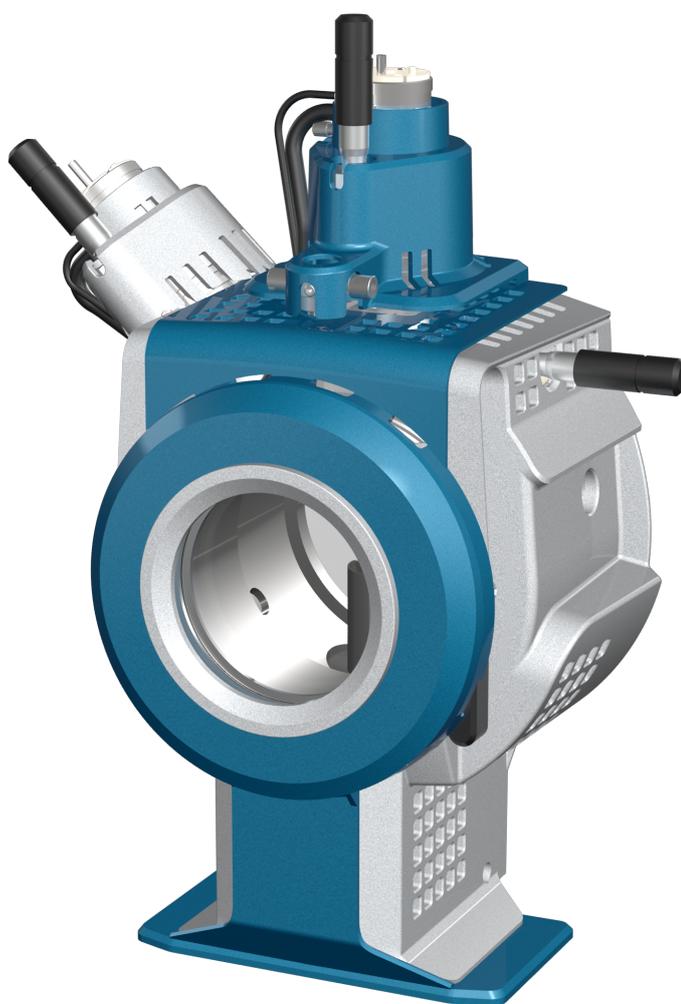




DuoSpray™ Sorgente di ionizzazione

per sistemi TripleTOF®

Guida per l'operatore



Il presente documento è fornito ai clienti che hanno acquistato le apparecchiature SCIEX come guida per l'uso e il funzionamento di queste ultime. Il presente documento è protetto da copyright e qualsiasi riproduzione, parziale o totale, dei contenuti del presente documento è severamente vietata, salvo il rilascio di un'autorizzazione scritta da parte di SCIEX.

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

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

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

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

AB Sciex è sul mercato come SCIEX.

I marchi registrati menzionati nel presente documento sono di proprietà di AB Sciex Pte. Ltd. o dei rispettivi proprietari.

AB SCIEX™ è utilizzato su licenza.

© 2017 AB Sciex



AB Sciex Pte. Ltd.
Blk 33, #04-06
Marsiling Ind Estate Road 3
Woodlands Central Indus. Estate.
SINGAPORE 739256

Contenuto

Capitolo 1 Precauzioni operative e limitazioni.....	5
Precauzioni operative e pericoli.....	5
Precauzioni chimiche.....	6
Fluidi approvati per il sistema.....	7
Condizioni di laboratorio.....	8
Condizioni operative.....	8
Specifiche delle prestazioni.....	8
Uso e modifiche dell'apparecchiatura.....	9
Per contattarci.....	9
Documentazione correlata.....	10
Assistenza tecnica.....	10
Capitolo 2 Panoramica della sorgente di ionizzazione.....	11
Modalità ionizzazione.....	11
Modalità ESI.....	11
Modalità APCI.....	11
Componenti della sorgente di ionizzazione.....	12
Probe.....	13
Probe TurbolonSpray®	13
Probe APCI.....	14
Collegamenti di elettricità e gas.....	15
Circuito di rilevamento della sorgente di ionizzazione.....	15
Sistema di Scarico della Sorgente.....	16
Capitolo 3 Installazione della sorgente di ionizzazione.....	18
Preparazione per l'installazione.....	18
Installare il probe.....	19
Collegamento della sorgente di ionizzazione per l'introduzione del campione al probe TurbolonSpray®	20
Collegamento della sorgente di ionizzazione per l'introduzione del campione con il probe APCI.....	20
Installare la sorgente di ionizzazione sullo spettrometro di massa.....	21
Requisiti per il sistema di introduzione del campione.....	22
Verificare eventuali perdite.....	23
Capitolo 4 Ottimizzazione della sorgente di ionizzazione.....	24
Introduzione del Campione.....	25
Metodo.....	25
Velocità di flusso.....	25
Ottimizzazione del probe TurbolonSpray®	25
Velocità di flusso e temperatura della sorgente di ionizzazione.....	26
Impostazione del Sistema.....	26
Preparazione del sistema.....	26
Impostare le Condizioni Iniziali.....	27

Contenuto

Ottimizzazione della posizione del probe TurbolonSpray®	27
Ottimizzare la sorgente, i parametri del gas e il voltaggio.....	29
Ottimizzazione della temperatura del riscaldatore turbo.....	29
Ottimizzazione del probe APCI.....	30
Impostazione del Sistema.....	31
Preparazione del sistema.....	31
Impostare le Condizioni Iniziali.....	31
Ottimizzazione del flusso di Gas 2 e Curtain Gas™	32
Regolare la posizione dell'ago di scarica a corona.....	32
Ottimizzare la posizione del probe APCI	32
Ottimizzazione dell'oscillazione di tensione IonSpray™	34
Ottimizzare la temperatura del probe APCI.....	34
Suggerimenti per l'ottimizzazione.....	34
Capitolo 5 Manutenzione della sorgente di ionizzazione.....	36
Programma di manutenzione consigliato.....	37
Rimozione della sorgente di ionizzazione.....	38
Pulire le superfici della sorgente di ionizzazione.....	39
Pulire i probe.....	39
Rimuovere il probe.....	40
Sostituzione dell'elettrodo.....	40
Sostituzione della punta dell'ago di scarica a corona.....	42
Sostituire l'ago di scarica a corona.....	43
Sostituzione del tubo del campionamento.....	45
Stoccaggio e manipolazione.....	45
Capitolo 6 Risoluzione dei problemi.....	47
Appendice A Principi di funzionamento — Sorgente di ionizzazione.....	50
Modalità di ionizzazione elettrospray.....	50
Modalità APCI.....	51
Regione di Ionizzazione APCI.....	54
Appendice B Parametri e voltaggi della sorgente.....	56
Parametri del probe TurbolonSpray®	56
Parametri del probe APCI	57
Descrizione Parametri.....	57
Posizione del probe.....	59
Composizione dei solventi.....	59
Appendice C Glossario dei simboli.....	61

Precauzioni operative e limitazioni

1

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

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

Oltre alla presente sezione, fare riferimento a [Glossario dei simboli a pagina 61](#) per ulteriori informazioni sui simboli e le convenzioni utilizzate nell'ambiente di laboratorio, sul sistema e nella documentazione.

Precauzioni operative e pericoli

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



AVVERTENZA! Pericolo di contaminazione da radiazioni, rischio biologico o di esposizione ad agenti chimici tossici. Utilizzare la sorgente di ionizzazione solo se si hanno la conoscenza e l'esperienza necessarie riguardo l'utilizzo, il contenimento e l'evacuazione dei materiali tossici o nocivi utilizzati con la sorgente di ionizzazione.



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



AVVERTENZA! Pericolo di superfici calde. Lasciare raffreddare la sorgente di ionizzazione per almeno 30 minuti prima di iniziare qualsiasi procedura di manutenzione. Le superfici della sorgente di ionizzazione raggiungono temperature considerevoli durante il funzionamento.



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

Precauzioni operative e limitazioni



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



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



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

Precauzioni chimiche



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



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



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

- Determinare quali prodotti chimici sono stati usati nel sistema prima di effettuare la manutenzione o interventi di assistenza. Fare riferimento alle *Schede di sicurezza* per le precauzioni in termini di salute e sicurezza che devono essere prese quando si trattano prodotti chimici.
- Lavorare in un ambiente ben ventilato o utilizzare una cappa aspirante.
- Indossare sempre i dispositivi di protezione individuale assegnati, inclusi guanti in neoprene o in nitrile privi di polvere, occhiali di sicurezza e camice da laboratorio.

- Evitare le potenziali fonti di scintille quando si lavora coi materiali infiammabili, come alcool isopropilico, metanolo e altri solventi infiammabili.
- Fare attenzione nell'uso e nello smaltimento di qualunque prodotto chimico. Sussiste il rischio di infortunio se le procedure corrette per il trattamento e lo smaltimento dei materiali chimici non sono rispettate.
- Evitare il contatto dei prodotti chimici con la pelle durante la pulizia e lavare le mani dopo l'uso.
- Assicurarsi che tutti i tubi di scarico siano collegati correttamente e che tutti i collegamenti funzionino come previsto.
- Raccogliere tutti i liquidi utilizzati e smaltirli come rifiuti pericolosi.
- Operare in conformità a tutte le normative locali per lo stoccaggio, il trattamento e lo smaltimento dei materiali radioattivi, tossici o a rischio biologico.
- (Consigliato) Utilizzare i vassoi di contenimento secondario sotto la pompa per vuoto, i contenitori dei solventi e il contenitore di raccolta degli scarti per intercettare eventuali fuoriuscite di sostanze chimiche.

Fluidi approvati per il sistema

I seguenti fluidi possono essere impiegati in sicurezza nel sistema.

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

- **Solventi organici**
 - Acetonitrile per MS; fino al 100%
 - Metanolo per MS; fino al 100%
 - Alcool isopropilico; fino al 100%
 - Acqua per HPLC o superiore; fino al 100%
 - Tetraidrofurano; fino al 100%
 - Toluene e altri solventi aromatici, fino al 100%
 - Esani, fino al 100%
- **Tamponi**
 - Acetato d'ammonio; meno dell'1%
 - Formiato d'ammonio; meno dell'1%
 - Fosfato; meno dell'1%

Precauzioni operative e limitazioni

- **Acidi e basi**
 - Acido formico; meno dell'1%
 - Acido acetico; meno dell'1%
 - Acido trifluoroacetico (TFA); meno dell'1%
 - Acido eptafluorobutirrico (HFBA); meno dell'1%
 - Ammoniaca/idrossido di ammonio; meno dell'1%
 - Acido fosforico; meno dell'1%
 - Trimetilammina; meno dell'1%
 - Trietilammina; meno dell'1%

Condizioni di laboratorio

Condizioni operative

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

- In ambienti chiusi
- Altitudine: fino a 2.000 m (6.400 piedi) sopra il livello del mare
- Temperatura ambiente: da 5 °C (41 °F) a 40 °C (104 °F)
- Umidità relativa: 80% per temperature fino a 31 °C (88 °F), diminuzione lineare fino al 50% a 40 °C (104 °F)
- Fluttuazioni della tensione di alimentazione di rete: $\pm 10\%$ della tensione nominale
- Sovratensioni transitorie: fino ai livelli di categoria di sovratensione II
- Sovratensioni temporanee sull'alimentazione di rete
- Grado di inquinamento: 2

Specifiche delle prestazioni

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

- Temperatura ambiente: da 15 °C (59 °F) a 30 °C (86 °F)
Col tempo la temperatura deve rimanere entro una gamma di 4°C (7,2°F), con un cambio di temperatura non superiore ai 2 °C (3,6 °F) all'ora. Le fluttuazioni di temperatura ambiente che superano i limiti potrebbero causare cambiamenti di massa nello spettro.
- Umidità relativa: dal 20% all'80%, senza formazione di condensa.

Uso e modifiche dell'apparecchiatura



AVVERTENZA! Pericolo di infortunio. Contattare il rappresentante SCIEX se è necessario eseguire l'installazione, la regolazione o il riposizionamento del prodotto.



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



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

Utilizzare lo spettrometro di massa e la sorgente di ionizzazione al coperto, in un laboratorio conforme alle condizioni ambientali raccomandate nella *Guida alla pianificazione del sito*.

Se lo spettrometro di massa e la sorgente di ionizzazione vengono utilizzati in un ambiente o in un modo non conforme a quanto specificato dal produttore, la protezione fornita dall'apparecchiatura può essere compromessa.

Le modifiche o il funzionamento non autorizzato dello spettrometro di massa e della sorgente di ionizzazione potrebbero causare infortuni e danni alle apparecchiature, oltre che invalidare la garanzia. Possono essere generati dati non affidabili se lo spettrometro di massa e la sorgente di ionizzazione vengono usati in condizioni che non rispettano i valori ambientali raccomandati o se sono state apportate modifiche non autorizzate. Contattare un responsabile dell'assistenza tecnica (FSE) per informazioni sulla manutenzione.

Per contattarci

Assistenza SCIEX

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

Formazione dei clienti

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

Centro di istruzione online

- [SCIEXUniversity](#)

Sicurezza informatica

Per le indicazioni più recenti sulla sicurezza informatica per i prodotti SCIEX, visitare sciex.com/Documents/brochures/win7-SecurityGuidance.pdf.

Documentazione correlata

Per reperire la documentazione del software del prodotto, fare riferimento alle note di rilascio o alla guida all'installazione del software fornita con il software. La documentazione per i prodotti hardware può essere reperita sul DVD *Customer Reference* fornito con il sistema o il componente.

Per le versioni più recenti della documentazione, visitare il SCIEX sito Web all'indirizzo sciex.com.

Fare riferimento a [Glossario dei simboli a pagina 61](#) per ulteriori informazioni sui simboli e le convenzioni utilizzate nell'ambiente di laboratorio, sul sistema e nella documentazione.

Assistenza tecnica

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

Panoramica della sorgente di ionizzazione

2

La sorgente di ionizzazione DuoSpray™ può essere utilizzata per la ionizzazione electrospray (ESI) o la ionizzazione chimica a pressione atmosferica (APCI).

Il probe TurbolonSpray® viene usato per il funzionamento in modalità ESI. Il probe APCI viene usato per la modalità APCI.

Gli strumenti della serie DuoSpray™ con il sistema di erogazione del calibrante opzionale (CDS) può essere utilizzata per introdurre una soluzione di calibrazione per la calibrazione di massa automatica dello spettrometro di massa. Il CDS assicura il mantenimento della precisione della massa del sistema durante tutta l'acquisizione dei batch. Per ulteriori informazioni, fare riferimento alla *Guida per l'operatore del sistema di erogazione del calibrante*.

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

Modalità ionizzazione

Modalità ESI

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

La tecnica ESI è abbastanza delicata da poter essere utilizzata con composti labili come peptidi, proteine e farmaci termolabili. Funziona con velocità di flusso da 5 µL/min a 3000 µL/min e vaporizza solventi in una gamma che va dal 100% acquoso fino al 100% organico.

Fare riferimento a [Modalità di ionizzazione elettrospray a pagina 50](#).

Modalità APCI

La modalità APCI è adatta per:

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

Panoramica della sorgente di ionizzazione

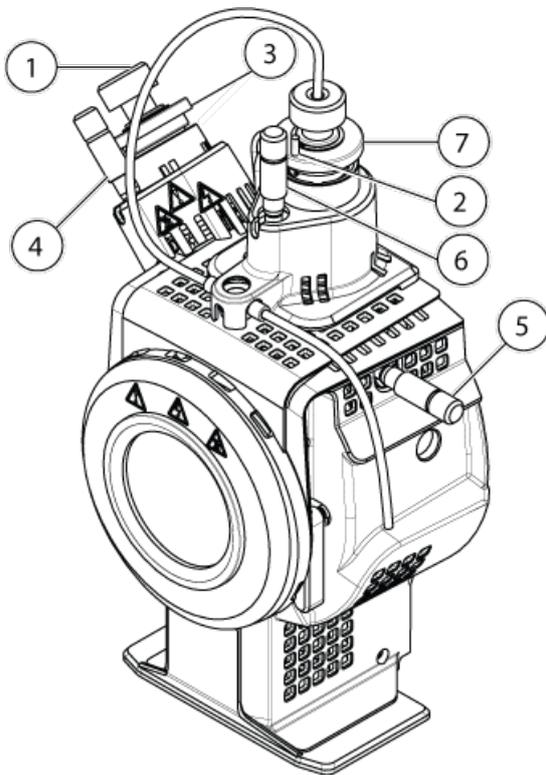
La tecnica APCI può essere usata per composti labili e volatili con una decomposizione termica ridotta al minimo. La desolvatazione e la vaporizzazione rapida delle goccioline e dell'analita inglobato minimizzano la decomposizione termica e preservano l'identità molecolare per la ionizzazione, che sarà compiuta dall'ago di scarica a corona. I tamponi sono tollerati senza difficoltà dalla sorgente di ionizzazione, senza che abbia luogo una contaminazione rilevante, e la vaporizzazione tempestiva degli effluenti nebulizzati permette l'uso di acqua fino al 100%. Il probe può accettare l'intero effluente, senza dividerlo, a velocità di flusso che vanno da 200 µl/min a 3.000 µl/min (attraverso una colonna ad ampio diametro).

Fare riferimento a [Modalità APCI a pagina 51](#).

Componenti della sorgente di ionizzazione

La [Figura 2-1](#) mostra le parti della sorgente di ionizzazione.

Figura 2-1 Componenti della sorgente di ionizzazione



Elemento	Descrizione
1	Dado di regolazione dell'elettrodo
2	Vite di regolazione dell'ago di scarica a corona
3	Probe APCI
4	Micrometro per il probe APCI usato per posizionare il probe sull'asse verticale per la regolazione della sensibilità della sorgente di ionizzazione

Elemento	Descrizione
5	Il micrometro per il probe TurbolonSpray® è usato per posizionare l'asse orizzontale per le regolazioni della sensibilità della sorgente di ionizzazione
6	Il micrometro per il probe TurbolonSpray® è usato per posizionare l'asse verticale per le regolazioni della sensibilità della sorgente di ionizzazione
7	Probe TurbolonSpray®

Probe

I probe TurbolonSpray® e APCI garantiscono una vasta gamma di possibilità per eseguire i test sui campioni. Selezionare il probe e il metodo più adatto ai composti nel campione.

La sorgente di ionizzazione DuoSpray™ è progettata in modo che i probe non possano essere installati in modo intercambiabile.

Tabella 2-1 Specifiche della sorgente di ionizzazione

Specifica	Probe TurbolonSpray®	Probe APCI
Temperature	Temperatura del probe da da 0 a 750 °C	Temperatura del probe da da 50 a 750 °C
Cromatografia liquida (LC)	Interfaccia con qualsiasi sistema LC	
Gas 1	Gas di nebulizzazione. Azoto ultra puro UHP (99,999%) o un generatore di gas raccomandato da SCIEX.	N/A
Gas 2	Gas ausiliario. Azoto ultra puro UHP (99,999%) o un generatore di gas raccomandato da SCIEX.	Gas di nebulizzazione. Azoto ultra puro UHP (99,999%) o un generatore di gas raccomandato da SCIEX.
Bath gas	Azoto ultra puro UHP (99,999%) o un generatore di gas raccomandato da SCIEX.	

Se si utilizza il CDS opzionale, l'utente può passare da una modalità di ionizzazione all'altra ricollegando le linee del campione e del calibrante.

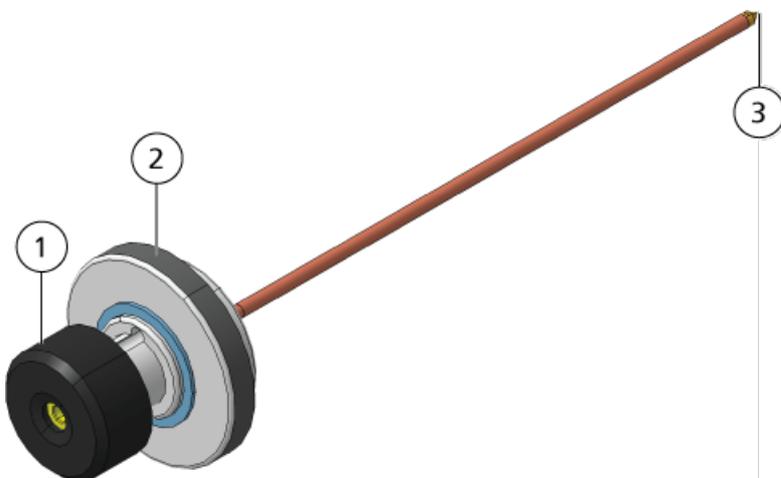
Probe TurbolonSpray®

Il probe TurbolonSpray® è composto da un tubo d'acciaio inossidabile di diametro esterno 0,012 pollici. È posto centralmente con un riscaldatore turbo disposto a un'angolazione di 45 gradi sul lato destro, visto dalla parte frontale della sorgente di ionizzazione. I campioni introdotti attraverso il probe TurbolonSpray® sono ionizzati all'interno del tubo mediante l'applicazione di un voltaggio elevato (voltaggio IonSpray™). Quindi sono nebulizzati da un getto di azoto ultra puro (UHP) caldo e secco dai riscaldatori Turbo, creando una nebbia

Panoramica della sorgente di ionizzazione

di piccole goccioline altamente cariche. La combinazione tra l'effluente della IonSpray™ e il gas secco, portato a temperatura dai riscaldatori Turbo, è proiettata a un'angolazione di 90 gradi verso il percorso degli ioni. Fare riferimento a [Principi di funzionamento — Sorgente di ionizzazione a pagina 50](#).

Figura 2-2 Componenti del probe TurbolonSpray®



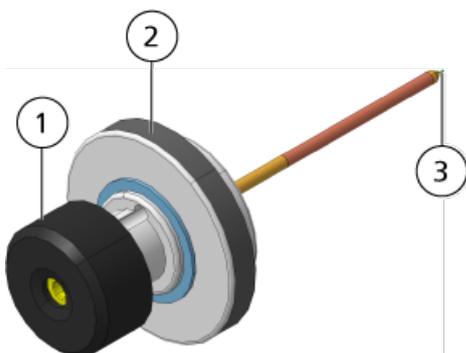
Elemento	Descrizione
1	Dado di regolazione dell'elettrodo (di colore nero) che regola l'estensione della punta dell'elettrodo
2	Ghiera di fermo che fissa il probe alla torretta sul corpo della sorgente di ionizzazione
3	Punta dell'elettrodo attraverso la quale i campioni sono nebulizzati nella zona di introduzione del campione della sorgente di ionizzazione

Probe APCI

Il probe APCI è composto da un tubo di acciaio inossidabile, dal diametro interno (d.i.) di 100 µm (0,004"), circondato da un flusso di gas di nebulizzazione (Gas 2). Il flusso del campione liquido viene pompato nel nebulizzatore, dove viene nebulizzato in un tubo di ceramica che contiene un riscaldatore. La parete interna del tubo in ceramica può essere mantenuta ad una temperatura tra 100°C e 750°C e viene monitorata dal sensore incorporato nel riscaldatore.

Un getto ad alta velocità di gas di nebulizzazione scorre intorno alla punta dell'elettrodo per disperdere il campione in un aerosol di particelle fini. Si sposta attraverso il riscaldatore di vaporizzazione in ceramica nella zona di reazione della sorgente di ionizzazione e poi oltre l'ago di scarica a corona, dove le molecole del campione vengono ionizzate al passaggio attraverso il corpo della sorgente di ionizzazione. Fare riferimento a [Principi di funzionamento — Sorgente di ionizzazione a pagina 50](#).

Figura 2-3 Componenti del probe APCI



Elemento	Descrizione
1	Dado di regolazione dell'elettrodo (di colore nero) che regola l'estensione della punta dell'elettrodo
2	Ghiera di fermo che fissa il probe alla torretta del probe
3	Punta dell'elettrodo attraverso la quale i campioni sono nebulizzati nella zona di introduzione del campione della sorgente di ionizzazione

Collegamenti di elettricità e gas

I collegamenti del gas e dell'elettricità a bassa e alta tensione passano dal piatto frontale dell'interfaccia e sono interni al corpo della sorgente di ionizzazione. Quando la sorgente di ionizzazione è installata sullo spettrometro di massa, tutti i collegamenti elettrici e del gas sono completati.

Per ulteriori informazioni sulla funzione di Gas 1 e Gas 2 nella sorgente di ionizzazione, fare riferimento a [Parametri e voltaggi della sorgente a pagina 56](#). Il "bath gas" effettua le seguenti funzioni:

- Impedisce il flusso di ritorno nella parte della torretta della sorgente, evitando in tal modo l'accumulo di sostanze contaminanti.
- Fornisce il gas ausiliario, garantendo un flusso di gas alla zona di intrattenimento per l'espansione del gas di nebulizzazione, riducendo in tal modo la circolazione e migliorando la nebulizzazione.
- Contribuisce a raffreddare l'area della torretta durante il funzionamento a calore elevato (come ad esempio in modalità APCI).

Circuito di rilevamento della sorgente di ionizzazione

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

- Il corpo della sorgente di ionizzazione non è installato o non è installato correttamente.

- Non è presente alcun probe.
- Lo spettrometro di massa rileva un guasto al sistema del gas.
- La sorgente di ionizzazione si è surriscaldata.

Sistema di Scarico della Sorgente



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



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



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



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

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

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

Un vacuostato montato nel circuito di scarico della sorgente misura il vuoto nella sorgente. Se il vuoto nella sorgente aumenta oltre il valore prefissato mentre i probe sono installati, il sistema entra in modalità "Not Ready", indicando un guasto allo scarico.

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

Nota: ispezionare periodicamente il sistema di scarico per verificare che la linea di scarico sia intatta ed escludere perdite nell'ambiente.

Installazione della sorgente di ionizzazione

3



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

La sorgente di ionizzazione è collegata al corpo dell'interfaccia di vuoto ed è mantenuta in posizione da due fermi. L'interno della sorgente di ionizzazione è visibile attraverso le finestre sul lato e sulla parte frontale della sorgente di ionizzazione.

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

ATTENZIONE: rischio di danni al sistema. Non sollevare o trasportare la sorgente di ionizzazione con una sola mano. La sorgente di ionizzazione è progettata in modo da essere sollevata o trasportata usando le impugnature sagomate su ciascun lato della sorgente di ionizzazione.

Materiali richiesti

- Sorgente di ionizzazione
- Probe TurbolonSpray®
- Probe APCI
- Tubo rosso in PEEK (d.i. [ID] da 0,005")

Preparazione per l'installazione



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

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

- Regolare il dado di regolazione dell'elettrodo (di colore nero) sul probe per spostare la punta dell'elettrodo all'interno del tubo.

Per garantire stabilità e prestazioni migliori, la punta dell'elettrodo dovrebbe fuoriuscire dall'estremità del probe per 0,5-1,0 mm. Fare riferimento a [Ottimizzazione della posizione del probe TurbolonSpray® a pagina 27](#) o [Ottimizzare la posizione del probe APCI a pagina 32](#).

Installare il probe



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



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

ATTENZIONE: rischio di danni al sistema. Impedire alla punta sporgente dell'elettrodo o all'ago di scarica a corona di entrare in contatto con una qualsiasi parte del corpo della sorgente di ionizzazione, evitando così che il probe subisca danni.



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

La sorgente di ionizzazione non viene fornita con il probe già preinstallate. Installare il probe nel corpo della sorgente di ionizzazione prima di installare la sorgente di ionizzazione. Accertarsi di inserire ciascun probe nella torretta corretta. Il probe non possono essere intercambiabili.

Il probe possono essere inserite e rimosse separatamente secondo necessità. Fare riferimento a [Rimozione della sorgente di ionizzazione a pagina 38](#).

Se entrambe il probe non sono installate correttamente nel corpo della sorgente di ionizzazione, il software Analyst® TF segnala che la sorgente di ionizzazione non è installata. L'alimentazione ad alta tensione per lo spettrometro di massa e il sistema di scarico della sorgente sono entrambi disattivati e la scheda Source/Gas nel software Analyst® TF non visualizza la tensione o la temperatura.

1. Inserire il probe APCI nella torretta situata sul lato sinistro della sorgente di ionizzazione quando la finestrella in vetro è rivolta verso l'utilizzatore, inserendo il montante in plastica sollevato nella scanalatura sul probe. Fare riferimento a [Componenti della sorgente di ionizzazione a pagina 12](#).
2. Spingere delicatamente il probe verso il basso fino a innestare i contatti con quelli presenti nella torretta.
3. Ruotare la ghiera di fermo sul probe, spingerla verso il basso, in modo da agganciarne la filettatura con la filettatura nella torretta e infine serrare la ghiera.
4. Inserire il probe TurbolonSpray® nella torretta situata sopra alla sorgente di ionizzazione, inserendo il montante in plastica sollevato nella scanalatura sul probe.
5. Spingere delicatamente il probe verso il basso fino a innestare i contatti con quelli presenti nella torretta.
6. Ruotare la ghiera di fermo sul probe, spingerla verso il basso, in modo da agganciarne la filettatura con la filettatura nella torretta e infine serrare la ghiera senza forzare eccessivamente.

Collegamento della sorgente di ionizzazione per l'introduzione del campione al probe TurbolonSpray®



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



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

1. Inserire un pezzo di tubo rosso in PEEK lungo 30 cm nel dado del tubo di campionamento alla sommità del probe TurbolonSpray®.
2. Montare il dado del tubo di campionamento nel raccordo in cima al probe TurbolonSpray® e stringere il dado del tubo di campionamento senza forzare eccessivamente.
3. Collegare l'altro capo del tubo rosso in PEEK alla giunzione di messa a terra.

Collegamento della sorgente di ionizzazione per l'introduzione del campione con il probe APCI



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



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

1. Inserire un pezzo di tubo rosso in PEEK lungo 30 cm nel dado del tubo di campionamento alla sommità del probe APCI.
2. Inserire il tubo del campione nel dado, inserire il dado nell'attacco in cima al probe APCI e infine serrare il dado senza forzare eccessivamente.
3. Collegare l'altro capo del tubo rosso in PEEK alla giunzione di messa a terra.

Installare la sorgente di ionizzazione sullo spettrometro di massa



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



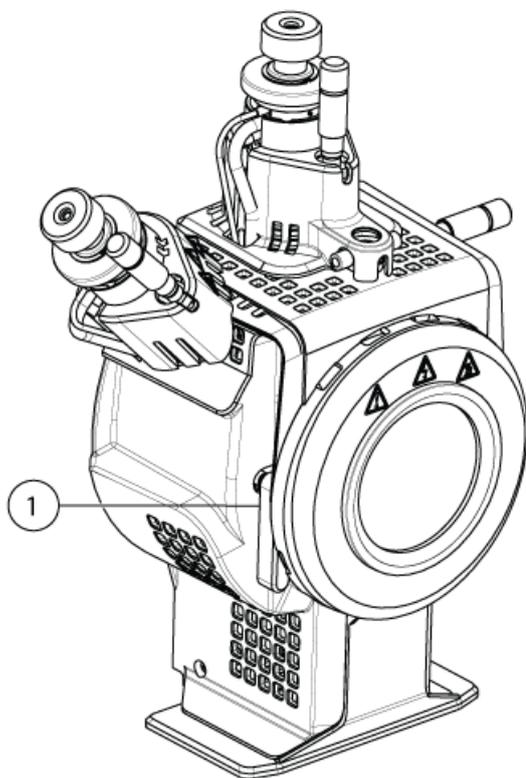
AVVERTENZA! Pericolo di schiacciamento. Quando si installa la sorgente di ionizzazione, prestare attenzione a non schiacciarsi le dita fra la sorgente di ionizzazione e l'interfaccia di vuoto.

ATTENZIONE: rischio di danni al sistema. Impedire alla punta sporgente dell'elettrodo o all'ago di scarica a corona di entrare in contatto con una qualsiasi parte del corpo della sorgente di ionizzazione, evitando così che il probe subisca danni.

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

1. Assicurarsi che i fermi posti sui lati della sorgente di ionizzazione siano diretti verso la posizione ore 12. Fare riferimento a [Figura 3-1 a pagina 22](#).
2. Allineare la sorgente di ionizzazione con l'interfaccia di vuoto, assicurandosi che i perni guida sulla sorgente di ionizzazione siano allineati agli attacchi dell'interfaccia di vuoto.
3. Premere delicatamente la sorgente di ionizzazione contro l'interfaccia di vuoto e poi ruotare i fermi della sorgente di ionizzazione verso il basso per bloccare la sorgente di ionizzazione in posizione.

Figura 3-1 Blocco della Sorgente di ionizzazione



Elemento	Descrizione
1	Fermo della sorgente in posizione di blocco (ore 6)

Lo spettrometro di massa riconosce la sorgente di ionizzazione, visualizza l'identificazione della sorgente di ionizzazione nel software Analyst[®] TF.

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

Requisiti per il sistema di introduzione del campione

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

- Assicurarsi che tutti i collegamenti siano ermetici e stretti allo scopo di prevenire eventuali perdite. Non serrare con troppa forza.

Verificare eventuali perdite



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

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

Ottimizzazione della sorgente di ionizzazione

4



AVVERTENZA! Pericolo di contaminazione da radiazioni, rischio biologico o di esposizione ad agenti chimici tossici. Utilizzare la sorgente di ionizzazione solo se si hanno la conoscenza e l'esperienza necessarie riguardo l'utilizzo, il contenimento e l'evacuazione dei materiali tossici o nocivi utilizzati con la sorgente di ionizzazione.



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



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

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

Quando si ottimizzano i parametri dipendenti dalla sorgente di ionizzazione, introdurre il campione a una velocità di flusso che sarà utilizzata durante l'analisi del campione, utilizzando l'analisi mediante iniezione in flusso (FIA) o l'infusione Tee come metodo di introduzione del campione. Ottimizzare la posizione della sorgente di ionizzazione prima di ottimizzare i parametri dipendenti dalla sorgente di ionizzazione.

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

Fare riferimento a [Modalità ESI a pagina 11](#) o [Modalità APCI a pagina 11](#).

Se si utilizza il CDS opzionale, seguire le istruzioni in *Guida per l'utente CDS* per ottimizzare la sorgente di ionizzazione.

Introduzione del Campione

Metodo

Il flusso di campione liquido viene erogato nella sorgente di ionizzazione tramite una pompa LC o una pompa a siringa. Se è erogato da una pompa LC, il campione può essere iniettato direttamente nella fase mobile usando l'analisi mediante iniezione in flusso (FIA) o l'infusione con raccordo a T, attraverso una pompa a siringa o una colonna di separazione, usando un iniettore con loop o un autocampionatore. Se è introdotto tramite una pompa a siringa, il campione viene iniettato direttamente nella sorgente di ionizzazione. L'ottimizzazione dell'infusione ha il solo scopo di ottimizzare il percorso degli ioni e la selezione dei frammenti MS/MS.

Velocità di flusso

Le velocità di flusso del campione vengono determinate dal sistema LC o dalla pompa a siringa. Il probe TurbolonSpray[®] supporta velocità di flusso da 5 µl/min a 3.000 µl/min. Il probe APCI supporta velocità di flusso da 50 µl/min a 3.000 µl/min.

Ottimizzazione del probe TurbolonSpray[®]



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



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



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

Ottimizzazione della sorgente di ionizzazione

ATTENZIONE: rischio di danni al sistema. Se i componenti LC del collegati allo spettrometro di massa non sono controllati dal software, non lasciare incustodito lo spettrometro di massa durante il funzionamento. Il flusso di liquido dai componenti LC del possono allagare la sorgente di ionizzazione quando lo spettrometro di massa entra in modalità Standby.

Nota: per mantenere pulito il sistema e alle prestazioni ottimali, regolare la posizione del probe quando si cambia la velocità di flusso.

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

Nota: se la tensione di IonSpray™ è troppo alta, può verificarsi una scarica a corona. Ciò si manifesta come un bagliore blu all'estremità del probe. Una scarica a corona comporta una perdita di sensibilità e di stabilità del segnale.

Nota: la tensione IonSpray™ è sempre applicata sia al probe TurbolonSpray® che al probe APCI contemporaneamente e il parametro di temperatura è sempre applicato sia al riscaldatore turbo sia al riscaldatore APCI contemporaneamente.

Velocità di flusso e temperatura della sorgente di ionizzazione

Una velocità di flusso maggiore o un contenuto acquoso maggiore sono caratterizzati da una temperatura ottimale più alta.

Il riscaldamento viene utilizzato per aumentare il tasso di evaporazione che migliora l'efficienza della ionizzazione, producendo una maggiore sensibilità. Velocità di flusso estremamente basse di solventi altamente organici non necessitano di temperature più alte. Fare riferimento a [Parametri e voltaggi della sorgente a pagina 56](#).

Impostazione del Sistema

1. Configurare la pompa HPLC per fornire alla fase mobile la velocità di flusso richiesta. Fare riferimento a [Parametri e voltaggi della sorgente a pagina 56](#).
2. Collegare la giunzione di messa a terra presente sulla sorgente di ionizzazione a una pompa HPLC, attraverso un iniettore dotato di un loop da 5 µl o a un autocampionatore.
3. Se si utilizza un autocampionatore, configurarlo per eseguire più iniezioni.

Preparazione del sistema

1. Avviare il software Analyst® TF.
2. Nella barra di navigazione, alla voce **Tune and Calibrate**, fare doppio clic su **Manual Tuning**.

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

La fase di riscaldamento, della durata di 30 minuti, impedisce ai vapori di solvente di condensarsi nel probe ancora freddo.

5. Avviare il flusso del campione e l'iniezione del campione.

Impostare le Condizioni Iniziali

1. In Tune Method Editor assicurarsi che sia selezionata l'opzione **Scan Type** corretta.
2. Nella scheda Source/Gas, immettere un valore iniziale per **Ion Source Gas 1 (GS1)**.

Per le pompe LC, immettere un valore compreso tra 40 e 60 per Gas 1.

3. Immettere un valore iniziale per **Ion Source Gas 2 (GS2)**.

Per le pompe LC, immettere un valore compreso fra 30 e 50 per Gas 2.

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

4. Digitare **5500** nel campo **IonSpray Voltage Floating (ISVF)**.
5. Digitare **25** nel campo **Curtain Gas (CUR)**.
6. Avvio acquisizione.

Ottimizzazione della posizione del probe TurbolonSpray®



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



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

Una volta che il probe è stato ottimizzato, richiederà solo alcune piccole regolazioni. Se si rimuove il probe, o se si cambia l'analita, la velocità di flusso o la composizione del solvente, ripetere la procedura di ottimizzazione.

1. Guardare attraverso la finestrella nel corpo della sorgente di ionizzazione per controllare la posizione del probe.

Ottimizzazione della sorgente di ionizzazione

2. Usare le impostazioni precedenti dei micrometri orizzontali e verticali o impostarli a **5** come posizione di partenza.
3. Monitorare il segnale o il rapporto segnale-rumore degli analiti nel software Analyst® TF.
4. Utilizzare il micrometro orizzontale per regolare la posizione del probe in piccoli incrementi, per ottenere il segnale o il rapporto segnale-rumore migliore.

Il probe può essere leggermente ottimizzato su ambo i lati della fenditura.

Suggerimento! Regolare l'impostazione micrometro orizzontale in modo da dirigere la nebulizzazione dei liquidi dal probe TurbolonSpray® lontano dalla fenditura e prevenire la contaminazione della fenditura: ciò impedisce la penetrazione del flusso del Curtain Gas™, che può generare instabilità nel segnale, e il cortocircuito elettrico dovuto alla presenza di liquido.

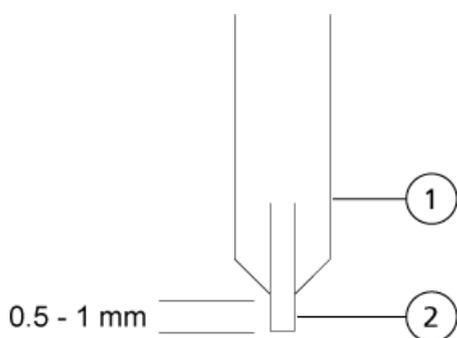
5. Utilizzare il micrometro verticale per regolare la posizione del probe in piccoli incrementi, per ottenere il segnale o il rapporto segnale-rumore migliore.

Nota: la posizione verticale del probe dipende dalla velocità di flusso. A velocità di flusso più basse, il probe deve essere posta più vicina alla fenditura. A velocità di flusso più elevate, il probe deve esserne allontanato.

6. Regolare il dado di regolazione dell'elettrodo (di colore nero) sul probe per inserire o estrarre l'elettrodo tubolare dal probe. La punta dell'elettrodo deve fuoriuscire per una lunghezza compresa tra 0,5 mm e 1,0 mm dall'estremità del probe.

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

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



Elemento	Descrizione
1	Probe
2	Elettrodo

Ottimizzare la sorgente, i parametri del gas e il voltaggio

Ottimizzare la sorgente di ionizzazione Gas 1 (gas di nebulizzazione) per una migliore stabilità e sensibilità del segnale. La sorgente di ionizzazione Gas 2 (gas riscaldante) favorisce l'evaporazione del solvente, aumentando così la ionizzazione del campione.

Una temperatura troppo alta può causare una vaporizzazione prematura del solvente nella punta del probe TurbolonSpray[®], soprattutto se il probe sporge troppo, comportando un'instabilità del segnale e un elevato rumore di fondo chimico. Allo stesso modo un flusso elevato di gas ausiliario può generare rumore o instabilità del segnale.

Utilizzare la tensione IonSpray[™] più bassa possibile senza che il segnale ne risenta. Concentrarsi sul rapporto segnale-rumore e non solo sul segnale. Se la tensione di IonSpray[™] è troppo elevata, può verificarsi un effetto di scarica a corona. Lo scarico è visibile come bagliore blu in corrispondenza della punta del probe TurbolonSpray[®]. Il risultato sarà una perdita di sensibilità e di stabilità del segnale ionico.

1. Regolare i valori del **GS1** e **GS2** in incrementi di 5 per ottenere il segnale o il rapporto segnale-rumore migliore.

Nota: il GS2 è usato a velocità di flusso più elevate, tipiche in un sistema LC e insieme a temperature più alte.

2. Aumentare il valore nel campo **CUR**, fino a quando il segnale inizierà a diminuire.

Nota: usare il valore maggiore possibile per il CUR in modo da impedire la contaminazione senza compromettere la sensibilità. Non impostare il CUR a valori più bassi di 20. Ciò contribuisce a evitare la penetrazione del flusso di Curtain Gas[™], che può generare un segnale rumoroso, a evitare la contaminazione della fenditura e ad aumentare il rapporto segnale-rumore complessivo.

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

Ottimizzazione della temperatura del riscaldatore turbo

La temperatura ottimale del riscaldatore deve essere regolata in funzione del composto, della velocità di flusso e della composizione della fase mobile. Maggiori saranno la velocità di flusso e la composizione acquosa, maggiore sarà la temperatura ottimale.

Ottimizzazione della sorgente di ionizzazione

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

- Regolare il valore **TEM** in incrementi da 50 a 100 °C fino a ottenere il miglior segnale o rapporto segnale-rumore.

Ottimizzazione del probe APCI



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



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



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

ATTENZIONE: rischio di danni al sistema. Se i componenti LC del collegati allo spettrometro di massa non sono controllati dal software, non lasciare incustodito lo spettrometro di massa durante il funzionamento. Il flusso di liquido dai componenti LC del possono allagare la sorgente di ionizzazione quando lo spettrometro di massa entra in modalità Standby.

Nota: la velocità di flusso supportata dal probe APCI è di 200 µL/min. Per un elenco completo dei parametri del probe APCI, fare riferimento a [Parametri del probe APCI a pagina 57](#).

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

Nota: la tensione IonSpray™ è sempre applicata sia al probe TurbolonSpray® che al probe APCI contemporaneamente e il parametro di temperatura è sempre applicato sia al riscaldatore turbo sia al riscaldatore APCI contemporaneamente.

Nota: quando si usa il probe APCI, assicurarsi che l'ago di scarica a corona punti verso la fenditura.

Impostazione del Sistema

1. Configurare la pompa HPLC per fornire alla fase mobile la velocità di flusso richiesta. Fare riferimento a [Parametri e voltaggi della sorgente a pagina 56](#).
2. Collegare la giunzione di messa a terra presente sulla sorgente di ionizzazione a una pompa HPLC, attraverso un iniettore dotato di un loop da 5 µl o a un autocampionatore.
3. Se si utilizza un autocampionatore, configurarlo per eseguire più iniezioni.

Preparazione del sistema

1. Avviare il software Analyst® TF.
2. Nella barra di navigazione, alla voce **Tune and Calibrate**, fare doppio clic su **Manual Tuning**.
3. Aprire un metodo ottimizzato in precedenza o creare un metodo basato sui composti.
4. Se la sorgente di ionizzazione ha avuto il tempo necessario per raffreddarsi, procedere come segue.
 - a. Impostare il parametro **Temperature (TEM)** su **450**.
 - b. Lasciar riscaldare la sorgente di ionizzazione per almeno 30 minuti.

La fase di riscaldamento, della durata di 30 minuti, impedisce ai vapori di solvente di condensarsi nel probe ancora freddo.
5. Avviare il flusso del campione e l'iniezione del campione.

Impostare le Condizioni Iniziali

Nota: il valore per il parametro GS1, utilizzato dal probe TurbolonSpray®, può influenzare le prestazioni del probe APCI. Regolare il valore del parametro GS1 per ottenere prestazioni ottimali.

Nota: Gas 2 è utilizzato come gas nebulizzatore per il probe APCI.

1. In Tune Method Editor assicurarsi che sia selezionata l'opzione **Scan Type** corretta.
2. Nella scheda **Source/Gas** di Tune Method Editor, selezionare la sorgente **HN** dall'elenco.
3. Digitare **20** nel campo **Ion Source Gas 2 (GS2)**.
4. Digitare **25** nel campo **Curtain Gas (CUR)**.
5. Digitare **5500** nel campo **IonSpray Voltage Floating (ISVF)**.
6. Avvio acquisizione.

Ottimizzazione del flusso di Gas 2 e Curtain Gas™

1. Regolare i valori del **GS2** in incrementi da 5 fino a ottenere il segnale o il rapporto segnale/rumore migliore.
2. Aumentare il parametro **CUR** fino a quando il segnale non inizia a diminuire.

Nota: usare il valore maggiore possibile per il CUR in modo da impedire la contaminazione senza compromettere la sensibilità. Non impostare il CUR a valori più bassi di 20. Ciò contribuisce a evitare la penetrazione del flusso di Curtain Gas™, che può generare un segnale rumoroso, a evitare la contaminazione della fenditura e ad aumentare il rapporto segnale-rumore complessivo.

Regolare la posizione dell'ago di scarica a corona

Materiali richiesti

- Cacciavite a taglio isolato



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

Quando si utilizza il probe APCI, controllare che l'ago di scarica a corona punti verso la fenditura. Quando si utilizza il probe TurbolonSpray®, assicurarsi che l'ago di scarica a corona non sia puntato verso la fenditura.

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

Ottimizzare la posizione del probe APCI



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



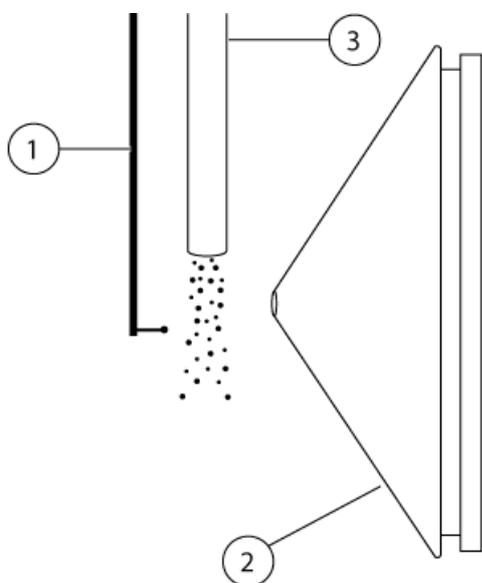
AVVERTENZA! Pericolo di perforazione. Prestare attenzione quando si maneggia l'elettrodo. La punta dell'elettrodo è estremamente acuminata.

Assicurarsi che la fenditura del curtain plate sia sempre libera da solventi o goccioline di solvente.

La posizione dell'ugello nebulizzatore influenza la sensibilità e la stabilità del segnale. Regolare la posizione del probe esclusivamente con piccoli incrementi. Alle basse velocità di flusso, posizionare il probe più vicino alla fenditura. Alle velocità di flusso elevate posizionare il probe lontano dalla fenditura. Una volta che il probe

è stato ottimizzato, richiederà solo alcune piccole regolazioni. Se si rimuove il probe, o se si cambia l'analita, la velocità di flusso o la composizione del solvente, ripetere la procedura di ottimizzazione.

Figura 4-2 Posizione dell'ugello nebulizzatore



Elemento	Descrizione
1	Ago di scarica a corona
2	Separatore di interfaccia
3	Probe APCI

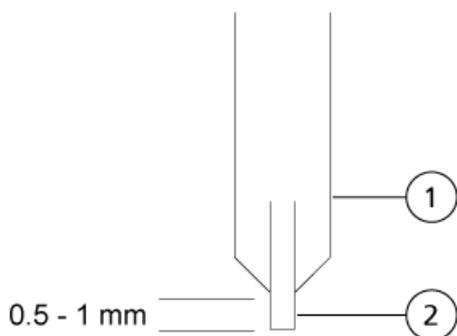
1. Utilizzare l'impostazione precedente del micrometro o il valore 5 come posizione di partenza.

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

2. Monitorare il segnale o il rapporto segnale-rumore degli analiti nel software Analyst[®] TF.
3. Utilizzare il micrometro verticale per regolare il probe in piccoli incrementi, per ottenere il segnale o il rapporto segnale-rumore migliore.
4. Regolare il dado di regolazione dell'elettrodo (di colore nero) sul probe per inserire o estrarre l'elettrodo tubolare dal probe. La punta dell'elettrodo deve fuoriuscire per una lunghezza compresa tra 0,5 mm e 1,0 mm dall'estremità del probe.

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

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



Elemento	Descrizione
1	Probe
2	Elettrodo

Ottimizzazione dell'oscillazione di tensione IonSpray™

- Nella modalità positiva, iniziare con un valore pari a 5500, quindi diminuire con incrementi da 100 V a 500 V; nella modalità negativa, iniziare con un valore di -4500, quindi aumentare con incrementi da 100 V a 500 V. Continuare con la regolazione per ottenere il miglior segnale o il miglior rapporto segnale/rumore.

Solitamente questo parametro ottimizza attorno a 5500 V in modalità positiva. Se non si osservano cambiamenti nel segnale quando si aumenta ISVF, lasciare ISVF, al valore più basso che fornisce il segnale o il rapporto segnale/rumore migliore.

Ottimizzare la temperatura del probe APCI

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

- Regolare il valore **TEM** in incrementi da 50 a 100 °C fino a ottenere il miglior segnale o rapporto segnale-rumore.

Suggerimenti per l'ottimizzazione

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

- Usare le temperature più alte possibili quando si ottimizzano i composti. La temperatura di 700 °C è comune per la maggior parte dei composti. Le temperature alte aiutano a mantenere pulita la sorgente di ionizzazione e riducono il rumore di fondo.

- Utilizzare la velocità di flusso (CUR) di Curtain Gas™ maggiore possibile senza causare la diminuzione del segnale. Questo aiuta a:
 - Impedire la penetrazione del flusso di Curtain Gas™, che può generare rumore.
 - Impedire la contaminazione della fenditura.
 - Aumentare nel complesso il rapporto segnale-rumore.
- Regolare l'impostazione del micrometro orizzontale per direzionare lo spray del liquido dal probe lontano dalla fenditura per:
 - Impedire la contaminazione della fenditura.
 - Impedire la penetrazione del flusso di Curtain Gas™, che può generare instabilità nel segnale.
 - Impedire il cortocircuito elettrico dovuto alla presenza di liquido.
Per fare questo, utilizzare il micrometro verticale per spostare il probe verso l'alto.
- Utilizzare la tensione IonSpray™ più bassa possibile senza che il segnale ne risenta. Concentrarsi sul rapporto segnale-rumore e non solo sul segnale.

Manutenzione della sorgente di ionizzazione

5

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



AVVERTENZA! Pericolo di superfici calde. Lasciare raffreddare la sorgente di ionizzazione per almeno 30 minuti prima di iniziare qualsiasi procedura di manutenzione. Le superfici della sorgente di ionizzazione raggiungono temperature considerevoli durante il funzionamento.



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



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



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



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



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

ATTENZIONE: rischio di danni al sistema. Non sollevare o trasportare la sorgente di ionizzazione con una sola mano. La sorgente di ionizzazione è progettata in modo da essere sollevata o trasportata usando le impugnature sagomate su ciascun lato della sorgente di ionizzazione.

Questa sezione descrive le procedure di manutenzione generale della sorgente di ionizzazione. Per determinare la frequenza delle operazioni di pulizia della sorgente di ionizzazione o della manutenzione preventiva, tenere in considerazione quanto segue:

- Composti testati
- Pulizia dei metodi di preparazione
- Periodo di inattività di un probe contenente un campione
- Tempo di attività generale del sistema

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

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

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

Materiali richiesti

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

Programma di manutenzione consigliato

[Tabella 5-1](#) fornisce un programma consigliato per la pulizia e la manutenzione della sorgente di ionizzazione. Fare riferimento alla *Guida alle parti e all'apparecchiatura per sorgenti di ioni e spettrometri di massa* per un elenco di materiali di consumo e parti di ricambio.

Manutenzione della sorgente di ionizzazione

Suggerimento! Eseguire le attività di manutenzione regolarmente per assicurarsi che lo spettrometro di massa funzioni in modo ottimale.

Contattare un addetto alla manutenzione qualificato (QMP) per ordinare i materiali di consumo e per le richieste di assistenza e di manutenzione di base. Contattare un responsabile dell'assistenza tecnica (FSE) SCIEX per tutte le altre esigenze di assistenza e manutenzione.

Nota: per i numeri di parte, fare riferimento alla *Guida alle parti e all'apparecchiatura* per lo spettrometro di massa.

Tabella 5-1 Attività di manutenzione

Componente	Frequenza	Attività	Per maggiori informazioni...
TurbolonSpray [®] e APCI	Secondo necessità	Sostituire	Fare riferimento a Rimuovere il probe a pagina 40 e Installare il probe a pagina 19 .
TurbolonSpray [®] ed elettrodi APCI	Secondo necessità	Controllare e sostituire	Fare riferimento a Sostituzione dell'elettrodo a pagina 40 .
Ago di scarica a corona	Secondo necessità	Sostituire	Fare riferimento alla Sostituire l'ago di scarica a corona a pagina 43 .
Turboriscaldatore	Secondo necessità	Sostituire	Contattare un addetto QMP o FSE locale.
Tubo del campione	Secondo necessità	Sostituire	Fare riferimento a Collegamento della sorgente di ionizzazione per l'introduzione del campione al probe TurbolonSpray[®] o Collegamento della sorgente di ionizzazione per l'introduzione del campione con il probe APCI

Rimozione della sorgente di ionizzazione

Nota: l'azoto continua a fluire a una velocità di 5,3 L/min quando lo spettrometro di massa è spento o la sorgente di ionizzazione viene rimossa dal sistema. Per ridurre al minimo il consumo di gas azoto e per mantenere pulito lo spettrometro di massa quando non lo si utilizza, lasciare la sorgente di ionizzazione installata sullo spettrometro di massa e lasciare acceso il sistema.

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

1. Arrestare le scansioni in corso.

2. Disattivare il flusso del campione.
3. Digitare **0** nel campo (**TEM**) se sono in uso i riscaldatori.
4. Lasciare raffreddare la sorgente di ionizzazione per almeno 30 minuti.
5. Scollegare il tubo di campionamento dalla giunzione di messa a terra.
6. Sbloccare la sorgente di ionizzazione girando i due fermi di sicurezza verso la posizione ore 12.
7. Staccare delicatamente la sorgente di ionizzazione dall'interfaccia di vuoto.

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

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

Pulire le superfici della sorgente di ionizzazione

Procedure preliminari

- [Rimozione della sorgente di ionizzazione a pagina 38](#)



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

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

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

Pulire i probe

La sorgente di ionizzazione va lavata regolarmente, indipendentemente dal tipo di composti campionati. Svolgere questa operazione configurando un metodo nel software Analyst[®] TF con il preciso scopo di effettuare un lavaggio.

1. Passare a una fase mobile composta da acqua/acetonitrile 1:1 o acqua/metanolo 1:1.
2. Regolare la posizione dei probe in modo che si trovino il più lontano possibile dall'orifizio.
3. Nel software Analyst[®] TF procedere come segue:
 - a. Creare un metodo MS.
 - b. Impostare **TEM** tra **500** e **600**.
 - c. Impostare **GS1** e **GS2** ad almeno **40**.
 - d. Impostare **CUR** al valore massimo possibile.

Manutenzione della sorgente di ionizzazione

4. Attendere fino al raggiungimento del valore impostato per la **TEM**.
5. Dirigere il flusso di fase mobile attraverso i tubi e ogni probe a 1 mL/min per circa 10 o 15 minuti.
6. Assicurarsi che il probe e il tubo del campione siano adeguatamente spurgati.

Rimuovere il probe



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

ATTENZIONE: rischio di danni al sistema. Impedire alla punta sporgente dell'elettrodo o all'ago di scarica a corona di entrare in contatto con una qualsiasi parte del corpo della sorgente di ionizzazione, evitando così che il probe subisca danni.

Il probe può essere rimosso facilmente e rapidamente, senza l'uso di attrezzi. Rimuovere sempre la sorgente di ionizzazione dallo spettrometro di massa prima di cambiare i probe o di sottoporlo a manutenzione.

Procedure preliminari

- [Rimozione della sorgente di ionizzazione a pagina 38](#)

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

Sostituzione dell'elettrodo



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



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

Il probe contiene un elettrodo. Sostituire l'elettrodo quando si nota un calo delle prestazioni.

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

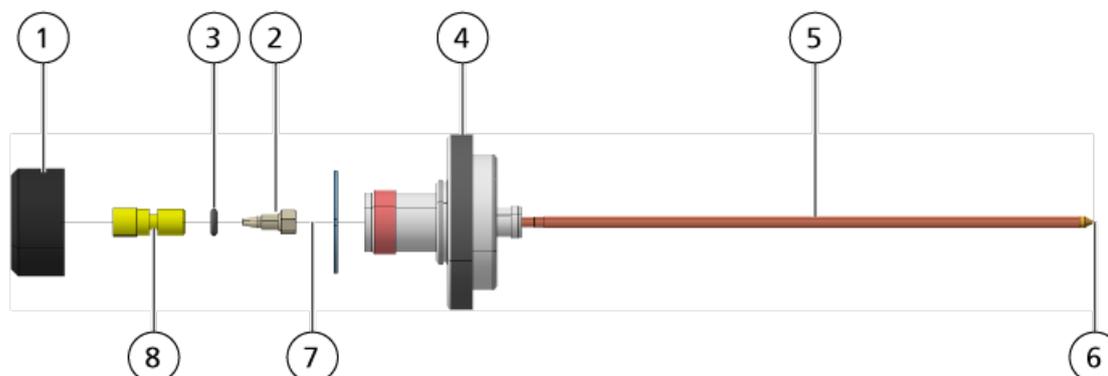
Procedure preliminari

- [Rimozione della sorgente di ionizzazione a pagina 38](#)
- [Rimuovere il probe a pagina 40](#)

Questa procedura è applicabile ad entrambi i probe.

1. Rimuovere il dado di regolazione dell'elettrodo, quindi rimuovere l'elettrodo.
2. Tenendo il probe con la punta rivolta verso il basso, in modo che la molla resti all'interno del probe, estrarre dal probe la giunzione in PEEK e l'elettrodo tubolare collegato.

Figura 5-1 Probe, vista esplosa



Elemento	Descrizione
1	Dado regolazione elettrodo
2	Dado di regolazione da 1/4"
3	Molla
4	Ghiera di fermo
5	Nebulizzatore tubolare
6	Punta dell'elettrodo
7	Elettrodo tubolare
8	Raccordo in PEEK

3. Usare la chiave aperta da 1/4" per rimuovere il dado di fissaggio che mantiene l'elettrodo tubolare nel raccordo in PEEK.
4. Rimuovere l'elettrodo tubolare dal dado di fissaggio.

Manutenzione della sorgente di ionizzazione

5. Inserire il nuovo elettrodo tubolare nel dado di fissaggio e poi nella giunzione in PEEK.

Assicurarsi che l'elettrodo tubolare sia inserito a fondo nella giunzione in PEEK. Se resta dello spazio vuoto tra l'elettrodo tubolare e la sua sede all'interno della giunzione, potrebbe generarsi un volume morto.

6. Serrare il dado di fissaggio.

Non spanare o stringere troppo il dado di fissaggio poiché il tubo potrebbe fuoriuscire.

7. Assicurarsi che la molla sia ancora all'interno del probe e poi serrare il dado di fissaggio dell'elettrodo.
8. Allineare l'elettrodo tubolare con l'apertura presente nel tubo del nebulizzatore e inserire nel probe la giunzione in PEEK e l'elettrodo tubolare ad essa collegato. Fare attenzione a non piegare l'elettrodo tubolare.
9. Installare e serrare il dado di regolazione dell'elettrodo.
10. Installare il probe. Fare riferimento a [Installare il probe a pagina 19](#).
11. Collegare il tubo del campione.
12. Installare la sorgente di ionizzazione sullo spettrometro di massa. Fare riferimento a [Installazione della sorgente di ionizzazione a pagina 18](#).
13. Regolare l'estensione della punta dell'elettrodo. Fare riferimento a [Ottimizzazione della posizione del probe TurbolonSpray® a pagina 27](#) o [Ottimizzare la posizione del probe APCI a pagina 32](#).

Sostituzione della punta dell'ago di scarica a corona



AVVERTENZA! Pericolo di superfici calde. Lasciare raffreddare la sorgente di ionizzazione per almeno 30 minuti prima di iniziare qualsiasi procedura di manutenzione. Le superfici della sorgente di ionizzazione raggiungono temperature considerevoli durante il funzionamento.



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



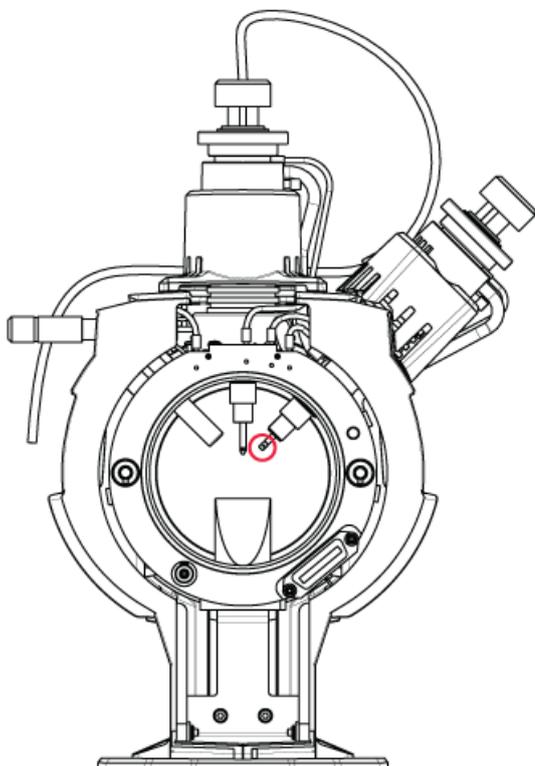
AVVERTENZA! Pericolo di perforazione. Maneggiare l'ago con cura. La punta dell'ago è estremamente acuminata.

Sostituire la punta dell'ago di scarica a corona se corroso.

1. Rimuovere la sorgente di ionizzazione dallo spettrometro di massa. Fare riferimento alla [Rimozione della sorgente di ionizzazione a pagina 38](#).
2. Girare la sorgente di ionizzazione in modo che il lato dell'apertura sia accessibile.
3. Spingere in basso la manopola di regolazione dell'ago di scarica a corona posizionata in cima alla torretta. L'ago di scarica a corona si estende.

4. Tenendo la punta dell'ago di scarica a corona tra pollice e indice di una mano e l'ago di scarica a corona con l'altra mano, ruotare la punta dell'ago di scarica a corona in verso anti-orario per allentarla e rimuovere delicatamente la punta.

Figura 5-2 Punta dell'ago di scarica a corona sul retro della sorgente di ionizzazione



5. Mentre si tiene una nuova punta tra pollice e indice di una mano e l'ago di scarica a corona con l'altra mano, ruotare la punta dell'ago di scarica a corona in verso orario per installare la punta.
6. Installare la sorgente di ionizzazione sullo spettrometro di massa. Fare riferimento alla [Installazione della sorgente di ionizzazione a pagina 18](#).

Sostituire l'ago di scarica a corona



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



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

Manutenzione della sorgente di ionizzazione

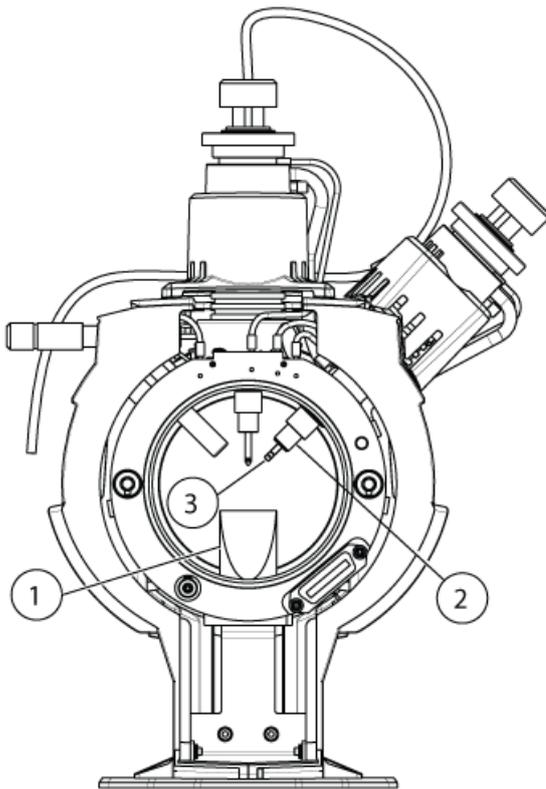
Procedure preliminari

- [Rimozione della sorgente di ionizzazione a pagina 38](#)
- [Rimuovere il probe a pagina 40](#)

Se la punta dell'ago di scarica a corona si corrode, potrebbe non essere possibile la sua rimozione manuale. In tal caso, tagliare la punta dell'ago per rimuoverla, quindi sostituire l'intero ago di scarica a corona.

1. Girare la sorgente di ionizzazione in modo da avere accesso all'apertura.

Figura 5-3 Ago di scarica a corona



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

2. Tenendo la vite di regolazione dell'ago di scarica a corona tra il pollice e l'indice di una mano e l'ago di scarica a corona con l'altra mano, ruotare la punta dell'ago di scarica a corona in senso antiorario per allentarla e rimuovere delicatamente la punta.
3. Tirare delicatamente l'ago di scarica a corona attraverso il camino di scarico per rimuoverlo.
4. Inserire il più possibile il nuovo ago attraverso il camino di scarico nella cannula in ceramica.
5. Tenendo una nuova punta tra il pollice e l'indice di una mano e la vite di regolazione dell'ago di scarica a corona con l'altra mano, ruotare la punta dell'ago di scarica a corona in senso orario per installare la punta.
6. Inserire il probe e installare la sorgente di ionizzazione sullo spettrometro di massa. Fare riferimento a [Installazione della sorgente di ionizzazione a pagina 18](#).

Sostituzione del tubo del campionamento



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

Procedure preliminari

- Arrestare il flusso del campione e assicurarsi che tutto il gas rimanente sia stato rimosso attraverso il sistema di scarico della sorgente.
- [Rimozione della sorgente di ionizzazione a pagina 38](#).

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

1. Scollegare il tubo di campionamento dal probe e dalla giunzione di messa a terra.
2. Sostituire il tubo di campionamento con un tubo di lunghezza adeguata, tagliato con un'apposita taglierina.
3. Installare la sorgente di ionizzazione. Fare riferimento a [Installazione della sorgente di ionizzazione a pagina 18](#).
4. Avviare il flusso del campione.

Stoccaggio e manipolazione



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

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

- Temperatura ambiente compresa tra -30 e $+60$ °C (-22 e 140 °F)

Manutenzione della sorgente di ionizzazione

- Pressione atmosferica tra 75 kPa e 101 kPa
- Umidità relativa non superiore al 99%

Problema	Probabile causa	Azioni da intraprendere
Il software Analyst® TF riporta che lo spettrometro di massa è in stato di guasto (Fault).	<ol style="list-style-type: none"> 1. Non è presente alcun probe. 2. Il probe non è collegata correttamente. 	<ol style="list-style-type: none"> 1. Installare il probe. Fare riferimento alla Installare il probe a pagina 19. 2. Reinstallare il probe. <ol style="list-style-type: none"> a. Rimuovere il probe. Fare riferimento a Rimuovere il probe a pagina 40. b. Installare il probe assicurandosi di serrare saldamente la ghiera di fermo. Fare riferimento alla Installare il probe a pagina 19.
Il software Analyst® TF indica che si sta usando un probe specifica, ma è installata un altro probe.	Il fusibile F3 è bruciato.	Contattare un responsabile dell'assistenza tecnica (FSE).
La nebulizzazione non è uniforme.	L'elettrodo è bloccato.	Sostituire l'elettrodo. Fare riferimento a Sostituzione dell'elettrodo a pagina 40 .
La sensibilità è scarsa.	<ol style="list-style-type: none"> 1. I componenti dell'interfaccia (parte frontale) sono sporchi. 2. Vapori di solvente o altri composti ignoti sono presenti nella regione dell'analizzatore. 	<ol style="list-style-type: none"> 1. Pulire le componenti dell'interfaccia e installare la sorgente di ionizzazione. 2. Ottimizzare il flusso del Curtain Gas™. Fare riferimento alla Ottimizzazione della sorgente di ionizzazione a pagina 24.
Durante il test, la sorgente di ionizzazione non soddisfa le specifiche.	<ol style="list-style-type: none"> 1. La soluzione di test non è stata preparata correttamente. 2. Lo spettrometro di massa non ha superato i test di installazione. 	<ol style="list-style-type: none"> 1. Verificare che le soluzioni di test siano state preparate correttamente. 2. Se il problema non può essere risolto, contattare il Responsabile dell'Assistenza Tecnica (FSE) per l'esecuzione dei test di installazione.

Risoluzione dei problemi

Problema	Probabile causa	Azioni da intraprendere
Il rumore di fondo è alto	<ol style="list-style-type: none">1. Temperature (TEM) è troppo alta.2. La velocità di flusso del gas ausiliario (GS2) è troppo alta.3. La sorgente di ionizzazione è contaminata.	<ol style="list-style-type: none">1. Ottimizzare la temperatura.2. Ottimizzare il flusso del gas ausiliario.3. Pulire o sostituire i componenti della sorgente di ionizzazione, quindi condizionare la sorgente e la parte frontale:<ol style="list-style-type: none">a. Spostare il probe nella posizione più lontana dalla fenditura (verticalmente e orizzontalmente).b. Assicurarsi che il sistema di riscaldamento dell'interfaccia sia su On.c. Infondere o iniettare una soluzione di metanolo/acqua 50:50 con una velocità di flusso di 1 ml/min.d. Nel software Analyst® TF, impostare TEM su 650, GS1 su 60 e GS2 su 60.e. Impostare il flusso del CUR su 45 o 50.f. Lasciare in funzione per un minimo di 2 ore, o ancora meglio per tutta la notte, per ottenere i risultati migliori.

Problema	Probabile causa	Azioni da intraprendere
Le prestazioni della sorgente di ionizzazione sono peggiorate.	<ol style="list-style-type: none"> 1. Il probe non è ottimizzata. 2. Il campione non era preparato a dovere o era degradato. 3. Perdite negli attacchi di entrata del campione. 	<ol style="list-style-type: none"> 1. Ottimizzare il probe. Fare riferimento a Ottimizzazione del probe TurbolonSpray® a pagina 25. 2. Verificare che il campione sia stato preparato correttamente. 3. Verificare che gli attacchi siano serrati; sostituire se le perdite persistono. Non stringere eccessivamente gli attacchi. 4. Installare e ottimizzare una sorgente di ionizzazione alternativa. Se il problema persiste, contattare un responsabile dell'assistenza tecnica.
Scariche ad arco o scintille.	La posizione dell'ago di scarica a corona non è corretta.	Girare l'ago di scarica corona verso la piastra Curtain e lontana dal flusso di gas ausiliario. Fare riferimento a Regolare la posizione dell'ago di scarica a corona a pagina 32 .

Modalità di ionizzazione elettrospray

Il probe è installato nella torre verticale, con il riscaldatore turbo disposto a un'angolazione di 45 gradi sul lato destro, visto dalla parte frontale della sorgente di ionizzazione. La combinazione tra l'effluente IonSpray™ e il gas secco, portato a temperatura dai riscaldatori turbo, è proiettata con un angolo di 90 gradi verso la fenditura del curtain plate.

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

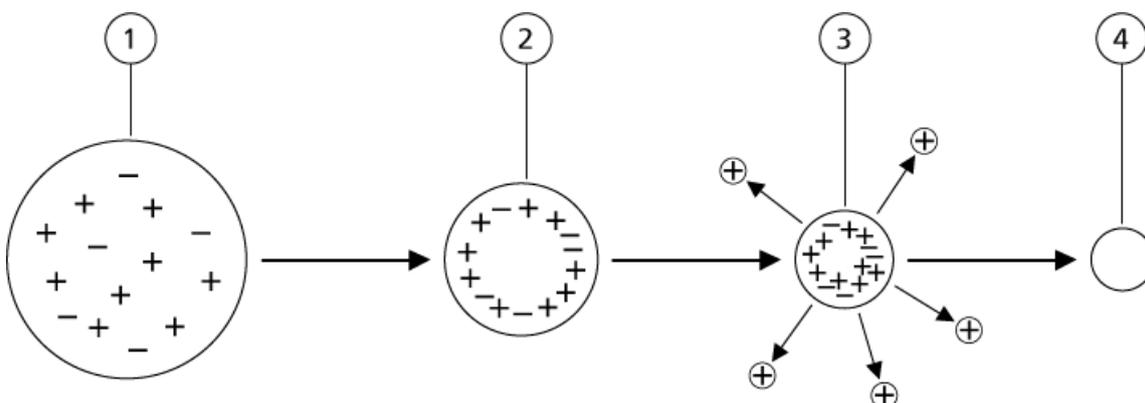
L'interazione tra la tensione di IonSpray™ e i riscaldatore turbo aiuta a concentrare il getto e aumenta il tasso di evaporazione delle goccioline, incrementando di conseguenza il segnale degli ioni. Il gas riscaldato aumenta l'efficienza dell'evaporazione degli ioni, con conseguente maggiore sensibilità e capacità di gestire velocità di flusso più elevate di campione liquido.

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

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

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

Figura A-1 Evaporazione ioni



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

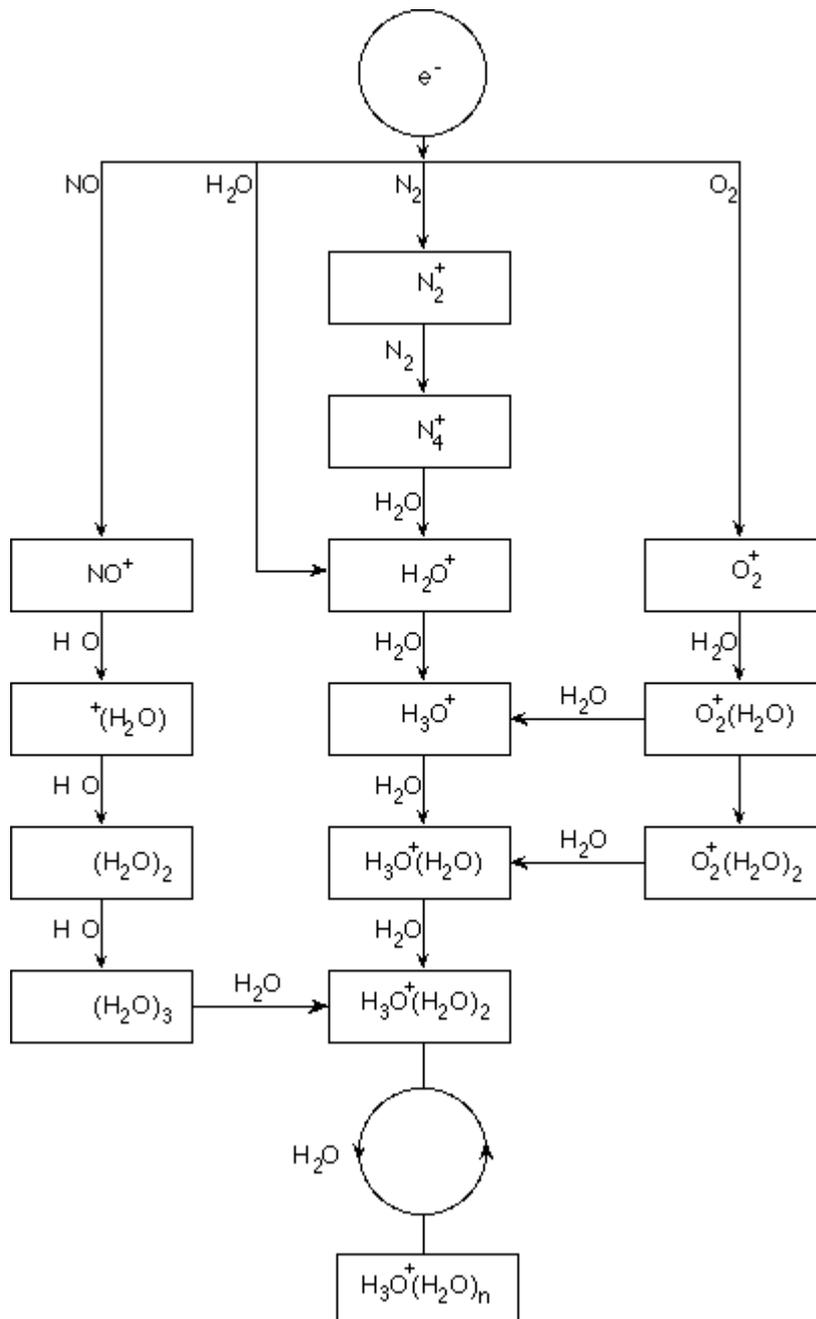
Se la gocciolina contiene ioni in eccesso e una quantità di solvente sufficiente evapora dalla gocciolina, si raggiunge un campo critico dove gli ioni sono emessi dalla superficie. Al termine del processo tutto il solvente sarà evaporato dalla gocciolina, lasciando una particella secca costituita dai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

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

Modalità APCI

La [Figura A-2](#) mostra il flusso di reazione del processo di ionizzazione chimica a pressione atmosferica (APCI) per gli ioni reagenti positivi (i protoni idrati, $\text{H}_3\text{O}^+[\text{H}_2\text{O}]_n$).

Figura A-2 Diagramma di flusso reazione APCI

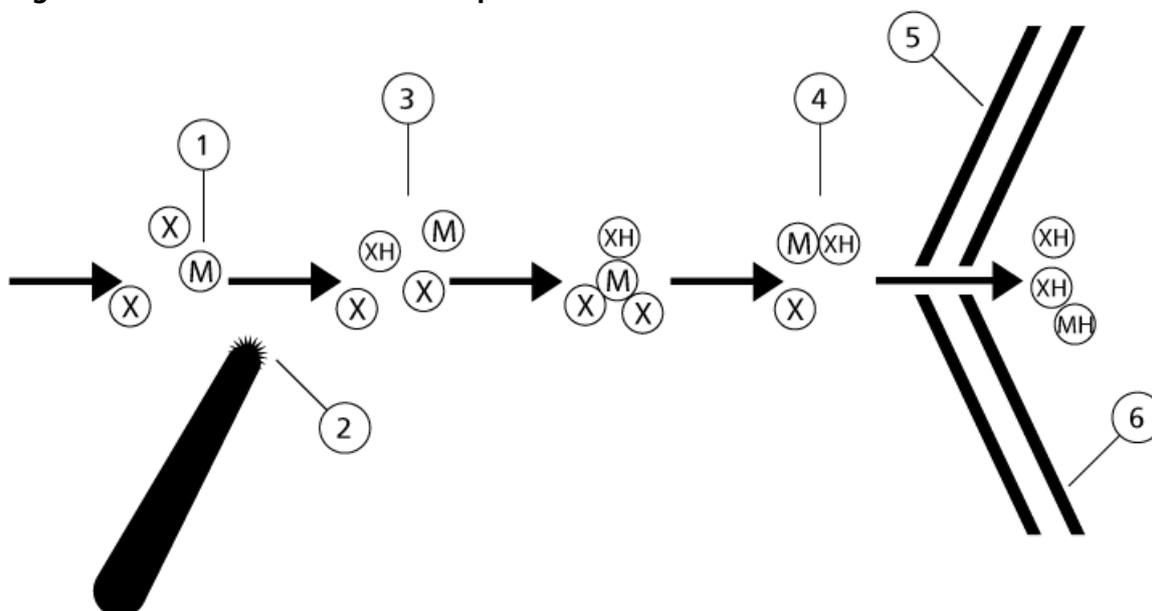


Gli ioni primari principali N_2^+ , O_2^+ , H_2O^+ e NO^+ sono formati dall'impatto degli elettroni originati dall'effetto corona sui componenti neutri principali dell'aria. Anche se il NO^+ non è di norma uno dei maggiori costituenti dell'aria pulita, la concentrazione di questa specie nella sorgente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

Le molecole di campione gassoso e di solvente passano nel corpo della sorgente di ionizzazione, all'interno della quale la ionizzazione tramite APCI è indotta da un ago di scarica a corona collegato all'estremità del tubo in ceramica. Le molecole del campione sono ionizzate dalla collisione con gli ioni reagenti creati dalla

ionizzazione delle molecole di solvente della fase mobile. Come illustrato nella [Figura A-3](#), le molecole di solvente vaporizzate sono ionizzate per produrre gli ioni reagenti $[X+H]^+$ in modalità positiva e $[X-H]^-$ in modalità negativa. Sono questi ioni reagenti che producono ioni campione stabili quando collidono con le molecole del campione.

Figura A-3 Ionizzazione chimica a pressione atmosferica



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

x = molecole solvente; M = molecole campione

Le molecole del campione sono ionizzate attraverso un processo di trasferimento di protoni in modalità positiva e da un trasferimento di elettroni o protoni in modalità negativa. L'energia per il processo di ionizzazione APCI è dominata dalla collisione a causa della pressione atmosferica relativamente elevata della sorgente di ionizzazione.

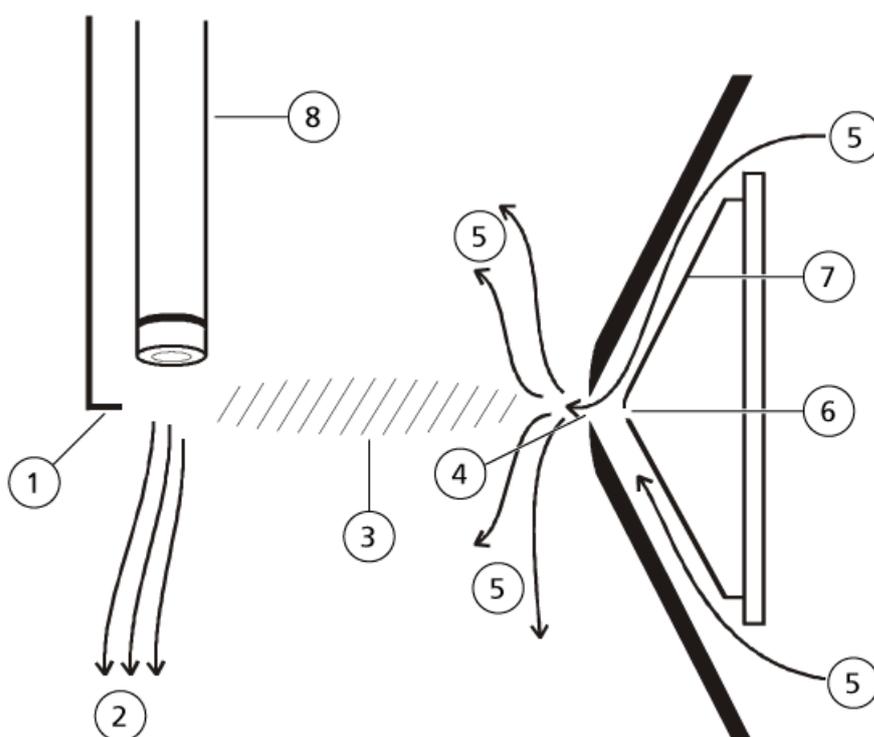
Per applicazioni in fase inversa, gli ioni reagenti sono costituiti da molecole di solvente protonate in modalità positiva e ioni di ossigeno solvatati in modalità negativa. In condizioni termodinamiche favorevoli, l'aggiunta di modificatori cambia la composizione dello ione reagente. Ad esempio, l'aggiunta di modificatori o tamponi acetato può rendere lo ione acetato $[CH_3COO]^-$ il reagente primario in modalità negativa. I modificatori di ammonio possono rendere l'ammoniaca protonata $[NH_4]^+$ il reagente primario in modalità positiva.

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

Regione di Ionizzazione APCI

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

Figura A-4 Regione di Ionizzazione APCI



Elemento	Descrizione
1	Punta dell'ago di scarica
2	Flusso del campione
3	Reattore senza pareti
4	Fenditura del curtain plate

Elemento	Descrizione
5	Curtain Gas™ Erogazione
6	Orifizio
7	Orifice plate
8	Tubo in ceramica

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

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

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

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

Parametri e voltaggi della sorgente

B

Parametri del probe TurbolonSpray®

La seguente tabella mostra le condizioni operative raccomandate per il probe TurbolonSpray® a tre velocità di flusso differenti. A qualsiasi velocità di flusso, il flusso del Curtain Gas™ deve essere sempre impostato sul valore massimo possibile. La composizione del solvente usato per l'ottimizzazione era acqua/acetonitrile 1:1. Queste condizioni rappresentano un punto a partire dal quale si può ottimizzare il probe. Attraverso un processo iterativo, si possono ottimizzare i parametri usando l'analisi mediante iniezione in flusso per raggiungere il segnale o il rapporto segnale-rumore migliore per il composto in questione.

Tabella B-1 Ottimizzazione dei parametri per il probe TurbolonSpray®

Parametri	Valori tipici			Gamma di esercizio
Velocità di flusso LC	da 5 a 50 µL/min	200 µL/min	1.000 µL/min	da 5 µL/min a 3000 µL/min
GAS 1 (gas di nebulizzazione)	da 20 psi a 40 psi	da 40 a 60 psi	da 40 a 60 psi	da 0 a 90 psi
Gas 2 (gas riscaldatore)	0 psi	50 psi	50 psi	da 0 a 90 psi
Tensione IonSpray	5500	5500 V	5500 V	5500 V
Erogazione Curtain Gas™	20 psi	30 psi	35 psi	da 20 a 50 psi
Temperatura*	da 0 °C a 200 °C	da 425 a 650 °C	da 550 a 750 °C	Fino a 750 °C
Potenziale di declustering (DP) **	Positiva: 70 V Negativa: -70 V	Positiva: 70 V Negativa: -70 V	Positiva: 70 V Negativa: -70 V	Positivo: da 0 a 400 V Negativo: da -400 V a 0 V
Probe impostazione micrometro verticale	da 10 a 13	da 0 a 2	0	da 0 a 13
Probe impostazione micrometro orizzontale	da 5 a 8	da 5 a 8	da 5 a 8	da 0 a 10
* I valori di temperatura ottimali dipendono dal composto e dalla composizione della fase mobile (un contenuto acquoso più elevato richiede una temperatura più alta). Zero (0) indica che non è applicata alcuna temperatura.				
** I valori DP dipendono dal composto.				

Parametri del probe APCI

Tabella B-2 Ottimizzazione dei parametri per il probe APCI

Parametro	Valore tipico	Gamma di esercizio
Velocità di flusso LC	1.000 µL/min	da 200 µL/min a 2.000 µL/min
Gas 2 (gas di nebulizzazione)	30 psi	da 0 psi a 90 psi
Erogazione Curtain Gas™	25 psi	da 20 psi a 50 psi
Temperatura*	400°C	da 100 °C a 750 °C
Corrente del Nebulizzatore (NC)	Positivo: 2 µA Negativo: -2 µA	Positivo: da 1 mA a 5 µA Negativo: da -1 mA a 0 µA
Fluttuazione tensione IonSpray™	Positiva: 5500 V Negativa: -4500 V	Positiva: da 0 V a 5500 V Negativa: da -4500 V a 0 V
Potenziale di declustering (DP)	Positiva: 60 V Negativa: -60 V	Positiva: da 0 V a 300 V Negativa: da -300 V a 0 V
Probe impostazione micrometro verticale	4	Scala da 0 a 13

* Il valore della temperatura dipende dal composto.

Descrizione Parametri

Tabella B-3 Parametri dipendenti dalla sorgente

Parametro	Descrizione
Ion Source Gas 1 (GS1)	Controlla il gas di nebulizzazione per il probe TurbolonSpray®. Fare riferimento a Principi di funzionamento — Sorgente di ionizzazione a pagina 50 .
Ion Source Gas 2 (GS2)	Probe TurbolonSpray®: controlla il gas ausiliario. La sensibilità migliore si ottiene quando la combinazione di temperatura (TEM) e velocità di flusso del gas ausiliario (GS2) porta il solvente LC ad un punto in cui è quasi completamente vaporizzato. Per ottimizzare il GS2 incrementare il flusso, in modo da ottenere il miglior segnale o rapporto segnale-rumore. Se si nota un aumento significativo del rumore di fondo, ridurre il valore. Un flusso troppo elevato di gas può generare rumore o instabilità del segnale. Probe APCI: controlla il gas di nebulizzazione. Fare riferimento a Principi di funzionamento — Sorgente di ionizzazione a pagina 50 .

Tabella B-3 Parametri dipendenti dalla sorgente (continua)

Parametro	Descrizione
Curtain Gas (CUR)	<p>Controlla il flusso di gas nell'interfaccia del Curtain Gas™ interfaccia. L'interfaccia del Curtain Gas è posizionata tra il separatore di interfaccia e l'orifizio. Impedisce all'aria presente nell'ambiente e alle goccioline di solvente di entrare e contaminare le ottiche ioniche, permettendo allo stesso tempo il convogliamento degli ioni campione nella camera da vuoto tramite i campi elettrici generati tra l'interfaccia di vuoto e l'ago del nebulizzatore. La contaminazione delle ottiche ioniche di ingresso riduce la trasmissione al Q0, la stabilità e la sensibilità, e aumenta inoltre il rumore di fondo.</p> <p>Mantenere il flusso di Curtain Gas™ il più alto possibile senza perdere la sensibilità.</p>
Temperature (TEM)	<p>Controlla il calore applicato al campione per vaporizzarlo. La temperatura ottimale è la temperatura più bassa alla quale il campione è completamente vaporizzato.</p> <p>La temperatura è applicabile contemporaneamente a entrambe il probe.</p> <p>Ottimizzare a incrementi di 50 °C.</p>
Temperature (TEM) - Probe TurbolonSpray®	<p>Controlla la temperatura del gas ausiliario nel probe TurbolonSpray®.</p> <p>La sensibilità migliore si ottiene quando la combinazione di temperatura (TEM) e velocità di flusso del gas ausiliario (GS2) porta il solvente LC a raggiungere un punto in cui è quasi completamente vaporizzato.</p> <p>Quando il contenuto organico del solvente aumenta, la temperatura ottimale del probe diminuisce. Con solventi costituiti da 100% metanolo o acetonitrile, le prestazioni del probe possono essere ottimizzate a temperature non inferiori ai 300 °C. I solventi acquosi costituiti da 100% acqua a un flusso di circa 1000 µL/min richiedono una temperatura massima del probe di 750 °C.</p> <p>Se la temperatura è impostata a valori troppo bassi, la vaporizzazione resta incompleta e grandi e visibili goccioline sono espulse nel corpo della sorgente di ionizzazione.</p> <p>Se la temperatura è impostata su valori troppo alti, il solvente può essere vaporizzato prematuramente alla punta del probe, specialmente se il probe posizionata troppo in basso (da 5 mm a 13 mm).</p>
Temperature (TEM) - Probe APCI	<p>Controlla la temperatura nel probe APCI.</p> <p>Quando il contenuto organico del solvente aumenta, la temperatura ottimale del probe diminuisce. Con solventi costituiti da 100% metanolo o acetonitrile, le prestazioni del probe possono essere ottimizzate a temperature non inferiori ai 400 °C a velocità di flusso di 1000 µL/min. I solventi acquosi costituiti da 100% acqua a un flusso di circa 2000 µL/min richiedono una temperatura minima del probe di 700 °C.</p> <p>Se la temperatura è impostata a valori troppo bassi, la vaporizzazione resta incompleta e grandi e visibili goccioline sono espulse nel corpo della sorgente di ionizzazione.</p> <p>Se la temperatura è impostata su valori troppo alti, avviene la degradazione termica del campione.</p>

Tabella B-3 Parametri dipendenti dalla sorgente (continua)

Parametro	Descrizione
Nebulizer Current (NC)	Controlla la corrente applicata all'ago di scarica a corona nel probe APCI. La scarica ionizza le molecole di solvente, che a loro volta ionizzano le molecole del campione. Per il probe APCI la corrente applicata all'ago di scarica a corona (NC) ottimizzata solitamente in un intervallo piuttosto ampio (da 1 μ A a 5 μ A circa in modalità positiva). Ottimizzare iniziando con un valore di 1 e aumentarlo fino a raggiungere il miglior segnale o rapporto segnale-rumore. Se aumentando la corrente non si osserva alcun cambiamento nel segnale, lasciare la corrente al valore più basso che fornisce la migliore sensibilità (ad esempio, 2 μ A).
IonSpray Voltage Floating (ISVF)	La tensione IonSpray™ viene usata sia per il probe TurbolonSpray® che per APCI. È applicabile contemporaneamente ad entrambe il probe. Probe TurbolonSpray®: controlla la tensione applicata al nebulizzatore che ionizza il campione nella sorgente di ionizzazione. Il valore del parametro dipende dalla polarità e influenza la stabilità del getto e la sensibilità. Probe APCI: controlla la corrente applicata all'ago di scarica a corona. La scarica ionizza le molecole di solvente, che a loro volta ionizzano le molecole del campione. La corrente si ottimizza solitamente su un intervallo ampio.
Interface Heater (ihe)	Questo parametro è sempre attivo per i sistemi TripleTOF®. Il parametro ihe consente di attivare o disattivare il funzionamento del riscaldatore di interfaccia. Riscaldare l'interfaccia permette di massimizzare il segnale degli ioni e impedisce la contaminazione delle ottiche ioniche. A meno che il composto che si desidera analizzare sia estremamente fragile, è consigliabile riscaldare l'interfaccia.

Posizione del probe

La posizione del probe può influenzare la sensibilità dell'analisi. Fare riferimento a [Ottimizzazione della sorgente di ionizzazione a pagina 24](#) per ulteriori informazioni su come ottimizzare la posizione del probe.

Composizione dei solventi

La concentrazione standard del formiato d'ammonio o dell'acetato d'ammonio va da 2 a 10 mmol/L per gli ioni positivi e da 2 a 50 mmol/L per gli ioni negativi. La concentrazione degli acidi organici è compresa tra 0,1 e 0,5% in volume per il probe TurbolonSpray® e tra 0,1% e 2,0% in volume per il probe APCI doppio.

I solventi comunemente impiegati sono:

- Acetonitrile
- Metanolo
- Propanolo
- Acqua

Parametri e voltaggi della sorgente

I modificatori comunemente impiegati sono:

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

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

- Trietilammina (TEA)
- Fosfato di sodio
- Acido trifluoroacetico (TFA)
- Dodecilsolfato di sodio (SLS)

Glossario dei simboli

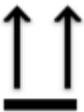
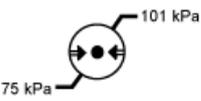
C

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

Simbolo	Descrizione
	Corrente alternata
A	Ampere (corrente)
	Rappresentante autorizzato nella Comunità Europea
	Rischio biologico
	Marchio CE di conformità
	Marchio cSAus. Si tratta di una certificazione di sicurezza elettrica per il mercato canadese e statunitense.
	Numero catalogo
	Attenzione Nota: nella documentazione SCIEEX, questo simbolo indica un rischio di lesioni personali.
	Etichetta di Attenzione RoHS per la Cina. Il prodotto informativo elettronico contiene alcune sottosostanze tossiche o pericolose. Il numero al centro è il periodo d'uso a basso impatto ambientale (EFUP, Environmentally Friendly Use Period) e indica il numero di anni civili di uso consentito del prodotto. Alla scadenza dell'EFUP, il prodotto deve essere tempestivamente riciclato. Le frecce in cerchio indicano che il prodotto è riciclabile. Il codice data riportato sull'etichetta o sul prodotto indica la data di produzione.

Glossario dei simboli

Simbolo	Descrizione
	Logo RoHS per la Cina. Il dispositivo non contiene sottosostanze tossiche e pericolose o elementi al di sopra dei valori di concentrazione massima ed è un prodotto ecologico, riciclabile e riutilizzabile.
	Fare riferimento alle istruzioni per l'uso.
	Simbolo Matrice Dati che è possibile scansionare con un lettore di codice a barre per ottenere un identificativo univoco del dispositivo (UDI).
	Collegamento Ethernet
	Pericolo di esplosione
	Pericolo di incendio
	Fragile
	Fusibile
Hz	Hertz
	Alta tensione. Pericolo di scosse elettriche Se è necessario rimuovere il coperchio principale, contattare un rappresentante SCIEX per evitare scosse elettriche.
	Pericolo di superfici calde
	Pericolo di radiazioni ionizzanti
	Conservare all'asciutto. Non esporre alla pioggia. L'umidità relativa non deve essere superiore al 99%.

Simbolo	Descrizione
	Tenere in posizione verticale.
	Pericolo di radiazione laser
	Pericolo di sollevamento
	Produttore
	Rischio di schiacciamento
	Pericolo di gas sotto pressione
	Messa a terra (protezione)
	Pericolo di perforazione
	Numero di serie
	Pericolo di esposizione ad agenti chimici tossici
	Trasportare e stoccare il sistema in un intervallo compreso tra 75 kPa e 101 kPa.
	Trasportare e stoccare il sistema a una temperatura compresa tra -30 e +60 °C.
	Collegamento USB 2.0
	Pericolo da radiazione ultravioletta

Glossario dei simboli

Simbolo	Descrizione
VA	Volt Ampere (potenza)
V	Volt (tensione)
	RAEE. Non smaltire l'apparecchiatura nei residui comuni non differenziati.
W	Watt
	<i>gg-mm-aaaa</i> Data di produzione