
Analyst MD Software

Anleitung zum manuellen Abstimmen



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

IVD

Die in diesem Dokument beschriebene Software unterliegt einer Lizenzvereinbarung. Das Kopieren, Ändern oder Verbreiten der Software auf einem beliebigen Medium ist rechtswidrig, sofern dies nicht ausdrücklich durch die Lizenzvereinbarung genehmigt wird. Darüber hinaus kann es nach der Lizenzvereinbarung untersagt sein, die Software zu disassemblieren, zurückzuentwickeln oder zurückzuübersetzen. Es gelten die aufgeführten Garantien.

Teile dieses Dokuments können sich auf andere Hersteller und/oder deren Produkte beziehen, die wiederum Teile enthalten können, deren Namen als Marken eingetragen sind und/oder die Marken ihrer jeweiligen Inhaber darstellen. Jede Nennung solcher Marken dient ausschließlich der Bezeichnung von Produkten eines Herstellers, die von SCIEX für den Einbau in die eigenen Geräte bereitgestellt werden, und bedeutet nicht, dass eigene oder fremde Nutzungsrechte und/oder -lizenzen zur Verwendung derartiger Hersteller- und/oder Produktnamen als Marken vorliegen.

CE

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

UK
CA

Zur Verwendung in der *In-vitro*-Diagnostik. Das Produkt/die Produkte ist/sind nicht in allen Ländern verfügbar. Weitere Informationen erhalten Sie von Ihrem lokalen Vertriebspartner oder unter sciex.com/diagnostics.

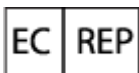
Rx only.

Ein oder mehrere Produkte sind möglicherweise nicht in allen Ländern erhältlich. Weitere Informationen erhalten Sie von Ihrem Vertriebspartner vor Ort oder unter sciex.com.

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

AB Sciex™ wird unter Lizenz verwendet.

© 2022 DH Tech. Dev. Pte. Ltd.



Leica Microsystems CMS GmbH
Ernst-Leitz-Strasse 17-37
35578 Wetzlar
Germany



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

Inhalt

| | |
|--|---------------|
| Anleitung zum manuellen Abstimmen | 5 |
| Über Tuning (Abstimmen) | 5 |
| Auflösung und Empfindlichkeit | 6 |
| Manuelle Einstellung der Auflösung | 6 |
| Einstellung der Auflösung bei LIT-Instrumenten | 7 |
| Massenkalibrierung | 7 |
| Manuelle Massenkalibrierung | 8 |
| Technischer Support | 8 |
| Manuelles Tuning und Kalibrieren im Quadrupol-Modus | 8 |
| Auswahl einer Erfassungsmethode | 9 |
| Anpassen der Auflösung | 9 |
| Ausführen von Massenkalibrierungen im Quadrupol-Modus | 11 |
| Manuelles Kalibrieren des Massenspektrometers im LIT-Modus | 13 |
| Auswahl der Erfassungsmethode für manuelles Kalibrieren im LIT-Modus | 14 |
| Durchführen von Massenkalibrierung im LIT-Modus | 14 |
| Modus-Symbole „Tune and Calibrate“ | 17 |
| Kontaktangaben | 18 |
| Kundenschulung | 18 |
| Online-Lernzentrum | 18 |
| SCIEX Support | 18 |
| Cybersicherheit | 18 |
| Dokumentation | 18 |

Anleitung zum manuellen Abstimmen

Die Benutzer lernen, wie man ein Massenspektrometer im Quadrupol-Modus und im Linearen-Ionenfallen-(LIT)-Modus manuell einstellen und kalibrieren kann.

Voraussetzungen

Benutzer sollten in der Lage sein:

- eine Erfassungsmethode zu erstellen
- eine Charge zu übertragen

Die folgenden Peripheriegeräte und Ausrüstungen werden empfohlen:

- Ein aktives Hardwareprofil mit Massenspektrometer und Spritzenpumpe.
- PPG oder geeignete Tuning-Lösungen

Über Tuning (Abstimmen)

Tuning maximiert die Auflösung und Intensitätsleistung des Massenspektrometers. Gehen Sie beim Abstimmen eines Massenspektrometers folgendermaßen vor:

- Passen Sie die Offset-Werte der Auflösung an, um die Intensität und Auflösung der Kalibriermassen (nur für den Quadrupol-Modus) einzustellen.
- Wählen Sie die zu kalibrierenden Massen. Bei Bedarf können Massen zu und aus der Kalibrierliste hinzugefügt bzw. entfernt werden.
- Erstellen Sie einen oder mehrere eindeutige Kalibrierstandard-Sets. Ein Kalibrierstandard-Set sollte mindestens zwei Verbindungen für die niedrigen und hohen Werte des relevanten Massenbereichs haben.

Wenn das Massenspektrometer abgestimmt und kalibriert wird, werden Konfigurationsänderungen in einer `InstrumentData`-Datei im Ordner „API Instrument“ gespeichert. Die voreingestellten Parameter im Ordner „API Instrument Method“ sollten verwendet werden, da sie vom Außendienstmitarbeiter (FSE) während der Installation optimiert wurden.

Tabelle 1: Tuningfrequenz

| Scantyp | Kalibrierung | | Optimieren der Auflösung | |
|-----------|----------------|-------------------------|--------------------------|-------------------------|
| | Frequenz | Manuell/ Automatisch | Frequenz | Manuell/ Automatisch |
| Q1 und Q3 | 3 bis 6 Monate | Beide | 3 bis 6 Monate | Beide |

Tabelle 1: Tuningfrequenz (Fortsetzung)

| Scantyp | Kalibrierung | | Optimieren der Auflösung | |
|---------|----------------------------------|-------------------------|--------------------------|-------------------------|
| | Frequenz | Manuell/ Automatisch | Frequenz | Manuell/ Automatisch |
| LIT | Alle zwei Wochen, nach Bedarf | Beide | 3 bis 6 Monate | Nur automatisch |

Auflösung und Empfindlichkeit

Die Software benutzt für den Quadrupol-Modus vordefinierte Einheits-, hohe, niedrige und offene Auflösungsparameter. Bei Quadrupol-Scans kommt es auf ein Gleichgewicht zwischen Auflösung und Empfindlichkeit an. Je breiter ein Peak ist, desto intensiver wird der Peak sein. Das Gegenteil gilt für engere Peaks. Die Auflösung und Empfindlichkeit hängen bei LIT (lineare Ionenfallen) aufgrund ihrer Funktionsweise nicht zusammen.

Die folgenden Offsets sind typische Werte für niedrige und offene Auflösungen, können aber entsprechend den Standardarbeitsanweisungen geändert werden.

- Niedrige Auflösung (Spannungsabfall bei der Auflösung von Einheiten): 0,03
- Offene Auflösung (Spannungsabfall bei der Auflösung von Einheiten): 0,30

Tipp! Sie können die Auflösungseinstellungen in der Registerkarte „Resolution“ im Dialogfeld „Tuning Options“ überprüfen oder bearbeiten. Um das Dialogfeld zu öffnen, klicken Sie im **Tune and Calibrate**-Modus auf **Tools > Settings > Tuning Options**.

Manuelle Einstellung der Auflösung

Die Software verfügt über vier Auflösungsparameter für die Quadrupole: Einheit, hoch, niedrig und offen. Die Peakbreiten werden bei Einheit auf 0,7 ($\pm 0,1$ Da FWHH (Volle Breite bei halber Höhe)) und auf 0,5 ($\pm 0,1$) für hohe Auflösung gesetzt. Dies wird durch Einstellen der Auflösungsparameter erreicht. Die Software berechnet die niedrigen und offenen Auflösungsparameter aus dem Parameter für die Einheitsauflösung. Anpassungen der Auflösungs-Versätze werden über die Registerkarte „Resolution“ im „Tune Method Editor“ vorgenommen.

Die Q1-Auflösung wird für LIT-Scans in Abhängigkeit von dem verwendeten Scan variiert. Die Q1-Auflösung ist für ER und EMS-Scans fest. Die Q1-Auflösung für ER-Scans ist für offen voreingestellt und ermöglicht eine angemessene Massenbreite in der LIT.

Stellen Sie für EPI und MS3-Scans die Q1-Auflösung in jedem der gewählten Auflösungsparameter ein. Im Allgemeinen wird diese auf Einheitsauflösung gestellt, kann aber auf niedrigere Auflösungen eingestellt werden, um entweder ein größeres Massenfenster in die Kollisionszelle gelangen zu lassen und mehr Isotope anzuzeigen oder um die Empfindlichkeit auf gleiche Weise zu erhöhen, wie bei einem MRM-Scan bei niedriger Auflösung.

Für LIT Scan-Modi wird die Auflösung durch die Scan-Geschwindigkeit beeinträchtigt. Im Allgemeinen gilt, je langsamer die Scan-Geschwindigkeit, desto besser die Auflösung.

Einstellung der Auflösung bei LIT-Instrumenten

Die Auflösung eines Peaks wird durch die Masse dieses Peaks und seiner Peakbreite bestimmt. Im LIT-Modus hängt die Auflösung davon ab, wie schnell die Ionen Massenselektiv aus der LIT ausgestoßen werden. Um die Empfindlichkeit und Auflösung der LIT-Scan-Typen zu ändern, verwenden Sie die Funktion „Instrument Optimization“. Siehe das Dokument: *Systemhandbuch* oder die *Analyst MD Software-Hilfe*.

Massenkalibrierung

Massenkalibrierung ist das Verfahren, bei dem Massenpeaks die richtigen Masse-zu-Ladung-Werte zugeordnet werden. Bei einer Massenkalibrierung mit Kalibrierstandard, z. B. Polypropylenglykol (PPG), vergleichen Sie die Ergebnisse mit einer vorhergehenden Kalibrierung, um zu bestimmen, wie nahe die Masse-zu-Ladung-Werte der beobachteten Peaks an den theoretischen Werten liegen. Aktualisieren Sie die vorangegangene Kalibrierung oder, noch üblicher, ersetzen Sie sie durch die neue Kalibrierung.

Wählen Sie mehrere Massen beim Kalibrieren von Q1, Q3 und bei allen LIT-Scans für jede Polarität. Die Ergebnisse werden in einer Kalibriertabelle gespeichert. Wenn eine Massenkalibrierung durchgeführt wird, wird die Kalibriertabelle mit neuen DAC (Digital-Analog-Wandler)-Werten aus der neuen Kalibrierung aktualisiert. Die für Massen bereits in der Kalibriertabelle enthaltenen DAC-Werte werden aktualisiert. Alle Daten für diejenigen Massen, die in der aktuellen Kalibrierung nicht kalibriert werden, werden beibehalten, aber nicht verwendet. Wenn die Massenkalibrierung ersetzt wird, werden alle vorherigen Kalibrierwerte für alle für die Verwendung ausgewählten Massen ersetzt.

Führen Sie eine Massenkalibrierung mit einem neu erfassten Spektrum durch oder verwenden Sie ein Spektrum aus einer gespeicherten Datei.

Bei einer Massenkalibrierung führt die Software folgende Schritte aus:

1. Findet den größten Peak im Suchbereich für jede ausgewählte Masse.
2. Registriert Werte für Masse, Intensität und Peakbreite.
3. Vergleicht die beobachtete Masse mit der erwarteten Masse und berechnet gegebenenfalls eine Massenverschiebung.
4. Vergleicht die Peakbreite mit der Soll-Peakbreite.
5. Vergleicht die Intensität mit der vorherigen Kalibrierung.
6. Zeigt die Ergebnisse als Diagramm und als Text.
7. Speichert die Kalibriertabelle in der Instrumentendatendatei im Ordner
<Drive>:\Analyst Data\Projects\API Instrument\Instrument Data.

Manuelle Massenkalisierung

Prüfen Sie nach der Anpassung der Q1 und Q3 Quadrupolauflösungen die Kalibrierung. Änderungen der Parameter während einer Optimierung der Auflösung können die vorherige Massenkalisierung beeinflussen.

Das Kalibrierprotokoll zeigt drei Diagramme: die Massenverschiebung, die Peakbreite und die Intensitätsdifferenz.

- Das Massenverschiebung-Diagramm zeigt den Unterschied zwischen den gemessenen Massen aus der aktuellen Kalibrierung und den tatsächlichen Massen aus der Referenztabelle.
- Das Peakbreite-Diagramm zeigt die Peakbreite für jede Masse in Bezug auf die in der Erfassungsmethode ausgewählte Soll-Breite.
- Das Intensitätsdifferenz-Diagramm zeigt die Intensitätsdifferenz zwischen der vorherigen und der aktuellen Kalibrierung.

Abstimmung und Kalibrierung sollten nur von erfahrenen Bedienern und die Abstimmung der Parameter sollte nur von Außendienstmitarbeitern durchgeführt werden.

Technischer Support

SCIEX und seine Vertretungen beschäftigen weltweit einen Stab an ausgebildeten Servicekräften und technischen Spezialisten. Der Support kann Fragen zum System oder anderen auftretenden, technischen Problemen beantworten. Für weitere Informationen besuchen Sie die Website unter [sciex.com](https://www.sciex.com).

Manuelles Tuning und Kalibrieren im Quadrupol-Modus

Um ein Massenspektrometer richtig einzustellen und zu kalibrieren, passen Sie die Auflösung an und führen Sie eine Massenkalisierung durch.

Für jede Scan-Methode, die eine bestimmte Kalibrierlösung verwendet, ist eine unterschiedliche Erfassungsmethode erforderlich. Verschiedene Kalibrierlösungen werden für die Kalibrierung im positiven und negativen Modus verwendet. Wenn die Analyse eine Teilmenge sowohl der Scan-Typen als auch der Polarität ist, kann der Benutzer auch nur einen Quadrupol, eine Polarität oder einen Auflösungstyp einstellen, anstatt den vollständigen Einstellungs- und Kalibrierprozess für alle Kombinationen aus Quadrupol, Polarität und Auflösungstyp durchzuführen.

Befolgen Sie die Verfahrensweisen in der angegebenen Reihenfolge:

1. [Auswahl einer Erfassungsmethode](#)
2. [Anpassen der Auflösung](#)
3. [Ausführen von Massenkalisierungen im Quadrupol-Modus](#)

Auswahl einer Erfassungsmethode

1. Erstellen Sie ein Projekt, um die Kalibriermethoden und Ergebnisse zu speichern. Dies kann speziell für Tuning eingerichtet werden oder Teil eines funktionsfähigen Projekts sein.
2. Doppelklicken Sie in der Navigationsleiste unter **Tune and Calibrate** auf **Manual Tuning**.
3. Erstellen Sie eine geeignete Erfassungsmethode unter „Manual Tune“ oder gehen Sie zu zum Ordner **API Instrument** und öffnen Sie anschließend die Erfassungsmethode für die Kalibrierung, wenn eine Instrumentenserie 3200MD verwendet wird.

Tipp! (Gilt nur für die Instrumentenserie 3200MD) Die Software ist nicht mit den Standard-Erfassungsmethoden zur Optimierung bei hoher Auflösung installiert. Der einzige Unterschied zwischen diesen Methoden und den Methoden für Einheitsauflösung (Q1PosPPG.dam, Q1NegPPG.dam, Q3PosPPG.dam und Q3NegPPG.dam) ist der Auflösungstyp. Wenn das Massenspektrometer zum ersten Mal abgestimmt wird und hochauflösende Methoden erforderlich sind, öffnen Sie die Methoden zur Auflösung von Einheiten, ändern Sie den Auflösungstyp auf hoch und speichern Sie ihn unter einem anderen Namen, z. B. Q1PosPPG_high.dam.

4. Geben Sie entweder 5 µL/min bis 10 µL/min der PPG-Lösung für das Tuning in Q1 und Q3 im positiven Modus oder der PPG-3000-Lösung für das Tuning in Q1 und Q3 im negativen Modus ein.

Tipp! Kopieren Sie die Methode, damit die ursprüngliche Methode für den Außendienstmitarbeiter zur Verfügung steht.

5. Wählen Sie ein neues Projekt aus der Projektliste und speichern Sie die Methode dann mit dem gleichen Namen.

Anpassen der Auflösung

Stellen Sie sicher, dass das Spray stabil ist.

1. Stellen Sie im „Tune Method Editor“ auf der Registerkarte „MS“ sicher, dass das Kontrollkästchen **MCA** aktiviert ist.
2. Geben Sie im Abschnitt **Period Summary** im Feld **Cycles** 10 ein.
3. Klicken Sie auf **Start**.
Ein Massenspektrum-Fenster wird am unteren Rand des Fensters „Manual Tune“ angezeigt.
4. Wenn sich das Massenspektrometer im Leerlauf befindet, klicken Sie mit der rechten Maustaste in den Fensterbereich Massenspektrum und dann auf **Open File**.
In einem neuen Fenster wird ein Massenspektrum-Daten-Fenster für jede Masse in der Methode angezeigt.
5. Klicken Sie mit der rechten Maustaste auf eines der Datenfenster und anschließend auf **List Data**.

Anleitung zum manuellen Abstimmen

Ein neues Fenster wird geöffnet und listet die Daten für das Spektrum auf. Dieses Teilfenster enthält die Registerkarten „Data List“, „Calibration Peak List“ und „Peak List“.

6. Öffnen Sie die Registerkarte „Calibration Peak List“.

Tipp! Diese Registerkarte wird nur angezeigt, wenn die Option ausgewählt wurde, dass sie angezeigt werden soll. Um die Registerkarte „Calibration Peak List“ anzuzeigen, klicken Sie auf **Tools > Settings > Appearance Options**. Aktivieren Sie auf der Registerkarte „Miscellaneous“ das Kontrollkästchen **Show Mass Calibration Peak List** und klicken Sie dann auf **OK**.

7. Wenn die Ziel-Massen in der „**Calibration Peak List**“ nicht mit den angezeigten Massen übereinstimmen, klicken Sie mit der rechten Maustaste auf die **Calibration Peak List**, klicken auf die entsprechende **Reference**-Liste und klicken dann auf **Use as Reference**.

8. Untersuchen Sie die Daten in der **Calibration Peak List**.

Hinweis: Wenn alle Werte in der Spalte **Width (Da)** für die Einheitsauflösung $0,7 \pm 0,1$ Da oder für die hohe Auflösung $0,5 \pm 0,1$ Da betragen, ist die Auflösung akzeptabel.

- Wenn die Auflösung akzeptabel ist, fahren Sie mit dem Schritt [14](#) fort.
- Befinden sich die Werte nicht innerhalb der geforderten Toleranz, fahren Sie mit dem Schritt [9](#) fort.

9. Schließen Sie die Teilfenster und öffnen Sie dann im „Tune Method Editor“ die Registerkarte „Resolution“.

10. Klicken Sie auf **Advanced**.

Das Dialogfeld „Resolution Table“ wird geöffnet. Dieses Dialogfeld listet die Kalibrierungs-Peak-Massen und ihre Auflösungsoffset-Werte für diesen Scan.

11. Für jede Masse, welche die Peakbreiten-Kriterien von $0,7 \pm 0,1$ Da für Einheitsauflösung oder $0,5 \pm 0,1$ Da für hohe Auflösung nicht erfüllt, stellen Sie den Versatz (Offset) wie folgt ein:

- Ist der Peak zu breit, dann erhöhen Sie den Offset um 0,05 oder weniger.
- Ist der Peak zu eng, dann verringern Sie den Offset um 0,05 oder weniger.

12. Klicken Sie auf **Apply**.

Die Änderungen werden in der InstrumentData-Datei gespeichert.

13. Klicken Sie auf **Close**.

14. Wiederholen Sie die Schritte [1](#) bis [8](#) für jeden Massenpeak, bis alle Peaks in der „Calibration Peak List“ die Peakbreiten-Kriterien von $0,7 \pm 0,1$ Da für die Auflösung von Einheiten oder $0,5 \pm 0,1$ Da für hohe Auflösung erfüllen.

15. Klicken Sie auf **Close**.

Ausführen von Massenkali brierungen im Quadrupol-Modus

1. Doppelklicken Sie in der Navigationsleiste unter **Tune and Calibrate** auf **Manual Tuning**.
2. Stellen Sie im „Tune Method Editor“ auf der Registerkarte „MS“ sicher, dass das Kontrollkästchen **MCA** aktiviert ist.
3. Geben Sie im Abschnitt **Period Summary** im Feld **Cycles** 10 ein.
4. Klicken Sie auf **Start**.
Ein Massenspektrum-Fenster wird am unteren Rand des Fensters „Manual Tune“ angezeigt.
5. Wenn sich das Massenspektrometer im Leerlauf befindet, klicken Sie mit der rechten Maustaste in den Fensterbereich Massenspektrum und dann auf **Open File**.
In einem neuen Fenster wird ein Massenspektrum-Daten-Fenster für jede Masse in der Methode angezeigt.
6. Klicken Sie mit der rechten Maustaste auf eines der Datenfenster und anschließend auf **List Data**.
Ein neues Fenster wird geöffnet und listet die Daten für das Spektrum auf. Dieses Teilfenster enthält die Registerkarten „Data List“, „Calibration Peak List“ und „Peak List“.
7. Öffnen Sie die Registerkarte „Calibration Peak List“.

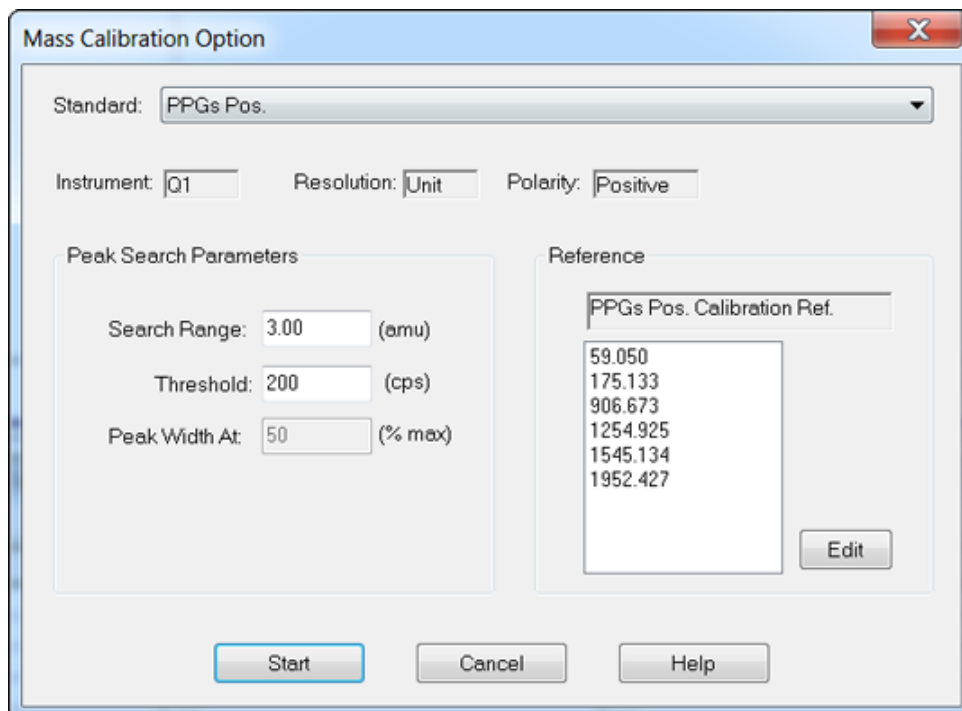
Tipp! Diese Registerkarte wird nur angezeigt, wenn die Option ausgewählt wurde, dass sie angezeigt werden soll. Um die Registerkarte „Calibration Peak List“ anzuzeigen, klicken Sie auf **Tools > Settings > Appearance Options**. Aktivieren Sie auf der Registerkarte „Miscellaneous“ das Kontrollkästchen **Show Mass Calibration Peak List** und klicken Sie dann auf **OK**.

8. Überprüfen Sie die Daten in der Registerkarte „Calibration Peak List“. Ist der Wert in der Spalte **Mass Shift (Da)** für eine der Massen größer als 0,1 Da, dann fahren Sie mit dem nächsten Schritt fort. Ansonsten ist die Massenkali brierung abgeschlossen.

Hinweis: Beschriftungen von Peaks im Diagramm sind die Spitzenwerte, doch die in der Spalte **Found At** auf der Registerkarte „Calibration Peak List“ aufgeführten Spitzenwerte sind Strichspektrumwerte. Wenn ein Peak nicht genau symmetrisch ist, können der Spitzenwert und der Strichspektrumwert für den gleichen Peak leicht abweichen. Dadurch werden genauere Strichspektrumwerte für die Kalibrierung verwendet.

9. Klicken Sie irgendwo in einen der Fensterausschnitte Massenspektrum.
10. Klicken Sie auf **Tools > Calibrate from Spectrum**.
Das Dialogfeld „Mass Calibration Option“ wird geöffnet.

Abbildung 1: Dialogfeld „Mass Calibration Option“



11. Klicken Sie in der Liste **Standard** auf **PPGs Pos.** oder **PPGs Neg.** entsprechend der von der verwendeten Erfassungsmethode angezeigten Polarität.
12. Die voreingestellten „Peak Search Parameters“ eignen sich für die meisten Situationen. Wenn Sie diese ändern möchten, klicken Sie auf ein Feld und geben die neuen Werte ein.

Hinweis: Auf Massenspektrometern mit einem größeren Massenbereich können PPG-Peaks um 2000 solche Peaks erzeugen, bei denen das intensivste Isotop nicht das erste Isotop ist, was zu Kalibrierproblemen führen kann. Wenn dies geschieht, grenzen Sie den Suchbereich auf 0,8 ein.

13. Vergewissern Sie sich, dass die in der Liste „Reference“ aufgeführten Massen mit denen übereinstimmen, für die Daten erfasst wurden. Wenn die Massen übereinstimmen, fahren Sie mit dem nächsten Schritt fort. Wenn die Massen nicht übereinstimmen, dann gehen Sie wie folgt vor:
 - a. Klicken Sie auf **Edit**.
Das Dialogfeld „Reference Table“ wird geöffnet.
 - b. Stimmen Sie die Massen in der **Reference**-Liste mit den Massen ab, für die Daten erfasst werden, indem Sie die Kontrollkästchen in der Spalte **Use** aktivieren oder deaktivieren.
 - c. Klicken Sie auf **Update Ref.**, um den Benutzer zu speichern.
 - d. Klicken Sie auf **Close**.
14. Klicken Sie auf **Start**, um mit der Massenkalisierung zu beginnen.

- Die Software findet den größten Peak im Suchbereich für jede Masse und bestimmt Masse, Intensität und Peakbreite.
 - Die Software vergleicht die Masse mit der erwarteten Masse und bestimmt gegebenenfalls die Massenverschiebung, vergleicht die Peakbreite mit der Soll-Peakbreite und vergleicht die Intensität mit der vorherigen Kalibrierung.
 - Die Software zeigt die Ergebnisse der Massenkalisierung grafisch und in Berichtsform an.
15. Wenn die Software nicht den richtigen Peak für die Zielmasse ausgewählt hat, schließen Sie den Punkt aus der Kalibrierung aus.

Tipp! Klicken Sie mit der rechten Maustaste auf den Punkt, der ausgeschlossen werden soll, und klicken dann auf **Exclude**.

16. Klicken Sie auf **Window** und dann auf die Ergebnisse der Kalibrierung. Eine Textversion des Kalibrierungsberichts wird angezeigt.
17. Führen Sie im Fenster „Calibration Report“ einen der folgenden Schritte aus:
- Um die Werte für die geänderten Massen zu aktualisieren und die Werte aus neuen Massen zur vorhandenen Massenkalisierung hinzuzufügen, klicken Sie auf **Update Mass Calibration**. Nur die vorhandenen Kalibrierwerte der Massen werden überschrieben, mit denen kalibriert wurden.
 - Um bestehende Massen und Werte vollständig mit den neuen Massen und Werten zu ersetzen, klicken Sie auf **Replace Mass Calibration**. Alle vorhandenen Kalibrierwerte werden überschrieben und jede nicht kalibrierte Masse wird aus der Kalibriertabelle entfernt.
18. Damit geänderte Massenkalignierungen wirksam werden, klicken Sie auf **Save**.
19. Klicken Sie auf **Close**.
20. Zur Prüfung der Kalibrierung führen Sie eine 10-Scan MCA durch.

Hinweis: Wiederholen Sie gegebenenfalls den Kalibriervorgang.

Manuelles Kalibrieren des Massenspektrometers im LIT-Modus

Um das Massenspektrometer im LIT-Modus zu kalibrieren, führen Sie eine Massenkalignierung für die Scan-Geschwindigkeiten im positiven und negativen Modus durch.

Befolgen Sie die Verfahrensweisen in der angegebenen Reihenfolge:

1. [Manuelles Kalibrieren des Massenspektrometers im LIT-Modus](#)
2. [Durchführen von Massenkalignierung im LIT-Modus](#)

Auswahl der Erfassungsmethode für manuelles Kalibrieren im LIT-Modus

1. Injizieren Sie den Agilent Mix oder PPG 3000 bei 5 µL/min bis 10 µL/min.
2. Doppelklicken Sie in der Navigationsleiste unter **Tune and Calibrate** auf **Manual Tuning**.
3. (3200MD QTRAP Systeme). Erstellen Sie eine geeignete Erfassungsmethode mit erweiterter Auflösung und der gewünschten Abtastrate, oder klicken Sie auf **File > Open**.
4. Wählen Sie in der Liste **Files** eine Methode unter **API Instrument > Acquisition Methods > QTRAP3200** aus.
5. Klicken Sie auf **OK**.
Der „Tune Method Editor“ zeigt die Details der gewählten Methode.
6. Wählen Sie ein neues Projekt aus der Projektliste und speichern Sie dann die Daten der Methode.

Durchführen von Massenkalisierung im LIT-Modus

1. Stellen Sie im „Tune Method Editor“ auf der Registerkarte „MS“ sicher, dass das Kontrollkästchen **MCA** aktiviert ist.
2. Auf der MS-Registerkarte wählen Sie die Polarität und die Abtastrate.
3. Geben Sie auf der MS-Registerkarte im Abschnitt **Period Summary** im Feld **Cycles** den Wert 50 ein.
4. Klicken Sie auf **Start**.
Ein Massenspektrum-Fenster wird am unteren Rand des Fensters „Manual Tune“ angezeigt.
5. Nachdem das MS-Symbol „Idle“ anzeigt klicken Sie im Fensterbereich Massenspektrum mit der rechten Maustaste und klicken dann auf **Open File**.
Ein neues Fenster wird geöffnet und zeigt jedes relevante Ion in einem separaten Teilfenster.
6. Klicken Sie mit der rechten Maustaste auf eines der Datenfenster und anschließend auf **List Data**.
Ein neues Fenster wird geöffnet und listet die Daten für das Spektrum auf. Dieses Teilfenster enthält die Registerkarten „Data List“, „Calibration Peak List“ und „Peak List“.
7. Öffnen Sie die Registerkarte „Calibration Peak List“.

Tipp! Diese Registerkarte wird nur angezeigt, wenn die Option ausgewählt wurde, dass sie angezeigt werden soll. Um die Registerkarte „Calibration Peak List“ anzuzeigen, klicken Sie auf **Tools > Settings > Appearance Options**. Aktivieren Sie auf der Registerkarte „Miscellaneous“ das Kontrollkästchen **Show Mass Calibration Peak List** und klicken Sie dann auf **OK**.

8. Klicken Sie mit der rechten Maustaste in die Calibration Peak List-Tabelle und überprüfen Sie anschließend im Kontextmenü, ob die richtige Referenztabelle ausgewählt wurde.

Wenn die korrekte Referenztabelle nicht ausgewählt ist, dann wählen Sie die korrekte Referenztabelle auf und klicken Sie auf **Use as Reference**.

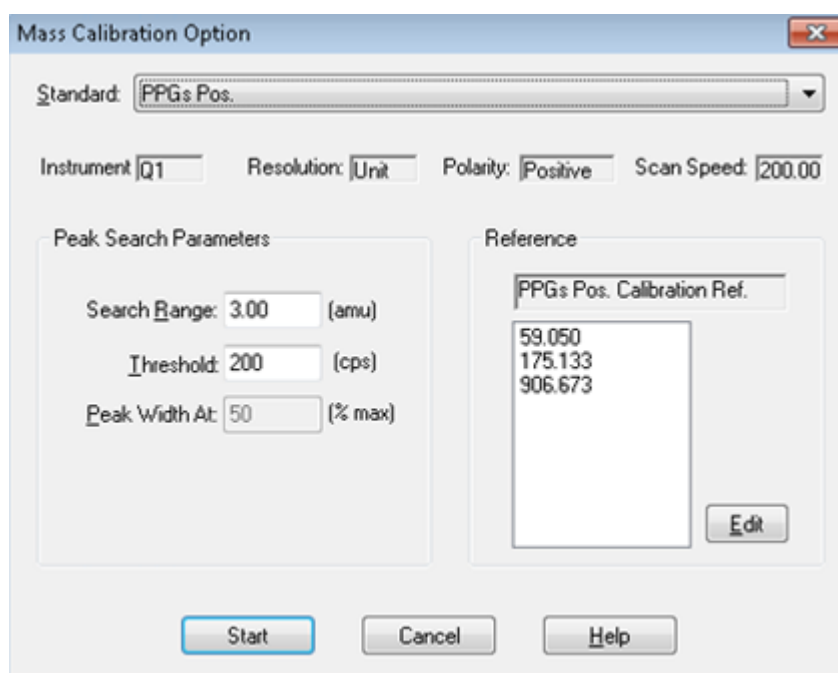
Hinweis: Wenn nicht alle Massen auf der Registerkarte **Calibration Peak List** angezeigt werden, dann klicken Sie mit der rechten Maustaste in die Tabelle „Calibration Peak List“. Bewegen Sie den Mauszeiger anschließend im Kontextmenü über die verwendete Referenztabelle und klicken Sie im Untermenü auf **Edit Reference Table**. Aktivieren Sie im Dialogfeld „Reference Table Edit“ das Kontrollkästchen **Use** für die Massen, die auf der Registerkarte „Calibration Peak List“ angezeigt werden sollen. Klicken Sie anschließend auf **Update Ref**.

9. Überprüfen Sie die Daten in der Registerkarte „Calibration Peak List“. Ist der Wert in der Spalte **Mass Shift (Da)** für eine der Massen größer als 0,1 Da, dann fahren Sie mit dem nächsten Schritt fort. Ansonsten ist die Massenkalisierung abgeschlossen.

Hinweis: Beschriftungen von Peaks im Diagramm sind die Spitzenwerte, doch die in der Spalte **Found At** auf der Registerkarte „Calibration Peak List“ aufgeführten Spitzenwerte sind Strichspektrumwerte. Wenn ein Peak nicht genau symmetrisch ist, können der Spitzenwert und der Strichspektrumwert für den gleichen Peak leicht abweichen. Dadurch werden genauere Strichspektrumwerte für die Kalibrierung verwendet.

10. Klicken Sie irgendwo in einen der Fensterausschnitte Massenspektrum.
11. Klicken Sie auf **Tools > Calibrate from Spectrum**.
Das Dialogfeld „Mass Calibration Option“ wird geöffnet.

Abbildung 2: Dialogfeld „Mass Calibration Option“



12. Wenn in der **Standard**-Liste PPG als Standard-Lösung verwendet wurde, dann klicken Sie auf **PPGs Pos. LIT Ref.** oder **PPGs Neg. LIT Ref.**, entsprechend der von der verwendeten Erfassungsmethode angezeigten Polarität.
13. Um die „Peak Search Parameters“ zu ändern, klicken Sie auf ein Feld und geben Sie dann die neuen Werte ein.
Die voreingestellten „Peak Search Parameters“ eignen sich für die meisten Situationen.
14. Prüfen Sie, ob die in der Liste **Reference** aufgeführten Massen mit denen übereinstimmen, für die Daten erfasst wurden.

Wenn die Massen übereinstimmen, fahren Sie mit dem nächsten Schritt fort. Wenn die Massen nicht übereinstimmen, führen Sie die folgenden Schritte aus:

- a. Klicken Sie auf **Edit**.
Das Dialogfeld „Reference Table“ wird geöffnet.
- b. Stimmen Sie die Massen in der **Reference**-Liste mit den Massen ab, für die Daten erfasst werden, indem Sie die Kontrollkästchen in der Spalte **Use** aktivieren oder deaktivieren.
- c. Klicken Sie auf **Update Ref.**, um den Benutzer zu speichern.

15. Klicken Sie auf **Start**, um mit der Massenkalisierung zu beginnen.
 - Die Software findet den größten Peak im Suchbereich für jede Masse und bestimmt Masse, Intensität und Peakbreite.
 - Die Software vergleicht die Masse mit der erwarteten Masse und bestimmt gegebenenfalls die Massenverschiebung, vergleicht die Peakbreite mit der Soll-Peakbreite und vergleicht die Intensität mit der vorherigen Kalibrierung.
 - Die Software zeigt die Ergebnisse der Massenkalisierung grafisch und in Berichtsform an.

Hinweis: Verwenden Sie nicht die Grafik-Indikatoren für die mittleren Peakbreiten, d. h. die gestrichelten Linien. Diese wurden für Quadrupol-Scans erzeugt und finden bei LIT-Analysen keine Anwendung.

16. Klicken Sie auf **Window** und dann auf die Ergebnisse der Kalibrierung.
Eine Textversion des Kalibrierungsberichts wird angezeigt.
17. Untersuchen Sie die Variationswerte des Gefälles. Sie müssen $1,000 \pm 0,002$ betragen. Es wird eine **N/A** (nicht zutreffend) für den niedrigsten Datenpunkt geben, weil ein Punkt keine Steigung haben kann.
18. Ist die Differenz größer als 0,002, dann kalibrieren Sie das Massenspektrometer nicht. Kontaktieren Sie den SCIEX Support unter sciex.com/request-support.
19. Wenn die Variationszahlen für das Gefälle gut sind, gehen Sie zum „Calibration Report“-Fenster.
20. Führen Sie im Fenster „Calibration Report“ einen der folgenden Schritte aus:
 - Um die Werte für die geänderten Massen zu aktualisieren und die Werte aus neuen Massen zur vorhandenen Massenkalisierung hinzuzufügen, klicken Sie auf

Update Mass Calibration. Nur die vorhandenen Kalibrierwerte der Massen werden überschrieben, mit denen kalibriert wurden.

- Um bestehende Massen und Werte vollständig mit den neuen Massen und Werten zu ersetzen, klicken Sie auf **Replace Mass Calibration**. Alle vorhandenen Kalibrierwerte werden überschrieben und jede nicht kalibrierte Masse wird aus der Kalibriertabelle entfernt.










21. Damit geänderte Massenkabrierungen wirksam werden, klicken Sie auf **Save**.

22. Klicken Sie auf **Close**.

23. Zur Prüfung der Kalibrierung führen Sie eine 10-Scan MCA durch.

Hinweis: Wiederholen Sie gegebenenfalls den Kalibriervorgang.

Modus-Symbole „Tune and Calibrate“

| Symbol | Name | Beschreibung |
|---|--------------------------------------|--|
|  | Calibrate from spectrum | Öffnet den Dialog Mass Calibration Option und verwendet das aktive Spektrum zum Kalibrieren des Massenspektrometers. |
|  | Manual Tune | Öffnet den „Manual Tune Editor“. |
|  | Compound Optimization | Optimiert eine Verbindung mit Infusion durch FIA. |
|  | Instrument Optimization | Überprüft die Leistung des Geräts, passt die Massenkabrierung an oder passt die Massenspektrometer-Einstellungen an. |
|  | View Queue | Zeigt die Proben-Warteschlange an. |
|  | Instrument Queue | Zeigt ein dezentrales Gerät an. |
|  | Status for Remote Instrument | Zeigt den Status eines entfernt liegenden Geräts an. |
|  | Reserve Instrument for Tuning | Stellt das Instrument für Tuning und Kalibrierung bereit. |
|  | IDA Method Wizard | Startet den IDA Method Wizard. |

Kontaktangaben

Kundenschulung

- In Nordamerika: NA.CustomerTraining@sciex.com
- In Europa: Europe.CustomerTraining@sciex.com
- Die Kontaktinformationen für Länder außerhalb der EU und Nordamerikas finden Sie unter sciex.com/education.

Online-Lernzentrum

- [SCIEX Now Learning Hub](#)

SCIEX Support

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

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

Cybersicherheit

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

Dokumentation

Diese Version des Dokuments ersetzt alle vorherigen Versionen.

Für die Anzeige des Dokuments wird der Adobe Acrobat Reader benötigt. Um sich die neueste Version herunterzuladen, besuchen Sie <https://get.adobe.com/reader>.

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

Informationen zur Hardware-Produkt dokumentation finden Sie auf der mit dem System oder der Komponente gelieferten *Customer Reference*-DVD.

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