
Sorgente di ionizzazione PhotoSpray®

Guida per l'operatore



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

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

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

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

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

AB Sciex conduce i propri affari come SCIEX.

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

AB SCIEX™ è utilizzato su licenza.

© 2015 AB Sciex



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

Sommario

Capitolo 1 Panoramica della sorgente di ionizzazione.....	5
Precauzioni operative e pericoli.....	5
Componenti della sorgente di ionizzazione.....	6
Linea di erogazione dell'agente dopante e tubo del campione.....	8
Sonda APCI.....	8
Lampada UV.....	9
Collegamenti elettricità e gas.....	10
Circuito di rilevamento della sorgente di ionizzazione.....	11
Sistema di scarico della sorgente.....	11
Contattateci.....	12
Documentazione correlata.....	12
Assistenza tecnica.....	13
Capitolo 2 Installazione della sorgente di ionizzazione.....	14
Preparazione per l'installazione.....	14
Collegamenti del gas necessari.....	15
Installazione della sonda.....	15
Installare i collegamenti della sorgente di ionizzazione.....	16
Collegamento del tubo della sorgente di ionizzazione.....	18
Installare la sorgente di ionizzazione sullo spettrometro di massa.....	19
Verificare eventuali perdite.....	20
Capitolo 3 Ottimizzazione della sorgente di ionizzazione.....	21
Introduzione del campione.....	21
Metodo.....	21
Velocità di flusso.....	22
Requisiti per il sistema di introduzione del campione.....	22
Ottimizzazione della sonda APCI.....	22
Impostazione del sistema.....	23
Eeguire il metodo.....	23
Impostare le condizioni iniziali.....	23
Ottimizzazione del flusso di gas 1, gas 2 e Curtain Gas	24
Ottimizzare la posizione della sonda APCI.....	24
Ottimizzare la temperatura della sonda APCI.....	26
Regolazione della lampada UV.....	26
Suggerimenti per l'ottimizzazione.....	26
Capitolo 4 Manutenzione della sorgente di ionizzazione.....	28
Pulire le superfici della sorgente di ionizzazione.....	29
Pulizia della sonde.....	30
Rimuovere la sorgente di ionizzazione.....	30
Rimuovere la sonda.....	31
Sostituzione dell'elettrodo tubolare.....	31
Regolare l'estensione della punta dell'elettrodo.....	33
Pulire la finestrella ottica UV.....	34

Sommario

Sostituzione della lampadina della lampada UV.....	36
Sostituzione del tubo del campione.....	37
Capitolo 5 Suggerimenti per la risoluzione dei problemi.....	38
Appendice A Principi di funzionamento - Sorgente di ionizzazione.....	40
Processo di ionizzazione.....	40
Selezione dell'agente dopante.....	40
Composizione dell'eluente e dei modificatori.....	41
Eluente.....	42
Modificatori.....	42
Zona di ionizzazione.....	42
Produzione di fotoioni.....	43
Percorso dei fotoioni.....	44
Descrizione del sistema di introduzione del campione.....	44
Appendice B Parametri e voltaggi della sorgente.....	45
Parametri sonda APCI.....	45
Descrizione Parametri.....	46
Composizione dei solventi.....	47
Composizione dell'agente dopante e velocità di flusso.....	48
Appendice C Elenco materiali di consumo e parti di ricambio.....	49
Cronologia delle revisioni.....	50

Panoramica della sorgente di ionizzazione

1

La fotoionizzazione a pressione atmosferica offre un metodo alternativo di introduzione dei campioni nello spettrometro di massa. La sorgente di ionizzazione PhotoSpray[®], molto simile alla sonda di ionizzazione chimica a pressione atmosferica standard (APCI) e alla sorgente di ionizzazione Turbo VTM, genera ioni che rappresentano la composizione molecolare del campione.

Dal punto di vista delle applicazioni, questa sorgente di ionizzazione fornisce una versione di APCI più versatile, in grado di garantire maggiore sensibilità se ottimizzata con composti specifici. La sorgente di ionizzazione consente inoltre il rilevamento LC-MS/MS di composti biologici e di composti a bassa polarità importanti dal punto di vista ambientale.

Precauzioni operative e pericoli

Per informazioni su normative e sicurezza relative allo spettrometro di massa, fare riferimento alla guida di sicurezza oppure alla *Guida per l'utente del sistema*.



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



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



AVVERTENZA! Pericolo di superfici calde. Lasciar raffreddare la sorgente di ionizzazione per almeno 30 minuti prima di iniziare qualsiasi procedura di manutenzione. Le superfici della sorgente di ionizzazione e i componenti dell'interfaccia di vuoto raggiungono temperature considerevoli durante il funzionamento.



AVVERTENZA! Pericolo di esposizione ad agenti chimici tossici. Indossare i dispositivi di protezione individuale, inclusi camice da laboratorio, guanti e occhiali di sicurezza, per evitare l'esposizione degli occhi o della pelle.



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



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

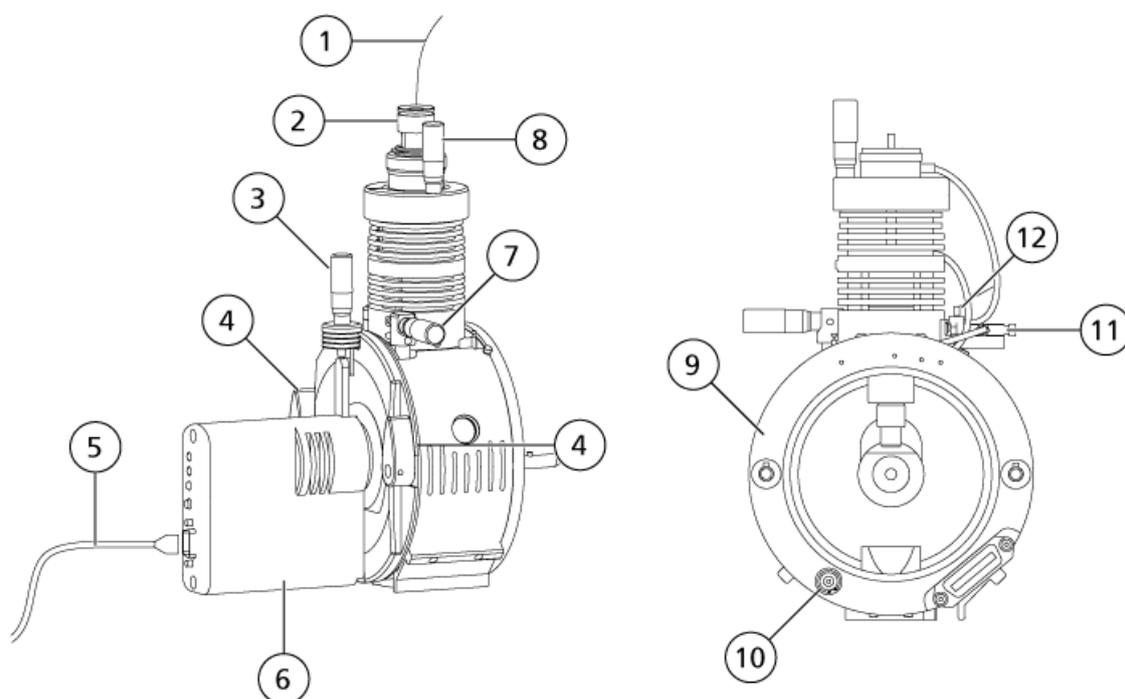


AVVERTENZA! Pericolo di scosse elettriche. Evitare il contatto con le alte tensioni presenti sulla sorgente di ionizzazione durante il funzionamento. Porre il sistema in modalità Standby prima di regolare il tubo del campione o altre apparecchiature vicino alla sorgente di ionizzazione.

Componenti della sorgente di ionizzazione

Questa sorgente di ionizzazione utilizza un nebulizzatore riscaldato per vaporizzare il campione. Seguendo la vaporizzazione, i costituenti molecolari del campione vengono ionizzati dal processo di fotoionizzazione, indotto da un fascio continuo di onde ultraviolette in presenza di un'agente dopante all'interno del corpo della sorgente di ionizzazione.

Figura 1-1 Sorgente di ionizzazione PhotoSpray



Elemento	Descrizione
1	Tubo del campione
2	Sonda APCI
3	Micrometro della lampada UV utilizzato per impostare la posizione verticale quando si regola la sensibilità della sorgente di ionizzazione
4	I due fermi che fissano la sorgente di ionizzazione allo spettrometro di massa
5	Cavo della sorgente di ionizzazione da collegare allo spettrometro di massa
6	Modulo di controllo della lampada UV in cui è alloggiata la porta del display di stato della luce a LED e del connettore a 9 pin per il cavo della sorgente di ionizzazione per fornire alimentazione elettrica e comunicazione alla lampada UV
7	Micrometro della sonda APCI usato per posizionare la sonda sull'asse orizzontale quando si regola la sensibilità della sorgente di ionizzazione
8	Micrometro della sonda APCI usato per posizionare la sonda sull'asse verticale quando si regola la sensibilità della sorgente di ionizzazione
9	La piastra dell'alloggiamento della sorgente di ionizzazione che ospita il connettore di alta tensione, il connettore di identità della sorgente di ionizzazione e le porte di collegamento per l'erogazione del gas e dell'alimentazione elettrica della sorgente di ionizzazione
10	Collegamento alta tensione

Panoramica della sorgente di ionizzazione

Elemento	Descrizione
11	Sistema di inserimento dell'agente dopante utilizzato per collegare la linea di erogazione dell'agente dopante
12	Fascetta fermacavi

Linea di erogazione dell'agente dopante e tubo del campione

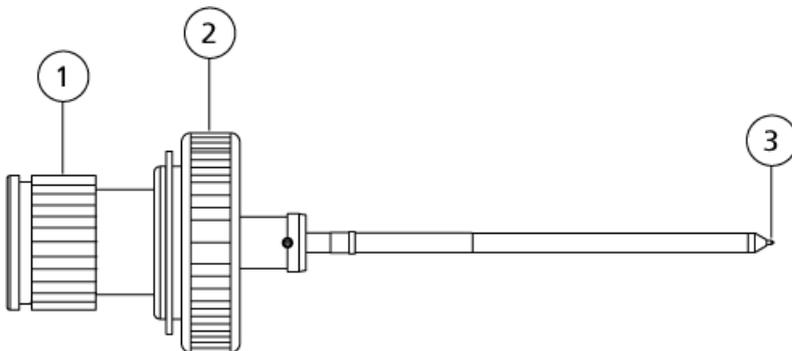
Collegare manualmente una linea di erogazione dell'agente dopante al sistema di inserimento dell'agente dopante per introdurre quest'ultimo nel gas del nebulizzatore e collegare manualmente il tubo del campione alla sonda. Fare riferimento a [Installare i collegamenti della sorgente di ionizzazione](#).

Sonda APCI

La sonda APCI è composta da un tubo di acciaio inossidabile, dal diametro interno (d.i.) di 100 µm (0,004"), circondato da un flusso di gas di nebulizzazione (Gas 1). Il flusso del campione liquido viene pompato nel nebulizzatore, dove viene nebulizzato in un tubo di ceramica che contiene un riscaldatore. La parete interna del tubo in ceramica può essere mantenuta ad una temperatura tra 100 °C e 750 °C e viene monitorata dal sensore incorporato nel riscaldatore.

Un getto ad alta velocità di gas di nebulizzazione scorre intorno alla punta dell'elettrodo per disperdere il campione in un aerosol di particelle fini. Si sposta attraverso il riscaldatore di vaporizzazione in ceramica nella zona di reazione della sorgente di ionizzazione e dopo l'ago di scarica a corona dove le molecole del campione vengono ionizzate al passaggio attraverso il corpo della sorgente di ionizzazione. Fare riferimento a [Principi di funzionamento - Sorgente di ionizzazione a pagina 40](#).

Figura 1-2 Componenti della sonda APCI

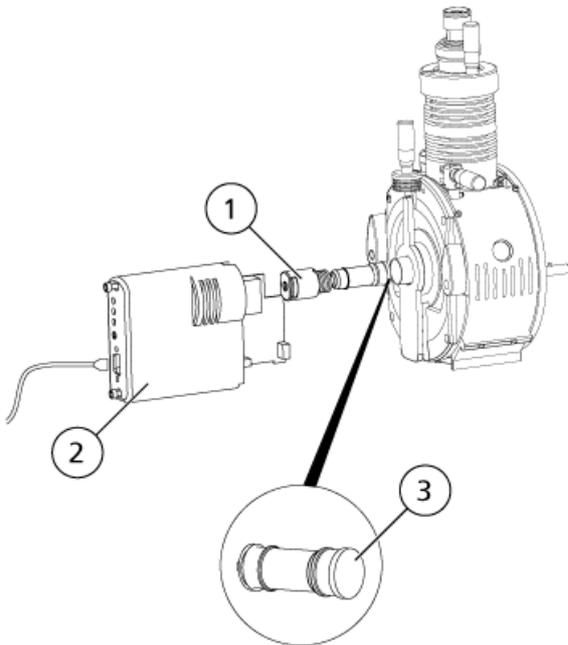


Elemento	Descrizione
1	Dado di regolazione dell'elettrodo (di colore nero) che regola l'estensione della punta dell'elettrodo
2	Ghiera di fermo che fissa la sonda alla torretta della sonda
3	Punta dell'elettrodo attraverso la quale i campioni sono nebulizzati nella zona di introduzione del campione della sorgente di ionizzazione

Lampada UV

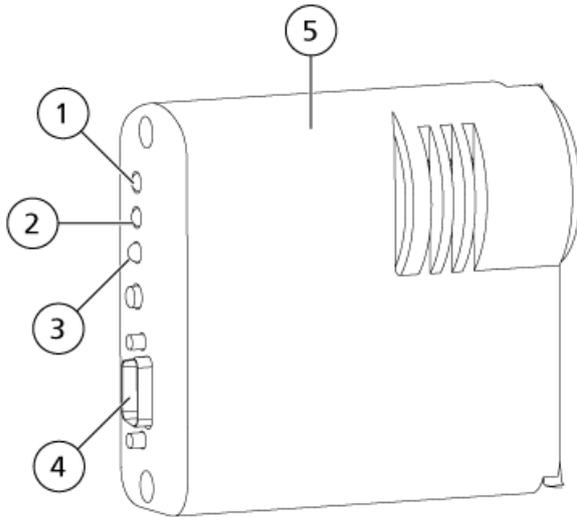
La lampada di fotoionizzazione al cripton è ubicata all'interno ed è controllata dal modulo di controllo lampada UV. Questa lampada UV ionizza le molecole dell'agente dopante all'interno del flusso del campione in entrata.

Figura 1-3 Lampada UV della sorgente di ionizzazione PhotoSpray



Elemento	Descrizione
1	Supporto della lampada
2	Modulo di controllo della lampada
3	Lampada UV

Figura 1-4 Modulo di controllo della lampada e display di stato LED



Elemento	LED	Colore	Descrizione
1	Selezione	Rosso	Errore di guasto. La lampada UV può essere accesa o spenta. Fare riferimento a Suggerimenti per la risoluzione dei problemi a pagina 38 .
2	Normale	Verde	Lo spettrometro di massa è in modalità Ready (Pronto). La lampada UV è accesa.
3	Accensione	Giallo	Lo spettrometro di massa è in modalità Standby. La lampada UV è spenta.
4	—	—	Connettore a 9 pin: i collegamenti logici e dell'alimentazione a bassa tensione aggiuntivi vengono realizzati attraverso il cavo della sorgente di ionizzazione che collega il connettore delle sorgenti a 25 pin sullo spettrometro di massa al connettore a 9 pin.
5	—	—	Modulo di controllo della lampada

Collegamenti elettricità e gas

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

I collegamenti logici e dell'alimentazione a bassa tensione aggiuntivi vengono realizzati attraverso il cavo della sorgente di ionizzazione che collega il connettore delle sorgenti a 25 pin sullo spettrometro di massa al connettore a 9 pin sull'erogazione di alimentazione della luce UV montata sul corpo della sorgente di alimentazione.

Un cavo della sorgente di ionizzazione proveniente dallo spettrometro di massa si collega al modulo di controllo lampada UV (ultravioletta) per fornire alimentazione elettrica e comunicazione dallo spettrometro di massa alla lampada UV. Gli indicatori a LED (diodo a emissione luminosa) sul modulo di controllo della lampada UV visualizzano lo stato corrente della lampada UV.

Quando la sorgente di ionizzazione è installata sullo spettrometro di massa, la maggior parte dei collegamenti elettrici e del gas è realizzata automaticamente. Fare riferimento a [Figura 1-1 a pagina 7](#) e [Figura 1-3 a pagina 9](#).

Circuito di rilevamento della sorgente di ionizzazione

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

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

Sistema di scarico della sorgente



AVVERTENZA! Pericolo di contaminazione da radiazioni, rischio biologico o di esposizione ad agenti chimici tossici. Assicurarsi di usare il sistema di scarico della sorgente per rimuovere in tutta sicurezza i vapori di scarico del campione dall'ambiente di laboratorio. Per i requisiti del sistema di scarico della sorgente, fare riferimento alla *Guida alla pianificazione del sito*.



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



AVVERTENZA! Pericolo di incendio. Non inviare più di 3 mL/min di solvente nella sorgente di ionizzazione. Il superamento della portata massima potrebbe causare un accumulo di solvente nella sorgente di ionizzazione. Assicurarsi che il sistema di scarico della sorgente sia in funzione per evitare che vapori infiammabili si accumulino nella sorgente di ionizzazione.

Tutte le sorgenti di ionizzazione producono vapori di solvente e di campione. Questi vapori comportano dei rischi per l'ambiente di laboratorio. Il sistema di scarico della sorgente è progettato per rimuovere in tutta sicurezza i vapori del campione e del solvente e consentirne un trattamento adeguato. Quando la sorgente di

Panoramica della sorgente di ionizzazione

ionizzazione è installata, lo spettrometro di massa non entrerà in funzione finché il sistema di scarico della sorgente non sarà operativo.

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

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

Contattateci

Supporto SCIEX

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

Formazione dei clienti

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

Centro di istruzione online

- sciex.com/LearningPortal

Documentazione correlata

Le guide e le esercitazioni per il software Analyst[®] sono installate automaticamente con il software e sono disponibili nel menu Start (Avvio): **All Programs > SCIEX > Analyst** (Tutti i programmi > SCIEX > Analyst). Un elenco completo della documentazione disponibile è riportato nel menu Help (Guida). Per visualizzare la Guida, premere **F1**.

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

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

Assistenza tecnica

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

Installazione della sorgente di ionizzazione

2



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

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

Quando è installata la sorgente di ionizzazione, il software Analyst[®] riconosce la sorgente di ionizzazione e visualizza l'identificazione della sorgente di ionizzazione.

Nota: Utilizzare sempre una pompa LC per l'agente dopante. L'uso di una pompa a siringa ridurrà notevolmente la sensibilità della sorgente di ionizzazione. Nelle versioni precedenti della sorgente di ionizzazione PhotoSpray[®], l'agente dopante veniva introdotto in una linea non pressurizzata, pertanto una pompa a siringa era sufficiente.

Materiali richiesti

- Sorgente di ionizzazione
- Sonda APCI
- Kit dei materiali di consumo della sorgente di ionizzazione

Preparazione per l'installazione



AVVERTENZA! Pericolo di perforazione. Prestare attenzione quando si maneggia l'elettrodo tubolare. La punta dell'elettrodo è estremamente acuminata.

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

- Regolare il dado di regolazione dell'elettrodo (di colore nero) sulla sonda per spostare la punta dell'elettrodo all'interno del tubo.
- Accertarsi che la linea di erogazione di agente dopante e il tubo del campione siano sufficientemente lunghi da consentire alla sorgente di ionizzazione abbastanza gioco per allontanare il corpo della sorgente di ionizzazione completamente collegata dall'alloggiamento dell'interfaccia di vuoto.

- Accertarsi che la punta dell'elettrodo della sonda sia regolata secondo le specifiche. Per garantire stabilità e prestazioni ottimali, la punta dell'elettrodo dovrebbe fuoriuscire per una lunghezza compresa tra 0,5 mm e 1,0 mm dall'estremità della sonda.

Questa distanza influenza la forma del cono di nebulizzazione che, a sua volta, influenza la sensibilità dello spettrometro di massa. Fare riferimento a [Regolare l'estensione della punta dell'elettrodo a pagina 33](#).

Collegamenti del gas necessari

Accertarsi che siano disponibili i seguenti gas:

- Aria di zero pulita
- Azoto ultrapuro (UHP)

Controllare i seguenti collegamenti del gas allo spettrometro di massa:

- L'erogazione di Curtain Gas™ è azoto UHP.
- L'erogazione di gas per il sistema di scarico della sorgente è l'aria di zero.
- Il Gas 1/Gas 2 è l'azoto UHP.

Utilizzando l'azoto UHP per il Gas 1/Gas 2 si garantisce maggiore sensibilità rispetto all'aria di zero.

Fornire i seguenti requisiti di gas per la sorgente di ionizzazione come mostrato in [Tabella 2-1](#).

Tabella 2-1 Requisiti del Gas

Componente	Requisito del Gas
Sorgente di ionizzazione PhotoSpray®	12 L/min azoto UHP

Installazione della sonda



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

La sorgente di ionizzazione non viene fornita con la sonda già installata. Rimuovere sempre la sorgente di ionizzazione dallo spettrometro di massa prima di cambiare le sonde. Fare riferimento a [Rimuovere la sorgente di ionizzazione a pagina 30](#).

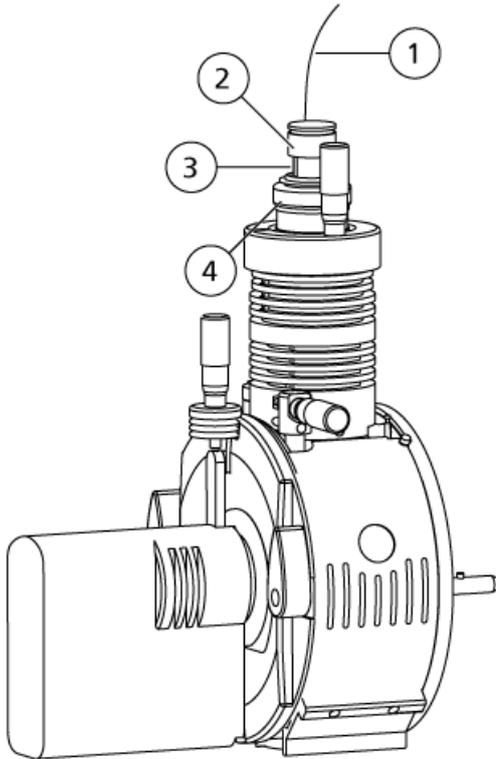
Se la sonda non è installata correttamente nella sorgente di ionizzazione, la corrente ad alta tensione non arriverà dallo spettrometro di massa ed il sistema di scarico della sorgente sarà disattivato.

1. Inserire la sonda nella torretta. Fare riferimento a [Componenti della sorgente di ionizzazione a pagina 6](#).

Installazione della sorgente di ionizzazione

2. Spingere delicatamente la sonda verso il basso in modo che i contatti siano agganciati a quelli presenti nella torretta.
3. Ruotare la ghiera di fermo sulla sonda, spingerla verso il basso in modo da agganciarne la filettatura con la filettatura nella torretta e infine serrare la ghiera senza forzare eccessivamente. Serrare solo manualmente per evitare di danneggiare la filettatura.

Figura 2-1 Collegamento del tubo del campione



Elemento	Descrizione
1	Tubo del campione
2	Dado regolazione elettrodo
3	Sonda
4	Ghiera di fermo

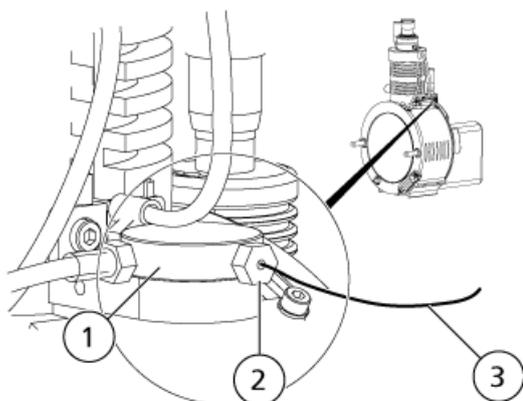
4. Avvitare il dado del tubo del campione nell'attacco in cima alla sonda, quindi serrare il dado manualmente.

Installare i collegamenti della sorgente di ionizzazione

Dopo avere installato la sonda, installare i collegamenti restanti della sorgente di ionizzazione.

1. Installare la linea di erogazione agente dopante nel tubo dell'agente dopante.
2. Avvitare il dado del tubo dell'agente dopante nel raccordo di giunzione e serrare manualmente. Fare riferimento a [Figura 2-2](#).

Figura 2-2 Linea di erogazione dell'agente dopante

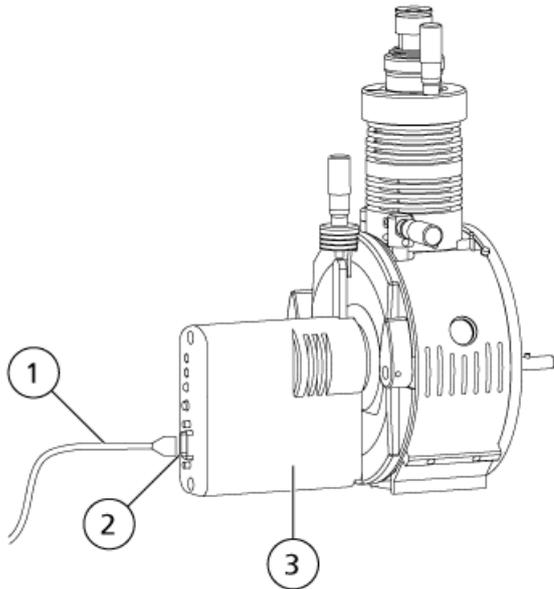


Elemento	Descrizione
1	Raccordo di giunzione
2	Dado del tubo dell'agente dopante
3	Linea di erogazione dell'agente dopante

ATTENZIONE: Rischio di danni all'apparecchiatura. Non scollegare il cavo di alimentazione dalla sorgente di ionizzazione o dallo spettrometro di massa durante il funzionamento.

3. Collegare il cavo di alimentazione dal connettore di alimentazione sul pannello I/O dello spettrometro di massa al connettore a 9 pin del modulo di controllo luce UV. Inserire entrambe le viti di fermo e serrarle manualmente. Fare riferimento a [Figura 2-3](#).

Figura 2-3 Connettore del cavo della sorgente



Elemento	Descrizione
1	Cavo della sorgente da collegare allo spettrometro di massa
2	Connettore a 9 pin
3	Modulo di controllo della lampada

Collegamento del tubo della sorgente di ionizzazione



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



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

Fare riferimento a [Componenti della sorgente di ionizzazione a pagina 6](#).

1. Inserire un pezzo di tubo rosso in PEEK lungo 30 cm nel dado del tubo del campione.

2. Inserire il dado del tubo del campione nella porta in cima alla sonda e quindi serrare il dado senza forzare eccessivamente.
3. Collegare l'altra estremità del tubo alla giunzione di messa a terra sulla sorgente di ionizzazione.

Installare la sorgente di ionizzazione sullo spettrometro di massa



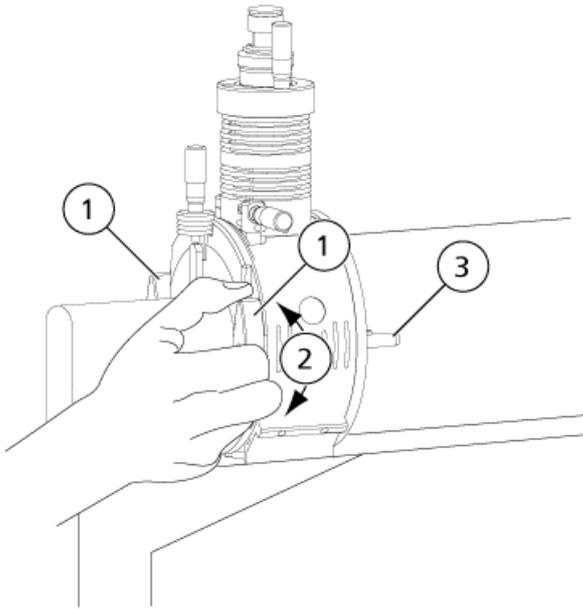
AVVERTENZA! Pericolo di scosse elettriche. Installare la sonda nella sorgente di ionizzazione prima di installare la sorgente di ionizzazione sullo spettrometro di massa.

Suggerimento! Utilizzare il separatore di vuoto corretto per il sistema per ottenere prestazioni ottimali. Non utilizzare un separatore di vuoto di un altro sistema. Il numero del modello del sistema è inciso nel separatore di vuoto.

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

1. Assicurarsi che i fermi posti sui lati della sorgente di ionizzazione siano diretti verso la posizione ore 12. Fare riferimento a [Componenti della sorgente di ionizzazione a pagina 6](#).
2. Allineare la sorgente di ionizzazione con l'interfaccia di vuoto, assicurandosi che i fermi sulla sorgente di ionizzazione siano allineati agli attacchi dell'interfaccia di vuoto.
3. Premere delicatamente la sorgente di ionizzazione contro l'interfaccia di vuoto e poi ruotare i fermi della sorgente di ionizzazione verso il basso per bloccare la sorgente di ionizzazione in posizione.

Figura 2-4 Installazione della sorgente di ionizzazione



Elemento	Descrizione
1	Fermi della sorgente
2	Posizione aperta (ore 12) e chiusa (6:30)
3	Perni guida (2)

Lo spettrometro di massa riconosce la sorgente di ionizzazione e visualizza l'identificazione della sorgente di ionizzazione nel software Analyst®.

4. Collegare il tubo in dal dispositivo di erogazione del campione fino alla giunzione di messa a terra posta sulla sorgente di ionizzazione.

Verificare eventuali perdite

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

Ottimizzazione della sorgente di ionizzazione

3



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



AVVERTENZA! Pericolo di incendio. Non inviare più di 3 mL/min di solvente nella sorgente di ionizzazione. Il superamento della portata massima potrebbe causare un accumulo di solvente nella sorgente di ionizzazione. Assicurarsi che il sistema di scarico della sorgente sia in funzione per evitare che vapori infiammabili si accumulino nella sorgente di ionizzazione.



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

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

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

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

Introduzione del campione

Metodo

Il flusso di campione liquido viene erogato nella sorgente di ionizzazione tramite una pompa LC o una pompa a siringa. Se erogato da una pompa LC, il campione può essere iniettato direttamente nella fase mobile usando l'analisi mediante iniezione in flusso (FIA) o l'infusione tramite raccordo a T, oppure attraverso una colonna di separazione usando un iniettore con loop o un autocampionatore. Se introdotto tramite una pompa a siringa,

Ottimizzazione della sorgente di ionizzazione

il campione è iniettato direttamente nella sorgente di ionizzazione. L'ottimizzazione dell'infusione ha lo scopo di ottimizzare il percorso degli ioni e la selezione dei frammenti MS/MS.

Velocità di flusso

La velocità di flusso di ogni campione è determinata dal sistema di cromatografia o dal volume del campione disponibile.

Requisiti per il sistema di introduzione del campione

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

Ottimizzazione della sonda APCI



AVVERTENZA! Pericolo di contaminazione da radiazioni o esposizione ad agenti tossici chimici e biologici. Assicurarsi che lo spettrometro di massa sia adeguatamente ventilato e che sia garantita una buona ventilazione generale del laboratorio. Un'adeguata ventilazione del laboratorio è necessaria per controllare le emissioni di solventi e campioni e per un funzionamento sicuro dello spettrometro di massa.



AVVERTENZA! Pericolo di contaminazione da radiazioni o esposizione ad agenti tossici chimici e biologici. Assicurarsi che l'elettrodo protenda oltre l'estremità della sonda, in modo da evitare che i vapori pericolosi fuoriescano dalla sorgente. L'elettrodo non deve essere incassato all'interno della sonda.

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

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

ATTENZIONE: È più facile ottimizzare il segnale e il rapporto segnale-rumore con analisi mediante iniezioni in flusso o iniezioni in testa alla colonna.

Impostazione del sistema

1. Configurare la pompa LC per fornire la fase mobile alla velocità di flusso richiesta. Fare riferimento a [Parametri e voltaggi della sorgente a pagina 45](#).
2. Collegare la giunzione di messa a terra posta sulla sorgente di ionizzazione a una pompa LC, attraverso un iniettore dotato di un loop da 5 µL o a un autocampionatore.
3. Se si utilizza un autocampionatore, configurare l'autocampionatore per eseguire più iniezioni.

Eseguire il metodo

1. Avviare il software Analyst®.
2. Nella barra di navigazione, nella modalità **Tune and Calibrate** (Sintonizzazione e calibrazione), fare doppio clic su **Manual Tuning** (Sintonizzazione manuale).
3. Aprire un metodo ottimizzato in precedenza o creare un metodo basato sui composti.
4. Se la sorgente di ionizzazione ha avuto il tempo necessario per raffreddarsi, procedere come segue:
 - a. Impostare il parametro **Temperature (TEM)** (Temperatura) su **450**.
 - b. Lasciar riscaldare la sorgente di ionizzazione per almeno 30 minuti.

La fase di riscaldamento, della durata di 30 minuti, impedisce ai vapori di solvente di condensarsi nella sonda ancora fredda.
5. Avviare l'acquisizione.
6. Avviare il flusso del campione e l'iniezione del campione.

Impostare le condizioni iniziali

1. Digitare **70** nel campo **Ion Source Gas 1 (GS1)** (Gas Sorgente di ionizzazione 1).
2. Digitare **20** nel campo **Ion Source Gas 2 (GS2)** (Sorgente di ionizzazione Gas 2).
3. Nel campo **Curtain Gas (CUR)**, digitare il valore appropriato per lo spettrometro di massa.

Tabella 3-1 Valori dei parametri CUR

Spettrometro di massa	Valore iniziale
Sistemi 3200, 3500, 4000 e 4500	20
Sistemi 5000 e 5500	25
Sistemi 6500 e 6500 ⁺	30

4. Impostare **Ion Transfer Voltage** (Tensione di trasferimento ioni) su **800**.

Ottimizzazione del flusso di gas 1, gas 2 e Curtain Gas™

1. Regolare i valori del **GS2** (Sorgente di ionizzazione Gas 2) in incrementi da cinque fino a ottenere il segnale o il rapporto segnale-rumore migliore.
2. Regolare i valori del **GS1** (Sorgente di ionizzazione Gas 1) in incrementi da cinque fino a ottenere il segnale o il rapporto segnale-rumore migliore.
3. Aumentare il parametro **CUR** fino a quando il segnale non inizia a diminuire.

Nota: Usare il valore maggiore possibile per il CUR in modo da impedire la contaminazione senza compromettere la sensibilità. Non impostare il CUR su valori minori di 20. Questo contribuisce a evitare la penetrazione del flusso di Curtain Gas™, che può generare un segnale rumoroso, a evitare la contaminazione della fenditura e ad aumentare il rapporto segnale-rumore complessivo.

Ottimizzare la posizione della sonda APCI



AVVERTENZA! Pericolo di contaminazione da radiazioni o esposizione ad agenti tossici chimici e biologici. Assicurarsi che l'elettrodo protenda oltre l'estremità della sonda, in modo da evitare che i vapori pericolosi fuoriescano dalla sorgente. L'elettrodo non deve essere incassato all'interno della sonda.

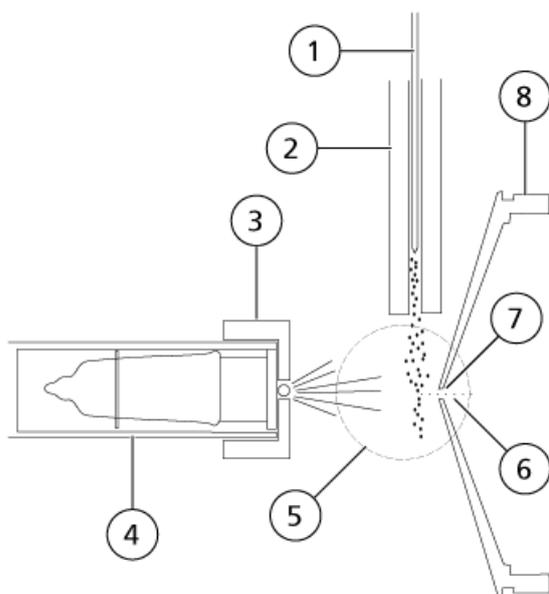
ATTENZIONE: Rischio di danni all'apparecchiatura. Prestare attenzione quando si apportano modifiche alla sonda. In alcune combinazioni della posizione della sonda e della lampada UV, potrebbe essere difficile regolare la posizione della sonda a causa della posizione della lampada e viceversa.

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

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

Figura 3-1 mostra la posizione della sonda relativamente alla lampada UV e alla fenditura della piastra Curtain.

Figura 3-1 Posizione della sonda APCI



Elemento	Descrizione
1	Sonda APCI
2	Riscaldatore
3	Deflettore di ioni
4	Lampada UV
5	Zona di ionizzazione
6	Ioni
7	Fenditura della piastra Curtain
8	Piastra Curtain

1. Usare il micrometro precedente come posizione iniziale.

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

2. Usare la FIA o un'infusione tramite raccordo a T per iniettare il campione ad una portata elevata.
3. Monitorare il segnale all'interno del software.
4. Utilizzare il micrometro verticale per regolare la sonda in piccoli incrementi, per ottenere il segnale o il rapporto segnale-rumore migliore.
5. Regolare il dado di regolazione dell'elettrodo (di colore nero) sulla sonda per inserire o estrarre l'elettrodo tubolare dalla sonda. Per garantire stabilità e prestazioni ottimali, la punta dell'elettrodo dovrebbe fuoriuscire

Ottimizzazione della sorgente di ionizzazione

per una lunghezza compresa tra 0,5 mm e 1,0 mm dall'estremità della sonda. Fare riferimento a [Regolare l'estensione della punta dell'elettrodo a pagina 33](#).

Ottimizzare la temperatura della sonda APCI

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

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

Regolazione della lampada UV

ATTENZIONE: Rischio di danni all'apparecchiatura. Prestare attenzione quando si apportano modifiche alla lampada UV. In alcune combinazioni della posizione della sonda e della lampada UV, potrebbe essere difficile regolare la posizione della sonda a causa della posizione della lampada e viceversa.

La posizione della lampada UV in relazione alla fenditura della piastra Curtain influisce sulla sensibilità e sulla stabilità del segnale. Regolare sempre la lampada UV a piccoli incrementi.

Per ottimizzare le impostazioni della sorgente di ionizzazione per un componente specifico, provare varie altezze della lampada UV e ottimizzare la tensione di trasferimento ioni su ciascuna nuova impostazione dell'altezza per individuare la migliore impostazione per l'altezza della lampada UV e per la tensione di trasferimento ioni.

La regolazione della lampada UV dipende dal composto. Ripetere questa procedura di ottimizzazione ogniqualvolta si modifica l'analita, la portata o la composizione della fase mobile. Una volta che la sonda è stata ottimizzata, richiederà solo alcune piccole regolazioni. Se si rimuove la sonda, o se cambiano l'analita, la portata o la composizione del solvente, ripetere la procedura di ottimizzazione.

Nota: La tensione ottimale di trasferimento ioni dipende dall'altezza della lampada UV. Vi è solo una tensione ottimale di trasferimento ioni per un'altezza impostata della lampada UV e solo un'altezza ottimale della lampada UV per una tensione specifica di trasferimento ioni. Dopo aver modificato l'altezza della lampada UV, ottimizzare la tensione di trasferimento ioni su ciascuna nuova impostazione dell'altezza per individuare la migliore impostazione per l'altezza della lampada UV e per la tensione di trasferimento ioni.

- Utilizzare il micrometro verticale della lampada UV per regolare la posizione verticale e ottenere il segnale o il rapporto segnale-rumore migliore.

Suggerimenti per l'ottimizzazione

- Impostare la temperatura sul valore più basso che consente la vaporizzazione completa del campione. Più alta è la velocità di flusso del liquido o più alta è la composizione acquosa del solvente, più alta sarà la temperatura del riscaldatore richiesta per vaporizzare l'analita. Tuttavia, una temperatura eccessivamente alta può causare la degradazione termica del composto.

- Utilizzare la velocità di flusso (CUR) di Curtain Gas™ maggiore possibile senza causare la diminuzione del segnale. Questo aiuta a:
 - Impedire la penetrazione del flusso di Curtain Gas™, che può generare rumore.
 - Impedire la contaminazione della fenditura.
 - Aumentare nel complesso il rapporto segnale-rumore.

Per alcuni composti difficili da ionizzare, l'intensità del segnale si sintonizza con le impostazioni di Curtain Gas™ garantendo spesso il massimo alle impostazioni comprese tra 45 e 50. È molto importante sintonizzare il flusso di Curtain Gas quando si esegue l'ottimizzazione per la più alta sensibilità possibile.

Manutenzione della sorgente di ionizzazione

4

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



AVVERTENZA! Pericolo di superfici calde. Lasciar raffreddare la sorgente di ionizzazione per almeno 30 minuti prima di iniziare qualsiasi procedura di manutenzione. Le superfici della sorgente di ionizzazione e i componenti dell'interfaccia di vuoto raggiungono temperature considerevoli durante il funzionamento.



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



AVVERTENZA! Pericolo di esposizione ad agenti chimici tossici. Indossare i dispositivi di protezione individuale, inclusi camice da laboratorio, guanti e occhiali di sicurezza, per evitare l'esposizione degli occhi o della pelle.



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



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



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

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

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

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

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

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

Materiali richiesti

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

Pulire le superfici della sorgente di ionizzazione



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

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

1. Rimuovere la sorgente di ionizzazione dallo spettrometro di massa.
2. Pulire le superfici della sorgente di ionizzazione con un panno morbido e umido.

Pulizia della sonda

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

1. Passare a una fase mobile composta da acqua/acetonitrile 1:1 o acqua/metanolo 1:1.
2. Regolare la posizione della sonda in modo che si trovi il più lontano possibile dall'orifizio.
3. Nel software Analyst[®]
 - a. Impostare **TEM** (Temperatura) tra **500** e **600**.
 - b. Impostare **GS1** (Sorgente di ionizzazione Gas 1) e **GS2** (Sorgente di ionizzazione Gas 2) ad almeno **40**.
 - c. Impostare **CUR** al valore massimo possibile.
 - d. Attendere fino al raggiungimento del valore impostato per **TEM** (Temperatura).
4. Iniettare la fase mobile attraverso il tubo e la sonda a 1 ml/min per circa 10 o 15 minuti.
5. Assicurarsi che la sonda e il tubo del campione siano lavati abbondantemente.

Rimuovere la sorgente di ionizzazione

Nota: Altri 5,3 l/min di azoto scorrono quando lo spettrometro di massa è spento o la sorgente di ionizzazione viene rimossa dal sistema. Per ridurre al minimo il consumo di gas azoto e per mantenere pulito lo spettrometro di massa quando non lo si utilizza, lasciare la sorgente di ionizzazione installata sullo spettrometro di massa e lasciare acceso il sistema.

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

1. Arrestare le scansioni in corso.
2. Disattivare il flusso del campione.
3. Digitare **0** nel campo **TEM** (Temperatura) se sono in uso i riscaldatori.
4. Lasciar raffreddare la sorgente di ionizzazione per almeno 30 minuti.
5. Scollegare il tubo del campione dalla giunzione di messa a terra.
6. Sbloccare la sorgente di ionizzazione girando i due fermi di sicurezza verso la posizione ore 12.
7. Staccare delicatamente la sorgente di ionizzazione dall'interfaccia di vuoto.
8. Posizionare la sorgente di ionizzazione su una superficie pulita e stabile.

Rimuovere la sonda



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

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

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

Procedure preliminari

- [Rimuovere la sorgente di ionizzazione a pagina 30](#)

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

Sostituzione dell'elettrodo tubolare



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



AVVERTENZA! Pericolo di perforazione. Prestare attenzione quando si maneggia l'elettrodo tubolare. La punta dell'elettrodo è estremamente acuminata.

La sonda contiene un elettrodo tubolare. Sostituire l'elettrodo tubolare quando si nota un calo delle prestazioni.

Procedure preliminari

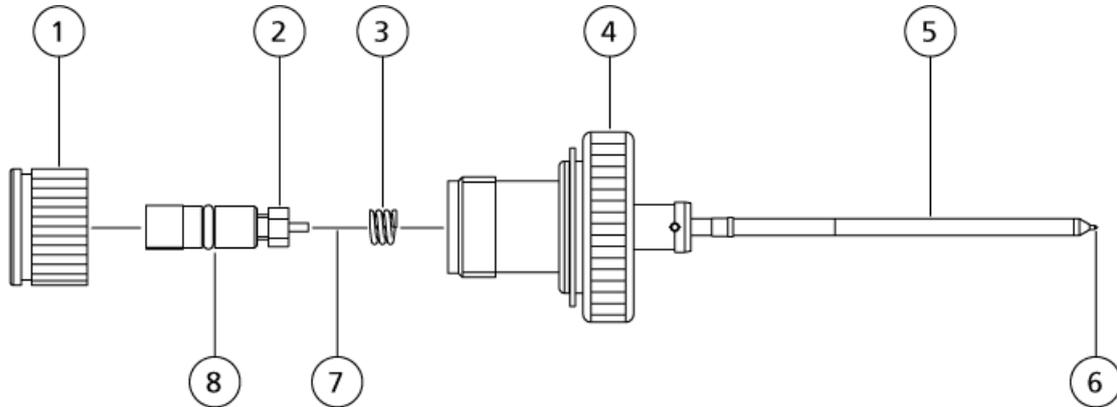
- [Rimuovere la sorgente di ionizzazione a pagina 30](#)
- [Rimuovere la sonda a pagina 31](#)

1. Rimuovere il dado di regolazione dell'elettrodo.

Manutenzione della sorgente di ionizzazione

2. Tenendo la sonda con la punta rivolta verso il basso in modo che la molla resti all'interno della sonda, estrarre dalla sonda la giunzione in PEEK e l'elettrodo tubolare collegato.

Figura 4-1 Sonda, vista esplosa



Elemento	Descrizione
1	Dado regolazione elettrodo
2	Dado di regolazione da 1/4"
3	Molla
4	Ghiera di fermo
5	Nebulizzatore tubolare
6	Punta dell'elettrodo
7	Elettrodo tubolare
8	Raccordo in PEEK

3. Usare la chiave aperta da 1/4" per rimuovere il dado di fissaggio che mantiene l'elettrodo tubolare nel raccordo in PEEK.
4. Rimuovere l'elettrodo tubolare dal dado di fissaggio.
5. Inserire il nuovo elettrodo tubolare nel dado di fissaggio e poi nella giunzione in PEEK.

Assicurarsi che l'elettrodo tubolare sia inserito a fondo nella giunzione in PEEK. Se resta dello spazio vuoto tra l'elettrodo tubolare e la sua sede all'interno della giunzione, potrebbe generarsi un volume morto.

6. Serrare il dado di fissaggio.

Non spanare o stringere troppo il dado di fissaggio poiché il tubo potrebbe fuoriuscire.

7. Assicurarsi che la molla sia ancora all'interno della sonda e poi serrare il dado di fissaggio dell'elettrodo.
8. Allineare l'elettrodo tubolare con l'apertura presente nel tubo del nebulizzatore e inserire nella sonda la giunzione in PEEK e l'elettrodo tubolare ad essa collegato. Fare attenzione a non piegare l'elettrodo tubolare.
9. Installare la sonda. Fare riferimento a [Installazione della sonda a pagina 15](#).

10. Collegare il tubo del campione. Fare riferimento a [Collegamento del tubo della sorgente di ionizzazione a pagina 18](#)
11. Installare la sorgente di ionizzazione sullo spettrometro di massa. Fare riferimento a [Installazione della sorgente di ionizzazione a pagina 14](#).
12. Regolare l'estensione della punta dell'elettrodo. Fare riferimento a [Regolare l'estensione della punta dell'elettrodo a pagina 33](#).

Regolare l'estensione della punta dell'elettrodo



AVVERTENZA! Pericolo di contaminazione da radiazioni o esposizione ad agenti tossici chimici e biologici. Assicurarsi che l'elettrodo protenda oltre l'estremità della sonda, in modo da evitare che i vapori pericolosi fuoriescano dalla sorgente. L'elettrodo non deve essere incassato all'interno della sonda.

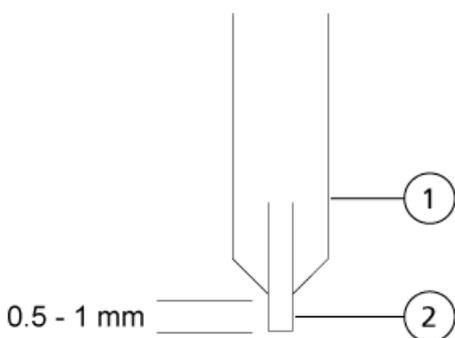


AVVERTENZA! Pericolo di perforazione. Prestare attenzione quando si maneggia l'elettrodo tubolare. La punta dell'elettrodo è estremamente acuminata.

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

- Regolare il dado di regolazione dell'elettrodo (di colore nero) in cima alla sonda per estendere o ritirare la punta dell'elettrodo. La punta dell'elettrodo dovrebbe fuoriuscire per una lunghezza compresa tra 0,5 mm e 1,0 mm dall'estremità della sonda.

Figura 4-2 Regolazione dell'estensione della punta dell'elettrodo



Elemento	Descrizione
1	Sonda
2	Elettrodo

Pulire la finestrella ottica UV



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



AVVERTENZA! Pericolo di superfici calde. Lasciar raffreddare la sorgente di ionizzazione per almeno 30 minuti prima di iniziare qualsiasi procedura di manutenzione. Le superfici della sorgente di ionizzazione e i componenti dell'interfaccia di vuoto raggiungono temperature considerevoli durante il funzionamento.



AVVERTENZA! Pericolo di esposizione ad agenti chimici tossici. Indossare i dispositivi di protezione individuale, inclusi camice da laboratorio, guanti e occhiali di sicurezza, per evitare l'esposizione degli occhi o della pelle.



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



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

ATTENZIONE: Rischio di danni al sistema. Quando si manipola una nuova lampada UV, utilizzare guanti privi di polveri. Le impronte digitali, in condizioni di temperatura elevata e forte intensità UV derivanti dal funzionamento della lampada UV, formano composti corrosivi che incidono la superficie della lampada UV e possono causarne la rottura all'accensione. Quando si manipola la lampada UV, tenere la finestrella ottica UV asciutta e proteggerla da eventuali abrasioni.

Utilizzare la seguente procedura per pulire la finestrella ottica UV se contaminata.

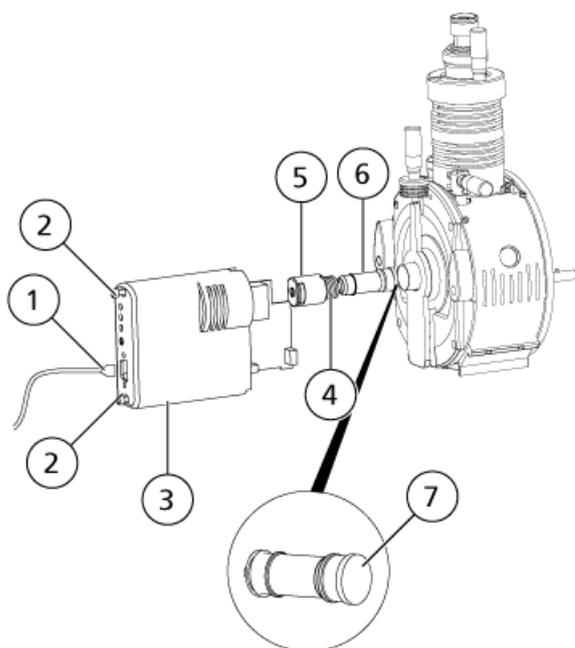
Procedure preliminari

- [Rimuovere la sorgente di ionizzazione a pagina 30](#)

1. Rimuovere entrambe le viti di fermo, quindi scollegare il cavo della sorgente dal connettore a 9 pin sul modulo di controllo lampada UV. Fare riferimento a [Figura 4-3](#).
2. Rimuovere i due bulloni a testa esagonale da 4 mm.
3. Rimuovere il gruppo modulo di controllo lampada UV dalla sorgente di ionizzazione.
4. Spingere e girare il portalampana UV, quindi rimuoverlo dalla sorgente di ionizzazione.
5. Rimuovere la lampadina della lampada UV dalla sorgente di ionizzazione.

Nota: Manipolare la lampadina UV con cautela per evitare di romperla.

Figura 4-3 Componenti della lampada UV



Elemento	Descrizione
1	Cavo della sorgente da collegare allo spettometro di massa
2	Viti da 4 mm
3	Modulo di controllo della lampada
4	Molla di compressione
5	Lampada UV

Manutenzione della sorgente di ionizzazione

Elemento	Descrizione
6	Supporto della lampada
7	Finestrella ottica UV

6. Utilizzando dei panni antipelo o dei tamponi in schiuma, pulire la finestrella ottica UV con una miscela metanolo/acqua 1:1.
7. Quando la finestrella ottica UV è pulita, riposizionare la lampada UV nella sorgente di ionizzazione.
8. Avvitare il portalampada UV nella sorgente di ionizzazione per fissare la lampadina della lampada UV.
9. Riposizionare i due bulloni a testa esagonale da 4 mm.
10. Installare il gruppo modulo di controllo lampada UV sulla sorgente di ionizzazione.
11. Collegare il cavo della sorgente al connettore a 9 pin sul modulo di controllo lampada UV.
12. Inserire entrambe le viti di fermo e serrarle manualmente.
13. Installare la sorgente di ionizzazione sullo spettrometro di massa. Fare riferimento alla [Installazione della sorgente di ionizzazione a pagina 14](#).

Sostituzione della lampadina della lampada UV



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



AVVERTENZA! Pericolo di superfici calde. Lasciar raffreddare la sorgente di ionizzazione per almeno 30 minuti prima di iniziare qualsiasi procedura di manutenzione. Le superfici della sorgente di ionizzazione e i componenti dell'interfaccia di vuoto raggiungono temperature considerevoli durante il funzionamento.

ATTENZIONE: Rischio di danni al sistema. Quando si manipola una nuova lampada UV, utilizzare guanti privi di polveri. Le impronte digitali, in condizioni di temperatura elevata e forte intensità UV derivanti dal funzionamento della lampada UV, formano composti corrosivi che incidono la superficie della lampada UV e possono causarne la rottura all'accensione. Quando si manipola la lampada UV, tenere la finestrella ottica UV asciutta e proteggerla da eventuali abrasioni.

Procedure preliminari

- [Rimuovere la sorgente di ionizzazione a pagina 30](#)

La lampadina della lampada UV deve essere sostituita dopo alcuni mesi di funzionamento continuo. Sostituire la lampadina se non si accende quando l'utente inicializza la sorgente di ionizzazione. Per informazioni sulla

risoluzione dei problemi relativi alla lampada UV, fare riferimento a [Suggerimenti per la risoluzione dei problemi a pagina 38](#).

1. Rimuovere entrambe le viti di fermo, quindi scollegare il cavo della sorgente dal connettore a 9 pin sul modulo di controllo lampada UV. Fare riferimento a [Figura 4-3 a pagina 35](#).
2. Rimuovere i due bulloni a testa esagonale da 4 mm.
3. Rimuovere il gruppo modulo di controllo lampada UV dalla sorgente di ionizzazione.
4. Spingere e girare il portalamпада UV, quindi rimuoverlo dalla sorgente di ionizzazione.

Nota: Manipolare la lampadina UV con cautela per evitare di romperla.

5. Sostituire la lampada UV.
6. Avvitare il portalamпада UV nella sorgente di ionizzazione per fissare la lampadina della lampada UV.
7. Riposizionare i due bulloni a testa esagonale da 4 mm.
8. Installare il gruppo modulo di controllo lampada UV sulla sorgente di ionizzazione.
9. Collegare il cavo della sorgente al connettore a 9 pin sul modulo di controllo lampada UV.
10. Inserire entrambe le viti di fermo e serrarle manualmente.
11. Installare la sorgente di ionizzazione sullo spettrometro di massa. Fare riferimento alla [Installazione della sorgente di ionizzazione a pagina 14](#).

Sostituzione del tubo del campione



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

Utilizzare la seguente procedura per sostituire il tubo del campione se è ostruito.

Procedure preliminari

- Arrestare il flusso del campione e assicurarsi che tutto il gas rimanente sia stato rimosso attraverso il sistema di scarico della sorgente.
- [Rimuovere la sorgente di ionizzazione a pagina 30](#)

1. Scollegare il tubo del campione dalla sonda e dalla giunzione di messa a terra.
2. Sostituire il tubo del campione con uno della stessa lunghezza.
3. Installare la sorgente di ionizzazione. Fare riferimento a [Installazione della sorgente di ionizzazione a pagina 14](#).
4. Avviare il flusso del campione.

Suggerimenti per la risoluzione dei problemi

5

Problema	Probabile causa	Azioni da intraprendere
La lampada UV è in modalità Check (Controllo).	Si è verificato un corto circuito nella lampada UV o PCB.	Accertarsi che la linguetta PCB sia collegata correttamente alla molla o alla rondella della lampada UV. Sostituire la lampada UV. Fare riferimento a Sostituzione della lampadina della lampada UV a pagina 36 . Se non è possibile risolvere il problema, contattare un responsabile dell'assistenza tecnica (FSE).
	L'unità modulo di controllo della lampada UV è difettosa.	Contattare un responsabile dell'assistenza tecnica (FSE).
La lampada UV è in modalità Ignition (Accensione) per più di 5 secondi dopo la predisposizione dello spettrometro di massa.	Il segnale di controllo è assente. Un cavo della sorgente potrebbe essere difettoso.	Verificare che il cavo della sorgente sia collegato correttamente. Se lo è, sostituirlo.
	Lo spettrometro di massa non è pronto.	Controllare che lo spettrometro di massa sia pronto. Riavviare il software Analyst®.
	Un fermo potrebbe essere aperto.	Verificare che i fermi siano chiusi. Fare riferimento a Circuito di rilevamento della sorgente di ionizzazione a pagina 11 .
	È presente un contatto elettrico improprio nel corpo della lampada UV.	<ol style="list-style-type: none"> 1. Rimuovere la lampada UV. 2. Verificare l'eventuale presenza di corrosione sulla sede della lampada UV o sull'elettrodo superiore della lampada UV. 3. Verificare i collegamenti elettrici sulla lampada UV. 4. Reinstallare la lampada UV. Fare riferimento a Sostituzione della lampadina della lampada UV a pagina 36 .
	Non vi è alcuna lampada UV nel modulo di controllo lampada UV.	Inserire una lampada UV nel modulo di controllo lampada UV.

Suggerimenti per la risoluzione dei problemi

Problema	Probabile causa	Azioni da intraprendere
	La lampada UV non funziona.	Sostituire la lampada UV.
	L'unità modulo di controllo della lampada UV è difettosa.	Contattare un responsabile dell'assistenza tecnica (FSE).
La lampada è in modalità Ready (Pronto), ma il segnale è assente (linea piatta).	La tensione di trasferimento ioni è impostata su un valore inferiore a 500 V (nel valore assoluto).	Impostare Ion Transfer Voltage (Tensione di trasferimento ioni) (IS) a un valore maggiore di 500 V (in valore assoluto).
	La finestrella ottica UV è sporca.	Pulire la finestrella ottica UV. Fare riferimento a Pulire la finestrella ottica UV a pagina 34 .
Più di una luce lampeggiante.	La lampadina della lampada UV è difettosa.	Sostituire la lampada UV. Fare riferimento a Sostituzione della lampadina della lampada UV a pagina 36 .
	Il modulo di controllo della lampada UV è difettoso.	Contattare un responsabile dell'assistenza tecnica (FSE).
Il segnale è basso.	Il sistema di erogazione dell'agente dopante è difettoso.	Verificare il flusso dell'agente dopante erogato al sistema dopante a T di quest'ultimo.
	Declustering Potential (DP) (Potenziale di declustering) non è ottimizzato.	Ottimizzare il DP per ottenere il miglior segnale o rapporto segnale/rumore. I valori ottimali potrebbero differire da quelli trovati utilizzando altre sorgenti ioniche.
	La lampada UV della sorgente di ionizzazione non è posizionata correttamente.	Ottimizzare la posizione verticale della lampada UV.
	L'elettrodo APCI è sporco o ostruito.	Sostituire l'elettrodo. Fare riferimento a Sostituzione dell'elettrodo tubolare a pagina 31 .

Principi di funzionamento - Sorgente di ionizzazione

A

Processo di ionizzazione

I motivi delle incompatibilità di LC riscontrate in passato con la spettrometria di massa derivano dalle difficoltà nel convertire molecole relativamente non volatili (solvatate in un liquido) in un gas molecolare senza indurre una decomposizione eccessiva. La ionizzazione Electrospray (ESI) e APCI sono due metodi comuni di ionizzazione morbida.

La sorgente di ionizzazione PhotoSpray® è un'evoluzione della tecnica APCI. Una lampada UV viene utilizzata per avviare il processo di ionizzazione, anziché una scarica a corona utilizzata nell'APCI.

I campioni introdotti attraverso la sonda di nebulizzazione riscaldata vengono nebulizzati, grazie all'ausilio di un gas di nebulizzazione, nella zona di ionizzazione. All'interno della sonda, le goccioline finemente disperse di campione e di solvente subiscono una vaporizzazione rapida con la decomposizione termica ridotta al minimo.

Anche un agente dopante, solitamente il toluene, viene vaporizzato nel gas di nebulizzazione all'interno della camera della sorgente. Quando la miscela vaporizzata entra nella zona di ionizzazione, la radiazione UV proveniente dalla lampada ionizza le molecole dell'agente dopante. Il campione gassoso e gli ioni molecolari del solvente sono attratti dalla zona di ionizzazione a causa della differenza di potenziale tra la sonda e la piastra Curtain. Fare riferimento a [Figura A-2](#).

I fotoioni, formati in grande quantità dall'agente dopante, avviano una cascata di reazioni ione-molecola che coinvolgono le molecole del solvente. Queste reazioni ione-molecola portano infine alla generazione di analiti ionizzati nella forma $[M^+H]^+$ (tramite trasferimento di protoni) o $[M]^+$ (tramite scambio di carica), a seconda della natura della molecola di analita. In modalità di ione negativo, $[M^-H]^-$ gli ioni vengono formati tramite astrazione di protoni.

L'elevata velocità di collisione che si verifica alla pressione atmosferica fa sì che la carica presente sul fotoione venga trasferita in modo efficiente all'analita, se i parametri termodinamici sono favorevoli. In generale, nella sorgente di ionizzazione PhotoSpray®, le reazioni del trasferimento di protoni tendono a predominare.

I dati di ionizzazione termodinamici per i composti organici più comuni possono essere ottenuti dal sito Web NIST all'indirizzo <http://webbook.nist.gov/chemistry> (gratuiti al momento della pubblicazione).

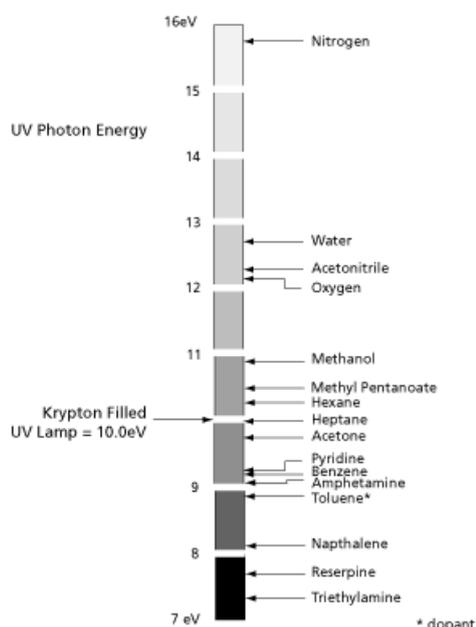
Selezione dell'agente dopante

ATTENZIONE: Rischio di danni al sistema. Non usare l'acetone come agente dopante. Può causare il deterioramento del tubo del gas.

La produzione di fotoioni risulta significativamente aumentata aggiungendo un agente dopante al gas di nebulizzazione (rispetto al gas di nebulizzazione senza agente dopante). L'agente dopante ideale viene selezionato in base ai seguenti motivi:

- La relativa capacità di subire la fotoionizzazione a causa della sua energia di ionizzazione favorevole (appena inferiore all'energia dei fotoioni UV di 10,0 eV). Fare riferimento a [Figura A-1](#).
- La facilità con cui può essere vaporizzato di continuo nel flusso del gas di nebulizzazione.
- La relativa disponibilità nel grado di purezza elevata (preferibilmente grado HPLC) e a bassa tossicità.

Figura A-1 Scala dell'energia di ionizzazione



Il toluene (energia di ionizzazione di 8,83 eV) soddisfa tutti i requisiti ed è l'agente dopante preferito per la maggior parte delle applicazioni della sorgente di ionizzazione PhotoSpray[®]. L'energia di ricombinazione relativamente alta e la bassa affinità protonica del toluene fanno sì che il fotoione del toluene reagisca in modo favorevole con le specie presenti per trasferimento di carica o per trasferimento di protoni nella zona di ionizzazione.

Composizione dell'eluente e dei modificatori

La composizione della fase eluente è un parametro importante da prendere in considerazione quando si sviluppa un metodo per la sorgente di ionizzazione PhotoSpray[®] convenzionale. Immediatamente dopo la fotoionizzazione, la reazione dei fotoioni con le molecole di solvente apre un canale di reazione dovuto alla formazione di complessi a carica intermedia. Questi complessi si ridispongono rapidamente e formano complessi di solvente protonato (con il rilascio di molecole di agente dopante deprotonato). Di contro, questi complessi di solvente agiscono da fase intermedia nella ionizzazione dell'analita.

I complessi di solvente sono caratterizzati da un numero di associazioni che riflette la natura e la struttura della molecola di solvente. Ad esempio, tre molecole di solvente sono coinvolte nei complessi protonati formati con un metanolo simile a un solvente protico ($(\text{CH}_3\text{OH})_3 \text{H}^+$) e due molecole di solvente in complessi protonati da una acetonitrile simile a un solvente aprotico dipolare ($(\text{CH}_3\text{CN})_2 \text{H}^+$). La protonazione finale delle molecole di analita si verifica tramite trasferimento di protonico da questi complessi.

Eluente

Per la cromatografia in fase inversa, un eluente contenente metanolo e acqua garantisce la migliore sensibilità per la maggior parte delle specie analitiche. La presenza di acetonitrile nell'eluente tende a ridurre la forza del segnale per alcuni composti.

Durante la cromatografia in fase normale, quando le reazioni di carica-trasferimento predominano, un eluente completamente organico può aumentare significativamente il segnale analitico. Tuttavia, l'uso degli eluenti in fase inversa può anche offrire significativi guadagni in termini di sensibilità. Una miscela di iso-ottano e 2-propanolo funziona bene nella sorgente di ionizzazione PhotoSpray[®] convenzionale. Anche i solventi clorurati come il cloruro di metilene e il cloroformio sono compatibili con la ionizzazione APPI.

Modificatori

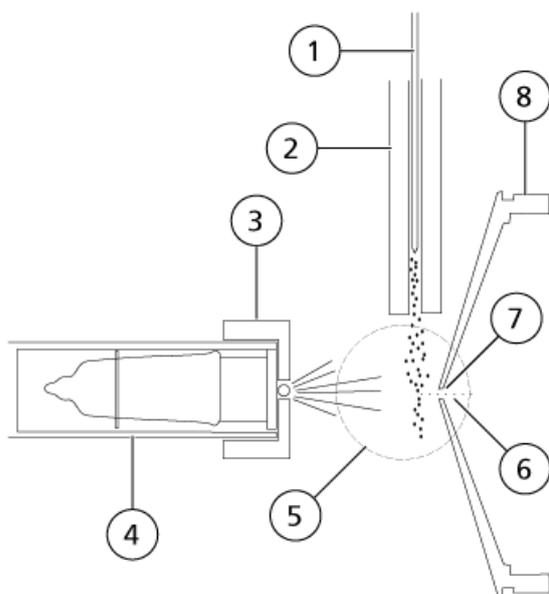
I modificatori come l'acido formico, l'acido acetico, il formiato di ammonio e l'acetato di ammonio, possono essere utilizzati nella sorgente di ionizzazione PhotoSpray[®] sebbene, in generale, non aumentino significativamente la produzione di ioni. Le concentrazioni tipiche di formiato di ammonio o di acetato di ammonio sono da 2 mM a 10 mM per gli ioni positivi e da 2 mM a 100 mM per gli ioni negativi. La concentrazione di acidi organici è compresa tra 0,01% e 6,0% per volume.

Vengono utilizzati altri modificatori come la trietilammina, il fosfato di sodio, l'acido trifluoroacetico e il sodio dodecil solfato, ad eccezione delle applicazioni specifiche, poiché complicano lo spettro con le loro miscele e i loro complessi ionici. Possono anche sopprimere il segnale ionico dei composti bersaglio.

Zona di ionizzazione

Figura A-2 mostra la zona di ionizzazione principale, indicata dal cerchio tratteggiato, nella sorgente di fotoionizzazione. In questa zona, la luce UV viene irradiata perpendicolarmente dall'oblò della lampada attraverso il flusso del gas di nebulizzazione e il flusso dell'eluente vaporizzato.

Figura A-2 Sezione trasversale della camera della sorgente di ionizzazione PhotoSpray



Elemento	Descrizione
1	Sonda APCI
2	Riscaldatore
3	Deflettore di ioni
4	Lampada UV
5	Zona di ionizzazione
6	Ioni
7	Fenditura della piastra Curtain
8	Piastra Curtain

Produzione di fotoioni

I fotoioni sono prodotti principalmente dalle molecole di agente dopante all'interno della fase gassosa del flusso di gas di nebulizzazione, a seguito dell'esposizione diretta al fascio di fotoni da 10,0 eV emesso dalla lampada al cripton. I fotoioni (che agiscono da ioni primari) reagiscono a loro volta con le molecole di solvente per produrre complessi a carica intermedia. La reazione finale del trasferimento di protoni si verifica tra i complessi di solvente protonato e le molecole del campione e causa la formazione di ioni analitici. Un altro percorso di reazione che porta alla formazione di ioni a elettroni dispari dalle molecole di analita dotate di bassa energia di ionizzazione e bassa affinità protonica coinvolge una reazione diretta di carica-trasferimento dal fotoione.

Le collisioni che si verificano nella zona di ionizzazione garantiscono una distribuzione dell'equilibrio per determinati ioni. Tutta l'energia in eccesso che uno ione può acquistare nel processo di reazione ione-molecola

è termalizzata. La formazione sia degli ioni prodotto sia degli ioni reagenti è governata da condizioni di equilibrio a pressione atmosferica.

Percorso dei fotoioni

Quando gli ioni dell'analita vengono formati nella zona di ionizzazione primaria, vengono forzati verso la fenditura dall'applicazione di un potenziale sfalsato tra il deflettore di ioni PhotoSpray® e la piastra Curtain dello spettrometro di massa. Il valore ottimale del potenziale sfalsato è solitamente qualche centinaio di volt, in valore assoluto, superiore a quello della piastra Curtain (500 V relativamente alla messa a terra, essendo la polarità la stessa di quella degli ioni analizzati). Ciò è determinato sia dalla natura dell'analita sia dalla distanza tra il deflettore di ioni e la piastra Curtain.

La sorgente di ionizzazione genera una corrente totale di ioni inferiore a quella dell'APCI. Tuttavia, questa sorgente di ionizzazione raggiunge un'elevata sensibilità, in parte perché gli ioni formati nella zona di ionizzazione in assenza di campo possono essere trasferiti con efficienza elevata allo spettrometro di massa.

Descrizione del sistema di introduzione del campione

La sonda del nebulizzatore è composta da un tubo in acciaio inossidabile con d.e. di 0,012" e da un nebulizzatore circondato da un flusso di gas di nebulizzazione. Il flusso del campione liquido viene pompato attraverso il nebulizzatore, dove viene nebulizzato in un tubo di ceramica dotato di un riscaldatore incorporato. Quando il campione liquido viene pompato nel tubo di ceramica, il campione e il solvente vengono vaporizzati. Il vapore passa quindi, attraverso il tubo di ceramica, nella zona di ionizzazione all'interno del corpo della sorgente di ionizzazione.

La temperatura del riscaldatore determina la velocità di vaporizzazione del campione e, di conseguenza, il grado di decomposizione termica nel campione. La temperatura effettiva del campione e del solvente non supera la temperatura di vaporizzazione. In altre parole, non si verifica un sovrariscaldamento significativo del campione liquido. Tuttavia, l'aumento della temperatura incrementa la velocità di vaporizzazione, che potrebbe indurre una decomposizione termica degli ioni del campione.

Parametri e voltaggi della sorgente

B

Parametri sonda APCI

Tabella B-1 mostra le condizioni operative della sorgente di ionizzazione. Queste condizioni rappresentano un punto a partire dal quale si può ottimizzare la sorgente di ionizzazione. La composizione del solvente usato per l'ottimizzazione era acqua/acetonitrile 1:1. Attraverso un processo iterativo, si possono ottimizzare varie impostazioni usando l'analisi mediante iniezione in flusso per ottenere il rapporto segnale/rumore ottimale per il composto di interesse.

Tabella B-1 Ottimizzazione dei parametri per la sonda APCI

Parametro	Valore tipico	Gamma di esercizio
Lamp vertical micrometer setting (Impostazione del micrometro verticale della lampada)	5	da 0 a 8,5
Nebulizer Gas (GS1) (Gas di nebulizzazione)	70*	da 20 a 90°
Lamp gas (GS2) (Gas lampada)	10*	da 10 a 40°
Curtain Gas (CUR)	da 10 a 20	da 25 a 50
Ion Transfer Voltage (IS) (Tensione di trasferimento ioni)	1.500	da 600 a 1.500
Temperature (°C) (Temperatura)	400	da 350 a 450
Dopant (Dopante) (toluene) (% del flusso totale)	10	da 10 a 15
Probe horizontal micrometer setting (Impostazione sonda micrometro orizzontale)	5	da 0 a 10
Probe vertical micrometer setting (Sonda impostazione micrometro verticale)	2	da 0 a 13

* Se come gas per il nebulizzatore e per la lampada UV viene utilizzato l'azoto, a differenza dell'aria zero, la sensibilità aumenta.

Descrizione Parametri

Parametro	Descrizione
Curtain Gas (CUR)	<p>Controlla il flusso di gas nell'interfaccia del Curtain Gas™. L'interfaccia del Curtain Gas è posizionata tra la piastra Curtain e l'orifizio. Impedisce all'aria presente nell'ambiente e alle goccioline di solvente di entrare e contaminare le ottiche ioniche, permettendo allo stesso tempo il convogliamento degli ioni campione nella camera da vuoto tramite i campi elettrici generati tra l'interfaccia di vuoto e l'ago del nebulizzatore. La contaminazione delle ottiche ioniche di ingresso riduce quindi la trasmissione al Q0, la stabilità e la sensibilità, e aumenta inoltre il rumore di fondo.</p> <p>Mantenere il flusso del Curtain Gas più alto possibile senza perdere la sensibilità.</p>
Ion Transfer Voltage (IS) (Tensione di trasferimento ioni)	<p>La tensione ottimale di trasferimento ioni dipende dall'altezza della lampada UV. Vi è solo una tensione ottimale di trasferimento ioni per un'altezza impostata della lampada UV e solo un'altezza ottimale della lampada UV per una tensione specifica di trasferimento ioni. Dopo aver modificato l'altezza della lampada UV, ottimizzare la tensione di trasferimento ioni su ciascuna nuova impostazione dell'altezza per individuare la migliore impostazione per l'altezza della lampada UV e per la tensione di trasferimento ioni.</p> <p>Di solito, i valori sono significativamente più bassi rispetto a quelli utilizzati con l'ESI. Ad esempio, la tensione di trasferimento ioni deve rimanere intorno a 700 V - 800V.</p>
Temperature (TEM) (Temperatura)	<p>Il calore è utilizzato per vaporizzare il campione e il solvente nebulizzato nel corpo della sorgente di ionizzazione. Se la temperatura è impostata su valori troppo bassi, la vaporizzazione del campione risulta incompleta e potrebbe formarsi della condensa di solvente nel corpo. Se la temperatura è impostata su valori troppo alti, può indurre la degradazione termica del campione.</p> <p>La temperatura ottimale della sorgente di ionizzazione è influenzata da:</p> <ul style="list-style-type: none"> • Il tipo di campione. Il fattore più significativo è la composizione del solvente. La temperatura ottimale della sonda diminuisce quando il contenuto organico del solvente aumenta. Le prestazioni della sonda possono diventare ottimali a meno di 300 °C con solventi composti da metanolo o acetonitrile 100%. I solventi acquosi costituiti da 100% acqua (a un flusso di circa 0,5ml/min) richiedono una temperatura minima della sonda di 425 °C. • La quantità di campione. La temperatura ottimale aumenta alle velocità di flusso più elevate. La sorgente di ionizzazione è normalmente utilizzata a velocità di flusso del campione di 0,2 ml/min - 0,5 ml/min, ma può essere utilizzata anche con flussi fino a 1,5 ml/min. <p>Eeguire l'ottimizzazione a incrementi di 25 °C. La temperatura ottimale è l'impostazione più bassa che consente la vaporizzazione completa del campione.</p>

Parametro	Descrizione
Ion Source Gas 1 (GS1) (Sorgente di ionizzazione Gas 1)	Questo gas viene utilizzato per generare una nebulizzazione fine. Ottimizzare l'impostazione del gas per la stabilità e sensibilità del segnale. I valori tipici vanno da 20 psi a 90 psi e dipendono dalla velocità di flusso del campione. In generale, una portata più alta richiede un'impostazione GS1 più elevata.
Ion Source Gas 2 (GS2) (Sorgente di ionizzazione Gas 2)	Il gas della lampada UV (GS2) è utilizzato per proteggere la finestrella ottica della lampada UV. I valori tipici vanno da 10 psi a 40 psi.

Composizione dei solventi

Questa sezione contiene informazioni sui solventi e sui modificatori. La sorgente di ionizzazione è compatibile con le fasi mobili e i tamponi volatili solitamente utilizzati in LC-MS/MS in entrambe le fasi inversa e normale.

La concentrazione standard del formiato d'ammonio o dell'acetato d'ammonio va da 2 mmol/L a 10 mmol/L per gli ioni positivi e da 2 mmol/L a 100 mmol/L per gli ioni negativi. La concentrazione di acidi organici è compresa tra 0,1% e 6,0% per volume.

I solventi in fase normale vengono spesso utilizzati per i composti non polari. I composti polari hanno maggiori possibilità di sciogliersi nei solventi utilizzati per la cromatografia in fase inversa. Le sostanze chimiche seguenti sono comunemente utilizzate come solventi in fase normale:

- Iso-ottano
- Diclorometano
- Cloroformio

I solventi comunemente impiegati sono:

- Acetonitrile
- Metanolo
- Propanolo
- Acqua

Utilizzare i modificatori chimici nel solvente per ottimizzare le condizioni di campionamento. In generale, tuttavia, i modificatori chimici non aiutano nel supporto di fotoionizzazione.

I modificatori comunemente impiegati sono:

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

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

Parametri e voltaggi della sorgente

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

Composizione dell'agente dopante e velocità di flusso

ATTENZIONE: Rischio di danni al sistema. Non usare l'acetone come agente dopante. Può causare il deterioramento del tubo del gas.

Il toluene è l'agente dopante più comunemente utilizzato. Tuttavia, possono essere utilizzati anche altri composti. Gli agenti dopanti devono essere della più alta qualità possibile, preferibilmente di grado HPLC. Con agenti dopanti di qualità inferiore si verificano seri problemi con gli ioni di fondo.

In generale, il segnale analitico ottimale è asintomaticamente vicino a una velocità di infusione dell'agente dopante corrispondente al 10% - 15% della velocità di flusso totale della fase mobile (senza separazione). La velocità di infusione tipica è compresa tra 75 $\mu\text{L}/\text{min}$ e 150 $\mu\text{L}/\text{min}$. Il valore selezionato durante lo sviluppo del metodo è dettato dalla forza del segnale e dal flusso della fase mobile richiesto.

Nota: Utilizzare sempre una pompa LC per l'agente dopante. L'uso di una pompa a siringa riduce notevolmente la sensibilità della sorgente. Nelle versioni precedenti della sorgente di ionizzazione PhotoSpray[®], l'agente dopante veniva introdotto in una linea non pressurizzata, pertanto una pompa a siringa era sufficiente.

Elenco materiali di consumo e parti di ricambio

C

Codice articolo	Descrizione
029031	Molla di compressione (per lampadina della lampada UV). Fare riferimento a Sostituzione della lampadina della lampada UV a pagina 36 .
1008006	Cappello molla (mantiene la lampadina della lampada UV nel corpo della sorgente di ionizzazione). Fare riferimento a Sostituzione della lampadina della lampada UV a pagina 36 .
1002998	Rilevatore di fotoionizzazione (lampadina lampada UV). Fare riferimento a Sostituzione della lampadina della lampada UV a pagina 36 .
1009515	Rondella di ottone (per lampadina della lampada UV). Fare riferimento a Sostituzione della lampadina della lampada UV a pagina 36 .
025388	Elettrodo (per sonda APCI). Fare riferimento a Sostituzione dell'elettrodo tubolare a pagina 31 .
1009095	Gruppo sonda APCI (sonda completa). Fare riferimento a Installazione della sonda a pagina 15 .
1005596	Cavo della sorgente. Fare riferimento a Installare i collegamenti della sorgente di ionizzazione a pagina 16 .

Cronologia delle revisioni

Numero documento	Motivazione della modifica	Data
A	Prima versione.	Giugno 2014
B	Aggiunto supporto per gli strumenti della serie 6500 ⁺ . Ridenominato.	Agosto 2015