

Sorgente di ionizzazione Turbo V™

per sistemi SCIEX QTOF e ZenoTOF™

Guida per l'operatore



Questo documento viene fornito ai clienti che hanno acquistato apparecchiature SCIEX come guida all'utilizzo e al funzionamento delle stesse. Questo documento è protetto da copyright e qualsiasi riproduzione, parziale o totale, dei suoi contenuti è severamente vietata, a meno che SCIEX non abbia autorizzato per iscritto diversamente.

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

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

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

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

I marchi e/o i marchi registrati menzionati nel presente documento, inclusi i loghi associati, sono di proprietà di AB Sciex Pte. Ltd., o dei rispettivi proprietari, negli Stati Uniti e/o in altri Paesi.

AB SCIEX™ è utilizzato su licenza.

© 2020 DH Tech. Dev. Pte. Ltd.



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

Contenuto

1 Precauzioni operative e limitazioni.....	5
Precauzioni operative e pericoli.....	5
Precauzioni chimiche.....	6
Fluidi approvati per il sistema.....	7
Condizioni di laboratorio.....	8
Condizioni ambientali sicure.....	8
Specifiche delle prestazioni.....	9
Uso e modifiche dell'apparecchiatura.....	9
2 Panoramica della sorgente di ionizzazione.....	11
Modalità di ionizzazione.....	11
Modalità ESI.....	11
Modalità APCI.....	11
Componenti della sorgente di ionizzazione.....	12
Sonde.....	13
Sonda ESI doppia.....	14
Sonda APCI doppia.....	14
Collegamenti dell'elettricità e del gas.....	15
Circuito di sensing della sorgente di ionizzazione.....	15
Sistema di scarico della sorgente.....	16
3 Installazione della sorgente di ionizzazione.....	18
Preparazione per l'installazione.....	18
Installazione della sonda.....	19
Collegamento del tubo della sorgente di ionizzazione.....	20
Installazione della sorgente di ionizzazione sullo spettrometro di massa.....	20
Requisiti per il sistema di introduzione del campione.....	22
Verifica di eventuali perdite.....	22
4 Ottimizzazione della sorgente di ionizzazione.....	23
Introduzione del campione.....	24
Metodo.....	24
Velocità di flusso.....	24
Ottimizzazione della sonda.....	24
Velocità di flusso e temperatura della sorgente di ionizzazione.....	25
Impostazione del sistema.....	25
Preparazione del sistema.....	25
Impostazione delle condizioni iniziali.....	26
Ottimizzazione della posizione della sonda ESI doppia.....	26
Ottimizzazione della sorgente, dei parametri del gas e del voltaggio.....	28
Ottimizzazione della temperatura del riscaldatore turbo.....	28
Ottimizzazione della sonda APCI doppia.....	29
Impostazione del sistema.....	30
Preparazione del sistema.....	30

Contenuto

Impostazione delle condizioni iniziali.....	30
Ottimizzazione della sorgente e dei parametri del gas.....	30
Regolazione della posizione dell'ago di scarica a corona.....	31
Ottimizzazione della posizione della sonda doppia APCI.....	31
Ottimizzazione della corrente del nebulizzatore.....	33
Ottimizzazione della temperatura della sonda APCI.....	34
Suggerimenti per l'ottimizzazione.....	34
5 Manutenzione della sorgente di ionizzazione.....	35
Programma di manutenzione consigliato.....	37
Manipolazione della sorgente di ionizzazione.....	38
Rimuovere la sorgente di ionizzazione.....	39
Pulizia delle superfici della sorgente di ionizzazione.....	39
Pulizia della sonde.....	40
Rimozione della sonda.....	40
Sostituzione degli elettrodi doppi.....	41
Sostituzione dell'ago di scarica a corona.....	42
Sostituzione del tubo del campionamento.....	44
Stoccaggio e manipolazione.....	44
6 Risoluzione dei problemi della sorgente di ionizzazione.....	45
A Principi di funzionamento - Sorgente di ionizzazione.....	49
Modalità di ionizzazione elettrospray.....	49
Modalità APCI.....	50
Regione di ionizzazione APCI.....	53
B Parametri e voltaggi della sorgente.....	56
Parametri della sonda ESI doppia.....	56
Parametri della sonda APCI doppia.....	57
Descrizione dei parametri.....	58
Posizione della sonda.....	60
Composizione dei solventi.....	60
C Glossario dei simboli.....	62
Contatti.....	67
Formazione dei clienti.....	67
Centro di istruzione online.....	67
Assistenza SCIEX.....	67
Sicurezza informatica.....	67
Documentazione.....	67

Precauzioni operative e limitazioni

1

Nota: prima di azionare il sistema, leggere attentamente tutte le sezioni di questa guida.

Questa sezione contiene informazioni generali relative alla sicurezza. Descrive anche i potenziali rischi e le relative avvertenze per il sistema, nonché le precauzioni che devono essere prese per ridurre al minimo i rischi.

Oltre alla presente sezione, fare riferimento al [Glossario dei simboli](#) per ulteriori informazioni sui simboli e le convenzioni utilizzate nell'ambiente di laboratorio, sul sistema e nella documentazione.

Precauzioni operative e pericoli

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



AVVERTENZA! Pericolo di contaminazione da radiazioni ionizzanti, rischio biologico o pericolo di esposizione ad agenti chimici tossici. Non utilizzare la sorgente di ionizzazione se non si è in possesso delle conoscenze e della formazione necessarie riguardo l'utilizzo, il contenimento e l'evacuazione dei materiali tossici o nocivi utilizzati con la sorgente di ionizzazione.



AVVERTENZA! Pericolo di superfici calde. Lasciare raffreddare la sorgente di ionizzazione Turbo V™ per almeno 30 minuti prima di iniziare qualsiasi procedura di manutenzione. Alcune superfici della sorgente di ionizzazione e dell'interfaccia di vuoto raggiungono temperature considerevoli durante il funzionamento.



AVVERTENZA! Pericolo di perforazione, pericolo di contaminazione da radiazioni ionizzanti, rischio biologico o pericolo di esposizione ad agenti chimici tossici. Interrompere l'uso della sorgente di ionizzazione se la finestra della sorgente stessa risulta crepata o rotta, quindi contattare un responsabile dell'assistenza tecnica (FSE) di SCIEX. Qualsiasi materiale tossico o nocivo introdotto nell'apparecchiatura sarà presente nel sistema di scarico della sorgente. Gli scarichi rilasciati dall'apparecchiatura devono essere fatti fuoriuscire dalla stanza. Smaltire gli oggetti taglienti seguendo le procedure di sicurezza previste dal laboratorio.

Precauzioni operative e limitazioni



AVVERTENZA! Pericolo di esposizione ad agenti chimici tossici. Indossare dispositivi di protezione individuale, inclusi camice da laboratorio, guanti e occhiali di sicurezza, per proteggere dall'esposizione gli occhi e la pelle.



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



AVVERTENZA! Pericolo ambientale. Non smaltire i componenti del sistema nei rifiuti urbani indifferenziati. Per lo smaltimento dei componenti, seguire le normative locali.



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

Precauzioni chimiche



AVVERTENZA! Pericolo di contaminazione da radiazioni ionizzanti, rischio biologico o pericolo di esposizione ad agenti chimici tossici. Determinare se sia necessaria la decontaminazione prima di effettuare la pulizia o la manutenzione. Il cliente deve eseguire la decontaminazione del sistema prima della pulizia o della manutenzione se sono stati usati materiali radioattivi, agenti biologici o agenti chimici tossici con il sistema.



AVVERTENZA! Pericolo ambientale. Non smaltire i componenti del sistema nei rifiuti urbani indifferenziati. Per lo smaltimento dei componenti, seguire le normative locali.



AVVERTENZA! Rischio biologico o pericolo di esposizione ad agenti chimici tossici. Per prevenire le perdite, collegare correttamente il tubo di scarico allo spettrometro di massa e al contenitore di scarico della sorgente.

- Determinare quali prodotti chimici sono stati usati nel sistema prima di effettuare la manutenzione o interventi di assistenza. Fare riferimento alla *Scheda di sicurezza* per le precauzioni in termini di salute e sicurezza che devono essere prese quando si trattano prodotti chimici. Vedere il *Certificato di analisi* per informazioni sulla conservazione. Per trovare una *Scheda di sicurezza* o un *Certificato di analisi* SCIEX, visitare il sito sciex.com/tech-regulatory.
- Indossare sempre i dispositivi di protezione individuale assegnati, inclusi guanti non talcati, occhiali di sicurezza e camice da laboratorio.

Nota: Si raccomandano guanti in nitrile o neoprene.

- Lavorare in un ambiente ben ventilato o utilizzare una cappa aspirante.
- Evitare le potenziali fonti di scintille quando si lavora coi materiali infiammabili, come alcool isopropilico, metanolo e altri solventi infiammabili.
- Fare attenzione nell'uso e nello smaltimento di qualunque prodotto chimico. Sussiste il rischio di infortunio se le procedure corrette per il trattamento e lo smaltimento dei materiali chimici non sono rispettate.
- Evitare il contatto dei prodotti chimici con la pelle durante la pulizia e lavare le mani dopo l'uso.
- Assicurarsi che tutti i tubi di scarico siano collegati correttamente e che tutti i collegamenti funzionino come previsto.
- Raccogliere tutti i liquidi utilizzati e smaltirli come rifiuti pericolosi.
- Operare in conformità a tutte le normative locali per lo stoccaggio, il trattamento e lo smaltimento dei materiali radioattivi, tossici o a rischio biologico.

Fluidi approvati per il sistema

I seguenti fluidi possono essere impiegati in sicurezza nel sistema.

ATTENZIONE: Rischio di danni al sistema. Non utilizzare altri fluidi prima di aver ricevuto conferma da SCIEX che non comportino alcun rischio. Questo non è un elenco esaustivo.

Nota: utilizzare solo solventi di grado LC-MS nuovi e appena preparati o i migliori per le fasi mobili LC.

Precauzioni operative e limitazioni

- **Solventi organici**
 - Acetonitrile per LC-MS, fino al 100%
 - Metanolo per LC-MS, fino al 100%
 - Isopropanolo per LC-MS, fino al 100%
 - Acqua per LC-MS o di grado superiore, fino al 100%
 - Tetraidrofurano, fino al 100%
 - Toluene e altri solventi aromatici, fino al 100%
 - Esani, fino al 100%
- **Tamponi**
 - Acetato d'ammonio, meno dell'1%
 - Formiato d'ammonio, meno dell'1%
 - Fosfato, meno dell'1%
- **Acidi e basi**
 - Acido formico, meno dell'1%
 - Acido acetico, meno dell'1%
 - Acido trifluoroacetico (TFA), meno dell'1%
 - Acido eptafluorobutirrico (HFBA), meno dell'1%
 - Ammoniaca/idrossido di ammonio, meno dell'1%
 - Acido fosforico, meno dell'1%
 - Trimetilammina, meno dell'1%
 - Trietilammina, meno dell'1%

Condizioni di laboratorio

Condizioni ambientali sicure

Il sistema è progettato per funzionare in modo sicuro nelle seguenti condizioni:

- In ambienti chiusi
- Altitudine: fino a 2.000 m (6.560 piedi) sopra il livello del mare
- Temperatura ambiente: da 5 °C (41 °F) a 40 °C (104 °F)
- Umidità relativa: dal 20% all'80%, senza formazione di condensa.
- Fluttuazioni della tensione di alimentazione di rete: $\pm 10\%$ della tensione nominale
- Sovratensioni transitorie: fino ai livelli di categoria di sovratensione II
- Sovratensioni temporanee sull'alimentazione di rete

- Grado di inquinamento: 2

Specifiche delle prestazioni

Il sistema è progettato in modo da soddisfare le specifiche nelle seguenti condizioni:

- Temperatura ambiente da 15 °C a 30 °C (da 59 °F a 86 °F)
Col tempo la temperatura deve rimanere entro una gamma di 2 °C (3,6 °F), con una variazione di temperatura non superiore ai 2 °C (3,6 °F) all'ora. Le oscillazioni di temperatura ambiente che superano i limiti potrebbero causare cambiamenti di massa nello spettro.
- Umidità relativa dal 20% all'80%, senza condensa

Uso e modifiche dell'apparecchiatura



AVVERTENZA! Pericolo di scosse elettriche. Non rimuovere le coperture, poiché ciò potrebbe provocare lesioni o malfunzionamenti del sistema. Non è necessario rimuovere le coperture per eseguire gli interventi di regolazione, ispezione o manutenzione di routine. Se le riparazioni necessarie richiedono la rimozione delle coperture, rivolgersi a un responsabile dell'assistenza tecnica (FSE) SCIEX.



AVVERTENZA! Rischio di lesioni personali. Utilizzare solo parti consigliate da SCIEX. L'uso di parti non consigliate da SCIEX o per scopi diversi da quelli previsti può mettere a rischio l'utente o avere un impatto negativo sulle prestazioni del sistema.



AVVERTENZA! Pericolo di sollevamento. Utilizzare un dispositivo di sollevamento meccanico per sollevare e spostare lo spettrometro di massa. Se è necessario spostare lo spettrometro di massa manualmente, servono almeno 11 persone per spostare il sistema in sicurezza. Attenersi alle procedure in vigore per eseguire i sollevamenti in sicurezza. Si consiglia l'uso di un servizio di movimentazione professionale. Fare riferimento alla *Guida alla pianificazione del sito* per controllare i pesi dei componenti del sistema.



AVVERTENZA! Pericolo di schiacciamento. Indossare calzature antinfortunistiche quando si spostano gli oggetti pesanti.

Usare il sistema in interni, in un laboratorio conforme alle condizioni ambientali raccomandate nella *Guida alla pianificazione del sito* per lo spettrometro di massa.

Se il sistema viene utilizzato in un ambiente o in un modo non conforme a quanto specificato dal produttore, la protezione fornita dall'apparecchiatura può essere compromessa.

Precauzioni operative e limitazioni

Le modifiche o il funzionamento non autorizzato del sistema potrebbero causare infortuni e danni alle apparecchiature, oltre che invalidare la garanzia. Possono essere generati dati non affidabili se il sistema è usato in condizioni che non rispettano i valori ambientali raccomandati o se sono state apportate modifiche non autorizzate. Contattare un responsabile dell'assistenza tecnica (FSE) per informazioni sulla manutenzione.

Panoramica della sorgente di ionizzazione

2

È possibile utilizzare la sorgente di ionizzazione Turbo V™ sia per la ionizzazione elettrospray (ESI) sia per la ionizzazione chimica a pressione atmosferica (APCI).

La sonda ESI doppia viene usata per la modalità ESI. La sonda APCI twin viene usata per la modalità APCI. The standard probe supplied with the ion source is the twin ESI probe.

Le sonde doppie consentono l'introduzione su richiesta di calibrante e campione attraverso elettrodi indipendenti.

Le applicazioni della sorgente di ionizzazione comprendono lo sviluppo di metodi qualitativi e l'analisi qualitativa e quantitativa.

Modalità di ionizzazione

Modalità ESI

La modalità ESI produce ioni in fase gassosa degli analiti in un campione applicando un'alta tensione all'effluente del campione che scorre attraverso un ago. Con l'aiuto del flusso di gas ausiliario, la modalità ESI produce ioni a carica semplice e a carica multipla in condizioni sufficientemente delicate per adattarsi a un'ampia gamma di composti, tra cui molecole di piccole dimensioni come farmaci o pesticidi e molecole più grandi come peptidi, proteine e altri biopolimeri. La sensibilità dipende dalle proprietà chimiche dell'analita, dalla velocità di flusso del gas, dalla temperatura, dal voltaggio e dalla composizione della fase mobile.

La tecnica ESI è abbastanza delicata da poter essere utilizzata con composti labili come peptidi, proteine e farmaci termolabili. Funziona con velocità di flusso da 5 µL/min a 3.000 µL/min e vaporizza solventi in una gamma che va dal 100% acquoso fino al 100% organico.

Fare riferimento a [Modalità di ionizzazione elettrospray](#).

Modalità APCI

La modalità APCI è adatta per:

- Ionizzazione di composti che non formano facilmente ioni in una soluzione. Di solito si tratta di composti non polari.
- Creazione di spettri APCI semplici da esperimenti LC-MS/MS.
- Analisi ad alto rendimento di campioni complessi e sporchi. È meno sensibile agli effetti di soppressione ionica.
- Introduzione rapida del campione attraverso iniezione del flusso con o senza colonna LC.

La tecnica APCI può essere usata per composti labili e volatili con una decomposizione termica ridotta al minimo. La desolvatazione e la vaporizzazione rapida delle goccioline e dell'analita

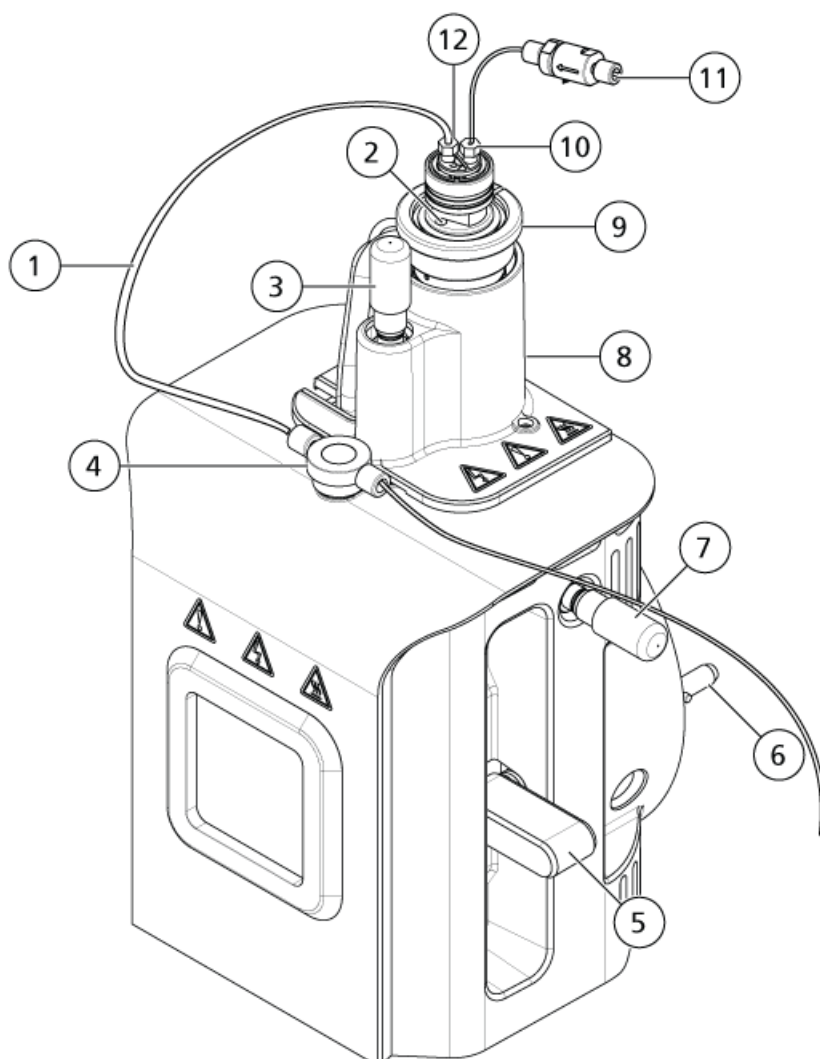
Panoramica della sorgente di ionizzazione

inglobato minimizzano la decomposizione termica e preservano l'identità molecolare per la ionizzazione, che sarà compiuta dall'ago di scarica a corona. I tamponi sono tollerati senza difficoltà dalla sorgente di ionizzazione, senza che abbia luogo una contaminazione rilevante, e la vaporizzazione tempestiva degli effluenti nebulizzati permette l'uso di acqua fino al 100%. La sonda può accettare l'intero effluente, senza dividerlo, a velocità di flusso che vanno da 200 $\mu\text{L}/\text{min}$ a 3.000 $\mu\text{L}/\text{min}$ (attraverso una colonna ad ampio diametro).

Fare riferimento a [Modalità APCI](#).

Componenti della sorgente di ionizzazione

Figura 2-1 Componenti della sorgente di ionizzazione



Elemento	Descrizione
1	Tubo del campione
2	Vite di regolazione dell'ago di scarica a corona
3	Micrometro asse Y usato per posizionare la sonda sull'asse verticale per la regolazione della sensibilità della sorgente di ionizzazione
4	Giunzione di messa a terra
5	Uno dei due fermi che fissano la sorgente di ionizzazione allo spettrometro di massa
6	Perno guida
7	Micrometro asse X usato per posizionare la sonda sull'asse orizzontale quando si regola la sensibilità della sorgente di ionizzazione
8	Torretta della sonda
9	Ghiera di fermo
10	Porta calibrante (CAL) con raccordo
11	Modulo di flusso (composto da tubo del calibrante e valvola di controllo)
12	Porta campione (LC) con raccordo

Sonde

Le sonde ESI doppia e APCI doppia forniscono una serie di funzionalità per l'analisi dei campioni. Selezionare la sonda e il metodo più adatto al composto nel campione.

Tabella 2-1 Specifiche della sorgente di ionizzazione

Specifica	Sonda ESI doppia	Sonda APCI doppia
Gamma di temperature	Da temperatura ambiente fino a 750 °C, in base al flusso dei liquidi	Da temperatura ambiente fino a 750 °C, in base al flusso dei liquidi
Ingresso flusso dei liquidi	Da 5 µL/min a 3.000 µL/min	Da 200 µL/min a 3.000 µL/min
Gas 1/Gas 2	Fare riferimento alla <i>Guida alla pianificazione del sito</i> per lo spettrometro di massa.	

Il software per lo spettrometro di massa identifica la sonda installata e consente i controlli utente corrispondenti.

Sonda ESI doppia

La sonda ESI doppia ha una lunghezza di 220 mm. Contiene due elettrodi in acciaio inossidabile di 100 µm (0,004 pollici) di diametro interno (ID) ed è in posizione centrale, in mezzo a due riscaldatori turbo disposti ad un'angolazione di 45 gradi su ogni lato.

L'alimentazione del campione è collegata alla porta recante l'etichetta **LC** e il calibrante è collegato alla porta recante l'etichetta **CAL**. Gli analiti (campioni o calibranti) introdotti attraverso la sonda ESI doppia sono ionizzati all'interno del tubo mediante l'applicazione di alta tensione (**Spray Voltage**). Gli ioni quindi sono nebulizzati da un getto di aria di zero compressa, creando una nebbia di goccioline altamente cariche. La combinazione tra lo spray e il gas secco riscaldato portato a temperatura dai riscaldatori turbo è proiettata a un angolo di 90 gradi sul percorso degli ioni.

Figura 2-2 Parti della sonda ESI doppia



Elemento	Descrizione
1	Dado di regolazione dell'elettrodo (collare nero) che regola l'estensione della punta dell'elettrodo (protrusione)
2	Ghiera di fermo che fissa la sonda alla torretta sul corpo della sorgente di ionizzazione
3	Punta dell'elettrodo attraverso cui il campione o il calibrante vengono nebulizzati nell'area di ingresso del campione della sorgente di ionizzazione

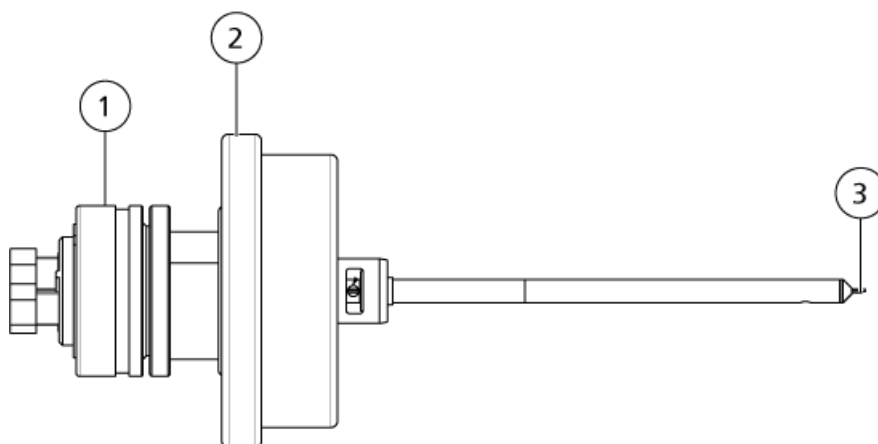
Sonda APCI doppia

La sonda APCI doppia ha una lunghezza di 125 mm. Contiene due elettrodi di acciaio inossidabile, dal diametro interno (d.i.) di 100 µm (0,004"), circondati da un flusso di gas di nebulizzazione (Gas 1).

L'alimentazione del campione è collegata alla porta recante l'etichetta **LC** e il calibrante è collegato alla porta recante l'etichetta **CAL**. Gli analiti (campioni o calibranti) vengono pompati nel nebulizzatore, dove vengono nebulizzati in un tubo di ceramica che contiene un riscaldatore. Un sensore incorporato nel riscaldatore assicura che il tubo in ceramica venga mantenuto a una temperatura appropriata. Un getto ad alta velocità di gas di nebulizzazione scorre intorno

alla punta dell'elettrodo per disperdere il campione in un aerosol di particelle fini. Il campione si sposta attraverso il riscaldatore in ceramica per vaporizzazione nella zona di reazione della sorgente di ionizzazione e dopo l'ago di scarica a corona dove le molecole del campione vengono ionizzate al passaggio attraverso il corpo della sorgente di ionizzazione.

Figura 2-3 Componenti della sonda APCI doppia



Elemento	Descrizione
1	Dado di regolazione dell'elettrodo (collare nero) che regola l'estensione della punta dell'elettrodo (protrusione)
2	Ghiera di fermo che fissa la sonda alla torretta sul corpo della sorgente di ionizzazione
3	Punta dell'elettrodo attraverso cui il campione o il calibrante vengono nebulizzati nell'area di ingresso del campione della sorgente di ionizzazione

Collegamenti dell'elettricità e del gas

I collegamenti del gas e dell'elettricità a bassa e alta tensione sono disponibili sulla piastra frontale dell'interfaccia di vuoto e si collegano internamente attraverso il corpo della sorgente di ionizzazione. Quando la sorgente di ionizzazione è installata sullo spettrometro di massa, tutti i collegamenti elettrici e del gas sono completati.

Circuito di sensing della sorgente di ionizzazione

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

- La sorgente di ionizzazione non è installata o non è installata correttamente.
- Non è presente alcuna sonda.
- Lo spettrometro di massa rileva un guasto al sistema del gas.

- Un riscaldatore turbo è guasto.
- La sorgente di ionizzazione si è surriscaldata.

Sistema di scarico della sorgente



AVVERTENZA! Pericolo di contaminazione da radiazioni ionizzanti, rischio biologico o pericolo di esposizione ad agenti chimici tossici. Accertarsi che il sistema di scarico della sorgente sia collegato e funzionante per rimuovere in tutta sicurezza i vapori di scarico del campione dall'ambiente di laboratorio. Le emissioni provenienti dall'apparecchiatura devono essere espulse nello scarico generale dell'edificio e non devono essere espulse nell'area di lavoro del laboratorio. Per i requisiti del sistema di scarico della sorgente, fare riferimento alla *Guida alla pianificazione del sito*.



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



AVVERTENZA! Pericolo di contaminazione da radiazioni ionizzanti, rischio biologico o pericolo di esposizione ad agenti chimici tossici. Se con lo spettrometro di massa si utilizza un sistema LC e se il sistema di scarico della sorgente non funziona correttamente, arrestare il sistema LC fino a quando non viene ripristinata la funzionalità del sistema di scarico della sorgente.



AVVERTENZA! Pericolo di incendio. Non inviare più di 3 mL/min di solvente infiammabile nella sorgente di ionizzazione. Il superamento della portata massima può causare l'accumulo del solvente nella sorgente di ionizzazione. Non utilizzare la sorgente di ionizzazione se il sistema di scarico della sorgente non è abilitato e funzionante quando la sorgente di ionizzazione e la sonda sono installati correttamente.

Nota: assicurarsi che tutti i tubi di scarico siano saldamente collegati per ridurre il rischio che gli scarichi dell'apparecchiatura vengano emessi nell'ambiente di lavoro.

Una sorgente di ionizzazione produce vapori di solvente e di campione. Questi vapori comportano dei rischi per l'ambiente di laboratorio. Il sistema di scarico della sorgente è progettato per rimuovere in tutta sicurezza e consentire un trattamento adeguato dei vapori del campione e del solvente. Quando la sorgente di ionizzazione è installata, lo spettrometro di massa non funzionerà finché il sistema di scarico della sorgente non sarà operativo.

Un vacuostato montato nel circuito di scarico della sorgente misura il vuoto nella sorgente. Se il vuoto nella sorgente aumenta oltre il valore prefissato mentre viene installata la sonda, il sistema entra in stato Not Ready, indicando un guasto allo scarico.

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

Nota: ispezionare periodicamente il sistema di scarico della sorgente per assicurarsi che il tubo di scarico sia intatto e che lo scarico non perda nella stanza.

Installazione della sorgente di ionizzazione

3



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

ATTENZIONE: Rischio di danni al sistema. Non sollevare o trasportare la sorgente di ionizzazione con una sola mano. La sorgente di ionizzazione è progettata in modo da essere sollevata o trasportata usando due mani, una su ciascun lato.

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

Quando la sorgente di ionizzazione è installata, il software riconosce la sorgente di ionizzazione e ne mostra l'identificazione.

Materiali richiesti

- Sorgente di ionizzazione
- Sonda ESI doppia
- (Opzionale) Sonda APCI doppia
- Chiave da 1/4"
- Tubo rosso in PEEK (d.i. [ID] da 0.005")

Preparazione per l'installazione



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

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

- Regolare il dado di regolazione dell'elettrodo sulla sonda per spostare la punta dell'elettrodo all'interno del tubo. Fare riferimento all'elemento 1 nella [Figura 2-2](#) e nella [Figura 2-3](#).

Per garantire stabilità e prestazioni ottimali, la punta dell'elettrodo dovrebbe fuoriuscire per una lunghezza compresa tra 0,5 mm e 1,0 mm dall'estremità della sonda. Fare riferimento a [Ottimizzazione della posizione della sonda ESI doppia](#) o [Ottimizzazione della posizione della sonda doppia APCI](#).

Installazione della sonda



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



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

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

ATTENZIONE: Rischio di danni al sistema. Assicurarsi che la punta dell'ago di scarica a corona non sia rivolta verso la fenditura mentre si usa la sonda ESI.

Procedure preliminari

- [Rimuovere la sorgente di ionizzazione](#)

La sorgente di ionizzazione non viene fornita con la sonda già installata. Rimuovere sempre la sorgente di ionizzazione dallo spettrometro di massa prima di cambiare le sonde.

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

1. Verificare che la punta dell'ago di scarica a corona sia rivolta in direzione opposta rispetto alla fenditura del separatore di interfaccia. Fare riferimento a [Regolazione della posizione dell'ago di scarica a corona](#).
2. Inserire la sonda nella torretta. Allineare il foro sulla sonda con la vite di regolazione dell'ago di scarica a corona sulla parte superiore della sorgente di ionizzazione. Fare riferimento a [Componenti della sorgente di ionizzazione](#).
3. Spingere delicatamente la sonda verso il basso in modo che i contatti siano agganciati a quelli presenti nella torretta.

Installazione della sorgente di ionizzazione

4. Ruotare la ghiera di fermo sulla sonda, spingerla verso il basso, in modo da agganciarne la filettatura con la filettatura nella torretta e infine serrarla saldamente a mano.
5. Solo per la sonda APCI doppia: assicurarsi che la punta dell'ago di scarica a corona sia rivolta verso la fenditura del separatore di interfaccia. Fare riferimento a [Regolazione della posizione dell'ago di scarica a corona](#).

Collegamento del tubo della sorgente di ionizzazione



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



AVVERTENZA! Pericolo di contaminazione da radiazioni ionizzanti, rischio biologico o pericolo di esposizione ad agenti chimici tossici. Per evitare perdite, assicurarsi che il dado del tubo di campionamento sia stretto correttamente prima di usare questa apparecchiatura.

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

1. Inserire un pezzo di tubo rosso in PEEK lungo 30 cm nel dado del tubo del campione.
2. Inserire il dado del tubo del campione nella porta LC in cima alla sonda e quindi serrare il dado senza forzare eccessivamente. Utilizzare una chiave da 1/4" per serrare di un ulteriore quarto di giro.

La sonda doppia è dotata di due porte. Accertarsi di usare la porta con l'etichetta **LC**.
3. Collegare l'altra estremità del tubo alla giunzione di messa a terra posta sulla sorgente di ionizzazione.
4. Collegare il tubo del calibrante alla porta recante l'etichetta **CAL**. Serrare il dado esagonale senza forzare eccessivamente, quindi utilizzare una chiave da 1/4" per serrare di un ulteriore quarto di giro.

Installazione della sorgente di ionizzazione sullo spettrometro di massa



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



AVVERTENZA! Pericolo di schiacciamento. Quando si installa la sorgente di ionizzazione, prestare attenzione a non schiacciarsi le dita fra la sorgente di ionizzazione e l'interfaccia di vuoto.

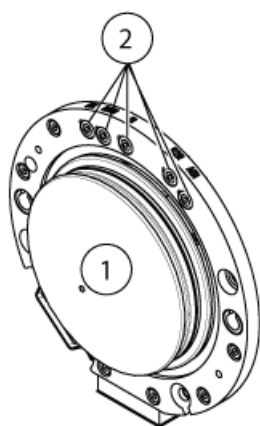
ATTENZIONE: Rischio di danni al sistema. Non lasciare che la punta sporgente dell'elettrodo o l'ago di scarica a corona tocchi una qualsiasi parte del corpo della sorgente di ionizzazione, onde evitare che la sonda subisca danni.

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

Prerequisiti

- Verificare che tutti gli O-ring siano presenti sull'interfaccia di vuoto.

Figura 3-1 O-ring sull'interfaccia di vuoto



Elemento	Descrizione
1	Curtain plate
2	O-ring

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

Installazione della sorgente di ionizzazione

Lo spettrometro di massa riconosce la sorgente di ionizzazione e visualizza l'identificazione della sorgente di ionizzazione in SCIEX OS.

4. Collegare il tubo in PEEK rosso dal dispositivo di erogazione del campione fino all'altro lato della giunzione di messa a terra posta sulla sorgente di ionizzazione.

Requisiti per il sistema di introduzione del campione

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

Verifica di eventuali perdite



AVVERTENZA! Pericolo di esposizione ad agenti chimici tossici. Indossare dispositivi di protezione individuale, inclusi camice da laboratorio, guanti e occhiali di sicurezza, per proteggere dall'esposizione gli occhi e la pelle.

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

Ottimizzazione della sorgente di ionizzazione

4



AVVERTENZA! Pericolo di contaminazione da radiazioni ionizzanti, rischio biologico o pericolo di esposizione ad agenti chimici tossici. Non utilizzare la sorgente di ionizzazione se non si è in possesso delle conoscenze e della formazione necessarie riguardo l'utilizzo, il contenimento e l'evacuazione dei materiali tossici o nocivi utilizzati con la sorgente di ionizzazione.



AVVERTENZA! Pericolo di incendio. Non inviare più di 3 mL/min di solvente infiammabile nella sorgente di ionizzazione. Il superamento della portata massima può causare l'accumulo del solvente nella sorgente di ionizzazione. Non utilizzare la sorgente di ionizzazione se il sistema di scarico della sorgente non è abilitato e funzionante quando la sorgente di ionizzazione e la sonda sono installati correttamente.



AVVERTENZA! Pericolo di perforazione, pericolo di contaminazione da radiazioni ionizzanti, rischio biologico o pericolo di esposizione ad agenti chimici tossici. Interrompere l'uso della sorgente di ionizzazione se la finestra della sorgente stessa risulta crepata o rotta, quindi contattare un responsabile dell'assistenza tecnica (FSE) di SCIEX. Qualsiasi materiale tossico o nocivo introdotto nell'apparecchiatura sarà presente nel sistema di scarico della sorgente. Gli scarichi rilasciati dall'apparecchiatura devono essere fatti fuoriuscire dalla stanza. Smaltire gli oggetti taglienti seguendo le procedure di sicurezza previste dal laboratorio.

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

Quando si ottimizzano i parametri dipendenti dalla sorgente di ionizzazione, introdurre il campione a una velocità di flusso che sarà utilizzata durante l'analisi del campione, utilizzando l'analisi mediante iniezione in flusso (FIA) o l'infusione con raccordo a T come metodo di introduzione del campione. Ottimizzare la posizione della sorgente di ionizzazione prima di ottimizzare i parametri dipendenti dalla sorgente di ionizzazione.

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

Fare riferimento a [Ottimizzazione della sonda](#) o [Ottimizzazione della sonda APCI doppia](#).

Introduzione del campione

Metodo

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

Velocità di flusso

Le velocità di flusso del campione vengono determinate dal sistema LC o dalla pompa a siringa. La sonda ESI supporta velocità di flusso da 5 $\mu\text{L}/\text{min}$ a 3.000 $\mu\text{L}/\text{min}$. La sonda APCI doppia supporta velocità di flusso da 200 $\mu\text{L}/\text{min}$ a 3.000 $\mu\text{L}/\text{min}$.

Ottimizzazione della sonda



AVVERTENZA! Pericolo di contaminazione da radiazioni ionizzanti, rischio biologico o pericolo di esposizione ad agenti chimici tossici. Accertarsi che il sistema di scarico della sorgente sia collegato e funzionante e che sia garantita una buona ventilazione generale del laboratorio. Un'adeguata ventilazione del laboratorio è necessaria per controllare le emissioni di solventi e campioni e per un funzionamento sicuro del sistema.



AVVERTENZA! Pericolo di incendio. Non inviare più di 3 mL/min di solvente infiammabile nella sorgente di ionizzazione. Il superamento della portata massima può causare l'accumulo del solvente nella sorgente di ionizzazione. Non utilizzare la sorgente di ionizzazione se il sistema di scarico della sorgente non è abilitato e funzionante quando la sorgente di ionizzazione e la sonda sono installati correttamente.



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

ATTENZIONE: Rischio di danni al sistema. Se il sistema LC connesso allo spettrometro di massa non è controllato dal software, non lasciare lo spettrometro incustodito mentre è in funzione. Il flusso di liquido dai componenti LC del sistema LC possono allagare la sorgente di ionizzazione quando lo spettrometro di massa entra in modalità Standby.

Nota: Per mantenere pulito il sistema e alle prestazioni ottimali, regolare la posizione della sonda quando si cambia la velocità di flusso.

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

Nota: se il valore è troppo alto, allora può verificarsi una scarica a corona. Ciò si manifesta come un bagliore blu all'estremità del probe. Una scarica a corona comporta una perdita di sensibilità e di stabilità del segnale.

Velocità di flusso e temperatura della sorgente di ionizzazione

The sample introduction flow rate and the sample solvent composition affect the optimal twin ESI probe temperature. Una velocità di flusso superiore o un contenuto acquoso superiore richiedono una temperatura ottimale superiore.

La sonda ESI doppia viene spesso utilizzata con velocità di flusso del campione da 5 µL/min a 3.000 µL/min. Il riscaldamento viene utilizzato per aumentare il tasso di evaporazione che migliora l'efficienza della ionizzazione, producendo una maggiore sensibilità. Velocità di flusso estremamente basse di elevate percentuali di solventi organici non necessitano di temperature più alte. Fare riferimento a [Parametri e voltaggi della sorgente](#).

Impostazione del sistema

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

Preparazione del sistema

1. Aprire SCIEX OS.
2. Aprire un metodo ottimizzato in precedenza o creare un metodo basato sui composti.
3. Se la sorgente di ionizzazione ha avuto il tempo necessario per raffreddarsi, procedere come segue.
 - a. Impostare il parametro **Temperature** su **450**.
 - b. Lasciar riscaldare la sorgente di ionizzazione per almeno 30 minuti.

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

Impostazione delle condizioni iniziali

1. Immettere un valore iniziale per **Ion Source Gas 1**.
Per le pompe LC, immettere un valore compreso tra 40 e 60 per Gas 1.
2. Immettere un valore iniziale per **Ion Source Gas 2**.
Per le pompe LC, immettere un valore compreso fra 30 e 50 per Gas 2.

Nota: Gas 2 è usato a velocità di flusso più elevate, comuni quando si usa un sistema LC, e a temperature più alte.

3. Digitare il valore appropriato nel campo **Spray Voltage**.
 - Modalità positiva: **5500**
 - Modalità negativa: **-4500**
4. Digitare **25** nel campo **Curtain Gas**.
5. Avviare l'acquisizione.

Ottimizzazione della posizione della sonda ESI doppia



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



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

Dopo che la sonda è stata ottimizzata, richiederà solo alcune piccole regolazioni. Se si rimuove la sonda, o se si cambia l'analita, la velocità di flusso o la composizione del solvente, ripetere la procedura di ottimizzazione.

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

1. Guardare attraverso la finestrella nella sorgente di ionizzazione per visualizzare la posizione della sonda.
 2. Usare le impostazioni precedenti dei micrometri orizzontali e verticali o impostarli su **5** come posizione di partenza.
 3. Utilizzare il micrometro orizzontale per regolare la posizione della sonda in piccoli incrementi, per ottenere il segnale o il rapporto segnale-rumore migliore.
- La sonda può essere leggermente ottimizzata su ambo i lati della fenditura.

Suggerimento! Regolare l'impostazione del micrometro orizzontale per dirigere la nebulizzazione dei liquidi dal probe ESI doppio lontano dalla fenditura per evitarne la contaminazione, per evitare la penetrazione del flusso del gas per l'interfaccia Curtain Gas™ che può generare instabilità nel segnale ed evitare il cortocircuito elettrico dovuto alla presenza di liquido.

4. Utilizzare il micrometro verticale per regolare la posizione della sonda in piccoli incrementi, per ottenere il segnale o il rapporto segnale-rumore migliore.
-

Nota: La posizione verticale della sonda dipende dalla velocità di flusso. A velocità di flusso più basse, la sonda deve essere posta più vicino alla fenditura. A velocità di flusso più elevate, la sonda deve essere allontanata dalla fenditura.

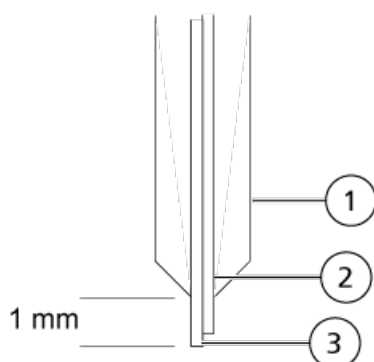
5. Regolare il dado di regolazione dell'elettrodo (di colore nero) sulla sonda per inserire o estrarre il tubo elettrodo dalla sonda (per regolare la protrusione).
-

Nota: Verificare che entrambi gli elettrodi sporgano dalla sonda.

Suggerimento! Se la nebulizzazione avviene troppo vicino alla fenditura, interferirà con il flusso del gas per l'interfaccia Curtain Gas™, causando contaminazione dell'interfaccia di vuoto. Per prevenire la contaminazione, spostare la sonda verso l'alto utilizzando il micrometro verticale.

L'impostazione ottimale per la punta dell'elettrodo dipende dal composto. La distanza di estensione della punta dell'elettrodo influisce sulla forma del cono di nebulizzazione e la forma di tale cono influisce sulla sensibilità dello spettrometro di massa.

Figura 4-1 Regolazione dell'estensione della punta dell'elettrodo



Ottimizzazione della sorgente di ionizzazione

Elemento	Descrizione
1	Sonda doppia
2	Elettrodo calibrante
3	Sample electrode

Ottimizzazione della sorgente, dei parametri del gas e del voltaggio

Ottimizzare il valore del gas sorgente di ionizzazione 1 (gas di nebulizzazione) per migliorare la stabilità e la sensibilità del segnale. Il gas sorgente di ionizzazione 2 (gas ausiliario) favorisce l'evaporazione del solvente, aumentando così la ionizzazione del campione.

Una temperatura troppo alta può causare una vaporizzazione prematura del solvente sulla punta della sonda ESI doppia, specialmente se la sonda è troppo bassa, producendo instabilità del segnale e un elevato rumore chimico di fondo. Allo stesso modo un flusso elevato di gas ausiliario può generare rumore o instabilità del segnale.

Utilizzare il valore di Spray Voltage più basso possibile senza perdere il segnale. Concentrarsi sul rapporto segnale-rumore e non solo sul segnale. Se il valore Spray Voltage è troppo alto, può verificarsi una scarica a corona. La scarica si manifesta come bagliore blu in corrispondenza della punta della sonda ESI doppia. Il risultato sarà una perdita di sensibilità e di stabilità del segnale ionico.

1. Regolare i parametri del gas sorgente di ionizzazione 1 e gas sorgente di ionizzazione 2 in incrementi di 5 per ottenere il segnale o il rapporto segnale/rumore migliore.
2. Aumentare la velocità di flusso del gas per l'interfaccia Curtain Gas™ fino a quando il segnale inizia ad abbassarsi.

Nota: Per evitare la contaminazione, utilizzare il valore più alto possibile della velocità di flusso per l'interfaccia Curtain Gas™ che non limiti la sensibilità. Non impostare la velocità di flusso su un valore inferiore a 25. Questo contribuisce a impedire la penetrazione del flusso di gas per l'interfaccia Curtain Gas™, che può generare rumore, a impedire la contaminazione della fenditura e ad aumentare il rapporto segnale-rumore complessivo.

3. Regolare **Spray Voltage** con incrementi di 500 V, per massimizzare il rapporto segnale-rumore.

Ottimizzazione della temperatura del riscaldatore turbo

La temperatura ottimale del riscaldatore dipende dal composto, dalla velocità di flusso e dalla composizione della fase mobile. Maggiori saranno la velocità di flusso e la composizione acquosa, maggiore sarà la temperatura ottimale.

Quando si ottimizza la temperatura della sorgente, assicurarsi che la sorgente di ionizzazione sia assestata sulla nuova temperatura prima di procedere.

- Regolare il valore **Temperature** in incrementi da 50 °C a 100 °C fino a ottenere il rapporto segnale/rumore migliore possibile.

Ottimizzazione della sonda Ottimizzazione della sonda APCI doppia



AVVERTENZA! Pericolo di contaminazione da radiazioni ionizzanti, rischio biologico o pericolo di esposizione ad agenti chimici tossici. Accertarsi che il sistema di scarico della sorgente sia collegato e funzionante e che sia garantita una buona ventilazione generale del laboratorio. Un'adeguata ventilazione del laboratorio è necessaria per controllare le emissioni di solventi e campioni e per un funzionamento sicuro del sistema.



AVVERTENZA! Pericolo di incendio. Non inviare più di 3 mL/min di solvente infiammabile nella sorgente di ionizzazione. Il superamento della portata massima può causare l'accumulo del solvente nella sorgente di ionizzazione. Non utilizzare la sorgente di ionizzazione se il sistema di scarico della sorgente non è abilitato e funzionante quando la sorgente di ionizzazione e la sonda sono installati correttamente.



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

ATTENZIONE: Rischio di danni al sistema. Se il sistema LC connesso allo spettrometro di massa non è controllato dal software, non lasciare lo spettrometro incustodito mentre è in funzione. Il flusso di liquido dai componenti LC del sistema LC possono allagare la sorgente di ionizzazione quando lo spettrometro di massa entra in modalità Standby.

Nota: la velocità di flusso minima supportata dalla sonda APCI è di 200 µL/min. Per un elenco completo dei parametri della sonda APCI, fare riferimento a [Parametri della sonda APCI doppia](#).

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

Ottimizzazione della sorgente di ionizzazione

Nota: Quando si usa la sonda APCI, assicurarsi che l'ago di scarica a corona sia rivolto verso la fenditura.

Impostazione del sistema

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

Preparazione del sistema

1. Aprire SCIEX OS.
2. Aprire un metodo ottimizzato in precedenza o creare un metodo basato sui composti.
3. Se la sorgente di ionizzazione ha avuto il tempo necessario per raffreddarsi, procedere come segue.
 - a. Impostare il parametro **Temperature** su **450**.
 - b. Lasciar riscaldare la sorgente di ionizzazione per almeno 30 minuti.

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

Impostazione delle condizioni iniziali

1. Digitare **30** nel campo **Ion Source Gas 1**.
2. Digitare **1** nel campo **Nebulizer Current**.
3. Avviare l'acquisizione.

Ottimizzazione della sorgente e dei parametri del gas

1. Regolare i valori del gas sorgente di ionizzazione 1 in incrementi di cinque fino a ottenere il segnale o il rapporto segnale-rumore migliore.
2. Aumentare la velocità di flusso del gas per l'interfaccia Curtain Gas™ fino a quando il segnale inizia ad abbassarsi.

Nota: Per evitare la contaminazione, utilizzare il valore più alto possibile della velocità di flusso per l'interfaccia Curtain Gas™ che non limiti la sensibilità. Non impostare la velocità di flusso su un valore inferiore a 25. Questo contribuisce a impedire la penetrazione del flusso di gas per l'interfaccia Curtain Gas™, che può generare rumore, a impedire la contaminazione della fenditura e ad aumentare il rapporto segnale-rumore complessivo.

Regolazione della posizione dell'ago di scarica a corona



AVVERTENZA! Pericolo di scosse elettriche. Seguire questa procedura per evitare il contatto con le alte tensioni presenti sull'ago di scarica a corona, sul curtain plate e sui riscaldatori.

Materiali richiesti

- Cacciavite a taglio isolato

quando si utilizza la sonda doppia APCI, assicurarsi che l'ago di scarica a corona punti verso la fenditura. Quando si utilizza la sonda ESI doppia, controllare che l'ago di scarica a corona non punti verso la fenditura.

1. Utilizzare un cacciavite a lama piatta isolato per ruotare la vite di regolazione dell'ago di scarica a corona in cima all'ago.
2. Guardare attraverso la finestrella per assicurarsi che la punta dell'ago sia allineata in direzione della fenditura.

Ottimizzazione della posizione della sonda doppia APCI



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



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

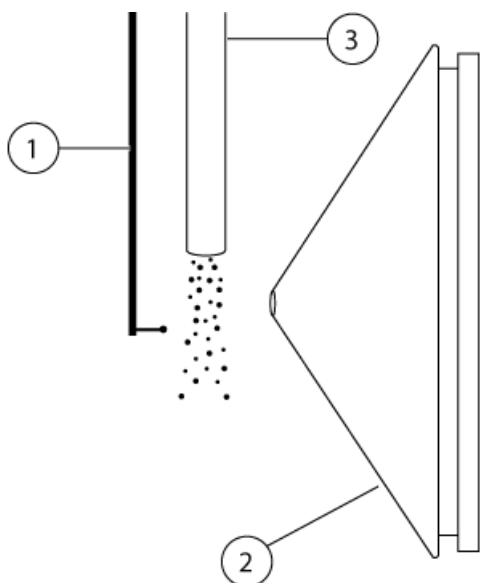
Assicurarsi che l'apertura del curtain plate sia sempre libera da solventi o goccioline di solvente.

La posizione dell'ugello nebulizzatore influenza la sensibilità e la stabilità del segnale. Regolare la posizione della sonda esclusivamente con piccoli incrementi. A velocità di flusso basse, posizionare la sonda più vicino alla fenditura. A velocità di flusso alte, posizionare la sonda lontano dalla fenditura. Dopo che la sonda è stata ottimizzata, richiederà solo alcune piccole

Ottimizzazione della sorgente di ionizzazione

regolazioni. Se si rimuove la sonda, o se si cambia l'analita, la velocità di flusso o la composizione del solvente, ripetere la procedura di ottimizzazione.

Figura 4-2 Posizione dell'ugello nebulizzatore



Elemento	Descrizione
1	Ago di scarica a corona
2	Curtain plate
3	Sonda Sonda APCI doppia

1. Usare le impostazioni precedenti dei micrometri orizzontali e verticali o impostarli su 5 come posizione di partenza.

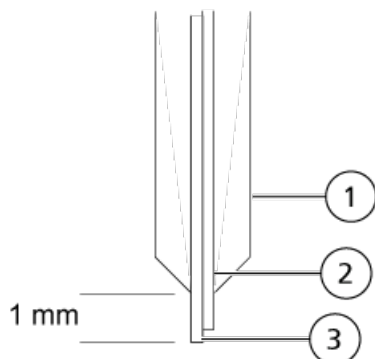
Nota: Per evitare la riduzione delle prestazioni dello spettrometro di massa, non nebulizzare direttamente nella fenditura.

2. Monitorare il segnale o il rapporto segnale/rumore degli analiti nel software SCIEX OS.
3. Utilizzare il micrometro orizzontale per regolare la sonda in piccoli incrementi, per ottenere il segnale o il rapporto segnale-rumore migliore.
4. Utilizzare il micrometro verticale per regolare la sonda in piccoli incrementi, per ottenere il segnale o il rapporto segnale-rumore migliore.
5. Regolare il dado di regolazione dell'elettrodo (di colore nero) sulla sonda per inserire o estrarre il tubo elettrodo dalla sonda (per regolare la protrusione).

Nota: La punta dell'elettrodo dovrebbe fuoriuscire per una lunghezza compresa tra 0,5 mm e 1,0 mm dall'estremità della sonda.

L'impostazione ottimale per la punta dell'elettrodo dipende dal composto. La distanza di estensione della punta dell'elettrodo influisce sulla forma del cono di nebulizzazione e la forma di tale cono influisce sulla sensibilità dello spettrometro di massa.

Figura 4-3 Regolazione dell'estensione della punta dell'elettrodo



Elemento	Descrizione
1	Sonda doppia
2	Elettrodo calibrante
3	Sample electrode

Ottimizzazione della corrente del nebulizzatore

La sorgente di ionizzazione è controllata dalla corrente e non dalla tensione. Selezionare il valore di corrente appropriato per il metodo di acquisizione, indipendentemente dalla posizione di selezione della sorgente di ionizzazione.

- Iniziare con un valore della corrente del nebulizzatore pari a 3, quindi aumentarlo o diminuirlo per ottenere il segnale migliore possibile o un rapporto segnale/rumore ottimale.

La corrente del nebulizzatore applicata all'ago di scarica a corona è di norma ottimizzata tra 1 μA e 5 μA in modalità positiva. Se non si osservano cambiamenti nel segnale

quando si aumenta la corrente, lasciare la corrente sul valore più basso che fornisce il segnale o il rapporto segnale/rumore migliore.

Ottimizzazione della temperatura della sonda APCI

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

- Regolare il valore Temperature in incrementi da 50 °C a 100 °C fino a ottenere il rapporto segnale/rumore migliore possibile.

Suggerimenti per l'ottimizzazione

L'ottimizzazione della sorgente di ionizzazione minimizza la necessità di pulizia di quest'ultima e i componenti dell'interfaccia di vuoto.

- Usare le temperature più alte possibili quando si ottimizzano i composti. La temperatura di 700 °C è comune per la maggior parte dei composti. Le temperature alte aiutano a mantenere pulita la sorgente di ionizzazione e riducono il rumore di fondo.
- Per evitare la contaminazione, utilizzare il valore più alto possibile della velocità di flusso del gas per l'interfaccia Curtain Gas™ che non limiti la sensibilità. Questo aiuta a:
 - Impedire la penetrazione del flusso di gas per l'interfaccia Curtain Gas™ che può produrre un segnale rumoroso.
 - Impedire la contaminazione dell'apertura.
 - Aumentare nel complesso il rapporto segnale-rumore.
- Regolare l'impostazione del micrometro orizzontale per direzionare lo spray del liquido dalla sonda lontano dalla fenditura per:
 - Impedire la contaminazione dell'apertura.
 - Evitare la perforazione del flusso di gas per l'interfaccia Curtain Gas™ che può creare un segnale instabile.
 - Impedire il cortocircuito elettrico dovuto alla presenza di liquido.
Per fare questo, utilizzare il micrometro verticale per spostare la sonda verso l'alto.
- Usare una Spray Voltage più bassa possibile senza che il segnale ne risenta. Concentrarsi sul rapporto segnale/rumore e non solo sul segnale.
- For flow rates greater than 2 mL/min in APCI mode, equilibrate the mass spectrometer before starting the liquid flow, to make sure that the nebulization temperature is reached.

Manutenzione della sorgente di ionizzazione

5

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



AVVERTENZA! Pericolo di superfici calde. Lasciare raffreddare la sorgente di ionizzazione Turbo V™ per almeno 30 minuti prima di iniziare qualsiasi procedura di manutenzione. Alcune superfici della sorgente di ionizzazione e dell'interfaccia di vuoto raggiungono temperature considerevoli durante il funzionamento.



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



AVVERTENZA! Pericolo di esposizione ad agenti chimici tossici. Indossare dispositivi di protezione individuale, inclusi camice da laboratorio, guanti e occhiali di sicurezza, per proteggere dall'esposizione gli occhi e la pelle.



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



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



AVVERTENZA! Pericolo di perforazione, pericolo di contaminazione da radiazioni ionizzanti, rischio biologico o pericolo di esposizione ad agenti chimici tossici. Interrompere l'uso della sorgente di ionizzazione se la finestra della sorgente stessa risulta crepata o rotta, quindi contattare un responsabile dell'assistenza tecnica (FSE) di SCIEX. Qualsiasi materiale tossico o nocivo introdotto nell'apparecchiatura sarà presente nel sistema di scarico della sorgente. Gli scarichi rilasciati dall'apparecchiatura devono essere fatti fuoriuscire dalla stanza. Smaltire gli oggetti taglienti seguendo le procedure di sicurezza previste dal laboratorio.

ATTENZIONE: Rischio di danni al sistema. Non sollevare o trasportare la sorgente di ionizzazione con una sola mano. La sorgente di ionizzazione è progettata in modo da essere sollevata o trasportata usando due mani, una su ciascun lato.

Questa sezione descrive le procedure di manutenzione generale della sorgente di ionizzazione. Per determinare con quale frequenza è opportuno pulire o eseguire attività di manutenzione sulla sorgente di ionizzazione, tenere presente quanto segue:

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

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

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

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

Materiali richiesti

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

Programma di manutenzione consigliato

La tabella di seguito contiene un programma consigliato per la pulizia e la manutenzione della sorgente di ionizzazione. Per un elenco dei consumabili e dei ricambi, fare riferimento alla *Guida ai componenti e alle attrezzature*.

Suggerimento! Eseguire le attività di manutenzione regolarmente per assicurarsi che il sistema funzioni in modo ottimale.

Contattare una persona qualificata di manutenzione (QMP) per ordinare parti di consumo e per i requisiti di assistenza e di manutenzione di base. Contattare un responsabile dell'assistenza tecnica (FSE) SCIEX per tutte le altre esigenze di assistenza e manutenzione.

Nota: Per i codici, fare riferimento alla *Guida ai componenti e alle attrezzature*.

Tabella 5-1 Operazioni di manutenzione della sorgente di ionizzazione

Componente	Frequenza	Attività	Per maggiori informazioni...
Sonde della sorgente di ionizzazione	Secondo necessità	Ispezionare e sostituire	Fare riferimento a Rimozione della sonda e Installazione della sonda .
Elettrodi per le sorgenti di ionizzazione	Secondo necessità	Ispezionare e sostituire	Fare riferimento a Sostituzione degli elettrodi doppi .
Ago di scarica a corona	Secondo necessità	Sostituire	Fare riferimento a Sostituzione dell'ago di scarica a corona .

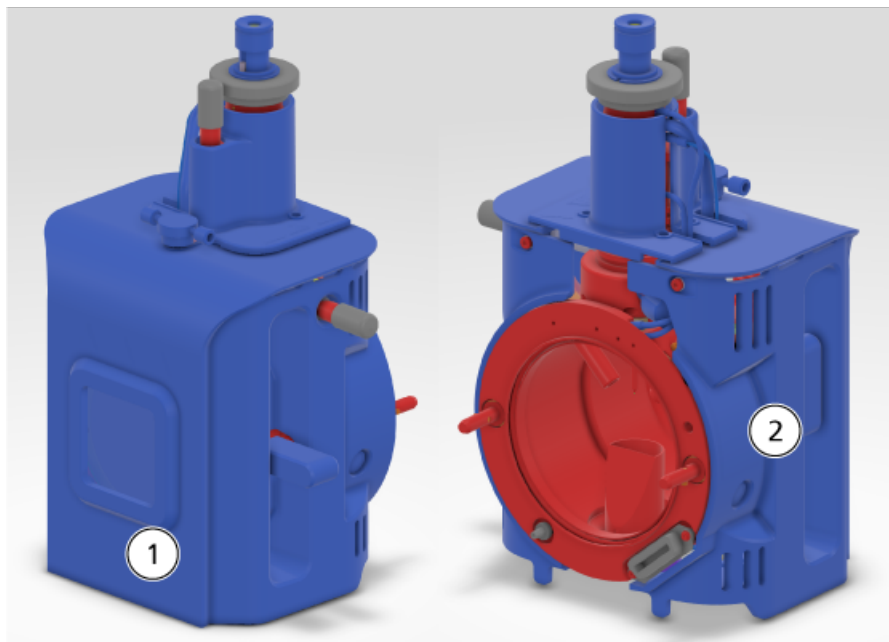
Tabella 5-1 Operazioni di manutenzione della sorgente di ionizzazione (continua)

Componente	Frequenza	Attività	Per maggiori informazioni...
Riscaldatore turbo	Secondo necessità	Sostituire	Contattare l'addetto alla manutenzione qualificato (QMP) o il responsabile dell'assistenza tecnica (FSE) locale.
Tubo del campione	Secondo necessità	Sostituire	Fare riferimento a Collegamento del tubo della sorgente di ionizzazione .

Manipolazione della sorgente di ionizzazione

Le superfici della sorgente di ionizzazione raggiungono temperature considerevoli durante il funzionamento. Le figure che seguono mostrano le superfici meno calde (blu e grigio) e le superfici che rimangono calde per un periodo di tempo prolungato (rosso). Non toccare le superfici rosse mentre si usa o si rimuove la sorgente di ionizzazione.

Figura 5-1 Superfici calde della sorgente di ionizzazione (rosso = molto caldo, grigio = caldo, blu = maneggiare con cautela)




Elemento	Descrizione
1	Parte anteriore
2	Indietro

Rimuovere la sorgente di ionizzazione

Nota: l'azoto continua a fluire ad una velocità di 9 L/min quando lo spettrometro di massa è acceso.

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

1. Arrestare le scansioni in corso.
2. Disattivare il flusso del campione.
3. Arrestare il CDS.
4. Fare clic su **Standby** () nel pannello di stato.
5. Lasciare raffreddare la sorgente di ionizzazione per almeno 30 minuti.
6. Scollegare il tubo del campione dalla giunzione di messa a terra.
7. Scollegare il tubo del calibrante dalla valvola di ritegno.
8. Sbloccare la sorgente di ionizzazione girando i due fermi di sicurezza verso la posizione ore 12.
9. Staccare delicatamente la sorgente di ionizzazione dall'interfaccia di vuoto.

Nota: Prestare attenzione a non allentare gli O-ring installati sull'interfaccia di vuoto.

10. Posizionare la sorgente di ionizzazione su una superficie pulita e stabile.

Pulizia delle superfici della sorgente di ionizzazione



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

Procedure preliminari

- [Rimuovere la sorgente di ionizzazione](#)

Manutenzione della sorgente di ionizzazione

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

- Pulire le superfici della sorgente di ionizzazione con un panno morbido e umido.

Pulizia della sonda

Lavare la sorgente di ionizzazione periodicamente, indipendentemente dal tipo di composti campionati. Svolgere questa operazione configurando un metodo nel software specifico per eseguire un'operazione di lavaggio.

1. Passare a una fase mobile composta da acqua/acetonitrile 1:1 o acqua/metanolo 1:1.
2. Regolare la posizione della sonda in modo che si trovi il più lontano possibile dall'orifizio.
3. Nel software di controllo procedere come segue.
 - a. Creare un metodo MS.
 - b. Impostare **Temperature** tra **500 °C** e **600 °C**
 - c. Impostare il gas della sorgente di ionizzazione 1 e il gas della sorgente di ionizzazione 2 almeno su **40**.
 - d. Impostare la velocità di flusso del gas per l'interfaccia Curtain Gas™ sul livello più alto possibile.
4. Attendere fino a raggiungere il punto di regolazione della temperatura.
5. Assicurarsi che la sonda e il tubo di campionamento siano lavati abbondantemente.

Rimozione della sonda



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

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

Procedure preliminari

- [Rimuovere la sorgente di ionizzazione](#)

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

1. Allentare il dado del tubo di campionamento e scollegare il tubo dalla sonda.
2. Allentare il dado del tubo calibrante e scollegare il tubo dalla sonda.
3. Allentare la ghiera di fermo che fissa la sonda al corpo della sorgente di ionizzazione.
4. Estrarre delicatamente la sonda dall'alto della torretta.
5. Poggiare la sonda su una superficie pulita e stabile.

Sostituzione degli elettrodi doppi



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



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

Procedure preliminari

- [Rimuovere la sorgente di ionizzazione](#)
- [Rimozione della sonda](#)

La sonda contiene elettrodi doppi. Sostituire gli elettrodi doppi se si osserva un calo delle prestazioni.

Nota: dopo aver sostituito l'elettrodo, valutare l'effetto della modifica controllando le prestazioni del sistema.

Questa procedura è applicabile ad entrambe le sonde.

1. Rimuovere il dado di regolazione dell'elettrodo, quindi rimuovere gli elettrodi doppi.
2. Install the new twin electrodes inside the probe and then tighten the electrode adjustment nut.
3. Installare la sonda. Fare riferimento a [Installazione della sonda](#).
4. Installare la sorgente di ionizzazione sullo spettrometro di massa. Fare riferimento a [Installazione della sorgente di ionizzazione](#).
5. Collegare il tubo del campione. Fare riferimento a [Collegamento del tubo della sorgente di ionizzazione](#).
6. Collegare il tubo del calibrante.

7. Regolare l'estensione della punta dell'elettrodo. Fare riferimento a [Ottimizzazione della posizione della sonda ESI doppia](#) o [Ottimizzazione della posizione della sonda doppia APCI](#).

Sostituzione dell'ago di scarica a corona



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



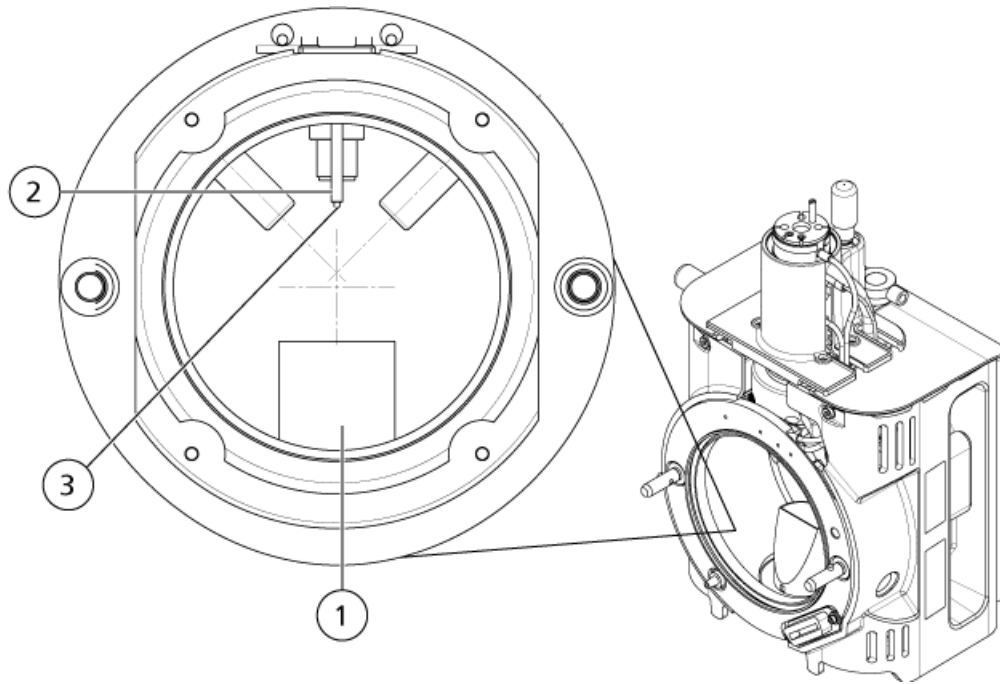
AVVERTENZA! Pericolo di perforazione. Maneggiare l'ago con cura. La punta dell'ago è estremamente acuminata.

Procedure preliminari
<ul style="list-style-type: none">• Rimuovere la sorgente di ionizzazione• Rimozione della sonda

Se la punta dell'ago di scarica a corona si corrode, potrebbe non essere possibile rimuoverla con le mani. In questo caso, tagliare la punta dell'ago per rimuoverla, quindi sostituire l'intero ago di scarica a corona.

1. Girare la sorgente di ionizzazione in modo che il lato dell'apertura sia accessibile.

Figura 5-2 Ago di scarica a corona



Elemento	Descrizione
1	Camino di scarico
2	Cannula in ceramica
3	Punta dell'ago di scarica a corona

2. Reggendo la vite di regolazione dell'ago di scarica a corona tra il pollice e l'indice di una mano e l'ago di scarica a corona con l'altra mano, ruotare la punta dell'ago di scarica a corona in senso antiorario per allentare la punta e rimuoverla delicatamente. Fare riferimento a [Componenti della sorgente di ionizzazione](#).
3. Tirare delicatamente l'ago di scarica a corona attraverso il camino di scarico per rimuoverlo.
4. Inserire il nuovo ago il più possibile nel camino di scarico nella cannula in ceramica.
5. Reggendo una nuova punta tra il pollice e l'indice di una mano e la vite di regolazione dell'ago di scarica a corona con l'altra mano, ruotare la punta dell'ago di scarica a corona in senso orario per installare la punta.
6. Inserire la sonda e installare la sorgente di ionizzazione sullo spettrometro di massa. Fare riferimento a [Installazione della sorgente di ionizzazione](#).

Sostituzione del tubo del campionamento



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

Nota: Per sostituire il tubo del calibrante, fare riferimento alla *Guida per l'utente del sistema*.

Procedure preliminari

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

Utilizzare la seguente procedura per sostituire il tubo di campionamento se è ostruito.

1. Scollegare il tubo di campionamento dalla sonda e dalla giunzione di messa a terra.
2. Sostituire il tubo di campionamento con un tubo di lunghezza adeguata, tagliato con un'apposita taglierina. Fare riferimento a [Collegamento del tubo della sorgente di ionizzazione](#).
3. Installare la sorgente di ionizzazione. Fare riferimento a [Installazione della sorgente di ionizzazione](#).
4. Avviare il flusso del campione.

Stoccaggio e manipolazione



AVVERTENZA! Pericolo ambientale. Non smaltire i componenti del sistema nei rifiuti urbani indifferenziati. Per lo smaltimento dei componenti, seguire le normative locali.

Requisiti ambientali per la conservazione e il trasporto della sorgente di ionizzazione:

- Temperatura ambiente compresa tra -30 °C e +60 °C (-22 °F e 140 °F)
- Pressione atmosferica tra 75 kPa e 101 kPa
- Umidità relativa non superiore al 99%, senza condensa

Risoluzione dei problemi della sorgente di ionizzazione

6

Problema	Probabile causa	Azioni correttive
Il software SCIEX OS riporta che lo spettrometro di massa è in stato di Fault (guasto).	<ol style="list-style-type: none">1. La sonda non è installata.2. La sonda non è collegata correttamente.	<ol style="list-style-type: none">1. Installare la sonda. Fare riferimento a Installazione della sonda.2. Reinstallare la sonda:<ol style="list-style-type: none">a. Rimuovere la sonda. Fare riferimento a Rimozione della sonda.b. Installare la sonda assicurandosi di serrare saldamente la ghiera di fermo. Fare riferimento a Installazione della sonda.
La nebulizzazione non è uniforme.	L'elettrodo è bloccato.	Sostituire l'elettrodo. Fare riferimento a Sostituzione degli elettrodi doppi .
La temperatura della sorgente non è stata raggiunta o la temperatura è troppo alta o instabile.	Il riscaldatore turbo è guasto.	Contattare un addetto QMP o FSE locale.

Risoluzione dei problemi della sorgente di ionizzazione

Problema	Probabile causa	Azioni correttive
La sensibilità è scarsa.	<ol style="list-style-type: none"> 1. I componenti dell'interfaccia (parte frontale) sono sporchi. 2. Vapori di solvente o altri composti ignoti sono presenti nella regione dell'analizzatore. 3. L'elettrodo più corto non sporge dalla sonda. 	<ol style="list-style-type: none"> 1. Pulire le componenti dell'interfaccia e installare la sorgente di ionizzazione. 2. Ottimizzare la velocità di flusso per l'interfaccia Curtain Gas™. Fare riferimento a Ottimizzazione della sorgente di ionizzazione. 3. Regolare l'estensione della punta dell'elettrodo. Fare riferimento a Ottimizzazione della posizione della sonda ESI doppia o Ottimizzazione della posizione della sonda doppia APCI.
Durante il test, la sorgente di ionizzazione non soddisfa le specifiche.	<ol style="list-style-type: none"> 1. La soluzione di test non è stata preparata correttamente. 2. Lo spettrometro di massa non ha superato i test di installazione. 	<ol style="list-style-type: none"> 1. Confermare che la soluzione di test sia stata preparata correttamente. 2. Se il problema non può essere risolto, contattare il Responsabile dell'Assistenza Tecnica (FSE) per l'esecuzione dei test di installazione.

Risoluzione dei problemi della sorgente di ionizzazione

Problema	Probabile causa	Azioni correttive
Il rumore di fondo è alto	<ol style="list-style-type: none"> 1. La temperatura è troppo alta. 2. La sorgente di ionizzazione è contaminata. 	<ol style="list-style-type: none"> 1. Ottimizzare la temperatura. 2. Ottimizzare il flusso del gas ausiliario. 3. Pulire o sostituire i componenti della sorgente di ionizzazione, quindi condizionare la sorgente e la parte frontale: <ol style="list-style-type: none"> a. Spostare la sonda nella posizione più lontana dalla fenditura (verticalmente e orizzontalmente). b. Assicurarsi che il riscaldatore dell'interfaccia sia su On. c. Infondere o iniettare una soluzione di metanolo/acqua 50:50 con velocità di flusso della pompa di 1 mL/min. d. Nel software SCIEX OS, impostare la temperatura a 650, il gas della sorgente di ionizzazione 1 a 60 e il gas della sorgente di ionizzazione 2 a 60. e. Impostare la portata per l'interfaccia Curtain Gas™ su 45 o 50. f. Lasciare in funzione per almeno 2 ore o, preferibilmente, per tutta la notte, per ottenere i risultati migliori.

Risoluzione dei problemi della sorgente di ionizzazione

Problema	Probabile causa	Azioni correttive
Le prestazioni della sorgente di ionizzazione sono peggiorate.	<ol style="list-style-type: none"> 1. Il probe non è ottimizzata. 2. Il campione non era preparato a dovere o era degradato. 3. Perdite negli attacchi di entrata del campione. 	<ol style="list-style-type: none"> 1. Ottimizzare il probe. Fare riferimento a Ottimizzazione della sonda o Ottimizzazione della sonda APCI doppia. 2. Verificare che il campione sia stato preparato correttamente. 3. Verificare che gli attacchi siano serrati; sostituire se le perdite persistono. Non serrare eccessivamente i raccordi. 4. Installare e ottimizzare una sorgente di ionizzazione alternativa. Se il problema persiste, contattare un responsabile dell'assistenza tecnica.
Scariche ad arco o scintille.	La posizione dell'ago di scarica a corona non è corretta.	Girare l'ago di scarica a corona verso il curtain plate e lontana dal flusso di gas ausiliario. Fare riferimento a Regolazione della posizione dell'ago di scarica a corona .
Il segnale del calibrante è basso.	<ol style="list-style-type: none"> 1. Il CDS non è collegato. 2. Il tubo CDS è ostruito. 	<ol style="list-style-type: none"> 1. Controllare i collegamenti del CDS. 2. Ispezionare il tubo calibrante per verificare la presenza di ostruzioni o perdite.

Principi di funzionamento - Sorgente di ionizzazione

A

Modalità di ionizzazione elettrospray

La sonda si trova in posizione centrale tra i due riscaldatori turbo, che sono posizionati con un angolo di 45 gradi su entrambi i lati della sonda. La combinazione tra lo spray e il gas secco riscaldato, portato a temperatura dai riscaldatori turbo, è proiettata a un'angolazione di 90 gradi verso la fenditura del curtain plate.

Solo i composti che si ionizzano nel solvente liquido possono essere generati come ioni in fase gassosa nella sorgente. L'efficienza e la velocità di generazione di ioni dipendono dalle energie di solvatazione degli ioni in questione. Gli ioni con energie di solvatazione inferiori hanno più probabilità di evaporare rispetto agli ioni con energie di solvatazione superiori.

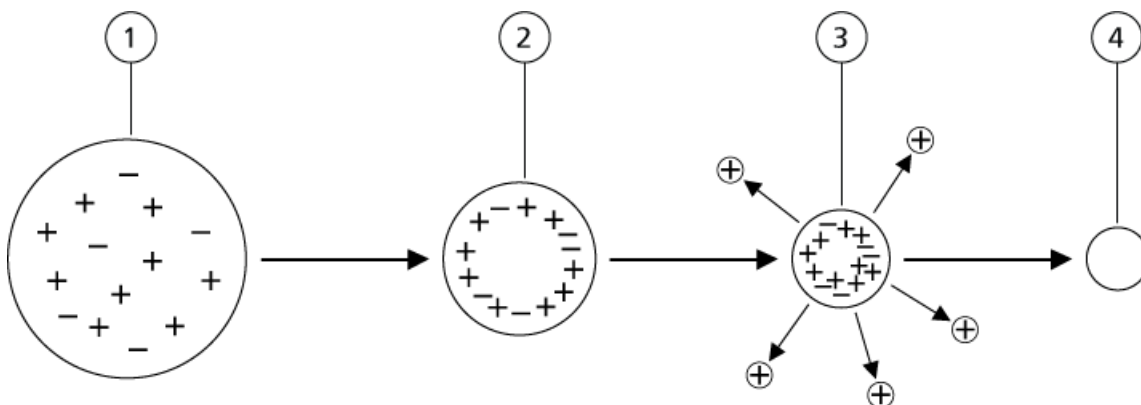
The interaction of the Spray Voltage and the turbo heaters helps focus the stream and increases the rate of droplet evaporation, resulting in an increased ion signal. The heated gas increases the efficiency of ion evaporation, resulting in increased sensitivity and the ability to handle higher liquid sample flow rates.

Un flusso ad alta velocità di gas di nebulizzazione fa staccare delle goccioline dal flusso del campione liquido nell'ingresso della tensione Spray. Utilizzando l'alta tensione variabile applicata al nebulizzatore, la sorgente di ionizzazione applica una carica netta a ogni gocciolina. Questa carica favorisce la dispersione delle goccioline. L'alta tensione tende a estrarre di preferenza gli ioni unipolari nelle goccioline appena queste sono separate dal getto del liquido. Tuttavia questa separazione è incompleta e ciascuna gocciolina contiene molti ioni di entrambe le polarità. Gli ioni di una polarità definita sono predominanti in ciascuna gocciolina, e la differenza tra il numero di ioni caricati positivamente o negativamente rappresenta la carica netta. Solo gli ioni in eccesso della polarità predominante sono disponibili per l'evaporazione di ionizzazione, e solo una frazione di questi riesce effettivamente a evaporare.

La sonda può generare ioni multicarica a partire da composti che hanno molti siti protonabili, come peptidi e oligonucleotidi. Ciò è di grande utilità durante l'analisi di specie ad alto peso molecolare, dove le cariche multiple producono ioni con un rapporto massa/carica (m/z) nell'intervallo di massa dello spettrometro. Questo permette la determinazione ordinaria del peso molecolare dei composti nell'ordine del kiloDalton (kDa).

Ogni gocciolina carica contiene solvente e ioni negativi e positivi, ma con il predominio di una delle due polarità. Fare riferimento a [Figura A-1](#). Dato che si tratta di un mezzo di conduzione, le cariche in eccesso risiedono sulla superficie della gocciolina. Quando il solvente evapora il campo elettrico alla superficie della gocciolina aumenta, dato che il raggio della gocciolina diminuisce.

Figura A-1 Evaporazione ioni



Elemento	Descrizione
1	Le goccioline contengono ioni di ambo le polarità con una polarità predominante.
2	Quando il solvente evapora, il campo elettrico aumenta e gli ioni si muovono verso la superficie.
3	Una volta raggiunto un determinato valore critico del campo, gli ioni sono emessi dalle goccioline.
4	I residui non volatili restano come particella secca.

Se la gocciolina contiene ioni in eccesso e una quantità di solvente sufficiente evapora dalla gocciolina, si raggiunge un campo critico dove gli ioni sono emessi dalla superficie. Al termine del processo tutto il solvente sarà evaporato dalla gocciolina, lasciando una particella secca costituita dai componenti volatili della soluzione campione.

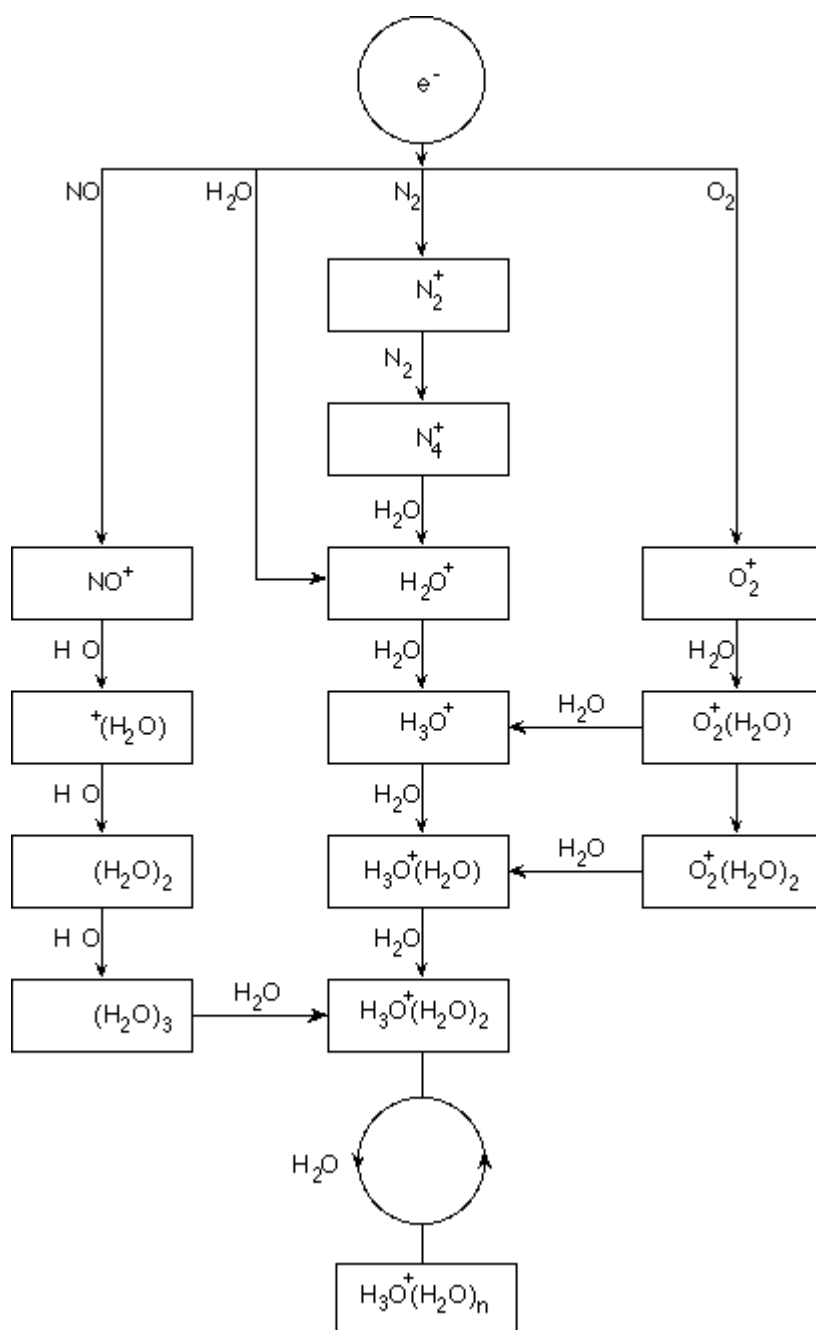
Dato che le energie di solvatazione di buona parte delle molecole organiche sono sconosciute, le sensibilità di ogni dato ione organico all'evaporazione di ionizzazione sono difficili da prevedere. L'importanza dell'energia di solvatazione è evidente, in quanto i surfattanti che si concentrano sulla superficie di un liquido possono essere rilevati in modo molto sensibile.

Modalità APCI

I motivi delle incompatibilità riscontrate in passato nel collegare la cromatografia liquida con la spettrometria di massa sussistevano nella difficoltà nel convertire molecole relativamente non volatili in un gas molecolare senza indurre una decomposizione eccessiva. La sonda APCI doppia nebulizza delicatamente il campione in piccole goccioline finemente disperse in un tubo di ceramica riscaldato, permettendo una rapida vaporizzazione del campione in modo che le molecole del campione stesso non siano decomposte.

La figura seguente mostra il flusso di reazione del processo APCI per gli ioni reagenti positivi, i protoni idrati, $H_3O^+[H_2O]_n$.

Figura A-2 Diagramma di flusso reazione APCI



Gli ioni primari principali N_2^+ , O_2^+ , H_2O^+ e NO^+ sono formati dall'impatto degli elettroni creati dall'effetto corona sulle componenti neutre principali dell'aria. Anche se il NO^+ non è di norma uno dei maggiori costituenti di aria pulita, la concentrazione di questa specie nella sorgente di ionizzazione è aumentata a causa delle reazioni neutre iniziate dalla scarica a corona.

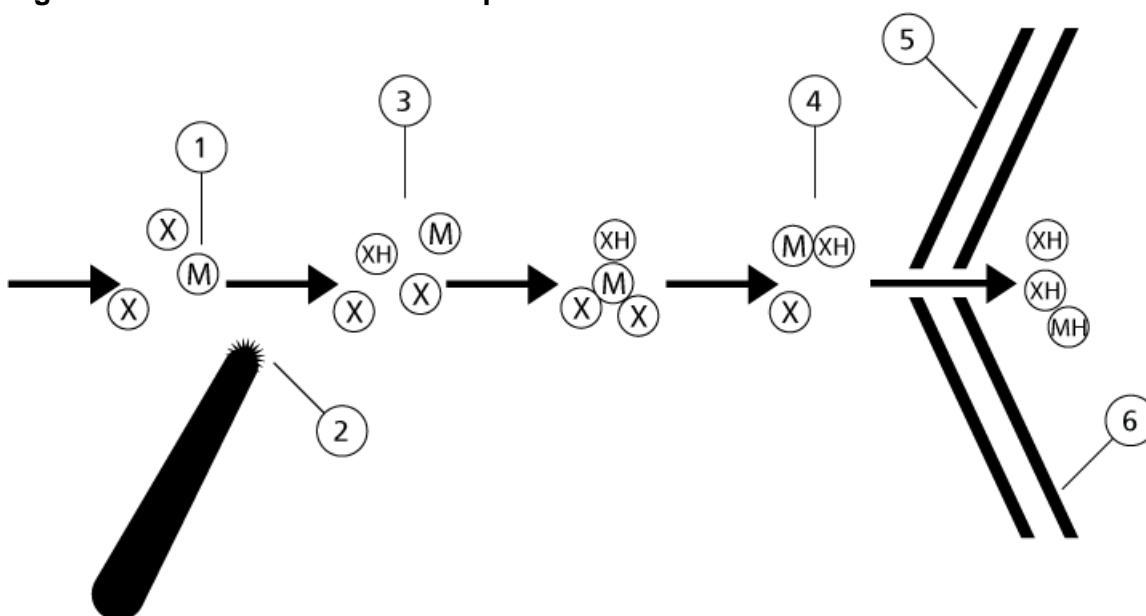
I campioni introdotti attraverso la sonda APCI doppia vengono nebulizzati, con l'aiuto di un gas nebulizzatore, nel tubo in ceramica riscaldato. All'interno del tubo le goccioline finemente

Principi di funzionamento - Sorgente di ionizzazione

disperse di campione e di solvente subiscono una vaporizzazione rapida con la decomposizione termica ridotta al minimo. La vaporizzazione delicata preserva l'identità molecolare del campione.

Le molecole di campione gassoso e di solvente passano nel corpo della sorgente di ionizzazione, all'interno della quale la ionizzazione tramite APCI è indotta da un ago di scarica a corona collegato all'estremità del tubo in ceramica. Le molecole del campione sono ionizzate dalla collisione con gli ioni reagenti creati dalla ionizzazione delle molecole di solvente della fase mobile. Le molecole di solvente vaporizzate si ionizzano per produrre gli ioni di reagente $[X+H]^+$ in modalità positiva e $[X-H]^-$ in modalità negativa. Fare riferimento a [Figura A-3](#). Sono questi ioni reagenti che producono ioni campione stabili quando collidono con le molecole del campione.

Figura A-3 Ionizzazione chimica a pressione atmosferica



Elemento	Descrizione
1	Campione
2	Gli ioni primari sono creati in prossimità dell'ago di scarica a corona
3	La ionizzazione produce in prevalenza ioni solvente
4	Gli ioni reagenti reagiscono con le molecole del campione formando dei cluster
5	Curtain plate
6	Interfaccia

x = molecole solvente; M = molecole campione

Le molecole del campione sono ionizzate attraverso un processo di trasferimento di protoni in modalità positiva e da un trasferimento di elettroni o protoni in modalità negativa. L'energia

per il processo di ionizzazione APCI è dominata dalla collisione a causa della pressione atmosferica relativamente elevata della sorgente di ionizzazione.

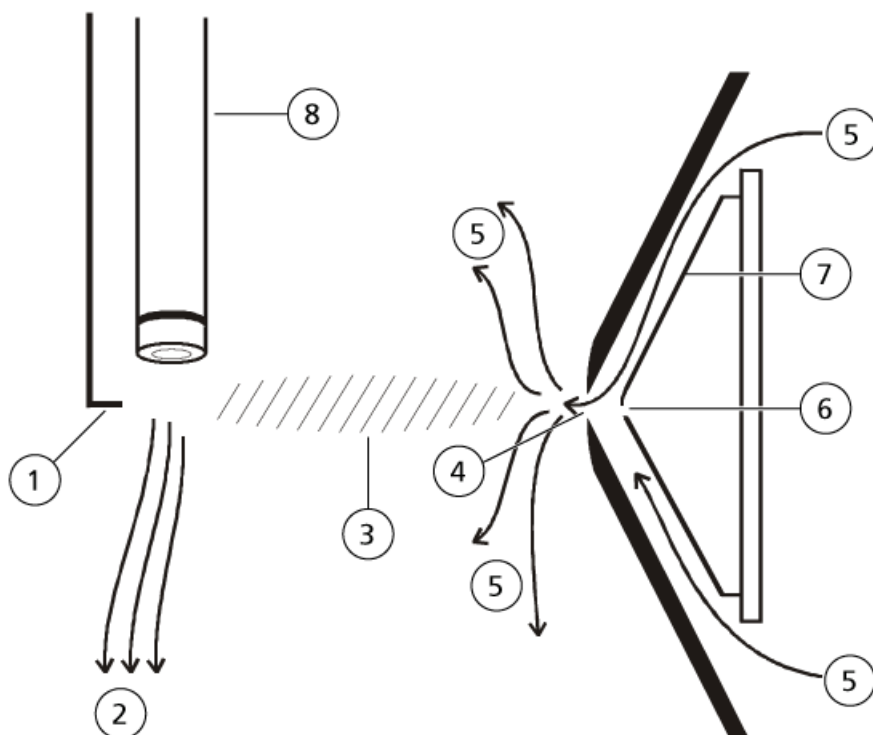
Per applicazioni in fase inversa, gli ioni reagenti sono costituiti da molecole di solvente protonate in modalità positiva e ioni di ossigeno solvatati in modalità negativa. In condizioni termodinamiche favorevoli, l'aggiunta di modificatori cambia la composizione dello ione reagente. Ad esempio l'aggiunta di modificatori o tamponi acetato può rendere lo ione acetato $[\text{CH}_3\text{COO}]^-$ il reagente primario in modalità negativa. I modificatori di ammonio possono rendere l'ammoniaca protonata $[\text{NH}_4]^+$ il reagente primario in modalità positiva.

Attraverso le collisioni, viene mantenuto un equilibrio nella distribuzione di determinati ioni (ad esempio, cluster di ioni d'acqua protonati). La probabilità di una frammentazione prematura degli ioni del campione nella sorgente di ionizzazione viene ridotta dall'influenza moderatrice dei cluster di solvente sugli ioni reagenti e dalla pressione del gas relativamente elevata nella sorgente di ionizzazione. Di conseguenza il processo di ionizzazione genera principalmente ioni prodotto molecolari per l'analisi delle masse nello spettrometro di massa.

Regione di ionizzazione APCI

La [Figura A-4](#) mostra la posizione generale del reattore ione-molecola della sonda doppia APCI. Le linee oblique indicano un reattore senza pareti. Una corrente ionica spontanea nell'ordine dei microampere è generata da una scarica a effetto corona, come conseguenza del campo elettrico tra l'ago di scarica e il curtain plate. Ioni primari, ad esempio, N_2^+ e O_2^+ , sono creati dalla perdita di elettroni che avviene nel plasma posto nelle immediate vicinanze della punta dell'ago di scarica. L'energia di questi elettroni è limitata da un certo numero di collisioni con molecole gassose, prima di raggiungere un'energia in cui la loro sezione d'urto effettiva gli consente di ionizzare le molecole neutre in modo efficiente.

Figura A-4 Regione di ionizzazione APCI



Elemento	Descrizione
1	Punta dell'ago di scarica
2	Flusso del campione
3	Reattore senza pareti
4	Fenditura della piastra Curtain
5	Gas per l'interfaccia Curtain Gas™
6	Orifizio
7	Separatore di vuoto
8	Tubo in ceramica

Gli ioni primari, a loro volta, generano ioni intermedi che portano alla formazione di ioni campione. Gli ioni della polarità prescelta deviano sotto l'influenza del campo elettrico in direzione del curtain plate e poi nell'analizzatore di massa attraverso il gas curtain. L'intero processo di formazione degli ioni è dominato dalla collisione a causa della pressione atmosferica relativamente elevata della sonda doppia APCI. Ad eccezione delle immediate vicinanze della punta dell'ago di scarica, dove la forza del campo elettrico è più grande, l'energia impartita a uno ione dal campo elettrico è irrilevante in confronto all'energia termica dello ione.

Attraverso le collisioni, viene mantenuta una eguale distribuzione di determinati ioni (ad esempio, cluster di ioni d'acqua protonati). Tutta l'energia in eccesso che uno ione potrebbe acquistare nel processo di reazione ione-molecola è termalizzata. Molti degli ioni prodotti sono fissati attraverso la stabilizzazione collisionale, anche se avvengono molte altre collisioni successive. La formazione sia degli ioni prodotto, sia degli ioni reagenti è governata da condizioni di equilibrio a una pressione di esercizio (atmosfera) di 760 torr.

La sonda APCI doppia funziona come un reattore senza pareti, dato che gli ioni che passano dalla sorgente alla camera da vuoto e infine nel rivelatore non vanno mai incontro a collisioni con una parete, ma solo a collisioni con altre molecole. Gli ioni si formano anche fuori dalla sorgente di ionizzazione designata, ma non sono rilevati e sono infine neutralizzati dall'interazione con una parete.

La temperatura della sonda è un fattore importante per il funzionamento della sonda doppia APCI. Per mantenere l'identità molecolare, la temperatura deve essere sufficientemente alta da garantire un'evaporazione rapida. A una temperatura di funzionamento sufficientemente elevata, le goccioline sono vaporizzate rapidamente in modo che le molecole organiche siano desorbite dalle goccioline con una degradazione termica ridotta al minimo. Tuttavia, qualora la temperatura fosse troppo bassa, il processo di evaporazione è più lento e la pirolisi, o decomposizione, può verificarsi prima che la vaporizzazione sia completa. Il funzionamento della sonda APCI doppia a temperature superiori alla temperatura ottimale può provocare la decomposizione termica del campione.

Parametri e voltaggi della sorgente

B

Parametri della sonda ESI doppia

La tabella che segue mostra le condizioni operative raccomandate per la sonda ESI doppia a tre velocità di flusso differenti. Per ogni velocità di flusso, la velocità di flusso del gas per l'interfaccia Curtain Gas™ deve essere la più alta possibile. La composizione del solvente usato per l'ottimizzazione era acqua/acetone 1:1. Queste condizioni rappresentano un punto a partire dal quale si può ottimizzare la sonda. Attraverso un processo iterativo, si possono ottimizzare i parametri usando l'analisi mediante iniezione in flusso per raggiungere il segnale o il rapporto segnale-rumore migliore per il composto in questione.

Tabella B-1 Ottimizzazione dei parametri per la sonda ESI doppia

Parametri	Valori tipici			Gamma di esercizio
	Bassa	Media	Alta	
LC flow rate	Da 5 µl/min a 50 µl/min	200 µL/min	1.000 µL/min	Da 5 µL/min a 3.000 µL/min
Ion source gas 1 (gas di nebulizzazione)	Da 20 psi a 40 psi	Da 40 psi a 60 psi	Da 40 psi a 60 psi	Da 0 psi a 90 psi
Ion source gas 2 (gas ausiliario)	0 psi	50 psi	50 psi	Da 0 psi a 90 psi
Spray voltage	5.500 V	5.500 V	5.500 V	5.500 V
Gas for the Curtain Gas™ Interface	25 psi	25 psi	25 psi	Da 25 psi a 50 psi
Temperature ¹	Temperatura ambiente a 200 °C	Da 200 °C a 650 °C	Da 400 °C a 750 °C	Fino a 750 °C
Declustering Potential (DP) ²	Positiva: 70 V Negativa: -70 V	Positiva: 70 V Negativa: -70 V	Positiva: 70 V Negativa: -70 V	Positiva: da 0 V a 400 V Negativa: da -400 V a 0 V

¹ I valori di temperatura ottimali dipendono dalla composizione della fase composta e mobile. Un maggiore contenuto di acqua richiede una temperatura più elevata. Zero (0) indica che non è applicata alcuna temperatura.

² I valori DP dipendono dal composto.

Tabella B-1 Ottimizzazione dei parametri per la sonda ESI doppia (continua)

Parametri	Valori tipici			Gamma di esercizio
	Bassa	Media	Alta	
Probe vertical micrometer setting	Da 7 a 10	Da 2 a 5	Da 0 a 2	Da 0 a 13
Probe horizontal micrometer setting	Da 4 a 6	Da 4 a 6	Da 4 a 6	Da 0 a 10

Parametri della sonda APCI doppia

Tabella B-2 Ottimizzazione dei parametri per la sonda APCI doppia

Parametro	Valore tipico	Gamma di esercizio
LC flow rate	1.000 µL/min	Da 200 µL/min a 3.000 µL/min
Ion source gas 1 (gas di nebulizzazione)	30 psi	Da 0 psi a 90 psi
Gas for the Curtain Gas™ Interface	25 psi	Da 25 psi a 50 psi
Temperature ³	400 °C	Da 100 °C a 750 °C
Nebulizer current	Positiva: 3 µA Negativa: -3 µA	Positiva: da 0 mA a 5 µA Negativa: da -5 mA a 0 µA
Declustering Potential (DP)	Positiva: 60 V Negativa: -60 V	Positiva: da 0 V a 300 V Negativa: da -300 V a 0 V
Probe vertical micrometer setting	4	Scala da 0 a 13

³ Il valore della temperatura dipende dal composto.

Descrizione dei parametri

Tabella B-3 Parametri dipendenti dalla sorgente

Parametro	Descrizione
Ion source gas 1	Controlla il gas di nebulizzazione per le sonde ESI doppia, APCI doppia. Fare riferimento a Principi di funzionamento - Sorgente di ionizzazione .
Ion source gas 2	Controlla il gas ausiliario per la sonda ESI. La sensibilità migliore si ottiene quando la combinazione di temperatura e velocità di flusso del gas ausiliario porta il solvente LC a raggiungere un punto in cui è quasi completamente vaporizzato. Per ottimizzare il valore gas sorgente di ionizzazione 2, incrementare il flusso per ottenere il miglior segnale o rapporto segnale-rumore se vi è un aumento significativo del rumore di fondo. Un flusso troppo elevato di gas può generare rumore o instabilità del segnale. Fare riferimento a Principi di funzionamento - Sorgente di ionizzazione .
Curtain gas	Controlla la velocità di flusso per l'interfaccia Curtain Gas™. L'interfaccia Curtain Gas™ è posizionata tra la curtain plate e l'orifizio. Impedisce all'aria presente nell'ambiente e alle goccioline di solvente di entrare e contaminare le ottiche ioniche, permettendo allo stesso tempo il convogliamento degli ioni campione nella camera da vuoto tramite i campi elettrici generati tra l'interfaccia di vuoto e l'ago del nebulizzatore. La contaminazione delle ottiche ioniche di ingresso riduce la trasmissione al Q0, la stabilità e la sensibilità, e aumenta inoltre il rumore di fondo. Mantenere la velocità di flusso del gas per l'interfaccia Curtain Gas™ al livello più alto possibile senza perdere la sensibilità.
Temperatura	Controlla il calore applicato al campione per vaporizzarlo. La temperatura ottimale è la temperatura più bassa alla quale il campione è completamente vaporizzato. Ottimizzare a incrementi di 50 °C.

Tabella B-3 Parametri dipendenti dalla sorgente (continua)

Parametro	Descrizione
Temperature - ESI Probe	<p>Controlla la temperatura del gas ausiliario nella sonda ESI .</p> <p>La sensibilità migliore si ottiene quando la combinazione di temperatura e velocità di flusso del gas sorgente di ionizzazione 2 porta il solvente LC a raggiungere un punto in cui è quasi completamente vaporizzato.</p> <p>Quando il contenuto organico del solvente aumenta, la temperatura ottimale della sonda diminuisce. Con solventi costituiti da 100% metanolo o acetonitrile, le prestazioni della sonda possono essere ottimizzate a temperature non inferiori ai 300 °C. I solventi acquosi costituiti da 100% acqua a un flusso di circa 1.000 µL/min richiedono una temperatura massima della sonda di 750 °C.</p> <p>Se la temperatura è impostata a valori troppo bassi, la vaporizzazione resta incompleta e grandi e visibili goccioline sono espulse nel corpo della sorgente di ionizzazione.</p> <p>Se la temperatura è impostata su valori troppo alti, il solvente può essere vaporizzato prematuramente alla punta della sonda, specialmente se la sonda è posizionata troppo in basso (da 5 a 13).</p>
Temperature - APCI probe	<p>Controlla la temperatura nella sonda APCI.</p> <p>Quando il contenuto organico del solvente aumenta, la temperatura ottimale della sonda diminuisce. Con solventi costituiti da 100% metanolo o acetonitrile, le prestazioni della sonda possono essere ottimizzate a temperature non inferiori ai 400 °C a velocità di flusso di 1.000 µL/min. I solventi acquosi costituiti da 100% acqua a un flusso di circa 2.000 µL/min richiedono una temperatura minima della sonda di 700 °C.</p> <p>Se la temperatura è impostata a valori troppo bassi, la vaporizzazione resta incompleta e grandi e visibili goccioline sono espulse nel corpo della sorgente di ionizzazione.</p> <p>Se la temperatura è impostata su valori troppo alti, avviene la degradazione termica del campione.</p>
Nebulizer current	<p>Controlla la corrente applicata all'ago di scarica a corona nel probe APCI. La scarica ionizza le molecole di solvente, che a loro volta ionizzano le molecole del campione. Per la sonda APCI la corrente applicata all'ago di scarica a corona è ottimizzata solitamente in un intervallo piuttosto ampio (da 1 µA a 5 µA circa in modalità positiva). Ottimizzare iniziando con un valore di 1 e aumentarlo fino a raggiungere il miglior segnale o rapporto segnale-rumore. Se aumentando la corrente non si osserva alcun cambiamento nel segnale, lasciare la corrente al valore più basso che fornisce la migliore sensibilità (ad esempio, 2 µA).</p>

Tabella B-3 Parametri dipendenti dalla sorgente (continua)

Parametro	Descrizione
Spray voltage	controlla la tensione applicata al nebulizzatore nella sonda ESI, che ionizza il campione nella sorgente di ionizzazione. Il valore del parametro dipende dalla polarità e influenza la stabilità della nebulizzazione e la sensibilità.
Interface heater	Attiva e disattiva il riscaldatore dell'interfaccia. Riscaldare l'interfaccia permette di massimizzare il segnale degli ioni e impedisce la contaminazione delle ottiche ioniche. A meno che il composto che si voglia analizzare sia estremamente fragile, è consigliabile riscaldare l'interfaccia.

Posizione della sonda

La posizione della sonda può influenzare la sensibilità dell'analisi. Per ulteriori informazioni su come ottimizzare la posizione della sonda, fare riferimento a [Ottimizzazione della sorgente di ionizzazione](#).

Composizione dei solventi

La concentrazione standard del formiato di ammonio o dell'acetato di ammonio va da 2 mmol/L a 10 mmol/L per gli ioni positivi e da 2 mmol/L a 50 mmol/L per gli ioni negativi. La concentrazione degli acidi organici varia da 0,1% a 0,5% per il volume per la sonda ESI doppia e da 0,1% a 1,0% per il volume per la sonda APCI doppia.

I solventi comunemente impiegati sono:

- Acetonitrile
- Metanolo
- Propanolo
- Acqua

I modificatori comunemente impiegati sono:

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

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




- Trietilammina (TEA)
- Fosfato di sodio












- Acido trifluoroacetico (TFA)
- Dodecilsolfato di sodio (SLS)

Glossario dei simboli



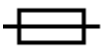









C


Nota: non tutti i simboli presenti nella seguente tabella sono applicabili a ogni strumento.

Simbolo	Descrizione
	Marchio di conformità alle normative per l'Australia. Indica che il prodotto è conforme ai requisiti EMC dell'autorità australiana per i media e le comunicazioni (ACMA, Australian Communications Media Authority).
	Corrente alternata
A	Ampere (corrente)
	Pericolo di asfissia
	Rappresentante autorizzato nella Comunità europea
	Rischio biologico
	Marchio CE di conformità
	Marchio cCSAus. Si tratta di una certificazione di sicurezza elettrica per il mercato canadese e statunitense.
	Numero catalogo.
	Attenzione. Consultare le istruzioni per informazioni sui possibili pericoli. Nota: nella documentazione SCIEX, questo simbolo indica un rischio di lesioni personali.

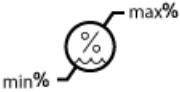
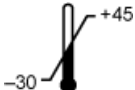






Simbolo	Descrizione
	Etichetta di attenzione RoHS per la Cina. Il prodotto informativo elettronico contiene alcune sottosostanze tossiche o pericolose. Il numero al centro è il periodo d'uso a basso impatto ambientale (EFUP, Environmentally Friendly Use Period) e indica il numero di anni civili di uso consentito del prodotto. Alla scadenza dell'EFUP, il prodotto deve essere tempestivamente riciclato. Le frecce in cerchio indicano che il prodotto è riciclabile. Il codice data riportato sull'etichetta o sul prodotto indica la data di produzione.
	Logo RoHS per la Cina. Il dispositivo non contiene sottosostanze tossiche e pericolose o elementi al di sopra dei valori di concentrazione massima ed è un prodotto ecologico, riciclabile e riutilizzabile.
	Fare riferimento alle istruzioni per l'uso.
	Pericolo di schiacciamento
	Marchio cTUVus per TÜV Rheinland del Nord America.
	Simbolo Matrice Dati che è possibile scansionare con un lettore di codice a barre per ottenere un identificativo univoco del dispositivo (UDI).
	Pericolo per l'ambiente.
	Collegamento Ethernet
	Pericolo di esplosione
	Rischio di lesioni agli occhi
	Pericolo di incendio

Glossario dei simboli

Simbolo	Descrizione
	Pericolo di esposizione ad agenti chimici infiammabili.
	Fragile
	Fusibile
Hz	Hertz.
	Simbolo di sicurezza internazionale "Attenzione, rischio di scosse elettriche" (ISO 3864), noto anche come simbolo di alta tensione. Se è necessario rimuovere la copertura principale, contattare un rappresentante SCIEX per evitare scosse elettriche.
	Pericolo di superfici calde
	Dispositivo per uso diagnostico in vitro
	Pericolo di radiazioni ionizzanti
	Conservare all'asciutto. Non esporre alla pioggia. L'umidità relativa non deve essere superiore al 99%.
	Tenere in posizione verticale.
	Rischio di lacerazione/Grave
	Pericolo di radiazione laser
	Pericolo di sollevamento

Simbolo	Descrizione
	Pericolo magnetico
	Produttore
	Rischio derivante da parti in movimento
	Pericolo pacemaker. Accesso vietato alle persone con pacemaker.
	Pericolo di schiacciamento
	Pericolo di gas sotto pressione
	Messa a terra (protezione)
	Pericolo di perforazione
	Pericolo di esposizione ad agenti chimici reattivi.
	Numero di serie
	Pericolo di esposizione ad agenti chimici tossici
	Trasportare e stoccare il sistema in un intervallo compreso tra 66 kPa e 103 kPa.
	Trasportare e stoccare il sistema in un intervallo compreso tra 75 kPa e 101 kPa.

Glossario dei simboli

Simbolo	Descrizione
	Trasportare e stoccare il sistema entro i livelli minimi (min) e massimi (max) specificati di umidità relativa, senza condensa.
	Trasportare e stoccare il sistema ad una temperatura compresa tra -30 °C e +45 °C.
	Trasportare e stoccare il sistema ad una temperatura compresa tra -30 °C e +60 °C.
	Collegamento USB 2.0
	Collegamento USB 3.0
	Pericolo da radiazione ultravioletta
VA	Volt Ampere (potenza)
V	Volt (tensione)
	RAEE. Non smaltire l'apparecchiatura nei rifiuti urbani indifferenziati. Pericolo per l'ambiente.
W	Watt.
	<i>aaaa-mm-gg</i> Data di produzione

Contatti

Formazione dei clienti

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

Centro di istruzione online

- [SCIEX University™](#)

Assistenza SCIEX

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

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

Sicurezza informatica

Per le ultime indicazioni sulla sicurezza informatica per i prodotti SCIEX, visitare il sito sciex.com/productsecurity.

Documentazione

Questa versione sostituisce tutte le versioni precedenti del documento.

Per visualizzare il documento in formato elettronico, è necessario che sia installato Adobe Acrobat Reader. Per scaricare la versione più recente, visitare il sito Web <https://get.adobe.com/reader>.

Contatti

Per reperire la documentazione del software del prodotto, fare riferimento alle note di rilascio o alla guida all'installazione del software fornita con il software.

Per reperire la documentazione del prodotto hardware, fare riferimento al DVD *Customer Reference* fornito con il sistema o il componente.

Le versioni più recenti della documentazione sono disponibili sul sito Web SCIEX, all'indirizzo sciex.com/customer-documents.

Nota: Per richiedere una versione stampata gratuita del presente documento, contattare sciex.com/contact-us.
