

Turbo V™

para sistemas SCIEX QTOF e ZenoTOF™

Guia do operador



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

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

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

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

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

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

AB SCIEX™ está sendo usada sob licença.

© 2020 DH Tech. Dev. Pte. Ltd.



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

Conteúdo

1 Precauções e limitações operacionais.....	5
Precauções e riscos durante a operação.....	5
Precauções Químicas.....	6
Fluidos para uso seguro do sistema.....	7
Condições de laboratório.....	8
Condições ambientais seguras.....	8
Especificações de desempenho.....	8
Uso e modificação do equipamento.....	9
2 Visão geral da fonte de íons.....	10
Modos de ionização.....	10
Modo ESI.....	10
Modo APCI.....	10
Componentes da fonte de íons.....	11
Sondas.....	12
Sonda ESI gêmea.....	13
Sonda APCI gêmea.....	13
Conexões de gás e eletricidade.....	14
Circuito de sensor da fonte de íons.....	14
Sistema de exaustão da fonte.....	15
3 Instalação da fonte de íons.....	17
Preparar a instalação.....	17
Instalar a sonda.....	18
Conectar a tubulação da fonte de íons.....	19
Instalar a fonte de íons no espectrômetro de massas.....	19
Exigências de entrada da amostra.....	20
Inspeccionar vazamentos.....	21
4 Otimização da fonte de íons.....	22
Introdução da amostra.....	22
Método.....	22
Vazão.....	23
Otimização da Sonda gêmea ESI.....	23
Vazão da amostra e temperatura da fonte de íons.....	24
Configurar o sistema.....	24
Preparar o sistema.....	24
Definir as condições iniciais.....	24
Otimizar a posição da sonda ESI gêmea.....	25
Otimizar os parâmetros e a tensão da fonte e de gás.....	26
Otimizar a temperatura do aquecedor turbo.....	27
Otimização da sonda APCI gêmea.....	27
Configurar o sistema.....	28
Preparar o sistema.....	28

Conteúdo

Defina as condições iniciais.....	29
Otimizar os parâmetros da fonte e de gás.....	29
Ajustar a posição da agulha de descarga corona.....	29
Otimizar a posição da sonda APCI gêmea.....	30
Otimizar a corrente do nebulizador.....	32
Otimizar a temperatura da sonda APCI.....	32
Dicas para otimização.....	32
5 Manutenção da fonte de íons.....	34
Cronograma de manutenção recomendado.....	35
Manuseio da fonte de íons.....	36
Remover a fonte de íons.....	37
Limpar as superfícies da fonte de íons.....	38
Limpe a sonda.....	38
Remover a sonda.....	39
Trocar os eletrodos gêmeos.....	39
Substituir a agulha de descarga corona.....	40
Substituir a tubulação de amostra.....	42
Armazenamento e manuseio.....	42
6 Resolução de problemas da fonte de íons.....	43
A Princípios de operação — Fonte de íons.....	47
Modo de ionização por eletrospray.....	47
Modo APCI.....	48
Região de ionização APCI.....	51
B Parâmetros e tensões da fonte.....	54
Parâmetros da sonda ESI gêmea.....	54
Parâmetros da sonda APCI	55
Descrições dos Parâmetros.....	56
Posição da sonda.....	58
Composição do solvente.....	58
C Glossário de símbolos.....	60
Entre em contato conosco.....	65
Treinamento do consumidor.....	65
Centro de aprendizagem online.....	65
Suporte da SCIEX.....	65
Segurança cibernética.....	65
Documentação.....	65

Precauções e limitações operacionais

1

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

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

Além desta seção, consulte [Glossário de símbolos](#) para obter informações sobre os símbolos e convenções utilizados em ambiente de laboratório, no sistema e nesta documentação.

Precauções e riscos durante a operação

Para informações regulatórias e de segurança para o espectrômetro de massa, consulte o *Guia do Usuário do Sistema*.



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



AVISO! Risco de superfície quente. Deixe a fonte de íons Turbo V™ esfriar por pelo menos 30 minutos antes de começar qualquer procedimento de manutenção. Algumas superfícies da fonte de íons e da interface de vácuo aquecem durante a operação.



AVISO! Risco de Perfuração, Risco de Radiação Ionizante, Risco Biológico ou Risco de Produto Químico Tóxico. Interrompa o uso da fonte de íons se a janela da fonte de íons estiver rachada ou quebrada e entre em contato com um Funcionário de Serviço de Campo (FSE) da SCIEX. Qualquer material prejudicial ou tóxico introduzido no equipamento estará presente no produto de exaustão da fonte. A exaustão do equipamento deve ser ventilada da sala. Descarte os materiais cortantes seguindo os procedimentos de segurança laboratoriais estabelecidos.



AVISO! Risco de produtos químicos tóxicos. Use equipamento de proteção pessoal, incluindo um jaleco de laboratório, luvas e óculos de segurança, para evitar a exposição da pele ou dos olhos.

Precauções e limitações operacionais



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



AVISO! Risco ambiental. Não descarte os componentes do sistema no lixo municipal. Siga as normas locais ao descartar os componentes.



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

Precauções Químicas



AVISO! Risco de radiação ionizante, risco biológico ou produto químico tóxico. Determine se a descontaminação é necessária antes da limpeza ou manutenção. O cliente deve descontaminar o sistema antes da limpeza ou manutenção se materiais radioativos, agentes biológicos ou substâncias químicas tóxicas foram utilizadas com o sistema.



AVISO! Risco ambiental. Não descarte os componentes do sistema no lixo municipal. Siga as normas locais ao descartar os componentes.



AVISO! Perigo biológico ou perigo de químico tóxico. Conecte o tubo de drenagem para ao espectrômetro de massas e o frasco de drenagem do exaustor da fonte corretamente, para evitar vazamentos.

- Determine quais produtos químicos foram usados no sistema antes do serviço e manutenção regular. Consulte a *Ficha de informações de segurança* para ter acesso às precauções de segurança que devem ser seguidas em relação a produtos químicos. Consulte o *Certificado de análise* para obter informações sobre armazenamento. Para encontrar uma *Folha de informações de segurança* ou *Certificado de análise* da SCIEX, acesse sciex.com/tech-regulatory.

- Sempre utilize o equipamento de proteção individual designado, incluindo luvas de sem talco, óculos de segurança e um jaleco.

Nota: São recomendadas luvas de nitrila ou neoprene.

- Trabalhe em uma área bem ventilada ou capela química.
- Evite fontes de ignição ao trabalhar com materiais inflamáveis, como isopropanol, metanol e outros solventes inflamáveis.
- Tome cuidado no uso e descarte de quaisquer produtos químicos. Risco potencial de lesão pessoal se os procedimentos adequados para o manuseio e descarte de produtos químicos não forem seguidos.
- Evite contato da pele com produtos químicos durante a limpeza e lave as mãos após o uso.
- Verifique se todas as mangueiras de exaustão estão conectadas corretamente e se todas as conexões estão funcionando conforme projetado.
- Colete todos os líquidos gastos e descarte-os como resíduos perigosos.
- Siga todas as regulamentações locais para o armazenamento, manipulação e descarte de materiais com risco biológico, tóxicos ou radioativos.

Fluidos para uso seguro do sistema

Os seguintes fluidos podem ser usados com segurança no sistema.

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

Nota: Use apenas solventes novos e recém-preparados grau LC-MS ou melhores para as fases móveis de LC.

- **Solventes Orgânicos**
 - Acetonitrila grau LC-MS; até 100%
 - Metanol grau LC-MS; até 100%
 - Isopropanol grau LC-MS; até 100%
 - Água grau LC-MS ou superior, até 100%
 - tetra-hidrofurano; até 100%
 - Tolueno e outros solventes aromáticos; até 100%
 - Hexano; até 100%

Precauções e limitações operacionais

- **Tampões**

- Acetato de amônio; menos que 1%
- Formiato de amônio; menos que 1%
- Fosfato; menor do que 1%

- **Ácidos e bases**

- Ácido fórmico; menos que 1%
- Ácido acético; menos que 1%
- Ácido trifluoroacético; (TFA) menos que 1%
- Ácido heptafluorobutírico; (HFBA) menos que 1%
- Hidróxido de amônio/amônia; menos que 1%
- Ácido fosfórico; menor do que 1%
- Trimetilamina; menor do que 1%
- Trietilamina; menos que 1%

Condições de laboratório

Condições ambientais seguras

O sistema foi projetado para operar com segurança sob as seguintes condições:

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

Especificações de desempenho

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

- Uma temperatura ambiente de 15 °C a 30 °C (59 °F a 86 °F)

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

- Umidade relativa de 20% a 80%, sem condensação

Uso e modificação do equipamento



AVISO! Risco de choque elétrico. Não remova as tampas de cobertura. A remoção das tampas de cobertura pode causar lesões ou mau funcionamento do sistema. As tampas de cobertura não precisam ser removidas para manutenção de rotina, inspeção ou ajuste. Entre em contato com o FSE (Funcionário de Serviço de Campo) da SCIEX para reparos que exijam a remoção das tampas de cobertura.



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



AVISO! Risco de suspensão. Utilize um equipamento mecânico de suspensão para suspender e mover o espectrômetro de massas. Se for necessário mover manualmente o espectrômetro de massas, ao menos onze pessoas são necessárias para mover o sistema com segurança. Siga os procedimentos de suspensão de segurança estabelecidos. Recomendamos o uso de um serviço de traslado profissional. Consulte o *Guia de Planejamento do Local* para saber os pesos dos componentes do sistema.



AVISO! Risco de Esmagamento. Vista calçados de proteção quando estiver movendo objetos pesados.

Use o sistema dentro de um laboratório que está em conformidade com as condições ambientais recomendadas no *Guia de Planejamento do Local* para o espectrômetro de massas.

Se o sistema for utilizado em um ambiente ou de forma não prescrita pelo fabricante, então a proteção fornecida pelo equipamento pode ser comprometida.

A modificação ou operação não autorizada do sistema pode causar lesão pessoal e dano ao equipamento podendo anular a garantia. Dados errados podem ser gerados se o sistema for operado seja acima ou abaixo das condições ambientais recomendadas ou com modificações não autorizadas. Entre em contato com um FSE para informações sobre a manutenção do sistema.

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

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

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

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

Modos de ionização

Modo ESI

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

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

Consulte [Modo de ionização por eletrospray](#).

Modo APCI

O modo APCI é adequado para:

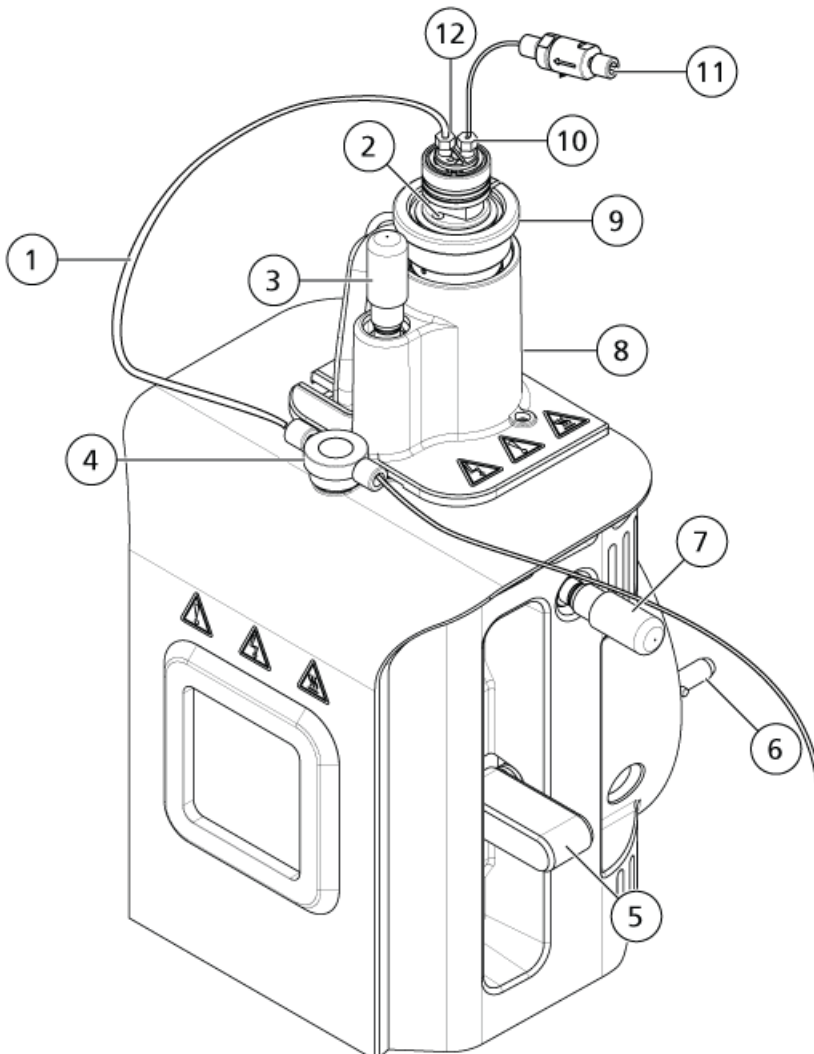
- Ionização dos compostos que não formam íons prontamente na solução. Normalmente, eles são compostos apolares.
- Criação de espectros APCI simples para os experimentos LC-MS/MS.
- Análises de alto rendimento de amostras complexas e sujas. É menos sensível aos efeitos de supressão de íons.
- Introdução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

A técnica APCI pode ser usada para compostos voláteis e lábeis, com decomposição térmica mínima. A rápida dessolvatação e vaporização das gotículas e do analito incorporado minimiza a decomposição térmica e preserva a identidade molecular para a ionização pela agulha de descarga corona. Os tampões são facilmente tolerados pela fonte de íons sem contaminação significativa e a evaporação instantânea do efluente pulverizado permite que até 100% de água seja utilizada. A sonda pode aceitar todo o efluente, sem divisão, com vazão da amostra de 200 L/min a 3.000 L/min, por meio de uma coluna de grande diâmetro.

Consulte [Modo APCI](#).

Componentes da fonte de íons

Figura 2-1 Componentes da fonte de íons



Visão geral da fonte de íons

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

Sondas

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

Tabela 2-1 Especificações da fonte de íons

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

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

Sonda ESI gêmea

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

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

Figura 2-2 Partes da sonda ESI



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

Sonda APCI gêmea

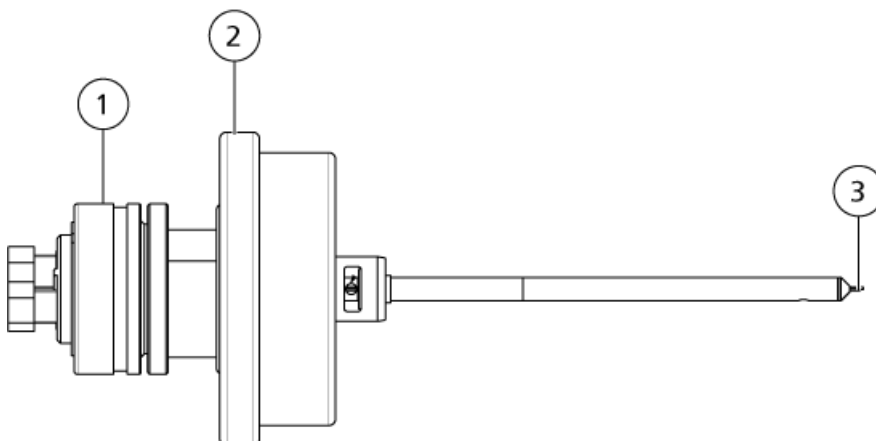
A sonda APCI gêmea tem 125 mm de comprimento. Ela contém dois eletrodos de aço inoxidável de diâmetro interno (i.d.) de 100 µm (0,004 polegada) rodeados por um fluxo de gás nebulizador (Gás 1).

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

Visão geral da fonte de íons

vaporização de cerâmica para a região de reação da fonte de íons e, em seguida, passa a agulha da descarga corona, onde as moléculas da amostra são ionizadas conforme passam pelo compartimento da fonte de íons.

Figura 2-3 Partes da sonda APCI



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

Conexões de gás e eletricidade

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

Circuito de sensor da fonte de íons

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

- A fonte de íons não está instalada ou está instalada de modo inadequado.
- Uma sonda não é instalada.
- O espectrômetro de massas detecta uma falha do gás.

- Um turboaquecedor falhou.
- A fonte de íons está superaquecida.

Sistema de exaustão da fonte



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



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



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



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

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

Uma fonte de íons produz vapores da amostra e do solvente. Esses vapores são um risco potencial ao ambiente laboratorial. O sistema de exaustão da fonte tem por objetivo remover de forma segura os vapores da amostra e do solvente, bem como permitir seu manuseio apropriado. Quando a fonte de íons está instalada, o espectrômetro de massas não opera a menos que o sistema de exaustão da fonte esteja operando.

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

Visão geral da fonte de íons

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

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

Instalação da fonte de íons

3



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

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

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

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

Materiais necessários

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

Preparar a instalação



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

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

- Ajuste a porca de ajuste do eletrodo na sonda para mover a ponta do eletrodo dentro do tubo do eletrodo. Consulte o item 1 em [Figura 2-2](#) e [Figura 2-3](#).

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

Instalar a sonda



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



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

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

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

Procedimentos de pré-requisito

- | |
|---|
| <ul style="list-style-type: none">• Remover a fonte de íons |
|---|

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

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

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

Conectar a tubulação da fonte de íons



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



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

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

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

Instalar a fonte de íons no espectrômetro de massas



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



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

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

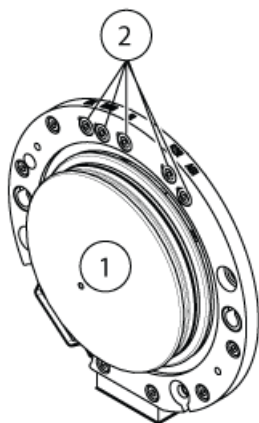
Instalação da fonte de íons

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

Pré-requisitos

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

Figura 3-1 Anéis de vedação na interface de vácuo



Item	Descrição
1	Placa da cortina
2	Anéis de vedação

1. Certifique-se de que as travas da fonte de íons de cada lado da fonte estejam voltadas para cima na posição de 12 horas. Consulte [Componentes da fonte de íons](#).
2. Alinhe a fonte de íons com a interface de vácuo, certificando-se de que os pinos guia da fonte de íons estejam alinhados com os soquetes na interface de vácuo.
3. Empurre a fonte de íons suavemente contra a interface de vácuo e, em seguida, gire as travas da fonte de íons para baixo para travar no lugar.

O espectrômetro de massas reconhece a fonte de íons e mostra a identificação no software SCIEX OS.
4. Conecte o tubo PEEK vermelho do dispositivo de fornecimento da amostra ao outro lado da união de aterramento da fonte de íons.

Exigências de entrada da amostra

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

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

Inspecionar vazamentos



AVISO! Risco de produtos químicos tóxicos. Use equipamento de proteção pessoal, incluindo um jaleco de laboratório, luvas e óculos de segurança, para evitar a exposição da pele ou dos olhos.

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



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



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



AVISO! Risco de Perfuração, Risco de Radiação Ionizante, Risco Biológico ou Risco de Produto Químico Tóxico. Interrompa o uso da fonte de íons se a janela da fonte de íons estiver rachada ou quebrada e entre em contato com um Funcionário de Serviço de Campo (FSE) da SCIEX. Qualquer material prejudicial ou tóxico introduzido no equipamento estará presente no produto de exaustão da fonte. A exaustão do equipamento deve ser ventilada da sala. Descarte os materiais cortantes seguindo os procedimentos de segurança laboratoriais estabelecidos.

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

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

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

Consulte [Otimização da Sonda gêmea ESI](#) ou [Otimização da sonda APCI gêmea](#).

Introdução da amostra

Método

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

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

Vazão

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

Otimização da Sonda gêmea ESI



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



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



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

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

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

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

Otimização da fonte de íons

Nota: Se a tensão do for muito alta, pode ocorrer uma descarga corona. Ela é visível como um brilho azulado na ponta da sonda. Uma descarga corona causa uma diminuição da sensibilidade e estabilidade do sinal.

Vazão da amostra e temperatura da fonte de íons

A vazão de introdução da amostra e a composição do solvente de amostra afetam a temperatura ideal da sonda ESI gêmea. Uma vazão da amostra mais alta ou um teor aquoso mais alto exigem maior temperatura ideal.

A sonda ESI gêmea é frequentemente usada com taxas de fluxo de amostra de 5 µL/min a 3.000 µL/min. Calor é utilizado para aumentar a taxa de evaporação que melhora a eficiência de ionização, resultando em maior sensibilidade. Vazões da amostra extremamente baixas de solvente altamente orgânico normalmente não exigem temperaturas mais altas. Consulte [Parâmetros e tensões da fonte](#).

Configurar o sistema

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

Preparar o sistema

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

A fase de aquecimento de 30 minutos impede a condensação de vapores de solventes na sonda fria.
4. Inicie o fluxo do solvente e a injeção da amostra.

Definir as condições iniciais

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

Para bombas LC, use um valor entre 30 e 50 para Gas 2.

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

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

Otimizar a posição da sonda ESI gêmea



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



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

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

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

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

A sonda pode ser ligeiramente otimizada em qualquer lado da abertura.

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

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

Otimização da fonte de íons

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

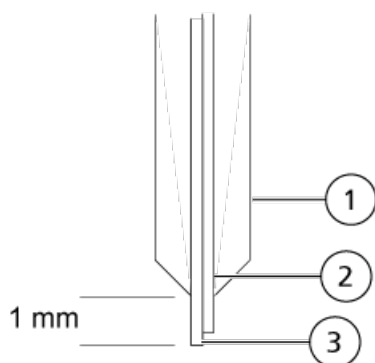
5. Ajuste a porca de ajuste do eletrodo preta na sonda para mover o tubo do eletrodo para dentro ou para fora da sonda (para ajustar a projeção).
-

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

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

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

Figura 4-1 Ajuste da extensão da ponta do eletrodo



Item	Descrição
1	Sonda gêmea
2	Eletrodo de calibração
3	Eletrodo da amostra

Otimizar os parâmetros e a tensão da fonte e de gás

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

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

Use a tensão mais baixa possível da Spray sem perder o sinal. Concentre-se na razão entre sinal e ruído, não apenas no sinal. Se a tensão da Spray estiver muito alta, poderá ocorrer uma descarga corona. A descarga é vista como um brilho azulado na ponta da sonda gêmea de ESI. Isso resultará em sensibilidade e estabilidade reduzidas do sinal do íon.

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

Nota: Para evitar contaminação, use o valor mais alto possível para a vazão do gás para a interface Curtain Gas™ que não sacrifique a sensibilidade. Não configure a vazão para menos de 25. Isso ajuda a evitar a penetração do fluxo do gás para a interface Curtain Gas™, que pode produzir sinal de ruído, evitar contaminação da abertura e aumentar a razão geral entre sinal e ruído.

3. Ajuste a **Spray Voltage** em incrementos de 500 V até maximizar a razão entre sinal e ruído.

Otimizar a temperatura do aquecedor turbo

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

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

- Ajuste o valor **Temperature** em incrementos de 50 °C a 100 °C para alcançar o melhor sinal e a melhor razão entre sinal e ruído.

Otimização da sonda APCI gêmea



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



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



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

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

Nota: A vazão da amostra mínima suportada pela sonda APCI é de 200 µL/min. Consulte [Parâmetros da sonda APCI](#) para ver uma lista completa dos parâmetros da sonda APCI.

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

Nota: Ao usar a sonda APCI, verifique se a agulha de descarga corona está apontada em direção à abertura.

Configurar o sistema

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

Preparar o sistema

1. Abra o SCIEX OS.
2. Abra um método previamente otimizado ou crie um método baseado nos compostos.
3. Se a fonte de íon pôde esfriar, então faça o seguinte.
 - a. Defina o parâmetro de **Temperature** para **450**.

b. Deixe a fonte de íons aquecer por 30 minutos.

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

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

Defina as condições iniciais

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

Otimizar os parâmetros da fonte e de gás

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

Nota: Para evitar contaminação, use o valor mais alto possível para a vazão do gás para a interface Curtain Gas™ que não sacrifique a sensibilidade. Não configure a vazão para menos de 25. Isso ajuda a evitar a penetração do fluxo do gás para a interface Curtain Gas™, que pode produzir sinal de ruído, evitar contaminação da abertura e aumentar a razão geral entre sinal e ruído.

Ajustar a posição da agulha de descarga corona



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

Materiais necessários
<ul style="list-style-type: none">• Chave de fenda isolada

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

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

Otimizar a posição da sonda APCI gêmea



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

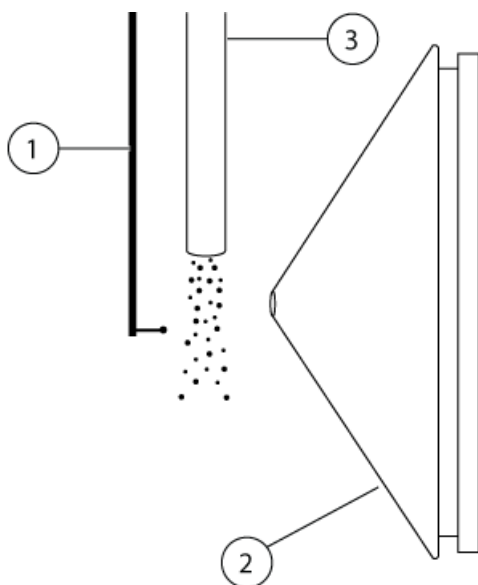


AVISO! Risco de perfuração. Tome cuidado ao manusear o eletrodo. A ponta do eletrodo é extremamente afiada.

Certifique-se de que a abertura da curtain plate continue sempre livre de solvente ou gotículas de solvente.

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

Figura 4-2 Posição do Bico do Pulverizador



Item	Descrição
1	Agulha de descarga corona
2	Curtain plate
3	Sonda APCI gêmea

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

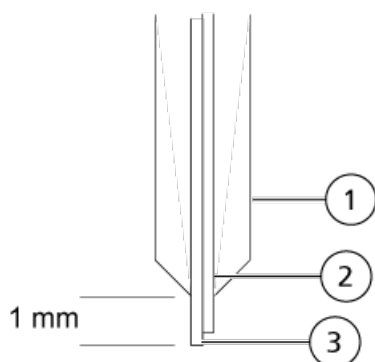
Nota: Para evitar a redução do desempenho do espectrômetro de massas, não borrife diretamente na abertura.

2. Monitore o sinal ou a razão entre sinal e ruído dos analitos no SCIEX OS.
3. Use o micrômetro horizontal para ajustar a posição da sonda em pequenos incrementos para alcançar o melhor sinal ou a razão entre sinal e ruído.
4. Use o micrômetro vertical para ajustar a sonda em pequenos incrementos para alcançar o melhor sinal ou a razão entre sinal e ruído.
5. Ajuste a porca de ajuste do eletrodo preta na sonda para mover o tubo do eletrodo para dentro ou para fora da sonda (para ajustar a projeção).

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

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

Figura 4-3 Ajuste da extensão da ponta do eletrodo



Item	Descrição
1	Sonda gêmea
2	Eletrodo de calibração
3	Eletrodo da amostra

Otimizar a corrente do nebulizador

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

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

A corrente do nebulizador aplicada à agulha de descarga corona é geralmente otimizada entre 1 μA e 5 μA no modo positivo. Se não há alterações observadas no sinal quando a corrente é aumentada, deixe a corrente com o menor valor que proporcione o melhor sinal ou razão entre sinal e ruído.

Otimizar a temperatura da sonda APCI

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

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

Dicas para otimização

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

- Use a temperatura mais alta possível quando otimizar os compostos. Uma temperatura de 700 °C é comum para muitos compostos. Temperaturas altas ajudam a manter a fonte de íons limpa e a reduzir o ruído de fundo.
- Use o valor mais alto possível para a vazão da amostra do gás da interface Curtain Gas™ que não sacrifique a sensibilidade. Isso ajuda a:
 - Evitar a penetração do fluxo de gás da interface Curtain Gas™, que pode produzir um sinal de ruído.
 - Prevenir a contaminação da abertura.
 - Aumentar a razão geral entre sinal e ruído.
- Ajuste a configuração do micrômetro horizontal para direcionar o spray líquido da sonda para longe da abertura para:
 - Prevenir a contaminação da abertura.
 - Evitar perfurar o fluxo de gás para a interface Curtain Gas™, que pode criar um sinal instável.
 - Evitar curto-circuito devido à presença do líquido.
Para isso, use o micrômetro vertical para mover a sonda para cima.
- Use a menor Voltagem do Spray possível sem perder o sinal. Concentre-se na razão entre sinal e ruído, não apenas no sinal.

- Para vazões da amostra superiores a 2 mL/min no modo APCI, equilibre o espectrômetro de massas antes de iniciar o fluxo de líquido, para garantir que a temperatura de nebulização seja atingida.

Manutenção da fonte de íons

5

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



AVISO! Risco de superfície quente. Deixe a fonte de íons Turbo V™ esfriar por pelo menos 30 minutos antes de começar qualquer procedimento de manutenção. Algumas superfícies da fonte de íons e da interface de vácuo aquecem durante a operação.



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



AVISO! Risco de produtos químicos tóxicos. Use equipamento de proteção pessoal, incluindo um jaleco de laboratório, luvas e óculos de segurança, para evitar a exposição da pele ou dos olhos.



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



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



AVISO! Risco de Perfuração, Risco de Radiação Ionizante, Risco Biológico ou Risco de Produto Químico Tóxico. Interrompa o uso da fonte de íons se a janela da fonte de íons estiver rachada ou quebrada e entre em contato com um Funcionário de Serviço de Campo (FSE) da SCIEX. Qualquer material prejudicial ou tóxico introduzido no equipamento estará presente no produto de exaustão da fonte. A exaustão do equipamento deve ser ventilada da sala. Descarte os materiais cortantes seguindo os procedimentos de segurança laboratoriais estabelecidos.

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

Esta seção contém os procedimentos gerais de manutenção da fonte de íons. Para determinar a frequência de limpeza e manutenção da fonte de íons, leve em conta o seguinte:

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

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

Certifique-se de que a fonte de íons instalada esteja totalmente vedada ao espectrômetro de massas, sem evidências de vazamento de gás. Sempre inspecione se há vazamentos na fonte de íons e em suas conexões. Limpe regularmente os componentes da fonte de íons para mantê-la em boas condições de trabalho.

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

Materiais necessários

- Chave de boca de 1/4 pol.
- Chave de fenda
- Metanol de grau LC-MS
- Água deionizada de grau LC-MS
- Óculos de segurança
- Máscara de respiração e filtro
- Luvas livres de pó (de nitrilo ou de neoprene recomendadas)
- Jaleco de laboratório

Cronograma de manutenção recomendado

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

Dica! Realize as tarefas de manutenção regularmente para ter certeza de que o sistema esteja funcionando de forma ideal.

Manutenção da fonte de íons

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

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

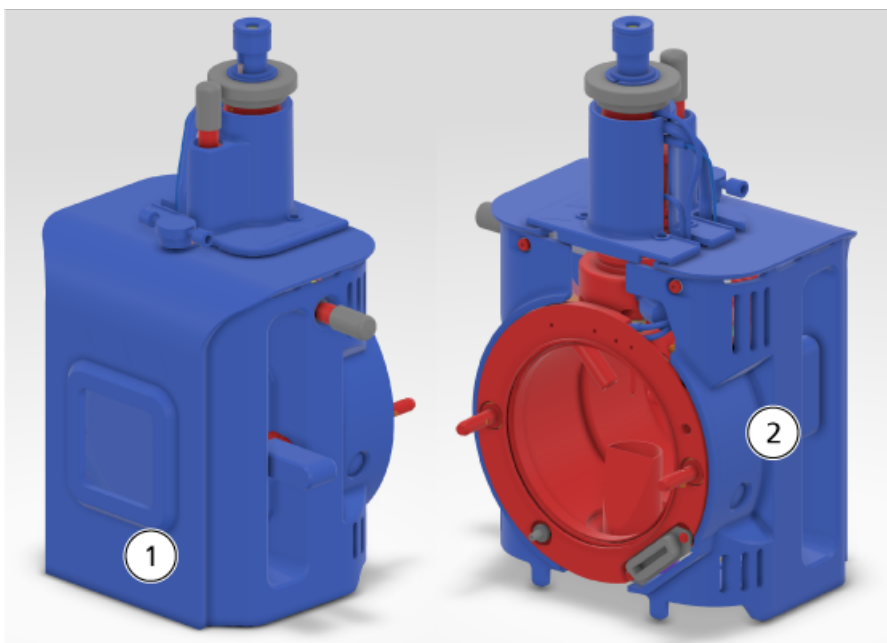
Tabela 5-1 Tarefas de manutenção da fonte de íons

Component	Frequência	Tarefa	Para obter mais informações...
Sondas Sondas da fonte de íons	Conforme necessário	Inspecionar e substituir	Consulte Remover a sonda e Instalar a sonda .
Eletrodos para as sondas da fonte de íons	Conforme necessário	Inspecionar e substituir	Consulte Trocar os eletrodos gêmeos .
Agulha de descarga Corona	Conforme necessário	Substituição	Consulte Substituir a agulha de descarga corona .
Turboaquecedor	Conforme necessário	Substituição	Entre em contato com a QMP ou FSE local.
Tubulação de amostra	Conforme necessário	Substituição	Consulte Conectar a tubulação da fonte de íons .

Manuseio da fonte de íons

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

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




Item	Descrição
1	Frente
2	Traseira

Remover a fonte de íons

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

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

1. Interrompa quaisquer varreduras em andamento.
2. Desligue o fluxo de amostra.
3. Pare o CDS.
4. Clique em **Standby** () no painel de status.
5. Aguarde pelo menos 30 minutos para que a fonte de íons esfrie.
6. Desconecte a porca do tubo de amostra da união de aterramento.

Manutenção da fonte de íons

7. Desconecte o tubo de calibração da válvula de retenção.
8. Gire as duas travas da origem para cima até a posição de 12 horas para destravar a fonte de íons.
9. Puxe a fonte de íons delicadamente da interface a vácuo.

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

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

Limpar as superfícies da fonte de íons



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

Procedimentos de pré-requisito

- | |
|---|
| <ul style="list-style-type: none">• Remover a fonte de íons |
|---|

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

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

Limpe a sonda

Lave a fonte de íons periodicamente, independentemente do tipo de compostos incluídos em amostras. Faça isto configurando um método em um software de controle específico para executar uma operação de lavagem.

1. Altere para uma fase móvel que seja água/acetonitrila 1:1 ou água/metanol 1:1.
2. Ajuste a posição da sonda de forma que fique o mais longe possível do orifício.
3. No software de controle, faça o seguinte:
 - a. Crie um método MS.
 - b. Defina **Temperature** entre **500 ° C** e **600 °C**.
 - c. Ajuste o gás 1 da fonte de íons e o gás 2 da fonte de íons para pelo menos **40**.
 - d. Defina a vazão da amostra do gás da interface Curtain Gas™ para a configuração mais alta possível.
4. Aguarde até o valor definido da temperatura ser atingido.
5. Certifique-se que a sonda e a tubulação de amostra sejam lavados completamente.

Remover a sonda



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

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

Procedimentos de pré-requisito

- [Remover a fonte de íons](#)

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

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

Trocar os eletrodos gêmeos



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



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

Procedimentos de pré-requisito

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

Manutenção da fonte de íons

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

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

Este procedimento aplica-se às duas sondas.

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

Substituir a agulha de descarga corona



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



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

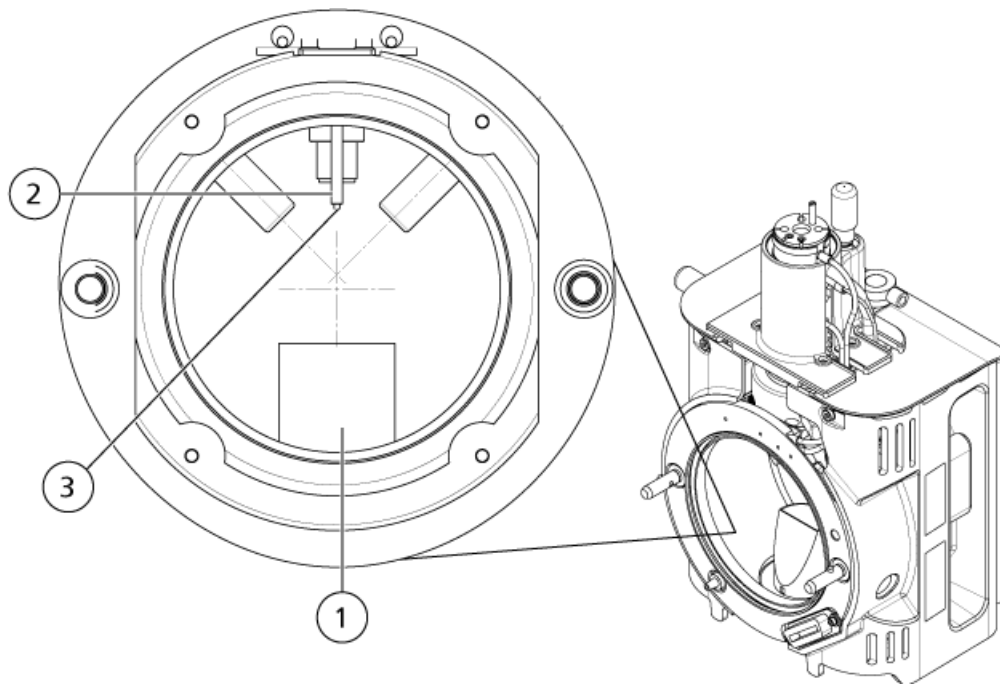
Procedimentos de pré-requisito

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

Se a ponta da agulha de descarga corona for corroída, talvez fique difícil removê-la. Se não puder ser removida, corte a ponta da agulha para removê-la, e então troque toda a agulha de descarga corona.

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

Figura 5-2 Agulha de descarga corona



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

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

Substituir a tubulação de amostra



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

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

Procedimentos de pré-requisito

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

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

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

Armazenamento e manuseio



AVISO! Risco ambiental. Não descarte os componentes do sistema no lixo municipal. Siga as normas locais ao descartar os componentes.

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

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

Resolução de problemas da fonte de íons

6

Sintoma	Causa possível	Ação corretiva
O software SCIEX OS reporta que o espectrômetro de massas entrou em estado de erro.	<ol style="list-style-type: none">1. A sonda não está instalada.2. A sonda não está conectada de maneira firme.	<ol style="list-style-type: none">1. Instale a sonda. Consulte Instalar a sonda.2. Reinstale a sonda:<ol style="list-style-type: none">a. Remova a sonda. Consulte Remover a sonda.b. Instale a sonda certificando-se de apertar o anel retentor de maneira firme. Consulte Instalar a sonda.
O spray não está uniforme.	O eletrodo está bloqueado.	Troque o eletrodo. Consulte Trocar os eletrodos gêmeos .
A temperatura da fonte não é alcançada ou é muito alta ou instável.	O turboaquecedor está com defeito.	Entre em contato com o QMO ou FSE local.
A sensibilidade é reduzida.	<ol style="list-style-type: none">1. Os componentes da interface (extremidade frontal) estão sujos.2. Vapor do solvente ou outros compostos desconhecidos estão presentes na região do analisador.3. O eletrodo mais curto não está se projetando para fora da sonda.	<ol style="list-style-type: none">1. Limpe os componentes da interface e, em seguida, instale a fonte de íons.2. Otimize a vazão do gás para a interface do Curtain Gas™. Consulte Otimização da fonte de íons.3. Ajuste a extensão da ponta do eletrodo. Consulte Otimizar a posição da sonda ESI gêmea ou Otimizar a posição da sonda APCI gêmea.

Resolução de problemas da fonte de íons

Sintoma	Causa possível	Ação corretiva
Durante os testes, a fonte de íons não atende às especificações.	<ol style="list-style-type: none">1. A solução de teste não foi preparada corretamente.2. O espectrômetro de massas não passou nos testes de instalação.	<ol style="list-style-type: none">1. Confirme que a solução de teste foi preparada corretamente.2. Se o problema não for resolvido, contate a FSE para fazer os testes de instalação.

Resolução de problemas da fonte de íons

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

Resolução de problemas da fonte de íons

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

Princípios de operação — Fonte de íons

A

Modo de ionização por eletrospray

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

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

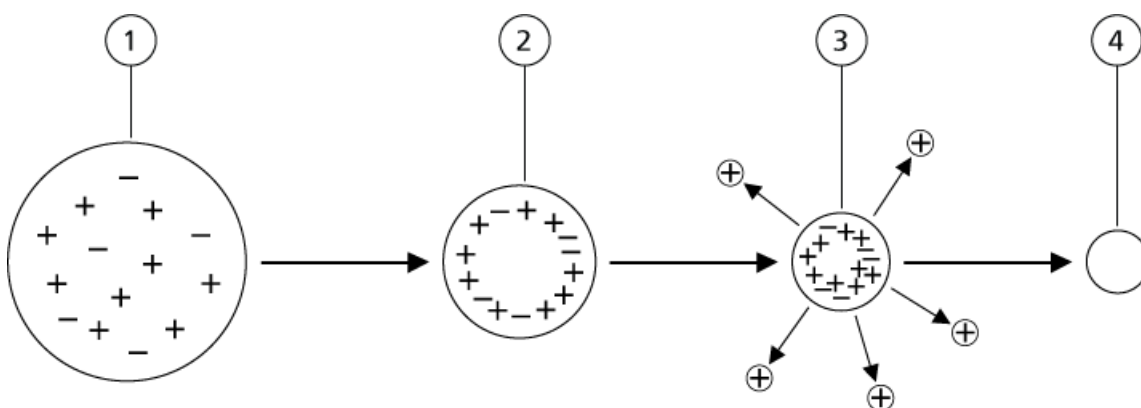
A interação da Voltagem do Spray com os aquecedores turbo ajuda a concentrar o fluxo e aumentar a taxa de evaporação de gotículas, resultando em um sinal do íon mais intenso. O gás aquecido aumenta a eficiência da evaporação de íons, resultando em mais sensibilidade e capacidade de manusear vazões mais altas de amostra líquida.

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

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

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

Figura A-1 Evaporação do Íon



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

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

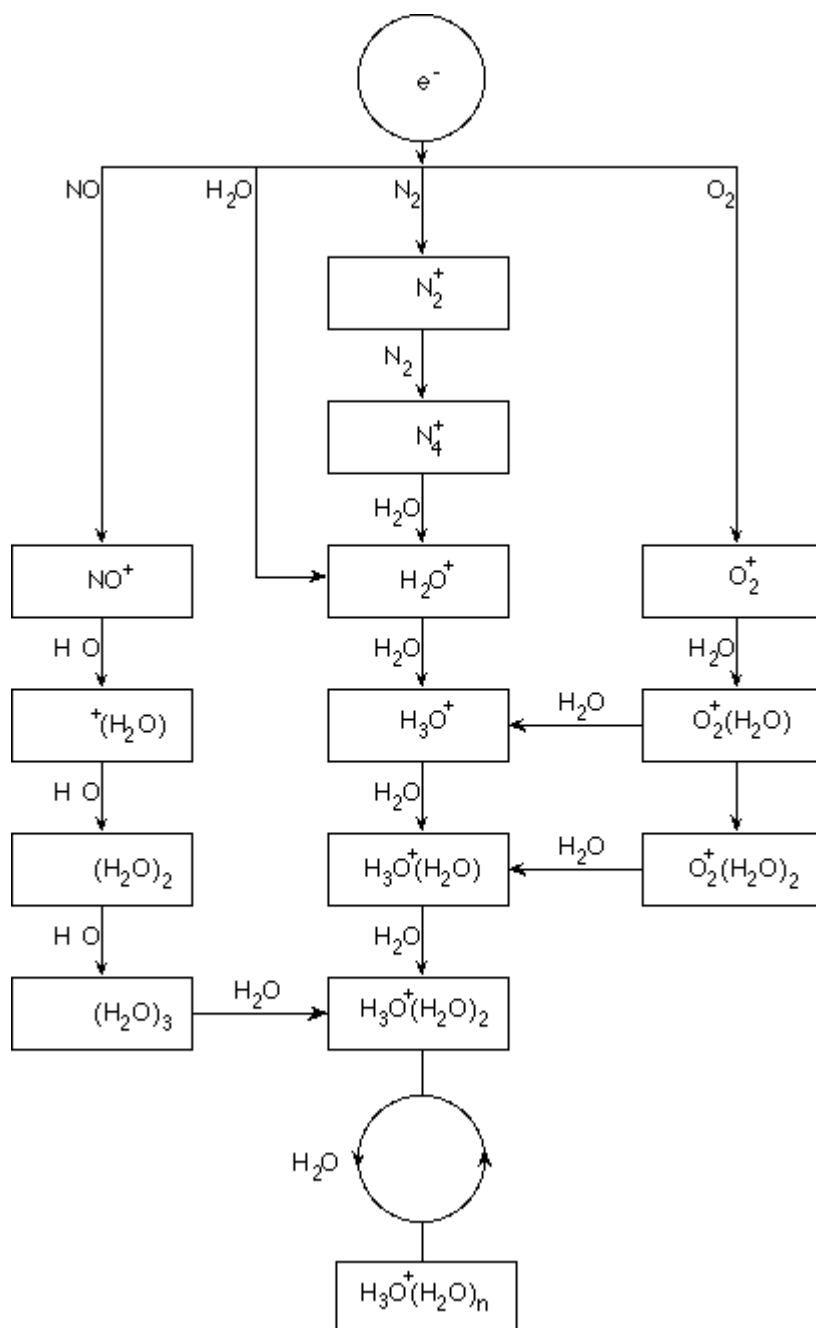
Como as energias de solvatação para a maioria das moléculas orgânicas são desconhecidas, as sensibilidades de qualquer íon orgânico evaporado são difíceis de prever. A importância da energia de solvatação é evidente uma vez que os surfactantes que se concentram na superfície de um líquido podem ser detectados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

Modo APCI

A base para incompatibilidades passadas ao associar a cromatografia líquida à espectrometria de massas surgiu da dificuldade de conversão de moléculas relativamente não voláteis em solução em um líquido para um gás molecular sem induzir uma decomposição excessiva. O processo da sonda APCI gêmea de nebulizar suavemente a amostra em pequenas gotículas finamente dispersas em um tubo de cerâmica aquecido resulta na rápida vaporização da amostra, de modo que as moléculas da amostra não sejam decompostas.

A figura a seguir mostra o fluxo de reação do processo APCI para os íons positivos reagentes, os hidratos de próton $H_3O^+[H_2O]_n$.

Figura A-2 Fluxograma de reação por APCI



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

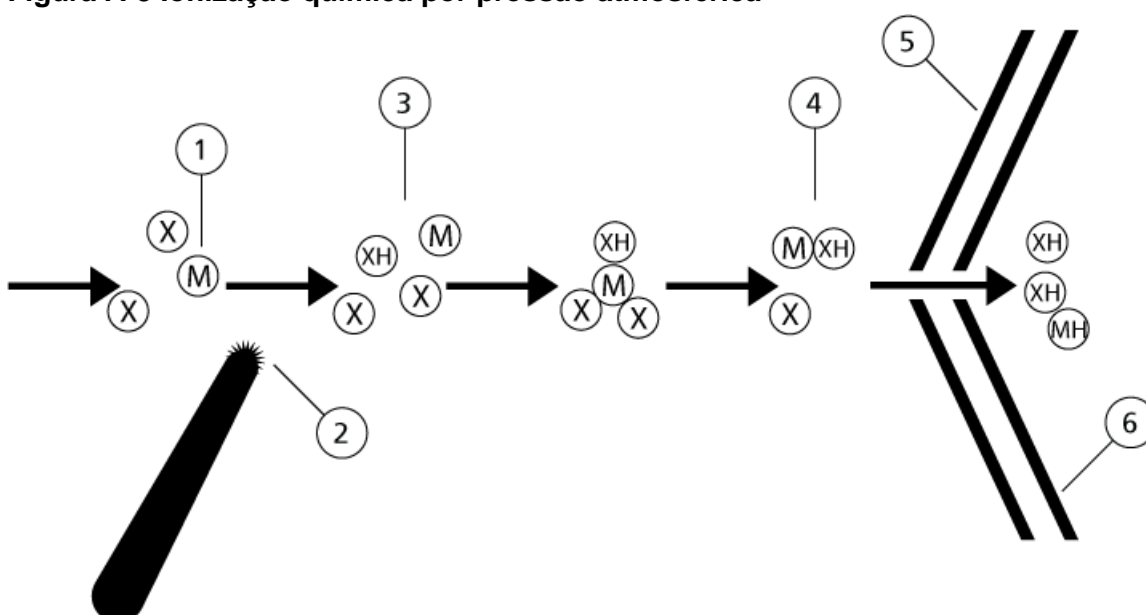
As amostras que são introduzidas por meio da sonda APCI gêmea são pulverizadas com o auxílio de um nebulizador de gás, no tubo de cerâmica aquecido. Dentro do tubo, as gotículas

Princípios de operação — Fonte de íons

finamente dispersas da amostra e o solvente passam por uma rápida vaporização com decomposição térmica mínima. Uma suave vaporização preserva a identidade molecular da amostra.

A amostra gasosa e as moléculas do solvente passam para o compartimento da fonte de íons onde a ionização por APCI é induzida por uma agulha de descarga corona conectada à extremidade do tubo. As moléculas da amostra são ionizadas pela colisão com os íons reagentes criados a partir da ionização das moléculas do solvente da fase móvel. As moléculas de solvente vaporizadas ionizam para produzir os íons reagentes $[X+H]^+$ no modo positivo e $[X-H]^-$ no modo negativo. Consulte [Figura A-3](#). São estes íons reagentes que produzem íons da amostra estáveis quando colidem com as moléculas da amostra.

Figura A-3 Ionização química por pressão atmosférica



Item	Descrição
1	Amostra
2	Íons primários são criados ao redor da ponta da agulha de descarga corona
3	A ionização produz predominantemente íons dos solventes
4	Íons reagentes reagem com as moléculas da amostra, formando agregados
5	Curtain plate
6	Interface

x = moléculas do solvente; M = moléculas da amostra

As moléculas da amostra são ionizadas por meio de um processo de transferência de prótons no modo positivo e pela transferência de elétrons ou transferência de prótons no modo negativo. A energia para o processo de ionização APCI é obtida por colisão por conta da pressão atmosférica relativamente elevada da fonte de íons.

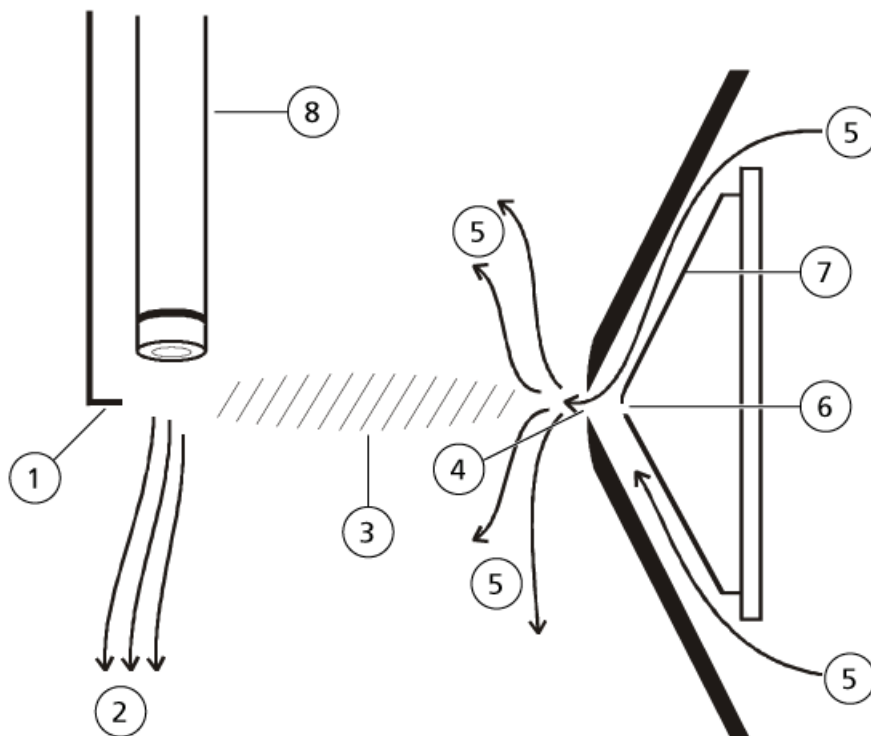
Para aplicações de fase reversa, os íons reagentes consistem de moléculas de solvente protonadas no modo positivo e íons de oxigênio solvatados no modo negativo. Com termodinâmicas favoráveis, a adição de modificadores altera a composição do íon reagente. Por exemplo, a adição de tampões de acetato ou modificadores pode fazer o íon de acetato $[\text{CH}_3\text{COO}]^-$ o reagente primário no modo negativo. Modificadores de amônio podem produzir amônia protonada $[\text{NH}_4]^+$ o reagente primário no modo positivo.

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

Região de ionização APCI

Figura A-4 mostra a posição geral da reação íon-molécula da sonda APCI gêmea. As linhas inclinadas indicam um reator sem paredes. Uma corrente de íons de descarga corona de início automático no intervalo de microampère é criada como resultado do campo elétrico entre a agulha de descarga e da curtain plate. Íons primários, por exemplo, N_2^+ e O_2^+ são criados pela perda dos elétrons que se originam no plasma ao redor da ponta da agulha de descarga. A energia dos elétrons é moderada por um número de colisões com as moléculas de gás antes de atingir uma determinada energia, onde a sua seção transversal de ionização eficaz lhes permite ionizar moléculas neutras de forma eficiente.

Figura A-4 Região de ionização por APCI



Item	Descrição
1	Ponta da agulha de descarga
2	Fluxo de amostra
3	Reator sem paredes
4	Abertura da curtain plate
5	Gás para a interface Curtain Gas™
6	Orifício
7	Orifício plate
8	Tubo de cerâmica

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

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

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

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

Parâmetros da sonda ESI gêmea

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

Tabela B-1 Otimização de parâmetro da sonda ESI gêmea

Parâmetros	Valores típicos			Faixa operacional
	Baixa	Média	Alta	
Vazão da amostra do LC	5 µL/min a 50 µL/min	200 µL/min	1.000 µL/min	5 µL/min a 3.000 µL/min
Gás 1 da fonte de íons (nebulizador de gás)	20 psi a 40 psi	40 psi a 60 psi	40 psi a 60 psi	0 psi a 90 psi
Gás 2 da fonte de íons (gás secante)	0 psi	50 psi	50 psi	0 psi a 90 psi
Voltagem do Spray	5500 V	5500 V	5500 V	5500 V
Gás para a interface do Curtain Gas™	25 psi	25 psi	25 psi	25 psi a 50 psi
Temperatura ¹	Ambiente a 200 °C	200 °C a 650 °C	400 °C a 750 °C	Até 750 °C
Potencial de desagrupamento (DP) ²	Positivo: 70 V Negativo: -70 V	Positivo: 70 V Negativo: -70 V	Positivo: 70 V Negativo: -70 V	Positivo: 0 V a 400 V Negativo: -400 V a 0 V

¹ Os valores ideais de temperatura dependem da composição de fase composta e móvel. Um teor aquoso mais elevado requer uma temperatura mais elevada. Zero (0) significa que nenhuma temperatura é aplicada.

² Os valores DP dependem do composto.

Tabela B-1 Otimização de parâmetro da sonda ESI gêmea (continuação)

Parâmetros	Valores típicos			Faixa operacional
	Baixa	Média	Alta	
Ajuste do micrômetro vertical da sonda	7 a 10	2 a 5	0 a 2	0 a 13
Ajuste do micrômetro horizontal da sonda	4 a 6	4 a 6	4 a 6	0 a 10

Parâmetros da sonda APCI

Tabela B-2 Otimização do parâmetro para a sonda APCI

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

³ O valor da temperatura depende do composto.

Descrições dos Parâmetros

Tabela B-3 Parâmetros Fonte Dependentes

Parâmetro	Descrição
Gás 1 da fonte de íons	Controla o gás nebulizador das sondas ESI gêmea e APCI gêmea. Consulte Princípios de operação — Fonte de íons .
Gás 2 da fonte de íons	Controla o gás do aquecedor da sonda ESI. A melhor sensibilidade é alcançada quando a combinação de temperatura e vazão do gás do aquecedor faz com que o solvente da LC alcance um ponto em que esteja quase completamente vaporizado. Para otimizar o gás 2 da fonte de íons, aumente o fluxo para obter melhor sinal ou razão entre sinal e ruído se ocorrer um aumento significativo no ruído de fundo. Um fluxo de gás muito elevado pode produzir um sinal ruidoso ou instável. Consulte Princípios de operação — Fonte de íons .
Gás cortina	Controla a vazão do gás para a interface Curtain Gas™. A interface Curtain Gas™ situa-se entre a curtain plate e o orifício. Ela evita que o ar do ambiente e as gotículas de solvente entrem e contaminem a óptica iônica, enquanto permite a direção dos íons da amostra na câmara a vácuo por campos elétricos gerados entre a interface a vácuo e a agulha de pulverização. A contaminação de entrada de íons reduz a transmissão de Q0, estabilidade e sensibilidade, e aumenta o ruído de fundo. Mantém a vazão do gás para a interface do Curtain Gas™ o mais alto possível sem perder sensibilidade.
Temperatura	Controla o calor aplicado à amostra para vaporizá-la. A temperatura ótima é a temperatura mais baixa em que a amostra é vaporizada completamente. Otimize em incrementos de 50 °C.

Tabela B-3 Parâmetros Fonte Dependentes (continuação)

Parâmetro	Descrição
Temperatura - Sonda ESI	<p>Controla a temperatura do gás do aquecedor na sonda ESI.</p> <p>A melhor sensibilidade é alcançada quando a combinação entre temperatura e vazão do gás 2 da fonte de íons faz com que o solvente da LC alcance um ponto em que esteja quase completamente vaporizado.</p> <p>Conforme o teor orgânico do solvente aumenta, a temperatura ideal da sonda diminui. Com solventes consistindo em 100% de metanol ou acetonitrila, o desempenho da sonda pode ser otimizado em temperatura tão baixa quanto 300 °C. Solventes aquosos consistindo em 100% de água em fluxos de aproximadamente 1.000 µL/min requerem uma temperatura da sonda de 750 °C.</p> <p>Se a temperatura definida for muito baixa, a vaporização ficará incompleta e extensa, e gotículas visíveis serão expelidas no compartimento da fonte de íons.</p> <p>Se a temperatura definida for muito alta, o solvente poderá vaporizar prematuramente na ponta da sonda, especialmente se a sonda estiver definida com valor muito baixo (de 5 a 13).</p>
Temperatura - sonda APCI	<p>Controla a temperatura da sonda APCI.</p> <p>Conforme o teor orgânico do solvente aumenta, a temperatura ótima da sonda deve diminuir. Com solventes consistindo em 100% de metanol ou acetonitrila, o desempenho da sonda pode otimizar em temperaturas tão baixas quanto 400 °C nas vazões de 1.000 µL/min. Solventes aquosos consistindo em 100% de água definidos em fluxos de aproximadamente 2.000 µL/min requerem uma temperatura mínima da sonda de 700 °C.</p> <p>Se a temperatura definida for muito baixa, a vaporização ficará incompleta e extensa, e gotículas visíveis serão expelidas no compartimento da fonte de íons.</p> <p>Se a temperatura definida for muito alta, ocorrerá degradação térmica da amostra.</p>
Corrente do nebulizador	<p>Controla a corrente aplicada à agulha da descarga corona na sonda APCI. A descarga ioniza as moléculas do solvente, que por sua vez ionizam as moléculas da amostra. Para a sonda APCI, a corrente aplicada à agulha de descarga corona geralmente é otimizada sobre um amplo intervalo de cerca de 1 µA a 5 µA no modo positivo. Para otimizar, inicie em um valor de 1 e aumente para alcançar o melhor sinal ou relação entre sinal e ruído. Se, ao aumentar a corrente, nenhuma alteração for observada no sinal, então deixe a corrente na configuração mais baixa, que proporciona a melhor sensibilidade (por exemplo, 2 µA).</p>

Parâmetros e tensões da fonte

Tabela B-3 Parâmetros Fonte Dependentes (continuação)

Parâmetro	Descrição
Tensão do spray	Controla a tensão aplicada ao pulverizador na sonda ESI sonda, que ioniza a amostra na fonte de íons. O valor do parâmetro depende da polaridade e afeta a estabilidade de pulverização e a sensibilidade.
Aquecedor de interface	Ative e desative o aquecedor da interface. Aquecer a interface ajuda a maximizar o sinal de íon e evita a contaminação da óptica iônica. A menos que o composto que o usuário está analisando seja extremamente frágil, recomendamos que o usuário aqueça a interface.

Posição da sonda

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

Composição do solvente

A concentração padrão de formiato de amônio ou acetato de amônio é de 2 mmol/L a 10 mmol/L para íons positivos e 2 mmol/L a 50 mmol/L para íons negativos. A concentração de ácidos orgânicos é de 0,1% a 0,5% por volume para a sonda ESI gêmea e de 0,1% a 1,0% por volume para a sonda APCI gêmea.

Solventes comumente usados são:

- Acetonitrila
- Metanol
- Propanol
- Água

Modificadores comumente usados são:

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

Os modificadores a seguir não são comumente usados pois complicam o espectro com suas misturas iônicas e combinações de agregados. Eles também podem suprimir a força do sinal do íon do composto alvo.










- Trietilamina (TEA)
- Fosfato de sódio
- Ácido trifluoroacético (TFA)












- Dodecil sulfato de sódio

Glossário de símbolos



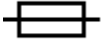









C

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

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

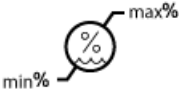
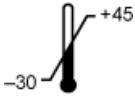
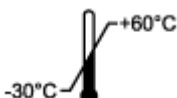





Símbolo	Descrição
	Rótulo sobre cuidados de Restrição de Substâncias Perigosas (RoHS) na China. O produto eletrônico de informação contém certas substâncias tóxicas ou perigosas. O número do meio refere-se à data do Período de Uso Ecologicamente Correto (EFUP) e indica o número de anos-calendário que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

Glossário de símbolos

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

Símbolo	Descrição
	Risco magnético
	Fabricante
	Risco para peças móveis
	Perigo de marcapasso. Proibido acesso a pessoas com marcapasso.
	Risco de compressão
	Risco de gás pressurizado
	Condutor terra de proteção (aterramento)
	Risco de perfuração
	Risco de reações químicas
	SERIAL NUMBER
	Risco de produtos químicos tóxicos
	Transporte e armazene o sistema dentro de 66 kPa a 103 kPa.
	Transporte e armazene o sistema dentro de 75 kPa a 101 kPa.

Glossário de símbolos

Símbolo	Descrição
	Transporte e armazene o sistema entre os níveis mínimo (min) e máximo (max) especificados de humidade relativa, sem condensação.
	Transporte e armazene o sistema dentro de -30 °C a +45 °C.
	Transporte e armazene o sistema dentro de -30 °C a +60 °C.
	Conexão USB 2.0
	Conexão USB 3.0
	Risco de radiação ultravioleta
VA	Volt Ampere (energia)
V	Volts (voltagem)
	WEEE. Não descarte o equipamento no lixo comum não seletivo. Risco ambiental
W	Watts
	<i>aaaa-mm-dd</i> Data de fabricação

Entre em contato conosco

Treinamento do consumidor

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

Centro de aprendizagem online

- [SCIEX University™](#)

Suporte da SCIEX

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

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

Segurança cibernética

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

Documentação

Esta versão do documento substitui todas as versões anteriores deste documento.

Para visualizar este documento eletronicamente é necessário o Adobe Acrobat Reader. Para fazer download da versão mais recente, acesse <https://get.adobe.com/reader>.

Entre em contato conosco

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

Para encontrar a documentação do produto, consulte o DVD *Customer Reference* que vem com o sistema ou o componente.

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

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