

PhotoSpray® Ionenquelle

Bedienerhandbuch



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

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

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

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

Nur für Forschungszwecke. Nicht zur Verwendung bei Diagnoseverfahren.

AB SCIEX™ wird unter Lizenz verwendet.

© 2015 AB SCIEX



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

Inhalt

Kapitel 1 Einführung in die Ionenquellen.....	5
Vorsichtsmaßnahmen und Gefahren beim Betrieb.....	5
Komponenten der Ionenquelle.....	6
Dopanzuleitung und Probenkapillare.....	8
APCI-Probe.....	8
UV-Lampe.....	9
Gas- und elektrische Anschlüsse.....	10
Ionenquellen-Sensorschaltung.....	11
Quellenexhaustsystem.....	11
Kontaktangaben.....	12
Verwandte Dokumentation.....	12
Technischer Support.....	12
Kapitel 2 Installation der Ionenquelle.....	13
Vorbereitung der Installation.....	13
Erforderliche Gasanschlüsse.....	14
Installieren der Probe.....	14
Installieren der Ionenquellenanschlüsse.....	15
Anschließen der Ionenquellenkapillaren.....	17
Installieren Sie die Ionenquelle auf dem Massenspektrometer.....	18
Überprüfen auf Undichtigkeiten.....	19
Kapitel 3 Optimieren der Ionenquelle.....	20
Probeninjektion.....	21
Methode.....	21
Flussrate.....	21
Probeneinlassanforderungen.....	21
Optimieren der APCI-Sonde.....	21
Einrichten des Systems.....	22
Durchführen der Methode.....	22
Einstellen der Startbedingungen.....	22
Optimieren von Gas 1, Gas 2, und Curtain Gas Flow	23
Optimieren der Position der APCI-Probe.....	23
Optimieren der Temperatur der APCI-Probe.....	25
Einstellen der UV-Lampenposition.....	25
Tipps zur Optimierung.....	26
Kapitel 4 Wartung der Ionenquelle.....	27
Reinigen Sie die Oberflächen der Ionenquelle.....	29
Reinigen der Probe.....	29
Entfernen der Ionenquelle.....	30
Entfernen der Probe.....	30
Ersetzen der Elektrodenkapillare.....	31
Einstellen des Elektroden spitzen-Überstands.....	33
Reinigen des optischen UV-Fensters.....	34

Inhalt

Austauschen des UV-Leuchtkörpers.....	36
Ersetzen Sie die Probenkapillare.....	37
Kapitel 5 Tipps zur Fehlerbehebung.....	38
Anhang A Grundlagen der Handhabung – Ionenquelle	40
Ionisationsprozess.....	40
Auswahl des Dopants.....	40
Zusammensetzung von Eluent und Modifikatoren.....	41
Eluent.....	42
Modifikatoren.....	42
Ionisationsbereich.....	42
Photoionenproduktion.....	43
Photoionenbewegung.....	44
Beschreibung des Probeneinlasses.....	44
Anhang B Quellen-Parameter und Spannungen.....	45
APCI-Probeparameter.....	45
Parameter-Beschreibungen.....	46
Zusammensetzung der Lösungsmittel.....	47
Dopantzusammensetzung und Flussrate.....	48
Anhang C Verbrauchsmaterialien und Ersatzteile.....	49
Revisionen.....	50

Die Photoionisation bei Atmosphärendruck stellt ein alternatives Verfahren zum Einbringen von Proben in das Massenspektrometer dar. Die PhotoSpray[®]-Ionenquelle erzeugt, ähnlich wie die herkömmliche APCI-Probe (chemische Ionisation bei Atmosphärendruck) und Turbo VTM-Ionenquelle, Ionen, die der molekularen Zusammensetzung der Probe entsprechen.

Vom praktischen Standpunkt aus betrachtet stellt diese Ionenquelle eine vielseitigere Version der chemischen Ionisation bei Atmosphärendruck dar, die ein höheres Maß an Empfindlichkeit bei der Optimierung für bestimmte Verbindungen gewährleistet. Die Ionenquelle erleichtert auch den LC-MS/MS-Nachweis biologischer Verbindungen sowie umweltrelevanter Verbindungen von geringer Polarität.

Vorsichtsmaßnahmen und Gefahren beim Betrieb

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



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



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



WARNHINWEIS! Gefahr durch heiße Oberfläche. Lassen Sie die Ionenquelle mindestens 30 Minutenvor dem Beginn von Wartungsarbeiten abkühlen. Die Oberflächen der Ionenquelle und die Komponenten der Vakuum-Schnittstelle werden beim Betrieb heiß.



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



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



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

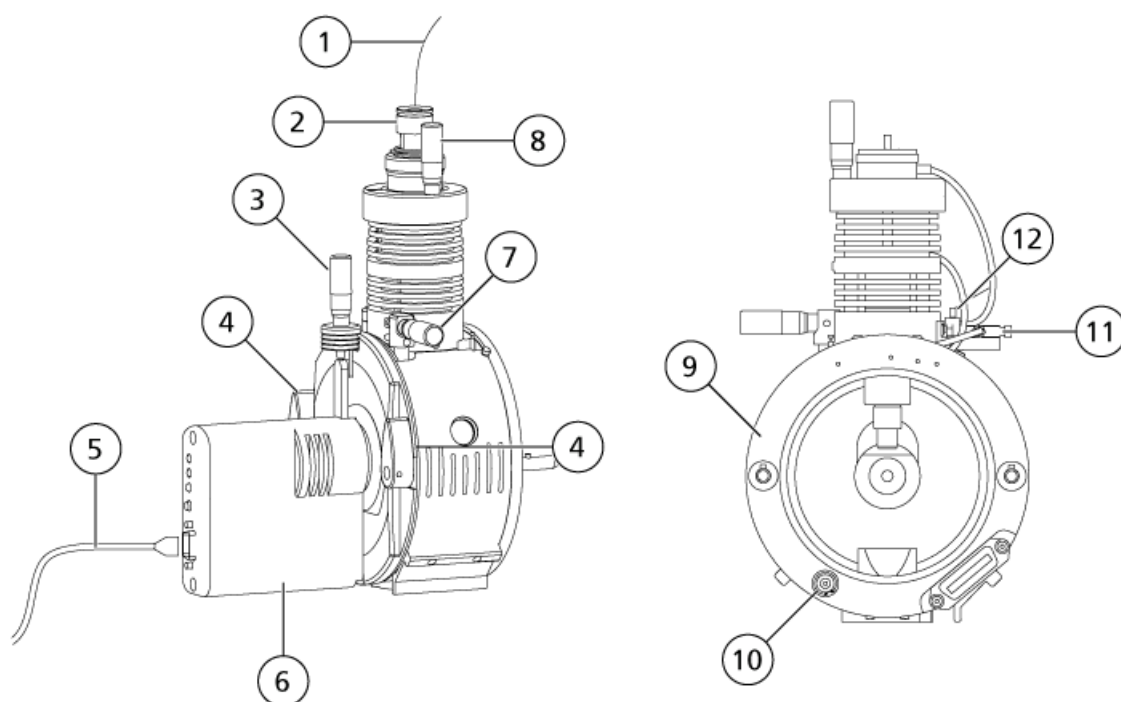


WARNHINWEIS! Stromschlaggefahr. Vermeiden Sie den Kontakt mit der Hochspannung, die an der Koronaentladungsnadel und der Curtainplatte anliegt. Versetzen Sie das System in den Standby-Modus, bevor Sie die Probenkapillare oder andere Ausrüstungsteile in der Nähe der Ionenquelle anpassen.

Komponenten der Ionenquelle

Diese Ionenquelle verwendet einen beheizten Zerstäuber zum Verdampfen der Probe. Im Anschluss an die Verdampfung werden die molekularen Bestandteile der Probe mittels Photoionisation ionisiert, wobei die Anregung durch kontinuierliche Bestrahlung mit UV-Strahlung in Gegenwart eines Dopant im Ionenquellengehäuse erfolgt.

Abbildung 1-1 PhotoSpray-Ionenquelle



Position	Beschreibung
1	Probenkapillare
2	APCI-Probe
3	Mikrometer zur Anpassung der vertikalen Position der UV-Lampe an die Empfindlichkeit der Ionenquelle
4	Zwei Riegel zur Befestigung der Ionenquelle am Massenspektrometer
5	Ionenquellenkabel zum Massenspektrometer
6	UV-Lampenkontrollmodull mit LED-Lampenstatusanzeige und 9-poligem Steckeranschluss für das Ionenquellenkabel zur Stromversorgung und Datenübertragung an die UV-Lampe
7	Mikrometer zur Anpassung der horizontalen Position der APCI-Probe an die Empfindlichkeit der Ionenquelle
8	Mikrometer zur Anpassung der vertikalen Position der APCI-Probe an die Empfindlichkeit der Ionenquelle
9	Ionenquellengehäuseplatte mit Hochspannungsanschluss, Steckverbinder zur Erkennung der Ionenquelle und Anschlüssen für die Stromversorgung der Ionenquelle sowie für die Gaszufuhr
10	Hochspannungsanschluss

Einführung in die Ionenquellen

Position	Beschreibung
11	Dopanteinlass zum Anschluss der Dopantzuleitung für das Einbringen von Dopant in das Zerstäubergas
12	Kabelhalter

Dopantzuleitung und Probenkapillare

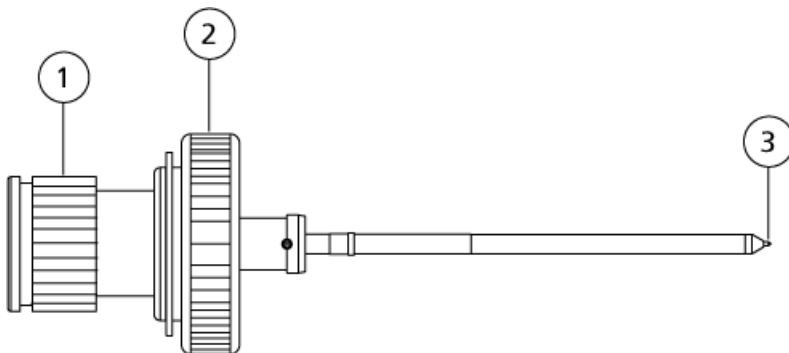
Schließen Sie eine Dopantzuleitung von Hand am Dopanteinlass an, um das Dopant in das Zerstäubergas einzubringen und verbinden Sie die Probenkapillare (ebenfalls von Hand) mit der Probe. Siehe [Installieren der Ionenquellenanschlüsse](#).

APCI-Probe

Die APCI-Probe besteht aus einer Edelstahlkapillare mit einem Innendurchmesser (ID) von 100 µm (0,004 Zoll), die von einem Strom aus Zerstäubergas (Gas 1). Der flüssige Probenstrom wird durch den Zerstäuber gepumpt, wo er in einem beheizten Keramikrohr vernebelt wird. Die Temperatur der Keramikrohrinnenwand kann zwischen 100-750 °C gehalten werden und wird durch einen in die Heizvorrichtung eingebetteten Sensor überwacht.

Ein Hochgeschwindigkeitsstrahl aus Zerstäubergas strömt um die Elektrodenspitze und dispergiert die Probe als feinteiligen Nebel. Der Strahl strömt durch den keramischen Verdampfungsheizer in die Reaktionszone der Ionenquelle und dann an der Koronaentladungsnadel vorbei, wo die Probenmoleküle ionisiert werden, wenn sie durch das Ionenquellengehäuse strömen. Siehe [Grundlagen der Handhabung – Ionenquelle auf Seite 40](#).

Abbildung 1-2 Teile der APCI-Probe

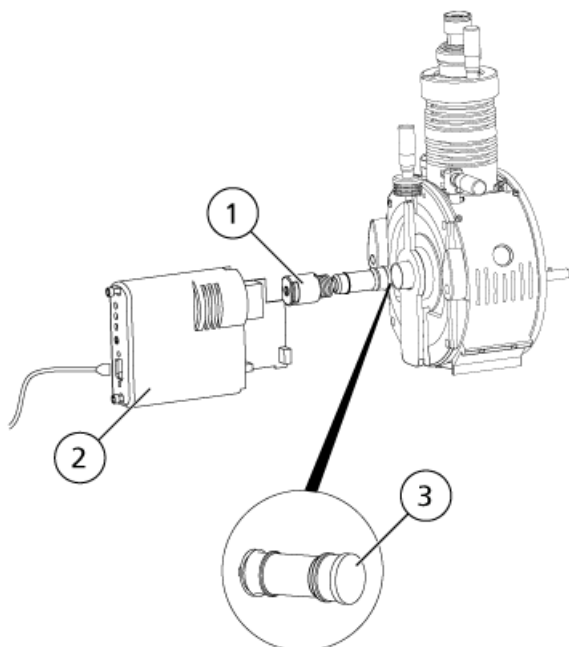


Position	Beschreibung
1	Elektrodenstellmutter (schwarze Kappe), die den Überstand der Elektrodenspitze einstellt
2	Sicherungsring, der die Probe im Probeturm hält
3	Elektrodenspitze, durch die Proben in den Probeneinlassbereich der Ionenquelle gesprüht werden

UV-Lampe

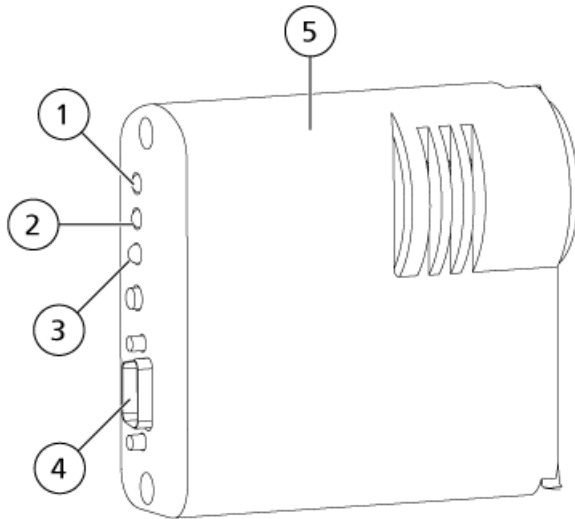
Die Krypton-Photoionisations-UV-Lampe befindet sich im UV-Lampenkontrollmodul. Die UV-Lampe ionisiert die Moleküle des Dopants im ankommenden Probenstrom.

Abbildung 1-3 UV-Lampe der PhotoSpray-Ionenquelle



Position	Beschreibung
1	Lampenhalterung
2	Lampenkontrollmodul
3	UV-Lampe

Abbildung 1-4 Lampenkontrollmodul und LED-Statusanzeige



Position	LED	Farbe	Beschreibung
1	Test	Rot	Störzustand. Die UV-Lampe könnte ein- oder ausgeschaltet sein. Siehe Tipps zur Fehlerbehebung auf Seite 38 .
2	Normal	Grün	Das Massenspektrometer ist betriebsbereit. Die UV-Lampe ist eingeschaltet.
3	Entzündung	Gelb	Das Massenspektrometer befindet sich im Standby-Modus. Die UV-Lampe ist ausgeschaltet.
4	—	—	9-poliger Steckverbinder: Weitere Niederspannungsverbindungen und logische Verknüpfungen werden über das Ionenquellenkabel zwischen dem 25-poligen Steckverbinder am Massenspektrometer und dem 9-poligen Steckverbinder hergestellt.
5	—	—	Lampenkontrollmodul

Gas- und elektrische Anschlüsse

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

Weitere Niederspannungsverbindungen und logische Verknüpfungen werden über das Ionenquellenkabel hergestellt, das zwischen dem 25-poligen Steckverbinder am Massenspektrometer und dem 9-poligen Steckverbinder am Netzteil der UV-Lampe (auf dem Ionenquellengehäuse) verläuft.

Ein Ionenquellenkabel zwischen Massenspektrometer und Kontrollmodul der UV-Lampe versorgt die Lampe mit Strom und dient zur Datenübertragung vom Massenspektrometer an das Kontrollmodul. LED-Anzeigen am Kontrollmodul der UV-Lampe zeigen den aktuellen Status der Lampe an.

Wenn die Ionenquelle am Massenspektrometer installiert wird, werden die meisten elektrischen Anschlüsse und Gasanschlüsse automatisch hergestellt. Siehe [Abbildung 1-1 auf Seite 7](#) und [Abbildung 1-3 auf Seite 9](#).

Ionenquellen-Sensorschaltung

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

- Das Gehäuse der Ionenquelle nicht oder nicht sachgemäß montiert ist.
- Keine Probe installiert ist.
- Das Massenspektrometer einen Gasfehler feststellt.

Quellenexhaustsystem



WARNHINWEIS! Strahlengefährdung, Biogefährdung, toxisch-chemische Gefahren. Stellen Sie sicher, dass Probendampfgase über das Quellenexhaustsystem aus der Laborumgebung sicher entfernt werden. Anforderungen an das Quellenexhaustsystem siehe *Site Planning Guide*.



WARNHINWEIS! Strahlengefährdung, Biogefährdung, toxisch-chemische Gefahren. Entlüften Sie das Quellenexhaustsystem über eine externe Abzugshaube oder eine externe Entlüftung, damit gefährliche Dämpfe nicht in der Laborumgebung freigesetzt werden.



WARNHINWEIS! Brandgefahr. Führen Sie der Ionenquelle nicht mehr als 3 ml/min Lösungsmittel zu der maximalen Durchflussrate zu einer Lösungsmittelansammlung in der Ionenquelle führen. Ein Überschreiten von der maximalen Durchflussrate könnte zu einer Lösungsmittelansammlung in der Ionenquelle führen. Stellen Sie sicher, dass das Quellenexhaustsystem funktioniert, um zu verhindern, dass sich entzündliche Dämpfe in der Ionenquelle ansammeln.

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

Einführung in die Ionenquellen

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

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

Kontaktangaben

SCIEX Support

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

Kundenschulung

- In Nordamerika: NA.CustomerTraining@sciex.com
- In Europa: Europe.CustomerTraining@sciex.com
- Die Kontaktinformationen für Länder außerhalb der EU und Nordamerikas finden Sie unter sciex.com/education.

Online-Lernzentrum

- sciex.com/LearningPortal

Verwandte Dokumentation

Die Anleitungen und Hilfetexte für die Analyst[®]-Software werden automatisch mit der Software installiert und sind über das Startmenü abrufbar: **All Programs > SCIEX > Analyst**. Eine vollständige Liste der verfügbaren Dokumentation finden Sie in der Hilfe. Um die Hilfethemen nachzulesen, drücken Sie auf **F1**.

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

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

Technischer Support

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

Installation der Ionenquelle

2



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

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

Wenn die Ionenquelle installiert ist, erkennt die Analyst[®]-Software die Ionenquelle und zeigt die Ionenquellenbezeichnung der Ionenquelle an.

Hinweis: Verwenden Sie für den Dopant stets eine separate LC-Pumpe. Bei Verwendung einer Spritzenpumpe wird die Empfindlichkeit der Ionenquelle stark herabgesetzt. Bei früheren Versionen der PhotoSpray[®]-Ionenquelle; der Dopant wurde in eine drucklose Leitung eingeführt, wofür eine Spritzpumpe ausreichte.

Erforderliche Materialien

- Ionenquelle
- APCI Probe
- Verbrauchsmaterialiensatz für die Ionenquelle

Vorbereitung der Installation



WARNHINWEIS! Gefahr von Stichverletzungen. Gehen Sie vorsichtig vor, wenn Sie die Elektrodenkapillare handhaben. Die Spitze der Elektrode ist sehr spitz.

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

- Justieren Sie die schwarze Einstellkappe an der Probe, um die Elektrodenspitze innerhalb der Elektrodenkapillare zu bewegen.
- Stellen Sie sicher, dass die Dopantzuleitung und die Probenkapillare lang genug für den Anschluss an der Ionenquelle sind und genügend Spiel lassen, um das vollständig angeschlossene Ionenquellengehäuse vom Tisch zum Gehäuse der Vakuum-Schnittstelle zu tragen.
- Stellen Sie sicher, dass die Elektrodenspitze der Probe spezifikationsgemäß eingestellt ist. Für optimale Stabilität und Leistung sollte die Elektrodenspitze zwischen 0,5 und 1,0mm über das Ende der Probe hinausragen.

Installation der Ionenquelle

Dieser Abstand wirkt sich auf die Form des Sprays aus, von der wiederum die Empfindlichkeit des Massenspektrometers abhängt. Siehe [Einstellen des Elektrodenspitzen-Überstands auf Seite 33](#).

Erforderliche Gasanschlüsse

Stellen Sie sicher, dass die folgenden Gase verfügbar sind:

- reine Zero Air
- Ultrareiner (UHP) Stickstoff

Überprüfen Sie die folgenden Gasanschlüsse am Massenspektrometer:

- Curtain Gas™ -Zufuhr ist UHP Stickstoff
- Das zugeführte Quellenabgas ist Zero Air..
- Gas 1/Gas 2 ist UHP-Stickstoff..

Die Verwendung von UHP-Stickstoff als Gas 1 /Gas 2 gewährleistet eine höhere Empfindlichkeit als die Verwendung von Zero Air.

Achten Sie darauf, dass die in [Tabelle 2-1](#) aufgeführten Gasanforderungen für die Ionenquelle erfüllt sind.

Tabelle 2-1 Gas-Anforderungen

Komponenten	Gas-Anforderung
PhotoSpray® Ionenquelle	12 l/min UHP Stickstoff

Installieren der Probe



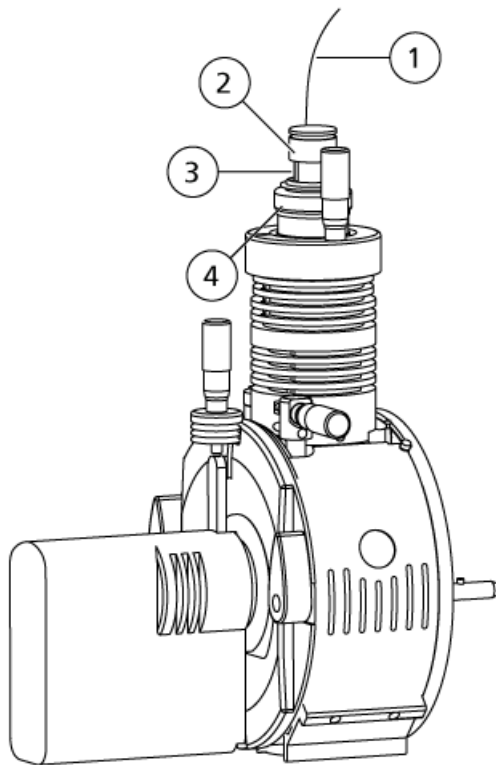
WARNHINWEIS! Stromschlaggefahr. Stellen Sie sicher, dass die Ionenquelle vollständig vom Massenspektrometer getrennt ist, bevor Sie fortfahren.

Die Probe ist in der Ionenquelle nicht vorinstalliert. Trennen Sie vor dem Auswechseln einer Probe immer die Ionenquelle vom Massenspektrometer. Siehe [Entfernen der Ionenquelle auf Seite 30](#).

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

1. Führen Sie die Probe in den Probeturm ein. Siehe [Komponenten der Ionenquelle auf Seite 6](#).
2. Drücken Sie vorsichtig auf die Probe, damit die Kontakte mit denen dem Probeturm einrasten.
3. Streifen Sie den Sicherungsring über die Probe, schieben Sie ihn nach unten, damit sein Gewinde in das Gewinde des Probeturms greift, und ziehen Sie den Ring vollständig fest. Ziehen Sie den Ring nur mit den Fingern an, um das Gewinde nicht zu beschädigen.

Abbildung 2-1 Probenkapillarenanschluss



Position	Beschreibung
1	Probenkapillare
2	Elektrodenstellmutter
3	Probe
4	Sicherungsring

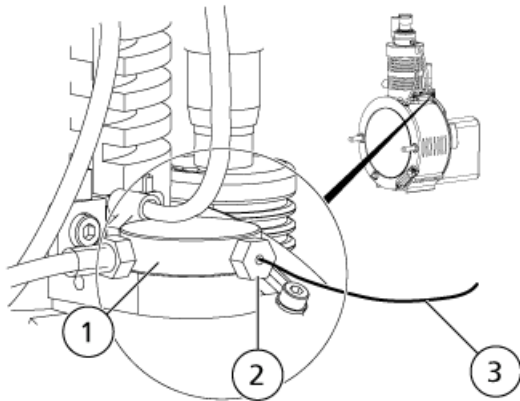
4. Bringen Sie die Probenkapillarschraube am Anschlussstück oben an der Probe an und ziehen Sie die Probenkapillarschraube handfest an.

Installieren der Ionenquellenanschlüsse

Installieren Sie im Anschluss an die Probe die übrigen Ionenquellenanschlüsse.

1. Schließen Sie die Dopanzuleitung am Dopantkapillarröhrchen an.
2. Setzen Sie die Schraube für die Dopanzuleitung auf das Verbindungsstück und ziehen Sie die Schraube anschließend handfest an. Siehe [Abbildung 2-2](#).

Abbildung 2-2 Dopantzuleitung

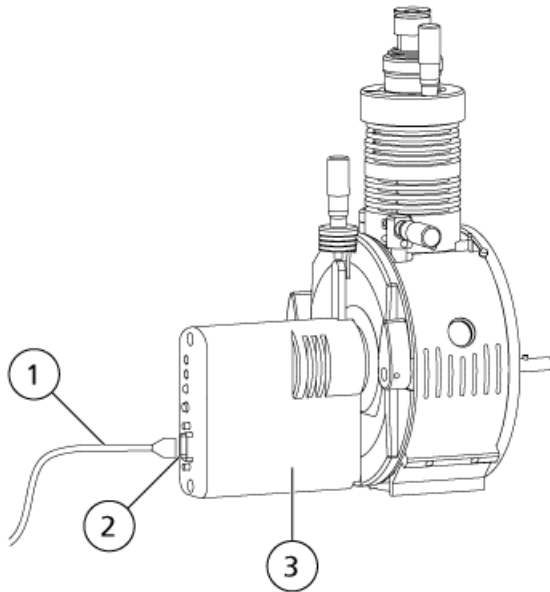


Position	Beschreibung
1	Verbindungsstück
2	Schraube der Dopantzuleitung
3	Dopantzuleitung

VORSICHT: Beschädigungsgefahr: Trennen Sie das Quellenkabel während des Betriebs nicht von der Ionenquelle oder vom Massenspektrometer.

3. Schließen Sie das Quellenkabel vom Quellenanschluss am E/A-Panel des Massenspektrometers an den 9-Pin-Steckverbinder am Kontrollmodul der UV-Lampe an. Setzen Sie die beiden Klemmschrauben ein und ziehen Sie sie anschließend handfest an. Siehe [Abbildung 2-3](#).

Abbildung 2-3 Quellenkabelanschluss



Position	Beschreibung
1	Quellenkabel zum Massenspektrometer
2	9-Pin-Steckverbinder
3	Lampenkontrollmodul

Anschließen der Ionenquellenkapillaren



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



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

Siehe [Komponenten der Ionenquelle auf Seite 6](#).

1. Schieben Sie eine 30 cm lange rote PEEK-Kapillare in die Probenkapillarenmutter.
2. Stecken Sie die Mutter der Probenkapillare in den Anschluss oben an der Probe und ziehen Sie sie handfest an.
3. Schließen Sie das andere Ende der roten PEEK-Kapillare an den Erdungsanschluss an der Ionenquelle an.

Installieren Sie die Ionenquelle auf dem Massenspektrometer



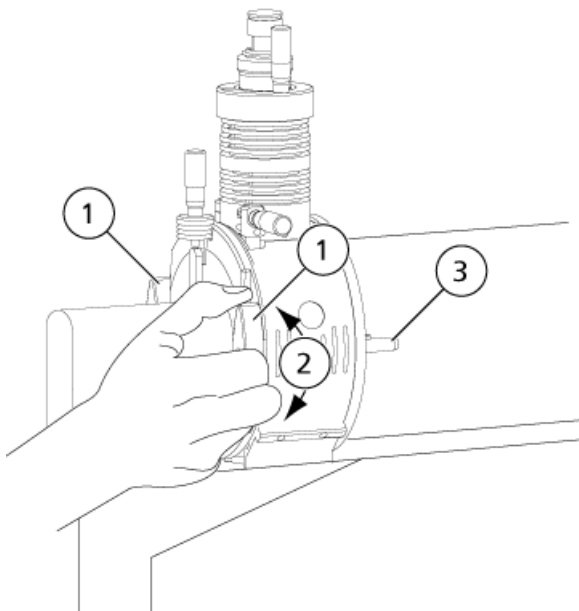
WARNHINWEIS! Stromschlaggefahr. Installieren Sie zuerst die Probe in der Ionenquelle und danach die Ionenquelle selbst am Massenspektrometer.

Tip! Für optimale Leistungen verwenden Sie die richtige Orificeplatte für das System. Verwenden Sie keine Orificeplatte, die für ein anderes System bestimmt ist. Die Modell-Nummer für das System ist in die Orificeplatte eingätzt.

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

1. Stellen Sie sicher, dass die Hebel auf jeder Seite der Ionenquelle nach oben zeigen bzw. sich in 12-Uhr-Position befinden. Siehe [Komponenten der Ionenquelle auf Seite 6](#).
2. Richten Sie die Ionenquelle auf die Vakuum-Schnittstelle aus und stellen Sie dabei sicher, dass die Hebel an der Ionenquelle auf die Anschlüsse in der Vakuum-Schnittstelle ausgerichtet sind.
3. Drücken Sie die Ionenquelle vorsichtig auf die Vakuum-Schnittstelle und drehen Sie die Hebel der Ionenquelle dabei nach unten, um die Ionenquelle zu arretieren.

Abbildung 2-4 Installieren der Ionenquelle



Position	Beschreibung
1	Riegel
2	geöffnet (12 Uhr) und geschlossen (6:30)
3	Führungsstifte (2)

Das Massenspektrometer erkennt die Ionenquelle und zeigt dann die Kennung der Ionenquelle über die Analyst[®]-Software an.

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

Überprüfen auf Undichtigkeiten

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



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



WARNHINWEIS! Brandgefahr. Führen Sie der Ionenquelle nicht mehr als 3 ml/min Lösungsmittel zu der maximalen Durchflussrate zu einer Lösungsmittelansammlung in der Ionenquelle führen. Ein Überschreiten von der maximalen Durchflussrate könnte zu einer Lösungsmittelansammlung in der Ionenquelle führen. Stellen Sie sicher, dass das Quellenexhaustsystem funktioniert, um zu verhindern, dass sich entzündliche Dämpfe in der Ionenquelle ansammeln.



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

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

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

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

Probeninjektion

Methode

Der flüssige Probenstrom wird der Ionenquelle mithilfe einer LC-Pumpe oder einer Spritzenpumpe zugeführt. Bei der Zufuhr mittels LC-Pumpe kann die Probe entweder direkt unter Verwendung der Flussinjektionsanalyse (FIA) bzw. T-Infusion oder mithilfe eines Loop-Injektors oder Probengebers über eine Trennsäule in die mobile Phase injiziert werden. Wenn die Probe mit einer Spritzenpumpe injiziert wird, wird sie direkt in die Ionenquelle eingebracht. Das Optimieren über Infusion kann für die Optimierung des Ionenpfads und MS/MS-Fragment-Auswahl verwendet werden.

Flussrate

Probenflussraten werden vom Chromatographiesystem oder durch das Volumen der vorliegenden Probe bestimmt.

Probeneinlassanforderungen

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

Optimieren der APCI-Sonde



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



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

Optimieren der Ionenquelle

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

Siehe [APCI-Probeparameter auf Seite 45](#).

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

Einrichten des Systems

1. Konfigurieren Sie die LC-Pumpe so, dass sie die mobile Phase mit der erforderlichen Flussrate liefert. Siehe [Quellen-Parameter und Spannungen auf Seite 45](#).
2. Verbinden Sie den Erdungsanschluss an der Ionenquelle mit der LC-Pumpe.
3. Konfigurieren Sie den Probengeber so, dass er mehrere Injektionen durchführt.

Durchführen der Methode

1. Starten Sie die Analyst[®]-Software.
2. In der Navigationsleiste unter dem Modus **Tune und Calibrate (Tunen und Kalibrieren)**, doppelklicken Sie auf **Manual Tuning (Manuelles Tuning)**.
3. Öffnen Sie eine vorhandene optimierte Methode oder erstellen Sie eine Methode auf Basis der Verbindungen.
4. Wenn die Ionenquelle abgekühlt ist, können folgende Schritte durchgeführt werden.
 - a. Stellen Sie den Parameter **Temperature (TEM)** (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.
5. Starten Sie die Aufnahme.
6. Starten Sie den Probenstrom und die Probeninjektion.

Einstellen der Startbedingungen

1. Geben Sie den Wert **70** im Feld **Gas 1 der Ionenquelle (GS1)** ein.
2. Geben Sie den Wert **20** im Feld für das **Gas 2 der Ionenquelle (GS2)** ein.
3. Geben Sie in das Feld **Curtain Gas (CUR)** den entsprechenden Wert für das Massenspektrometer ein.

Tabelle 3-1 CUR-Parameterwerte

Massenspektrometer	Startwert
Systeme 3200, 3500, 4000 und 4500	20
System 5000 und 5500	25
System 6500 und 6500 ⁺	30

4. Stellen Sie die **Ion Transfer Voltage (Iontransferspannung)** auf **800** ein.

Optimieren von Gas 1, Gas 2, und Curtain Gas™ Flow

1. Stellen Sie **GS2** in 5er-Schritten ein, bis Sie das beste Signal oder Signal-zu-Rausch-Verhältnis erhalten.
2. Stellen Sie **GS1** in 5er-Schritten ein, bis Sie das beste Signal oder Signal-zu-Rausch-Verhältnis erhalten.
3. Erhöhen Sie den Parameter **CUR**, bis das Signal schwächer wird.

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

Optimieren der Position der APCI-Probe



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.

VORSICHT: Beschädigungsgefahr: Seien Sie vorsichtig, wenn Sie die Probeeinstellungen ändern. Bei einigen Kombinationen der Probe- und UV-Lampenpositionen kann es aufgrund der UV-Lampenposition schwierig sein, die Position der Probe richtig einzustellen. Umgekehrt gilt dasselbe.

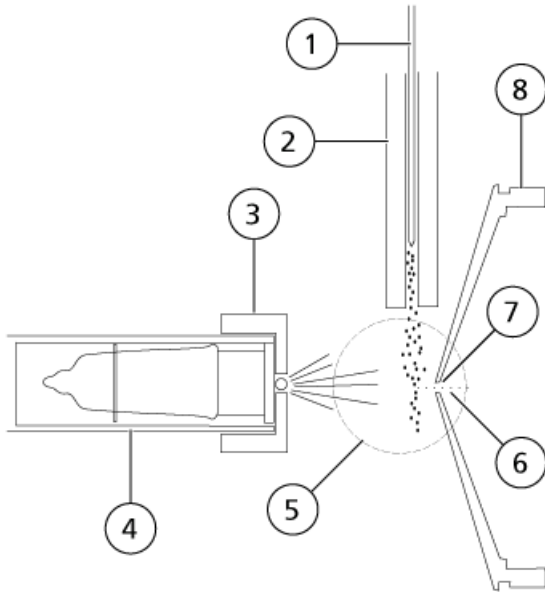
Die Öffnung der Curtainplatte sollte immer frei von Lösungsmittel oder Lösungsmitteltröpfchen sein.

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

Optimieren der Ionenquelle

Abbildung 3-1 zeigt die Position der Probe relativ zur UV-Lampe und zur Öffnung der Curtain-Platte.

Abbildung 3-1 Position der APCI-Probe



Position	Beschreibung
1	APCI-Probe
2	Heizer
3	Ionendeflektor
4	UV-Lampe
5	Ionisationsbereich
6	Ionen
7	Öffnung der Curtain-Platte
8	Curtainplatte

1. Verwenden Sie die vorherigen Mikrometer als Ausgangsposition.

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

2. Verwenden Sie FIA oder T-Infusion, um die Probe mit einer hohen Flussrate zu injizieren.
3. Überwachen Sie das Signal in der Software.
4. Passen Sie mit den vertikalen Mikrometereinstellungen die Probe in kleinen Schritten an, um das beste Signal oder Signal-zu-Rausch-Verhältnis zu erreichen.

5. Stellen Sie die schwarze Elektrodenkappe oben auf der Probe ein, um den Überstand der Elektrodenkapillare zu vergrößern oder zu verkleinern. Für optimale Stabilität und Leistung sollte die Elektrode zwischen 0,5 und 1,0 mm über das Ende der Probe hinausragen. Siehe [Einstellen des Elektrodenspitzen-Überstands auf Seite 33](#).

Optimieren der Temperatur der APCI-Probe

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

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

Einstellen der UV-Lampenposition

VORSICHT: Beschädigungsgefahr: Seien Sie vorsichtig, wenn Sie die Position der UV-Lampe ändern. Bei einigen Kombinationen der Probe- und UV-Lampenpositionen kann es aufgrund der UV-Lampenposition schwierig sein, die Position der Probe richtig einzustellen. Umgekehrt gilt dasselbe.

Die Position der UV-Lampe relativ zur Öffnung der Curtain-Platte beeinflusst Empfindlichkeit und Stabilität des Signals. Stellen Sie die Position der UV-Lampe stets in kleinen Schritten ein.

Um die optimalen Ionenquellen-Einstellungen für eine bestimmte Verbindung zu erhalten, probieren Sie verschiedene Höheneinstellungen der UV-Lampe aus und optimieren Sie die Ionentransferspannung bei jeder neuen Höheneinstellung, damit Sie das beste Verhältnis von UV-Lampenhöhe und Ionentransferspannung erzielen.

Die Einstellung der UV-Lampenposition hängt von der jeweiligen Verbindung ab. Wiederholen Sie diese Optimierung bei jeder Veränderung des Analyten, der Flussrate oder der Zusammensetzung des Lösungsmittels. Nachdem die Probe optimiert wurde, muss sie nur noch geringfügig angepasst werden. Wiederholen Sie das Optimierungsverfahren, wenn die Probe entfernt wurde oder wenn sich der Analyt, die Flussrate oder die Lösungsmittelzusammensetzung ändert.

Optimieren der Ionenquelle

Hinweis: Die optimale Ionenstransferspannung hängt ab von der Höhe der UV-Lampe. Es gibt nur eine optimale Ionenstransferspannung für eine bestimmte UV-Lampenhöhe und nur eine optimale UV-Lampenhöhe für eine bestimmte Ionenstransferspannung. Optimieren Sie die Ionenstransferspannung nach der Verstellung der UV-Lampenhöhe bei jeder neuen Höheneinstellung, um die beste Einstellung für die UV-Lampenhöhe und die Ionenstransferspannung zu erhalten.

- Bewegen Sie die UV-Lampe mit dem Mikrometer auf der vertikalen Achse, um das beste Signal oder Signal-zu-Rausch-Verhältnis zu erreichen.

Tipps zur Optimierung

- Wählen Sie die niedrigste Temperatureinstellung, die zu einer vollständigen Verdampfung der Probe führt. Je höher die Flüssigkeitsflussrate oder je größer der Wasseranteil an der Lösungsmittelzusammensetzung, um so höher ist die zur Verdampfung des Analyts erforderliche Heiztemperatur. Eine zu hohe Temperatur kann jedoch zu einer thermischen Zersetzung der Verbindung führen.
- Verwenden Sie den höchstmöglichen Curtain GasTM-Volumenstrom (CUR) ohne das Signal zu verringern. Vorteile:
 - Verhindert ein Durchschlagen des Curtain GasTM-Stroms, der ein rauschendes Signal hervorrufen kann.
 - Eine Verunreinigung der Öffnung zu verhindern.
 - Erhöht das gesamte Signal-zu-Rausch-Verhältnis.

Bei einigen schwer zu ionisierenden Verbindungen verändert sich die Signalintensität abrupt mit den Curtain GasTM-Einstellungen, wobei oft ein plötzliches Maximum bei Einstellungen von 45 oder 50 erreicht wird. Die Feinabstimmung des Curtain Gas-Stroms ist von besonderer Bedeutung bei der Optimierung für die höchstmögliche Empfindlichkeit.

Wartung der Ionenquelle

4

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



WARNHINWEIS! Gefahr durch heiße Oberfläche. Lassen Sie die Ionenquelle mindestens 30 Minutenvor dem Beginn von Wartungsarbeiten abkühlen. Die Oberflächen der Ionenquelle und die Komponenten der Vakuum-Schnittstelle werden beim Betrieb heiß.



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



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



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



WARNHINWEIS! Stromschlaggefahr. Vermeiden Sie den Kontakt mit der Hochspannung, die an der Koronaentladungsnadel und der Curtainplatte anliegt. Versetzen Sie das System in den Standby-Modus, bevor Sie die Probenkapillare oder andere Ausrüstungsteile in der Nähe der Ionenquelle anpassen.



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

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

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

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

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

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

Erforderliche Materialien

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

Reinigen Sie die Oberflächen der Ionenquelle



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

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

1. Trennen Sie die Ionenquelle vom Massenspektrometer.
2. Wischen Sie die Oberflächen der Ionenquelle mit einem weichen, feuchten Tuch ab.

Reinigen der Probe

Spülen Sie die Ionenquelle regelmäßig durch, unabhängig von der Art der Verbindungen, die als Proben dienen. Richten Sie zum Durchspülen eine Methode speziell zur Durchführung eines Spülvorgangs in der Analyst[®]-Software ein.

1. Wechseln Sie zu einer mobilen Phase, wie z. B. 1:1 Wasser:Acetonitril oder 1:1 Wasser:Methanol.
2. Stellen Sie die Position der Probe so ein, dass sie möglichst weit von der Öffnung entfernt ist.
3. Gehen Sie in der Analyst[®]-Software wie folgt vor:
 - a. Stellen Sie die **TEM** auf **500** bis **600**.
 - b. Stellen Sie **GS1** und **GS2** auf mindestens **40** ein.
 - c. Geben Sie die höchstmögliche Einstellung für **CUR** ein.
 - d. Warten Sie, bis der Sollwert für **TEM** erreicht ist.

Wartung der Ionenquelle

4. Injizieren Sie die mobile Phase 10 bis 15 Minuten lang durch die Kapillare beider Proben bei einer Flussrate von 1 ml/min.
5. Stellen Sie sicher, dass die Probe und die Probenkapillare sorgfältig gespült werden.

Entfernen der Ionenquelle

Hinweis: Der Stickstoff-Durchfluss erhöht sich um 5,3 l/min, wenn das Massenspektrometer ausgeschaltet ist oder die Ionenquelle vom System entfernt wird. Zur Verringerung des Stickstoffgas-Verbrauchs und um das Massenspektrometer bei Nichtverwendung sauber zu halten, lassen Sie die Ionenquelle auf dem Massenspektrometer installiert und das System eingeschaltet.

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

1. Beenden Sie alle laufenden Scans.
2. Schalten Sie den Probenstrom aus.
3. Geben Sie **0** im Feld **TEM** ein, wenn die Heizer in Betrieb sind.
4. Lassen Sie die Ionenquelle mindestens 30 Minuten abkühlen.
5. Trennen Sie die Probenkapillare vom Erdungsanschluss.
6. Drehen Sie die beiden Hebel nach oben in die 12-Uhr-Position, um die Ionenquelle freizugeben.
7. Ziehen Sie die Ionenquelle vorsichtig von der Vakuum-Schnittstelle weg.
8. Legen Sie die Ionenquelle auf eine saubere und sichere Oberfläche.

Entfernen der Probe



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

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

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

Voraussetzungen

- [Entfernen der Ionenquelle auf Seite 30](#)

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

Ersetzen der Elektrodenkapillare



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



WARNHINWEIS! Gefahr von Stichverletzungen. Gehen Sie vorsichtig vor, wenn Sie die Elektrodenkapillare handhaben. Die Spitze der Elektrode ist sehr spitz.

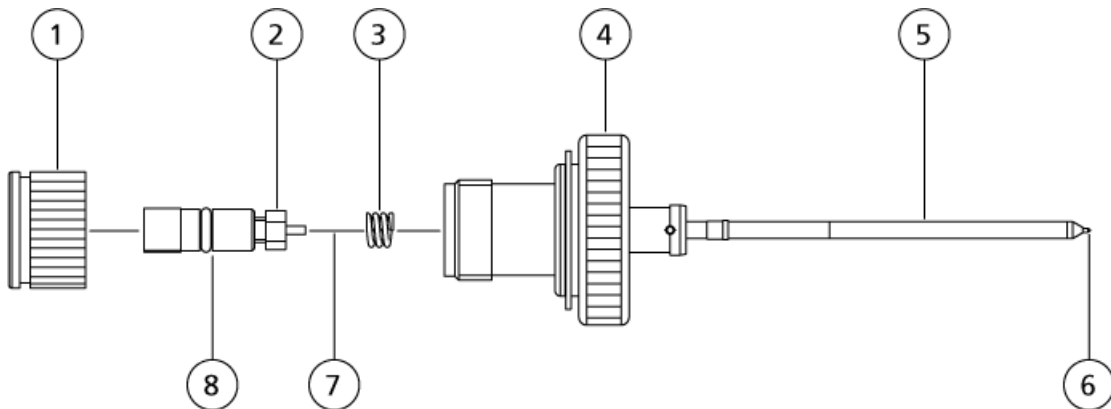
Die Probe enthält eine Elektrodenkapillare. Ersetzen Sie die Elektrodenkapillare, wenn es zu einem Leistungsrückgang kommt.

Voraussetzungen

- [Entfernen der Ionenquelle auf Seite 30](#)
- [Entfernen der Probe auf Seite 30](#)

1. Entfernen Sie die Elektrodenstellmutter.
2. Halten Sie die Probe so, dass die Spitze nach unten zeigt, damit die Feder in der Probe bleibt. Ziehen Sie die PEEK-Verbindung und die befestigte Elektrodenkapillare aus der Probe.

Abbildung 4-1 Probe — erweiterte Ansicht



Position	Beschreibung
1	Elektrodenstellmutter
2	1/4-Zoll-Sicherungsmutter
3	Feder
4	Sicherungsring
5	Zerstäuberrohr
6	Elektroden spitze
7	Elektrodenkapillare
8	PEEK-Verbindung

3. Entfernen Sie die Sicherungsmutter, die die Elektrodenkapillare in der PEEK-Verbindung befestigt, mit einem 1/4-Zoll-Gabelschlüssel.
4. Trennen Sie die Elektrodenkapillare von der Sicherungsmutter.
5. Stecken Sie die neue Elektrodenkapillare in die Sicherungsmutter und dann in das PEEK-Verbindungsstück.

Stellen Sie sicher, dass die Elektrodenkapillare so weit wie möglich in die PEEK-Verbindung eingeführt ist. Im Fall einer Lücke zwischen der Elektrodenkapillare und ihrem Sitz in der Verbindung kann ein Totvolumen auftreten.

6. Ziehen Sie die Sicherungsmutter fest.

Gewindgänge nicht verkanten und Sicherungsmutter nicht zu fest anziehen, da es ansonsten zu einer Undichtigkeit der Kapillare führen kann.

7. Stellen Sie sicher, dass sich die Feder noch in der Probe befindet, und ziehen Sie anschließend die Elektrodenstellmutter an.
8. Richten Sie die Elektrodenkapillare auf die schmale Öffnung des Zerstäuberrohrs aus und schieben Sie anschließend die PEEK-Verbindung mit der eingeführten Elektrodenkapillare in die Probe. Achten Sie darauf, die Elektrodenkapillare nicht zu verbiegen.

9. Installieren Sie die Probe. Siehe [Installieren der Probe auf Seite 14](#).
10. Schließen Sie die Probenkapillare an. Siehe [Anschließen der Ionenquellenkapillaren auf Seite 17](#)
11. Installieren Sie die Ionenquelle an dem Massenspektrometer. Siehe [Installation der Ionenquelle auf Seite 13](#).
12. Einstellen des Elektrodenspitzen-Überstands. Siehe [Einstellen des Elektrodenspitzen-Überstands auf Seite 33](#).

Einstellen des Elektrodenspitzen-Überstands



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.

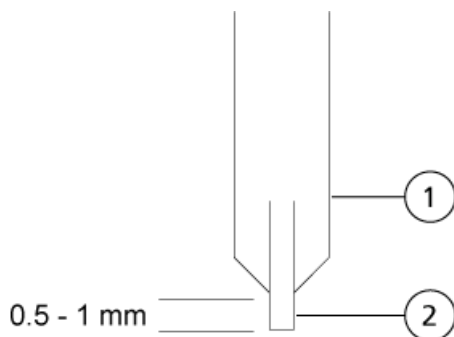


WARNHINWEIS! Gefahr von Stichverletzungen. Gehen Sie vorsichtig vor, wenn Sie die Elektrodenskapillare handhaben. Die Spitze der Elektrode ist sehr spitz.

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

- Justieren Sie die schwarze Einstellkappe für Elektroden auf der Probe, um die Elektrodenspitze zu verlängern. Die Elektrodenspitze sollte 0,5 bis 1,0 mm über das Ende der Probe hinausragen.

Abbildung 4-2 Anpassung des Elektrodenspitzen-Überstands



Position	Beschreibung
1	Probe
2	Elektrode

Reinigen des optischen UV-Fensters



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



WARNHINWEIS! Gefahr durch heiße Oberfläche. Lassen Sie die Ionenquelle mindestens 30 Minutenvor dem Beginn von Wartungsarbeiten abkühlen. Die Oberflächen der Ionenquelle und die Komponenten der Vakuum-Schnittstelle werden beim Betrieb heiß.



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



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



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

VORSICHT: Mögliche Schäden am System. Tragen Sie bei der Handhabung der UV-Lampe puderfreie Handschuhe. Fingerabdrücke von der Handhabung der UV-Lampe bilden unter hohen Temperaturen und starker UV-Intensität ätzende Verbindungen, die die Oberfläche der UV-Lampe angreifen und dazu führen können, dass die Lampe beim Einschalten zerbricht. Halten Sie das optische UV-Fenster trocken und schützen Sie es vor Verätzungen, wenn Sie die UV-Lampe handhaben.

Gehen Sie folgendermaßen vor, um das optische UV-Fenster bei Verschmutzung zu reinigen.

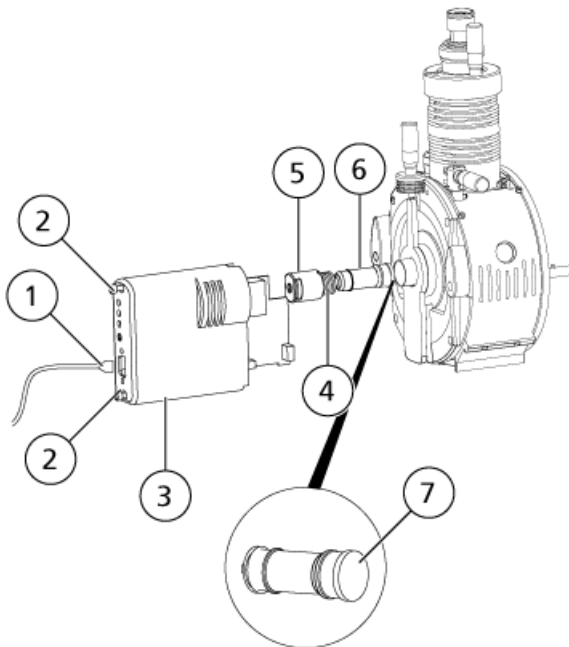
Voraussetzungen

- [Entfernen der Ionenquelle auf Seite 30](#)

1. Entfernen Sie die beiden Klemmschrauben und trennen Sie das Quellenkabel vom 9-poligen Steckverbinder am UV-Lampenkontrollmodul. Siehe [Abbildung 4-3](#).
2. Entfernen Sie die beiden 4-mm-Sechskantschrauben.
3. Entfernen Sie das UV-Lampenkontrollmodul von der Ionenquelle.
4. Drücken und drehen Sie die UV-Lampenhalterung und entfernen Sie sie von der Ionenquelle.
5. Entfernen Sie den UV-Leuchtkörper aus der Ionenquelle.

Hinweis: Gehen Sie mit dem UV-Leuchtkörper vorsichtig um, um ihn nicht zu beschädigen.

Abbildung 4-3 Komponenten der UV-Lampe



Position	Beschreibung
1	Quellenkabel zum Massenspektrometer
2	4-mm-Schrauben
3	Lampenkontrollmodul
4	Druckfeder
5	UV-Lampe

Wartung der Ionenquelle

Position	Beschreibung
6	Lampenhalterung
7	Optisches UV-Fenster

6. Reinigen Sie das optische UV-Fenster mit einer Methanol-Wasser-Lösung im Verhältnis 1:1. Verwenden Sie fusselfreie Tücher oder Schaumstofftupfer.
7. Wenn das optische UV-Fenster sauber ist, setzen Sie die UV-Lampe wieder in die Ionenquelle ein.
8. Drehen Sie die UV-Lampenhalterung in die Ionenquelle, um den UV-Leuchtkörper zu befestigen.
9. Setzen Sie die beiden 4-mm-Sechskantschrauben wieder ein.
10. Installieren Sie das UV-Lampenkontrollmodul an der Ionenquelle.
11. Schließen Sie das Quellenkabel am 9-poligen Steckverbinder des UV-Lampenkontrollmoduls an.
12. Setzen Sie die beiden Klemmschrauben ein und ziehen Sie sie handfest an.
13. Installieren Sie die Ionenquelle an dem Massenspektrometer. Siehe [Installation der Ionenquelle auf Seite 13](#).

Austauschen des UV-Leuchtkörpers



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



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

VORSICHT: Mögliche Schäden am System. Tragen Sie bei der Handhabung der UV-Lampe puderfreie Handschuhe. Fingerabdrücke von der Handhabung der UV-Lampe bilden unter hohen Temperaturen und starker UV-Intensität ätzende Verbindungen, die die Oberfläche der UV-Lampe angreifen und dazu führen können, dass die Lampe beim Einschalten zerbricht. Halten Sie das optische UV-Fenster trocken und schützen Sie es vor Verätzungen, wenn Sie die UV-Lampe handhaben.

Voraussetzungen

- [Entfernen der Ionenquelle auf Seite 30](#)

Nach mehrmonatigem Dauereinsatz muss der UV-Leuchtkörper möglicherweise ausgetauscht werden. Tauschen Sie den UV-Leuchtkörper aus, wenn er bei Inbetriebnahme der Ionenquelle nicht eingeschaltet wird. Weitere

Informationen zur Behebung von Störungen der UV-Lampe finden Sie unter [Tipps zur Fehlerbehebung auf Seite 38](#).

1. Entfernen Sie die beiden Klemmschrauben und trennen Sie das Quellenkabel vom 9-poligen Steckverbinder am UV-Lampenkontrollmodul. Siehe [Abbildung 4-3 auf Seite 35](#).
2. Entfernen Sie die beiden 4-mm-Sechskantschrauben.
3. Entfernen Sie das UV-Lampenkontrollmodul von der Ionenquelle.
4. Drücken und drehen Sie die UV-Lampenhalterung und entfernen Sie sie von der Ionenquelle.

Hinweis: Gehen Sie mit dem UV-Leuchtkörper vorsichtig um, um ihn nicht zu beschädigen.

5. Tauschen Sie die UV-Lampe aus.
6. Drehen Sie die UV-Lampenhalterung in die Ionenquelle, um den UV-Leuchtkörper zu befestigen.
7. Setzen Sie die beiden 4-mm-Sechskantschrauben wieder ein.
8. Installieren Sie das UV-Lampenkontrollmodul an der Ionenquelle.
9. Schließen Sie das Quellenkabel am 9-poligen Steckverbinder des UV-Lampenkontrollmoduls an.
10. Setzen Sie die beiden Klemmschrauben ein und ziehen Sie sie handfest an.
11. Installieren Sie die Ionenquelle an dem Massenspektrometer. Siehe [Installation der Ionenquelle auf Seite 13](#).

Ersetzen Sie die Probenkapillare



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

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

Voraussetzungen
<ul style="list-style-type: none">• Stoppen Sie den Probenstrom und stellen Sie sicher, dass die gesamten Gase durch das Quellenexhaustsystem abgeführt wurden.• Entfernen der Ionenquelle auf Seite 30

1. Trennen Sie die Probenkapillare von der Probe und vom Erdungsanschluss.
2. Ersetzen Sie die Probenkapillare durch eine Kapillare der gleichen Länge.
3. Installieren Sie die Ionenquelle. Siehe [Installation der Ionenquelle auf Seite 13](#).
4. Starten Sie den Probendurchsatz.

Fehler	Mögliche Ursache	Fehlerbehebung
UV-Lampe befindet sich im Kontrollmodus.	Es ist ein Kurzschluss auf der Leiterplatte oder in der UV-Lampe aufgetreten.	Stellen Sie sicher, dass der Kontaktstreifen der Leiterplatte richtig mit der Feder oder der Unterlegscheibe der UV-Lampe verbunden ist. Tauschen Sie die UV-Lampe aus. Siehe Austauschen des UV-Leuchtkörpers auf Seite 36 . Wenden Sie sich an einen Außendienstmitarbeiter, wenn sich das Problem nicht beheben lässt.
	Das UV-Lampenkontrollmodul ist defekt.	Wenden Sie sich an einen Außendienstmitarbeiters (FSE).
Die UV-Lampe verbleibt länger als 5 Sekunden im Ignition-Modus, nachdem das Massenspektrometer betriebsbereit ist.	Es liegt kein Steuersignal vor. Möglicherweise ist ein Quellenkabel defekt.	Überprüfen Sie, ob das Quellenkabel ordnungsgemäß angeschlossen ist. Wenn ja, tauschen Sie das Kabel aus.
	Das Massenspektrometer ist nicht betriebsbereit.	Stellen Sie sicher, dass das Massenspektrometer betriebsbereit ist. Starten Sie die -Software neu.
	Möglicherweise ist ein Riegel offen.	Stellen Sie sicher, dass die Riegel geschlossen sind. Siehe Ionenquellen-Sensorschaltung auf Seite 11 .
	Es liegt ein mangelhafter elektrischer Kontakt im UV-Lampengehäuse vor.	<ol style="list-style-type: none"> 1. Bauen Sie die UV-Lampe aus. 2. Überprüfen Sie die Fassung und die obere Elektrode der UV-Lampe auf Korrosion. 3. Überprüfen Sie die elektrischen Anschlüsse der UV-Lampe. 4. Bauen Sie die UV-Lampe wieder ein. <p>Siehe Austauschen des UV-Leuchtkörpers auf Seite 36.</p>

Fehler	Mögliche Ursache	Fehlerbehebung
	Es befindet sich keine UV-Lampe im UV-Lampenkontrollmodul.	Setzen Sie eine UV-Lampe in das UV-Lampenkontrollmodul ein.
	Die UV-Lampe funktioniert nicht.	Tauschen Sie die UV-Lampe aus.
	Das UV-Lampenkontrollmodul ist defekt.	Wenden Sie sich an einen Außendienstmitarbeiters (FSE).
Die Lampe befindet ist betriebsbereit, es erscheint jedoch kein Signal (Nulllinie).	Die Ionentransferspannung ist auf einen Wert unter 500 V (Absolutwert) eingestellt.	Stellen Sie die Ionentransferspannung (IS) auf einen Wert über 500 V (Absolutwert) ein.
	Das optische UV-Fenster ist verunreinigt.	Reinigen Sie das optische UV-Fenster. Siehe Reinigen des optischen UV-Fensters auf Seite 34.
Es blinkt mehr als eine LED.	Der UV-Leuchtkörpers ist defekt.	Tauschen Sie die UV-Lampe aus. Siehe Austauschen des UV-Leuchtkörpers auf Seite 36.
	Das UV-Lampenkontrollmodul ist defekt.	Wenden Sie sich an einen Außendienstmitarbeiters (FSE).
Das Signal ist schwach.	Das Zufuhrsystem des Dopants ist defekt.	Überprüfen Sie den Fluss des Dopants zum Einlass-T-Stück.
	Das Auflösungs potenzial (DP) ist nicht optimiert.	Optimieren Sie das DP, um das beste Signal oder Signal-zu-Rausch-Verhältnis zu erzielen. Die Optimalwerte können von den mit anderen Ionenquellen ermittelten Werten abweichen.
	Die UV-Lamper der Ionenquelle ist nicht richtig positioniert.	Optimieren Sie die vertikale Position der UV-Lampe.
	Die APCI-Elektrode ist verunreinigt oder verstopft.	Ersetzen Sie die Elektrode. Siehe Ersetzen der Elektrodenkapillare auf Seite 31.

Ionisationsprozess

Die Grundlage für frühere Inkompatibilitäten bei der Verbindung von Flüssigkeitschromatographie mit Massenspektrometrie ergab sich aus der Schwierigkeit, relativ schwerflüchtige, in einer Flüssigkeit gelöste Moleküle in ein molekulares Gas ohne übermäßigen Zerfall umzuwandeln. Bei APCI und Elektrospray-Ionisation (ESI) handelt es sich um zwei geläufige Verfahren der sanften Ionisation.

Die PhotoSpray[®]-Ionenquelle stellt eine Weiterentwicklung der APCI-Technik dar. Anstelle der im APCI-Verfahren verwendeten Korona-Entladung wird hierbei eine UV-Lampe zur Initiierung des Ionisationsprozesses verwendet.

Die durch die erhitzte Zerstäuberprobe eingeführte Proben werden mit Hilfe eines Zerstäubergases in den Ionisationsbereich gesprüht. Innerhalb der Probe durchlaufen die fein verteilten Proben- und Lösungsmittel-Tröpfchen eine schnelle Verdampfung mit minimaler thermischer Zersetzung.

Ein Dopant, in der Regel Toluol, wird ebenfalls im Zerstäubergas in der Quellenkammer verdampft. Bei Eintritt der verdampften Mischung in den Ionisationsbereich werden die Dopantmoleküle durch die UV-Strahlung der Lampe ionisiert. Die gasförmigen Proben- und Lösungsmittelmolekülonen werden durch den Potenzialunterschied zwischen der Probe und der Curtain-Platte aus dem Ionisationsbereich angezogen. Siehe [Abbildung A-2](#).

Die Photoionen, die in großer Zahl aus dem Dopant gebildet werden, leiten eine Kaskade von Ion-Molekül-Reaktionen unter Beteiligung von Lösungsmittelmolekülen ein. Die Ion-Molekül-Reaktionen führen schließlich zur Bildung der ionisierten Analyten der Form $[M^+H]^+$ (durch Protonentransfer) oder $[M]^+$ (durch Ladungsaustausch), je nach Art des Analyt-Moleküls. Im Negativionenmodus werden $[M^-H]^-$ Ionen durch Protonenabstraktion gebildet.

Die bei Atmosphärendruck auftretende hohe Stoßrate bewirkt bei günstigen thermodynamischen Parametern eine effiziente Übertragung der Ladung des Photoions auf den Analyten. Im Allgemeinen herrschen in der PhotoSpray[®]-Ionenquelle Protonentransferreaktionen vor.

Daten zur thermodynamischen Ionisation der gängigsten organischen Verbindungen sind auf der NIST-Website unter <http://webbook.nist.gov/chemistry> verfügbar (kostenlos zum Zeitpunkt der Veröffentlichung).

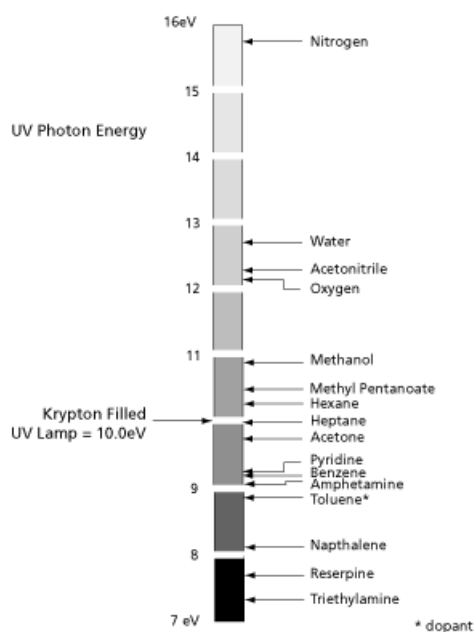
Auswahl des Dopants

VORSICHT: Mögliche Schäden am System. Verwenden Sie als Dopant kein Aceton. Aceton führt potenziell zu einer Schädigung der Gasschläuche.

Die Photoionenproduktion wird durch Zugabe eines Dopants zum Zerstäubergas deutlich gesteigert (im Vergleich zum Zerstäubergas ohne Dopant). Folgende Kriterien bestimmen die Auswahl des idealen Dopants:

- Seine Fähigkeit zur Photoionisation aufgrund seiner günstigen Ionisationsenergie (mit 10,0 eV knapp unterhalb des Energieniveaus der UV-Photonen). Siehe [Abbildung A-1](#).
- Die Leichtigkeit, mit der er sich kontinuierlich im Zerstäubergasstrom verdampfen lässt.
- Seine Verfügbarkeit in hochreiner Qualität (vorzugsweise HPLC-Qualität) und geringer Toxizität.

Abbildung A-1 Ionisationsenergieskala



Toluol (mit einer Ionisationsenergie von 8,83 eV) erfüllt alle diese Anforderungen und ist der bevorzugte Dopant für die meisten PhotoSpray[®]-Ionenquellen-Anwendungen. Aufgrund seiner relativ hohen Rekombinationsenergie und seiner geringen Protonenaffinität reagiert das Toluol-Photoion gerne mit Spezies, die entweder aufgrund von Ladungstransfer oder von Protonentransfer im Ionisationsbereich vorhanden sind.

Zusammensetzung von Eluent und Modifikatoren

Die Zusammensetzung der Eluentenphase ist ein wichtiger Parameter, der bei der Entwicklung eines Verfahrens für die PhotoSpray[®]-Ionenquelle zu berücksichtigen ist. Unmittelbar im Anschluss an die Photoionisation eröffnet die Reaktion von Photoionen mit Lösungsmittelmolekülen einen Reaktionsweg durch Bildung von geladenen Zwischenclustern. Diese Cluster gruppieren sich rasch neu und bilden protonierte Lösungsmittelcluster (unter Freisetzung deprotonierter Dopantmoleküle). Diese Lösungsmittelcluster fungieren wiederum als eine Zwischenstufe in der Ionisation des Analyts.

Lösungsmittelcluster sind durch eine Zuordnungsnummer gekennzeichnet, die Aufschluss gibt über Art und Struktur des Lösungsmittelmoleküls. So sind beispielsweise drei Lösungsmittelmoleküle an den mit einem protischen Lösungsmittel wie Methanol ((CH₃OH)₃ H⁺) gebildeten protonierten Clustern beteiligt und zwei Lösungsmittelmoleküle an protonierten Clustern eines dipolaren, aprotischen Lösungsmittels wie Acetonitril ((CH₃CN)₂ H⁺). Die letzte Protonierung des Analytmoleküls erfolgt durch Protonentransfer aus diesen Clustern.

Eluent

Bei der Umkehrphasen-Chromatographie bietet ein Methanol und Wasser enthaltender Eluent die beste Empfindlichkeit gegenüber den meisten Analysespezies. Das Vorkommen von Acetonitril im Eluenten bewirkt in der Regel bei einigen Verbindungen eine Signalreduzierung.

Bei der Normalphasen-Chromatographie, bei der Ladungstransferreaktionen überwiegen, kann ein rein organischer Eluent das Analysesignal erheblich verstärken. Allerdings kann auch die Verwendung von Umkehrphaseneluenten zu einer deutlichen Steigerung der Empfindlichkeit beitragen. Ein Gemisch aus Isooktan und 2-Propanol eignet sich gut für die Verwendung in der PhotoSpray®-Ionenquelle Protonentransferreaktionen vor. Chlorierte Lösungsmittel wie Methylenchlorid und Chloroform sind ebenfalls mit der APPI-Ionisation kompatibel.

Modifikatoren

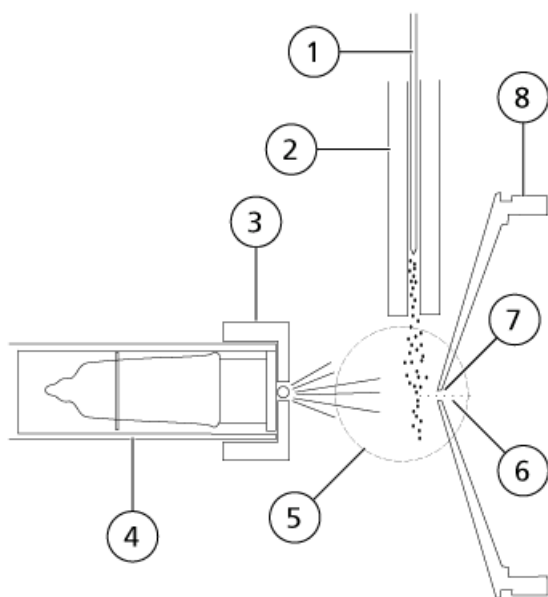
Modifikatoren wie z. B. Ameisensäure, Essigsäure, Ammoniumformiat und Ammoniumacetat lassen sich zwar in der PhotoSpray®-Ionenquelle verwenden, bewirken aber in der Regel keine deutliche Steigerung der Ionenproduktion. Die typische Konzentration von Ammoniumformiat oder Ammoniumacetat liegt zwischen 2 und 10 mM bei positiven Ionen und zwischen 2 und 50 mM bei negativen Ionen. Die Konzentration der organischen Säuren beträgt zwischen 0,01 und 6,0 Vol.-%.

Andere Modifikatoren wie Triethylamin, Natriumphosphat, Trifluoressigsäure oder Natriumdodecylsulfat sind nicht gebräuchlich, da sie das Spektrum mit ihren Ionenmischungen und Clustern verkomplizieren. Sie können außerdem die Stärke des Ionensignals der Zielverbindung abschwächen.

Ionisationsbereich

Abbildung A-2 zeigt den primären Ionisationsbereich (gestrichelter Kreis) innerhalb der Photoionisationsquelle. In diesem Bereich strahlt das UV-Licht im rechten Winkel aus der Lampenöffnung durch den Zerstäubergasstrom und verdampft den Eluentenstrom.

Abbildung A-2 Querschnitt durch die PhotoSpray-Ionenquellenkammer



Position	Beschreibung
1	APCI-Sonde
2	Heizer
3	Ionendeflektor
4	UV-Lampe
5	Ionisationsbereich
6	Ionen
7	Öffnung der Curtain-Platte
8	Curtain-Platte

Photoionenproduktion

Photoionen werden hauptsächlich aus den Dopantmolekülen in der Gasphase des Zerstäubergasstroms durch direkte Exposition gegenüber dem von der Kryptonlampe ausgesendeten Photonenstrahl von 10,0 eV produziert. Die (als Primärionen agierenden) Photoionen reagieren ihrerseits mit Lösungsmittelmolekülen und produzieren geladene Zwischencluster. Die letzte Protonentransferreaktion erfolgt zwischen protonierten Lösungsmittelclustern und Probenmolekülen und führt zur Bildung von Analyse-Ionen. Ein anderer Reaktionsweg zur Bildung von Ionen mit ungerader Elektronenzahl aus Analytmolekülen mit sowohl geringem Ionisationsenergieniveau und geringer Protonenaffinität beinhaltet eine direkte Ladungstransferreaktion des Photoions.

Durch Kollisionen im Ionisationsbereich wird eine Gleichgewichtsverteilung bestimmter Ionen aufrechterhalten. Überschüssige Energie, die ein Ion bei der Ionen-Molekül-Reaktion aufnehmen kann, wird thermalisiert. Die Bildung von Produkt- und Eduktionen wird durch den Gleichgewichtszustand bei Atmosphärendruck geregelt.

Photoionenbewegung

Wenn sich die Analytionen im primären Ionisationsbereich bilden, werden sie durch Anlegen eines Offset-Potenzials zwischen dem PhotoSpray®-Ionendeflektor und der Curtain-Platte des Massenspektrometers in Richtung der Öffnung gedrängt. Der Optimalwert für das Offset-Potenzial liegt in der Regel um einige Hundert Volt absolut über dem der Curtain-Platte (500 V, relativ zur Erde, bei gleicher Polarität wie die zu analysierenden Ionen). Dies hängt sowohl von der Art des Analyten als auch von der Entfernung zwischen Ionendeflektor und Curtain-Platte ab.

Die Ionenquelle erzeugt einen Gesamtionenstrom, der geringer als der des APCI-Verfahrens ist. Allerdings erreicht diese Ionenquelle eine hohe Empfindlichkeit, was teilweise daran liegt, dass die im feldfreien Ionisationsbereich gebildeten Ionen mit hoher Effizienz zum Massenspektrometer übertragen werden können.

Beschreibung des Probeneinlasses

Die Zerstäuberprobe besteht aus einem Edelstahlröhrchen mit einem Außendurchmesser von 0,012 Zoll und einem von Zerstäubergas umströmten Zerstäuber. Der flüssige Probenstrom wird durch den Zerstäuber gepumpt, wo er in einem beheizten Keramikrohr vernebelt wird. Wenn die flüssige Probe in das Keramikrohr gepumpt wird, verdampfen die Probe und das Lösungsmittel. Der Dampf strömt dann durch das Keramikrohr in den Ionisationsbereich im Ionenquellengehäuse.

Die Temperatur des Heizers bestimmt die Verdampfungsrate der Probe und folglich auch den Grad der thermischen Zersetzung innerhalb der Probe. Die tatsächliche Temperatur von Probe und Lösungsmittel übersteigt nicht die Verdampfungstemperatur. Mit anderen Worten: Es kommt zu keinem nennenswerten Siedeverzug der flüssigen Probe. Allerdings bewirkt der Temperaturanstieg auch einen Anstieg der Verdampfungsrate, was zur thermischen Zersetzung der Probenionen führen kann.

Quellen-Parameter und Spannungen

B

APCI-Probeparameter

Tabelle B-1 zeigt die Betriebsbedingungen für die Ionenquelle. Diese Bedingungen stellen einen Ausgangspunkt für die Optimierung der Ionenquelle dar. Die verwendete Zusammensetzung des Lösungsmittels bei der Optimierung war 1:1 Wasser:Acetonitril. Die Parameter werden mithilfe der Fließinjektionsanalyse in einem iterativen Prozess optimiert um das beste Signal-zu-Rausch-Verhältnis für die betreffende Verbindung zu erreichen.

Tabelle B-1 Parameteroptimierung für die APCI-Sonde

Parameter	Typische Werte	Einsatzbereich
Lampe vertikale Mikrometereinstellung	5	0 bis 8,5
Zerstäubergas (GS1)	70*	20 bis 90*
Lampengas (GS2)	10*	10 bis 40*
Curtain Gas (CUR)	10 bis 20	25 bis 50
Ionentransferspannung (IS)	1500	600 bis 1500
Temperatur (°C)	400	350 bis 450
Dopant (Toluol) (% der Gesamtflussrate)	10	10 bis 15
Probe horizontale Mikrometereinstellung	5	0 bis 10
Probe vertikale Mikrometereinstellung	2	0 bis 13
* Bei Verwendung von Stickstoff als Gas für den Zerstäuber und die UV-Lampe anstelle von Nullluft wird die Empfindlichkeit erhöht.		

Parameter-Beschreibungen

Parameter	Beschreibung
Curtain Gas (CUR)	<p>Steuert den Gasstrom zur Curtain GasTM-Schnittstelle. Die Curtain Gas-Schnittstelle ist zwischen der Curtain-Platte und dem Orifice angeordnet. Sie verhindert, dass Umgebungsluft und Lösungsmittel-Tröpfchen eindringen und die Ionenuptik verunreinigen und führt Probenionen aufgrund der elektrischen Felder, die zwischen der Vakuum-Schnittstelle und der Spraynadel erzeugt werden, gleichzeitig in Richtung Vakuumkammer. Eine Verunreinigung der Ioneneingangsoptik reduziert somit Q0-Übertragungen, Stabilität und Empfindlichkeit und erhöht das Hintergrundrauschen.</p> <p>Halten Sie den Curtain Gas-Strom so hoch wie möglich, ohne die Empfindlichkeit zu beeinträchtigen.</p>
Ionen-Transferspannung (IS)	<p>Die optimale Ionen-Transferspannung hängt von der Höhe der UV-Lampe ab. Es gibt nur eine optimale Ionen-Transferspannung für eine bestimmte UV-Lampenhöhe und nur eine optimale UV-Lampenhöhe für eine bestimmte Ionen-Transferspannung. Optimieren Sie die Ionen-Transferspannung nach der Verstellung der UV-Lampenhöhe bei jeder neuen Höheneinstellung, um die beste Einstellung für die UV-Lampenhöhe und die Ionen-Transferspannung zu erhalten.</p> <p>Die Werte sind in der Regel erheblich niedriger als die bei der Elektrospray-Ionisation verwendeten. Die Ionen-Transferspannung ist beispielsweise auf einen Wert zwischen 700 und 800V eingestellt.</p>
Temperatur (TEM)	<p>Die Probe wird durch Erhitzen zum Verdampfen gebracht, gleichzeitig wird Lösungsmittel in das Ionenquellengehäuse gesprüht. Wenn die Temperatur zu niedrig eingestellt ist, verdampft die Probe nicht vollständig und es kann zur Kondensation von Lösungsmittel im Gehäuse kommen. Wenn die Temperatur zu hoch eingestellt ist, kann es zu einem thermischen Abbau der Probe kommen.</p> <p>Die optimale Temperatur der Ionenquelle hängt von folgenden Faktoren ab:</p> <ul style="list-style-type: none"> • Von der Art der Probe: Der wichtigste Faktor ist die Zusammensetzung des Lösungsmittels. Die optimale Sonden-temperatur sinkt mit dem Anstieg des organischen Gehalts des Lösungsmittels. Die Probeleistung kann bereits bei einer Temperatur von nur 300 °C optimiert werden, wenn die Lösungsmittel zu 100 % aus Methanol oder Acetonitril bestehen. Wässrige Lösungsmittel aus 100% Wasser erfordern bei einem Fluss von etwa 0,5 ml/min eine Probetemperatur von mindestens 425 °C. • Von der Probenmenge: Die optimale Temperatur steigt mit höheren Flussraten. Die Ionenquelle wird normalerweise mit Probenflussraten von 0,2 bis 0,5 ml/min verwendet, sie kann jedoch auch mit Flussraten von bis zu 1,5 ml/min verwendet werden. <p>Führen Sie die Optimierung in Schritten von 25 °C durch. Die optimale Temperatur ist die niedrigste Einstellung, die zu einer kompletten Verdampfung der Probe führt.</p>

Parameter	Beschreibung
Gas 1 der Ionenquelle (GS1)	Dieses Gas dient zur Erzeugung eines feinen Aerosol-Sprühnebels. Optimieren Sie die Gaseinstellung, um die beste Signalstabilität und Empfindlichkeit zu erhalten. Je nach Probenflussrate liegen die typischen Werte zwischen 20 und 90 psi. Eine höhere Flussrate erfordert in der Regel eine höhere Einstellung für GS1.
Gas 2 der Ionenquelle (GS2)	Das UV-Lampengas (GS2) dient zum Schutz des optischen Fensters der UV-Lampe. Je nach Probenflussrate liegen die typischen Werte zwischen 10 und 40 psi.

Zusammensetzung der Lösungsmittel

Dieser Abschnitt enthält Informationen zu Lösungsmitteln und Modifikatoren. Die Ionenquelle ist mit den üblicherweise in der LC-MS/MS verwendeten mobilen Phasen und flüchtigen Puffern kompatibel und zwar unter Umkehr- als auch unter Normalphasenbedingungen.

Die Standardkonzentration von Ammoniumformiat oder Ammoniumacetat liegt zwischen 2 und 10 mmol/L bei positiven Ionen und zwischen 2 und 100 mmol/L bei negativen Ionen. Die Konzentration der organischen Säuren beträgt zwischen 0,1 und 6,0 Vol.-%.

Normalphasenlösungsmittel werden oft für nicht-polare Verbindungen verwendet. Polare Verbindungen lassen sich eher in den Lösungsmitteln für die Umkehrphasen-Chromatographie lösen. Folgende Chemikalien werden üblicherweise als Normalphasenlösungsmittel verwendet:

- Isooktan
- Dichlormethan
- Chloroform

Häufig verwendete Lösungsmittel:

- Acetonitril
- Methanol
- Propanol
- Wasser

Verwenden Sie chemische Modifikatoren im Lösungsmittel, um die Probenahmebedingungen zu optimieren. Im Allgemeinen helfen chemische Modifikatoren jedoch nicht bei der Photoionisation.

Häufig verwendete Modifikatoren sind:

- Essigsäure
- Ameisensäure
- Ammoniumformiat
- Ammoniumacetat

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

Quellen-Parameter und Spannungen

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

Dopantzusammensetzung und Flussrate

VORSICHT: Mögliche Schäden am System. Verwenden Sie als Dopant kein Aceton. Aceton führt potenziell zu einer Schädigung der Gasschläuche.

Toluol ist der am häufigsten verwendete Dopant. Jedoch lassen sich auch andere geeignete Verbindungen verwenden. Es sollten Dopants von höchster Qualität verwendet werden, mindestens HPLC-Qualität. Bei der Verwendung von Dopants minderer Qualität treten ernsthafte Probleme mit Hintergrundionen auf.

Im Allgemeinen erfolgt eine asymptotische Annäherung an das optimale Analysesignal bei einer Dopantinfusionsrate, die 10 bis 15% der Gesamtflussrate der mobilen Phase (ohne Splitting) entspricht. Die typische Infusionsrate liegt zwischen 75 und 150 ml/min. Der im Zuge der Verfahrensentwicklung ausgewählte Wert wird von der Signalstärke und der erforderlichen Flussrate der mobilen Phase vorgegeben.

Hinweis: Verwenden Sie für den Dopant stets eine LC-Pumpe. Bei Verwendung einer Spritzenpumpe wird die Empfindlichkeit der Ionenquelle stark herabgesetzt. Bei früheren Versionen der PhotoSpray®-Ionenquelle wurde der Dopant in eine drucklose Leitung eingeführt, wofür eine Spritzenpumpe ausreichte.

Verbrauchsmaterialien und Ersatzteile

C

Art.-Nr.	Beschreibung
029031	Druckfeder (für Leuchtkörper der UV-Lampe). Siehe Austauschen des UV-Leuchtkörpers auf Seite 36 .
1008006	Federteller (hält den UV-Leuchtkörper ins Ionenquellengehäuse). Siehe Austauschen des UV-Leuchtkörpers auf Seite 36 .
1002998	Photoionisationsdetektor (UV-Leuchtkörper). Siehe Austauschen des UV-Leuchtkörpers auf Seite 36 .
1009515	Messingunterlegscheibe (für Leuchtkörper der UV-Lampe). Siehe Austauschen des UV-Leuchtkörpers auf Seite 36 .
025388	Elektrode (für APCI-Probe). Siehe Ersetzen der Elektrodenkapillare auf Seite 31 .
1009095	APCI-Probe-Bauteile (vollständige Probe). Siehe Installieren der Probe auf Seite 14 .
1005596	Quellenkabel. Installieren der Ionenquellenanschlüsse auf Seite 15 .

Revisionen

Änderung	Beschreibung der Änderung	Datum
A	Erste Veröffentlichung des Dokuments. Auf Grundlage von RUO-IDV-05-1461-B.	Juni 2014
B	Support für die Instrumentenreihe 6500 ⁺ hinzugefügt. Umbenannt. Auf Grundlage von RUO-IDV-05-1461-C.	August 2015