierlösung verwendet wurde, könnte es einige Minuten dauern, bis die gewünschten Kalibrierungsionen erscheinen. Um die Dauer zu verkürzen, erhöhen Sie vorübergehend die CDS-Flussrate.

16. Nachdem die Lösung aufgefüllt wurde, verwenden Sie das CDS, um das Massenspektrometer automatisch im Modus „Tune and Calibrate“ (Tunen und Kalibrieren) oder im „Acquire Mode“ (Erfassungsmodus) zu kalibrieren.

Abbildung 4-3 Probenspektren: TOF MS, APCI Positive Kalibrierlösung

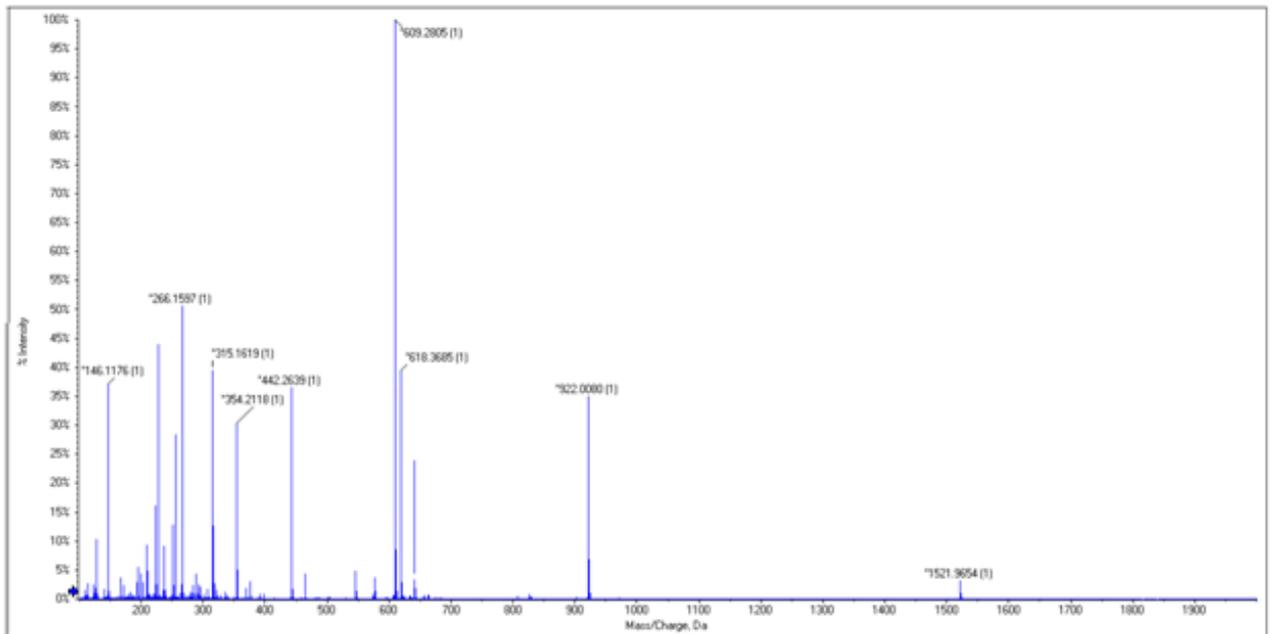


Tabelle 5-1 Tipps zur CDS-Fehlerbehebung

Ausgabe	Mögliche Ursache	Lösung
Das CDS kommuniziert nicht mit der Analyst® TF-Software. (Die CDS-Status im Dialog „Detailed Status“ (Detaillierter Status) sind „N/A“ und das Massenspektrometer zeigt einen Fehler an.)	Das CDS ist nicht im Hardware-Profil konfiguriert. Der CDS-Status im Dialog Detailed Status (Detaillierter Status) ist Not Used (Nicht verwendet) .	Konfigurieren Sie das Hardware-Profil. Siehe Konfigurieren des Hardware-Profiles auf Seite 19 .
	Das CDS ist konfiguriert, kommuniziert allerdings nicht mit der Analyst TF-Software. Der CDS-Status im Dialog Detailed Status (Detaillierter Status) ist Disconnected (Getrennt) .	Überprüfen Sie die Verbindungen der Kommunikationskabel.
	Die Kommunikationsleiterplatte (CCOMM) ist fehlerhaft.	Die Kommunikationsleiterplatte muss eventuell ersetzt werden. Kontaktieren Sie einen AB SCIEX Außendienstmitarbeiter (FSE).
Die Anschlussstücke sind undicht.	Ein Anschlussstück oder eine Kapillare ist locker oder nicht ordnungsgemäß installiert.	<ul style="list-style-type: none"> Ziehen Sie die Anschlussstücke mit einem Werkzeug bis zum angegebenen Drehmoment fest. Spülen Sie den Pumpenkopf, um ihn zu entleeren, und füllen Sie ihn erneut. Wenn das Problem weiter besteht, entfernen Sie die Kapillaren und prüfen Sie sie auf Knicke und Verschmutzungen. Ersetzen Sie bei Bedarf die Kapillaren.
Es wird kein Fluss verzeichnet.	Ein Anschlussstück oder eine Kapillare ist locker oder nicht ordnungsgemäß installiert.	<ul style="list-style-type: none"> Prüfen Sie auf Leckagen oder Schäden an den Kapillaren. Ziehen Sie die Anschlussstücke mit einem Werkzeug bis zum angegebenen Drehmoment fest. Spülen Sie den Pumpenkopf, um ihn zu entleeren, und füllen Sie ihn erneut.

Tabelle 5-1 Tipps zur CDS-Fehlerbehebung (Fortsetzung)

Ausgabe	Mögliche Ursache	Lösung
		<ul style="list-style-type: none"> Wenn das Problem weiter besteht, entfernen Sie die Kapillaren und prüfen Sie sie auf Knicke und Verschmutzungen. Ersetzen Sie bei Bedarf die Kapillaren.
	Eine Verstopfung in der Kalibrierlösungsleitung bewirkt, dass Luft durch die Dichtung entweicht.	Stellen Sie sicher, dass die Kalibrierlösungsflaschen ordnungsgemäß entlüftet sind und prüfen Sie die Kalibrierlösungsleitung auf Verstopfungen.
	Der Kalibrierlösungsschlauch ist nicht in die Kalibrierlösung eingetaucht.	Stellen Sie sicher, dass sich der Schlauch in der Lösung befindet.
	Die Füllung erfolgte unvollständig.	Füllen Sie das CDS nach und spülen Sie es.
	Die Pumpenleitung ist verstopft.	Prüfen Sie die Pumpenleitung auf Verstopfungen.
	Die Leitung der Ionenquelle ist verstopft.	Prüfen Sie die Leitung der Ionenquelle auf Verstopfungen.
	Die Pumpe ist defekt.	Eventuell muss die Pumpe ersetzt werden. Wenden Sie sich an einen Außendienstmitarbeiters (FSE).
	Es liegt elektronisches Rauschen in der Ventilsteuerleitung vor.	<ul style="list-style-type: none"> Stellen Sie sicher, dass die korrekten Kabel installiert wurden. Stellen Sie sicher, dass das Erdungskabel am CDS ordnungsgemäß installiert ist. Stellen Sie sicher, dass die Ventilhülsen geerdet sind.
	Die Kommunikationsleiterplatte (CCOMM) ist fehlerhaft.	Die Kommunikationsleiterplatte muss eventuell ersetzt werden. Wenden Sie sich an einen Außendienstmitarbeiters (FSE).
Beim Füllen, Positionieren oder Spülen der Pumpe kam es zu einem Timeout-Fehler.	Die Nachfüll-/Spülflussrate ist zu hoch eingestellt.	Stellen Sie sicher, dass die Flussrate auf 1200 µl/min oder niedriger eingestellt ist.
Die Intensität der Kalibrierungen ist schwach.	Eine Primärdichtung in der Pumpe ist undicht.	Eventuell muss die Pumpe ersetzt werden. Wenden Sie sich an einen Außendienstmitarbeiters (FSE).

Tabelle 5-2 Tipps zur Fehlerbehebung der APCI-Kalibrierlösung

Ausgabe	Mögliche Ursache	Lösung
Es werden keine Kalibrierungen im Spektrum beobachtet.	Die Pumpe wurde nicht ordnungsgemäß gefüllt.	Stellen Sie sicher, dass sich der Kalibrierlösungsschlauch vom CDS-Auswahlventil in der Kalibrierlösung befindet. Lassen Sie die CDS-Lösung ab.
	Der Kalibrierlösungsschlauch enthält nach dem Spülen oder Nachfüllen der Lösung Luftbläschen.	<ul style="list-style-type: none"> • Stellen Sie sicher, dass sich der Kalibrierlösungsschlauch vom CDS-Auswahlventil in der Kalibrierlösung befindet. Lassen Sie die CDS-Lösung ab. • Verringern Sie die CDS-Nachfüll-/Spülflussrate.
	Es wurde eine falsche Position des Auswahlventils für die Kalibrierlösung gewählt.	Ändern Sie die Ventilposition im Referenztabelleneditor auf die korrekte Position.
Die Intensität der Kalibrierungen ist schwach.	Die CDS-Injektionsflussrate ist zu niedrig.	Erhöhen Sie die CDS-Injektionsflussrate.
Das Kalibrierungssion C oder F wird nicht beobachtet.	Die Kalibrierungen C und F sind temperaturabhängig.	Schließen Sie bei hohen Temperaturen das Kalibrierungssion F nicht ein. Bei niedrigeren Temperaturen sollte das Kalibrierungssion C nicht eingeschlossen werden.
Die Batch-Kalibrierung schlägt fehl.	Es wurde eine falsche Referenztafel für die Kalibrierlösung ausgewählt.	Wählen Sie die korrekte Referenztafel für die Kalibrierlösung.
	Die Intensität der Kalibrierungen ist zu niedrig.	Erhöhen Sie die CDS-Injektionsflussrate.

Tabelle 5-2 Tipps zur Fehlerbehebung der APCI-Kalibrierlösung (Fortsetzung)

Ausgabe	Mögliche Ursache	Lösung
Die Batch-Kalibrierung schlägt im MS/MS-Modus fehl.	Ein oder mehrere Fragment-Ionen sind nicht vorhanden oder ihre Intensität ist sehr schwach.	<ul style="list-style-type: none"> • Erhöhen Sie die CDS-Injektionsflussrate. • Löschen Sie in der Referenztabelle die Kalibrierungsionen mit schwacher Intensität (es werden drei oder mehr Kalibrierungsionen empfohlen, um eine gute Kalibrierung zu erzielen).
Das Batch kann nicht übergeben werden. Eine Fehlermeldung zeigt an, dass sich ein oder mehrere Referenzen für die Kalibrierung außerhalb des Massenbereichs befinden.	Ein oder mehrere Referenzen für die Kalibrierung befinden sich außerhalb des Massenbereichs der für das Batch ausgewählten Erfassungsmethode.	Bearbeiten Sie die Referenztabelle und schließen Sie nur Ionen ein, die sich innerhalb des Massenbereichs der Erfassungsmethode befinden.

Artikelnummer	Beschreibung	Menge	Upchurch-Artikelnummer
5008141	MUTTER, PEEK, KURZ, 1/4-28	1	LT-115
5008152	HÜLSE, PEEK, SUPER-FLANGLESS	2	P-260
5008157	ANSCHLUSSSTÜCK, PEEK, NAT, LANG	1	F130
5008232	STOPFEN, ACETAL, SCHWARZ	1	U-467BLK
5008296	KAPILLARE, PEEK, BLAU, 1/16 x 0,010 x 40 CM	1	PM-1960B
5002985	KAPILLARE,, PEEK, ROT, 1/16 x 0,125 x 40 CM	1	PM-1945R
5008298	KAPILLARE,, PEEK, GRÜN, 1/16 x 0,030 x 16 CM	1	PM1820G
	KAPILLARE,, FEP, NAT, 1/16 x 0,030 x 60 CM	5	PM1000
	KAPILLARE,, FEP, NAT, 1/16 x 0,030 x 17 CM	1	PM1000
5008302	KAPILLARE,, FEP, GRÜN, 1/16 x 0,030 x 60 CM	2	PM1000G
5008303	FILTER-BAUGR., PEEK, BOB, 1/16, 10 um, GL-38	2	A-453
	KAPPEN-BAUGR., FLASCHE, 1/16, GL-38	5	
	ANSCHLUSSSTÜCKE, KNOPF, SCHWARZ	11	
	HÜLSE, PEEK	11	
	MUTTER, RHEFLEX	11	

Kalibrierlösungen

Artikelnummer	Beschreibung	Menge
4460131	APCI Positive Kalibrierlösung für das AB SCIEX TripleTOF [®] 5600-System	100 ml
4460134	APCI Negative Kalibrierlösung für das AB SCIEX TripleTOF [®] 5600-System	100 ml
4460136	APCI Positive Kalibrierlösung für das AB SCIEX TripleTOF [®] 5600-System (5er-Pack)	5 × 100 ml
4460138	APCI Negative Kalibrierlösung für das AB SCIEX TripleTOF [®] 5600-System (5er-Pack)	5 × 100 ml
4463272	ESI Positive Kalibrierlösung für das AB SCIEX TripleTOF [®] 5600-System	100 ml
4463274	ESI Positive Kalibrierlösung für das AB SCIEX TripleTOF [®] 5600-System (5er-Pack)	5 × 100 ml
4463276	ESI Negative Kalibrierlösung für das AB SCIEX TripleTOF [®] 5600-System (5er-Pack)	5 × 100 ml
4463277	ESI Negative Kalibrierlösung für das AB SCIEX TripleTOF [®] 5600-System	100 ml

Verwenden Sie diese Konfiguration mit der Turbo V™ - oder IonDrive™ Turbo V-Ionenquelle und der SelexION™ -Technologie. Bei dieser Konfiguration ist der LC-Fluss mit dem Injektionsventil verbunden. Der Fluss wird während der Kalibrierung zu den Reststoffen geleitet und nach Beendigung der Kalibrierung zur Ionenquelle.

Hinweis: Wir empfehlen die Verwendung der ESI-Kalibrierlösungskits mit der Turbo V- oder IonDrive Turbo V-Ionenquelle und der SelexION-Technologie. Artikelnummern finden Sie unter [Verbrauchsmaterial auf Seite 42](#).

Anschließen der CDS-Leitungen

1. Befolgen Sie die Anweisungen unter [Anschließen der CDS-Leitungen auf Seite 12](#).
2. Um die LC-Reststoffleitung zu erstellen, bringen Sie die Hülse und das Rheodyne-Anschlussstück an der 60 cm langen grünen FEP-Kapillare an, schieben Sie die Kapillare so weit wie möglich in das Injektionsventil LC-RESTSTOFFE Anschluss 5 ein und ziehen Sie das Anschlussstück fest.
3. Schieben Sie das andere Ende der grünen FEP-Kapillare in die Reststoffflasche auf dem Rack.

Installation des CDS

- Befolgen Sie die Anweisungen unter [Installation des CDS auf Seite 15](#).

Anschließen der Ionenquelle



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

1. Verbinden Sie das andere Ende der roten PEEK-Kapillare vom Injektionsventil Anschluss 3 mit der Sonde an der Ionenquelle.
2. Schieben Sie die Probenkapillare in die Probenkapillarenmutter. Bringen Sie die Probenkapillarenmutter am Anschlussstück oben an der Sonde an und ziehen Sie die Probenkapillarenmutter handfest an.
3. Verbinden Sie die Kapillare des Probenaufgabegeräts mit dem Injektionsventil Anschluss 4.

Konfigurieren des CDS im Hardware-Profil

- Befolgen Sie die Anweisungen unter [Konfigurieren des Hardware-Profiles auf Seite 19](#).

Testen der CDS-Installation

- Befolgen Sie die Anweisungen unter [Testen der CDS-Installation auf Seite 45](#).

Füllen des CDS

Die Leitungen werden mit der Lösung gefüllt, die mit dem Kalibrierventilanschluss verbunden ist, der in den **Tuning Options (Tuning-Optionen)** in der Analyst[®] TF-Software angegeben ist. Siehe Hilfe zur Analyst TF-Software.

Hinweis: Wenn das System zum ersten Mal benutzt wird, wenn das System seit längerer Zeit nicht benutzt wurde oder wenn sich die Positionen der Kalibrierventile geändert haben, kann es notwendig sein, die Leitungen mehrmals zu spülen.

1. Doppelklicken Sie in der Navigationsleiste der Analyst TF-Software auf **Manual Tuning (Manuelles Tuning)**.
2. Wählen Sie **Calibrate (Kalibrieren)** aus der Liste der Methodenarten.
3. Wählen Sie in der Liste **Calibrant Reference Table (Referenztabelle der Kalibrierlösung)** die Referenztabelle für die Kalibrierlösung aus.
4. Klicken Sie auf **CDS Purge (CDS Spülen)** und prüfen Sie dabei die Leitungen von der Kalibrierlösungsflasche zum Ventil und von der Pumpe zum Ventil auf Luftbläschen.
5. Klicken Sie so lange auf **CDS Purge (CDS Spülen)**, bis keine Luftbläschen mehr zu sehen sind.

Revisionen

Änderung	Beschreibung der Änderung	Datum
A	Erste Veröffentlichung des Dokuments.	Juni 2014