

Sorgente Ionica IonDrive™ Turbo V

Guida per l'Operatore



Il presente documento è fornito ai clienti che hanno acquistato le apparecchiature AB Sciex come guida per l'uso e il funzionamento delle suddette apparecchiature AB Sciex. 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 AB 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 reverse engineering o decompilato per qualsiasi fine.

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 dai rispettivi proprietari. Tali riferimenti mirano unicamente a designare i prodotti di terzi forniti da AB 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 dei detti produttori e/o dei loro prodotti come marchi registrati.

AB Sciex non rilascia dichiarazioni o garanzie in merito all'idoneità di questa apparecchiatura per alcuno scopo in particolare e non si assume alcuna responsabilità diretta o accessoria derivante dall'uso della presente apparecchiatura da parte dell'acquirente, inclusi i danni indiretti o consequenziali e qualsiasi altra circostanza sfavorevole che ne potrebbe insorgere.

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

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.



Capitolo 1 Presentazione della Sorgente Ionica	5
Note sulla Sorgente Ionica	6
Sonde	7
Sonda TurbolonSpray	7
Sonda APCI	8
Collegamenti di Elettricità e Gas	9
Blocco della Sorgente Ionica	10
Sistema di Scarico della Sorgente	10
Capitolo 2 Installazione della Sorgente Ionica	11
Preparazione per l'Installazione	11
Installare la Sorgente Ionica	11
Installare la Sonda	12
Collegare il Tubo della Sorgente	12
Installare la Sorgente Ionica	13
Collegare il Tubo di Campionamento	13
Capitolo 3 Ottimizzazione della Sorgente Ionica	15
Introduzione del Campione	15
Ottimizzare la Sonda TurbolonSpray®	16
Eeguire il Metodo	16
Impostare le Condizioni Iniziali	17
Ottimizzare la Posizione della Sonda TurbolonSpray	17
Ottimizzare le Velocità di Flusso di Gas 1, Gas 2, e Curtain Gas™, e la Tensione IonSpray™	18
Ottimizzare la Temperatura del Riscaldatore Turbo	19
Suggerimenti per l'Ottimizzazione	19
Ottimizzare la Sonda APCI	20
Eeguire il Metodo	20
Impostare le Condizioni Iniziali	21
Ottimizzare il Flusso del Gas 1 e del Curtain Gas	21
Regolare la Posizione dell'Ago di Scarica a Corona	21
Ottimizzare la Posizione della Sonda APCI	22
Ottimizzare la Nebulizer Current	22
Ottimizzare la Temperatura della Sonda APCI	23
Capitolo 4 Manutenzione della Sorgente ionica	25
Pulire le Sonde	26
Movimentazione della Sorgente Ionica	27
Rimuovere la Sorgente ionica	27
Rimuovere la Sonda	28
Pulire l'Elettrodo Tubolare	28
Montare il Tubo	30
Regolare l'Estensione della Punta dell'Elettrodo.	30
Sostituire l'Ago di Scarica a Corona	31
Sostituire il Tubo di Campionamento	33

Capitolo 5 Risoluzione dei problemi	35
Capitolo 6 Test per la Sorgente Ionica	39
Preparazione del Test	39
Testare la Sonda TurbolonSpray®	40
Testare la Sonda APCI	42
Appendice A Principi di Funzionamento	45
Modalità TurbolonSpray®	45
Modalità APCI	47
Regione di Ionizzazione APCI	49
Appendice B Elenco Consumabili e Parti di Ricambio	53
Appendice C Parametri e Tensioni della Sorgente	55
Parametri Sonda TurbolonSpray®	55
Parametri Sonda APCI	56
Descrizione Parametri	56
Posizione della Sonda	59
Composizione dei solventi	59
Declustering Potential	60
Indice	61

La sorgente ionica IonDrive™ Turbo V è stata progettata per offrire più calore e processi di desolvatazione e ionizzazione più performanti, specialmente alle velocità di flusso elevate. Presenta riscaldatori di diametro maggiorato per una ionizzazione più performante, un' area di impatto più ampia e una ridotta variabilità delle prestazioni.

Con la sorgente ionica IonDrive Turbo V si possono usare sia le sonde TurbolonSpray®, sia le sonde APCI (ionizzazione chimica a pressione atmosferica). È possibile utilizzare la sorgente ionica sia per la ionizzazione elettrospray con la sonda TurbolonSpray, sia per la ionizzazione chimica con la sonda APCI. Le applicazioni della sorgente ionica comprendono lo sviluppo di metodi qualitativi e l'analisi qualitativa e quantitativa.

Per informazioni su normative e sicurezza, fare riferimento alla *Guida Per l'Utente - Strumenti Serie 6500* (D5030602).



ATTENZIONE! Rischio di Contaminazione da Radiazioni o Esposizione ad Agenti Tossici Chimici e Biologici: Utilizzare la sorgente ionica 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 ionica. Qualsiasi materiale velenoso o nocivo introdotto nell'apparecchiatura sarà presente nella sorgente ionica e nel sistema di scarico.

Note sulla Sorgente Ionica

Figura 1-1 mostra le parti della sorgente ionica.

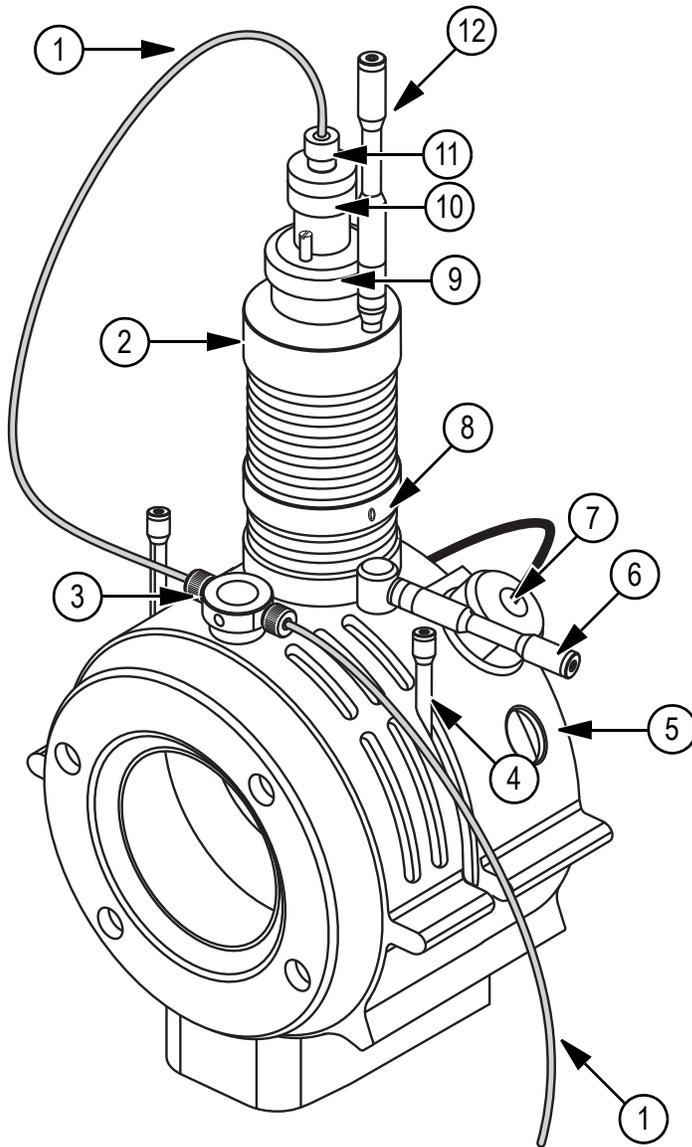


Figura 1-1 Componenti della sorgente ionica

Elemento	Descrizione
1	Tubo di campionamento
2	Torretta della sonda
3	Giunzione di messa a terra
4	Uno dei due fermi che fissano la sorgente ionica allo spettrometro di massa
5	Finestrella

Figura 1-1 Componenti della sorgente ionica (Continua)

Elemento	Descrizione
6	Micrometro usato per posizionare la sonda sull'asse orizzontale quando si regola la sensibilità della sorgente ionica
7	Riscaldatore turbo
8	Vite di messa a terra
9	Ghiera di fermo in bronzo
10	Dado di regolazione dell'elettrodo
11	Dado del tubo di campionamento
12	Micrometro usato per posizionare la sonda sull'asse verticale per la regolazione della sensibilità della sorgente ionica

Sonde

Le sonde TurbolonSpray e APCI coprono un certo range di capacità per l'analisi dei campioni. Scegliere la sonda e il metodo più adatto al composto che sarà introdotto nel flusso da analizzare.

Tabella 1-1 Specifiche della Sorgente Ionica

Parametro	Sonda TurbolonSpray®	sonda APCI
Gamma di temperatura della sorgente ionica	Temperatura della sonda da temperatura ambiente a 750°C, secondo il flusso del liquido	Temperatura della sonda da 50°C a 750°C, secondo il flusso del liquido
Cromatografia liquida	Si interfaccia a qualsiasi sistema di cromatografia liquida	
Gas di nebulizzazione (Gas 1)	Fare riferimento alla <i>Guida alla Pianificazione del Sito</i> .	
Gas ausiliario (Gas 2)		

La sonda TurbolonSpray produce ioni attraverso i processi di evaporazione ionica. La sonda APCI vaporizza il campione prima di indurre la ionizzazione attraverso la ionizzazione chimica a pressione atmosferica. Questo processo è indotto da un ago scarica a corona quando gli ioni passano dalla sorgente ionica nella regione dell'interfaccia. Si può facilmente passare da una modalità di ionizzazione all'altra cambiando la sonda installata nella sorgente.

Il software Analyst® determina quale sonda è installata e attiva i controlli per l'utente corrispondenti. Tutti i dati acquisiti tramite la sorgente ionica sono identificati con un'abbreviazione che rappresenta la sonda utilizzata per acquisire i dati (TIS per la sonda TurbolonSpray, HN per la sonda APCI).

Sonda TurbolonSpray

La sonda TurbolonSpray è ideale per le analisi LC/MS/MS. La sensibilità che si ottiene con questa tecnica dipende sia dalla velocità di flusso, sia dall'analita. Alle velocità di flusso più

elevate l'efficienza della ionizzazione aumenta di pari passo con l'aumento della temperatura della sorgente ionica, con conseguente miglioramento della sensibilità. I composti con una polarità estremamente alta e una bassa attività superficiale di norma mostrano i maggiori aumenti di sensibilità quando la temperatura della sorgente aumenta. La tecnica TurbolonSpray è abbastanza delicata da poter essere utilizzata con composti labili come peptidi, proteine e farmaci termolabili.

Quando il riscaldatore non è attivo, la sonda TurbolonSpray funziona come una sorgente ionica convenzionale IonSpray™. Funziona anche 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.

La sonda TurbolonSpray è composta da un tubo in acciaio inossidabile di diametro esterno 0,012" ed è posizionata centralmente, in mezzo a due riscaldatori turbo disposti ad un'angolazione di 45 gradi ad ogni lato. I campioni introdotti attraverso la sonda TurbolonSpray sono ionizzati all'interno del tubo mediante l'applicazione dell'alta tensione (voltaggio IonSpray) e successivamente nebulizzati da un getto di azoto ultra puro (UHP) caldo e secco o dall'aria di zero proveniente dai riscaldatori Turbo, creando un aerosol di piccole goccioline di carica elevata. La combinazione tra l'effluente della IonSpray e il gas secco, portato a temperatura dai riscaldatori Turbo, è proiettata ad un'angolazione di 90 gradi verso il percorso degli ioni. Fare riferimento alla [Principi di Funzionamento a pagina 45](#).

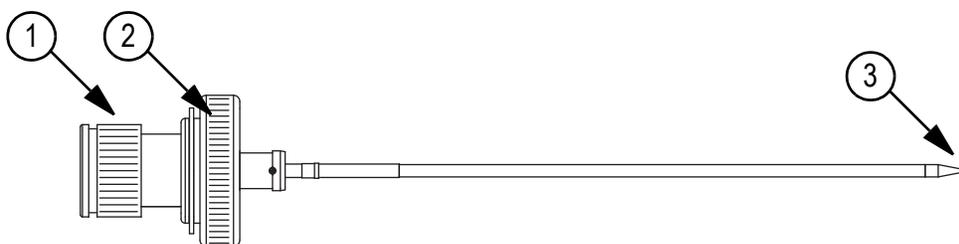


Figura 1-2 Componenti della sonda TurbolonSpray

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

Sonda APCI

La sonda 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 MS/MS.
- Analisi ad alto rendimento di campioni complessi e sporchi. È meno sensibile agli effetti di soppressione ionica.

- Introduzione rapida del campione attraverso iniezione del flusso con o senza colonna LC

La sonda APCI può accettare l'intero effluente, senza dividerlo, a velocità di flusso che vanno da 50 µL/min a 3000 µL/min (attraverso una colonna wide-bore). Può vaporizzare composti labili e volatili riducendo al minimo la decomposizione termica. 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 ionica, senza che abbia luogo una contaminazione rilevante, e la vaporizzazione tempestiva degli effluenti nebulizzati permette l'uso di acqua fino al 100% senza difficoltà.

La sonda APCI è composta da un tubo di acciaio inossidabile, dal diametro interno di 100 µm (0.004"), circondato da un flusso di gas di nebulizzazione (Gas 1). 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 ed è controllata 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. L'aerosol si sposta, attraverso il riscaldatore in ceramica per la vaporizzazione, nella regione di reazione della sorgente ionica collocata dopo l'ago di scarica a corona, dove le molecole del campione sono ionizzate mentre passano attraverso il corpo della sorgente ionica. Fare riferimento alla [Principi di Funzionamento a pagina 45](#).

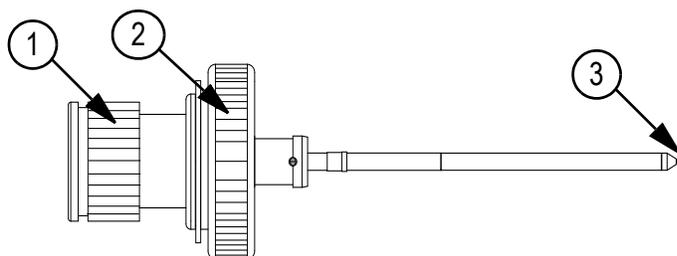


Figura 1-3 Componenti della sonda APCI

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

Collegamenti di Elettricità e Gas

I collegamenti del gas e dell'alta tensione entrano attraverso la piastra frontale dell'interfaccia e si connettono all'interno attraverso il corpo della sorgente ionica. Quando la sorgente ionica è installata sullo spettrometro di massa, tutti i collegamenti elettrici e del gas sono in funzione.

Blocco della Sorgente Ionica

Un dispositivo di blocco disabilita l'alimentazione dell'alta tensione per lo spettrometro di massa e il sistema di scarico della sorgente se:

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

Sistema di Scarico della Sorgente



ATTENZIONE! Pericolo di Contaminazione da Radiazioni o Esposizione ad Agenti Tossici Chimici e Biologici: Assicurarsi di usare il sistema di scarico della sorgente per rimuovere in tutta sicurezza i vapori di scarico del campione dall'ambiente di laboratorio. Per i requisiti del sistema di scarico della sorgente, fare riferimento alla *Guida alla Pianificazione del Sito* per lo spettrometro di massa.

Tutte le sorgenti ioniche producono vapori di solvente e di campione. Questi vapori comportano dei rischi per l'ambiente di laboratorio. Il sistema è dotato di un sistema di scarico a pressione negativa per far sì che tutte le sostanze chimiche tossiche e pericolose siano convogliate in sicurezza verso un impianto di ventilazione che scarica verso l'esterno. Quando la sorgente ionica è installata, lo spettrometro di massa non entrerà in funzione 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 le sonde sono installate, il sistema entra in modalità 'Not Ready', indicando un guasto allo scarico.

Un sistema di scarico attivo rimuove gli scarichi dalla sorgente ionica (vapori di solventi, gas campioni) attraverso una bocca di scarico, senza introdurre rumore chimico. La bocca di scarico si collega attraverso una vaschetta di scarico a un contenitore di raccolta, e da lì a un impianto di ventilazione degli scarichi fornito dall'utente. Per ulteriori informazioni sui requisiti del sistema di scarico della sorgente, fare riferimento alla *Guida alla Pianificazione del Sito* per lo spettrometro di massa.



ATTENZIONE! Pericolo di Contaminazione da Radiazioni o Esposizione ad Agenti Tossici Chimici e Biologici: Collegare il sistema di scarico della sorgente a una cappa aspirante o un impianto di ventilazione che scaricano verso l'esterno, per impedire che i vapori pericolosi siano rilasciati nell'ambiente di laboratorio. Assicurarsi che tutti i tubi flessibili esterni siano collegati e fissati con ulteriori fascette di rinforzo.

Il corpo della sorgente ionica è collegato al corpo dell'interfaccia di vuoto ed è mantenuto in posizione da due fermi. L'interno della sorgente ionica è visibile dalla finestrella in vetro temperato posta di lato nella parte frontale del corpo della sorgente ionica.



ATTENZIONE! Pericolo di Scosse Elettriche: L'installazione della sorgente ionica sullo spettrometro di massa deve essere l'ultimo passo di questa procedura. L'alta tensione è presente quando la sorgente ionica è installata sull'apparecchiatura.

Preparazione per l'Installazione



ATTENZIONE! Pericolo di Contaminazione da Radiazioni o Esposizione ad Agenti Tossici Chimici e Biologici. Assicurarsi che l'elettrodo protenda oltre l'estremità della sonda, in modo da evitare che i vapori pericolosi fuoriescano dalla sorgente. L'elettrodo non deve essere incassato all'interno della sonda.



ATTENZIONE! Pericolo di Perforazione: Maneggiare l'ago con cura. La punta dell'ago è estremamente acuminata.

Materiali richiesti

- Gruppo sorgente ionica (corpo)
- Sonda
- Kit bulloneria/attrezzi della sorgente ionica

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

Per garantire stabilità e prestazioni migliori, la punta dell'elettrodo dovrebbe fuoriuscire per una lunghezza compresa tra 0,5 mm (velocità di flusso alte) e 1,0 mm (velocità di flusso basse) dall'estremità della sonda.

Installare la Sorgente Ionica



Suggerimento! Non gettare via gli imballaggi. Utilizzarli per conservare la sorgente ionica quando non è in uso.

La sonda non è consegnata già installata nella sorgente ionica. Installare la sonda nel corpo della sorgente ionica prima di installare la sorgente ionica. Rimuovere sempre la sorgente ionica

dallo spettrometro di massa prima di cambiare le sonde. Fare riferimento alla [Rimuovere la Sorgente ionica a pagina 27](#).

Quando la sorgente ionica è installata, lo spettrometro di massa riconosce la sorgente ionica e visualizza l'identificazione della IonDrive™ Turbo V nel software Analyst®.

Installare la Sonda

Se la sonda non è installata correttamente nel corpo della sorgente ionica, la corrente ad alta tensione non arriverà allo spettrometro di massa e al sistema di scarico della sorgente.



ATTENZIONE! Pericolo di Scosse Elettriche: Assicurarsi che il corpo della sorgente ionica sia completamente scollegato dallo spettrometro di massa prima di procedere.



ATTENZIONE! Pericolo di Scosse Elettriche: Quando si installa la sorgente ionica, installare la sonda prima di montare la sorgente ionica sullo spettrometro di massa.

Attenzione: Rischio di Danni All'Apparecchiatura: Non lasciare che la parte sporgente dell'elettrodo tocchi una qualsiasi parte del corpo della sorgente ionica, onde evitare che la sonda subisca danni.

Attenzione: Rischio di Danni All'Apparecchiatura: Assicurarsi che l'ago di scarico a corona non sia rivolto verso la fenditura quando si usa la sonda TurbolonSpray.

1. Inserire la sonda nella torretta.
2. Allineare il buco sulla sonda con il perno di allineamento sulla parte superiore del corpo della sorgente ionica. Fare riferimento alla [Figura 2-1 a pagina 14](#).
3. Spingere delicatamente la sonda verso il basso in modo che i contatti siano agganciati a quelli presenti nella torretta.
4. Ruotare la ghiera di fermo in bronzo sulla sonda mentre la si spinge verso il basso, in modo da agganciarne la filettatura con la filettatura nella torretta.
5. Stringere la ghiera senza forzare eccessivamente.
Se si usa la sonda APCI, assicurarsi che la punta dell'ago di scarica a corona punti verso la fenditura.

Collegare il Tubo della Sorgente

1. Inserire un pezzo di tubo rosso in PEEK lungo 30 cm nel dado del tubo di campionamento.
2. Montare il dado del tubo di campionamento nell'attacco in cima alla sonda.
3. Stringere il dado del tubo di campionamento senza forzare eccessivamente.

Installare la Sorgente Ionica

Se il corpo stesso della sorgente ionica non è installato correttamente, l'alimentazione elettrica ad alta tensione non sarà disponibile.

1. Assicurarsi che i fermi posti sui lati della sorgente ionica siano in posizione aperta (ore 12).
2. Allineare la sorgente ionica con l'interfaccia di vuoto, assicurandosi che i fermi sulla sorgente ionica siano allineati con gli attacchi dell'interfaccia di vuoto.
3. Premere delicatamente la sorgente ionica contro l'interfaccia di vuoto e poi ruotare i fermi della sorgente ionica, illustrati in [Figura 2-1 a pagina 14](#), fino in fondo verso il basso per bloccare la sorgente ionica in posizione (posizione di blocco a ore 6:30).

Collegare il Tubo di Campionamento

Collegare il tubo in PEEK rosso dal dispositivo di erogazione del campione fino alla giunzione di messa a terra posta sulla sorgente ionica.



ATTENZIONE! Pericolo di Scosse Elettriche: Non bypassare la giunzione di messa a terra. La giunzione di messa a terra fornisce una messa a terra di sicurezza tra lo spettrometro di massa e il dispositivo di introduzione del campione.



ATTENZIONE! Pericolo di Contaminazione da Radiazioni o Esposizione ad Agenti Tossici Chimici e Biologici: Assicurarsi che il dado del tubo di campionamento sia stretto correttamente prima di usare questa apparecchiatura. Se il dado non è serrato, il campione può fuoriuscire e sussiste il rischio di esposizione a sostanze chimiche pericolose.

1. Inserire un pezzo di tubo rosso in PEEK lungo 30 cm con il terminale nel dado del tubo di campionamento.
2. Montare il dado del tubo di campionamento nell'attacco in cima alla sonda.
3. Stringere il dado del tubo di campionamento senza forzare eccessivamente.

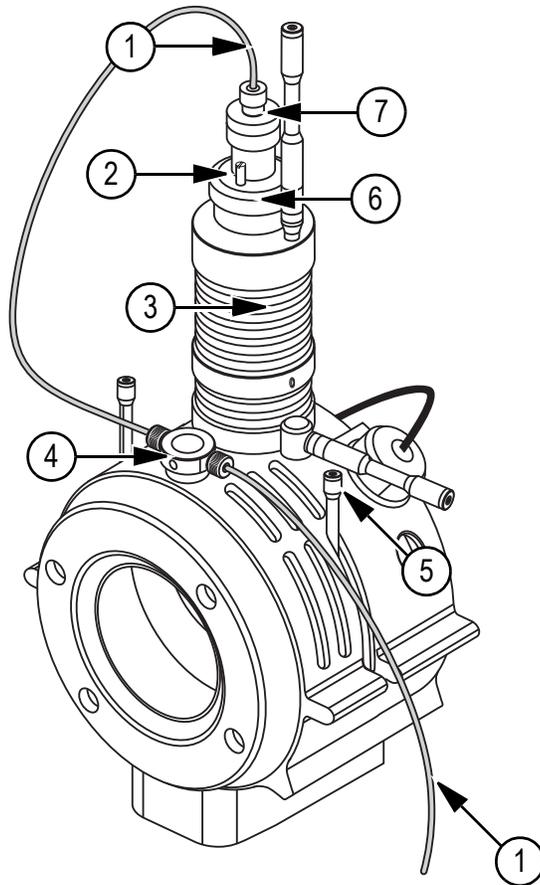


Figura 2-1 Componenti della sorgente ionica

Elemento	Descrizione
1	Tubo di campionamento
2	Vite di regolazione dell'ago di scarica a corona (plastica)
3	Torretta della sonda
4	Giunzione di messa a terra
5	Uno dei due fermi che fissano la sorgente ionica allo spettrometro di massa
6	Ghiera di fermo in bronzo
7	Dado del tubo di campionamento

4. Collegare l'altro capo del tubo rosso in PEEK alla giunzione di messa a terra.

Ottimizzare la sorgente ionica ogni qual volta si modifica l'analita, la velocità di flusso o la composizione della fase mobile.

Diversi parametri possono influenzare le prestazioni della sonda. Ottimizzare le prestazioni mentre si inietta un composto già noto e si controlla 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.



ATTENZIONE! Rischio di Contaminazione da Radiazioni o Esposizione ad Agenti Tossici Chimici e Biologici: Utilizzare la sorgente ionica 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 ionica. Qualsiasi materiale velenoso o nocivo introdotto nell'apparecchiatura sarà presente nella sorgente ionica e nel sistema di scarico.

Introduzione del Campione

Metodo

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

Velocità di Flusso

La velocità di flusso di ogni campione è determinata dal sistema di cromatografia o dal volume del campione disponibile.

Requisiti per il Sistema di Introduzione del Campione

Il sistema di introduzione del campione trasferisce il campione liquido alla sorgente ionica senza perdite e con un volume morto ridotto al minimo. Usare procedure e pratiche analitiche appropriate per minimizzare i volumi morti esterni.

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. Fare attenzione a non stringere eccessivamente.

Ottimizzare la Sonda TurbolonSpray®



ATTENZIONE! Rischio di Contaminazione da Radiazioni o Esposizione ad Agenti Tossici Chimici e Biologici: Assicurarsi che il laboratorio sia dotato di un sistema di ventilazione adeguato. Un'adeguata ventilazione del laboratorio è necessaria per un funzionamento sicuro dello spettrometro di massa.

Attenzione: Rischio di Danni All'Apparecchiatura: Se il sistema LC connesso allo spettrometro di massa non è controllato dal software Analyst, non lasciare lo spettrometro non presidiato mentre è in funzione. Il sistema LC può allagare il corpo della sorgente ionica quando lo spettrometro di massa entra in modalità Standby.



Nota: Se il voltaggio della IonSpray è troppo alto, può avere luogo un effetto corona. Questo si manifesta come un bagliore blu all'estremità della sonda TurbolonSpray. Il risultato sarà una perdita di sensibilità e di stabilità del segnale ionico.

Tabella 3-1 Valori Tipici per l'Ottimizzazione della Sonda TurbolonSpray

Parametri	Velocità di flusso LC				Gamma di esercizio
	Valore iniziale	da 5 µL/min a 50 µL/min	200 µL/min	1000 µL/min	
Impostazione del micrometro sull'asse orizzontale*	5	da 2 a 8	da 2 a 8	da 2 a 8	da 0 a 10
Impostazione del micrometro sull'asse verticale**	5	da 5 a 10	da 0 a 5	da 0 a 5	da 0 a 13

* La posizione ottimale sull'asse orizzontale, in relazione al centro della fenditura sul separatore di interfaccia, è a una distanza di 3 mm da uno dei lati della fenditura.

** La posizione ottimale sull'asse verticale, in relazione al centro della fenditura sul separatore di interfaccia, è a una distanza da 3 mm a 8 mm al di sopra della fenditura. Più alti saranno i valori impostati sul micrometro, più la sonda sarà vicina alla fenditura.

Eeguire il Metodo

1. Nel software Analyst®, in modalità **Tune and Calibrate**, fare doppio clic su **Manual Tune**.
2. Immettere un valore iniziale per Temperature (**TEM**) (ad es., 450) e lasciare che la sorgente ionica si riscaldi per 30 minuti.
La fase di riscaldamento, della durata di 30 minuti, impedisce ai vapori di solvente di condensarsi nella sonda ancora fredda. Dopo 1 o 2 minuti i riscaldatori della sorgente ionica diventano rossi. Questo mostra che la sorgente si sta scaldando.
3. Avviare il flusso del campione.

4. Aprire un metodo già usato in precedenza per ottimizzare lo spettrometro di massa.

Impostare le Condizioni Iniziali

1. Immettere un valore iniziale per **Ion Source Gas 1 (GS1)**.
Per le pompe LC, immettere un valore compreso tra 40 e 60 per GS1.
2. Immettere un valore iniziale per **Ion Source Gas 2 (GS2)**.
Per le pompe LC, immettere un valore compreso tra 30 e 50 per GS2.
3. Immettere **4500 V** per **IonSpray Voltage (IS)**.
4. Immettere **30** nel campo **Curtain Gas (CUR)**.
5. Immettere **100** nel campo **Declustering Potential (DP)** della scheda **Compound**.
6. Immettere **45** per **Collision Energy (CE)**.
7. Immettere un valore iniziale per **Collision Exit Potential (CXP)**.

Ottimizzare la Posizione della Sonda TurbolonSpray



Suggerimento! Alle basse velocità di flusso la sonda può essere posizionata fino a toccare il punto più basso sull'asse verticale. Alle velocità di flusso elevate posizionare la sonda più in alto, al di sopra della fenditura. La fenditura del separatore di interfaccia deve restare sempre libera da solventi o goccioline di solvente.

1. Guardare attraverso la finestrella nel corpo della sorgente ionica per controllare la posizione della sonda.
2. Usare le impostazioni precedenti degli assi orizzontali e verticali dei micrometri o impostare i micrometri con 5 come posizione iniziale di partenza. Fare riferimento alla [Tabella 3-1](#).
3. Usare la FIA o un'infusione tramite raccordo a T per iniettare il campione a velocità di flusso elevata.
4. Monitorare il segnale all'interno del software.
5. Utilizzare il micrometro sull'asse orizzontale per regolare la posizione della sonda in piccoli incrementi, fino ad ottenere il segnale o il rapporto segnale-rumore migliore.
La sonda può essere leggermente ottimizzata su ambo i lati della fenditura.



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

6. Utilizzare il micrometro sull'asse verticale per regolare la posizione della sonda in piccoli incrementi, fino ad ottenere il segnale o il rapporto segnale-rumore migliore.



Nota: La posizione verticale della sonda dipende dalla velocità di flusso. Alle basse velocità di flusso la sonda dovrebbe essere posta più vicina alla fenditura. Alle velocità di flusso elevate la sonda dovrebbe esserne allontanata.



ATTENZIONE! Pericolo di Contaminazione da Radiazioni o Esposizione ad Agenti Tossici Chimici e Biologici. Assicurarsi che l'elettrodo protenda oltre l'estremità della sonda, in modo da evitare che i vapori pericolosi fuoriescano dalla sorgente. L'elettrodo non deve essere incassato all'interno della sonda.

7. Regolare il dado di regolazione dell'elettrodo (di colore nero) sulla sonda per spostare la punta dell'elettrodo rispetto al nebulizzatore tubolare. In genere l'estensione ottimale dell'elettrodo dal nebulizzatore tubolare va da 0,5 mm (velocità di flusso alta) a 1,0 mm (velocità di flusso bassa).

Una volta che la sonda è stata ottimizzata, richiederà solo alcune piccole regolazioni.

Ottimizzare le Velocità di Flusso di Gas 1, Gas 2, e Curtain Gas™, e la Tensione IonSpray™

Ottimizzare i valori di Gas 1, Gas 2 e IonSpray Voltage per una miglior stabilità e sensibilità del segnale.



Suggerimento! Il gas ausiliario (Gas 2), una volta riscaldato, favorisce l'evaporazione del solvente, aumentando così la ionizzazione del campione. In ogni caso una temperatura troppo alta può causare una vaporizzazione prematura del solvente alla punta della sonda TurbolonSpray, specialmente se la posizione della sonda causa il passaggio diretto del flusso nebulizzato nella regione dell'orifizio (fare riferimento alla [Tabella 3-1](#)). La vaporizzazione prematura crea instabilità nel segnale e un elevato rumore di fondo chimico. Allo stesso modo un flusso elevato di gas ausiliario può generare rumore o instabilità del segnale.

1. Nella scheda **Source/Gas** del **Tune Method Editor**, regolare **GS1** e **GS2** in incrementi di 5 psi fino a raggiungere il segnale o il rapporto segnale-rumore migliore.



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

2. Nel campo **Curtain Gas (CUR)**, incrementare il valore **CUR** fino a che il segnale inizia a decrescere.



Nota: Usare il valore più alto possibile per il **CUR** in modo da impedire la contaminazione senza che ne risenta la sensibilità. Non impostare il **CUR** a valori più bassi di **20**.

3. Regolare **IS** in incrementi di 500 V per massimizzare il rapporto segnale-rumore.

Ottimizzare la Temperatura del Riscaldatore Turbo

La temperatura ottimale del riscaldatore Turbo va regolata in funzione del composto, della velocità di flusso e della composizione della fase mobile. Maggiori saranno le velocità di flusso e le diluizioni delle soluzioni acquose, maggiore sarà la temperatura ottimale. L'ottimizzazione di norma è eseguita in incrementi da 50°C a 100°C.



Nota: Quando si avvia la sorgente ionica, i riscaldatori della sorgente ionica richiedono 1 o 2 minuti per diventare rossi, segno che la sorgente si sta scaldando.

- Regolare il parametro Temperatura in incrementi da 50°C a 100°C fino a raggiungere il segnale o il rapporto segnale-rumore migliore.

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



Nota: La temperatura ottimizzata per la sorgente ionica Turbo V potrebbe non essere adatta alla sorgente ionica IonDrive Turbo V, dato che i riscaldatori hanno dimensioni differenti. Si consiglia vivamente di ripetere la procedura di ottimizzazione della Temperatura del Riscaldatore Turbo se il metodo precedente è stato messo a punto per una sorgente ionica Turbo V, in modo da garantire sensibilità e stabilità ottimali. Normalmente la temperatura ottimale del Riscaldatore Turbo sulla sorgente Turbo IonDrive V è inferiore a quella richiesta per la sorgente Turbo V.

Suggerimenti per l'Ottimizzazione

- Utilizzare le temperature più alte possibili quando si ottimizzano i composti. Le temperature alte aiutano a mantenere pulita la sorgente ionica e riducono il rumore di fondo.
- Utilizzare la velocità di flusso più alta possibile per il Curtain Gas (**CUR**) senza che il segnale diminuisca. Questo aiuta a:
 - Impedire la penetrazione del flusso del Curtain Gas, che può generare rumore nel segnale
 - Impedire la contaminazione della fenditura
 - Aumentare nel complesso il rapporto segnale-rumore
- Dirigere la nebulizzazione dei liquidi dalla sonda TurbolonSpray lontano dalla fenditura, in modo da:
 - Impedire la contaminazione della fenditura.
 - Impedire la penetrazione del flusso del Curtain Gas, che può generare instabilità nel segnale
 - Impedire il cortocircuito elettrico dovuto alla presenza di liquido
- Usare il voltaggio IonSpray più basso possibile senza che il segnale ne risenta. Concentrarsi sul rapporto segnale-rumore e non solo sul segnale.

Ottimizzare la Sonda APCI



ATTENZIONE! Rischio di Contaminazione da Radiazioni o Esposizione ad Agenti Tossici Chimici e Biologici: Assicurarsi che il laboratorio sia dotato di un sistema di ventilazione adeguato. Un'adeguata ventilazione del laboratorio è necessaria per un funzionamento sicuro dello spettrometro di massa.

Tabella 3-2 Valori Tipici per l'Ottimizzazione della Sonda APCI

Parametro	Valore iniziale	Gamma di esercizio
Impostazione del micrometro sull'asse orizzontale*	5	da 0 a 10
Impostazione del micrometro sull'asse verticale**	5	da 0 a 13

* La posizione ottimale sull'asse orizzontale in relazione alla fenditura del separatore di interfaccia è a una distanza di 2 mm da uno dei lati della fenditura.

** La posizione ottimale sull'asse verticale in relazione alla fenditura del separatore di interfaccia è a una distanza da 3,0 mm a 8,0 mm sopra la fenditura. Più alti saranno i valori impostati sul micrometro, più la sonda sarà vicina alla fenditura.



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

Eseguire il Metodo

Attenzione: Rischio di Danni All'Apparecchiatura: Se il sistema LC connesso allo spettrometro di massa non è controllato dal software Analyst, non lasciare lo spettrometro non presidiato mentre è in funzione. Il sistema LC può allagare il corpo della sorgente ionica quando lo spettrometro di massa entra in modalità Standby.

1. In modalità **Tune and Calibrate**, fare doppio clic su **Manual Tune**.
2. Immettere **400** nel campo **Temperature (TEM)**.
3. Immettere un valore iniziale per Temperature (**TEM**) (ad es., 400) e lasciare che la sorgente ionica si riscaldi per 30 minuti.
La fase di riscaldamento, della durata di 30 minuti, impedisce ai vapori di solvente di condensarsi nella sonda ancora fredda. Dopo 1 o 2 minuti i riscaldatori della sorgente ionica diventano rossi. Questo mostra che la sorgente si sta scaldando.
4. Avviare il flusso del campione.
5. Attendere che la sonda APCI raggiunga una temperatura tale che il solvente nebulizzato sia rimosso dal corpo della sorgente ionica (circa 10 minuti).
6. Aprire un metodo già usato in precedenza per ottimizzare lo spettrometro di massa.

Impostare le Condizioni Iniziali

1. Immettere **30** nel campo **Ion Source Gas 1 (GS1)**.
2. Immettere **30** nel campo **Curtain Gas (CUR)**.
3. Immettere un valore iniziale per **Nebulizer Current (NC)**.
4. Immettere **100** nel campo **Declustering Potential (DP)** della scheda **Compound**.
5. Immettere **45** per **Collision Energy (CE)**.
6. Immettere un valore iniziale per **Collision Exit Potential (CXP)**.

Ottimizzare il Flusso del Gas 1 e del Curtain Gas

1. Regolare i valori del **GS1** in incrementi da **5** fino a ottenere il segnale o il rapporto segnale-rumore migliore.
2. Aumentare il **CUR** fino a quando il segnale inizia a diminuire.



Nota: Usare il valore più alto possibile per il **CUR** in modo da impedire la contaminazione senza che ne risenta la sensibilità. Non impostare il **CUR** a valori più bassi di **20**.

Regolare la Posizione dell'Ago di Scarica a Corona

Assicurarsi che l'ago di scarica a corona punti verso la fenditura.

Materiali richiesti

- Cacciavite a taglio piccolo



ATTENZIONE! Pericolo di Scosse Elettriche: Seguire questa procedura per evitare il contatto con le alte tensioni presenti sull'ago di scarica a corona e sul separatore di interfaccia.

1. Usare il cacciavite a taglio piccolo per girare la vite di regolazione in plastica in cima all'ago.
2. Guardare attraverso la finestrella per assicurarsi che la punta dell'ago sia allineata in direzione della fenditura.

Ottimizzare la Posizione della Sonda APCI

Assicurarsi che la fenditura del separatore di interfaccia sia sempre libera da solventi o goccioline di solvente.

La posizione della sonda in relazione alla fenditura del separatore di interfaccia influisce sulla sensibilità e la stabilità del segnale. La posizione sull'asse verticale della sonda è dipendente dalla velocità di flusso. Alle velocità di flusso basse, spostare la sonda fino alla posizione più bassa. Alle velocità di flusso elevate, posizionare la sonda più in alto, al di sopra della fenditura del separatore di interfaccia.

1. In modalità **Tune and Calibrate**, fare doppio clic su **Manual Tune** e poi eseguire il metodo per ottimizzare la sorgente ionica.
2. Guardare attraverso la finestrella nel corpo della sorgente ionica per controllare la posizione della sonda.
3. Usare le impostazioni precedenti degli assi orizzontali e verticali dei micrometri o impostare i micrometri con 5 come posizione iniziale di partenza.
4. Usare la FIA o un'infusione tramite raccordo a T per iniettare il campione alle velocità di flusso elevate.
5. Monitorare il segnale all'interno del software Analyst.
6. Utilizzare il micrometro sull'asse orizzontale per regolare la posizione della sonda in piccoli incrementi, fino ad ottenere il segnale o rapporto segnale-rumore migliore (fare riferimento a [Tabella 3-2](#)).



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

7. Utilizzare il micrometro sull'asse verticale per regolare la posizione della sonda in piccoli incrementi, fino ad ottenere il segnale o il rapporto segnale-rumore migliore.

Ottimizzare la Nebulizer Current

La sorgente ionica è controllata dalla corrente e non dalla tensione. Selezionare il valore di corrente appropriato per il metodo di acquisizione, indipendentemente dalla posizione di selezione della sorgente ionica. Usare la manopola di regolazione in PEEK per posizionare l'ago di scarica a corona in modo tale che la punta dell'ago punti dritta verso il centro della sonda.

- Iniziare con un valore di Nebulizer Current (**NC**) di 1 e aumentarlo fino a raggiungere il segnale o il rapporto segnale-rumore migliore.

La NC (Corrente del Nebulizzatore) applicata all'ago di scarica a corona è di norma ottimizzata tra 1 μA e 5 μA in modalità positiva. Se non si osservano cambiamenti nel segnale quando si aumenta la corrente, lasciare la corrente al valore più basso che fornisce il segnale o il rapporto segnale-rumore migliore.

Ottimizzare la Temperatura della Sonda APCI

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



Nota: Quando si avvia la sorgente ionica, i riscaldatori della sorgente ionica richiedono 1 o 2 minuti per diventare rossi, segno che la sorgente si sta scaldando.

- Regolare il parametro Temperatura in incrementi da 50°C fino a ottenere il segnale o il rapporto segnale-rumore migliore.



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

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

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

Assicurarsi che la tenuta della sorgente ionica montata sullo strumento sia perfetta, senza alcuna traccia di perdite di gas. Eseguire i controlli di manutenzione generale per verificare il funzionamento sicuro del sistema. Pulire regolarmente i componenti della sorgente ionica per mantenerli in condizioni ottimali.



ATTENZIONE! Pericolo di Incendio e di Esposizione ad Agenti Chimici Tossici: Tenere il metanolo lontano da fiamme e scintille e usarlo solo sotto una cappa aspirante per fumi chimici o negli armadi di sicurezza. Generano vapori che comportano rischi di incendio e inalazione di sostanze tossiche.



ATTENZIONE! Pericolo di Esposizione ad Agenti Chimici Tossici: Indossare i dispositivi di protezione individuale (DPI)—mascherina e filtro, guanti e occhiali di sicurezza per evitare l'esposizione degli occhi o della pelle ad acetone, metanolo o alcol isopropilico, e non ingerire queste sostanze.



ATTENZIONE! Pericolo di Perforazione: Maneggiare l'ago con cura. La punta dell'ago è estremamente acuminata.



ATTENZIONE! Rischio di Contaminazione da Radiazioni o Esposizione ad Agenti Tossici Chimici e Biologici: In caso di fuoriuscita di prodotti chimici, consultare le istruzioni contenute nelle Schede di Sicurezza dei materiali. Arrestare la fuoriuscita o la perdita solo se ciò può essere fatto in sicurezza. Usare i dispositivi di protezione individuale appropriati per contenere la fuoriuscita e smaltirla secondo le normative locali.

Attenzione: Rischio di Danni allo Strumento: Usare solo il metodo di pulizia raccomandato per evitare di danneggiare l'apparecchiatura.

Materiali richiesti

- Metanolo per LC-MS
- Acqua deionizzata per HPLC
- Chiave aperta da 1/4"
- chiave esagonale da 9/64" (in dotazione)
- chiave esagonale da 5 mm
- chiave esagonale da 2,5 mm
- Cacciavite a croce
- Cacciavite a taglio
- Guanti senza polvere (consigliati in nitrile)
- Mascherina/filtro
- Occhiali di sicurezza
- Camice da laboratorio

Pulire le Sonde



ATTENZIONE! Rischio di Contaminazione da Radiazioni o Esposizione ad Agenti Tossici Chimici e Biologici: In caso di fuoriuscita di prodotti chimici, consultare le istruzioni contenute nelle Schede di Sicurezza dei materiali. Arrestare la fuoriuscita o la perdita solo se ciò può essere fatto in sicurezza. Usare i dispositivi di protezione individuale appropriati per contenere la fuoriuscita e smaltirla secondo le normative locali.

La sorgente ionica va lavata regolarmente, indipendentemente dal tipo di composti campionati. Si può svolgere questa operazione configurando un metodo specifico per eseguire un'operazione di lavaggio delle sonde nel software Analyst®.

1. Passare a una fase mobile composta da acqua/acetone 50:50 o acqua/metanolo 50:50.
2. Impostare **TEM** tra 500 e 600, **GS1** e **GS2** ad almeno 40, e il flusso del Curtain Gas al valore più alto possibile senza che ci sia una perdita di segnale. Attendere fino a che il valore impostato per TEM sia raggiunto.
3. Infondere o iniettare la fase mobile attraverso i tubi e la sonda di campionamento a 1 mL/min per circa 10 o 15 minuti.
4. Assicurarsi che la sonda e il tubo di campionamento siano lavati abbondantemente.

Movimentazione della Sorgente Ionica

Le superfici della sorgente ionica raggiungono temperature considerevoli durante il funzionamento. La figura in basso mostra le superfici meno calde (blu e grigio) e le superfici che restano calde per un periodo di tempo prolungato (rosso). Non toccare le superfici rosse illustrate in basso mentre si usa o si rimuove la sorgente ionica.

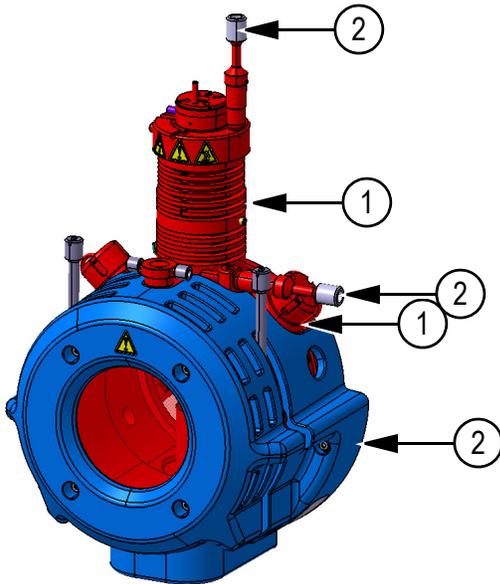


Figura 4-1 Superfici calde della sorgente ionica

Elemento	Descrizione
1	Superfici calde—non toccare
2	Superfici meno calde—maneggiare con cura

Rimuovere la Sorgente ionica

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



ATTENZIONE! Pericolo - Superfici Calde: Non toccare le superfici rosse come illustrato in Figura 4-1. Toccare solo il coperchio in plastica blu. Le superfici della sorgente ionica raggiungono temperature considerevoli durante il funzionamento. Lasciar raffreddare la sorgente ionica per almeno 90 minuti prima di iniziare qualsiasi procedura di manutenzione.

1. Arrestare le scansioni in corso.
2. Arrestare il flusso del campione.
3. Attivare la modalità Standby per lo spettrometro di massa attraverso il software Analyst. Consultare il menu Help del software Analyst.

4. Lasciar raffreddare la sorgente ionica per almeno 90 minuti.
5. Scollegare il tubo di campionamento dalla giunzione di messa a terra.
6. Sbloccare la sorgente ionica girando i due fermi di sicurezza (posizione aperta a ore 12).
7. Porre le mani sul coperchio blu ed estrarre delicatamente la sorgente ionica dall'interfaccia di vuoto.
8. Posizionare la sorgente ionica su una superficie pulita e stabile.

Rimuovere la Sonda

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



ATTENZIONE! Pericolo - Superfici Calde: Lasciar raffreddare la sorgente ionica per almeno 90 minuti prima di iniziare qualsiasi procedura di manutenzione. Le superfici della sorgente ionica raggiungono temperature considerevoli durante il funzionamento.



ATTENZIONE! Pericolo di Scosse Elettriche: Rimuovere la sorgente ionica dallo spettrometro di massa prima di iniziare qualsiasi procedura di manutenzione.

1. Rimuovere la sorgente ionica dallo spettrometro di massa. Fare riferimento alla [Rimuovere la Sorgente ionica a pagina 27](#).
2. Svitare il dado da 1/8" del tubo di campionamento e rimuovere il tubo dalla sonda.
3. Svitare la ghiera di fermo in bronzo che fissa la sonda al corpo della sorgente ionica.
4. Estrarre delicatamente la sonda dall'alto della torretta. Non lasciare che la punta della sonda tocchi alcun oggetto quando la si rimuove o conserva.
5. Poggiare la sonda su una superficie pulita e stabile.

Pulire l'Elettrodo Tubolare

La configurazione standard della sonda impiega un elettrodo tubolare con un diametro interno di 100 µm (0.004"). Pulire l'elettrodo tubolare regolarmente, o quando si nota un calo delle prestazioni. Fare riferimento a

Questa procedura è applicabile sia alle sonde TurbolonSpray[®], sia alle sonde APCI. Seguire questa procedura per rimuovere e pulire l'elettrodo tubolare. Se non si riesce a pulire l'elettrodo tubolare, seguire questa procedura per sostituirlo con uno nuovo.



ATTENZIONE! Pericolo - Superfici Calde: Lasciar raffreddare la sorgente ionica per almeno 90 minuti prima di iniziare qualsiasi procedura di manutenzione. Le superfici della sorgente ionica raggiungono temperature considerevoli durante il funzionamento.



ATTENZIONE! Pericolo di Scosse Elettriche: Rimuovere la sorgente ionica dallo spettrometro di massa prima di iniziare qualsiasi procedura di manutenzione.



ATTENZIONE! Rischio di Contaminazione da Radiazioni o Esposizione ad Agenti Tossici Chimici e Biologici: In caso di fuoriuscita di prodotti chimici, consultare le istruzioni contenute nelle Schede di Sicurezza dei materiali. Arrestare la fuoriuscita o la perdita solo se ciò può essere fatto in sicurezza. Usare i dispositivi di protezione individuale appropriati per contenere la fuoriuscita e smaltirla secondo le normative locali.

1. Rimuovere la sorgente ionica dallo spettrometro di massa e la sonda dalla sorgente ionica. Fare riferimento a [Rimuovere la Sorgente ionica a pagina 27](#) e [Rimuovere la Sonda a pagina 28](#).



ATTENZIONE! Pericolo di Perforazione: Maneggiare con cura. Le estremità dell'elettrodo e della sonda sono appuntite.

2. Rimuovere il dado di regolazione dell'elettrodo. Tenere la sonda con l'ugello rivolto verso il basso in modo che la molla resti all'interno della sonda mentre si estrae l'elettrodo tubolare. Fare riferimento alla [Figura 4-2](#).

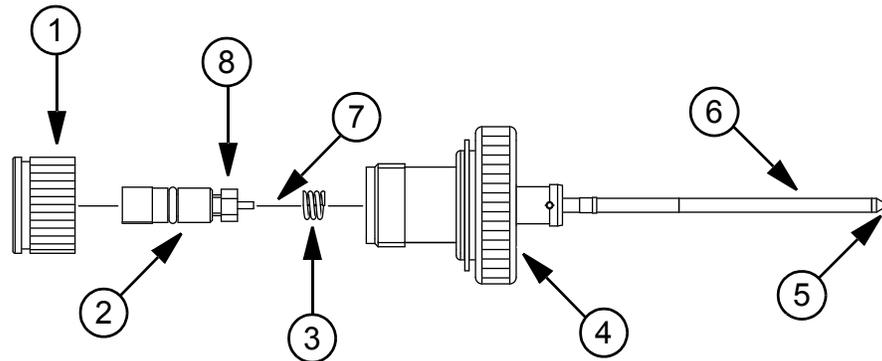


Figura 4-2 Sonda - particolare

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

3. Estrarre il raccordo in PEEK e l'elettrodo tubolare ad esso collegato dalla sonda. Fare riferimento alla [Figura 4-2](#).
4. Usare la chiave aperta da 1/4" per rimuovere il dado di fissaggio che mantiene l'elettrodo tubolare nel raccordo in PEEK, poi rimuovere l'elettrodo tubolare dal dado di fissaggio.
5. Pulire l'elettrodo tubolare con una soluzione acqua/metanolo 50:50, facendo scorrere la soluzione nel tubo o immergendo il tubo in un bagno a ultrasuoni.

Montare il Tubo

1. Inserire l'elettrodo tubolare nel dado di fissaggio e poi nel raccordo di giunzione in PEEK.
Assicurarsi che l'elettrodo tubolare sia inserito fino in fondo nel raccordo di giunzione in PEEK. Se resta dello spazio vuoto tra l'elettrodo tubolare e la sua sede all'interno del raccordo di giunzione, potrebbe generarsi un volume morto nel campione.
2. Allineare l'elettrodo tubolare con l'apertura presente nel tubo del nebulizzatore e inserire nella sonda il raccordo di giunzione in PEEK e l'elettrodo tubolare ad esso collegato. Fare attenzione a non piegare l'elettrodo tubolare.
3. Assicurarsi che la molla sia ancora all'interno della sonda e poi serrare il dado di fissaggio dell'elettrodo.
4. Inserire la sonda nella torretta, facendo attenzione a non lasciare che la punta della sonda entri in contatto con qualsiasi componente del corpo della sorgente ionica.
5. Premere verso il basso la ghiera di fermo in bronzo per agganciare la filettatura con la filettatura posta sul corpo della sorgente ionica e poi serrare la ghiera.
6. Inserire il tubo di campionamento nel dado, inserire il dado nell'attacco in cima alla sonda, e infine serrare il dado senza forzare eccessivamente.
7. Installare la sorgente ionica nello spettrometro di massa e poi regolare la punta dell'elettrodo secondo le specifiche. Fare riferimento a [Installare la Sorgente Ionica a pagina 11](#) e [Regolare l'Estensione della Punta dell'Elettrodo. a pagina 30](#).

Regolare l'Estensione della Punta dell'Elettrodo.

L'estensione della punta dell'elettrodo può essere regolata per ottenere prestazioni migliori. La configurazione ottimale varia secondo il composto. La distanza di estensione della punta dell'elettrodo influisce sulla forma del cono di nebulizzazione, e la forma del cono influisce sulla sensibilità dello spettrometro di massa.



ATTENZIONE! Pericolo di Contaminazione da Radiazioni o Esposizione ad Agenti Tossici Chimici e Biologici. Assicurarsi che l'elettrodo protenda oltre l'estremità della sonda, in modo da evitare che i vapori pericolosi fuoriescano dalla sorgente. L'elettrodo non deve essere incassato all'interno della sonda.

- Regolare il dado di regolazione dell'elettrodo (di colore nero) in cima alla sonda per estendere o ritirare la punta dell'elettrodo.

Generalmente la punta dell'elettrodo dovrebbe fuoriuscire per una lunghezza compresa tra 0,5 mm (velocità di flusso alte) e 1,0 mm (velocità di flusso basse) dall'estremità della sonda come mostrato in [Figura 4-3](#).

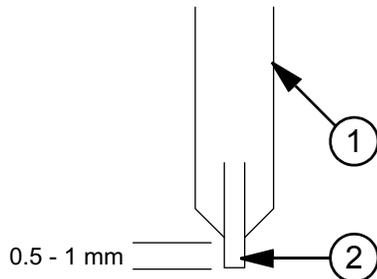


Figura 4-3 Regolazione dell'estensione della punta dell'elettrodo

Elemento	Descrizione
1	Sonda
2	Elettrodo

Sostituire l'Ago di Scarica a Corona

La punta dell'ago di scarica a corona può essere soggetta a corrosione, fino al punto che dovrà essere tagliata dall'ago. Se questo accade, sostituire l'ago di scarica a corona.



ATTENZIONE!Pericolo di Scosse Elettriche: Rimuovere la sorgente ionica dallo spettrometro di massa prima di iniziare qualsiasi procedura di manutenzione.



ATTENZIONE!Pericolo di Perforazione: Maneggiare l'ago con cura. La punta dell'ago è estremamente acuminata.



ATTENZIONE!Pericolo - Superfici Calde: Lasciar raffreddare la sorgente ionica per almeno 90 minuti prima di iniziare qualsiasi procedura di manutenzione. Le superfici della sorgente ionica raggiungono temperature considerevoli durante il funzionamento.

1. Rimuovere la sorgente ionica e la sonda dallo spettrometro di massa. Fare riferimento a [Rimuovere la Sorgente ionica a pagina 27](#) e [Rimuovere la Sonda a pagina 28](#).
2. Girare la sorgente ionica in modo da trovarsi di fronte l'apertura.

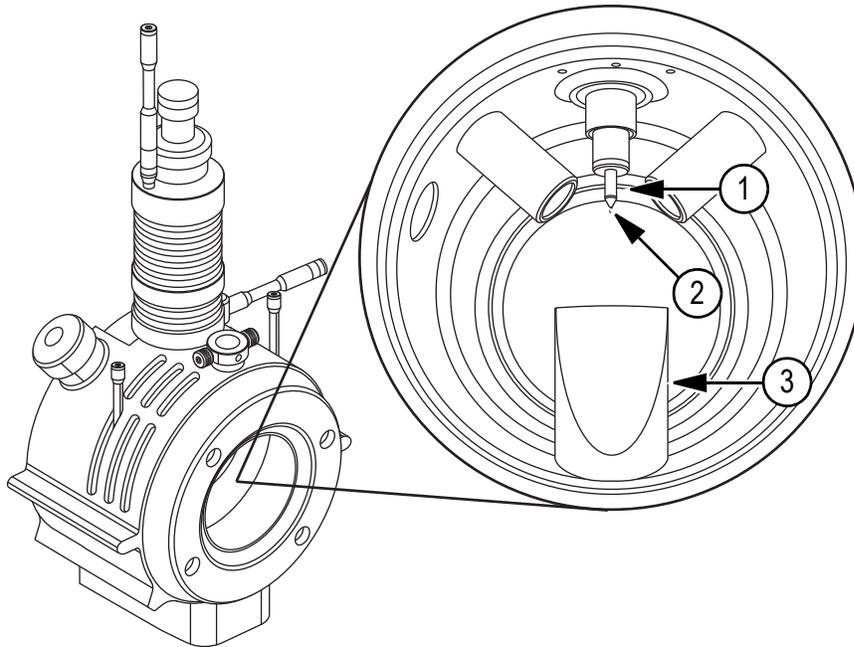


Figura 4-4 Rimuovere l'ago di scarica a corona

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

- Mantenere la punta dell'ago di scarico a corona tra il pollice e l'indice. Girare con l'altra mano la manopola di regolazione dell'ago di scarico a corona in senso antiorario per rimuoverla.
- Tirare delicatamente l'ago di scarico a corona attraverso il camino di scarico per rimuoverlo.
- Inserire il nuovo ago attraverso il camino di scarico nella cannula in ceramica fino in fondo.



ATTENZIONE! Pericolo di Perforazione: Maneggiare l'ago con cura. La punta dell'ago è estremamente acuminata.

- Mentre si mantiene ferma la punta dell'ago di scarico a corona, rimontare e serrare la manopola di regolazione dell'ago.
- Inserire la sonda e poi montare il corpo della sorgente ionica sullo spettrometro di massa. Fare riferimento alla [Installazione della Sorgente ionica a pagina 11](#).

Sostituire il Tubo di Campionamento

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

1. Assicurarsi di aver arrestato il flusso del campione e che tutto il gas residuo sia stato rimosso attraverso il sistema di scarico della sorgente. Fare riferimento alla [Rimuovere la Sorgente ionica a pagina 27](#).
2. Scollegare il tubo di campionamento dalla sonda e dal raccordo.
3. Sostituire il tubo di campionamento con uno della stessa lunghezza.
Ora si può ripristinare il flusso del campione.



Tabella 5-1 Risoluzione dei problemi

Problema	Probabile causa	Intervento
Il software Analyst [®] riporta che lo spettrometro di massa è in stato di Fault (guasto)	<ul style="list-style-type: none"> • La sonda non è installata. • La sonda non è collegata correttamente. 	<ul style="list-style-type: none"> • Installare la sonda. Fare riferimento alla Installare la Sonda a pagina 12. • Rimuovere e rimontare la sonda. Serrare la ghiera di fermo in bronzo che stringe la sonda. Fare riferimento a Rimuovere la Sonda a pagina 28 e Installare la Sonda a pagina 12.
La nebulizzazione non è uniforme.	L'elettrodo è bloccato.	Pulire o sostituire l'elettrodo. Fare riferimento alla Pulire l'Elettrodo Tubolare a pagina 28 .

Tabella 5-1 Risoluzione dei problemi

Problema	Probabile causa	Intervento
<p>Il rumore di fondo è alto</p>	<ul style="list-style-type: none"> • La Temperature (TEM) è troppo alta. • La velocità di flusso del gas ausiliario (GS2) è troppo alta. • La sorgente ionica è contaminata. 	<ul style="list-style-type: none"> • Ottimizzare la temperatura. • Ottimizzare il flusso del gas ausiliario. • Pulire o sostituire i componenti della sorgente ionica. Fare riferimento alla Manutenzione della Sorgente ionica a pagina 25. • Mettere a punto la sorgente e la parte frontale: <ol style="list-style-type: none"> 1. Spostare la sonda APCI o TIS nella posizione più lontana dalla fenditura (verticalmente e orizzontalmente) 2. Assicurarsi che il riscaldatore di interfaccia sia su On. 3. Infondere o iniettare una soluzione metanolo/acqua 50:50 con una portata di 1 mL/min. 4. Impostare nel software Analyst TEM a 650, GS1 a 60, e GS2 a 60. 5. Impostare il flusso del Curtain Gas a 45 o 50. 6. Far girare per un minimo di 2 ore, o ancora meglio per tutta la notte, per ottenere i risultati migliori.

Tabella 5-1 Risoluzione dei problemi

Problema	Probabile causa	Intervento
Le prestazioni della sorgente ionica sono peggiorate.	<ul style="list-style-type: none"> • La sonda non è ottimizzata. • Il campione non era preparato a dovere o è andato incontro a degradazione. • Verificare se ci sono perdite nel sistema presso gli attacchi di introduzione del campione. 	<ul style="list-style-type: none"> • Ottimizzare la Sonda TurbolonSpray® o Ottimizzare la Sonda APCI. • Verificare che il campione sia stato preparato correttamente. • Verificare che gli attacchi siano stretti e sostituire gli attacchi se sussistono ancora delle perdite. Non stringere eccessivamente gli attacchi. • Installare e ottimizzare una sorgente ionica alternativa. Se il problema persiste contattare un Responsabile dell'Assistenza Tecnica (FSE).
Scariche ad arco o scintille.	La posizione dell'ago di scarica a corona non è corretta.	<p>Girare l'ago di scarica a corona in direzione del separatore di interfaccia e lontano dal flusso di gas ausiliario. Fare riferimento alla Regolare la Posizione dell'Ago di Scarica a Corona a pagina 21.</p> <ul style="list-style-type: none"> • Verificare che gli O-ring siano in posizione sull'interfaccia per assicurarsi che i riscaldatori ricevano un flusso di gas uguale. • Questo può essere osservato quando uno dei riscaldatori sembra essere molto più caldo dell'altro alla vista.

Tabella 5-1 Risoluzione dei problemi

Problema	Probabile causa	Intervento
La sensibilità è scarsa.	<ul style="list-style-type: none">• I componenti dell'interfaccia (parte frontale) sono sporchi.• Vapori di solvente o altri composti ignoti sono presenti nella regione dell'analizzatore.	<ul style="list-style-type: none">• Pulire le componenti dell'interfaccia e riposizionare la sorgente ionica.• Ottimizzare il flusso del Curtain Gas™. Fare riferimento alla Ottimizzare le Velocità di Flusso di Gas 1, Gas 2, e Curtain Gas™, e la Tensione IonSpray™ a pagina 18.

Questo capitolo descrive i test per misurare le prestazioni della sorgente ionica. Effettuare questi test in presenza di una qualsiasi delle seguenti situazioni:

- Quando si installa una nuova sorgente ionica.
- Quando una sorgente ionica secondaria o alternativa viene acquistata separatamente e installata in un secondo momento sullo spettrometro di massa.
- Dopo un lavoro di manutenzione importante sulla sorgente ionica.
- Ogni volta che si necessita di valutare nuovamente le prestazioni della sorgente ionica, prima di iniziare un progetto o come parte della procedura operativa standard.

Per le specifiche di test delle sonde e i parametri degli strumenti, fare riferimento alle *Specifiche della Sorgente Ionica*.



ATTENZIONE! Rischio di Contaminazione da Radiazioni o Esposizione ad Agenti Tossici Chimici e Biologici: Utilizzare la sorgente ionica 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 ionica. Qualsiasi materiale velenoso o nocivo introdotto nell'apparecchiatura sarà presente nella sorgente ionica e nel sistema di scarico.

Materiali richiesti

- Solvente della fase mobile; soluzione acetonitrile/acqua 70:30
- Soluzione di Test: Reserpina 0.0167 pmol/ μ L (equivalente a 10 pg/ μ L) nella fase mobile. Usare la soluzione pre-diluita di reserpina 0,0167 pmol/ μ L inclusa nel Kit Prodotti Chimici Standard AB SCIEX (N.P. 4406127).
- Pompa HPLC (per fase mobile)
- Iniettore manuale (Rheodyne Mod. 8125 o equivalente) con un loop da 5 μ L o un autocampionatore predisposto per iniezioni da 5 μ L
- Tubo in PEEK diam.est. 1/16" diam.int. 0,005"
- Sorgente ionica con sonda installata
- Siringa da 250 μ L a 1000 μ L
- Guanti senza polvere (consigliati in nitrile)
- Occhiali di sicurezza
- Camice da laboratorio

Preparazione del Test

- Se si installa la sorgente ionica per la prima volta, assicurarsi che lo spettrometro di massa funzioni in conformità alle specifiche tecniche.

- Rimuovere le eventuali sorgenti ioniche installate sullo spettrometro di massa e installare la sorgente ionica IonDrive™ Turbo V. Fare riferimento alla [Installazione della Sorgente Ionica a pagina 11](#).
- Fare riferimento a tutte le Schede di Sicurezza dei Materiali per le precauzioni necessarie prima di maneggiare soluzioni o solventi chimici. Il test deve essere condotto solo da persone che hanno esperienza o una formazione adeguata nell'uso degli spettrometri di massa, con una perfetta conoscenza delle procedure di sicurezza.

Testare la Sonda TurbolonSpray®

Per ulteriori informazioni riguardo l'installazione o l'ottimizzazione della sorgente ionica, fare riferimento a [Installare la Sorgente Ionica a pagina 11](#) e [Ottimizzazione della Sorgente Ionica a pagina 15](#).



ATTENZIONE! Pericolo - Superfici Calde: Le superfici della sorgente ionica raggiungono temperature considerevoli durante il funzionamento. Lasciar raffreddare la sorgente ionica per almeno 90 minuti prima di iniziare qualsiasi procedura di manutenzione.

Attenzione: Rischio di Danni All'Apparecchiatura: Non introdurre alcun flusso di solvente prima di aver verificato che la sorgente ionica abbia raggiunto la corretta temperatura.

1. Nel software Analyst® software, in modalità **Tune and Calibrate**, fare doppio clic su **Manual Tune**.
2. Aprire un metodo già usato in precedenza per tarare lo spettrometro di massa. Questo metodo rappresenterà un punto di partenza.
3. Configurare i parametri del metodo come illustrato in [Tabella 6-1](#).

Tabella 6-1 Parametri del Metodo

Parametro	Valore
Parametri MS	
Modalità Scansione	MRM
Q1	609,2
Q3	195,1
Tempo di scansione	0.200 secondi
Durata	10 minuti
Parametri Sorgente/Gas	
Flusso Curtain Gas (CUR)	30 (o come da ottimizzazione)
Temperature (TEM)	700°C (o come da ottimizzazione)
Ion Source Gas 1 (GS1)	60 (o come da ottimizzazione)
Ion Source Gas 2 (GS2)	70 (o come da ottimizzazione)
IonSpray Voltage (IS)	4500 V (o come da ottimizzazione)

Tabella 6-1 Parametri del Metodo (Continua)

Parametro	Valore
Parametri Composto	
Declustering Potential (DP)	100 (o come da ottimizzazione)
Collision Energy (CE)	45 (o come da ottimizzazione)
Collision Exit Potential (CXP)	Come da ottimizzazione

4. Configurare la pompa HPLC per il rilascio di 0.5 mL/min di fase mobile.
5. Collegare la giunzione di messa a terra posta sulla sorgente ionica a una pompa, attraverso un iniettore dotato di un loop da 5 µL o un autocampionatore.
6. Fare clic su **Start** o **Acquire** per iniziare la raccolta dei dati.

Attenzione:Rischio di Danni Allo Strumento: Usare il valore più alto possibile per il flusso del Curtain Gas in modo da evitare la contaminazione dello spettrometro di massa.

7. Eseguire diverse iniezioni da 5 µL di soluzione di reserpina 0,0167 pmol/µL mentre si ottimizzano i flussi del gas di nebulizzazione (GS1), del gas ausiliario (GS2), e del Curtain Gas (CUR) per ottenere la massima intensità e stabilità del segnale. Fare riferimento alla [Ottimizzare la Sonda TurbolonSpray® a pagina 16](#).



ATTENZIONE!Pericolo di Contaminazione da Radiazioni o Esposizione ad Agenti Tossici Chimici e Biologici. Assicurarsi che l'elettrodo protenda oltre l'estremità della sonda, in modo da evitare che i vapori pericolosi fuoriescano dalla sorgente. L'elettrodo non deve essere incassato all'interno della sonda.

8. Ottimizzare l'estensione della punta dell'elettrodo. Fare riferimento alla [Ottimizzare la Sonda TurbolonSpray® a pagina 16](#).
9. Ottimizzare la posizione orizzontale e verticale della sonda.
10. Dopo che la sorgente è stata ottimizzata, iniettare 5 µL di soluzione di reserpina 0,0167 pmol/µL mentre si controlla il rapporto m/z prestabilito 609/195.



Suggerimento!AB SCIEX raccomanda di rabboccare il loop da 5 µL con 30 µL o 40 µL di soluzione.

11. Ripetere [passo 10](#) altre due volte e annotare l'intensità media delle tre iniezioni.
12. Stampare una copia dei risultati.
13. Rivedere la copia stampata dei risultati del test della sonda TurbolonSpray.
14. Verificare che le tre iniezioni di soluzione di reserpina 0,0167 pmol/µL siano accettabili. Fare riferimento alle *Specifiche della Sorgente Ionica* dello spettrometro di massa, se necessario.

15. Se le prestazioni della sorgente ionica sono notevolmente peggiorate, fare riferimento a [Risoluzione dei problemi a pagina 35](#).
16. Dopo aver completato i test, arrestare la pompa LC e impostare la temperatura su 0.

Testare la Sonda APCI

Per ulteriori informazioni riguardo l'installazione o l'ottimizzazione della sorgente ionica, fare riferimento a [Installare la Sorgente Ionica a pagina 11](#) e [Ottimizzazione della Sorgente Ionica a pagina 15](#).



ATTENZIONE! Pericolo - Superfici Calde: Le superfici della sorgente ionica raggiungono temperature considerevoli durante il funzionamento. Lasciar raffreddare la sorgente ionica per almeno 90 minuti prima di iniziare qualsiasi procedura di manutenzione.

Attenzione: Rischio di Danni All'Apparecchiatura: Non introdurre alcun flusso di solvente prima di aver verificato che la sorgente ionica abbia raggiunto la corretta temperatura.

1. Nel software Analyst, in modalità **Tune and Calibrate**, fare doppio clic su **Manual Tune**.
2. Aprire un metodo già usato in precedenza per tarare lo spettrometro di massa. Questo metodo rappresenterà un punto di partenza.
3. Configurare i parametri del metodo come illustrato in [Tabella 6-2](#).

Tabella 6-2 Parametri del Metodo

Parametro	Valore
Parametri MS	
Modalità Scansione	MRM
Q1	609,2
Q3	195,1
Tempo di scansione	0.200 secondi
Durata	10 minuti
Parametri Sorgente/Gas	
Flusso Curtain Gas (CUR)	30 (o come da ottimizzazione)
Gas CAD	9 (o come da ottimizzazione)
Nebulizer Current (NC)	3 (o come da ottimizzazione)
Temperature (TEM)	425°C
Ion Source Gas1 (GS1)	Come da ottimizzazione
Parametri Composto	
Declustering Potential (DP)	100 (o come da ottimizzazione)
Collision Energy (CE)	45 (o come da ottimizzazione)
Collision Exit Potential (CXP)	Come da ottimizzazione

4. Configurare la pompa HPLC per il rilascio di 1 mL/min di fase mobile.
5. Collegare la giunzione di messa a terra posta sulla sorgente ionica a una pompa, attraverso un iniettore dotato di un loop da 5 µL o un autocampionatore.
6. Fare clic su **Start** o **Acquire** per iniziare la raccolta dei dati.

Attenzione:Rischio di Danni Allo Strumento: Usare il valore più alto possibile per il flusso del Curtain Gas in modo da evitare la contaminazione dello spettrometro di massa.

7. Eseguire diverse iniezioni da 5 µL di soluzione di reserpina 0,0167 pmol/µL mentre si ottimizzano i flussi del gas di nebulizzazione (GS1), del gas ausiliario (GS2), del Curtain Gas (CUR) e della corrente del nebulizzatore (NC) per ottenere la massima intensità e stabilità del segnale. Fare riferimento alla [Ottimizzare la Sonda APCI a pagina 20](#).



ATTENZIONE!Pericolo di Contaminazione da Radiazioni o Esposizione ad Agenti Tossici Chimici e Biologici. Assicurarsi che l'elettrodo protenda oltre l'estremità della sonda, in modo da evitare che i vapori pericolosi fuoriescano dalla sorgente. L'elettrodo non deve essere incassato all'interno della sonda.

8. Ottimizzare l'estensione della punta dell'elettrodo. Fare riferimento alla [Ottimizzare la Sonda APCI a pagina 20](#).
9. Ottimizzare la posizione orizzontale e verticale della sonda.
10. Dopo che la sorgente è stata ottimizzata, iniettare 5 µL di soluzione di reserpina 0,0167 pmol/µL mentre si controlla il rapporto m/z prestabilito 609/195.



Suggerimento!AB SCIEX raccomanda di rabboccare il loop da 5 µL con 30 µL o 40 µL di soluzione.

11. Ripetere [passo 10](#) altre due volte e annotare l'intensità media delle tre iniezioni.
12. Stampare una copia dei risultati.
13. Rivedere la copia stampata dei risultati del test della sonda APCI.
14. Verificare che le tre iniezioni di soluzione di reserpina 0,0167 pmol/µL siano accettabili. Fare riferimento alle *Specifiche della Sorgente Ionica* dello spettrometro di massa, se necessario.
15. Se le prestazioni della sorgente ionica sono notevolmente peggiorate, fare riferimento a [Risoluzione dei problemi a pagina 35](#).
16. Dopo aver completato i test, arrestare la pompa LC e impostare la temperatura su 0.



Modalità TurbolonSpray®

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.

La sonda TurbolonSpray® usa due riscaldatori ad alta potenza (Turbo) per immettere aria calda e secca. La sonda TurbolonSpray è posizionata centralmente tra i due riscaldatori Turbo, che sono collocati simmetricamente su ogni lato della sonda. La combinazione tra l'effluente della IonSpray e il gas secco, portato a temperatura dai riscaldatori Turbo, è proiettata ad un'angolazione di 90 gradi verso la fenditura del separatore di interfaccia.

L'interazione tra la IonSpray e i riscaldatori Turbo aiuta a concentrare il getto TurbolonSpray 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 della IonSpray. Utilizzando l'alta tensione variabile applicata al nebulizzatore, la sorgente ionica applica una carica netta a ogni gocciolina. Questa carica favorisce la dispersione delle goccioline. L'alta tensione tende ad 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 ionica, e solo una frazione di questi riesce effettivamente ad evaporare.

La polarità e la concentrazione degli ioni in eccesso dipende dall'intensità e dalla polarità del potenziale ad alta tensione applicato alla punta del nebulizzatore. Ad esempio, quando un campione contiene arginina in una soluzione di acqua e acetonitrile e si applica un potenziale positivo al nebulizzatore, gli ioni positivi in eccesso saranno H^+ e MH^+ arginina.

La sonda TurbolonSpray può generare ioni multicarica a partire da composti che hanno molti siti protonabili, come peptidi e oligonucleotidi. Questo è di grande utilità quando si osservano 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)

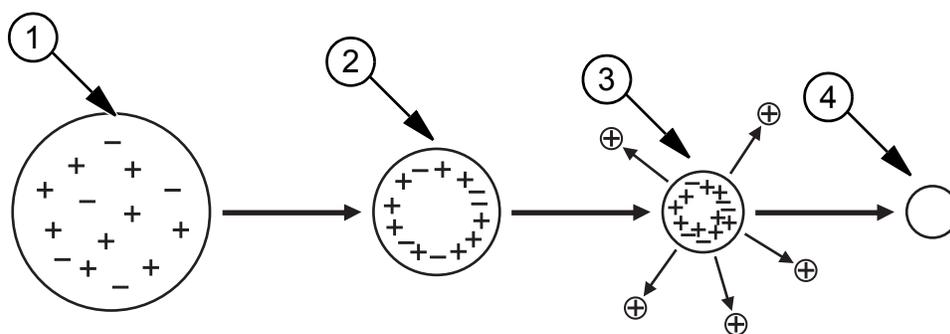


Figura A-1 Evaporazione ioni

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.

Come illustrato in [Figura A-1 a pagina 46](#), 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.

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 non 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 ionica sono difficili da prevedere. L'importanza dell'energia di solvatazione è evidente, in quanto i surfactanti che si concentrano sulla superficie di un liquido possono essere rilevati in modo molto sensibile.

Modalità APCI

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

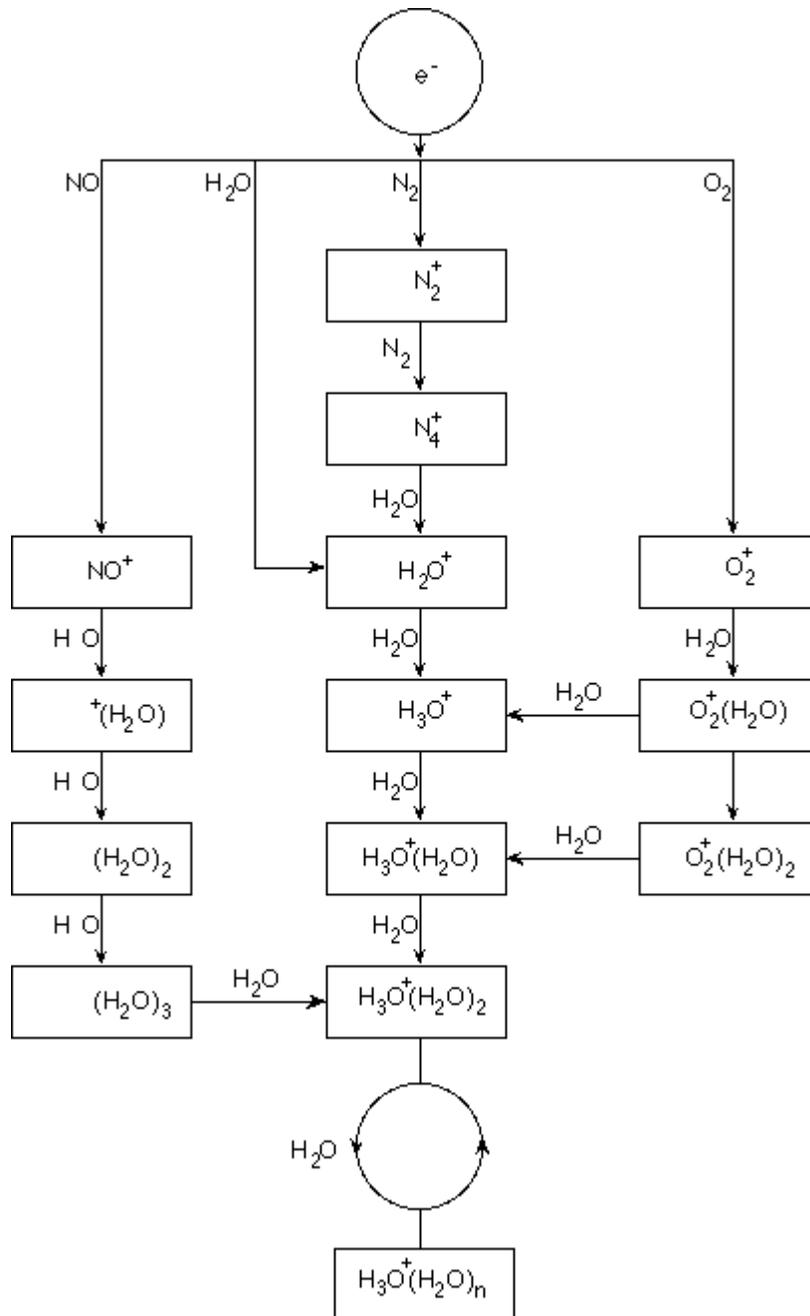


Figura A-2 Diagramma di flusso reazione APCI

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, $H_3O^+[H_2O]_n$).

Gli ioni primari principali N_2^+ , O_2^+ , H_2O^+ , e NO^+ sono formati dall'impatto degli elettroni originati dall'effetto corona sulle componenti neutre 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.

I campioni introdotti attraverso la sonda APCI vengono nebulizzati, con l'aiuto di un gas di nebulizzazione, nel tubo in ceramica riscaldato. All'interno del tubo le goccioline finemente disperse di campione e di solvente subiscono una vaporizzazione rapida con la decomposizione termica ridotta al minimo. La vaporizzazione delicata preserva l'identità molecolare del campione.

Le molecole di campione gassoso e di solvente passano nel corpo della sorgente ionica, 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 in [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.

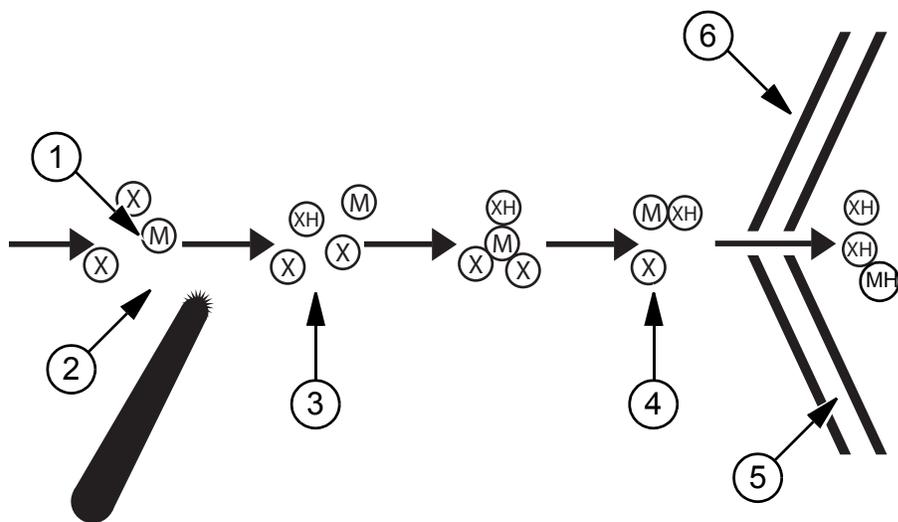


Figura A-3 Ionizzazione chimica a pressione atmosferica (APCI)

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	Interfaccia

Figura A-3 Ionizzazione chimica a pressione atmosferica (APCI) (Continua)

Elemento	Descrizione
6	Separatore di 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'intero processo di formazione degli ioni è dominato dalla collisione a causa della pressione atmosferica relativamente elevata della sonda APCI.

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

Attraverso le collisioni, viene mantenuto un equilibrio nella distribuzione di determinati ioni (ad esempio, cluster di ioni d'acqua protonati). La probabilità di una frammentazione prematura degli ioni campione nella sorgente ionica viene ridotta dall'influenza limitante 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

Le linee oblique in [Figura A-4](#) 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 separatore di interfaccia. Gli ioni primari, ad esempio, N_2^+ e O_2^+ , sono generati mediante la perdita di elettroni originati all'interno del 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.

La [Figura A-4](#) mostra la posizione generale del reattore ione-molecola della sonda APCI.

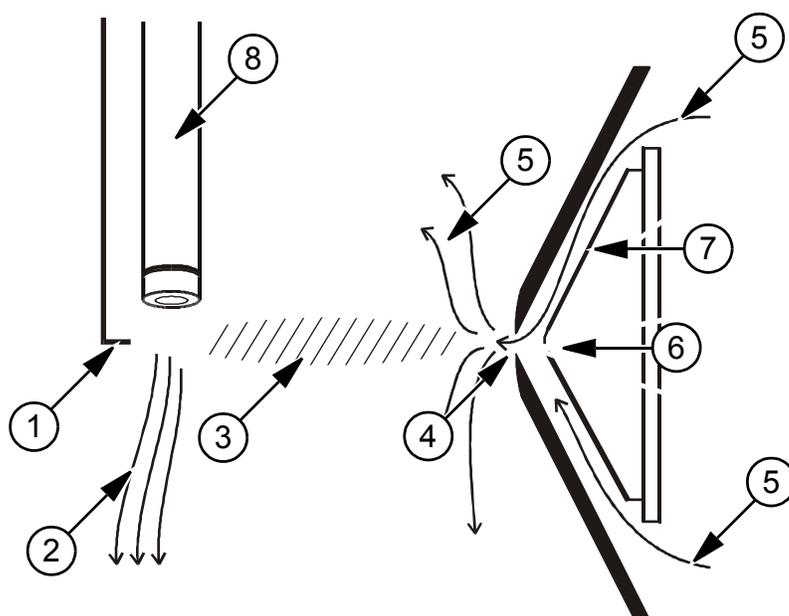


Figura A-4 Regione di ionizzazione APCI

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

Gli ioni primari, a loro volta, generano ioni intermedi che portano alla formazione di ioni campione. Gli ioni della polarità prescelta sono deviati sotto l'influenza del campo elettrico in direzione del separatore di interfaccia e poi nell'analizzatore di massa attraverso la cortina di gas. L'intero processo di formazione degli ioni è dominato dalla collisione a causa della pressione atmosferica relativamente elevata della sonda 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 parità nella distribuzione di determinati ioni (ad esempio, cluster di ioni d'acqua protonati). Ogni eccesso di energia che uno ione può acquistare nel processo di reazione ione-molecola è termalizzato. 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.

La sonda 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 API designata, ma non sono rilevati e sono infine neutralizzati dall'interazione con una parete.

La temperatura della sonda è un fattore importante per il funzionamento della sonda 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 sono desorbite dalle goccioline con una degradazione termica ridotta al minimo. Tuttavia, quando la temperatura è impostata su valori troppo bassi, il processo di evaporazione è più lento e la pirolisi, o decomposizione, può verificarsi prima che la vaporizzazione sia completa. Il funzionamento della sonda APCI a temperature superiori alla temperatura ottimale può provocare la decomposizione termica del campione.



Le tabelle in basso elencano le parti di ricambio ordinabili per la sorgente ionica IonDrive™ Turbo V. Questi ricambi sono disponibili nel Kit Consumabili per lo spettrometro di massa.

I consumabili e i ricambi sono illustrati dalla [Figura B-1 a pagina 54](#) alla [Figura B-3 a pagina 54](#).

Tabella B-1 Consumabili

Numero Particolare (NP)	Descrizione	Quantità	Dettagli
016316	TUBE*1 16 OD X .005 BORE	cm	Tubo rosso in PEEK (d.i. [ID] da 0,0005")
016325	FITTING*PEEK 10 32 X 1 16 INCH	1	Raccordo marrone in PEEK
016485	TUBE* 1 16 OD-0.0025 INCH ID PEEK	cm	Tubo marrone chiaro in PEEK (d.i. [ID] da 0,0025")
019675	FITTING*TEE INSERT .25 BORE	1	Inserto a T (d.i. [ID] da 0,25 mm)
025388	ELECTRODE*N	1	Elettrodo APCI
025392	ELECTRODE*T	1	Elettrodo TurbolonSpray®

Tabella B-2 Ricambi

Numero Particolare (NP)	Descrizione	Quantità	Dettagli
027460	OPT*ASSY NEB	1	Gruppo sonda APCI
027461	OPT*ASSY TURBO	1	Gruppo sonda TurbolonSpray®
027947	FRU*KIT NEB NEEDLE	1	Ago di scarica a corona
027950	FRU*KIT ELECTRODE NEB	1	Kit elettrodo APCI

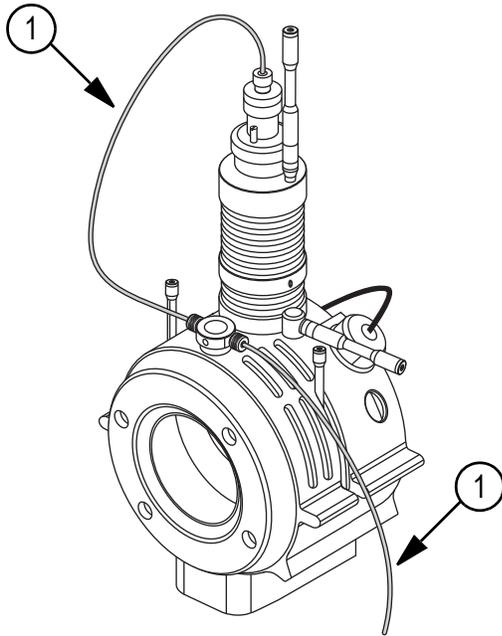


Figura B-1 Consumabili della sorgente ionica

Elemento	Descrizione
1	Tubo in PEEK, N.P. 016316 o N.P. 016485

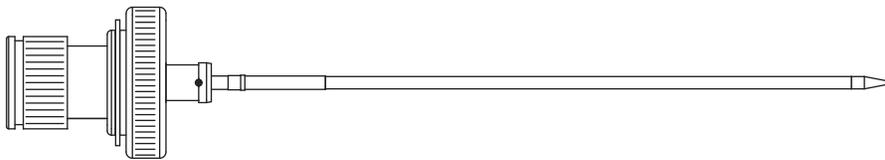


Figura B-2 Gruppo sonda TurbolonSpray (N.P. 027461)

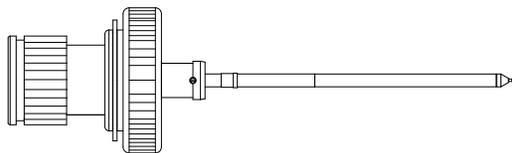


Figura B-3 Gruppo sonda APCI (N.P. 027460)

Parametri Sonda TurbolonSpray®

La [Tabella C-1](#) mostra le condizioni operative raccomandate per la sonda TurbolonSpray a tre velocità di flusso differenti. Il flusso del Curtain Gas™ dovrebbe essere sempre impostato a un valore più alto possibile a qualsiasi velocità di flusso.

La composizione del solvente usato per l'ottimizzazione era acqua/acetonitrile 50:50. Queste sono le condizioni di partenza per ottimizzare la sonda TurbolonSpray. Attraverso un processo iterativo, si possono ottimizzare i parametri usando l'analisi mediante iniezione in flusso fino a raggiungere il segnale o il rapporto segnale-rumore migliore per il composto in questione.

Tabella C-1 Ottimizzazione dei Parametri per la Sonda TurbolonSpray

Parametro	Valori Tipici			Gamma di esercizio
Flusso LC	da 5 µL/min a 50 µL/min	200 µL/min	1000 µL/min	da 5 µL/min a 3000 µL/min
Gas 1 (gas di nebulizzazione)	da 20 psi a 40 psi	da 40 psi a 60 psi	da 40 psi a 60 psi	da 0 psi a 90 psi
Gas 2 (gas ausiliario)	0 psi	50 psi	50 psi	da 0 psi a 90 psi
Erogazione Curtain Gas	30 psi	30 psi	30 psi	da 20 psi a 50 psi
Temperatura*	da 0°C a 200°C	da 200°C a 650°C	da 400°C a 750°C	fino a 750°C
DP**	Positiva: 70 V Negativa: -70 V	Positiva: 70 V Negativa: -70 V	Positiva: 70 V Negativa: -70 V	Positiva: da 0 V a 400 V Negativa: da -400 V a 0 V
Impostazione del micrometro sull'asse orizzontale	da 3 a 8	da 3 a 8	da 3 a 8	da 0 a 10
Impostazione del micrometro sull'asse verticale	da 5 a 10	da 0 a 5	da 0 a 5	da 0 a 13
* I valori di temperatura ottimali dipendono dal composto e dalla composizione della fase mobile (un contenuto maggiormente acquoso richiede una temperatura più alta). 0 indica che non è applicata alcuna temperatura.				
** Il valore DP dipende dal composto.				

Parametri Sonda APCI

Tabella C-2 Ottimizzazione dei Parametri per la Sonda APCI

Parametro	Valore nominale	Gamma di esercizio
Flusso LC	1000 µL/min	da 200 µL/min a 2000 µL/min
Gas 2	30 psi	da 0 psi a 90 psi
Erogazione Curtain Gas	30 psi	da 20 psi a 50 psi
Temperatura*	400°C	da 100°C a 750°C
Nebulizer Current	Positiva: 3 Negativa: -3	Positiva: 0 to 5 Negativa: -5 to 0
DP	Positiva: 60 V Negativa: -60 V	Positiva: da 0 V a 300 V Negativa: da -300 V a 0 V
Impostazione del micrometro sull'asse verticale	5	da 0 a 13

* Il valore della temperatura dipende dal composto.

Descrizione Parametri

Tabella C-3 Parametri Dipendenti dalla Sorgente

ID	Nome	Descrizione
GS1	Ion Source Gas 1	Controlla il gas di nebulizzazione per la sonda TurbolonSpray® e il gas ausiliario per la sonda APCI. Il gas di nebulizzazione favorisce la generazione di piccole goccioline dal flusso di campione e influenza la stabilità e la sensibilità della nebulizzazione.
GS2	Ion Source Gas 2	Controlla il gas ausiliario per la sonda TurbolonSpray. Il gas ausiliario fa evaporare le goccioline nebulizzate. 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. Per ottimizzare il GS2, incrementare il flusso fino a 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.

Tabella C-3 Parametri Dipendenti dalla Sorgente (Continua)

ID	Nome	Descrizione
CUR	Flusso del Curtain Gas™ Flow (Flusso del Curtain Gas™)	<p>Controlla il flusso di gas nell'interfaccia del Curtain Gas. L'interfaccia del Curtain Gas è posizionata tra il separatore di interfaccia e la fenditura. 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 quindi la trasmissione al Q0, la stabilità e la sensibilità, e aumenta inoltre il rumore di fondo.</p> <p>Mantenere il flusso del Curtain Gas più alto possibile senza perdere la sensibilità.</p>

Tabella C-3 Parametri Dipendenti dalla Sorgente (Continua)

ID	Nome	Descrizione
TEM	Temperature (Temperatura)	<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>Ottimizzare in incrementi di 50°C.</p> <p>Sonda TurbolonSpray : Controlla la temperatura del gas ausiliario nella sonda TurbolonSpray. Il gas ausiliario fa evaporare il solvente per produrre ioni campione in fase gassosa.</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 della sonda diminuisce. Con solventi costituiti da 100% metanolo o acetonitrile, le prestazioni della sonda possono essere ottimizzate a temperature non inferiori ai 300 °C. I solventi acquosi costituiti da 100% acqua a un flusso di circa 1000 µL/min richiedono una temperatura massima della sonda di 750 °C.</p> <p>Se la temperatura è impostata a valori troppo bassi, la vaporizzazione resta incompleta e grandi e visibili goccioline sono espulse nel corpo della sorgente ionica.</p> <p>Se la temperatura è impostata su valori troppo alti, i solventi possono essere vaporizzati prematuramente alla punta della sonda TurbolonSpray, specialmente se la sonda è posizionata troppo in basso (da 5 mm a 13 mm).</p> <p>Sonda APCI: Controlla la temperatura della sonda APCI.</p> <p>Quando il contenuto organico del solvente aumenta, la temperatura ottimale della sonda diminuisce. Con solventi costituiti da 100% metanolo o acetonitrile, le prestazioni della sonda possono essere ottimizzate a temperature non inferiori ai 400 °C a velocità di flusso di 1000 µL/min. I solventi acquosi costituiti da 100% acqua a una velocità di flusso di circa 2000 µL/min richiedono una temperatura minima della sonda di 700 °C.</p> <p>Se la temperatura è impostata a valori troppo bassi, la vaporizzazione resta incompleta e grandi e visibili goccioline sono espulse nel corpo della sorgente ionica.</p> <p>Se la temperatura è impostata su valori troppo alti, avviene la degradazione termica del campione.</p>

Tabella C-3 Parametri Dipendenti dalla Sorgente (Continua)

ID	Nome	Descrizione
NC	Nebulizer Current (o Needle Current)	Il parametro NC controlla la corrente applicata all'ago di scarica a corona nella sonda APCI. La scarica ionizza le molecole di solvente, che a loro volta ionizzano le molecole del campione. Per la sonda APCI la corrente applicata all'ago di scarica a corona (NC) è ottimizzata solitamente in un intervallo piuttosto ampio (da 1 mA a 5 mA circa). 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 nessun cambiamento nel segnale, lasciare la corrente al valore più basso che fornisce la migliore sensibilità (ad esempio, 2 mA).
IS	IonSpray™ Voltage	Il parametro IS controlla la tensione applicata al nebulizzatore, che ionizza il campione nella sorgente ionica. Il parametro dipende dalla polarità e influenza la stabilità del getto e la sensibilità.
ihe	Interface Heater	Questo parametro è sempre impostato su On per gli spettrometri di massa serie 6500. Il parametro ihe attiva o disattiva 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 voglia analizzare sia estremamente fragile, è consigliabile riscaldare l'interfaccia.

Posizione della Sonda

La posizione della sonda può influenzare la sensibilità dell'analisi. Fare riferimento a [Ottimizzare la Sonda TurbolonSpray® a pagina 16](#) e [Ottimizzare la Sonda APCI a pagina 20](#). Per informazioni su come ottimizzare lo spettrometro di massa, fare riferimento alla *Guida Introduttiva al Software Analyst®*.

Composizione dei solventi

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

I solventi comunemente impiegati sono:

- Acetonitrile
- Metanolo
- Propanolo
- Acqua

I modificatori comunemente impiegati sono:

- Acido acetico
- Acido formico
- Formiato d'ammonio

- Acetato d'ammonio

I seguenti modificatori non sono di norma impiegati, in quanto complicano lo spettro con le loro miscele di ioni e le combinazioni in cluster. Possono anche limitare la forza del segnale degli ioni del composto oggetto d'analisi:

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

Declustering Potential

Il potenziale di declustering dovrebbe essere impostato a un voltaggio abbastanza alto per ridurre il rumore chimico, ma sufficientemente basso per evitare la frammentazione. L'energia di frammentazione di un composto varia in funzione della sua struttura e del suo peso molecolare. In generale, i composti di peso molecolare inferiore richiedono meno energia - potenziale di declustering più basso - per indurre la frammentazione.

In generale, maggiore è il potenziale di declustering, maggiore è l'energia impartita agli ioni che entrano nella regione di analisi dello spettrometro di massa. L'energia favorisce il declustering degli ioni e la riduzione del rumore chimico nello spettro, risultante in un aumento del rapporto segnale-rumore o della sensibilità. Aumentare la tensione oltre le condizioni ottimali può indurre la frammentazione prima che gli ioni entrino nei filtri di massa, causando una diminuzione della sensibilità. In alcuni casi la frammentazione è uno strumento prezioso che fornisce ulteriori informazioni strutturali.

A

- ago di scarica a corona
 - ottimizzazione della corrente per la sonda APCI 22
 - regolazione 20
 - sostituzione 31
- ago, scarica a corona. Vedi ago di scarica a corona
- analisi mediante iniezione in flusso. Vedi FIA
- analisi test
 - sonda TurbolonSpray 41
- azoto
 - processo di ionizzazione 49
 - sonda TurbolonSpray 8

C

- campioni
 - complessi 8
 - metodi di introduzione 15
 - prefiltraggio 15
 - solventi 8
 - sonda APCI e 7, 8
 - temperatura 18
 - tubo, sostituzione 33
- cavi, collegamento 13
- collegamenti del gas 9
- collegamenti elettrici 9
- collegamento tubi e cavi 13
- composti
 - labili, e sonda APCI 9
 - labili, e sonda TurbolonSpray 8
 - pulizia della sorgente ionica 26
 - sensibilità scarsa 38
 - volatili, e sonda APCI 9
- contaminazione
 - evitare 19, 59
 - pulizia dell'elettrodo tubolare 28
 - pulizia sonde 26
 - tamponi e 9

D

- dado del tubo di campionamento 7, 14
- dado di regolazione dell'elettrodo 7, 8, 9
- decontaminazione. Vedi pulizia

E

- elenco ricambi 53
- elettrodo tubolare
 - risoluzione dei problemi 35
- erogazione Curtain Gas, panoramica 57
- evaporazione durante la ionizzazione 45

F

- fase mobile, composizione della soluzione detergente 26
- fermi della sorgente 6, 14
- FIA
 - introduzione del campione 15
 - ottimizzazione parametri 55
 - sonda APCI 9

G

- Gas 1
 - ottimizzazione 18
 - Vedi anche parametro GS1
- Gas 2
 - ottimizzazione 18, 36
- gas ausiliario. Vedi Gas 2
- gas di nebulizzazione. Vedi Gas 1
- ghiera di fermo in bronzo 7, 8, 9, 14
- giunzione di messa a terra 6, 13, 14

I

- infusione con raccordo a T 15
- installazione
 - sonde 12
 - sorgente ionica 12
- introduzione del campione, requisiti operativi 15
- ionizzazione
 - illustrazione 50
 - processo 49
 - regione 50
- ionizzazione chimica a pressione atmosferica. Vedi sonda APCI

K

- kit consumabili 53

M

Manopolina di regolazione asse X 6, 14
messa a terra 13
modificatori, tipi di 60

N

nebulizzazione
 direzione corretta della 19
 risoluzione dei problemi 35

O

ottimizzazione
 corrente dell'ago 22
 Gas 1 18
 Gas 2 18
 sonda TurbolonSpray 15
 temperatura sonda APCI 23

P

parametro DP 41, 56
parametro GS1
 parametri di test per sonda TurbolonSpray 40
 valori tipici per sonda TurbolonSpray 55
parametro GS2
 descrizione 56
 parametri di test per sonda TurbolonSpray 40
parametro NC 56
parametro TEM 56
pulizia
 elettrodo tubolare 28
 sonde 26
punta dell'elettrodo
 illustrazione 8, 9

R

regolazione
 ago di scarica a corona 20
 posizione della sonda APCI 22
 posizione sonda TurbolonSpray 17
rimozione
 sonde 28
 sorgente ionica 27
riscaldatore turbo
 illustrazione 7
 ottimizzazione della temperatura della sonda TurbolonSpray 19

Vedi anche Gas 2
riscaldatori turbo
 panoramica 8, 45
rumore di fondo
 riduzione 18
 risoluzione dei problemi 18, 36, 56
rumore. Vedi rumore di fondo

S

scarica a corona
 panoramica 48, 49
 risoluzione dei problemi 37
scariche, risoluzione dei problemi 37
scintille, risoluzione dei problemi 37
sensibilità, risoluzione dei problemi 38
sistema di scarico della sorgente
 panoramica 10
soluzione di test 39
solventi
 MSDS 40
 ottimizzazione Gas 1 e Gas 2 18
 sistema di scarico della sorgente 10
 sonda APCI 23
 sonda TurbolonSpray 8
 tipi 59
sonda APCI
 illustrazione 9
 installazione 12
 ionizzazione, descrizione 47
 regione di ionizzazione 49
 solventi su 23
 specifiche 7
 usi per 8
 velocità di flusso 9
 Vedi anche sonda TurbolonSpray
sonda TurbolonSpray
 composti labili 8
 installazione 12
 ionizzazione, descrizione 45
 nebulizzazione 19
 ottimizzazione 15
 panoramica 7
 parametri 55, 59
 regolazione 17
 test su sistemi a triplo quadrupolo e Trap 40
 velocità di flusso ed efficienza della ionizzazione 8
 Vedi anche sonda APCI

sondaAPCI
 panoramica 47
 parametri 59
 test su sistemi a triplo quadrupolo e Trap 42

sondaTurbolonSpray
 scambio 28
 specifiche 7

sonde
 illustrazione 29
 installazione 12
 pulizia 26
 rimozione 28

sorgente ionica
 collegamenti del gas 9
 collegamenti elettrici 9
 installazione 12
 panoramica 5, 11
 rimozione 27
 sonda APCI, test su sistemi a triplo quadrupolo e Trap 42
 sondaTurbolonSpray, test su sistemi a triplo quadrupolo e Trap 40

sorgente ionica Ionspray 8

sostituzione
 ago di scarica a corona 31

specifiche, sonda 7

stato di Fault, risoluzione dei problemi 35

T

temperatura
 effetto sulla vaporizzazione 18
 efficienza della ionizzazione 58
 ottimizzazione flussi dei gas 18
 ottimizzazione sonda APCI 23
 parametri sonda APCI 56
 risoluzione dei problemi 36

test
 preparazione 39
 sonda APCI su sistemi a triplo quadrupolo e Trap 42
 sonda TurbolonSpray su sistemi a triplo quadrupolo e Trap 40

tubo di campionamento 6, 14
 diametro 39

tubo, collegamento 13

V

vacuostato di scarico della sorgente
 posizione 10

vapore
 risoluzione dei problemi 38

velocità di flusso 15
 posizione della sonda APCI 22
 posizione sonda TurbolonSpray 16
 sonda APCI 9
 sonda TurbolonSpray 8

ventilazione 10

