

Fonte de íons Turbo V

para os sistemas X500 QTOF e ZenoTOF 7600/7600+

Guia do operador



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

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

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

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

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

As marcas comerciais e/ou marcas registradas mencionadas neste documento, incluindo as logos associadas, são de propriedade da AB Sciex Pte. Ltd., ou de seus respectivos proprietários, nos Estados Unidos e/ou em outros países.

AB Sciex™ está sendo usada sob licença.

© 2024 DH Tech. Dev. Pte. Ltd.



AB Sciex Pte. Ltd.
Blk33, #04-06 Marsiling Industrial Estate Road 3
Woodlands Central Industrial Estate, Singapore 739256

Índice

Capítulo 1: Precauções e limitações operacionais	5
Precauções e riscos durante a operação.....	5
Precauções químicas.....	6
Fluidos para uso seguro do sistema.....	7
Condições de laboratório.....	8
Condições ambientais seguras.....	8
Especificações de desempenho.....	8
Uso e modificação do equipamento.....	8
Capítulo 2: Visão geral da fonte de íons	10
Modos de ionização.....	10
Modo ESI.....	10
Modo APCI.....	10
Componentes da fonte de íons.....	12
Sondas.....	13
Sonda ESI gêmea.....	13
Sonda APCI gêmea.....	14
Conexões de gás e eletricidade.....	15
Circuito de sensor da fonte de íons.....	15
Sistema de exaustão da fonte.....	16
Capítulo 3: Instalação da fonte de íons	18
Preparar para instalação.....	18
Instalar a sonda.....	19
Conectar o tubo da fonte de íons.....	20
Instalar a fonte de íons no espectrômetro de massas.....	20
Exigências de entrada da amostra.....	21
Verificar se há vazamento.....	22
Capítulo 4: Otimização da fonte de íons	23
Introdução da amostra.....	23
Método.....	23
Vazão.....	24
Otimização da sonda ESI gêmea.....	24
Vazão e temperatura da fonte de íons.....	25
Configurar o sistema.....	25
Preparar o sistema.....	25
Definir as condições iniciais.....	25
Otimizar a posição da sonda gêmea de ESI.....	26
Otimizar os parâmetros e a tensão da fonte e de gás.....	27
Otimizar a temperatura do aquecedor turbo.....	28

Índice

Otimização da sonda gêmea de APCI	28
Configurar o sistema	29
Preparar o sistema	29
Defina as condições iniciais	30
Otimizar os parâmetros da fonte e de gás	30
Ajustar a posição da agulha de descarga corona	30
Otimizar a posição da sonda APCI gêmea	31
Otimizar a corrente do nebulizador	33
Otimizar a temperatura da sonda APCI	33
Dicas para otimização	33
Capítulo 5: Manutenção da fonte de íons	35
Cronograma de manutenção recomendado	36
Manuseio da fonte de íons	37
Remover a fonte de íons	38
Limpe as superfícies da fonte de íons	39
Limpar a sonda	39
Remover a sonda	40
Substituir os eletrodos gêmeos	40
Substituir a agulha de descarga corona	41
Substituir a tubulação de amostra	43
Armazenamento e manuseio	43
Capítulo 6: Resolução de problemas da fonte de íons	44
Apêndice A: Princípios de operação — Fonte de íons	48
Modo de ionização por electrospray	48
Modo APCI	49
Região de ionização por APCI	52
Apêndice B: Parâmetros e tensões da fonte	54
Parâmetros da sonda gêmea de ESI	54
Parâmetros da sonda APCI	55
Descrições dos Parâmetros	55
Posição da sonda	57
Composição do solvente	57
Apêndice C: Glossário de símbolos	59
Entre em contato conosco	65
Treinamento do consumidor	65
Centro de aprendizagem online	65
Suporte da SCIEX	65
Segurança cibernética	65
Documentação	65

Precauções e limitações operacionais

1

Nota: Antes de operar o sistema, leia com atenção todas as seções deste guia.

Esta seção contém informações gerais relacionadas à segurança. Também descreve os riscos potenciais e avisos associados para o sistema e as precauções que devem ser tomadas para minimizar os riscos.

Para obter informações sobre os símbolos e as convenções utilizados em ambiente de laboratório, no sistema e nesta documentação, consulte a seção: [Glossário de símbolos](#).

Precauções e riscos durante a operação

Para obter informações regulatórias e de segurança sobre o espectrômetro de massas, consulte o documento: *Guia do usuário do sistema*.



AVISO! Risco de radiação ionizante, risco biológico ou produto químico tóxico. Não use a fonte de íons sem o conhecimento e o treinamento para o uso adequado, retenção e evacuação de materiais prejudiciais ou tóxicos usados com a fonte de íons.



AVISO! Risco de superfície quente. Antes de iniciar qualquer procedimento de manutenção, deixe a temperatura da fonte de íons Turbo V diminuir por pelo menos 30 minutos. Algumas superfícies da fonte de íons e da interface de vácuo aquecem durante a operação.



AVISO! Risco de perfuração, risco de radiação ionizante, risco biológico ou risco de produto químico tóxico. Se a janela da fonte de íons estiver rachada ou quebrada, não use a fonte de íons. Entre em contato com um Funcionário de Serviço de Campo (FSE) da SCIEX. Qualquer material prejudicial ou tóxico introduzido no equipamento estará presente no produto de exaustão da fonte. A exaustão do equipamento deve ser ventilada da sala. Descarte os materiais cortantes seguindo os procedimentos de segurança laboratoriais estabelecidos.



AVISO! Risco para produtos químicos tóxicos e fogo. Antes de consertar vazamentos de solvente, certifique-se de que o fluxo de líquido para a fonte de íons seja interrompido, que a tensão do spray de íons esteja desligada, que não haja chamas abertas ou outras fontes de fogo nas proximidades e que a sala esteja suficientemente ventilada. O fluido de um vazamento pode ser altamente inflamável. Se o fluido for exposto a descargas elétricas ou a uma fonte de fogo, poderá ocorrer ignição. Se a ventilação não for suficiente, o fluido poderá causar envenenamento.

Precauções e limitações operacionais



AVISO! Risco de produtos químicos tóxicos. Use o equipamento de proteção individual (EPI), incluindo jaleco, luvas e óculos de segurança, para evitar exposição dos olhos ou da pele.



AVISO! Risco de radiação ionizante, risco biológico ou produto químico tóxico. No caso de vazamento de produto químico, revise as fichas de dados de segurança quanto a instruções específicas. Certifique-se de que o sistema esteja em estado de espera antes de limpar um vazamento perto da fonte de íons. Use equipamento de proteção individual apropriado e lenços absorventes para conter o vazamento e os descarte seguindo as regulamentações locais.



AVISO! Risco ambiental. Não descarte os componentes do sistema no lixo comum. Descarte os componentes corretamente de acordo com as regulamentações locais.



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

Precauções químicas



AVISO! Risco de radiação ionizante, risco biológico ou produto químico tóxico. Verifique se é necessário fazer a descontaminação antes de realizar a limpeza ou manutenção. Se materiais radioativos, agentes biológicos ou produtos químicos tóxicos tiverem sido usados com o sistema, o cliente deve descontaminar o sistema antes de fazer limpeza ou manutenção.



AVISO! Risco ambiental. Não descarte os componentes do sistema no lixo comum. Descarte os componentes corretamente de acordo com as regulamentações locais.



AVISO! Risco biológico ou risco de produto químico tóxico. Para evitar vazamentos, conecte corretamente o tubo de drenagem ao espectrômetro de massas e ao frasco de drenagem do exaustor da fonte.

- Antes de fazer reparos e a manutenção regular, identifique os produtos químicos que foram usados no sistema. Para saber que precauções de saúde e segurança devem ser seguidas para produtos químicos, consulte a folha de dados de segurança. Para obter informações sobre armazenamento, consulte o certificado de análise. Para encontrar uma folha de dados de segurança ou certificado de análise da SCIEX, acesse sciex.com/tech-regulatory.
 - Sempre use o equipamento de proteção individual designado, que inclui luvas sem talco, óculos de proteção e jaleco.
-

Nota: São recomendadas luvas de nitrila ou neoprene.

- Trabalhe em uma área bem ventilada ou capela química.
- Não se aproxime de fontes de ignição quando estiverem em uso materiais inflamáveis como isopropanol e metanol.
- Tome cuidado no uso e descarte de quaisquer produtos químicos. O não cumprimento devido dos procedimentos corretos de uso e descarte de produtos químicos poderá ocasionar lesões físicas.
- Durante a limpeza, não deixe que produtos químicos entrem em contato com a pele. Lave as mãos após o uso.
- Verifique se todas as mangueiras de exaustão estão conectadas corretamente e se todas as conexões estão funcionando conforme projetado.
- Colete todos os líquidos gastos e descarte-os como resíduos perigosos.
- Obedeça a todas as regulamentações locais de armazenamento, uso e descarte de materiais com risco biológico, tóxicos e radioativos.

Fluidos para uso seguro do sistema

Os seguintes fluidos podem ser usados com segurança no sistema.

CUIDADO: Danos potenciais ao sistema. Não use qualquer outro fluido até receber confirmação da SCIEX de que não representará perigo. Esta não é uma lista exaustiva.

- **Solventes orgânicos**
 - Acetonitrila de grau LC-MS, até 100%
 - Metanol de grau LC-MS, até 100%
 - Isopropanol de grau LC-MS, até 100%
 - Água de grau LC-MS ou superior, até 100%
 - Tetra-hidrofurano, até 100%
 - Tolueno e outros solventes aromáticos, até 100%
 - Hexano, até 100%
- **Tampões**
 - Acetato de amônio, menos que 100 mM
 - Formiato de amônio, menos que 100 mM
 - Fosfato, menos que 1%
- **Ácidos e bases**
 - Ácido fórmico, menos que 1%
 - Ácido acético, menos que 1%

Precauções e limitações operacionais

- Ácido trifluoroacético (TFA), menos que 1%
- Ácido heptafluorobutírico (HFBA), menos que 1%
- Hidróxido de amônio/amônia, menos que 1%
- Ácido fosfórico, menos que 1%
- Trimetilamina, menos que 1%
- Trietilamina, menos que 1%

Condições de laboratório

Condições ambientais seguras

O sistema foi projetado para operar com segurança nas seguintes condições:

- Ambientes internos
- Altitude: até 2.000 m (6.560 pés) acima do nível do mar
- Temperatura ambiente: de 5 °C (41 °F) a 40 °C (104 °F)
- Umidade relativa: 20% a 80%, sem condensação
- Flutuações de voltagem da alimentação elétrica: $\pm 10\%$ da voltagem nominal
- Supertensões transitórias: até os níveis de Categoria II de supertensão
- Supertensões temporárias na alimentação elétrica
- Grau de poluição 2

Especificações de desempenho

O sistema foi projetado para atender às especificações sob as seguintes condições:

- Temperatura ambiente entre 15 °C e 30 °C (59 °F e 86 °F).

Ao longo do tempo, a temperatura deve permanecer entre 2 °C (3,6 °F), com a taxa de mudança na temperatura não ultrapassando 2 °C (3,6 °F) por hora. As flutuações da temperatura ambiente que ultrapassam os limites podem resultar em deslocamento de massa no espectro.

- Umidade relativa entre 20% e 80%, sem condensação.

Uso e modificação do equipamento



AVISO! Risco de choque elétrico. Não remova as tampas de cobertura. Se as tampas forem removidas, poderão ocasionar ferimentos ou operação incorreta do sistema. A remoção das tampas não é necessária na manutenção, inspeção ou ajustes de rotina. Para reparos que exigem a remoção das tampas, entre em contato com um funcionário de serviço de campo (FSE) da SCIEX.



AVISO! Risco de lesões pessoais. Use somente peças recomendadas pela SCIEX. O uso de peças não recomendadas pela SCIEX ou de peças para qualquer propósito que não seja o seu propósito específico pode colocar o usuário em risco ou afetar negativamente o desempenho do sistema.

Utilize o sistema dentro de um laboratório que esteja em conformidade com as condições ambientais recomendadas no documento do espectrômetro de massas: *Guia de planejamento do local*.

Se o sistema for usado em condições ou em ambientes não aprovados pelo fabricante, poderá haver redução ou perda da proteção e desempenho fornecidos pelo equipamento.

Entre em contato com um FSE para obter informações sobre a manutenção do sistema. A modificação ou operação não autorizada do sistema pode causar lesão pessoal e dano ao equipamento podendo anular a garantia. Se o sistema for operado fora das condições ambientais recomendadas ou com modificações não autorizadas, os dados obtidos poderão ser imprecisos.

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

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

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

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

Neste guia, o software que controla o espectrômetro de massas é referido como software de controle.

Modos de ionização

Modo ESI

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

A técnica ESI é leve o suficiente para ser usada com compostos instáveis, como peptídeos, proteínas e produtos farmacêuticos termicamente instáveis. Ela funciona com vazões a partir de 5 µL/min a 3.000 µL/min e vaporiza solventes 100% aquosos a 100% orgânicos.

Consulte a seção: [Modo de ionização por electrospray](#).

Modo APCI

O modo APCI é adequado para:

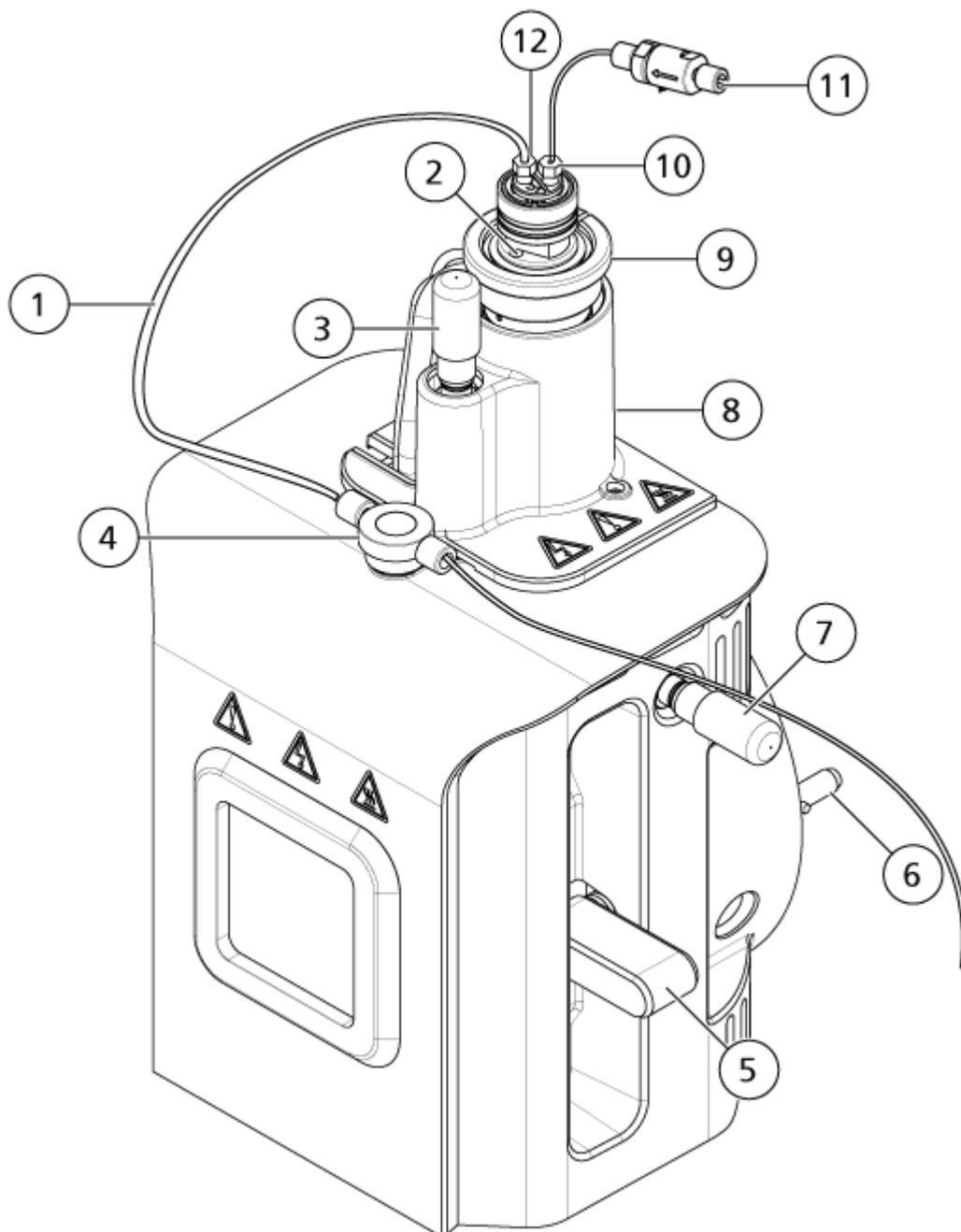
- Ionização dos compostos que não formam íons prontamente na solução. Normalmente, eles são compostos não molares.
- Criação de espectros APCI simples para os experimentos LC-MS/MS.
- Análises de alto rendimento de amostras complexas e sujas. É menos sensível aos efeitos de supressão do íon.
- Introdução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

A técnica APCI pode ser usada para compostos voláteis e termicamente instáveis, com decomposição térmica mínima. A rápida dessolvatação e vaporização das gotículas e do analito minimiza a decomposição térmica e preserva a identidade molecular para ionização por agulha de descarga corona. Os tampões são facilmente tolerados pela fonte de íons sem contaminação significativa e a rápida vaporização do efluente permite que até 100% de água seja utilizada. A sonda pode aceitar todo o efluente, sem divisão, com vazão de 200 µL/min a 3,000 µL/min, por meio de uma coluna de grande calibre.

Consulte a seção: [Modo APCI](#).

Componentes da fonte de íons

Figura 2-1: Componentes da fonte de íons



Item	Descrição
1	Tubulação de amostra
2	Parafuso de ajuste da agulha de descarga corona

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

Sondas

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

Tabela 2-1: Especificações da Fonte de Íons

Especificação	Sonda ESI gêmea	Sonda gêmea de APCI
Faixa de temperatura	Da temperatura ambiente até 750 °C, dependendo do fluxo líquido	Da temperatura ambiente até 750 °C, dependendo do fluxo líquido
Entrada de fluxo de líquido	De 5 µL/min a 3.000 µL/min	De 200 µL/min a 3.000 µL/min
Gás 1 da fonte de íons/gás 2 da fonte de íons	Consulte o documento do espectrômetro de massas: <i>Guia de planejamento do local</i>	

O software para o espectrômetro de massas identifica a sonda instalada e permite os controles de usuário correspondentes.

Sonda ESI gêmea

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

Visão geral da fonte de íons

O fornecimento da amostra é conectado à porta rotulada com **LC** e o calibrante é conectado à porta rotulada com **CAL**. Os analitos (amostras ou calibrantes) introduzidos por meio da sonda ESI são ionizados dentro do tubo, pela aplicação de alta tensão (**Spray Voltage**). Os íons são então nebulizados por um jato de ar zero comprimido, criando uma névoa de gotículas pequenas e altamente carregadas. A combinação do efluente do spray e o gás seco aquecido dos aquecedores turbo está projetada em um ângulo de 90 graus para a via do íon.

Figura 2-2: Partes da sonda ESI



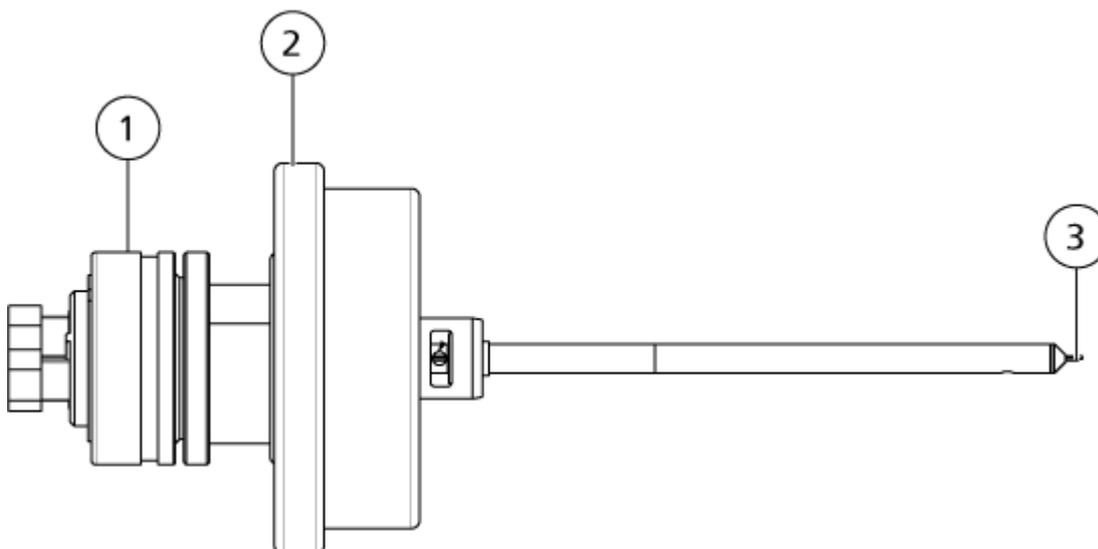
Item	Descrição
1	Porca de ajuste do eletrodo (colar preto) que ajusta a extensão das pontas do eletrodo (saliência)
2	O anel retentor que prende a sonda à torre da sonda no compartimento da fonte de íons
3	As pontas do eletrodo pelas quais a amostra ou o calibrante são pulverizados na área da entrada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

Sonda APCI gêmea

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

A fonte de amostra é conectada à porta intitulada **LC** e o calibrante é conectado à porta intitulada **CAL**. Os analitos (amostras ou calibrantes) são bombeados pelo pulverizador, onde são nebulizados em um tubo de cerâmica que contém um aquecedor. Um sensor incorporado no aquecedor verifica se o tubo de cerâmica é mantido em uma temperatura apropriada. Um jato de alta velocidade do gás nebulizador flui ao redor da ponta do eletrodo para dispersar a amostra como uma névoa de partículas finas. A amostra se move através do aquecedor de vaporização de cerâmica para a região de reação da fonte de íons e, em seguida, passa a agulha da descarga corona, onde as moléculas da amostra são ionizadas conforme passam pelo compartimento da fonte de íons.

Figura 2-3: Partes da sonda APCI



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

Conexões de gás e eletricidade

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

Circuito de sensor da fonte de íons

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

- A fonte de íons não está instalada ou está instalada de modo incorreto.
- Uma sonda não é instalada.
- O espectrômetro de massas detecta uma falha do gás.
- Um turboaquecedor falhou.
- A fonte de íons está superaquecida.

Sistema de exaustão da fonte



AVISO! Risco de radiação ionizante, risco biológico ou produto químico tóxico. Certifique-se de que o sistema do exaustor da fonte está conectado e funcionando, para remover com segurança o exaustor do vapor da amostra do ambiente de laboratório. As emissões do equipamento devem ter ventilação para a exaustão geral do prédio e não deve haver uma saída para o espaço de trabalho do laboratório. Para requisitos para o sistema do exaustor fonte, consulte o documento: *Guia de planejamento do local*.



AVISO! Risco de radiação ionizante, risco biológico ou produto químico tóxico. Ventile o sistema do exaustor da fonte para uma chaminé dedicada ao laboratório ou uma ventilação externa para evitar a liberação de vapores perigosos no ambiente do laboratório.



AVISO! Risco de radiação ionizante, risco biológico ou produto químico tóxico. Se um sistema de LC for usado com o espectrômetro de massas, e se o sistema exaustor da fonte não estiver funcionando corretamente, desligue o sistema de LC até que a funcionalidade do sistema exaustor da fonte tenha sido restaurada.



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

Nota: Verifique se toda tubulação de exaustão está conectada firmemente para reduzir as chances de que o produto da exaustão do equipamento entre na sala.

Uma fonte de íons produz vapores da amostra e do solvente. Esses vapores são um risco potencial ao ambiente laboratorial. O sistema de exaustão da fonte foi projetado para ajudar o usuário a remover com segurança e manusear corretamente a amostra e os vapores do solvente. Quando a fonte de íons está instalada, o espectrômetro de massas não opera a menos que o sistema de exaustão da fonte esteja operando.

Uma válvula de vácuo instalada no circuito de detecção de exaustão da fonte mede o vácuo da fonte. Se o vácuo na fonte aumentar e ultrapassar o valor definido, enquanto a sonda é instalada, o sistema entra em estado de falha de exaustão, ou seja, no estado Not Ready.

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

Nota: Examine o sistema de exaustão da fonte periodicamente para certificar-se de que a tubulação do exaustor está intacta e que o exaustor não está vazando na sala.

Instalação da fonte de íons

3



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

CUIDADO: Danos potenciais ao sistema. Não levante ou mova a fonte de íons com uma mão. A fonte de íons é projetada para ser levantada ou movida usando duas mãos, uma em cada lateral da fonte de íons.

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

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

Materiais necessários

- Fonte de íons
- Sonda ESI gêmea
- Sonda gêmea APCI (opcional)
- Chave de 1/4 polegada
- Tubo PEEK vermelho (orifício de 0,005 pol)

Preparar para instalação



AVISO! Risco de perfuração. Tome cuidado ao manusear o eletrodo. A ponta do eletrodo é extremamente afiada.

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

- Ajuste a porca de ajuste do eletrodo na sonda para mover a ponta do eletrodo dentro do tubo do eletrodo. Consulte as figuras: [Figura 2-2](#) e [Figura 2-3](#).

Para desempenho e estabilidade ótimos, o ponta do eletrodo deve estender entre 0,5 mm e 1,0 mm da extremidade da sonda. Consulte a seção: [Otimizar a posição da sonda gêmea de ESI](#) ou [Otimizar a posição da sonda APCI gêmea](#).

Instalar a sonda



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



AVISO! Risco de perfuração. Tome cuidado ao manusear o eletrodo. A ponta do eletrodo é extremamente afiada.

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

CUIDADO: Danos potenciais ao sistema. Certifique-se de que a ponta da agulha de descarga corona esteja distante da abertura se a sonda ESI estiver em uso.

Procedimentos de pré-requisito

- [Remover a fonte de íons.](#)

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

Nota: Se a sonda não estiver instalada corretamente na fonte de íons, a potência de alta tensão do espectrômetro de massas e o sistema de exaustão da fonte serão desligados.

1. Certifique-se de que a ponta da agulha de descarga corona está apontada para longe da abertura do placa da cortina. Consulte a seção: [Ajustar a posição da agulha de descarga corona.](#)
2. Insira a sonda na torre. Alinhe o orifício da sonda com o parafuso de ajuste da agulha de descarga corona na parte superior da fonte de íons. Consulte a seção: [Componentes da fonte de íons.](#)
3. Empurre a sonda com cuidado até que os contatos se encaixem nos contatos da torre.
4. Gire o anel retentor sobre a sonda, empurre-o para baixo para engatar as roscas da sonda com as roscas da torre e, em seguida, aperte-o manualmente até que ele fique bem apertado.
5. Somente para a sonda APCI, certifique-se de que a ponta da agulha de descarga corona esteja voltada para a abertura da placa da cortina. Consulte a seção: [Ajustar a posição da agulha de descarga corona.](#)
6. Somente para a sonda gêmea de APCI, certifique-se de que a ponta da agulha de descarga corona esteja voltada para a abertura da placa da cortina. Consulte a seção: [Ajustar a posição da agulha de descarga corona.](#)

Conectar o tubo da fonte de íons



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



AVISO! Risco de radiação ionizante, risco biológico ou produto químico tóxico. Certifique-se de que a porca do tubo de amostra está devidamente apertada antes de operar este equipamento para evitar vazamento.

Consulte a seção: [Componentes da fonte de íons](#).

1. Coloque um pedaço de 30 cm do tubo PEEK vermelho na porca do tubo de amostra.
2. Instale a porca do tubo de amostra na porta LC na parte superior da sonda e aperte manualmente a porca do tubo de amostra até ela ficar bem apertada. Use uma chave inglesa de 1/4 de polegada para apertá-la por mais um quarto de volta.
A sonda tem duas portas. Use a porta intitulada **LC**.
3. Conecte a outra extremidade do tubo à união de aterramento da fonte de íons.
4. Conecte o tubo de calibração à porta intitulada **CAL**. Aperte manualmente a porca sextavada até ela ficar bem apertada e use uma chave inglesa de 1/4 de polegada para apertá-la por mais um quarto de volta.

Instalar a fonte de íons no espectrômetro de massas



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



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

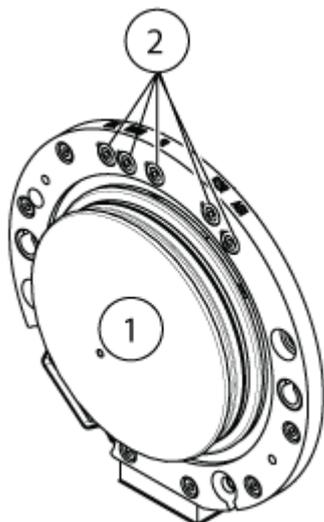
CUIDADO: Danos potenciais ao sistema. Não deixe que as pontas do eletrodo salientes ou a agulha de descarga corona toquem em qualquer parte do revestimento da fonte de íons para evitar danos à sonda.

Nota: Se a sonda não estiver instalada corretamente na fonte de íons, a potência de alta tensão do espectrômetro de massas e o sistema de exaustão da fonte serão desligados.

Pré-requisitos

- Verifique se todos os anéis de vedação estão presentes na interface de vácuo.

Figura 3-1: Anéis de vedação na interface de vácuo



Item	Descrição
1	Placa da cortina
2	Anéis de vedação

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

Exigências de entrada da amostra

- Use procedimentos e práticas analíticas apropriadas para minimizar volumes mortos externos. A entrada de amostra transfere a amostra líquida para a entrada da fonte de íons, sem perdas e com volume morto mínimo.

Instalação da fonte de íons

- Faça a pré-filtragem das amostras de forma que a tubulação capilar nas entradas de amostras não seja bloqueada por partículas, amostras precipitadas ou sais.
- Certifique-se que todas as conexões estejam apertadas o suficiente para evitar vazamentos. Não aperte demais.

Verificar se há vazamento



AVISO! Risco de produtos químicos tóxicos. Use o equipamento de proteção individual (EPI), incluindo jaleco, luvas e óculos de segurança, para evitar exposição dos olhos ou da pele.

Verifique regularmente a fonte de íons quanto a vazamentos.

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



AVISO! Risco de radiação ionizante, risco biológico ou produto químico tóxico. Não use a fonte de íons sem o conhecimento e o treinamento para o uso adequado, retenção e evacuação de materiais prejudiciais ou tóxicos usados com a fonte de íons.



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



AVISO! Risco de perfuração, risco de radiação ionizante, risco biológico ou risco de produto químico tóxico. Se a janela da fonte de íons estiver rachada ou quebrada, não use a fonte de íons. Entre em contato com um Funcionário de Serviço de Campo (FSE) da SCIEX. Qualquer material prejudicial ou tóxico introduzido no equipamento estará presente no produto de exaustão da fonte. A exaustão do equipamento deve ser ventilada da sala. Descarte os materiais cortantes seguindo os procedimentos de segurança laboratoriais estabelecidos.

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

Ao otimizar os parâmetros dependentes da fonte de íons, introduza a amostra em uma vazão que seja usada durante a análise da amostra, usando flow injection analysis (FIA, Análise de injeção de fluxo) ou infusão em T como o método de introdução da amostra. Otimize a posição da fonte de íons antes de otimizar os parâmetros dependentes da fonte de íons.

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

Consulte a seção: [Otimização da sonda ESI gêmea](#) ou [Otimização da sonda gêmea de APCI](#).

Introdução da amostra

Método

O fluxo da amostra de líquido é fornecido à fonte de íons por uma bomba LC. A amostra pode ser injetada diretamente na fase móvel usando a análise de injeção de fluxo (FIA) ou

Otimização da fonte de íons

a infusão em T, por meio de uma bomba de seringa (não fornecida), ou por meio de uma coluna de separação usando um injetor em loop ou um amostrador automático.

Vazão

As vazões da amostra são determinadas pelo sistema LC ou pela bomba da seringa. A sonda de gêmea de ESI comporta vazões de 5 µL/min a 3.000 µL/min. A sonda gêmea de APCI comporta vazões de 200 µL/min a 3.000 µL/min.

Otimização da sonda ESI gêmea



AVISO! Risco de radiação ionizante, risco biológico ou produto químico tóxico. Certifique-se de que o sistema de exaustão da fonte esteja conectado e funcionando e que haja uma boa ventilação geral no laboratório. A ventilação laboratorial adequada é necessária para controlar as emissões de amostra e de solventes e para a operação segura do sistema.



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



AVISO! Risco de radiação ionizante, risco biológico ou produto químico tóxico. Certifique-se de que o eletrodo atravessa a ponta da sonda para prevenir que vapores perigosos escapem da fonte. O eletrodo não deve ser suspenso dentro da sonda.

CUIDADO: Danos potenciais ao sistema. Se o sistema de LC conectado ao espectrômetro de massas não for controlado pelo software, não deixe o espectrômetro de massas desconectado durante o funcionamento. O fluxo de líquido do sistema de LC pode inundar a fonte de íons quando o espectrômetro de massas entrar em modo de espera.

Nota: Mantenha o sistema limpo e no desempenho ideal, ajuste a posição da sonda quando mudar a vazão.

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

Nota: Uma descarga corona é vista como um brilho azulado na ponta da sonda. Ela causa uma diminuição da sensibilidade e estabilidade do sinal.

Nota: A **IonSpray Voltage** é sempre aplicada na sonda TurbolonSpray e na sonda APCI simultaneamente, e o parâmetro de temperatura é sempre aplicado aos aquecedores turbo e APCI simultaneamente.

Vazão e temperatura da fonte de íons

A vazão de introdução da amostra e a composição do solvente de amostra afetam a temperatura ideal das sondas gêmeas ESI. Quanto maior for a vazão ou o teor aquoso, maior será a temperatura ideal.

A sonda gêmea de ESI normalmente é usada com vazões de amostra de 5 µL/min a 3,000 µL/min. O calor é utilizado para aumentar a taxa de evaporação que melhora a eficiência da ionização, resultando em mais sensibilidade. Vazões extremamente baixas de solvente altamente orgânico, normalmente, não exigem temperaturas mais altas. Consulte a seção: [Parâmetros e tensões da fonte](#).

Configurar o sistema

1. Configure a bomba de LC para fornecer a fase móvel na vazão necessária. Consulte a seção: [Parâmetros e tensões da fonte](#).
2. Conecte a união de aterramento na fonte de íons a uma bomba de LC, por meio de um injetor equipado com um loop de , ou a um gerador de amostras automático.
3. Se o amostrador automático estiver em uso, configure-o para diversas injeções.

Preparar o sistema

1. Abra o software de controle
2. Abra um método previamente otimizado ou crie um método baseado nos compostos.
3. Se a fonte de íon pôde esfriar, então faça o seguinte.
 - a. Defina a temperatura da fonte de íons para 450.
 - b. Deixe a fonte de íons aquecer por 30 minutos.

A fase de aquecimento de 30 minutos impede a condensação de vapores de solventes na sonda fria.

4. Inicie o fluxo do solvente e a injeção da amostra.

Definir as condições iniciais

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

Nota: O Gas 2 é usado com vazões maiores, geralmente com um sistema LC e em conjunto com a temperatura elevada.

Otimização da fonte de íons

3. Digite o valor apropriado no campo **Spray Voltage**.
 - Positive mode: 5500
 - Negative mode: -4500
4. Digite 25 no campo **Curtain Gas**.
5. Iniciar a aquisição.

Otimizar a posição da sonda gêmea de ESI



AVISO! Risco de radiação ionizante, risco biológico ou produto químico tóxico. Certifique-se de que o eletrodo atravessa a ponta da sonda para prevenir que vapores perigosos escapem da fonte. O eletrodo não deve ser suspenso dentro da sonda.



AVISO! Risco de perfuração. Tome cuidado ao manusear o eletrodo. A ponta do eletrodo é extremamente afiada.

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

Consulte a seção: [Componentes da fonte de íons](#).

1. Olhe através da janela da fonte de íons para visualizar a posição da sonda.
2. Use as configurações anteriores do micrômetro horizontal e vertical ou configure-o para **5** como uma posição inicial.
3. Use o micrômetro horizontal para ajustar a posição da sonda em pequenos incrementos para alcançar o melhor sinal ou a razão entre sinal e ruído.

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

Dica! Ajuste a configuração do micrômetro horizontal para direcionar o spray do líquido da sonda gêmea ESI para longe da abertura para evitar contaminação da abertura; para evitar furar o fluxo do gás para a interface Curtain Gas, que pode criar um sinal instável; e para evitar curto-circuito elétrico devido à presença do líquido.

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

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

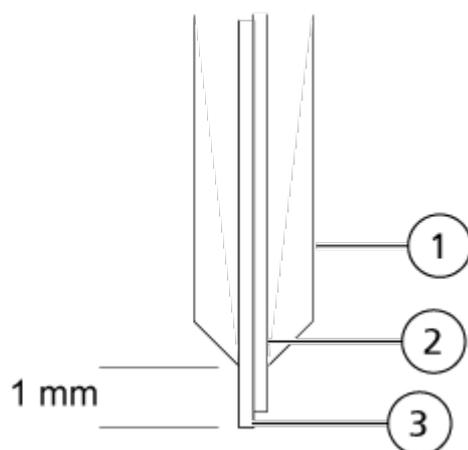
5. Ajuste a porca de ajuste do eletrodo preto na sonda para mover o tubo do eletrodo para dentro ou para fora da sonda (para ajustar a protusão).

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

Dica! Se o spray estiver muito perto da abertura, isso irá interferir no fluxo do gás para a interface Curtain Gas, resultando em contaminação da interface do vácuo. Para evitar a contaminação, mova a sonda para cima, usando o micrômetro vertical.

A configuração ideal para a ponta do eletrodo depende do composto. A distância até onde a ponta do eletrodo se projeta afeta o formato do cone do spray, e o formato do cone do spray afeta a sensibilidade do espectrômetro de massas.

Figura 4-1: Ajuste da extensão da ponta do eletrodo



Item	Descrição
1	Sonda gêmea
2	Eletrodo calibrante
3	Eletrodo da amostra

Otimizar os parâmetros e a tensão da fonte e de gás

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

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

Use a menor tensão possível da fonte de íons sem perder o sinal.

Nota: Uma descarga corona é vista como um brilho azulado na ponta da sonda. Ela causa uma diminuição da sensibilidade e estabilidade do sinal.

Otimização da fonte de íons

1. Ajuste o Gás 1 da fonte de íons e o Gás 2 da fonte de íons em incrementos de 5 para alcançar o melhor sinal e a melhor relação entre sinal e ruído.
2. Aumente a vazão do gás da interface Curtain Gas até o sinal começar a cair.

Nota: Para evitar a contaminação, use o valor mais alto possível para a vazão do gás para a interface Curtain Gas que não reduza a sensibilidade. Não configure a vazão menor que os valores na tabela: [Tabela 4-1](#). Isso ajuda a evitar a penetração do fluxo do gás para a interface Curtain Gas, que pode produzir sinal de ruído, evitar contaminação da abertura e aumentar a proporção geral entre sinal e ruído.

Tabela 4-1: Valores do parâmetro CUR

Espectrômetro de massas	Valor inicial
Sistemas X500 QTOF e ZenoTOF 7600/7600+	25

3. Ajuste a tensão da fonte de íons em incrementos de 500 V até maximizar a razão entre sinal e ruído.

Otimizar a temperatura do aquecedor turbo

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

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

- Ajuste a temperatura da fonte de íons em incrementos de 50 °C a 100 °C para alcançar o melhor sinal e a melhor relação entre sinal e ruído.

Otimização da sonda gêmea de APCI



AVISO! Risco de radiação ionizante, risco biológico ou produto químico tóxico. Certifique-se de que o sistema de exaustão da fonte esteja conectado e funcionando e que haja uma boa ventilação geral no laboratório. A ventilação laboratorial adequada é necessária para controlar as emissões de amostra e de solventes e para a operação segura do sistema.



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



AVISO! Risco de radiação ionizante, risco biológico ou produto químico tóxico. Certifique-se de que o eletrodo atravessa a ponta da sonda para prevenir que vapores perigosos escapem da fonte. O eletrodo não deve ser suspenso dentro da sonda.

CUIDADO: Danos potenciais ao sistema. Se o sistema de LC conectado ao espectrômetro de massas não for controlado pelo software, não deixe o espectrômetro de massas desconectado durante o funcionamento. O fluxo de líquido do sistema de LC pode inundar a fonte de íons quando o espectrômetro de massas entrar em modo de espera.

Nota: A vazão mínima suportada pela sonda de APCI é de 200 µL/min. Para obter uma lista completa de parâmetros da sonda APCI, consulte a seção: [Parâmetros da sonda APCI](#).

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

Nota: A **IonSpray Voltage** é sempre aplicada na sonda TurbolonSpray e na sonda APCI simultaneamente, e o parâmetro de temperatura é sempre aplicado aos aquecedores turbo e APCI simultaneamente.

Nota: Quando a sonda APCI for usada, certifique-se de que a agulha de descarga corona esteja apontada para a abertura.

Configurar o sistema

1. Configure a bomba de LC para fornecer a fase móvel na vazão necessária. Consulte a seção: [Parâmetros e tensões da fonte](#).
2. Conecte a união de aterramento na fonte de íons a uma bomba de LC, por meio de um injetor equipado com um loop de , ou a um gerador de amostras automático.
3. Se o amostrador automático estiver em uso, configure-o para diversas injeções.

Preparar o sistema

1. Abra o software de controle
2. Abra um método previamente otimizado ou crie um método baseado nos compostos.
3. Se a fonte de íon pôde esfriar, então faça o seguinte.
 - a. Defina a temperatura da fonte de íons para 450.
 - b. Deixe a fonte de íons aquecer por 30 minutos.

A fase de aquecimento de 30 minutos impede a condensação de vapores de solventes na sonda fria.

4. Inicie o fluxo do solvente e a injeção da amostra.

Defina as condições iniciais

1. Digite **30** no campo **Ion Source Gas 1**.
2. Digite **1** no campo **Nebulizer Current (NC)**.
3. Iniciar a aquisição.

Otimizar os parâmetros da fonte e de gás

1. Ajuste o gás 1 da fonte de íons em incrementos de cinco para alcançar o melhor sinal e a melhor relação entre sinal e ruído.
2. Aumente a vazão do gás para a interface do Curtain Gas até que o sinal comece a diminuir.

Nota: Para evitar a contaminação, use o valor mais alto possível para a vazão do gás para a interface Curtain Gas que não reduza a sensibilidade. Não configure a vazão menor que os valores na tabela: [Tabela 4-2](#). Isso ajuda a evitar a penetração do fluxo do gás para a interface Curtain Gas, que pode produzir sinal de ruído, evitar contaminação da abertura e aumentar a proporção geral entre sinal e ruído.

Tabela 4-2: Valores do parâmetro CUR

Espectrômetro de massas	Valor inicial
Sistemas X500 QTOF e ZenoTOF 7600/7600+	25

Ajustar a posição da agulha de descarga corona



AVISO! Risco de choque elétrico. Siga este procedimento para evitar contato com altas voltagens aplicadas à agulha de descarga corona, curtain plate e turboaquecedores.

Materiais necessários

- Chave de fenda isolada

Ao usar a sonda gêmea APCI, verifique se a agulha de descarga corona está apontada em direção à abertura. Ao usar a sonda gêmea ESI, verifique se a agulha de descarga corona está apontada para longe da abertura.

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

Otimize a posição da sonda APCI gêmea



AVISO! Risco de radiação ionizante, risco biológico ou produto químico tóxico. Certifique-se de que o eletrodo atravessa a ponta da sonda para prevenir que vapores perigosos escapem da fonte. O eletrodo não deve ser suspenso dentro da sonda.

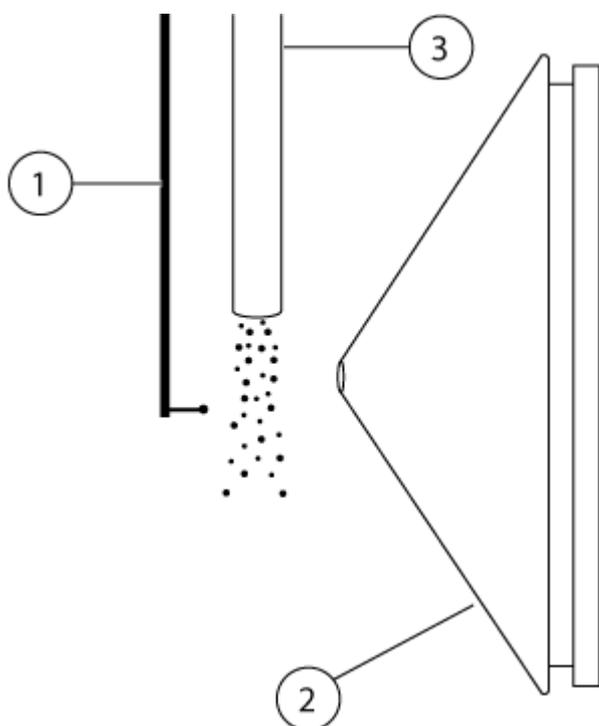


AVISO! Risco de perfuração. Tome cuidado ao manusear o eletrodo. A ponta do eletrodo é extremamente afiada.

Certifique-se de que a abertura da placa da cortina continue sempre livre de solvente ou gotículas de solvente.

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

Figura 4-2: Posição do Bico do Pulverizador



Item	Descrição
1	Agulha de descarga corona
2	Placa da cortina

Otimização da fonte de íons

Item	Descrição
3	Sonda APCI gêmea

1. Use as configurações anteriores do micrômetro horizontal e vertical ou configure-o para 5 como uma posição inicial.

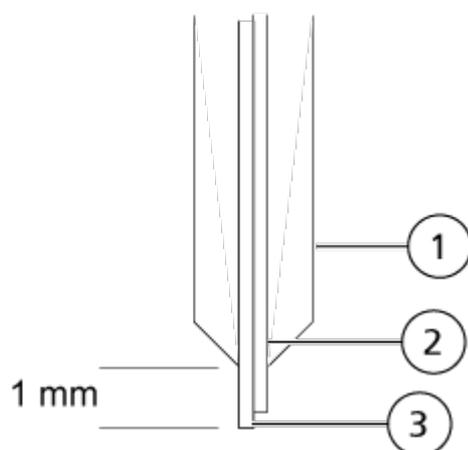
Nota: Para evitar a redução do desempenho do espectrômetro de massas, não borrife diretamente na abertura.

2. No software de controle, monitore o sinal ou a relação entre sinal e ruído dos analitos.
3. Use o micrômetro horizontal para ajustar a posição da sonda em pequenos incrementos para alcançar o melhor sinal ou a razão entre sinal e ruído.
4. Use o micrômetro vertical para ajustar a sonda em pequenos incrementos para alcançar o melhor sinal ou a razão entre sinal e ruído.
5. Ajuste a porca de ajuste do eletrodo preto na sonda para mover o tubo do eletrodo para dentro ou para fora da sonda (para ajustar a protusão).

Nota: A ponta do eletrodo deve se projetar entre 0,5 mm e 1,0 mm a partir da extremidade da sonda.

A configuração ideal para a ponta do eletrodo depende do composto. A distância até onde a ponta do eletrodo se projeta afeta o formato do cone do spray, e o formato do cone do spray afeta a sensibilidade do espectrômetro de massas.

Figura 4-3: Ajuste da extensão da ponta do eletrodo



Item	Descrição
1	Sonda gêmea

Item	Descrição
2	Eletrodo de calibração
3	Eletrodo da amostra

Otimizar a corrente do nebulizador

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

- Comece com o valor da corrente do nebulizador igual a 3 e aumente ou diminua para alcançar o melhor sinal ou relação entre sinal e ruído.

A corrente do nebulizador aplicada à agulha de descarga corona geralmente otimiza entre 1 μA e 5 μA em qualquer polaridade. Se não há alterações observadas no sinal quando a corrente é aumentada, então, deixe a corrente com o menor valor que proporciona o melhor sinal ou razão entre sinal e ruído.

Otimizar a temperatura da sonda APCI

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

- Ajuste a temperatura da fonte de íons em incrementos de 50 °C a 100 °C para alcançar o melhor sinal e a melhor relação entre sinal e ruído.

Dicas para otimização

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

- Use a temperatura mais alta possível da fonte de íons quando otimizar os compostos. Uma temperatura de 700 °C é comum para muitos compostos. Temperaturas altas ajudam a manter a fonte de íons limpa e a reduzir o ruído de fundo.
- Use o maior valor possível para a vazão do gás para a interface Curtain Gas que não sacrifique a sensibilidade. Isso ajuda a:
 - Evite a penetração do fluxo de gás para a interface Curtain Gas, que pode produzir um sinal ruidoso.
 - Prevenir a contaminação da entrada do espectrômetro de massas.
 - Aumentar a razão geral entre sinal e ruído.
- Ajuste a configuração do micrômetro horizontal para direcionar o spray líquido da sonda para longe da abertura para:
 - Prevenir a contaminação da entrada do espectrômetro de massas.
 - Evite a penetração do fluxo de gás na interface Curtain Gas, o que pode criar um sinal instável.

Otimização da fonte de íons

- Evitar curto-circuito devido à presença do líquido.

Para fazer isso, use o micrômetro vertical para mover a sonda para cima.

- Use a menor tensão possível da fonte de íons sem perder o sinal. No SCIEX OS, este é o campo **Spray voltage**. Concentre-se na razão entre sinal e ruído, não apenas no sinal.
- Para vazões maiores que 2 mL/min no modo APCI, equilibre o espectrômetro de massas antes de iniciar o fluxo do líquido, para se certificar de que a temperatura de nebulização foi atingida.

Manutenção da fonte de íons

5

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



AVISO! Risco de superfície quente. Antes de iniciar qualquer procedimento de manutenção, deixe a temperatura da fonte de íons Turbo V diminuir por pelo menos 30 minutos. Algumas superfícies da fonte de íons e da interface de vácuo aquecem durante a operação.



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



AVISO! Risco de produtos químicos tóxicos. Use o equipamento de proteção individual (EPI), incluindo jaleco, luvas e óculos de segurança, para evitar exposição dos olhos ou da pele.



AVISO! Risco de radiação ionizante, risco biológico ou produto químico tóxico. No caso de vazamento de produto químico, revise as fichas de dados de segurança quanto a instruções específicas. Certifique-se de que o sistema esteja em estado de espera antes de limpar um vazamento perto da fonte de íons. Use equipamento de proteção individual apropriado e lenços absorventes para conter o vazamento e os descarte seguindo as regulamentações locais.



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



AVISO! Risco de perfuração, risco de radiação ionizante, risco biológico ou risco de produto químico tóxico. Se a janela da fonte de íons estiver rachada ou quebrada, não use a fonte de íons. Entre em contato com um Funcionário de Serviço de Campo (FSE) da SCIEX. Qualquer material prejudicial ou tóxico introduzido no equipamento estará presente no produto de exaustão da fonte. A exaustão do equipamento deve ser ventilada da sala. Descarte os materiais cortantes seguindo os procedimentos de segurança laboratoriais estabelecidos.

CUIDADO: Danos potenciais ao sistema. Não levante ou mova a fonte de íons com uma mão. A fonte de íons é projetada para ser levantada ou movida usando duas mãos, uma em cada lateral da fonte de íons.

Manutenção da fonte de íons

Esta seção contém os procedimentos de manutenção geral para a fonte de íons. Para identificar com que frequência limpar e realizar a manutenção da fonte de íons, leve em conta o seguinte:

- Compostos testados
- Limpeza das amostras e técnicas de preparação de amostras
- Quantidade de tempo que uma sonda ociosa contém uma amostra
- Tempo total de análise do sistema

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

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

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

Materiais necessários

- Chave de boca de 1/4 pol.
- Chave de fenda
- Metanol grau LC-MS
- Água deionizada grau LC-MS
- Óculos de segurança
- Máscara de respiração e filtro
- Luvas sem talco, nitrílica ou de neoprene recomendadas
- Avental de laboratório

Cronograma de manutenção recomendado

A tabela a seguir fornece uma programação recomendada para limpeza e a manutenção da fonte de íons. Para obter uma lista de consumíveis e peças sobressalentes, consulte o documento: *Guia de peças e equipamentos*.

Dica! Realize as tarefas de manutenção regularmente para garantir o desempenho ideal do sistema.

Entre em contato com um Funcionário de Manutenção Qualificado (QMP) para solicitar peças consumíveis e requisitos de serviço e manutenção básicos. Entre em contato com um Engenheiro de Serviço de Campo (FSE) da SCIEX para saber sobre outras exigências de manutenção.

Nota: Para obter os números de peças, consulte o documento: *Guia de peças e equipamentos*.

Tabela 5-1: Tarefas de manutenção da fonte de íons

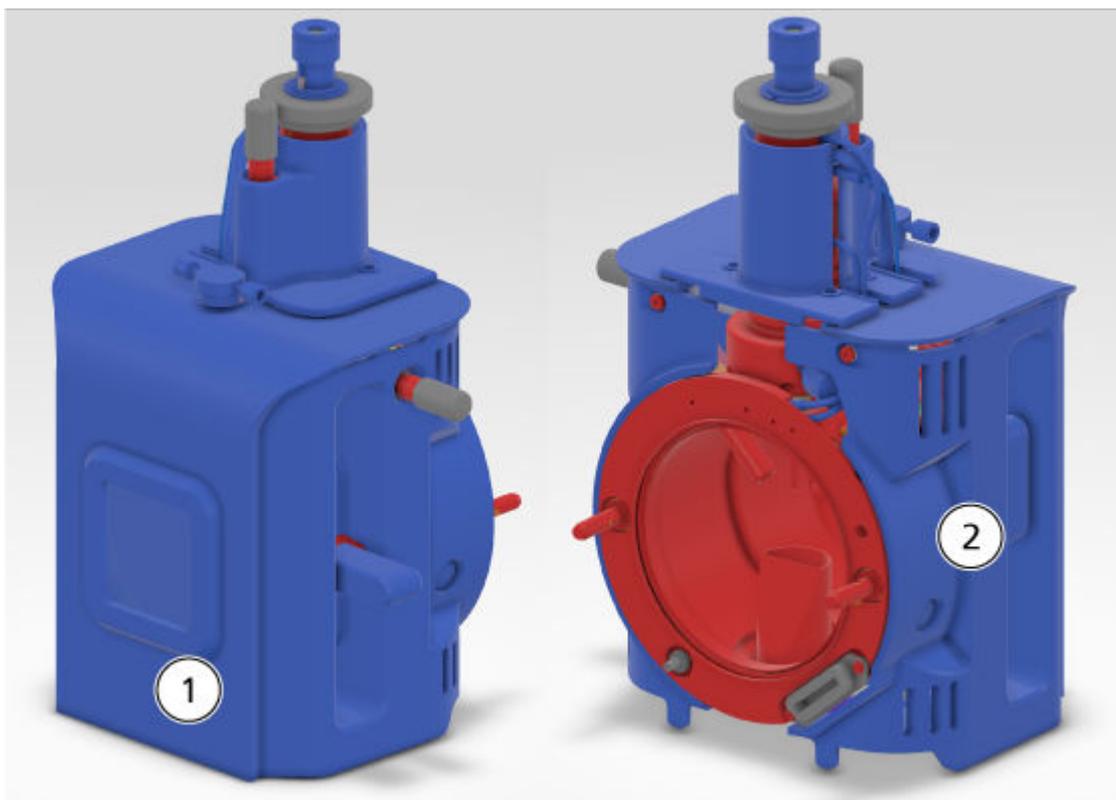
Componente	Frequência	Tarefa	Para obter mais informações
Sondas da fonte de íons	Conforme necessário	Examinar e substituir	Consulte a seção: Remover a sonda e Instalar a sonda .
Eletrodos para sondas ESI ou APCI	Conforme necessário	Examinar e substituir	Consulte a seção: Substituir os eletrodos gêmeos .
Agulha de descarga corona	Conforme necessário	Substituição	Consulte a seção: Substituir a agulha de descarga corona .
Aquecedor turbo	Conforme necessário	Substituição	Entre em contato com a QMP ou FSE local.
Tubulação de amostra	Conforme necessário	Substituição	Consulte a seção: Conectar o tubo da fonte de íons .

Manuseio da fonte de íons

As superfícies da fonte de íons aquecem durante a operação. A figura a seguir mostra as superfícies que estão mais frias (azul e cinza) e as superfícies que permanecem quentes por um período prolongado de tempo (vermelho). Não toque nas superfícies mostradas em vermelho ao usar ou remover a fonte de íons.

Manutenção da fonte de íons

Figura 5-1: Superfícies quentes da fonte de íons (vermelho=quente, cinza=morna, azul=manusear com cuidado)



Item	Descrição
1	Frente
2	Traseira

Remover a fonte de íons

Nota: O nitrogênio continuará a fluir a uma taxa de 9 L/min quando o espectrômetro de massas estiver ligado.

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

1. Interrompa quaisquer varreduras em andamento.
2. Desligue o fluxo de amostra.
3. Parar o CDS.
4. (SCIEX OS) Clique em **Standby** () no painel de status.

5. Aguarde pelo menos 30 minutos até que a fonte de íons esfrie.
6. Desconecte a porca do tubo de amostra da união de aterramento.
7. Desconecte o tubo de calibração da válvula de retenção.
8. Gire as duas travas da origem para cima até a posição de 12 horas para destravar a fonte de íons.
9. Puxe a fonte de íons delicadamente da interface a vácuo.

Nota: Tome cuidado para não perder os anéis de vedação instalados na interface de vácuo.

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

Limpe as superfícies da fonte de íons



AVISO! Risco de choque elétrico. Antes de iniciar este procedimento, remova a fonte de íons do espectrômetro de massas. Siga todas as práticas seguras necessárias para realização de trabalho em componentes elétricos.

Procedimentos de pré-requisito
<ul style="list-style-type: none">• Remover a fonte de íons.

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

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

Limpar a sonda

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

1. Altere para uma fase móvel que seja água/acetonitrila 1:1 ou água/metanol 1:1.
2. Ajuste a posição da sonda de forma que fique o mais longe possível do orifício.
3. No software de controle, faça o seguinte:
 - a. Crie um método MS.
 - b. Defina a temperatura da fonte de íons entre 500 ° C e 600 °C.
 - c. Ajuste o gás 1 da fonte de íons e o gás 2 da fonte de íons para, pelo menos, 40.
 - d. Defina a vazão do gás da interface Curtain Gas para a máxima configuração possível.
4. Espere até que o ponto temperatura seja atingido.

Manutenção da fonte de íons

5. Certifique-se que a sonda e o tubo de amostra são lavados completamente.

Remover a sonda



AVISO! Risco de choque elétrico. Antes de iniciar este procedimento, remova a fonte de íons do espectrômetro de massas. Siga todas as práticas seguras necessárias para realização de trabalho em componentes elétricos.

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

Procedimentos de pré-requisito

- [Remover a fonte de íons.](#)

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

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

Substituir os eletrodos gêmeos



AVISO! Risco de choque elétrico. Antes de iniciar este procedimento, remova a fonte de íons do espectrômetro de massas. Siga todas as práticas seguras necessárias para realização de trabalho em componentes elétricos.



AVISO! Risco de perfuração. Tome cuidado ao manusear o eletrodo. A ponta do eletrodo é extremamente afiada.

Procedimentos de pré-requisito

- [Remover a fonte de íons.](#)
- [Remover a sonda.](#)

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

Nota: Depois de trocar o eletrodo, avalie o efeito da mudança sobre o desempenho do sistema.

Este procedimento aplica-se às duas sondas.

1. Remova a porca de ajuste do eletrodo e remova os eletrodos gêmeos.
2. Instale os novos eletrodos gêmeos na sonda e aperte a porca de ajuste do eletrodo.
3. Instale a sonda. Consulte a seção: [Instalar a sonda](#).
4. Instale a fonte de íons no espectrômetro de massas. Consulte a seção: [Instalação da fonte de íons](#).
5. Conecte a tubulação de amostra. Consulte a seção: [Conectar o tubo da fonte de íons](#).
6. Conecte o tubo de calibração.
7. Ajuste a extensão da ponta do eletrodo. Consulte a seção: [Otimizar a posição da sonda gêmea de ESI](#) ou [Otimizar a posição da sonda APCI gêmea](#).

Substituir a agulha de descarga corona



AVISO! Risco de choque elétrico. Antes de iniciar este procedimento, remova a fonte de íons do espectrômetro de massas. Siga todas as práticas seguras necessárias para realização de trabalho em componentes elétricos.



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

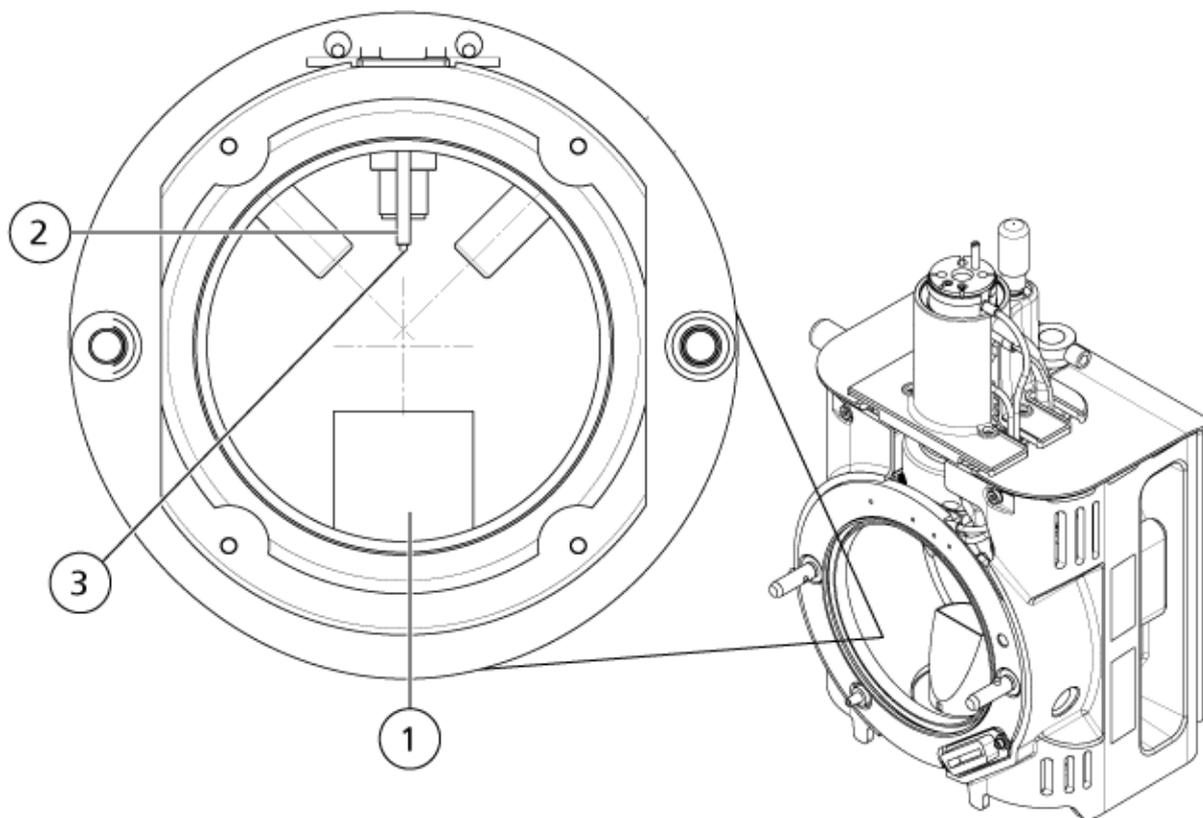
Procedimentos de pré-requisito

- [Remover a fonte de íons](#).
- [Remover a sonda](#).

Se a ponta da agulha de descarga corona for corroída, talvez fique difícil removê-la. Se não for possível removê-la, corte a ponta da agulha para removê-la e substitua a agulha de descarga corona.

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

Figura 5-2: Agulha de descarga corona



Item	Descrição
1	Chaminé de exaustão
2	Manga de cerâmica
3	Ponta da agulha da descarga corona

2. Enquanto segura o parafuso de ajuste da agulha de descarga corona entre o polegar e o dedo indicador e a agulha de descarga corona com a outra mão, gire a ponta da agulha da descarga corona no sentido anti-horário para afrouxar e, em seguida, remova com cuidado a ponta. Consulte a seção: [Componentes da fonte de íons](#).
3. Puxe gentilmente a agulha de descarga corona através da chaminé de exaustão para removê-la.
4. Insira o máximo possível da nova agulha através da chaminé de exaustão na manga de cerâmica.
5. Segurando uma nova ponta entre o polegar e o dedo indicador e o parafuso de ajuste da agulha de descarga corona com a outra mão, gire a ponta da agulha da descarga corona no sentido horário para instalar a ponta.
6. Insira a sonda e, em seguida, instale a fonte de íons no espectrômetro de massas. Consulte a seção: [Instalação da fonte de íons](#).

Substituir a tubulação de amostra



AVISO! Risco de choque elétrico. Antes de iniciar este procedimento, remova a fonte de íons do espectrômetro de massas. Siga todas as práticas seguras necessárias para realização de trabalho em componentes elétricos.

Nota: Para substituir a tubulação do calibrante, consulte o *Guia do usuário do sistema*.

Procedimentos de pré-requisito

- Pare o fluxo de amostra e certifique-se de que qualquer gás restante tenha sido removido por meio do sistema de exaustão da fonte.
- Remova a fonte de íons. Consulte a seção: [Remover a fonte de íons](#).

Use o seguinte procedimento para substituir a tubulação de amostra se estiver entupida.

1. Desconecte a tubulação de amostra da sonda e da união de aterramento.
2. Troque a tubulação de amostra por uma tubulação de comprimento adequado; corte-a com um cortador de tubo adequado. Consulte a seção: [Conectar o tubo da fonte de íons](#).
3. Instale a fonte de íons. Consulte a seção: [Instalação da fonte de íons](#).
4. Inicie o fluxo da amostra.

Armazenamento e manuseio



AVISO! Risco ambiental. Não descarte os componentes do sistema no lixo comum. Descarte os componentes corretamente de acordo com as regulamentações locais.

Os requerimentos ambientais para o armazenamento e o transporte da fonte de íons:

- Temperatura ambiente entre -30 C e $+60\text{ °C}$ (-22 °F e 140 °F)
- Pressão atmosférica entre 75 kPa e 101 kPa
- Umidade relativa não excedendo 99% , sem condensação

Resolução de problemas da fonte de íons

6

Sintoma	Causa possível	Ação corretiva
O software de controle reporta que o espectrômetro de massas entrou em estado de erro.	<ol style="list-style-type: none">1. A sonda não está instalada.2. A sonda não está conectada de maneira firme.	<ol style="list-style-type: none">1. Instale a sonda. Consulte a seção: Instalar a sonda.2. Reinstale a sonda:<ol style="list-style-type: none">a. Remova a sonda. Consulte a seção: Remover a sonda.b. Instale a sonda certificando-se de apertar o anel retentor de maneira firme. Consulte a seção: Instalar a sonda.
O spray não está uniforme.	O eletrodo está bloqueado.	Troque o eletrodo. Consulte a seção: Substituir os eletrodos gêmeos .
A temperatura da fonte de íons não é alcançada ou está muito alta ou instável.	O turboaquecedor está com defeito.	Entre em contato com o QMO ou FSE local.

Sintoma	Causa possível	Ação corretiva
A sensibilidade é reduzida.	<ol style="list-style-type: none"> Os componentes da interface (extremidade frontal) estão sujos. Vapor do solvente ou outros compostos desconhecidos estão presentes na região do analisador. O eletrodo mais curto não está se projetando para fora da sonda. 	<ol style="list-style-type: none"> Limpe os componentes da interface e, em seguida, instale a fonte de íons. Otimize a vazão do gás para a interface Curtain Gas. Consulte a seção: Otimização da fonte de íons. Ajuste a extensão da ponta do eletrodo. Consulte a seção: Otimizar a posição da sonda gêmea de ESI ou Otimize a posição da sonda APCI gêmea.
Durante os testes, a fonte de íons não atende às especificações.	<ol style="list-style-type: none"> A solução de teste não foi preparada corretamente. O espectrômetro de massas não passou nos testes de instalação. 	<ol style="list-style-type: none"> Confirme que a solução de teste foi preparada corretamente. Se o problema não for resolvido, contate a FSE para fazer os testes de instalação.

Resolução de problemas da fonte de íons

Sintoma	Causa possível	Ação corretiva
O ruído de fundo é alto.	<ol style="list-style-type: none">1. A temperatura da fonte de íons está muito alta.2. A fonte de íons está contaminada.	<ol style="list-style-type: none">1. Otimize a temperatura da fonte de íons.2. Otimize a vazão de gás do aquecedor.3. Limpe ou troque os componentes da fonte de íons, depois condicione a fonte de íons e a extremidade frontal:<ol style="list-style-type: none">a. Mova a sonda para a posição mais afastada da abertura (nas orientações vertical e horizontal).b. Certifique-se que o aquecedor de interface esteja ligado.c. Faça a infusão ou injete metanol/água 50:50 com uma vazão de bomba de 1 mL/min.d. No software de controle, defina a temperatura da fonte de íons para 650, gás 1 da fonte de íons para 60 e gás 2 da fonte de íons para 60.e. Defina a vazão do gás da interface Curtain Gas para 45 ou 50.f. Adquira dados durante pelo menos 2 horas ou, de preferência, durante

Resolução de problemas da fonte de íons

Sintoma	Causa possível	Ação corretiva
		a noite, para obter melhores resultados.
O desempenho da fonte de íons degradou.	<ol style="list-style-type: none"> 1. A sonda não está otimizada. 2. A amostra não foi preparada corretamente ou a amostra degradou. 3. As conexões de entrada da amostra estão vazando. 	<ol style="list-style-type: none"> 1. Otimize a sonda. Consulte a seção: Otimização da sonda ESI gêmea ou Otimização da sonda gêmea de APCI. 2. Certifique-se de que a amostra foi preparada corretamente. 3. Certifique-se de que os ajustes estão apertados e substitua-os se o vazamento continuar. Não aperte demais os ajustes. 4. Instale e otimize uma fonte de íons alternativa. Se o problema persistir, entre em contato com um FSE
Ocorrência de arco elétrico ou faíscas.	A posição da agulha de descarga corona está incorreta ou a ponta do eletrodo está danificada.	Gire a agulha de descarga corona em direção à placa da cortina e longe do vapor do gás aquecedor. Consulte a seção: Ajustar a posição da agulha de descarga corona .
O sinal do calibrante está baixo.	<ol style="list-style-type: none"> 1. O CDS não está conectado. 2. A tubulação do CDS está entupida. 	<ol style="list-style-type: none"> 1. Inspecione as conexões do CDS. 2. Inspecione a tubulação do calibrante quanto a entupimentos ou vazamentos.

Princípios de operação — Fonte de íons

A

Modo de ionização por electrospray

A sonda está localizada no centro entre os dois turboaquecedores, que estão localizados em um ângulo de 45 graus de cada lado da sonda. A combinação do spray e do gás seco aquecido dos aquecedores turbo é projetada em um ângulo de 90 graus em relação à abertura na placa de cortina.

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

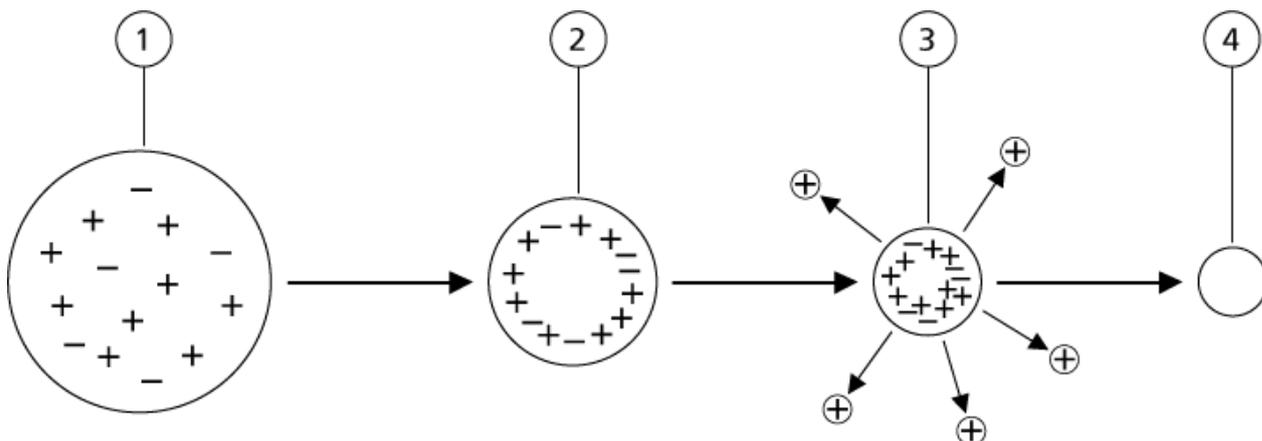
A interação de **Spray voltage** e do aquecedor turbo ajuda a concentrar o fluxo e aumenta a taxa de evaporação da gotícula, resultando em um sinal de íon aumentado. O gás aquecido aumenta a eficiência da evaporação de íons, resultando em mais sensibilidade e capacidade de manusear vazões mais altas de amostra líquida.

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

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

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

Figura A-1: Evaporação do Íon



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

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

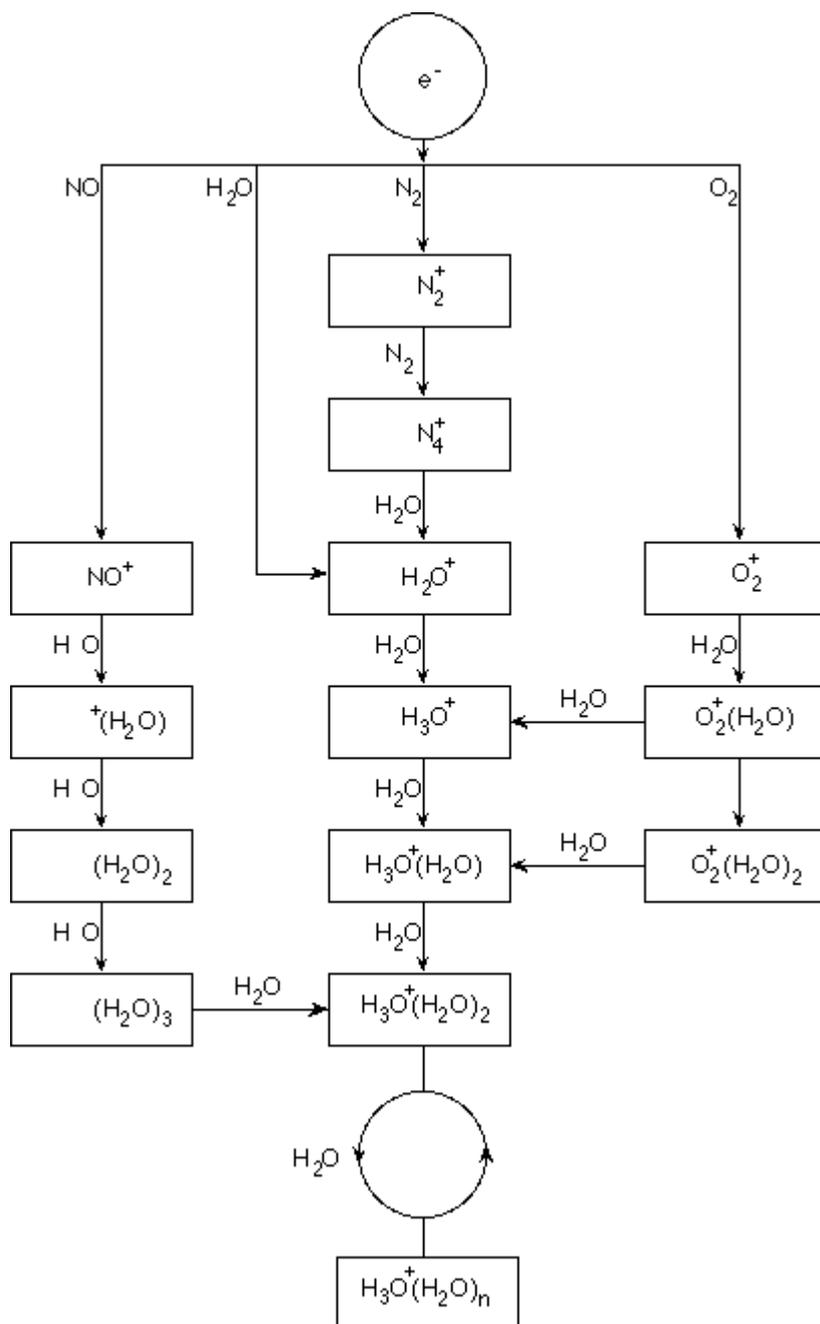
Como as energias de solvatação para a maioria das moléculas orgânicas são desconhecidas, as sensibilidades de qualquer íon orgânico evaporado são difíceis de prever. A importância da energia de solvatação é evidente uma vez que os surfactantes que se concentram na superfície de um líquido podem ser detectados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

Modo APCI

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

A figura a seguir mostra o fluxo de reação do processo APCI para íons positivos reagentes, o próton hidrata, $\text{H}_3\text{O}^+[\text{H}_2\text{O}]_n$.

Figura A-2: Fluxograma de reação por APCI



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

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

decomposição térmica mínima. O processo de vaporização preserva a identidade molecular da amostra.

A amostra gasosa e as moléculas do solvente passam para o compartimento da fonte de íons onde a ionização APCI é induzida por uma agulha de descarga corona conectada à extremidade do tubo. As moléculas da amostra são ionizadas pela colisão com os íons do reagente que são criados a partir da ionização das moléculas do solvente da fase móvel. As moléculas do solvente vaporizado ionizam até produzir os íons reagentes $[X+H]^+$ na polaridade Positiva e $[X-H]^-$ na polaridade Negativa. Consulte a figura: [Figura A-3](#). São esses íons reagentes que produzem íons da amostra estáveis quando colidem com as moléculas da amostra.

Figura A-3: Ionização química por pressão atmosférica

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

x = moléculas do solvente; M = moléculas da amostra

As moléculas da amostra são ionizadas por meio de um processo de transferência do próton na polaridade Positiva e tanto pela transferência do elétron ou transferência do próton na polaridade Negativa. A energia para o processo de ionização APCI é predominantemente por colisão por causa da pressão atmosférica relativamente elevada da fonte de íon.

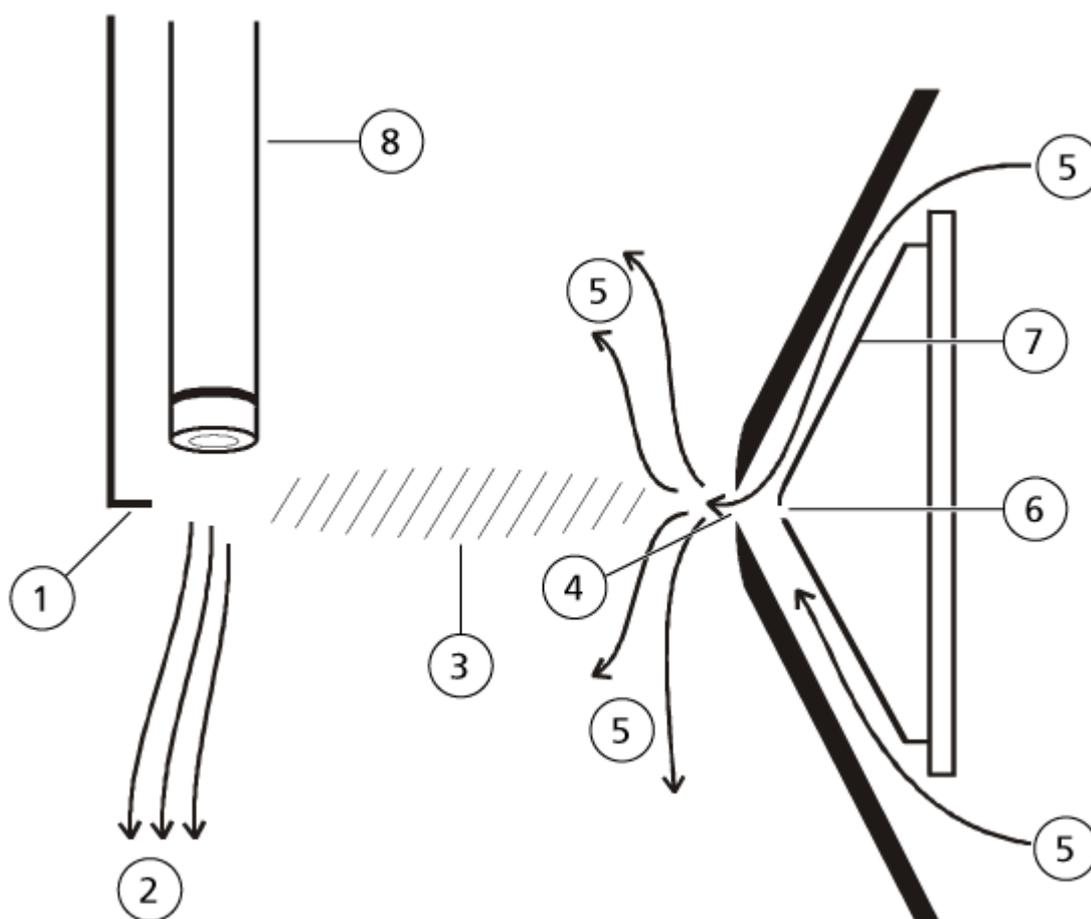
Para aplicações de fase reversa, os íons reagentes consistem de moléculas de solvente protonado na polaridade Positiva e íons de oxigênio solvatados na polaridade Negativa. Com termodinâmicas favoráveis, a adição de modificadores altera a composição do íon. Por exemplo, a adição de tampões de acetato ou modificadores podem tornar o íon de acetato $[CH_3COO]^-$ o reagente principal na polaridade Negativa. Os modificadores de amônia podem tornar a amônia protonada $[NH_4]^+$ o reagente principal na polaridade Positiva.

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

Região de ionização por APCI

A figura a seguir mostra a posição geral da reação íon-molécula da sonda APCIgêmea. As linhas inclinadas mostram a região de reação entre a descarga corona até a entrada do espectrômetro de massas. Uma corrente de íons de descarga corona é criada como um resultado de um campo elétrico entre a agulha de descarga e da placa do gás de cortina. Íons primários, por exemplo N_2^+ e O_2^+ , são criados pela perda de elétrons originados no plasma nas proximidades imediatas da ponta da agulha de descarga. A energia dos elétrons é moderada por um número de colisões com as moléculas de gás antes de atingir uma determinada energia, onde a sua seção transversal de ionização eficaz lhes permite ionizar moléculas neutras de forma eficiente.

Figura A-4: Região de ionização por APCI



Item	Descrição
1	Ponta da agulha de descarga
2	Fluxo da amostra
3	Reator sem paredes
4	Abertura da Curtain Plate

Item	Descrição
5	Gás para a interface Curtain Gas
6	Orifício
7	Placa do orifício
8	Tubo de cerâmica

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

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

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

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

Parâmetros e tensões da fonte

B

Parâmetros da sonda gêmea de ESI

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

Tabela B-1: Otimização de parâmetro da sonda gêmea de ESI

Parâmetros	Valores típicos			Faixa operacional
	Baixa	Média	Alta	
Vazão LC	5 µL/min a 50 µL/min	200 µL/min	1.000 µL/min	De 5 µL/min a 3.000 µL/min
Gás 1 da fonte de íons (gás nebulizador)	20 psi a 40 psi	40 psi a 60 psi	40 psi a 60 psi	De 0 psi a 90 psi
Gás 2 da fonte de íons (gás aquecedor)	0 psi	50 psi	50 psi	De 0 psi a 90 psi
Spray voltage	5500 V	5500 V	5500 V	5500 V
Gás para a interface Curtain Gas	25 psi	25 psi	25 psi	De 25 psi a 50 psi
Temperatura da fonte de íons ¹	Ambiente até 200 °C	200 °C a 650 °C	De 400 °C a 750 °C	Até 750 °C
Potencial de desagregação (DP) ²	Positivo: 70 V Negativo: -70 V	Positivo: 70 V Negativo: -70 V	Positivo: 100 V Negativo: -100 V	Positivo: de 0 V a 400 V Negativo: -400 V a 0 V
Ajuste do micrômetro vertical da sonda	7 a 10	2 a 5	0 a 2	0 a 13
Ajuste do micrômetro horizontal da sonda	4 a 6	4 a 6	4 a 6	0 a 10

¹ Os valores da temperatura dependem do composto e da composição da fase móvel. Conteúdo mais aquoso requer uma temperatura mais alta. Zero (0) significa que nenhuma temperatura é aplicada.

² Os valores DP dependem do composto.

Parâmetros da sonda APCI

Tabela B-2: Otimização do parâmetro para a sonda APCI

Parâmetro	Valor típico	Faixa operacional
Vazão LC	1.000 µL/min	De 200 µL/min a 3.000 µL/min
A fonte de íons gás 1 (gás nebulizador)	30 psi	De 0 psi a 90 psi
Gás para a interface Curtain Gas	25 psi	De 25 psi a 50 psi
Temperatura da fonte de íons ³	400 °C	De 100 °C a 750 °C
Corrente do nebulizador	Positivo: 3 µA Negativo: -3 µA	Positivo: 0 mA a 5 µA Negativo: -5 mA a 0 µA
Potencial de desagregação (DP)	Positivo: 60 V Negativo: -60 V	Positivo: de 0 V a 300 V Negativo: de -300 V a 0 V
Ajuste do micrômetro vertical da sonda	4	Escala 0 a 13

Descrições dos Parâmetros

Tabela B-3: Parâmetros Fonte Dependentes

Parâmetro	Descrição
Gás 1 da fonte de íons	Controla o gás nebulizador das sondas ESI gêmea e APCI gêmea. Consulte a seção: Princípios de operação — Fonte de íons .
Gás 2 da fonte de íons	Controla o gás do aquecedor da sonda ESI . A melhor sensibilidade é alcançada quando a combinação de temperatura e vazão do gás do aquecedor faz com que o solvente da LC alcance um ponto em que esteja quase completamente vaporizado. Para otimizar o gás 2 da fonte de íons, aumente o fluxo para obter melhor sinal ou razão entre sinal e ruído se ocorrer um aumento significativo no ruído de fundo. Um fluxo de gás muito elevado pode produzir um sinal ruidoso ou instável. Consulte a seção: Princípios de operação — Fonte de íons .

³ Os valores da temperatura dependem do composto.

Parâmetros e tensões da fonte

Tabela B-3: Parâmetros Fonte Dependentes (continuação)

Parâmetro	Descrição
Gás cortina	<p>Controla a vazão do gás para a interface Curtain Gas. A interface Curtain Gas situa-se entre a placa da cortina e o orifício. Ela evita que o ar do ambiente e as gotículas de solvente entrem e contaminem a óptica iônica, enquanto permite a direção dos íons da amostra na câmara a vácuo por campos elétricos gerados entre a interface a vácuo e a agulha de pulverização. A contaminação de entrada de íons reduz a transmissão de Q0, estabilidade e sensibilidade, e aumenta o ruído de fundo.</p> <p>Mantenha a vazão do gás da interface Curtain Gas o mais alta possível sem perder a sensibilidade.</p>
Temperatura da fonte de íons	<p>Controla o calor aplicado à amostra para vaporizá-la. A temperatura ideal da fonte de íons é a temperatura mais baixa em que a amostra é vaporizada completamente.</p> <p>Otimize em incrementos de 50 °C.</p>
Temperatura da fonte de íons (fonte ESI)	<p>Controla a temperatura do gás do aquecedor na sonda ESI .</p> <p>A melhor sensibilidade é alcançada quando a combinação entre temperatura e vazão do gás 2 da fonte de íons faz com que o solvente da LC alcance um ponto em que esteja quase completamente vaporizado.</p> <p>Conforme o teor orgânico do solvente aumenta, a temperatura ideal da sonda diminui. Com solventes consistindo em 100% de metanol ou acetonitrila, o desempenho da sonda pode ser otimizado em temperatura tão baixa quanto 300 °C. Solventes aquosos consistindo em 100% de água em fluxos de aproximadamente 1.000 µL/min requerem uma temperatura da sonda de 750 °C.</p> <p>Se a temperatura da fonte de íons definida for muito baixa, então a vaporização ficará incompleta e extensa, e gotículas visíveis serão expelidas no compartimento da fonte de íons.</p> <p>Se a temperatura da fonte de íons definida for muito alta, o solvente poderá vaporizar prematuramente na ponta da sonda, especialmente se a sonda estiver definida com valor muito baixo (de 5 a 13).</p>

Tabela B-3: Parâmetros Fonte Dependentes (continuação)

Parâmetro	Descrição
Temperatura da fonte de íons (sonda APCI probe)	<p>Controla a temperatura da sonda APCI.</p> <p>Conforme o teor orgânico do solvente aumenta, a temperatura ótima da sonda deve diminuir. Com solventes consistindo em 100% de metanol ou acetonitrila, o desempenho da sonda pode otimizar em temperaturas tão baixas quanto 400 °C nas vazões de 1.000 µL/min. Solventes aquosos consistindo em 100% de água definidos em fluxos de aproximadamente 2.000 µL/min requerem uma temperatura mínima da sonda de 700 °C.</p> <p>Se a temperatura da fonte de íons definida for muito baixa, então a vaporização ficará incompleta e extensa, e gotículas visíveis serão expelidas no compartimento da fonte de íons.</p> <p>Se a temperatura da fonte de íons definida for muito alta, ocorrerá degradação térmica da amostra.</p>
Corrente do nebulizador	<p>Controla a corrente aplicada à agulha da descarga corona na sonda APCI. A descarga ioniza as moléculas do solvente, que por sua vez ionizam as moléculas da amostra. Para a sonda APCI, a corrente aplicada à agulha de descarga corona geralmente é otimizada sobre um amplo intervalo de cerca de 1 µA a 5 µA na polaridade positiva. Para otimizar, inicie em um valor de 1 e aumente para alcançar o melhor sinal ou relação entre sinal e ruído. Se, ao aumentar a corrente, nenhuma alteração for observada no sinal, então deixe a corrente na configuração mais baixa, que proporciona a melhor sensibilidade, por exemplo, 2 µA.</p>
Tensão da fonte de íons	<p>controla a tensão aplicada ao vaporizador na sonda ESI, que ioniza a amostra na fonte de íons. O valor do parâmetro depende da polaridade e afeta a estabilidade de pulverização e a sensibilidade.</p>
Aquecedor de interface	<p>Ative e desative o aquecedor da interface. Aquecer a interface ajuda a maximizar o sinal de íon e evita a contaminação da óptica iônica. A menos que o composto que o usuário está analisando seja extremamente frágil, recomendamos que o usuário aqueça a interface.</p>

Posição da sonda

A posição da sonda pode afetar a sensibilidade durante a análise. Para mais informações sobre como otimizar a posição da sonda, consulte a seção: [Otimização da fonte de íons](#).

Composição do solvente

A concentração padrão de formiato de amônio ou acetato de amônio é de 2 mmol/L a 10 mmol/L para íons positivos e 2 mmol/L a 50 mmol/L de íons negativos. A concentração

Parâmetros e tensões da fonte

dos ácidos orgânicos é de 0,1% a 0,5% por volume na sonda ESI gêmea e de 0,1% a 1,0% por volume para a sonda APCI gêmea.

Solventes comumente usados são:

- Acetonitrila
- Metanol
- Propanol
- Água

Modificadores comumente usados são:

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

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

- Trietilamina (TEA)
- Fosfato sódico
- Ácido trifluoroacético (TFA)
- Dodecil sulfato de sódio

Glossário de símbolos

C

Nota: Nem todos os símbolos indicados na tabela a seguir são aplicáveis a todos os instrumentos.

Símbolo	Descrição
	Marca de conformidade regulatória da Austrália. Indica que o produto está em conformidade com os requisitos de segurança elétrica e de EMC da Australian Communications Media Authority (ACMA).
	Corrente alternada
A	Amperes (corrente)
	Risco de asfixia
	Representante autorizado na comunidade europeia
	Risco biológico
	Marcação CE de conformidade
	Marcação cCSAus. Indica certificação de segurança elétrica para o Canadá e para os EUA.
	Número do catálogo
	Cuidado. Consulte as instruções para obter informações sobre um possível perigo. Nota: Na documentação SCIEX, este símbolo identificar um risco de lesão pessoal.

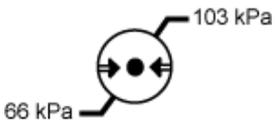
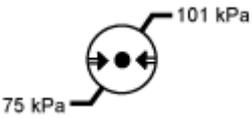
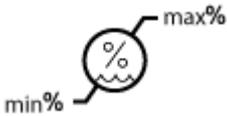
Glossário de símbolos

Símbolo	Descrição
	Rótulo sobre cuidados de Restrição de Substâncias Perigosas (RoHS) na China. O produto eletrônico de informação contém certas substâncias tóxicas ou perigosas. O número do meio refere-se à data do Período de Uso Ecologicamente Correto (EFUP) e indica o número de anos-calendário que o produto pode permanecer em operação. No vencimento do EFUP, o produto precisa ser imediatamente reciclado. As setas em círculo mostram que o produto é reciclável. O código de data no rótulo ou no produto indica a data de fabricação.
	Logotipo RoHS na China. O dispositivo não contém substâncias nem elementos tóxicos ou perigosos acima dos valores máximos de concentração e é um produto ecologicamente correto que pode ser reciclado e reutilizado.
	Consulte as instruções de uso.
	Risco de esmagamento
	Marca cTUVus para a TÜV Rheinland of North America
	O símbolo de matriz de dados, que pode ser escaneado por um leitor de código de barras para obter um identificador de dispositivo exclusivo (UDI)
	Risco ambiental
	Conexão com Ethernet
	Risco de explosão
	Perigo de lesão no olho

Símbolo	Descrição
	Risco de incêndio
	Risco de produtos químicos inflamáveis
	Frágil
	Fusível
Hz	Hertz
	Símbolo de segurança internacional "Cuidado, risco de choque elétrico" (ISO 3864), também conhecido como símbolo de Alta tensão. Se a tampa principal precisar ser removida, entre em contato com um representante da SCIEX para evitar choque elétrico.
	Risco de superfície quente
	Dispositivo de diagnóstico in vitro
	Risco de radiação por ionização
	Mantenha seco. Não exponha à chuva. A umidade relativa não deve exceder 99%.
	Mantenha na posição vertical.

Glossário de símbolos

Símbolo	Descrição
	Perigo de dilaceramento/corte
	Risco de radiação por laser
	Risco de suspensão
	Risco magnético
	Fabricante
	Risco para peças móveis
	Perigo de marcapasso. Proibido acesso a pessoas com marcapasso.
	Risco de compressão
	Risco de gás pressurizado
	Condutor terra de proteção (aterramento)
	Risco de perfuração
	Risco de reações químicas

Símbolo	Descrição
	Número de série
	Risco de produtos químicos tóxicos
	Transporte e armazene o sistema entre 66 kPa e 103 kPa.
	Transporte e armazene o sistema entre 75 kPa e 101 kPa.
	Transporte e armazene o sistema entre os níveis mínimo (mín.) e máximo (máx.) especificados de umidade relativa, sem condensação.
	Transporte e armazene o sistema entre -30 °C e +45 °C.
	Transporte e armazene o sistema entre -30 °C e +60 °C.
	Conexão USB 2.0
	Conexão USB 3.0
	Risco de radiação ultravioleta
	Marca de avaliação de conformidade do Reino Unido
UKRP	Pessoa Responsável no Reino Unido
VA	Volt Ampere (potência aparente)
V	Volts (voltagem)

Glossário de símbolos

Símbolo	Descrição
	REEE. Não descarte o equipamento no lixo comum não seletivo. Risco ambiental
W	Watts (potência)
	<i>aaaa-mm-dd</i> Data de fabricação

Entre em contato conosco

Treinamento do consumidor

- Na América do Norte: NA.CustomerTraining@sciex.com
- Na Europa: Europe.CustomerTraining@sciex.com
- Fora da União Europeia e da América do Norte, visite sciex.com/education para obter informações de contato.

Centro de aprendizagem online

- [SCIEX Now Learning Hub](#)

Suporte da SCIEX

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

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

Segurança cibernética

Para obter informações sobre as orientações mais recentes sobre cibersegurança para produtos da SCIEX, visite sciex.com/productsecurity.

Documentação

Esta versão substitui todas as versões anteriores deste documento.

Para encontrar a documentação do software, consulte as notas de versão do software ou o guia de instalação do software que o acompanha.

Para encontrar a documentação do produto de hardware, consulte a documentação que acompanha o sistema ou o componente.

As versões mais recentes da documentação estão disponíveis no site da SCIEX, em sciex.com/customer-documents.

Nota: Para solicitar uma versão impressa gratuita, entre em contato com sciex.com/contact-us.
