

Turbo V-Ionenquelle

Für die X500 QTOF- und ZenoTOF 7600/7600+-Systeme

Bedienerhandbuch



Dieses Dokument wird Käufern eines SCIEX-Geräts für dessen Gebrauch zur Verfügung gestellt. Dieses Dokument ist urheberrechtlich geschützt und jegliche Vervielfältigung dieses Dokuments, im Ganzen oder in Teilen, ist strengstens untersagt, sofern keine schriftliche Genehmigung von SCIEX vorliegt.

Die in diesem Dokument beschriebene Software unterliegt einer Lizenzvereinbarung. Das Kopieren, Ändern oder Verbreiten der Software auf einem beliebigen Medium ist rechtswidrig, sofern dies nicht ausdrücklich durch die Lizenzvereinbarung genehmigt wird. Darüber hinaus kann es nach der Lizenzvereinbarung 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 als Marken eingetragen sind und/oder die Marken ihrer jeweiligen Inhaber darstellen. Jede Nennung solcher Marken dient ausschließlich der Bezeichnung von Produkten eines Herstellers, die von SCIEX für den Einbau in die eigenen Geräte bereitgestellt werden, und bedeutet nicht, dass eigene oder fremde Nutzungsrechte und/oder -lizenzen zur Verwendung derartiger Hersteller- und/oder Produktnamen als Marken vorliegen.

Die Garantien von SCIEX beschränken sich auf die zum Verkaufszeitpunkt oder bei Erteilung der Lizenz für die eigenen Produkte ausdrücklich zuerkannten Garantien und sind die von SCIEX alleinig und ausschließlich zuerkannten Zusicherungen, Garantien und Verpflichtungen. SCIEX gibt keinerlei andere ausdrückliche oder implizite Garantien wie beispielsweise Garantien zur Marktgängigkeit oder Eignung für einen bestimmten Zweck, unabhängig davon, ob diese auf gesetzlichen oder sonstigen Rechtsvorschriften beruhen oder aus Geschäftsbeziehungen oder Handelsbrauch entstehen, und lehnt alle derartigen Garantien ausdrücklich ab; zudem übernimmt SCIEX keine Verantwortung und Haftungsverhältnisse, einschließlich solche in Bezug auf indirekte oder nachfolgend entstehenden Schäden, die sich aus der Nutzung durch den Käufer oder daraus resultierende widrige Umstände ergeben.

Nur für Forschungszwecke. Nicht zur Verwendung bei Diagnoseverfahren.

Die hier erwähnten Marken und/oder eingetragenen Marken, einschließlich deren Logos, sind Eigentum der AB Sciex Pte. Ltd. oder ihrer jeweiligen Inhaber in den Vereinigten Staaten und/oder anderen Ländern (siehe sciex.com/trademarks).

AB Sciex™ wird unter Lizenz verwendet.

© 2024 DH Tech. Dev. Pte. Ltd.



AB Sciex Pte. Ltd.

B1k33, #04-06 Marsiling Industrial Estate Road 3

Woodlands Central Industrial Estate, Singapore 739256

Inhalt

1	Vorsichtsmaßnahmen und Einschränkungen für den Betrieb	5
	Vorsichtsmaßnahmen und Gefahren beim Betrieb	5
	Chemische Vorsichtsmaßnahmen	6
	Sichere Systemflüssigkeiten	7
	Laborbedingungen	8
	Sichere Umgebungsbedingungen	8
	Leistungsspezifikationen	8
	Verwendung und Änderungen an den Geräten	9
2	Übersicht über die Ionenquelle	10
	Ionisationsmodi	10
	ESI-Modus	10
	APCI-Modus	10
	Komponenten der Ionenquelle	12
	Sonden	13
	ESI-Doppelsonde	13
	APCI-Doppelsonde	14
	Gasanschlüsse und elektrische Anschlüsse	15
	Ionenquellen-Sensorschaltung	15
	Quellenabluftanlage	16
3	Installation der Ionenquelle	18
	Vorbereitung der Installation	18
	Installieren der Sonde	19
	Anschließen der Ionenquellenkapillare	20
	Installieren der Ionenquelle auf dem Massenspektrometer	20
	Probeneinlassanforderungen	21
	Überprüfen auf Undichtigkeiten	22
4	Ionenquellen-Optimierung	23
	Probeninjektion	24
	Methode	24
	Volumenstrom	24
	ESI-Doppel-Sondenoptimierung	24
	Volumenstrom und Temperatur der Ionenquelle	25
	Einrichten des Systems	25
	Vorbereiten des Systems	25
	Einstellen der Startbedingungen	25
	Optimieren der Position der Twin-ESI-Sonde	26
	Optimieren von Quellen- und Gas-Parametern sowie der Spannung	28
	Optimieren der Temperatur des Turboheizers	28

Inhalt

Optimieren der APCI-Doppelsonde	29
Einrichten des Systems	30
Vorbereiten des Systems	30
Einstellen der Startbedingungen	30
Optimieren von Quellen- und Gas-Parametern	30
Einstellen der Position der Koronaentladungsnadel	31
Optimieren der Position der APCI Doppelsonde	31
Optimierung des Zerstäuberstroms	33
Optimieren der Temperatur der APCI-Sonde	34
Tipps zur Optimierung	34
5 Wartung der Ionenquelle	35
Empfohlener Wartungsplan	36
Handhabung der Ionenquelle	37
Entfernen der Ionenquelle	38
Reinigung der Oberflächen der Ionenquelle	39
Reinigen der Sonden	39
Entfernen der Sonde	40
Ersetzen der Doppelelektroden	40
Ersetzen der Koronaentladungsnadel	41
Ersetzen des Probenschlauchs	43
Lagerung und Handhabung	43
6 Ionenquellen-Fehlerbehebung	44
A Grundlagen der Handhabung – Ionenquelle	49
Elektrospray-Ionisationsmethode	49
APCI-Modus	50
APCI-Ionisationsbereich	53
B Quellen-Parameter und Spannungen	55
Parameter der Twin ESI-Sonde	55
Parameter der APCI-Doppel-Sonde	56
Parameterbeschreibungen	56
Sondenposition	59
Zusammensetzung der Lösungsmittel	59
C Glossar der Symbole	61
Kontakt	67
Kundenschulung	67
Online-Lernzentrum	67
SCIEX Support	67
Cybersicherheit	67
Dokumentation	67

Vorsichtsmaßnahmen und Einschränkungen für den Betrieb 1

Hinweis: Lesen Sie vor der Bedienung des Systems alle Abschnitte dieses Handbuchs sorgfältig durch.

Dieser Abschnitt enthält allgemeine sicherheitsrelevante Informationen. Er enthält außerdem eine Beschreibung der möglichen Gefahren und der damit verbundenen Warnhinweise für das System sowie eine Beschreibung der Vorsichtsmaßnahmen, die getroffen werden sollten, um Gefahren zu minimieren.

Informationen über die Symbole und Konventionen, die im Zusammenhang mit dem System in der Laborumgebung und in dieser Dokumentation verwendet werden, finden Sie im Abschnitt: [Glossar der Symbole](#).

Vorsichtsmaßnahmen und Gefahren beim Betrieb

Vorschriften und Sicherheitshinweise zum Massenspektrometer finden Sie im Dokument: *Systemhandbuch*.



WARNHINWEIS! Gefährdung durch ionisierende Strahlung, Biogefährdung oder toxisch-chemische Gefahren. Verwenden Sie die Ionenquelle nur, wenn Sie Kenntnisse über die ordnungsgemäße Verwendung, Eingrenzung und Entsorgung von mit der Ionenquelle verwendeten toxischen oder schädlichen Materialien haben und darin geschult wurden.



WARNHINWEIS! Gefahr durch heiße Oberflächen. Bevor Sie mit den Wartungsarbeiten beginnen, lassen Sie die Temperatur der Turbo V-Ionenquelle für mindestens 30 Minuten abkühlen. Einige Oberflächen der Ionenquelle und der Vakuum-Schnittstelle werden beim Betrieb heiß.



WARNHINWEIS! Gefahr von Stichverletzungen, Gefährdung durch ionisierende Strahlung, Biogefährdung oder toxisch-chemische Gefahren. Verwenden Sie die Ionenquelle nicht mehr, wenn das Fenster gesprungen oder zerbrochen ist. Wenden Sie sich an einen Außendienstmitarbeiter (FSE) von SCIEX. Alle giftigen oder schädlichen Stoffe, die dem Gerät zugeführt werden, sind in der Abluft der Ionenquelle vorhanden. Aus dem Gerät stammende Abluft muss aus dem Raum abgeführt werden. Befolgen Sie bei der Entsorgung von scharfen und spitzen Gegenständen die Sicherheitsvorschriften Ihres Labors.

Vorsichtsmaßnahmen und Einschränkungen für den Betrieb



WARNHINWEIS! Brandgefahr und toxisch-chemische Gefahren. Bevor Lösungsmittellecks beseitigt werden, ist sicherzustellen, dass der Flüssigkeitsstrom zur Ionenquelle angehalten wurde, die Ionensprühspannung ausgeschaltet ist, keine offenen Flammen oder andere Feuerquellen in der Nähe sind und der Raum ausreichend belüftet ist. Die Flüssigkeit aus einem Leck kann leicht entzündlich sein. Kommt die Flüssigkeit mit elektrischen Entladungen oder einer Feuerquelle in Berührung, kann es zu einer Entzündung kommen. Bei unzureichender Belüftung kann die Flüssigkeit zu Vergiftungen führen.



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



WARNHINWEIS! Gefährdung durch ionisierende Strahlung, Biogefährdung oder toxisch-chemische Gefahren. Überprüfen Sie bei einem Verschütten von Chemikalien die Sicherheitsdatenblätter auf spezifische Anweisungen. Vergewissern Sie sich, dass sich das System im Standby-Zustand befindet, bevor Sie ausgelaufene Flüssigkeiten in der Nähe der Ionenquelle entfernen. Verwenden Sie eine geeignete persönliche Schutzausrüstung und Absorptionstücher, um ausgelaufene Flüssigkeiten aufzunehmen, und entsorgen Sie die ausgelaufenen Materialien entsprechend den lokalen Vorschriften.



WARNHINWEIS! Umweltgefährdung. Entsorgen Sie die Systemkomponenten nicht mit dem Hausmüll. Befolgen Sie die lokalen Vorschriften beim Entsorgen von Komponenten.



WARNHINWEIS! Stromschlaggefahr. Vermeiden Sie Kontakt mit der Hochspannung, die während des Betriebs an der Ionenquelle anliegt. Schalten Sie das System in den Standby-Zustand, bevor Sie Anpassungen oder Einstellungen am Probenschlauch oder an anderen Komponenten in der Nähe der Ionenquelle vornehmen.

Chemische Vorsichtsmaßnahmen



WARNHINWEIS! Gefährdung durch ionisierende Strahlung, Biogefährdung oder toxisch-chemische Gefahren. Klären Sie vor der Reinigung oder Wartung, ob eine Dekontaminierung erforderlich ist. Wenn im System radioaktives Material, biologische Wirkstoffe und giftige Chemikalien verwendet wurden, muss der Kunde das System vor der Reinigung oder Wartung dekontaminieren.



WARNHINWEIS! Umweltgefährdung. Entsorgen Sie die Systemkomponenten nicht mit dem Hausmüll. Befolgen Sie die lokalen Vorschriften beim Entsorgen von Komponenten.



WARNHINWEIS! Biogefährdung oder toxisch-chemische Gefahren.
Befestigen Sie den Ablaufschlauch ordnungsgemäß am Massenspektrometer und am Source Exhaust-Auffangbehälter, um ein Auslaufen zu verhindern.

- Bestimmen Sie vor Instandhaltungsarbeiten und der regelmäßigen Wartung die Chemikalien, die im System verwendet wurden. Für Arbeitsschutz- und Sicherheitshinweise, die im Zusammenhang mit einer Chemikalie zu beachten sind, siehe das Sicherheitsdatenblatt (SDS). Informationen zur Lagerung finden Sie im Analysezertifikat. Ein SCIEX SDS oder Analysezertifikate finden Sie unter sciex.com/tech-regulatory.
- Tragen Sie immer die Ihnen zugewiesene persönliche Schutzausrüstung, einschließlich puderfreier Handschuhe, Schutzbrille und Laborkittel.

Hinweis: Nitril- oder Neopren-Handschuhe werden empfohlen.

- Führen Sie alle Arbeiten nur in einem gut belüfteten Raum oder unter einer Abzugshaube durch.
- Vermeiden Sie Zündquellen bei Arbeiten mit brennbaren Materialien, wie z.B. Isopropanol und Methanol.
- Lassen Sie bei der Verwendung und Entsorgung von Chemikalien Vorsicht walten. Die Nichtbeachtung der entsprechenden Verfahren bezüglich der Verwendung und Entsorgung von Chemikalien kann Personenschäden zur Folge haben.
- Vermeiden Sie während der Reinigung den Kontakt von Chemikalien mit der Haut. Waschen Sie nach der Verwendung die Hände.
- Vergewissern Sie sich, dass alle Abluftschläuche ordnungsgemäß angeschlossen sind und alle Anschlüsse wie gewünscht funktionieren.
- Sammeln Sie alle gebrauchten Flüssigkeiten und entsorgen Sie diese als gefährlichen Abfall.
- Befolgen Sie alle lokalen Vorschriften für die Lagerung, Verwendung und Entsorgung von biogefährdenden, giftigen und radioaktiven Stoffen.

Sichere Systemflüssigkeiten

Die folgenden Flüssigkeiten können mit dem System sicher verwendet werden.

VORSICHT: Mögliche Schäden am System. Verwenden Sie keine anderen Flüssigkeiten, bevor SCIEX nicht bestätigt hat, dass dadurch keine Gefahren entstehen. Dies ist keine vollständige Liste.

- **Organische Lösungsmittel**
 - Acetonitril, LC-MS-Qualität, bis zu 100 %
 - Methanol, LC-MS-Qualität, bis zu 100 %
 - Isopropanol, LC-MS-Qualität, bis zu 100 %

Vorsichtsmaßnahmen und Einschränkungen für den Betrieb

- Wasser, LC-MS-Qualität oder höher, bis zu 100 %
- Tetrahydrofuran, bis zu 100 %
- Toluol und andere aromatische Lösungsmittel, bis zu 100 %
- Hexane, bis zu 100 %
- **Puffer**
 - Ammoniumacetat, weniger als 100 mmol
 - Ammoniumformiat, weniger als 100 mmol
 - Phosphat, weniger als 1 %
- **Säuren und Basen**
 - Ameisensäure, weniger als 1 %
 - Essigsäure, weniger als 1 %
 - Trifluoressigsäure (TFA), weniger als 1 %
 - Heptafluorbuttersäure (HFBA), weniger als 1 %
 - Ammoniak/Ammoniumhydroxid, weniger als 1 %
 - Phosphorsäure, weniger als 1 %
 - Trimethylamin, weniger als 1 %
 - Triethylamin, weniger als 1 %

Laborbedingungen

Sichere Umgebungsbedingungen

Das System ist für den sicheren Betrieb unter diesen Bedingungen ausgelegt:

- Innenbereich
- Höhe: bis zu 2.000 m (6.560 Fuß) über dem Meeresspiegel
- Umgebungstemperatur: 5 °C (41 °F) bis 40 °C (104 °F)
- Relative Luftfeuchtigkeit: 20 % bis 80 %, nicht kondensierend
- Spannungsschwankungen der Netzversorgung: ± 10 % der Nennspannung
- Transiente Überspannungen: bis zu einem Niveau der Überspannungskategorie II
- Temporäre Überspannungen an der Netzversorgung
- Umweltverschmutzungsgrad 2

Leistungsspezifikationen

Das System ist für die Einhaltung der Spezifikationen unter diesen Bedingungen ausgelegt:

- Umgebungstemperatur zwischen 15 °C bis 30 °C (59 °F bis 86 °F).

Im Laufe der Zeit darf die Temperatur um nicht mehr als 2 °C (3,6 °F) schwanken, wobei die Temperaturänderungsrate nicht mehr als 2 °C (3,6 °F) pro Stunde betragen darf. Schwankungen der Umgebungstemperatur, die die Grenzwerte übersteigen, können zu Masseverschiebungen in den Spektren führen.

- Die relative Luftfeuchtigkeit beträgt zwischen 20 % bis 80 %, nicht kondensierend.

Verwendung und Änderungen an den Geräten



WARNHINWEIS! Stromschlaggefahr. Die Abdeckungen nicht entfernen. Wenn die Abdeckungen entfernt werden, kann es zu Verletzungen oder fehlerhaftem Systembetrieb kommen. Ein Entfernen der Abdeckungen ist für routinemäßige Wartungsarbeiten, Inspektionen oder Einstellungen nicht erforderlich. Bei Reparaturen, die eine Entfernung der Abdeckungen erfordern, wenden Sie sich bitte an einen SCIEX Außendienstmitarbeiter (FSE).



WARNHINWEIS! Gefahr von Personenschäden. Verwenden Sie nur Teile, die von SCIEX empfohlen werden. Die Verwendung von Teilen, die nicht von SCIEX empfohlen werden, oder die Verwendung von Teilen für Zwecke, die nicht der bestimmungsgemäßen Verwendung entsprechen, kann den Benutzer gefährden oder die Systemleistung beeinträchtigen.

Verwenden Sie das Gerät nur im Innenbereich eines Labors, das den empfohlenen Umgebungsbedingungen im Dokument des Massenspektrometers *Handbuch zur Standortplanung* entspricht.

Wenn das System unter Bedingungen oder in einer Umgebung verwendet wird, die nicht vom Hersteller genehmigt wurden, dann können die Leistung und der im Gerät eingebaute Schutz beeinträchtigt werden oder verloren gehen.

Informationen zur Wartung des Systems erhalten Sie von einem Außendienstmitarbeiter (FSE). Eine unbefugte Veränderung oder Bedienung des Systems kann zu Personenschäden und Schäden am Gerät und zum Erlöschen der Garantie führen. Wenn das System unter Umgebungsbedingungen, die außerhalb des empfohlenen Bereichs liegen, oder mit nicht autorisierten Änderungen betrieben wird, dann sind die erfassten Daten möglicherweise ungenau.

Die Turbo V-Ionenquelle kann entweder für die Elektrospray-Ionisation (ESI) oder für eine chemische Ionisation bei Atmosphärendruck (APCI) verwendet werden.

Die ESI-Doppel-Sonde wird für den Betrieb im ESI-Modus verwendet. Die APCI-Doppel-Sonde wird für den Betrieb im APCI-Modus verwendet. Die zum Lieferumfang der Ionenquelle gehörende Standardsonde ist die ESI-Doppelsonde.

Die Doppelsonden ermöglichen die Zufuhr der Kalibrierlösung und Probe bei Bedarf über unabhängige Elektroden.

Zu den Anwendungen der Ionenquelle gehören sowohl die Entwicklung qualitativer Methoden als auch qualitative und quantitative Analysen.

In diesem Handbuch wird die Software zur Steuerung des Massenspektrometers als Steuerungssoftware bezeichnet.

Ionisationsmodi

ESI-Modus

Elektrospray-Ionisation (ESI) erzeugt Gasphasenionen von Analyten in einer Probe, indem eine Hochspannung an den durch eine Nadel fließenden Probenfluss angelegt wird. Mithilfe des beheizten Gasflusses erzeugt die ESI ein- und mehrfach geladene Ionen unter relativ sanften Bedingungen und ist daher für einen großen Bereich an Verbindungen geeignet, u. a. für kleine Moleküle wie Arzneimittel oder Pestizide sowie für größere Moleküle wie Peptide, Proteine und andere Biopolymere. Die Empfindlichkeit hängt von den chemischen Eigenschaften der Analyten, der Flussrate des Gases, der Temperatur und Spannung sowie von der Zusammensetzung der mobilen Phase ab.

Die ESI-Technik ist sanft genug, um bei labilen Verbindungen wie Peptiden, Proteinen und thermisch labilen Pharmazeutika verwendet werden zu können. Sie arbeitet bei Volumenströmen von 5 µl/min bis 3.000 µl/min und verdampft 100 % wässrige bis zu 100 % organische Lösungsmittel.

Siehe Abschnitt: [Elektrospray-Ionisationsmethode](#).

APCI-Modus

Der APCI-Modus eignet sich für:

- Ionisierung von Verbindungen, die Ionen nicht leicht in Lösungen bilden. Dies sind in der Regel nichtpolare Verbindungen.
- Erstellung von einfachen APCI-Spektren für LC-MS/MS-Versuche.
- Hochdurchsatz-Analysen von komplexen und verunreinigten Proben. APCI ist weniger empfindlich gegenüber Ionensuppressionseffekten.

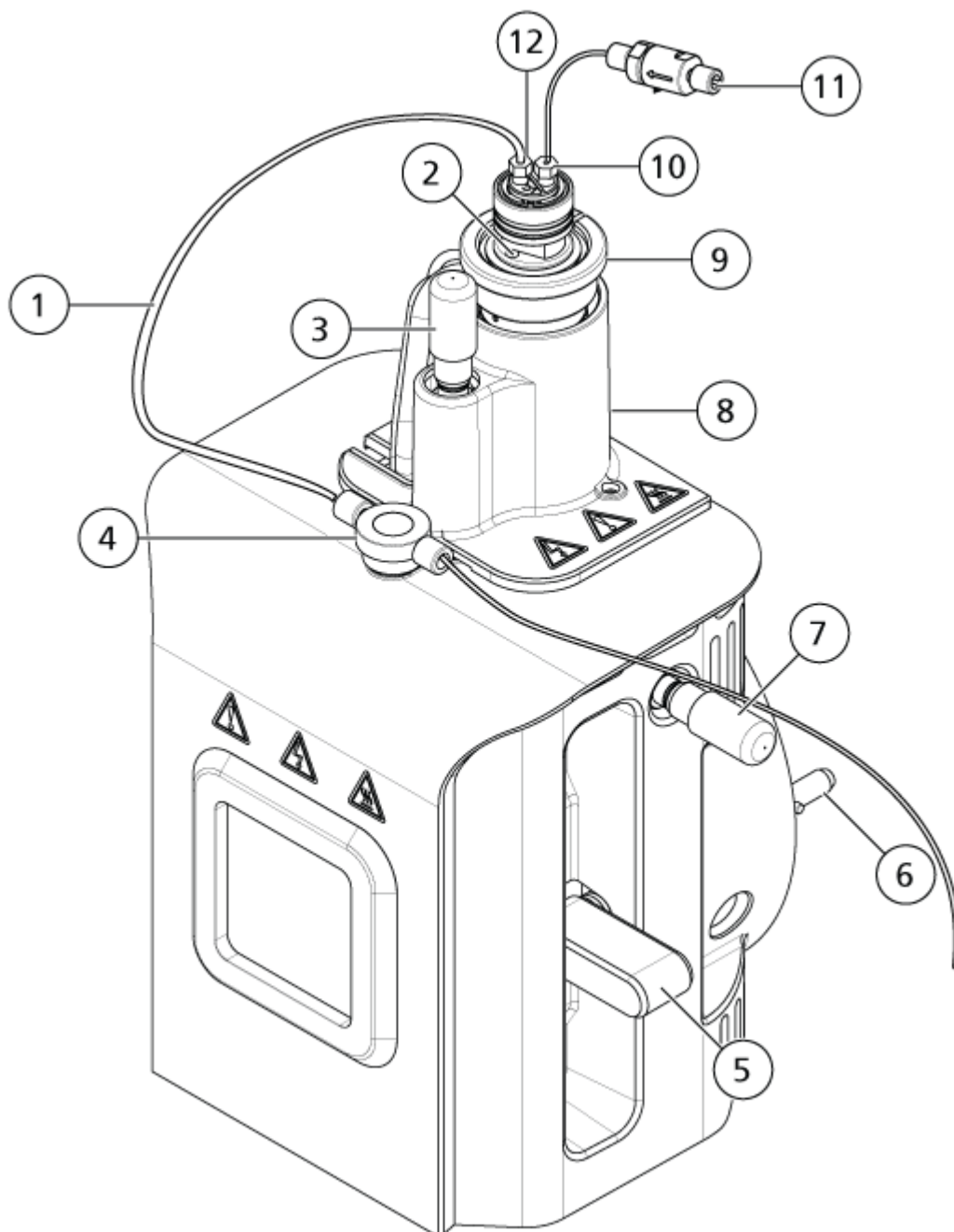
- Schnelle Probeneinführung durch Fließinjektion mit oder ohne LC-Säule.

Die APCI-Technik kann für flüchtige und thermisch labile Verbindungen bei minimaler thermischer Zersetzung verwendet werden. Die schnelle Desolvatisierung und Verdampfung der Tröpfchen und mitgerissenen Analyten minimiert die thermische Zersetzung und bewahrt die molekulare Identität für die Ionisierung durch die Koronaentladungsnadel. Puffer werden von der Ionenquelle ohne nennenswerte Verunreinigung toleriert, und aufgrund der Flash-Verdampfung des zerstäubten Probenstroms kann bis zu 100 % Wasser verwendet werden. Die Sonde ist in der Lage, den gesamten Probenfluss ohne Splitting bei Volumenströmen von 200 µl/min bis 3.000 µl/min durch eine Säule mit großem Durchmesser aufzunehmen.

Siehe Abschnitt: [APCI-Modus](#).

Komponenten der Ionenquelle

Abbildung 2-1: Komponenten der Ionenquelle



Element	Beschreibung
1	Probenschlauch
2	Koronaentladungsnadel-Einstellschraube

Element	Beschreibung
3	Mikrometer für die vertikale Position zur Positionierung der Sonde auf der vertikalen Achse, um die Empfindlichkeit der Ionenquelle anzupassen
4	Erdungsanschluss
5	Einer der beiden Hebel, die die Ionenquelle am Massenspektrometer befestigen
6	Führungsstift
7	Mikrometer für die horizontale Position zur Positionierung der Sonde auf der horizontalen Achse, um die Empfindlichkeit der Ionenquelle anzupassen
8	Sondensäule
9	Sicherungsring
10	Kalibrierlösungsanschluss (CAL) mit Anschlussstück
11	Durchflussmodul, bestehend aus Kalibrierlösungskapillare und Rückschlagventil
12	Probenanschluss (LC) mit Anschlussstück

Sonden

Die ESI-Doppelsonde und die APCI-Doppelsonde bieten eine Reihe von Möglichkeiten zur Untersuchung von Proben. Wählen Sie die Sonde und Methode, die sich am besten für die Verbindungen in der Probe eignen.

Tabelle 2-1: Beschreibung der Ionenquellen

Spezifikation	ESI-Doppelsonde	APCI-Doppelsonde
Temperaturbereich	Von Umgebungstemperatur bis 750 °C, je nach Flussrate	Von Umgebungstemperatur bis 750 °C, je nach Flussrate
Flüssigkeitseinlass	5 µl/min bis 3,000 µl/min	200 µl/min bis 3,000 µl/min
Ionenquelle Gas 1 / Ionenquelle Gas 2	Siehe das Dokument für Massenspektrometer: <i>Handbuch zur Standortplanung</i>	

Die Software für das Massenspektrometer erkennt die installierte Probe und stellt die entsprechenden Bedienelemente zur Verfügung.

ESI-Doppelsonde

Die ESI-Doppelsonde ist 220 mm lang. Sie enthält zwei Edelstahlelektroden mit 100 µm (0,004 Zoll) Innendurchmesser (ID) und ist mittig angeordnet. Sie befindet sich in einem 45-Grad-Winkel zu den Turboheizern auf jeder Seite.

Übersicht über die Ionenquelle

Die Probenzuführung ist an den Anschluss mit der Kennzeichnung **LC** und die Kalibrierlösung ist an den Anschluss mit der Kennzeichnung **CAL** angeschlossen. Durch die ESI-Doppelsonde eingeführte Analyten (Proben oder Kalibrierlösungen) werden in der Kapillare durch hohe Spannung (**Spray Voltage**) ionisiert. Die Ionen werden dann durch einen Strahl von synthetischer Druckluft zerstäubt, wodurch ein Nebel aus kleinen, hoch geladenen Tröpfchen entsteht. Die Kombination aus Spray und dem erhitzten Trockengas aus den Turboheizern wird in einem 90-Grad-Winkel auf die Ionenbahn gesprüht.

Abbildung 2-2: Teile der ESI-Doppelsonde



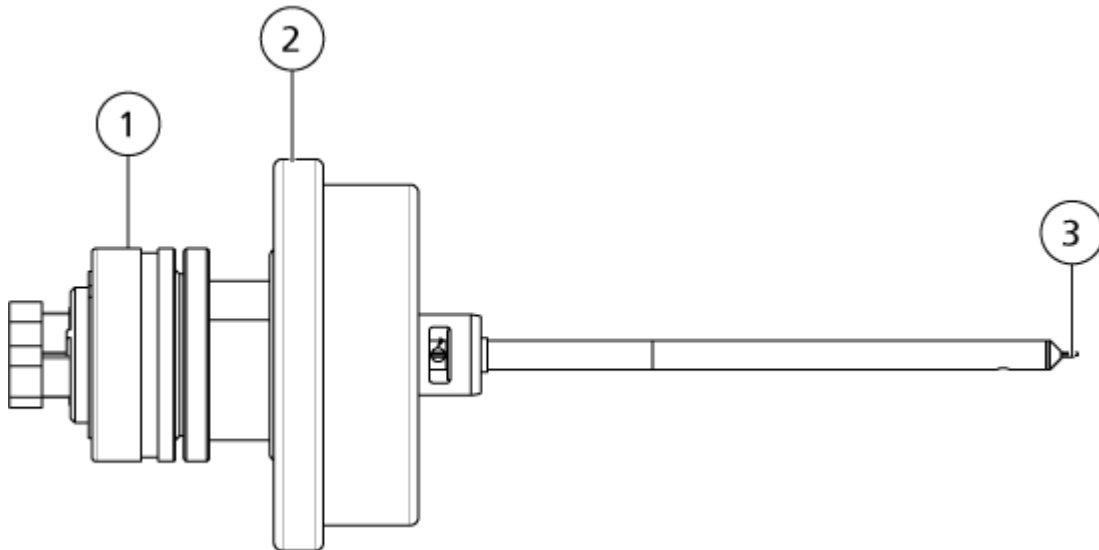
Element	Beschreibung
1	Elektrodenstellmutter (schwarzer Ring), die den Überstand der Elektrodenspitzen einstellt.
2	Sicherungsring, der die Sonde an der Sondensäule auf dem Ionenquellengehäuse befestigt
3	Elektrodenspitzen, durch die die Probe oder die Kalibrierlösung in den Probeneinlassbereich der Ionenquelle gesprüht werden.

APCI-Doppelsonde

Die APCI-Doppelprobe ist 125 mm lang. Sie enthält zwei Edelstahlelektroden mit 100 µm (0,004 Zoll) Innendurchmesser (ID), die von einem Strom aus Zerstäubergas (Gas 1) umgeben sind.

Die Probenzuführung ist an den Anschluss mit der Kennzeichnung **LC** und die Kalibrierlösung ist an den Anschluss mit der Kennzeichnung **CAL** angeschlossen. Analyten (Proben oder Kalibrierlösung) werden durch den Zerstäuber gepumpt, wo sie in einem beheizten Keramikrohr, das einen Heizer enthält, zerstäubt werden. Ein in den Heizer integrierter Sensor sorgt dafür, dass das Keramikrohr bei einer angemessenen Temperatur gehalten wird. Ein Hochgeschwindigkeitsstrahl aus Zerstäubergas strömt um die Elektrodenspitze herum, um die Probe als feinteiligen Nebel zu dispergieren. Die Probe 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.

Abbildung 2-3: Teile der APCI-Doppelsonde



Element	Beschreibung
1	Elektrodenstellmutter (schwarzer Ring), die den Überstand der Elektrodenspitzen einstellt.
2	Sicherungsring, der die Sonde an der Sondensäule auf dem Ionenquellengehäuse befestigt
3	Elektrodenspitzen, durch die die Probe oder die Kalibrierlösung in den Probeneinlassbereich der Ionenquelle gesprüht werden.

Gasanschlüsse und elektrische Anschlüsse

Gasanschlüsse sowie Nieder- und Hochspannungsanschlüsse verlaufen durch die Vorderplatte der Vakuumschnittstelle und werden intern durch das Ionenquellengehäuse angeschlossen. Wenn die Ionenquelle am Massenspektrometer installiert wird, liegen alle elektrischen Anschlüsse und Gasanschlüsse vollständig vor.

Ionenquellen-Sensorschaltung

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

- die Ionenquelle nicht installiert oder falsch installiert ist.
- keine Sonde installiert ist.
- das Massenspektrometer einen Gasfehler feststellt.
- ein Turbo-Heizer ausgefallen ist
- die Ionenquelle überhitzt ist

Quellenabluftanlage



WARNHINWEIS! Gefährdung durch ionisierende Strahlung, Biogefährdung oder toxisch-chemische Gefahren. Stellen Sie sicher, dass die Quellenabluftanlage angeschlossen ist und läuft, damit die Probenabluft sicher aus der Laborumgebung entfernt wird. Aus dem Gerät austretende Emissionen müssen in das Hauptabluftsystem des Gebäudes geleitet werden und dürfen nicht in den Arbeitsbereich des Labors gelangen. Für Anforderungen an das Source-Exhaust-System siehe das Dokument: *Handbuch zur Standortplanung*.



WARNHINWEIS! Gefährdung durch ionisierende Strahlung, Biogefährdung oder toxisch-chemische Gefahren. Entlüften Sie die Quellenabluftanlage der Ionenquelle über eine speziell dafür vorgesehene Laborabzugshaube oder ein externes Belüftungssystem, damit gefährliche Dämpfe nicht in der Laborumgebung freigesetzt werden.



WARNHINWEIS! Gefährdung durch ionisierende Strahlung, Biogefährdung oder toxisch-chemische Gefahren. Wenn ein LC-System mit dem Massenspektrometer verwendet wird und die Quellenabluftanlage nicht ordnungsgemäß funktioniert, schalten Sie das LC-System ab, bis die Quellenabluftanlage wieder funktioniert.



WARNHINWEIS! Brandgefahr. Führen Sie der Ionenquelle nicht mehr als 3 ml/min entzündliches Lösungsmittel zu. Bei Überschreitung der maximalen Flussrate kann sich Lösungsmittel in der Ionenquelle ansammeln. Verwenden Sie die Ionenquelle nur mit ordnungsgemäß installierter Ionenquelle und Sonde und bei aktivierter und laufender Quellenabluftanlage.

Hinweis: Stellen Sie sicher, dass alle Abluftleitungen sicher angeschlossen sind, um das Risiko zu verringern, dass Abluft in den Raum austritt.

Eine Ionenquelle erzeugt sowohl Proben- als auch Lösungsmitteldämpfe. Diese Dämpfe stellen eine potenzielle Gefahr für die Laborumgebung dar. Das Abluftsystem ist so konzipiert, dass der Benutzer die Probe und die Lösungsmitteldämpfe sicher entfernen und richtig handhaben kann. Bei installierter Ionenquelle wird das Massenspektrometer erst dann funktionieren, wenn die Quellenabluftanlage in Betrieb ist.

Ein Vakuum-Schalter im Quellenabluft-Kreislauf misst das Vakuum in der Quelle. Wenn das Vakuum in der Quelle bei installierter Sonde über den Sollwert steigt, wechselt das System in den Abgas-Fehler-Modus (Not Ready).

Eine aktive Abluftanlage entfernt die Abluft der Ionenquellen (einschließlich Gase, Lösungsmittel und Probendampf) durch eine Ablassöffnung, ohne dabei ein chemisches Rauschen zu erzeugen. Die Ablassöffnung ist über eine Kammer und eine Quellenabluft-Pumpe an einen Auffangbehälter angeschlossen. Vom Auffangbehälter aus ist die Ablassöffnung an ein vom Kunden bereitgestelltes Absaugsystem angeschlossen.

Übersicht über die Ionenquelle

Informationen zu den Belüftungsanforderungen der Quellenabluftanlage finden Sie im Dokument zur *Standortplanung* .

Hinweis: Überprüfen Sie die Quellenabluftanlage regelmäßig, um sicherzustellen, dass die Abluftleitung intakt ist und keine Abluft in den Raum freigesetzt wird.

Installation der Ionenquelle

3



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

VORSICHT: Mögliche Schäden am System. Heben oder tragen Sie die Ionenquelle nicht mit nur einer Hand. Die Ionenquelle ist so konzipiert, dass sie mit zwei Händen an den beiden Seiten der Ionenquelle angehoben oder getragen werden kann.

Die Ionenquelle wird an eine Vakuum-Schnittstelle angeschlossen und durch zwei Verriegelungen gesichert. Das Innere der Ionenquelle ist durch das vordere Fenster der Ionenquelle aus gehärtetem Glas einsehbar.

Wenn die Ionenquelle installiert wird, erkennt die Software die Ionenquelle und zeigt die entsprechende Kennung der Ionenquelle an.

Erforderliche Materialien

- Ionenquelle
- ESI-Doppelsonde
- (Optionale) APCI-Doppelsonde
- Schraubenschlüssel, 1/4 Zoll
- Rote PEEK-Kapillare (Durchmesser 0,005 Zoll)

Vorbereitung der Installation



WARNHINWEIS! Gefahr von Stichverletzungen. Gehen Sie beim Umgang mit der Elektrode vorsichtig vor. Die Spitze der Elektrode ist extrem scharf.

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

- Stellen Sie die Elektrodenstellmutter an der Sonde ein, um die Elektrodenspitze in der Elektrodenröhre zu verschieben. Siehe Abbildungen: [Abbildung 2-2](#) und [Abbildung 2-3](#). Für optimale Stabilität und Leistung sollte die Elektrodenspitze 0,5 mm bis 1,00 mm über das Ende der Sonde hinausragen. Siehe Abschnitt: [Optimieren der Position der Twin-ESI-Sonde](#) oder [Optimieren der Position der APCI Doppelsonde](#).

Installieren der Sonde



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



WARNHINWEIS! Gefahr von Stichverletzungen. Gehen Sie beim Umgang mit der Elektrode vorsichtig vor. Die Spitze der Elektrode ist extrem scharf.

VORSICHT: Mögliche Schäden am System. Um eine Beschädigung der Sonde zu vermeiden, müssen Sie darauf achten, dass die hervorstehenden Elektrodenspitzen bzw. die Koronaentladungsnadel keine Teile des Ionenquellengehäuses berühren.

VORSICHT: Mögliche Schäden am System. Stellen Sie sicher, dass die Spitze der Koronaentladungsnadel bei der Verwendung einer ESI-Sonde von der Öffnung weg zeigt.

Voraussetzungen

- [Entfernen der Ionenquelle.](#)

Die Probe ist in der Ionenquelle nicht vorinstalliert. Trennen Sie vor dem Auswechseln von Sonden immer die Ionenquelle vom Massenspektrometer.

Hinweis: Wenn die Sonde nicht sachgemäß in der Ionenquelle installiert wurde, werden die Hochspannung für das Massenspektrometer und die Quellenabluftanlage ausgeschaltet.

1. Stellen Sie sicher, dass die Spitze der Koronaentladungsnadel von der Öffnung der Curtain-Platte weg zeigt. Siehe Abschnitt: [Einstellen der Position der Koronaentladungsnadel.](#)
2. Führen Sie die Sonde in die Säule ein. Richten Sie die Bohrung auf der Sonde mit der Einstellschraube der Koronaentladungsnadel an der Oberseite der Ionenquelle aus. Siehe Abschnitt: [Komponenten der Ionenquelle](#) .
3. Drücken Sie vorsichtig auf die Sonde, bis die Kontakte mit denen in der Säule einrasten.
4. Streifen Sie den Sicherungsring über die Sonde, schieben Sie ihn nach unten, damit das Gewinde an der Säule in das Gewinde der Säule greift, und ziehen Sie ihn handfest an.
5. Nur bei der APCI-Sonde: Stellen Sie sicher, dass die Spitze der Koronaentladungsnadel zur Öffnung der Curtain-Platte zeigt. Siehe Abschnitt: [Einstellen der Position der Koronaentladungsnadel.](#)
6. Nur bei der APCI-Doppelsonde: Stellen Sie sicher, dass die Spitze der Koronaentladungsnadel zur Öffnung der Curtain-Platte zeigt. Siehe Abschnitt: [Einstellen der Position der Koronaentladungsnadel.](#)

Anschließen der Ionenquellenkapillare



WARNHINWEIS! Stromschlaggefahr. Der Erdungsanschluss darf nicht umgangen werden. Der Erdungsanschluss sorgt für die sichere Erdung zwischen dem Massenspektrometer und dem Probenaufgabegerät.



WARNHINWEIS! Gefährdung durch ionisierende Strahlung, Biogefährdung oder toxisch-chemische Gefahren. Um Leckagen zu vermeiden, stellen Sie sicher, dass die Probenschlauchmutter angezogen ist, bevor Sie das Gerät in Betrieb nehmen.

Siehe Abschnitt: [Komponenten der Ionenquelle](#) .

1. Legen Sie eine 30 cm lange rote PEEK-Kapillare in die Probenschlauchmutter.
2. Stecken Sie die Probenschlauchmutter in den LC-Anschluss oben an der Probe, und ziehen Sie die Probenschlauchmutter handfest an. Ziehen Sie sie mit einem 1/4-Zoll-Schraubenschlüssel eine Vierteldrehung weiter an.
Die Doppelprobe hat zwei Anschlüsse. Verwenden Sie unbedingt den mit **LC** beschrifteten Anschluss.
3. Schließen Sie das andere Ende der Kapillare an den Erdungsanschluss der Ionenquelle an.
4. Schließen Sie die Kalibrierlösungskapillare an den mit **CAL** beschrifteten Anschluss an. Ziehen Sie die Sechskantmutter handfest an und anschließend mit einem 1/4-Zoll-Schraubenschlüssel eine Vierteldrehung weiter an.

Installieren der Ionenquelle auf dem Massenspektrometer



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



WARNHINWEIS! Quetschgefahr. Achten Sie beim Installieren der Ionenquelle darauf, dass Sie Ihre Finger nicht zwischen der Ionenquelle und der Vakuum-Schnittstelle einklemmen.

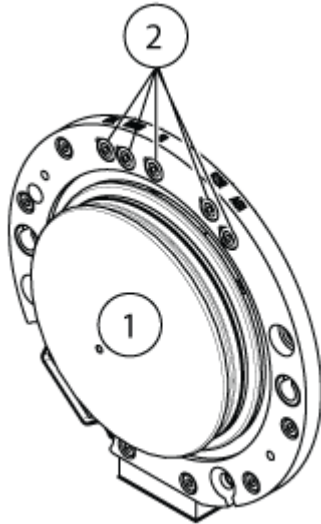
VORSICHT: Mögliche Schäden am System. Um eine Beschädigung der Sonde zu vermeiden, müssen Sie darauf achten, dass die hervorstehenden Elektrodenspitzen bzw. die Koronaentladungsnadel keine Teile des Ionenquellengehäuses berühren.

Hinweis: Wenn die Sonde nicht sachgemäß in der Ionenquelle installiert wurde, werden die Hochspannung für das Massenspektrometer und die Quellenabluftanlage ausgeschaltet.

Voraussetzungen

- Stellen Sie sicher, dass alle O-Ringe an der Vakuumschnittstelle vorhanden sind.

Abbildung 3-1: O-Ringe an der Vakuum-Schnittstelle



Element	Beschreibung
1	Curtain-Platte
2	O-Ringe

1. Stellen Sie sicher, dass die Ionenquellenhebel auf jeder Seite der Ionenquelle nach oben zeigen, d. h. sich in 12-Uhr-Position befinden. Siehe Abschnitt: [Komponenten der Ionenquelle](#) .
2. Richten Sie die Ionenquelle an der Vakuumschnittstelle aus und stellen dabei sicher, dass die Führungsstifte an der Ionenquelle an den Anschlüssen in der Vakuumschnittstelle ausgerichtet sind.
3. Drücken Sie die Ionenquelle vorsichtig auf die Vakuumschnittstelle und drehen Sie die Hebel der Ionenquelle dabei nach unten, um die Ionenquelle zu arretieren. Das Massenspektrometer erkennt die Ionenquelle und zeigt dann die Kennung der Ionenquelle in der Steuerungssoftware an.
4. Schließen Sie die rote PEEK-Kapillare des Probenaufgabegeräts an der anderen Seite des Erdungsanschlusses der Ionenquelle an.

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.

Installation 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.

Überprüfen auf Undichtigkeiten



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

Überprüfen Sie die Ionenquelle in regelmäßigen Abständen auf Undichtigkeiten.

- Überprüfen Sie die Anschlussstücke und die Schläuche/Kapillaren, um sicherzustellen, dass keine Undichtigkeiten vorhanden sind.



WARNHINWEIS! Gefährdung durch ionisierende Strahlung, Biogefährdung oder toxisch-chemische Gefahren. Verwenden Sie die Ionenquelle nur, wenn Sie Kenntnisse über die ordnungsgemäße Verwendung, Eingrenzung und Entsorgung von mit der Ionenquelle verwendeten toxischen oder schädlichen Materialien haben und darin geschult wurden.



WARNHINWEIS! Brandgefahr. Führen Sie der Ionenquelle nicht mehr als 3 ml/min entzündliches Lösungsmittel zu. Bei Überschreitung der maximalen Flussrate kann sich Lösungsmittel in der Ionenquelle ansammeln. Verwenden Sie die Ionenquelle nur mit ordnungsgemäß installierter Ionenquelle und Sonde und bei aktivierter und laufender Quellenabluftanlage.



WARNHINWEIS! Gefahr von Stichverletzungen, Gefährdung durch ionisierende Strahlung, Biogefährdung oder toxisch-chemische Gefahren. Verwenden Sie die Ionenquelle nicht mehr, wenn das Fenster gesprungen oder zerbrochen ist. Wenden Sie sich an einen Außendienstmitarbeiter (FSE) von SCIEX. Alle giftigen oder schädlichen Stoffe, die dem Gerät zugeführt werden, sind in der Abluft der Ionenquelle vorhanden. Aus dem Gerät stammende Abluft muss aus dem Raum abgeführt werden. Befolgen Sie bei der Entsorgung von scharfen und spitzen Gegenständen die Sicherheitsvorschriften Ihres Labors.

Optimieren Sie die Ionenquelle bei jeder Veränderung des Analyten, der Volumenströme oder der Zusammensetzung der mobilen Phase.

Bei der Optimierung ionenquellenspezifischer Parameter führen Sie die Probe mit dem Volumenstrom ein, der während der Probenanalyse verwendet wird, und verwenden Sie entweder die Flussinjektionsanalyse (FIA) oder die T-Infusion als Methode der Probeninjektion. Optimieren Sie die Position der Ionenquelle, bevor Sie die ionenquellenspezifischen Parameter optimieren.

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, dass das Signal-zu-Rausch-Verhältnis und die Signalstabilität maximiert sind.

Siehe Abschnitt [ESI-Doppel-Sondenoptimierung](#) oder [Optimieren der APCI-Doppelsonde](#).

Probeninjektion

Methode

Der flüssige Probenstrom wird der Ionenquelle mithilfe einer LC-Pumpe zugeführt. Die Probe kann entweder direkt unter Verwendung der Flussinjektionsanalyse (FIA) bzw. T-Injektion mithilfe einer Spritzenpumpe (nicht im Lieferumfang enthalten) oder mithilfe eines Loop-Injektors oder Autosamplers über eine Trennsäule in die mobile Phase injiziert werden.

Volumenstrom

Der Probendurchsatz wird vom LC-System oder der Spritzenpumpe bestimmt. Die ESI-Doppelsonde unterstützt Volumenströme von 5 µl/min bis 3.000 µl/min. Die APCI-Doppelsonde unterstützt Volumenströme von 200 µl/min bis 3.000 µl/min.

ESI-Doppel-Sondenoptimierung



WARNHINWEIS! Gefährdung durch ionisierende Strahlung, Biogefährdung oder toxisch-chemische Gefahren. Stellen Sie sicher, dass die Quellenabluftanlage angeschlossen ist und läuft und dass eine gute allgemeine Laborlüftung gewährleistet wird. Für den sicheren Betrieb des Systems ist eine ausreichende Laborlüftung zur Kontrolle der Lösungsmittel- und Probenemissionen erforderlich.



WARNHINWEIS! Brandgefahr. Führen Sie der Ionenquelle nicht mehr als 3 ml/min entzündliches Lösungsmittel zu. Bei Überschreitung der maximalen Flussrate kann sich Lösungsmittel in der Ionenquelle ansammeln. Verwenden Sie die Ionenquelle nur mit ordnungsgemäß installierter Ionenquelle und Sonde und bei aktivierter und laufender Quellenabluftanlage.



WARNHINWEIS! Gefährdung durch ionisierende Strahlung, Biogefährdung oder toxisch-chemische Gefahren. Stellen Sie sicher, dass die Elektrode aus der Spitze der Sonde herausragt, damit gefährliche Dämpfe nicht aus der Quelle entweichen können. Die Elektrode darf nicht in die Sonde eingelassen sein.

VORSICHT: Mögliche Schäden am System. Wenn das an das Massenspektrometer angeschlossene LC-System nicht von der Software gesteuert wird, muss das Massenspektrometer während des Betriebs beaufsichtigt werden. Der flüssige Strom des LC-Systems kann die Ionenquelle überfluten, wenn das Massenspektrometer in den Standby-Modus übergeht.

Hinweis: Passen Sie bei einer Änderung der Flussrate die Sondenposition an, um das System sauber zu halten und seine optimale Leistungsfähigkeit zu erhalten.

Tipp! Signale und das Signal-Rausch-Verhältnis lassen sich leichter mit einer Fließinjektionsanalyse als mit „On-column“-Injektionen optimieren.

Hinweis: Eine Koronaentladung wird durch ein blaues Leuchten an der Spitze der Sonde sichtbar. Dies führt zu einer verminderten Empfindlichkeit und Stabilität des Signals.

Hinweis: Die **IonSpray-Spannung** wird immer gleichzeitig an die TurbolonSpray-Sonde wie auch an die APCI-Sonde angelegt und der Temperaturparameter gilt immer gleichzeitig für den Turboheizer wie auch für den APCI-Heizer.

Volumenstrom und Temperatur der Ionenquelle

Der Probeneinlassvolumenstrom und die Zusammensetzung von Probe und Lösungsmittel beeinflussen die optimale ESI-Doppelsonde-Sondentemperatur. Bei einem höheren Volumenstrom oder einem höheren Anteil wässriger Bestandteile ist eine höhere Optimaltemperatur erforderlich.

Die ESI-Doppelsonde wird häufig bei einem Probendurchsatz von 5 µl/min bis 3.000 µl/min verwendet. Die Hitze erhöht die Verdampfungsrate und verbessert die Ionisationseffizienz, die wiederum zu einer höheren Empfindlichkeit führt. Extrem niedrige Volumenströme von Lösungsmitteln mit einem hohen organischen Gehalt benötigen in der Regel keine höheren Temperaturen. Siehe Abschnitt: [Quellen-Parameter und Spannungen](#).

Einrichten des Systems

1. Konfigurieren Sie die LC-Pumpe so, dass sie die mobile Phase mit der erforderlichen Flussrate liefert. Siehe Abschnitt: [Quellen-Parameter und Spannungen](#).
2. Verbinden Sie den Erdungsanschluss an der Ionenquelle über einen Injektor, der mit einer Schleife ausgerüstet ist, mit einer LC-Pumpe, oder schließen Sie ihn an einen Autosampler an.
3. Wenn ein Autosampler verwendet wird, konfigurieren Sie diesen, um mehrere Injektionen auszuführen.

Vorbereiten des Systems

1. Öffnen Sie die Steuerungssoftware.
2. Öffnen Sie eine vorhandene optimierte Methode oder erstellen Sie eine Methode auf Basis der Verbindungen.
3. Wenn die Ionenquelle abgekühlt ist, können folgende Schritte durchgeführt werden.
 - a. Stellen Sie die Temperatur der Ionenquelle auf 450.
 - b. Lassen Sie die Ionenquelle mindestens 30 Minuten aufwärmen.

Die 30-minütige Aufwärmphase verhindert, dass Lösungsmitteldämpfe in der kalten Sonde kondensieren.

4. Starten Sie den Lösungsmittelstrom und die Probeninjektion.

Einstellen der Startbedingungen

1. Geben Sie einen Anfangswert für das **Ion Source Gas 1** ein.

Ionenquellen-Optimierung

Verwenden Sie bei LC-Pumpen für Gas 1 einen Wert zwischen 40 und 60.

2. Geben Sie einen Anfangswert für das **Ion Source Gas 2** ein.

Verwenden Sie bei LC-Pumpen für Gas 2 einen Wert zwischen 30 und 50.

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

3. Geben Sie den entsprechenden Wert im Feld **Spray Voltage** ein.

- Positiver Modus: 5500
- Negativer Modus: -4500

4. Geben Sie 25 im Feld **Curtain Gas** ein.

5. Starten Sie die Erfassung.

Optimieren der Position der Twin-ESI-Sonde



WARNHINWEIS! Gefährdung durch ionisierende Strahlung, Biogefährdung oder toxisch-chemische Gefahren. Stellen Sie sicher, dass die Elektrode aus der Spitze der Sonde herausragt, damit gefährliche Dämpfe nicht aus der Quelle entweichen können. Die Elektrode darf nicht in die Sonde eingelassen sein.



WARNHINWEIS! Gefahr von Stichverletzungen. Gehen Sie beim Umgang mit der Elektrode vorsichtig vor. Die Spitze der Elektrode ist extrem scharf.

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

Siehe Abschnitt: [Komponenten der Ionenquelle](#) .

1. Schauen Sie durch das Fenster der Ionenquelle, um die Position der Probe zu sehen.
2. Verwenden Sie die vorherigen horizontalen und vertikalen Mikrometereinstellungen oder stellen Sie diese als Ausgangsposition auf **5**.
3. Passen Sie mit den horizontalen Mikrometereinstellungen die Probeposition in kleinen Schritten an, um das beste Signal oder Signal-zu-Rausch-Verhältnis zu erreichen. Die Probe kann auf jeder Seite der Öffnung optimiert werden.

Tipp! Stellen Sie das Mikrometer horizontal so ein, dass der flüssige Sprühnebel der ESI-Doppelsonde weg von der Öffnung gerichtet wird, um eine Verunreinigung der Öffnung zu vermeiden bzw. um ein Durchschlagen des Gasflusses für die Curtain Gas-Schnittstelle zu verhindern, da dies ein instabiles Signal hervorrufen könnte, und um einen elektrischen Kurzschluss aufgrund der vorhandenen Flüssigkeit zu verhindern.

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

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

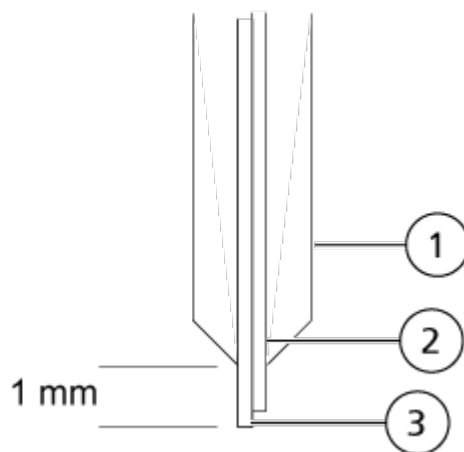
5. Stellen Sie die schwarze Elektrodenstellmutter oben auf der Sonde ein, um die Elektrodenkapillare in die oder aus der Sonde zu schieben und so den Überstand anzupassen.

Hinweis: Achten Sie darauf, dass beide Elektroden aus der Sonde herausragen.

Tipp! Wenn sich der Sprühnebel zu nah an der Öffnung befindet, wirkt er sich störend auf den Gasfluss für die Curtain Gas-Schnittstelle aus, was zu einer Verunreinigung der Vakuum-Schnittstelle führt. Um eine Kontamination zu verhindern, bewegen Sie die Sonde mithilfe des vertikalen Mikrometers nach oben.

Die optimale Einstellung für die Elektrodenspitze ist abhängig von der Verbindung. Der Abstand, um den die Spitze der Elektrode hervorsteht, wirkt sich auf die Form des Sprühkegels aus. Diese wiederum wirkt sich auf die Empfindlichkeit des Massenspektrometers aus.

Abbildung 4-1: Anpassung des Elektrodenspitzen-Überstands



Element	Beschreibung
1	Doppelsonde
2	Kalibrierelektrode
3	Probenelektrode

Optimieren von Quellen- und Gas-Parametern sowie der Spannung

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

Eine zu hohe Temperatur kann jedoch zu einer frühzeitigen Verdampfung des Lösungsmittels an der Spitze der Die Spitze der ESI Doppel-Sonde führt, insbesondere wenn die Sonde zu weit herausragt, was eine Instabilität des Signals sowie ein hohes chemisches Hintergrundrauschen verursacht. Genauso kann ein hoher Heizergasstrom ein verrauschtes oder instabiles Signal hervorbringen.

Verwenden Sie die niedrigstmögliche Spannung der Ionenquelle, ohne dabei das Signal zu verlieren.

Hinweis: Eine Koronaentladung wird durch ein blaues Leuchten an der Spitze der Sonde sichtbar. Dies führt zu einer verminderten Empfindlichkeit und Stabilität des Signals.

1. Passen Sie Gas 1 der Ionenquelle und Gas 2 der Ionenquelle in 5er-Schritten an, um das beste Signal oder Signal-zu-Rausch-Verhältnis zu erreichen.
2. Erhöhen Sie den Volumenstrom des Gases für die Curtain Gas, bis das Signal schwächer wird.

Hinweis: Zur Vermeidung von Kontaminationen verwenden Sie die höchstmögliche Flussrate des Gases für die Curtain Gas-Schnittstelle, der die Empfindlichkeit nicht verringert. Stellen Sie die Flussrate nicht niedriger ein als die Werte in der Tabelle: [Tabelle 4-1](#). Dies hilft, ein Durchschlagen des Gasflusses für die Curtain Gas-Schnittstelle zu verhindern (was zu Signalrauschen führen würde); eine Verunreinigung der Öffnung zu vermeiden und das gesamte Signal-zu-Rausch-Verhältnis zu erhöhen.

Tabelle 4-1: CUR-Parameterwerte

Massenspektrometer	Startwert
X500 QTOF- und ZenoTOF 7600/7600+-Systeme	25

-
3. Passen Sie die Spannung der Ionenquelle in Schritten von 500 V an, um das Signal-zu-Rausch-Verhältnis zu maximieren.

Optimieren der Temperatur des Turboheizers

Die optimale Heizertemperatur hängt von der Verbindung, vom Volumenstrom und der Zusammensetzung der mobilen Phase ab. Je höher der Volumenstrom und je wässriger die Zusammensetzung, desto höher die optimierte Temperatur.

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

- Passen Sie die Temperatur der Ionenquelle in Schritten von 50 °C bis 100 °C an, um das beste Signal oder Signal-zu-Rausch-Verhältnis zu erreichen.

Optimieren der APCI-Doppelsonde



WARNHINWEIS! Gefährdung durch ionisierende Strahlung, Biogefährdung oder toxisch-chemische Gefahren. Stellen Sie sicher, dass die Quellenabluftanlage angeschlossen ist und läuft und dass eine gute allgemeine Laborlüftung gewährleistet wird. Für den sicheren Betrieb des Systems ist eine ausreichende Laborlüftung zur Kontrolle der Lösungsmittel- und Probenemissionen erforderlich.



WARNHINWEIS! Brandgefahr. Führen Sie der Ionenquelle nicht mehr als 3 ml/min entzündliches Lösungsmittel zu. Bei Überschreitung der maximalen Flussrate kann sich Lösungsmittel in der Ionenquelle ansammeln. Verwenden Sie die Ionenquelle nur mit ordnungsgemäß installierter Ionenquelle und Sonde und bei aktivierter und laufender Quellenabluftanlage.



WARNHINWEIS! Gefährdung durch ionisierende Strahlung, Biogefährdung oder toxisch-chemische Gefahren. Stellen Sie sicher, dass die Elektrode aus der Spitze der Sonde herausragt, damit gefährliche Dämpfe nicht aus der Quelle entweichen können. Die Elektrode darf nicht in die Sonde eingelassen sein.

VORSICHT: Mögliche Schäden am System. Wenn das an das Massenspektrometer angeschlossene LC-System nicht von der Software gesteuert wird, muss das Massenspektrometer während des Betriebs beaufsichtigt werden. Der flüssige Strom des LC-Systems kann die Ionenquelle überfluten, wenn das Massenspektrometer in den Standby-Modus übergeht.

Hinweis: Der von der APCI-Sonde unterstützte Mindestvolumenstrom beträgt 200 µl/min. Eine vollständige Liste der APCI-Sondenparameter finden Sie im Abschnitt [Parameter der APCI-Doppel-Sonde](#).

Tipp! Signale und das Signal-Rausch-Verhältnis lassen sich leichter mit einer Fließinjektionsanalyse als mit „On-column“-Injektionen optimieren.

Hinweis: Die **IonSpray-Spannung** wird immer gleichzeitig an die TurbolonSpray-Sonde wie auch an die APCI-Sonde angelegt und der Temperaturparameter gilt immer gleichzeitig für den Turboheizer wie auch für den APCI-Heizer.

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

Einrichten des Systems

1. Konfigurieren Sie die LC-Pumpe so, dass sie die mobile Phase mit der erforderlichen Flussrate liefert. Siehe Abschnitt: [Quellen-Parameter und Spannungen](#).
2. Verbinden Sie den Erdungsanschluss an der Ionenquelle über einen Injektor, der mit einer Schleife ausgerüstet ist, mit einer LC-Pumpe, oder schließen Sie ihn an einen Autosampler an.
3. Wenn ein Autosampler verwendet wird, konfigurieren Sie diesen, um mehrere Injektionen auszuführen.

Vorbereiten des Systems

1. Öffnen Sie die Steuerungssoftware.
2. Öffnen Sie eine vorhandene optimierte Methode oder erstellen Sie eine Methode auf Basis der Verbindungen.
3. Wenn die Ionenquelle abgekühlt ist, können folgende Schritte durchgeführt werden.
 - a. Stellen Sie die Temperatur der Ionenquelle auf 450.
 - b. Lassen Sie die Ionenquelle mindestens 30 Minuten aufwärmen.

Die 30-minütige Aufwärmphase verhindert, dass Lösungsmitteldämpfe in der kalten Sonde kondensieren.

4. Starten Sie den Lösungsmittelstrom und die Probeninjektion.

Einstellen der Startbedingungen

1. Geben Sie **30** im Feld **Ion Source Gas 1** ein.
2. Geben Sie **1** im Feld **Nebulizer Current (NC)** ein.
3. Starten Sie die Erfassung.

Optimieren von Quellen- und Gas-Parametern

1. Stellen Sie Gas 1 der Ionenquelle in 5er-Schritten ein, bis Sie das beste Signal oder Signal-zu-Rausch-Verhältnis erhalten.
2. Erhöhen Sie den Volumenstrom des Gases für die Curtain Gas-Schnittstelle, bis sich das Signal zu verringern beginnt.

Hinweis: Zur Vermeidung von Kontaminationen verwenden Sie die höchstmögliche Flussrate des Gases für die Curtain Gas-Schnittstelle, der die Empfindlichkeit nicht verringert. Stellen Sie die Flussrate nicht niedriger ein als die Werte in der Tabelle: [Tabelle 4-2](#). Dies hilft, ein Durchschlagen des Gasflusses für die Curtain Gas-Schnittstelle zu verhindern (was zu Signalrauschen führen würde); eine Verunreinigung der Öffnung zu vermeiden und das gesamte Signal-zu-Rausch-Verhältnis zu erhöhen.

Tabelle 4-2: CUR-Parameterwerte

Massenspektrometer	Startwert
X500 QTOF- und ZenoTOF 7600/7600+-Systeme	25

Einstellen der Position der Koronaentladungsnadel



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

Erforderliche Materialien

- Isolierter Schlitzschraubendreher

Bei Verwendung der APCI-Doppelsonde müssen Sie sicherstellen, dass die Koronaentladungsnadel in Richtung der Öffnung zeigt. Bei Verwendung der ESI-Doppelsonde müssen Sie sicherstellen, dass die Koronaentladungsnadel von der Öffnung weg zeigt.

1. Mit einem isolierten Schlitzschraubendreher drehen Sie die Stellschraube der Koronaentladungsnadel an der Spitze der Nadel.
2. Schauen Sie durch das Glasfenster um sicherzustellen, dass die Nadel mit der Spitze ausgerichtet und zur Öffnung zeigt.

Optimieren der Position der APCI Doppelsonde



WARNHINWEIS! Gefährdung durch ionisierende Strahlung, Biogefährdung oder toxisch-chemische Gefahren. Stellen Sie sicher, dass die Elektrode aus der Spitze der Sonde herausragt, damit gefährliche Dämpfe nicht aus der Quelle entweichen können. Die Elektrode darf nicht in die Sonde eingelassen sein.



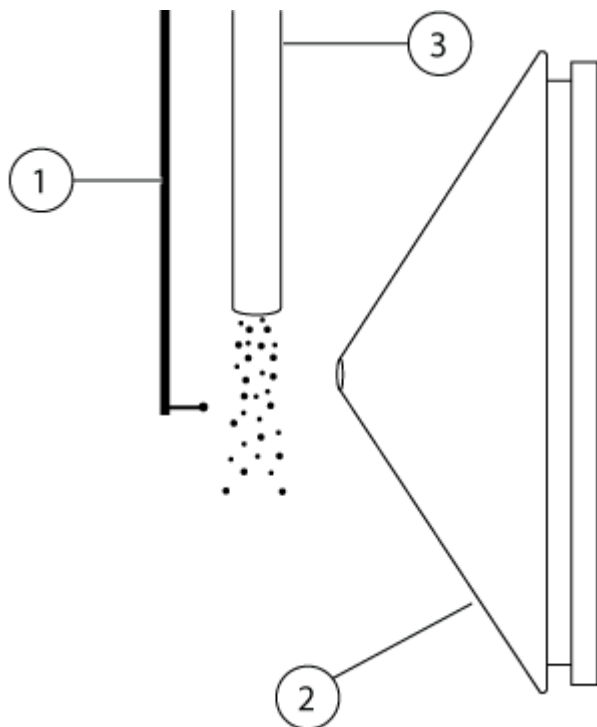
WARNHINWEIS! Gefahr von Stichverletzungen. Gehen Sie beim Umgang mit der Elektrode vorsichtig vor. Die Spitze der Elektrode ist extrem scharf.

Die Öffnung der Curtain-Platte muss immer frei von Lösungsmittel oder Lösungsmitteltröpfchen sein.

Ionenquellen-Optimierung

Die Position der Sprühdüse beeinflusst die Empfindlichkeit und Signalstabilität. Passen Sie die Position der Probe lediglich in kleinen Schritten an. Bei niedrigeren Volumenströmen verschieben Sie die Sonde näher an die Öffnung. Bei höheren Volumenströmen verschieben Sie die Sonde weiter von der Öffnung weg. Nachdem die Sonde optimiert wurde, muss sie nur noch geringfügig angepasst werden. Wiederholen Sie das Optimierungsverfahren, wenn die Sonde entfernt wurde oder wenn sich der Analyt, die Flussrate oder die Lösungsmittelzusammensetzung ändert.

Abbildung 4-2: Position der Sprühdüse



Element	Beschreibung
1	Koronaentladungsnadel
2	Curtain-Platte
3	APCI-Doppelsonde

1. Verwenden Sie die vorherigen horizontalen und vertikalen Mikrometereinstellungen oder stellen Sie diese als Ausgangsposition auf 5.

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

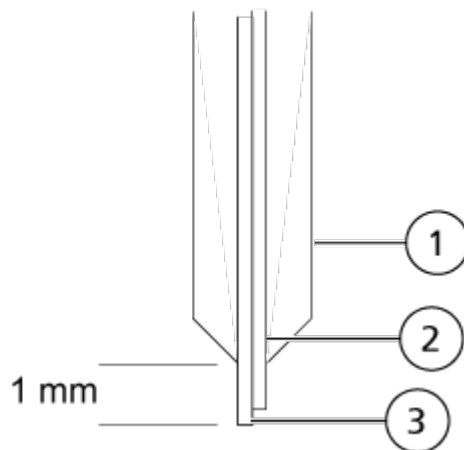
2. In der Steuerungssoftware überwachen Sie das Signal oder das Signal-zu-Rausch-Verhältnis der Analyten.
3. Passen Sie mit den horizontalen Mikrometereinstellungen die Sonde in kleinen Schritten an, um das beste Signal oder Signal-zu-Rausch-Verhältnis zu erreichen.

4. Passen Sie mit den vertikalen Mikrometereinstellungen die Sonde in kleinen Schritten an, um das beste Signal oder Signal-zu-Rausch-Verhältnis zu erreichen.
5. Stellen Sie die schwarze Elektrodenstellmutter oben auf der Sonde ein, um die Elektrodenkapillare in die oder aus der Sonde zu schieben und so den Überstand anzupassen.

Hinweis: Die Elektrodenspitze sollte 0,5 mm bis 1,0 mm über das Ende der Sonde hinausragen.

Die optimale Einstellung für die Elektrodenspitze ist abhängig von der Verbindung. Der Abstand, um den die Spitze der Elektrode hervorsteht, wirkt sich auf die Form des Sprühkegels aus. Diese wiederum wirkt sich auf die Empfindlichkeit des Massenspektrometers aus.

Abbildung 4-3: Anpassung des Elektrodenspitzen-Überstands



Element	Beschreibung
1	Doppelsonde
2	Kalibrierelektrode
3	Probenelektrode

Optimierung des Zerstäuberstroms

Die Ionenquelle wird nicht durch die Spannung, sondern durch die Stromstärke gesteuert. Wählen Sie die passende Stromstärke für die Erfassungsmethode – unabhängig von der Auswahlposition der Ionenquelle.

- Beginnen Sie mit einem Zerstäuberstrom-Wert von 3 und erhöhen oder verringern Sie diesen dann, bis das beste Signal oder Signal-zu-Rausch-Verhältnis erreicht ist.

Der auf die Koronaentladungsnadel angelegte Zerstäuberstrom erreicht sein Optimum im positiven Modus in der Regel zwischen 1 μA und 5 μA in beiden Polaritäten. Wenn bei der Erhöhung der Stromstärke keine Änderungen des Signals beobachtet werden, stellen Sie die Stromstärke auf den niedrigsten Wert ein, der das beste Signal oder Signal-zu-Rausch-Verhältnis liefert.

Optimieren der Temperatur der APCI-Sonde

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

- Passen Sie die Temperatur der Ionenquelle in Schritten von 50 °C bis 100 °C an, um das beste Signal oder Signal-zu-Rausch-Verhältnis zu erreichen.

Tipps zur Optimierung

Durch die Optimierung der Ionenquelle wird der Reinigungsaufwand der Ionenquelle und der Komponenten der Vakuumschnittstelle minimiert.

- Verwenden Sie die höchstmögliche Ionenquellen-Temperatur beim Optimieren von Verbindungen. Für viele Verbindungen ist eine Temperatur von 700 °C üblich. Hohe Temperaturen helfen dabei, die Ionenquelle sauber zu halten und Untergrundrauschen zu reduzieren.
- Geben Sie den höchstmöglichen Wert für den Volumenstrom des Gases für die Curtain Gas-Schnittstelle ein, die Empfindlichkeit einbüßt. Dies trägt dazu bei:
 - ein Eindringen des Gasvolumens für die Curtain Gas-Schnittstelle zu verhindern, das ein rauschendes Signal hervorrufen kann
 - eine Verunreinigung der Öffnung zu verhindern
 - das gesamte Signal-zu-Rausch-Verhältnis zu erhöhen
- Stellen Sie das horizontale Mikrometer so ein, dass das flüssige Spray der Sonde von der Öffnung weggeleitet wird, um:
 - eine Verunreinigung der Öffnung zu verhindern
 - das Einstechen des Gasvolumens für die Curtain Gas-Schnittstelle zu verhindern, das ein instabiles Signal hervorrufen kann
 - einen elektrischen Kurzschluss aufgrund der vorhandenen Flüssigkeit zu verhindern

Um dies zu tun, verwenden Sie das vertikale Mikrometer, um die Sonde nach oben zu bewegen.

- Verwenden Sie die niedrigstmögliche Spannung der Ionenquelle, ohne dabei das Signal zu verlieren. In SCIEX OS ist dies das Feld **Spray Voltage**. Achten Sie auf das Signal-zu-Rausch-Verhältnis und nicht nur auf das Signal.
- Bei Volumenströmen von mehr als 2 ml/min im APCI-Modus muss das Massenspektrometer vor Beginn des Flüssigkeitsflusses äquilibriert werden, um sicherzustellen, dass die Verneblungstemperatur erreicht ist.

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



WARNHINWEIS! Gefahr durch heiße Oberflächen. Bevor Sie mit den Wartungsarbeiten beginnen, lassen Sie die Temperatur der Turbo V-Ionenquelle für mindestens 30 Minuten abkühlen. Einige Oberflächen der Ionenquelle und 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 unter chemischen Abzugshauben oder in Sicherheitswerkbänken.



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



WARNHINWEIS! Gefährdung durch ionisierende Strahlung, Biogefährdung oder toxisch-chemische Gefahren. Überprüfen Sie bei einem Verschütten von Chemikalien die Sicherheitsdatenblätter auf spezifische Anweisungen. Vergewissern Sie sich, dass sich das System im Standby-Zustand befindet, bevor Sie ausgelaufene Flüssigkeiten in der Nähe der Ionenquelle entfernen. Verwenden Sie eine geeignete persönliche Schutzausrüstung und Absorptionstücher, um ausgelaufene Flüssigkeiten aufzunehmen, und entsorgen Sie die ausgelaufenen Materialien entsprechend den lokalen Vorschriften.



WARNHINWEIS! Stromschlaggefahr. Vermeiden Sie Kontakt mit der Hochspannung, die während des Betriebs an der Ionenquelle anliegt. Schalten Sie das System in den Standby-Zustand, bevor Sie Anpassungen oder Einstellungen am Probenschlauch oder an anderen Komponenten in der Nähe der Ionenquelle vornehmen.



WARNHINWEIS! Gefahr von Stichverletzungen, Gefährdung durch ionisierende Strahlung, Biogefährdung oder toxisch-chemische Gefahren. Verwenden Sie die Ionenquelle nicht mehr, wenn das Fenster gesprungen oder zerbrochen ist. Wenden Sie sich an einen Außendienstmitarbeiter (FSE) von SCIEX. Alle giftigen oder schädlichen Stoffe, die dem Gerät zugeführt werden, sind in der Abluft der Ionenquelle vorhanden. Aus dem Gerät stammende Abluft muss aus dem Raum abgeführt werden. Befolgen Sie bei der Entsorgung von scharfen und spitzen Gegenständen die Sicherheitsvorschriften Ihres Labors.

Wartung der Ionenquelle

VORSICHT: Mögliche Schäden am System. Heben oder tragen Sie die Ionenquelle nicht mit nur einer Hand. Die Ionenquelle ist so konzipiert, dass sie mit zwei Händen an den beiden Seiten der Ionenquelle angehoben oder getragen werden kann.

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

- Getestete Verbindungen
- Reinheit der Proben und Probenvorbereitungstechniken
- Verweildauer von Proben in einer ungenutzten Sonde
- Gesamtlaufzeit des Systems

Diese Faktoren können zu Veränderungen der Ionenquellenleistung 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 eine Beschädigung des Geräts zu vermeiden.

Erforderliche Materialien

- Gabelschlüssel 1/4 Zoll
- Isolierter Schlitzschraubendreher
- Methanol in LC-MS-Qualität
- Deionisiertes Wasser in LC-MS-Qualität
- Schutzbrille
- Atemschutzmaske und Filter
- Puderfreie Handschuhe (es werden Neopren- bzw. Nitrilhandschuhe empfohlen)
- Kittel

Empfohlener Wartungsplan

Die folgende Tabelle enthält einen empfohlenen Zeitplan für die Reinigung und Wartung der Ionenquelle. Eine Liste der Verbrauchsmaterialien und Ersatzteile finden Sie im Dokument: *Handbuch für Teile und Ausrüstung*.

Tipp! Führen Sie Wartungsaufgaben regelmäßig aus, um eine optimale Systemleistung sicherzustellen.

Wenden Sie sich für die Bestellung von Verbrauchsmaterialien und die Durchführung grundlegender Service- oder Wartungsarbeiten an einen qualifizierten Wartungstechniker. Wenden Sie sich für alle weiteren Service- oder Wartungsanforderungen an einen Außendienstmitarbeiter von SCIEX.

Hinweis: Die Artikelnummern finden Sie im Dokument: *Handbuch für Teile und Ausrüstung*.

Tabelle 5-1: Ionenquellen-Wartungsarbeiten

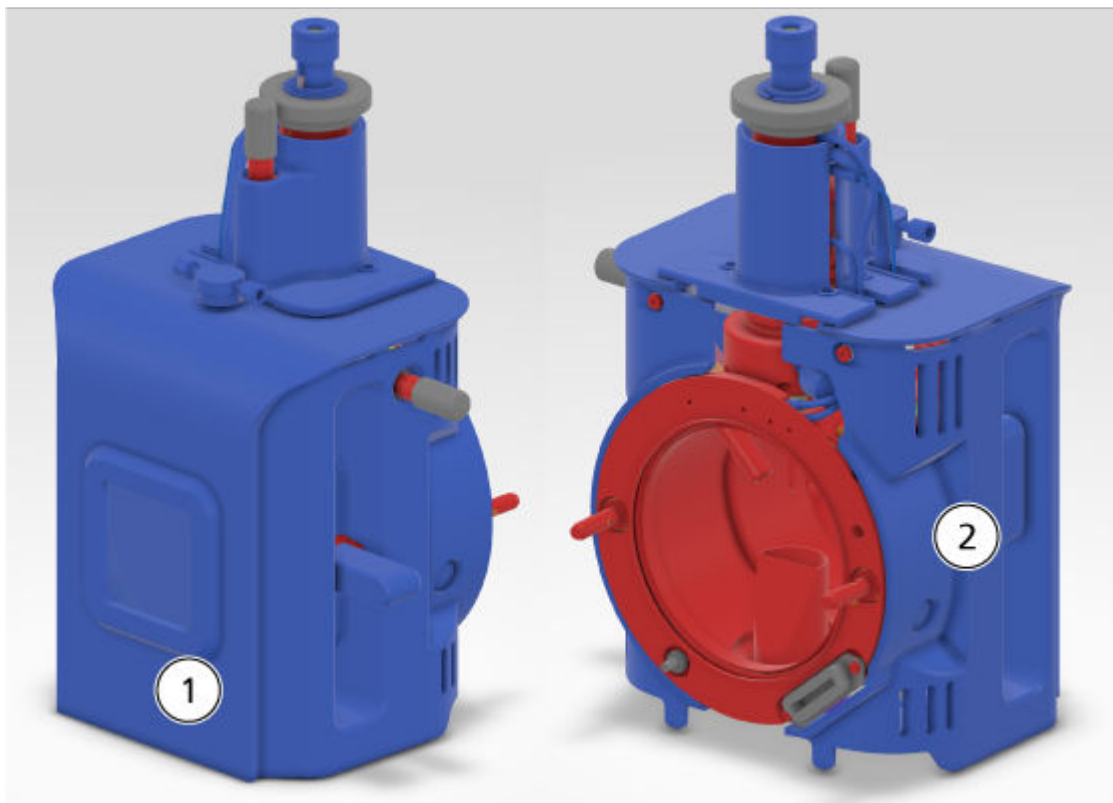
Komponente	Frequenz	Aufgabe	Weitere Informationen
Ionenquellensonden	Nach Bedarf	Untersuchen und ersetzen	Siehe Abschnitt: Entfernen der Sonde und Installieren der Sonde .
Elektroden für die ESI-Doppel- oder die APCI-Sonden	Nach Bedarf	Untersuchen und ersetzen	Siehe Abschnitt: Ersetzen der Doppelelektroden .
Koronaentladungsnadel	Nach Bedarf	Austauschen	Siehe Abschnitt: Ersetzen der Koronaentladungsnadel .
Turboheizer	Nach Bedarf	Austauschen	Wenden Sie sich an einen qualifizierten Wartungstechniker vor Ort oder an einen Außendienstmitarbeiter.
Probenschlauch	Nach Bedarf	Austauschen	Siehe Abschnitt: Anschließen der Ionenquellenkapillare .

Handhabung der Ionenquelle

Die Oberflächen der Ionenquelle werden im Betrieb heiß. Die folgende Abbildung zeigt die kühleren Oberflächen (blau und grau) und Oberflächen, die für eine längere Zeit heiß bleiben (rot). Berühren Sie nicht die rot dargestellten Oberflächen, während Sie die Ionenquelle verwenden oder entfernen.

Wartung der Ionenquelle

Abbildung 5-1: Heiße Oberflächen der Ionenquelle (rot = heiß, grau = warm, blau = mit Vorsicht handhaben)




Position	Beschreibung
1	Vorderseite
2	Rückseite

Entfernen der Ionenquelle

Hinweis: Es liegt weiterhin ein Stickstoff-Durchfluss von 9 l/min vor, wenn das Massenspektrometer eingeschaltet ist.

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 von Sonden durchgeführt wird.

1. Beenden Sie alle laufenden Scans.
2. Schalten Sie den Probenstrom aus.
3. CDS anhalten.
4. (SCIEX OS) Klicken Sie im Statusfeld auf **Standby** ().

5. Lassen Sie die Ionenquelle mindestens 30 Minuten lang abkühlen.
6. Trennen Sie den Probeschlauch vom Erdungsanschluss.
7. Trennen Sie die Kalibrierlösungskapillare vom Rückschlagventil.
8. Drehen Sie die beiden Schnäpper nach oben in die 12-Uhr-Position, um die Ionenquelle freizugeben.
9. Ziehen Sie die Ionenquelle vorsichtig von der Vakuum-Schnittstelle ab.

Hinweis: Achten Sie darauf, dass die O-Ringe der Vakuum-Schnittstelle nicht verloren gehen.

10. Legen Sie die Ionenquelle auf eine saubere und sichere Oberfläche.

Reinigung der Oberflächen der Ionenquelle



WARNHINWEIS! Stromschlaggefahr. Bevor dieser Vorgang gestartet wird, muss die Ionenquelle vom Massenspektrometer entfernt werden. Beachten Sie alle Sicherheitsverfahren für elektrische Arbeiten.

Voraussetzungen
<ul style="list-style-type: none">• Entfernen der Ionenquelle.

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

- Wischen Sie die Oberflächen der Ionenquelle mit einem weichen, feuchten Tuch ab.

Reinigen der Sonden

Spülen Sie die Ionenquelle regelmäßig durch, unabhängig von der Art der Verbindungen, die als Proben dienen. Richten Sie in der Steuerungssoftware speziell zur Durchführung eines Spülvorgangs eine Methode ein.

1. Wechseln Sie zu einer mobilen Phase, wie z. B. 1:1 Wasser zu Acetonitril oder 1:1 Wasser zu Methanol.
2. Stellen Sie die Position der Sonde so ein, dass sie möglichst weit von der Öffnung entfernt ist.
3. Gehen Sie in der Steuerungssoftware folgendermaßen vor.
 - a. Erstellen Sie eine MS-Methode.
 - b. Stellen Sie die Temperatur der Ionenquelle auf 500 °C bis 600 °C.
 - c. Stellen Sie das Gas von Ionenquelle 1 und Ionenquelle 2 auf mindestens 40.
 - d. Stellen Sie den Volumenstrom des Gases für die Curtain Gas-Schnittstelle auf die höchstmögliche Einstellung.

Wartung der Ionenquelle

4. Warten Sie, bis der Sollwert für die Temperatur erreicht ist.
5. Stellen Sie sicher, dass die Sonde und der Probenschlauch sorgfältig gespült werden.

Entfernen der Sonde



WARNHINWEIS! Stromschlaggefahr. Bevor dieser Vorgang gestartet wird, muss die Ionenquelle vom Massenspektrometer entfernt werden. Beachten Sie alle Sicherheitsverfahren für elektrische Arbeiten.

VORSICHT: Mögliche Schäden am System. Um eine Beschädigung der Sonde zu vermeiden, müssen Sie darauf achten, dass die hervorstehenden Elektrodenspitzen bzw. die Koronaentladungsnadel keine Teile des Ionenquellengehäuses berühren.

Voraussetzungen

- [Entfernen der Ionenquelle.](#)

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

1. Lösen Sie die Probenschlauchmutter und entfernen Sie dann den Probenschlauch von der Sonde.
2. Lösen Sie die Schraube an der Kalibrierlösungskapillare und entfernen Sie dann die Kalibrierlösungskapillare von der Sonde.
3. Lösen Sie den Sicherungsring, der die Sonde am Ionenquellengehäuse hält.
4. Ziehen Sie die Sonde gerade aus der Sondensäule heraus.
5. Legen Sie die Sonde auf einen sicheren und sauberen Untergrund.

Ersetzen der Doppelektroden



WARNHINWEIS! Stromschlaggefahr. Bevor dieser Vorgang gestartet wird, muss die Ionenquelle vom Massenspektrometer entfernt werden. Beachten Sie alle Sicherheitsverfahren für elektrische Arbeiten.



WARNHINWEIS! Gefahr von Stichverletzungen. Gehen Sie beim Umgang mit der Elektrode vorsichtig vor. Die Spitze der Elektrode ist extrem scharf.

Voraussetzungen

- [Entfernen der Ionenquelle.](#)
- [Entfernen der Sonde.](#)

Die Probe enthält Doppelelektroden. Ersetzen Sie die Doppelelektroden, wenn sich deren Leistung verschlechtert.

Hinweis: Bewerten Sie, wie sich der Austausch der Elektrode auf die Systemleistung auswirkt.

Dieses Verfahren gilt für beide Sonden.

1. Entfernen Sie die Elektrodenstellmutter und entfernen Sie dann die Doppelelektroden.
2. Setzen Sie die neue Doppelelektrode in die Sonde ein, und ziehen Sie anschließend die Elektrodenstellmutter an.
3. Installieren Sie die Sonde. Siehe Abschnitt: [Installieren der Sonde](#).
4. Installieren Sie die Ionenquelle am Massenspektrometer. Siehe Abschnitt: [Installation der Ionenquelle](#).
5. Schließen Sie den Probenschlauch an. Siehe Abschnitt: [Anschließen der Ionenquellenkapillare](#).
6. Schließen Sie die Kalibrierlösungskapillare an.
7. Stellen Sie den Elektrodenspitzen-Überstand ein. Siehe Abschnitt: [Optimieren der Position der Twin-ESI-Sonde](#) oder [Optimieren der Position der APCI Doppelsonde](#).

Ersetzen der Koronaentladungsnadel



WARNHINWEIS! Stromschlaggefahr. Bevor dieser Vorgang gestartet wird, muss die Ionenquelle vom Massenspektrometer entfernt werden. Beachten Sie alle Sicherheitsverfahren für elektrische Arbeiten.



WARNHINWEIS! Gefahr von Stichverletzungen. Gehen Sie beim Umgang mit der Nadel vorsichtig vor. Die Spitze der Nadel ist extrem scharf.

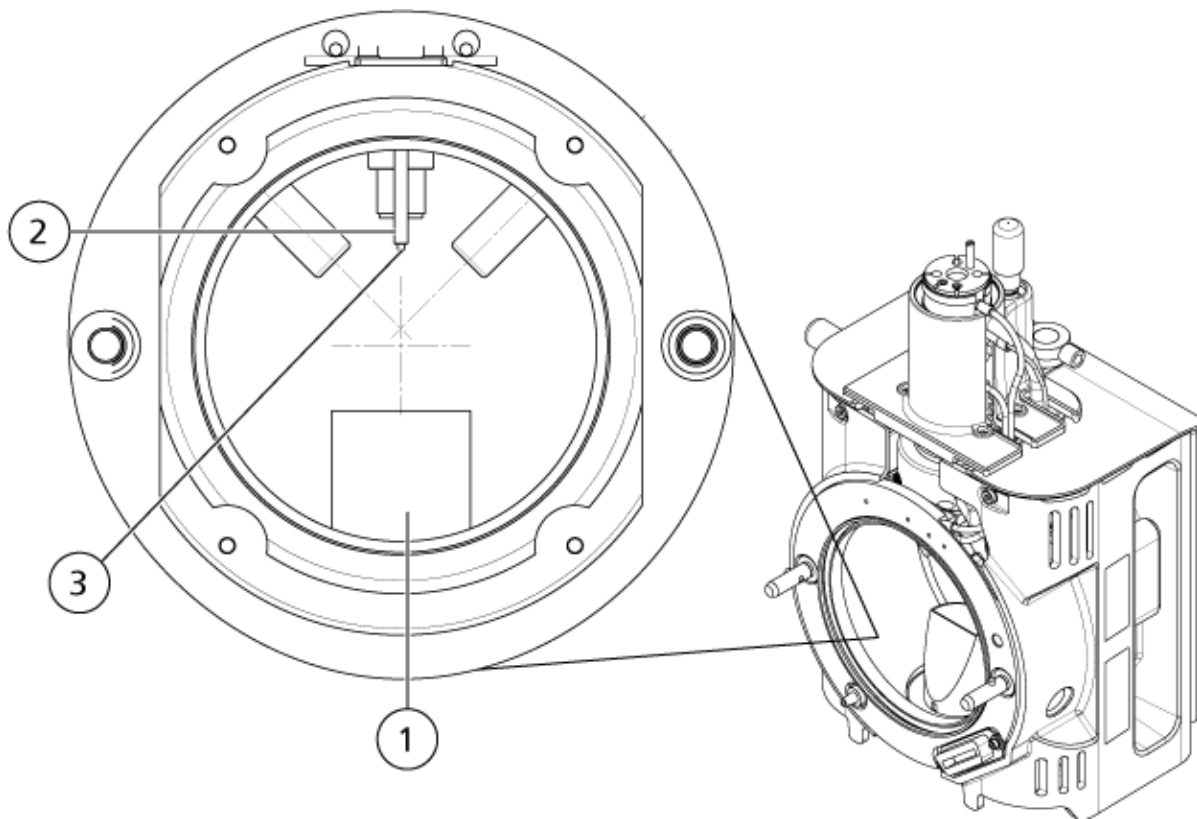
Voraussetzungen

- [Entfernen der Ionenquelle](#).
- [Entfernen der Sonde](#).

Wenn die Spitze der Koronaentladungsnadel verrostet ist, kann sie evtl. nicht von Hand ausgetauscht werden. Wenn sie sich nicht entfernen lässt, schneiden Sie die Nadelspitze ab, um die Nadel zu entfernen, und ersetzen Sie anschließend die gesamte Koronaentladungsnadel.

1. Drehen Sie die Ionenquelle, sodass die offene Seite zugänglich ist.

Abbildung 5-2: Koronaentladungsnadel



Element	Beschreibung
1	Abluftanlage
2	Keramikhülse
3	Spitze der Koronaentladungsnadel

2. Halten Sie die Einstellschraube für die Koronaentladungsnadel zwischen Daumen und Zeigefinger der einen Hand und die Koronaentladungsnadel mit der anderen Hand fest und drehen Sie die Spitze der Koronaentladungsnadel gegen den Uhrzeigersinn, um diese zu lösen und vorsichtig zu entfernen. Siehe Abschnitt: [Komponenten der Ionenquelle](#).
3. Ziehen Sie die Koronaentladungsnadel vorsichtig nach unten durch die Abluftanlage, um sie zu entfernen.
4. Schieben Sie die neue Nadel durch die Abluftanlage so weit wie möglich in die Keramikhülse hinein.
5. Halten Sie in der einen Hand eine neue Spitze zwischen Daumen und Zeigefinger und in der anderen Hand die Einstellschraube für die Koronaentladungsnadel. Drehen Sie die Spitze der Koronaentladungsnadel im Uhrzeigersinn, um sie zu befestigen.
6. Führen Sie die Probe ein und installieren Sie anschließend die Ionenquelle auf dem Massenspektrometer. Siehe Abschnitt: [Installation der Ionenquelle](#).

Ersetzen des Probenschlauchs



WARNHINWEIS! Stromschlaggefahr. Bevor dieser Vorgang gestartet wird, muss die Ionenquelle vom Massenspektrometer entfernt werden. Beachten Sie alle Sicherheitsverfahren für elektrische Arbeiten.

Hinweis: Hinweise zum Ersetzen der Kalibrierlösungskapillaren finden Sie im *Systemhandbuch*.

Voraussetzungen

- Stoppen Sie den Probenlauf und stellen Sie sicher, dass die gesamten Gase durch die Quellenabluftanlage abgeführt wurden.
- Entfernen Sie die Ionenquelle. Siehe Abschnitt: [Entfernen der Ionenquelle](#).

Gehen Sie folgendermaßen vor, um den Probenschlauch zu ersetzen, wenn er blockiert ist.

1. Trennen Sie den Probenschlauch von der Sonde und vom Erdungsanschluss.
2. Ersetzen Sie den Probenschlauch durch einen Schlauch geeigneter Länge, schneiden Sie ihn mit einem passenden Schlauchschneider zu. Siehe Abschnitt: [Anschließen der Ionenquellenkapillare](#).
3. Installieren Sie die Ionenquelle. Siehe Abschnitt: [Installation der Ionenquelle](#).
4. Starten Sie den Probendurchsatz.

Lagerung und Handhabung



WARNHINWEIS! Umweltgefährdung. Entsorgen Sie die Systemkomponenten nicht mit dem Hausmüll. Befolgen Sie die lokalen Vorschriften beim Entsorgen von Komponenten.

Die Umgebungsanforderungen für die Aufbewahrung und den Transport der Ionenquelle:

- Umgebungstemperatur zwischen -30 °C und +60 °C (-22 °F und 140 °F)
- Atmosphärendruck zwischen 75 kPa und 101 kPa
- Relative Luftfeuchtigkeit von maximal 99 %, nicht kondensierend

Ionenquellen-Fehlerbehebung

6

Symptom	Mögliche Ursache	Fehlerbehebung
Die Steuerungssoftware meldet, dass sich das Massenspektrometer in einem Fehlerstatus befindet.	<ol style="list-style-type: none">1. Die Sonde ist nicht installiert.2. Die Sonde ist nicht sicher angeschlossen.	<ol style="list-style-type: none">1. Installieren Sie die Sonde. Siehe Abschnitt: Installieren der Sonde.2. Installieren Sie die Sonde neu:<ol style="list-style-type: none">a. Entfernen Sie die Sonde. Siehe Abschnitt: Entfernen der Sonde.b. Installieren Sie die Sonde und achten Sie darauf, dass der Sicherungsring fest angezogen ist. Siehe Abschnitt: Installieren der Sonde.
Der Sprühnebel wird nicht gleichmäßig verteilt.	Die Elektrode ist verstopft.	Ersetzen Sie die Elektrode. Siehe Abschnitt: Ersetzen der Doppelektroden .
Die Temperatur der Ionenquelle wurde nicht erreicht, ist zu hoch oder instabil.	Der Turboheizer ist fehlerhaft.	Wenden Sie sich an einen qualifizierten Wartungstechniker vor Ort oder an einen Außendienstmitarbeiter.

Symptom	Mögliche Ursache	Fehlerbehebung
Die Empfindlichkeit ist unzureichend.	<ol style="list-style-type: none"> 1. Die Schnittstellenkomponenten (Front-End) sind verschmutzt. 2. Im Bereich des Analysators liegen Lösungsmitteldämpfe oder andere unbekannte Verbindungen vor. 3. Die kürzere Elektrode ragt nicht über die Sonde heraus. 	<ol style="list-style-type: none"> 1. Reinigen Sie die Schnittstellenkomponenten und installieren Sie anschließend die Ionenquelle neu. 2. Optimieren Sie den Volumenstrom des Gases für die Curtain Gas-Schnittstelle. Siehe Abschnitt: Ionenquellen-Optimierung. 3. Stellen Sie den Elektrodenspitzen-Überstand ein. Siehe Abschnitt Optimieren der Position der Twin-ESI-Sonde oder Optimieren der Position der APCI Doppelsonde.
Beim Überprüfen kann die Ionenquelle nicht die Spezifikationen einhalten.	<ol style="list-style-type: none"> 1. Die Testlösung wurde nicht sachgemäß hergestellt. 2. Das Massenspektrometer hat die Installationstests nicht bestanden. 	<ol style="list-style-type: none"> 1. Überprüfen Sie, ob die Testlösung sachgemäß vorbereitet wurde. 2. Wenn das Problem nicht gelöst werden kann, wenden Sie sich an den Außendienstmitarbeiter, damit er die Installationstests durchführt.

Ionenquellen-Fehlerbehebung

Symptom	Mögliche Ursache	Fehlerbehebung
<p>Starkes Hintergrundrauschen.</p>	<ol style="list-style-type: none"> 1. Die Temperatur der Ionenquelle ist zu hoch. 2. Die Ionenquelle ist verunreinigt. 	<ol style="list-style-type: none"> 1. Optimieren Sie die Temperatur der Ionenquelle. 2. Optimieren Sie den Heizergasfluss. 3. Reinigen oder ersetzen Sie die Komponenten der Ionenquelle und stellen Sie dann die geeigneten Bedingungen für Ionenquelle und Front-End her: <ol style="list-style-type: none"> a. Positionieren Sie die Sonde so weit wie möglich von der Öffnung entfernt (vertikal und horizontal). b. Stellen Sie sicher, dass der Schnittstellenheizer eingeschaltet ist. c. Infundieren oder injizieren Sie Methanol und Wasser im Verhältnis von 50:50 bei einer Pumpförderleistung von 1 ml/min. d. Stellen Sie in der Steuerungssoftware die Temperatur der Ionenquelle auf 650, das Ionenquellengas 1 auf 60, und das Ionenquellengas 2 auf 60 ein. e. Stellen Sie den Volumenstrom

Symptom	Mögliche Ursache	Fehlerbehebung
		<p>des Gases für die Curtain Gas-Schnittstelle auf 45 oder 50.</p> <p>f. Erfassen Sie für beste Ergebnisse mindestens 2 Stunden lang Daten, oder am besten über Nacht.</p>
<p>Die Leistung der Ionenquelle hat nachgelassen.</p>	<ol style="list-style-type: none"> 1. Die Sonde ist nicht optimiert. 2. Die Probe wurde nicht richtig vorbereitet oder die Probe hat sich verschlechtert. 3. Die Probeneinlassanschlüsse sind undicht. 	<ol style="list-style-type: none"> 1. Optimieren Sie die Sonde. Siehe Abschnitt: ESI-Doppel-Sondenoptimierung oder Optimieren der APCI-Doppelsonde. 2. Stellen Sie sicher, dass die Probe sachgemäß vorbereitet wurde. 3. Stellen Sie sicher, dass die Anschlüsse dicht sind, und ersetzen Sie diese, wenn die Undichtigkeit weiter besteht. Ziehen Sie die Anschlussstücke nicht zu fest an. 4. Installieren und optimieren Sie eine alternative Ionenquelle. Wenn das Problem weiterhin besteht, wenden Sie sich an einen Außendienstmitarbeiter.

Ionenquellen-Fehlerbehebung

Symptom	Mögliche Ursache	Fehlerbehebung
Es treten Lichtbögen oder Funken auf.	Die Position der Koronaentladungsnadel ist falsch oder die Elektrodenspitze ist beschädigt.	Drehen Sie die Koronaentladungsnadel in Richtung der Curtain-Platte und weg vom Heizergasstrom. Siehe Abschnitt: Einstellen der Position der Koronaentladungsnadel .
Das Signal des Kalibriermittels ist schwach.	<ol style="list-style-type: none">1. Das CDS ist nicht angeschlossen.2. Die CDS-Leitungen sind verstopft.	<ol style="list-style-type: none">1. Prüfen Sie die CDS-Anschlüsse.2. Überprüfen Sie die Kalibrierungskapillaren auf verstopfte oder undichte Stellen.

Elektrospray-Ionisationsmethode

Die Sonde befindet sich in der Mitte zwischen den zwei Turboheizern, die in einem 45-Grad-Winkel auf beiden Seiten der Sonde angeordnet sind. Die Kombination aus Spray und erhitztem Trockengas aus den Turboheizern wird in einem 90-Grad-Winkel auf die Öffnung der Curtain-Platte gesprüht.

Nur Verbindungen, die in dem flüssigen Lösungsmittel ionisieren, können in der Ionenquelle als Gasphasenionen erzeugt werden. Die Effizienz und die Geschwindigkeit der Ionen-Erzeugung hängt von den Solvatationsenergien der spezifischen Ionen ab. Ionen mit niedrigen Solvatationsenergien verdampfen wahrscheinlicher leichter als Ionen mit höheren Solvatationsenergien.

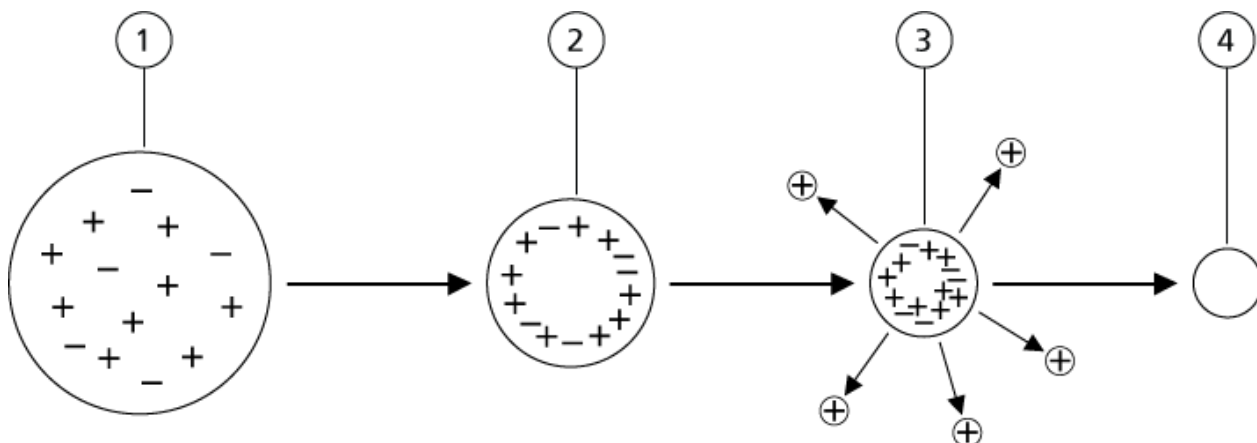
Das Zusammenwirken von **Spray voltage** und die Turboheizer helfen dabei, den Strahl zu bündeln, und erhöht die Rate der Tropfenverdampfung, was zu einem stärkeren Ionensignal führt. Das erhitzte Gas erhöht die Effizienz der Ionenverdampfung, wodurch die Empfindlichkeit erhöht und die Fähigkeit verbessert wird, größere Volumenströme von flüssigen Proben zu bearbeiten.

Ein Hochgeschwindigkeitsstrom von Zerstäubergas schiebt Tröpfchen aus dem flüssigen Probenfluss in den **Spray voltage**-Einlass. Durch die variable hohe Spannung, die am Zerstäuber angelegt ist, gibt die Ionenquelle eine Nettoladung an jeden Tropfen ab. Diese Ladung unterstützt die Tröpfchendisersion. Ionen mit einfacher Polarität werden durch die hohe Spannung bevorzugt in die Tröpfchen gezogen, wenn sie vom flüssigen Strom getrennt werden. Dennoch ist diese Trennung unvollständig und jedes Tröpfchen enthält noch viele Ionen beider Polaritäten. Ionen einer Polarität sind in jedem Tröpfchen vorherrschend und die Differenz zwischen der Anzahl der positiv oder negativ geladenen Ionen ergibt die Nettoladung. Nur die überschüssigen Ionen der vorherrschenden Polarität stehen für die Ionenverdampfung zur Verfügung und nur ein Bruchteil davon verdampft tatsächlich.

Die Probe kann mehrfach geladene Ionen aus Verbindungen erzeugen, die mehrere ladungstragende Stellen besitzen wie z. B. Peptide und Oligonucleotide. Dies ist bei der Analyse hochmolekularer Spezies hilfreich, bei denen die Mehrfachladungen Ionen eines Masse-zu-Ladung-Verhältnisses (m/z) im Massebereich des Massenspektrometers erzeugen. Dies ermöglicht eine routinemäßige Bestimmung von Molekulargewichten bei Verbindungen im Kilodalton-Bereich (kDa).

Jedes geladene Tröpfchen enthält Lösungsmittel und sowohl positive als auch negative Ionen, wobei eine Polarität vorherrscht. Siehe die Abbildung: [Abbildung A-1](#). Als leitendes Medium befinden sich Überschussladungen an der Oberfläche eines Tröpfchens. Wenn das Lösungsmittel verdampft, vergrößert sich das elektrische Feld an der Oberfläche des Tropfens aufgrund des abnehmenden Radius des Tröpfchens.

Abbildung A-1: Ionenverdampfung



Element	Beschreibung
1	Tröpfchen enthalten Ionen beider Polaritäten, wobei eine Polarität überwiegt.
2	Wenn das Lösungsmittel verdunstet, nimmt das elektrische Feld zu und die Ionen bewegen sich an die Oberfläche.
3	Bei einem gewissen kritischen Feldwert werden die Ionen von den Tröpfchen abgegeben.
4	Ein nichtflüchtiger Rückstand bleibt als trockenes Teilchen zurück.

Wenn das Tröpfchen überschüssige Ionen enthält und genügend Lösungsmittel aus dem Tröpfchen verdunstet, wird ein kritisches Feld erreicht, an dem Ionen von der Oberfläche emittiert werden. Schließlich wird das gesamte Lösungsmittel aus dem Tröpfchen verdunstet und es bleibt ein trockenes Teilchen aus nichtflüchtigen Bestandteilen der Probenlösung übrig.

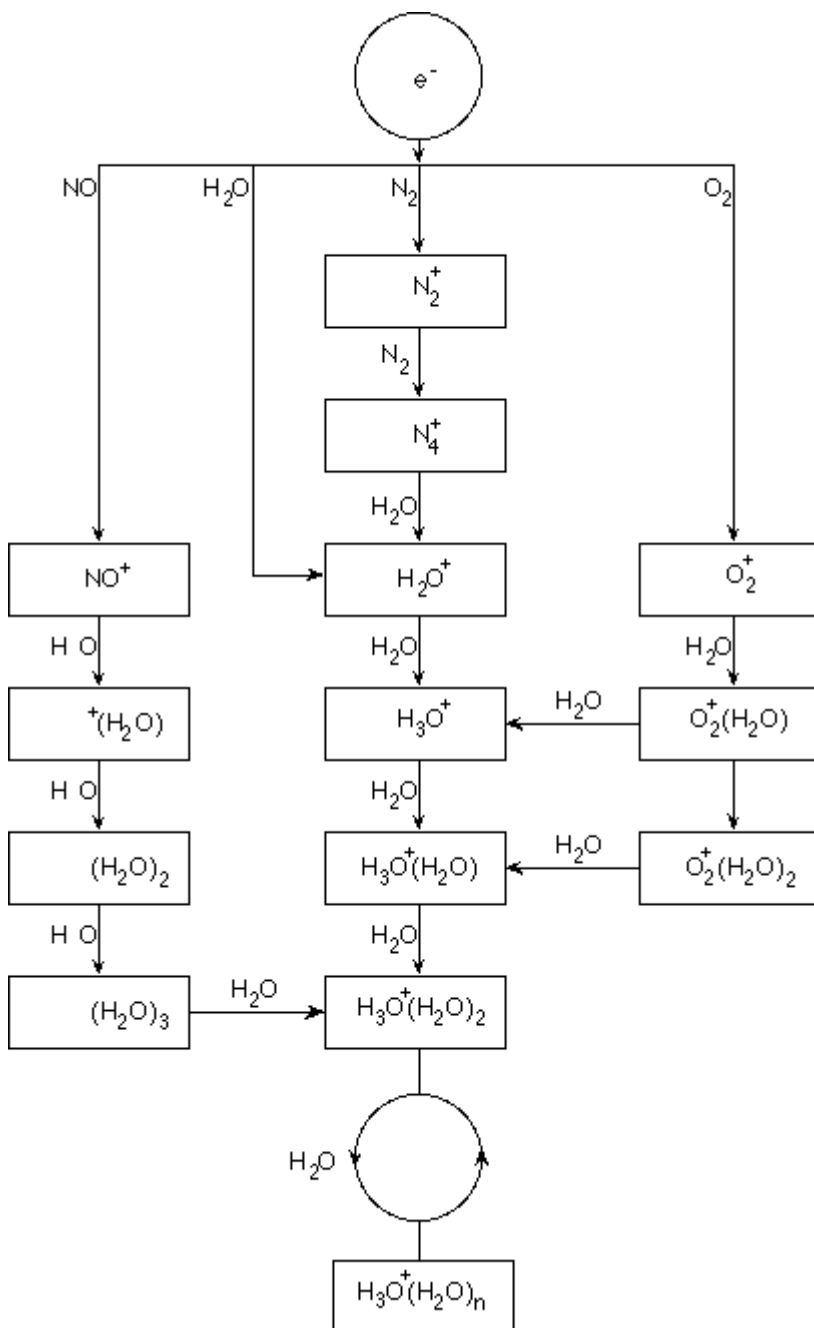
Weil die Solvatationsenergien für die meisten organischen Moleküle unbekannt sind ist schwer vorherzusagen, wie störungsempfindlich ein beliebiges organisches Ion bei der Ionen-Verdampfung sein wird. Die Bedeutung der Solvatationsenergie ist offensichtlich, da Tenside, die sich an der Oberfläche einer Flüssigkeit konzentrieren, sehr genau nachgewiesen werden können.

APCI-Modus

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. Der Prozess der APCI-Doppelsonde vernebelt die Probe auf sanfte Weise in kleine, fein verteilte Tröpfchen in einem beheizten Keramikrohr und erzielt eine rasche Verdampfung der Probe, sodass die Probenmoleküle nicht zerfallen.

Die folgende Abbildung zeigt den Reaktionsfluss des APCI-Prozesses für Reaktionspartner positiver Ionen (Proton-Hydrate, $\text{H}_3\text{O}^+[\text{H}_2\text{O}]_n$).

Abbildung A-2: Flussdiagramm der APCI-Reaktion



Die großen Primär-Ionen N_2^+ , O_2^+ , H_2O^+ und NO^+ werden durch den Elektronenstoß koronaerzeugter Elektronen mit den großen neutralen Komponenten der Luft gebildet. Obwohl NO^+ normalerweise kein Hauptbestandteil von sauberer Luft ist, wird die Konzentration dieses Stoffes in der Ionenquelle von durch Koronaentladungen eingeleitete neutrale Reaktionen verbessert.

Grundlagen der Handhabung – Ionenquelle

Die durch die APCI-Doppelsonde eingeführten Proben werden mit Hilfe eines Zerstäubergases in das erhitzte Keramikrohr gesprüht. Innerhalb des Rohres durchlaufen die feinverteilten Proben- und Lösungsmittel-Tröpfchen eine schnelle Verdampfung mit minimaler thermischer Zersetzung. Die schonende Verdampfung bewahrt die molekulare Identität der Probe.

Die gasförmigen Proben- und Lösungsmittel-Moleküle wandern in das Ionenquellengehäuse, in dem die APCI-Ionisation durch eine mit dem Ende der Keramikröhre verbundene Koronaentladungsnadel eingeleitet wird. Die Probenmoleküle werden durch Kollision mit den Reaktand-Ionen ionisiert, die durch die Ionisation von Lösungsmittelmolekülen der mobilen Phase erzeugt wurden. Die verdampften Lösungsmittelmoleküle werden ionisiert, um die Reaktand-Ionen $[X+H]^+$ in der positiven Polarität und $[X-H]^-$ in der negativen Polarität zu produzieren. Siehe die Abbildung: [Abbildung A-3](#). Es sind diese Reaktand-Ionen, die stabile Proben-Ionen erzeugen, wenn sie mit den Probenmolekülen kollidieren.

Abbildung A-3: Chemische Ionisation bei Atmosphärendruck

Element	Beschreibung
1	Probe
2	Primäre Ionen werden in der Nähe der Koronaentladungsnadel erzeugt
3	Die Ionisierung produziert überwiegend Lösungsmittelionen.
4	Reaktand-Ionen reagieren mit Probenmolekülen und bilden Cluster.
5	Curtain-Platte
6	Interface

X = Lösungsmittel-Moleküle, M = Probenmoleküle

Die Probenmoleküle werden durch Protonentransfer in der positiven Polarität und entweder durch Elektronen- oder Protonentransfer in der negativen Polarität ionisiert. Die Energie für den APCI-Ionisierungsprozess ist wegen des relativ hohen Atmosphärendrucks der Ionenquelle stoßdominiert.

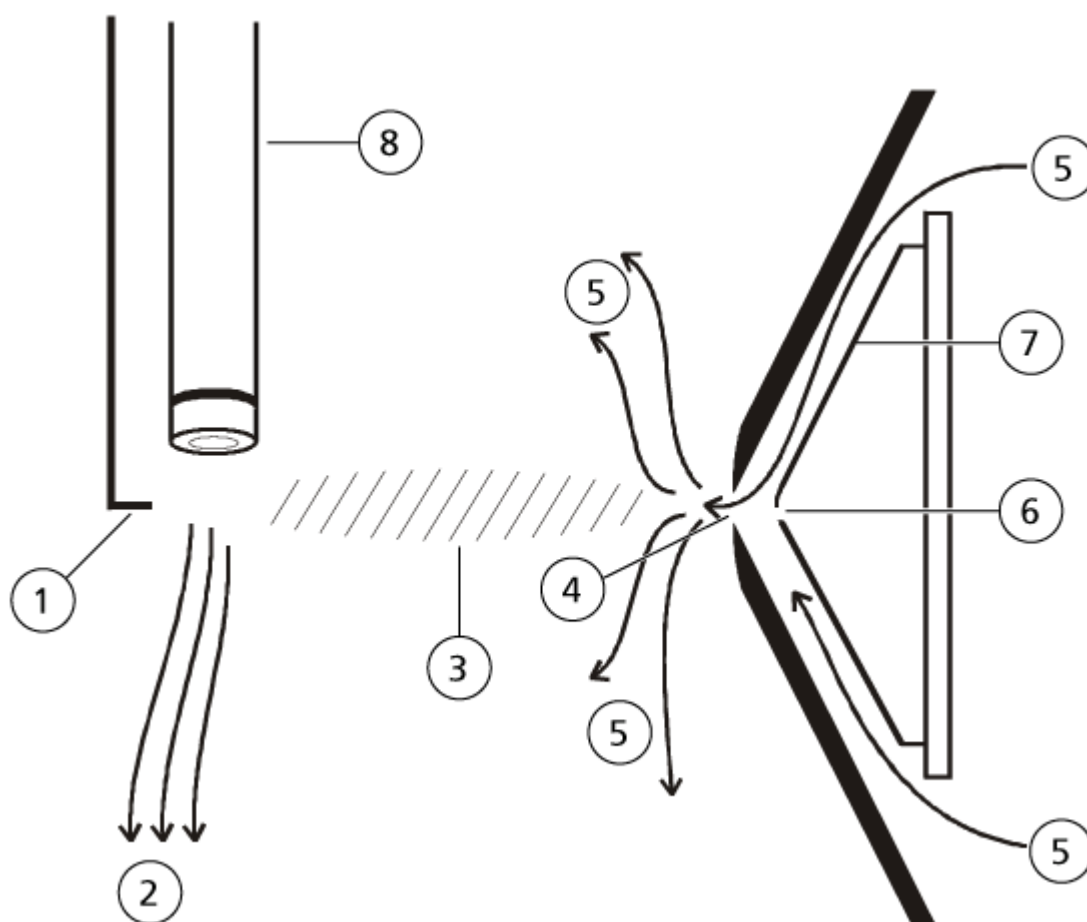
Bei Umkehrphasenanwendungen bestehen die Reaktandionen aus protonierten Lösungsmittel-Molekülen in der positiven Polarität und solvatisierten Sauerstoffionen in der negativen Polarität. Bei günstiger Thermodynamik ändert der Zusatz von Modifikatoren die Zusammensetzung von Reaktand-Ionen. Zum Beispiel kann die Zugabe von Acetatpuffer oder Modifikatoren das Acetat-Ion ${}_3\text{COO}]^-$ in der negativen Polarität zum primären Reagenz machen. Ammonium-Modifikatoren können protoniertes Ammoniak $[\text{NH}_4]^+$ in der negativen Polarität zum primären Reagenz machen.

Durch Kollisionen wird die Gleichgewichtsverteilung bestimmter Ionen (z. B. protonierte Wasser-Cluster-Ionen) aufrechterhalten. Die Wahrscheinlichkeit einer vorzeitigen Fragmentierung von Probenionen in der Ionenquelle wird durch die dämpfende Wirkung der Lösungsmittel-Cluster auf die Reaktandionen und den relativ hohen Gasdruck in der Ionenquelle verringert. Im Ergebnis liefert die Ionisation in erster Linie molekulare Produktionen für die Massenanalyse im Massenspektrometer.

APCI-Ionisationsbereich

Die folgende Abbildung zeigt die allgemeine Position des Ionen-Molekül-Reaktors der APCI-Doppel-Sonde. Die schrägen Linien stellen einen wandlosen Reaktor dar. Ein selbststartender Koronaentladungs-Ionenstrom im Mikroampere-Bereich wird durch das elektrische Feld zwischen der Entladungsnadel und der Curtain-Platte erzeugt. Primäre Ionen, beispielsweise N_2^+ und O_2^+ , entstehen durch den Verlust von Elektronen, die aus dem Plasma in unmittelbarer Nähe der Entladungsnadelspitze stammen. Die Energie dieser Elektronen wird durch eine Reihe von Kollisionen mit Gasmolekülen gemildert, bevor sie ein Energieniveau erreichen, auf dem ihr effektiver Ionisationsquerschnitt die effiziente Ionisation neutraler Moleküle ermöglicht.

Abbildung A-4: APCI-Ionisationsbereich



Element	Beschreibung
1	Entladungsnadelspitze
2	Probendurchsatz
3	Wandloser Reaktor
4	Öffnung der Curtain-Platte

Grundlagen der Handhabung – Ionenquelle

Element	Beschreibung
5	Gas für Curtain Gas-Schnittstelle
6	Blende
7	Orifice-Platte
8	Keramikrohr

Die primären Ionen erzeugen wiederum Zwischenionen, die zur Bildung von Probenionen führen. Ionen der ausgewählten Polarität wandern unter dem Einfluss des elektrischen Felds in Richtung Curtainplatte und durch den Gasvorhang in den Massenanalysator. Der gesamte Prozess der Ionenbildung ist aufgrund des relativ hohen Atmosphärendrucks der APCI-Doppel-Sonde stoßdominiert. Außer in unmittelbarer Nähe der Entladungsnadelspitze, wo die Stärke des elektrischen Felds am größten ist, ist die Energie, die durch das elektrische Feld auf ein Ion übertragen wird, im Vergleich mit der thermischen Energie des Ions gering.

Durch Kollisionen wird die Gleichgewichtsverteilung bestimmter Ionen (z. B. protonierte Wasser-Cluster-Ionen) aufrechterhalten. Überschüssige Energie, die ein Ion bei der Ionen-Molekül-Reaktion aufnehmen könnte, wird thermalisiert. Durch Stoßstabilisierung werden viele der Produkt-Ionen fixiert, auch wenn spätere noch viele Kollisionen auftreten. Die Bildung von Produktionen und Eduktionen wird durch den Gleichgewichtszustand bei 760 Torr (atmosphärischem) Betriebsdruck geregelt.

Die APCI-Doppel-Sonde fungiert als wandloser Reaktor, da die Ionen, die von der Quelle zur Vakuumkammer und schließlich zum Detektor wandern, nicht auf eine Wand, sondern nur auf andere Moleküle stoßen. Ionen werden auch außerhalb der designierten Ionenquelle gebildet, werden aber nicht erkannt und schließlich durch Wechselwirkung mit einer Wandfläche neutralisiert.

Die Temperatur der Sonde ist ein wichtiger Faktor für die Funktion der APCI-Doppel-Sonde. Um die molekulare Identität zu bewahren, muss die Temperatur hoch genug eingestellt werden, damit eine schnelle Verdampfung gewährleistet ist. Bei einer ausreichend hohen Betriebstemperatur werden Tröpfchen schnell verdampft, sodass organische Moleküle mit minimalem thermischen Abbau aus Tröpfchen desorbiert werden. Wenn die Temperatur aber zu niedrig eingestellt ist, vollzieht sich die Verdampfung langsamer und die Pyrolyse bzw. die Zersetzung kann vor Abschluss der Verdampfung auftreten. Wird die APCI-Doppel-Sonde bei Temperaturen oberhalb der optimalen Temperatur betrieben, kann es zu einer thermischen Zersetzung der Probe kommen.

Quellen-Parameter und Spannungen

B

Parameter der Twin ESI-Sonde

Die folgende Tabelle zeigt die empfohlenen Betriebsbedingungen für die ESI Doppel-Sonde bei drei unterschiedlichen Flussraten. Für jeden Volumenstrom sollte der Volumenstrom des Gases für die Curtain Gas-Schnittstelle so hoch wie möglich sein. Die verwendete Zusammensetzung des Lösungsmittels bei der Optimierung war 1:1 Wasser:Acetonitril. Diese Bedingungen stellen einen Ausgangspunkt dar, von dem aus die Probe optimiert werden kann. Optimieren Sie die Parameter mithilfe der Flussinjektionsanalyse in einem iterativen Prozess, um das beste Signal oder Signal-zu-Rausch-Verhältnis für die betreffende Verbindung zu erreichen.

Tabelle B-1: Parameteroptimierung für die Twin ESI-Sonde

Parameter	Typische Werte			Einsatzbereich
	Low	Mittel	Hoch	
LC-Volumenstrom	5 µl/min bis 50 µl/min	200 µl/min	1.000 µl/min	5 µl/min bis 3.000 µl/min
Ionenquelle Gas 1 (Zerstäubergas)	20 psi bis 40 psi	40 psi bis 60 psi	40 psi bis 60 psi	0 psi bis 90 psi
Ionenquelle Gas 2 (Heizergas)	0 psi	50 psi	50 psi	0 psi bis 90 psi
Spray voltage	5500 V	5500 V	5500 V	5500 V
Gas für die Curtain Gas-Interface	25 psi	25 psi	25 psi	25 psi bis 50 psi
Temperatur der Ionenquelle ¹	Umgebungstemperatur bis 200 °C	200 °C bis 650 °C	400 °C bis 750 °C	Bis zu 750 °C
Declustering Potential (DP) ²	Positiv: 70 V Negativ: -70 V	Positiv: 70 V Negativ: -70 V	Positiv: 100 V Negativ: -100 V	Positiv: 0 V bis 400 V Negativ: -400 V bis 0 V

¹ Optimale Temperaturwerte hängen von der Kombination aus Verbindung und mobiler Phase ab. Ein höherer Wassergehalt erfordert eine höhere Temperatur. Null (0) bedeutet, dass keine Temperatur vorhanden ist.

² Der DP-Wert hängt von der Verbindung ab.

Quellen-Parameter und Spannungen

Tabelle B-1: Parameteroptimierung für die Twin ESI-Sonde (Fortsetzung)

Parameter	Typische Werte			Einsatzbereich
	Low	Mittel	Hoch	
Vertikale Mikrometereinstellung der Sonde	7 bis 10	2 bis 5	0 bis 2	0 bis 13
Horizontale Mikrometereinstellung der Sonde	4 bis 6	4 bis 6	4 bis 6	0 bis 10

Parameter der APCI-Doppel-Sonde

Tabelle B-2: Parameteroptimierung für die APCI-Doppel-Sonde

Parameter	Typische Werte	Einsatzbereich
LC-Volumenstrom	1.000 µl/min	200 µl/min bis 3.000 µl/min
Ionenquelle Gas 1 (Zerstäubergas)	30 psi	0 psi bis 90 psi
Gas für die Curtain Gas-Interface	25 psi	25 psi bis 50 psi
Temperatur der Ionenquelle ³	400 °C	100 °C bis 750 °C
Zerstäuberstrom	Positiv: 3 µA Negativ: -3 µA	Positiv: 0 mA bis 5 µA Negativ: -5 mA bis 0 µA
Declustering Potential (DP)	Positiv: 60 V Negativ: -60 V	Positiv: 0 V bis 300 V Negativ: -300 V bis 0 V
Vertikale Mikrometereinstellung der Sonde	4	Skala 0 bis 13

Parameterbeschreibungen

Tabelle B-3: Ionenquellenabhängige Parameter

Parameter	Beschreibung
Ionenquelle Gas 1	Steuert das Zerstäubergas für die ESI- und die APCI-Doppelsonde. Siehe Abschnitt: Grundlagen der Handhabung – Ionenquelle .

³ Die Temperaturwerte hängen von der Verbindung ab.

Tabelle B-3: Ionenquellenabhängige Parameter (Fortsetzung)

Parameter	Beschreibung
Ionenquellengas 2	<p>Steuert das Heizergas für die ESI-Sonde. Die optimale Empfindlichkeit wird erzielt, wenn das LC-Lösungsmittel durch die Kombination aus Temperatur und Heizergas-Volumenstrom einen Punkt erreicht, an dem es fast völlig verdampft. Um das Ionenquellengas 2 zu optimieren, erhöhen Sie den Durchfluss, bis Sie das beste Signal oder Signal-zu-Rausch-Verhältnis erhalten, wenn ein erheblicher Anstieg des Hintergrundrauschens vorliegt. Ein zu hoher Gasstrom kann ein verrauschtes oder instabiles Signal hervorbringen. Siehe Abschnitt: Grundlagen der Handhabung – Ionenquelle.</p>
Curtain Gas	<p>Steuert den Volumenstrom des Gases für die Curtain Gas-Schnittstelle. Die Curtain Gas-Schnittstelle ist zwischen der Curtain-Platte und der Orifice angeordnet. Sie verhindert, dass Umgebungsluft und Lösungsmittel-Tröpfchen eindringen und die Ionenoptik verunreinigen, und führt Probenionen aufgrund der elektrischen Felder, die zwischen der Vakuum-Schnittstelle und der Zerstäubernadel erzeugt werden, gleichzeitig in Richtung Vakuumkammer. Eine Verunreinigung der Ioneneingangsoptik reduziert Q0-Übertragung, Stabilität und Empfindlichkeit und erhöht das Hintergrundrauschen.</p> <p>Halten Sie den Volumenstrom des Gases für die Curtain Gas-Schnittstelle so hoch wie möglich, ohne die Empfindlichkeit zu beeinträchtigen.</p>
Temperatur der Ionenquelle	<p>Steuert die Wärme, die auf die Probe einwirkt, um sie zu verdampfen. Die optimale Temperatur der Ionenquelle ist die niedrigste Temperatur, bei der die Probe vollständig verdampft wird.</p> <p>Optimieren Sie in Schritten von 50 °C.</p>

Tabelle B-3: Ionenquellenabhängige Parameter (Fortsetzung)

Parameter	Beschreibung
Temperaturbereich der Ionenquelle (ESI-Sonde)	<p>Steuert die Temperatur des Heizergases in der ESI-Sonde.</p> <p>Die optimale Empfindlichkeit wird erzielt, wenn das LC-Lösungsmittel durch die Kombination aus Temperatur und dem Volumenstrom von Ionenquellengas 2 einen Punkt erreicht, an dem es fast völlig verdampft.</p> <p>Je höher der organische Gehalt eines Lösungsmittels, desto geringer ist die optimale Probetemperatur. Bei Lösungsmitteln, die aus 100 % Methanol und Acetonitril bestehen, kann die Sondenleistung schon bei einer Temperatur von 300 °C das Optimum erreichen. Wässrige Lösungsmittel, die aus 100 % Wasser bestehen, benötigen bei einem Durchfluss von 1.000 µl/min eine maximale Sondentemperatur von 750 °C.</p> <p>Wenn die Temperatur der Ionenquelle niedrig eingestellt ist, erfolgt die Verdampfung unvollständig, und es bilden sich große, sichtbare Tröpfchen im Ionenquellengehäuse.</p> <p>Bei einer zu hohen Einstellung für die Temperatur der Ionenquelle kann es zu einem vorzeitigen Verdampfen des Lösungsmittels an der Sondenspitze kommen, vor allem dann, wenn die Sonde zu niedrig eingestellt wurde (5 bis 13).</p>
Temperatur der Ionenquelle (APCI-Sonde)	<p>Steuert die Temperatur der APCI-Sonde.</p> <p>Beim Ansteigen des organischen Gehalts eines Lösungsmittels sollte sich die optimale Sondentemperatur senken. Im Fall von Lösungsmitteln, die aus 100 % Methanol und Acetonitril bestehen, kann die Sondenleistung bei einem Durchfluss von 1.000 µl/min schon bei einer Temperatur von 400 °C das Optimum erreichen. Wässrige Lösungsmittel aus 100 % Wasser brauchen bei einem Durchfluss von etwa 2.000 µl/min eine Sondentemperatur von mindestens 700 °C.</p> <p>Wenn die Temperatur der Ionenquelle niedrig eingestellt ist, erfolgt die Verdampfung unvollständig, und es bilden sich große, sichtbare Tröpfchen im Ionenquellengehäuse.</p> <p>Wenn die Temperatur der Ionenquelle zu hoch eingestellt ist, setzt der thermische Abbau der Probe ein.</p>

Tabelle B-3: Ionenquellenabhängige Parameter (Fortsetzung)

Parameter	Beschreibung
Zerstäuberstrom	Regelt den Strom, der an der Koronaentladungsnadel in der APCI-Sonde angelegt ist. Durch die Entladung werden die Lösungsmittelmoleküle ionisiert, die dann wiederum die Probenmoleküle ionisieren. Bei einer APCI-Sonde optimiert sich der in die Koronaentladungsnadel eingeleitete Strom in der Regel über einen weiten Bereich (in der positiven Polarität etwa 1 µA bis 5 µA). Beginnen Sie bei der Optimierung mit einem Wert von 1, und erhöhen Sie diesen dann langsam, um das beste Signal oder das beste Signal-zu-Rausch-Verhältnis zu erzielen. Wenn bei einer Erhöhung der Stromstärke keine Veränderungen des Signals beobachtet werden, sollte die kleinstmögliche Stromstärke eingestellt werden, die die beste Empfindlichkeit liefert, z. B. 2 µA.
Ionenquellen-spannung	Regelt die Spannung, die in der ESI-Sonde am Zerstäuber anliegt und die Probe in der Ionenquelle ionisiert. Der Parameterwert hängt von der Polarität ab und beeinflusst die Spraystabilität sowie die Empfindlichkeit.
Schnittstellenheizer	Schaltet den Schnittstellenheizer ein und aus. Durch das Heizen der Schnittstelle wird das Ionensignal maximiert und eine Kontaminierung der Ionenoptik verhindert. Wenn die zu analysierende Verbindung nicht extrem labil ist, empfehlen wir, die Schnittstelle aufzuheizen.

Sondenposition

Die Position der Probe kann sich auf die Empfindlichkeit der Analyse auswirken. Weitere Informationen zum Optimieren der Sondenposition finden Sie im Abschnitt: [Ionenquellen-Optimierung](#).

Zusammensetzung der Lösungsmittel

Die Standard-Konzentration von Ammoniumformiat oder Ammoniumacetat liegt zwischen 2 mmol/l und 10 mmol/l bei positiven Ionen und zwischen 2 mmol/l und 50 mmol/l bei negativen Ionen. Die Konzentration der organischen Säuren beträgt zwischen 0,1 Vol.-% und 0,5 Vol.-% für das ESI-Doppelsonde-Sonde und 0,1 Vol.-% bis 1.0 Vol.-% für die APCI-Doppel-Sonde.

Häufig verwendete Lösungsmittel:

- Acetonitril
- Methanol
- Propanol
- Wasser

Quellen-Parameter und Spannungen

Häufig verwendete Modifikatoren sind:

- Essigsäure
- Ameisensäure
- Ammoniumformiat
- Ammoniumacetat



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

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










Glossar der Symbole





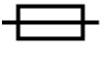





C

Hinweis: Nicht alle Symbole der folgenden Tabelle gelten für jedes Gerät.

Symbol	Beschreibung
	Regulatory Compliance Mark (Australien). Bescheinigt, dass das Produkt die EMV-Anforderungen der Australian Communications and Media Authority (ACMA) und die Anforderungen an die elektrische Sicherheit erfüllt.
	Wechselstrom
A	Ampere (Strom)
	Erstickungsgefahr
	Bevollmächtigter Vertreter in der Europäischen Gemeinschaft
	Biogefährdung
	CE-Zeichen
	cCSAus-Prüfzeichen. Nachweis für elektrische Sicherheit (Kanada und USA).
	Katalognummer
	Achtung. Informationen zu möglichen Gefahren finden Sie in der Bedienungsanleitung. Hinweis: In der SCIEX-Dokumentation bezeichnet dieses Symbol eine Verletzungsgefahr.





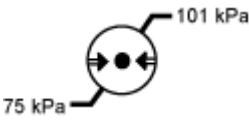


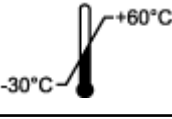

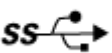


Glossar der Symbole

Symbol	Beschreibung
	China RoHS-Label „Achtung“. Das elektronische Informationsprodukt enthält bestimmte toxische oder gefährliche Stoffe. Die Zahl in der Mitte steht für den Zeitraum, in dem eine umweltfreundliche Nutzung gegeben ist (Environmentally Friendly Use Period, EFUP) und gibt die Anzahl an Kalenderjahren an, über die das Produkt betrieben werden darf. Nach Ablauf des EFUP-Zeitraums muss das Produkt unverzüglich recycelt werden. Der kreisförmige Pfeil weist darauf hin, dass das Produkt recycelbar ist. Der Datumscode auf dem Etikett oder dem Produkt gibt das Herstellungsdatum an.
	China RoHS-Logo. Das Gerät enthält keine toxischen und gefährlichen Stoffe oder Elemente über den Konzentrationshöchstwerten und das Gerät ist ein umweltfreundliches Produkt, das recycelt und wiederverwendet werden kann.
	Bedienungsanleitung beachten.
	Quetschgefahr
	cTUVus-Zeichen für TUV Rheinland of North America
	Datenmatrix-Symbol, das mit einem Barcode-Lesegerät gescannt werden kann, um eine eindeutige Gerätekennung (UDI) zu erhalten
	Umweltgefährdung
	Ethernetanschluss
	Explosionsgefahr



Symbol	Beschreibung
	Gefahr von Augenverletzungen
	Brandgefahr
	Gefahr durch entzündliche Chemikalien
	Zerbrechlich
	Sicherung
Hz	Hertz
	Internationales Sicherheitssymbol „Vorsicht, Stromschlaggefahr“ (ISO 3864), auch bekannt als Hochspannungssymbol Wenn die Hauptabdeckung entfernt werden muss, wenden Sie sich an einen SCIEX-Vertreter, um einen Stromschlag zu vermeiden.
	Gefahr durch heiße Oberflächen
	In-vitro-Diagnostikum
	Gefährdung durch ionisierende Strahlung
	Trocken aufbewahren. Vor Regen schützen. Relative Luftfeuchtigkeit darf 99 % nicht überschreiten.

Glossar der Symbole

Symbol	Beschreibung
	Aufrecht halten
	Gefahr von Schnittwunden/Abtrennung von Körperteilen
	Gefahr durch Laserstrahlung
	Gefahr durch Heben
	Gefahr durch Magnete
	Hersteller
	Gefahr durch bewegliche Teile
	Gefahr für Personen mit Herzschrittmachern. Kein Zugang für Personen mit Herzschrittmachern.
	Quetschgefahr
	Gefahr durch Druckgas
	Schutzerdung (Erdung)
	Gefahr von Stichverletzungen

Symbol	Beschreibung
	Gefahren durch chemische Reaktionen
	Seriennummer
	Toxisch-chemische Gefahren
	Transportieren und lagern Sie das System zwischen 66 kPa und 103 kPa.
	Transportieren und lagern Sie das System zwischen 75 kPa und 101 kPa.
	Das System bei einer relativen, nicht kondensierenden Luftfeuchtigkeit transportieren und lagern, die innerhalb der Mindest- (min) und Maximalwerte (max) liegt.
	Transportieren und lagern Sie das System bei einer Temperatur zwischen -30 °C und +45 °C.
	Transportieren und lagern Sie das System bei einer Temperatur zwischen -30 °C und +60 °C.
	USB 2.0-Anschluss
	USB 3.0-Anschluss
	Gefahr durch ultraviolette Strahlung
	United Kingdom Conformity Assessment Mark (UKCA-Kennzeichnung)
UKRP	Verantwortliche Person Vereinigtes Königreich

Glossar der Symbole

Symbol	Beschreibung
VA	Voltampere (Scheinleistung)
V	Volt (Spannung)
	WEEE. Das Gerät darf nicht im Hausmüll entsorgt werden. Umweltgefährdung
W	Watt (Leistung)
	<i>JJJJ-MM-TT</i> Herstellungsdatum

Kontakt

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 Now Learning Hub](#)

SCIEX Support

SCIEX und seine Vertretungen beschäftigen weltweit einen Stab an ausgebildeten Servicekräften und technischen Spezialisten. Der Support kann Fragen zum System oder anderen auftretenden, technischen Problemen beantworten. Weitere Informationen finden Sie auf der SCIEX-Website unter sciex.com, oder kontaktieren Sie uns unter:

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

Cybersicherheit

Die aktuellsten Hinweise zur Cybersicherheit von SCIEX-Produkten finden Sie unter sciex.com/productsecurity.

Dokumentation

Diese Version des Dokuments ersetzt alle vorherigen Versionen.

Software-Produktdokumentationen entnehmen Sie den Versionshinweisen oder dem mit der Software mitgelieferten Software-Installationshandbuch.

Informationen zur Hardware-Produktdokumentation finden Sie in der mit dem System oder der Komponente gelieferten Dokumentation.

Die neuesten Versionen der Dokumentationen sind auf der Website von SCIEX unter sciex.com/customer-documents verfügbar.

Hinweis: Wenn Sie eine kostenlose gedruckte Ausgabe dieses Dokuments wünschen, wenden Sie sich bitte an sciex.com/contact-us.
