

# Źródło jonów Turbo V™

Przewodnik operatora



---

Niniejszy dokument dostarczany jest klientom, którzy nabyli sprzęt firmy SCIEX, i przeznaczony jest do wykorzystania przy obsłudze takiego sprzętu firmy SCIEX. Dokument ten jest chroniony prawem autorskim i jakiegokolwiek powielanie tego dokumentu lub dowolnej jego części jest surowo zabronione z wyjątkiem przypadków uzyskania pisemnej zgody firmy SCIEX.

Oprogramowanie, które może być opisane w tym dokumencie, jest dostarczane w ramach umowy licencyjnej. Poza przypadkami wyraźnie dozwolonymi w umowie licencyjnej kopiowanie, modyfikowanie lub rozprowadzanie oprogramowania na dowolnym nośniku jest niezgodne z prawem. Ponadto umowa licencyjna może zabraniać używania deasemblera, inżynierii wstecznej lub dekompilacji w dowolnym celu. Gwarancje zostały określone w umowie.

Części tego dokumentu mogą zawierać odwołania do innych producentów i/lub ich produktów, które mogą zawierać części, których nazwy zostały zarejestrowane jako znaki towarowe i/lub funkcjonują jako znaki towarowe ich właścicieli. Wszelkie przypadki takiego wykorzystania mają na celu wyłącznie określenie wyrobów tych producentów jako dostarczane przez firmę SCIEX w celu włączenia do jej sprzętu i nie udzielają żadnych praw i/lub licencji na użytkowanie ani nie pozwalają na wykorzystanie takich nazw producentów i/lub ich wyrobów jako znaków towarowych.

Gwarancje firmy SCIEX ograniczają się do wyraźnych gwarancji udzielonych w chwili sprzedaży lub licencjonowania jej produktów i stanowią jedyne i wyłączne oświadczenia, gwarancje i zobowiązania firmy SCIEX. Firma SCIEX nie udziela żadnej innej gwarancji dowolnego rodzaju, wyraźnej lub dorozumianej, w tym między innymi gwarancji przydatności handlowej lub przydatności do określonego celu, wynikających z przepisów lub innych zasad bądź wynikających z przebiegu transakcji lub zwyczajów handlowych, z których wszystkie są wyraźnie wyłączone, i nie przyjmuje żadnej odpowiedzialności ani zobowiązań warunkowych, w tym za szkody pośrednie lub następcze, za wykorzystanie przez nabywcę lub za jakiegokolwiek wynikające z nich niepożądane okoliczności.

Wyłącznie do zastosowań badawczych. Produkt nie jest przeznaczony do stosowania w procedurach diagnostycznych.

AB Sciex prowadzi działalność pod nazwą SCIEX.

Wymienione tu znaki towarowe są własnością firmy AB Sciex Pte. Ltd. lub ich właścicieli.

Znak AB SCIEX™ jest stosowany w ramach licencji.

© 2018 AB Sciex



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

# Spis treści

---

<b>1 Środki ostrożności i ograniczenia dotyczące obsługi.....</b>	<b>5</b>
Środki ostrożności i zagrożenia dotyczące obsługi.....	5
Środki ostrożności dotyczące związków chemicznych.....	6
Płyny bezpieczne dla systemu.....	7
Warunki laboratoryjne.....	8
Warunki robocze.....	8
Specyfikacja działania.....	9
Stosowanie i modyfikacje sprzętu.....	9
<b>2 Omówienie źródła jonów.....</b>	<b>10</b>
Tryby jonizacji.....	10
Tryb ESI.....	10
Tryb APCI.....	10
Elementy źródła jonów.....	11
Sondy.....	12
Sonda TurbolonSpray®.....	12
Sonda APCI.....	13
Połączenia gazowe i elektryczne.....	14
Obwód czujnika źródła jonów.....	14
System wydmuchu ze źródła.....	15
<b>3 Instalacja źródła jonów.....</b>	<b>17</b>
Przygotowanie do instalacji.....	17
Instalacja sondy.....	18
Podłączanie rurki źródła jonów.....	19
Instalacja źródła jonów w spektrometrze mas.....	19
Wymogi dotyczące wlotu próbki.....	21
Kontrola szczelności.....	21
<b>4 Optymalizacja źródła jonów.....</b>	<b>22</b>
Wprowadzenie próbki.....	23
Metoda.....	23
Prędkość przepływu.....	23
Optymalizacja sondy TurbolonSpray®.....	23
Prędkość przepływu i temperatura źródła jonów.....	24
Konfiguracja systemu.....	24
Przygotowanie systemu.....	25
Ustawianie warunków początkowych.....	25
Optymalizacja pozycji sondy TurbolonSpray®.....	26
Optymalizacja parametrów źródła jonów, gazu i napięcia.....	27
Optymalizacja temperatury turbogrzałki.....	28
Optymalizacja sondy APCI.....	28
Konfiguracja systemu.....	29
Przygotowanie systemu.....	29

## Spis treści

---

Ustawianie warunków początkowych.....	30
Optymalizacja przepływu gazu 1 oraz Curtain Gas™ .....	30
Regulacja pozycji igły wyładowania koronowego.....	31
Optymalizacja pozycji sondy APCI.....	31
Optymalizacja prądu nebulizatora.....	33
Optymalizacja temperatury sondy APCI.....	33
Wskazówki dotyczące optymalizacji.....	33
<b>5 Konserwacja źródła jonów.....</b>	<b>35</b>
Zalecany harmonogram konserwacji.....	36
Obsługa źródła jonów.....	37
Wymywanie źródła jonów.....	38
Czyszczenie powierzchni źródła jonów.....	39
Czyszczenie sond.....	39
Wymywanie sondy.....	40
Wymiana elektrody.....	40
Wymiana igły wyładowania koronowego.....	42
Wymiana kapilary próbki.....	44
Transport i przechowywanie.....	44
<b>6 Rozwiązywanie problemów ze źródłem jonów.....</b>	<b>45</b>
<b>A Zasada działania — źródło jonów.....</b>	<b>48</b>
Tryb jonizacji elektrospreju (ESI).....	48
Tryb APCI.....	49
Rejon jonizacji APCI.....	52
<b>B Parametry i napięcia źródła.....</b>	<b>55</b>
Parametry sondy TurbolonSpray® .....	55
Parametry sondy APCI.....	56
Opis parametrów.....	56
Pozycja sondy.....	58
Skład rozpuszczalnika.....	59
<b>C Słowniczek symboli.....</b>	<b>60</b>
<b>Kontakt z nami.....</b>	<b>65</b>
Szkolenia klientów.....	65
Centrum edukacyjne online.....	65
Pomoc techniczna firmy SCIEX.....	65
Cyberbezpieczeństwo.....	65
Dokumentacja.....	65

# Środki ostrożności i ograniczenia dotyczące obsługi

# 1

**Uwaga:** Przed rozpoczęciem korzystania z systemu należy uważnie przeczytać wszystkie sekcje niniejszej instrukcji.

Niniejsza sekcja zawiera ogólne informacje dotyczące bezpieczeństwa. Opisano tu również potencjalne zagrożenia i związane z nimi ostrzeżenia dla systemu oraz środki ostrożności, jakie należy podjąć w celu zminimalizowania tych zagrożeń.

Oprócz niniejszej sekcji należy zapoznać się z częścią [Słowniczek symboli](#) w celu uzyskania informacji dotyczących symboli i konwencji stosowanych w środowisku laboratoryjnym oraz w tej dokumentacji.

## Środki ostrożności i zagrożenia dotyczące obsługi

Informacje dotyczące zgodności z przepisami i bezpieczeństwa, patrz Przewodnik bezpieczeństwa lub *Instrukcja obsługi systemu*.



**OSTRZEŻENIE!** Zagrożenie promieniowaniem jonizującym, zagrożenie biologiczne lub zagrożenie toksycznymi chemikaliami. Źródła jonów należy używać jedynie pod warunkiem dysponowania odpowiednią wiedzą i przeszkoleniem z zakresu właściwego stosowania, zabezpieczania i usuwania materiałów toksycznych lub niebezpiecznych stosowanych ze źródłem jonów.



**OSTRZEŻENIE!** Zagrożenie dotyczące przebicia, zagrożenie promieniowaniem jonizującym, zagrożenie biologiczne lub zagrożenie toksycznymi chemikaliami. Jeśli okienko źródła jonów jest pęknięte lub rozbite, należy przerwać korzystanie ze źródła i skontaktować się z pracownikiem serwisu firmy SCIEX. Wszelkie materiały toksyczne lub niebezpieczne wprowadzone do urządzenia będą występować w wylocie wydmuchu ze źródła. Spaliny ze sprzętu muszą być odprowadzane z pomieszczenia. Elementy z ostrymi krawędziami należy utylizować zgodnie z przyjętymi procedurami laboratoryjnymi.



**OSTRZEŻENIE!** Zagrożenie gorącą powierzchnią. Przed rozpoczęciem dowolnych czynności konserwacyjnych pozostawić źródło jonów do ostygnięcia na co najmniej 30 minut. Powierzchnie źródła jonów nagrzewają się podczas pracy.

## Środki ostrożności i ograniczenia dotyczące obsługi

---



**OSTRZEŻENIE!** Zagrożenie toksycznymi związkami chemicznymi. Aby uniknąć uszkodzenia skóry lub oczu, należy nosić osobiste wyposażenie ochronne, w tym fartuch laboratoryjny, rękawiczki i okulary ochronne.

---



**OSTRZEŻENIE!** Zagrożenie promieniowaniem jonizującym, zagrożenie biologiczne, zagrożenie porażeniem prądem lub zagrożenie toksycznymi chemikaliami. W przypadku rozlania związku chemicznego należy zapoznać się z kartą charakterystyki produktu w celu uzyskania szczegółowych instrukcji. Przed rozpoczęciem czyszczenia wycieku w pobliżu źródła jonów upewnić się, że system jest w trybie Standby. Aby ograniczyć rozlanie, należy stosować właściwe osobiste środki ochronne i chłonne ściereczki, a następnie zutylizować materiał zgodnie z lokalnymi przepisami.

---



**OSTRZEŻENIE!** Zagrożenie dla środowiska. Nie wyrzucać elementów systemu jako odpadów komunalnych. Podczas utylizacji elementów należy postępować zgodnie z lokalnymi przepisami.

---



**OSTRZEŻENIE!** Zagrożenie porażeniem prądem. Należy unikać kontaktu z wysokim napięciem przyłożonym do źródła jonów podczas pracy. Przed regulacją kapilary próbki lub innego sprzętu blisko źródła jonów urządzenie należy przestawić w tryb czuwania Standby.

---

## Środki ostrożności dotyczące związków chemicznych



**OSTRZEŻENIE!** Zagrożenie promieniowaniem jonizującym, zagrożenie biologiczne lub zagrożenie toksycznymi chemikaliami. Przed czyszczeniem lub konserwacją należy określić, czy odkażanie jest wymagane. Jeśli materiały radioaktywne, substancje biologiczne lub toksyczne chemikalia były wykorzystywane w systemie, przed czyszczeniem lub konserwacją klient musi odkażić system.

---



**OSTRZEŻENIE!** Zagrożenie dla środowiska. Nie wyrzucać elementów systemu jako odpadów komunalnych. Podczas utylizacji elementów należy postępować zgodnie z lokalnymi przepisami.

---



**OSTRZEŻENIE! Zagrożenie biologiczne, zagrożenie toksycznymi chemikaliami. Prawidłowo podłączyć rurki drenażowe do spektrometru mas i butelkę na skropliny par ze źródła, aby zapobiec wyciekom.**

---

- Przed rozpoczęciem czynności serwisowych i regularnej konserwacji należy określić, jakie związki chemiczne były stosowane w systemie. Podczas pracy z substancjami chemicznymi należy przestrzegać środków ostrożności opisanych w *kartach charakterystyki*. *Karty charakterystyki* produktów SCIEX można znaleźć na stronie [sciex.com/tech-regulatory](http://sciex.com/tech-regulatory).
- Zawsze należy nosić przydzielone środki ochrony indywidualnej, w tym bezpudrowe rękawiczki ochronne z neoprenu lub nitylu, okulary ochronne i fartuch laboratoryjny.
- Wszystkie czynności należy wykonywać w dobrze wentylowanym pomieszczeniu lub pod wyciągiem.
- Należy unikać źródeł zapłonu podczas pracy z materiałami łatwopalnymi, takimi jak izopropanol, metanol oraz inne rozpuszczalniki łatwopalne.
- Należy zachować ostrożność przy utylizacji wszelkich związków chemicznych. Istnieje potencjalne ryzyko obrażeń w przypadku nieprzestrzegania właściwych procedur postępowania ze związkami chemicznymi i ich utylizacji.
- W czasie czyszczenia unikać kontaktu substancji chemicznych ze skórą i umyć ręce po użyciu.
- Należy dopilnować, aby wszystkie węże odprowadzające były odpowiednio podłączone i aby wszystkie podłączenia działały zgodnie z przeznaczeniem.
- Zebrać wszystkie zużyte płyny i zutylizować je jako odpady niebezpieczne.
- Należy przestrzegać wszystkich lokalnych przepisów dotyczących przechowywania, pracy i utylizacji materiałów stanowiących zagrożenie biologiczne, toksycznych lub radioaktywnych.

## Płyny bezpieczne dla systemu

Z systemem można bezpiecznie stosować poniższe płyny.

---

**PRZESTROGA: Potencjalne uszkodzenie systemu. Nie stosować żadnego innego płynu do czasu otrzymania od firmy SCIEX potwierdzenia, że dany płyn nie stanowi zagrożenia. Zamieszczona lista nie wyczerpuje wszystkich możliwości.**

---

## Środki ostrożności i ograniczenia dotyczące obsługi

---

- **Rozpuszczalniki organiczne**
  - Acetonitryl klasy MS, do 100%
  - Metanol klasy MS, do 100%
  - Izopropanol, do 100%
  - Woda klasy HPLC lub czystsza, do 100%
  - Tetrahydrofuran, do 100%
  - Toluen i inne rozpuszczalniki aromatyczne, do 100%
  - Heksany, do 100%
- **Bufory**
  - Octan amonu, poniżej 1%
  - Mrówczan amonu, poniżej 1%
  - Fosforan, poniżej 1%
- **Kwasy i zasady**
  - Kwas mrówkowy, poniżej 1%
  - Kwas octowy, poniżej 1%
  - Kwas trifluorooctowy (TFA), poniżej 1%
  - Kwas heptafluoromastłowy (HFBA), poniżej 1%
  - Amoniak/wodortlenek amonu, poniżej 1%
  - Kwas fosforowy, poniżej 1%
  - Trimetyloamina, poniżej 1%
  - Trietyloamina, poniżej 1%

## Warunki laboratoryjne

### Warunki robocze

System jest przeznaczony do pracy w następujących warunkach:

- Wewnątrz pomieszczeń
- Wysokość n.p.m.: do 2000 m (6560 stóp)
- Temperatura otoczenia: od 5°C (41°F) do 40°C (104°F)
- Maksymalna wilgotność względna: 80% dla temperatur do 31°C (88°F), spadająca liniowo do 50% przy 40°C (104°F)
- Wahania napięcia sieciowego: ±10% napięcia znamionowego
- Chwilowe przepięcia: do poziomu kategorii przepięciowej II



- Chwilowe przepięcia zasilania sieciowego
- Stopień zakłóceń: stopień zakłóceń 2

## Specyfikacja działania

System działa zgodnie ze specyfikacją (danymi technicznymi) w następujących warunkach:

- Temperatura otoczenia wynosząca od 15°C do 30°C (od 59°F do 86°F).  
Z upływem czasu zmiana temperatury musi mieścić się w zakresie 4°C (7,2°F) z szybkością zmian temperatury nieprzekraczającą 2°C (3,6°F) na godzinę. Zmiany temperatury otoczenia przekraczające wartości graniczne mogą prowadzić do przesunięcia mas na widmie.
- Wilgotność względna od 20% do 80%, bez kondensacji.

## Stosowanie i modyfikacje sprzętu



---

**OSTRZEŻENIE!** Zagrożenie porażeniem prądem. Nie demontować pokryw. Zdemontowanie pokryw może spowodować obrażenia lub wadliwe działanie systemu. Nie ma konieczności demontażu pokryw do przeprowadzenia standardowych czynności konserwacyjnych, kontroli lub regulacji. Skontaktować się z pracownikiem serwisu (FSE) firmy SCIEX w celu wykonania napraw, do których konieczny jest demontaż pokryw.

---



---

**OSTRZEŻENIE!** Zagrożenie obrażeniami. Należy stosować wyłącznie części zalecane przez firmę SCIEX. Użycie części innych niż zalecane przez firmę SCIEX lub użycie części do celów innych niż zgodne z ich przeznaczeniem może narazić użytkownika na ryzyko obrażeń lub negatywnie wpłynąć na sprawność systemu.

---

Spektrometru mas i źródła jonów należy używać w laboratorium spełniającym warunki środowiskowe zalecane w dokumencie *Wskazówki dotyczące przygotowania pomieszczenia dla spektrometru mas*.

Jeśli spektrometr mas i źródło jonów są używane w niezalecanym środowisku lub w sposób niezalecany przez producenta, może to negatywnie wpłynąć na systemy ochronne tych urządzeń.

Nieautoryzowane modyfikacje lub obsługa spektrometru mas i źródła jonów mogą spowodować obrażenia i uszkodzenie sprzętu oraz unieważnienie gwarancji. W przypadku gdy spektrometr mas i źródło jonów są obsługiwane w warunkach środowiskowych odbiegających od zalecanych lub z nieautoryzowanymi modyfikacjami, możliwe jest uzyskanie błędnych danych. W celu uzyskania informacji dotyczących serwisowania systemu należy skontaktować się z pracownikiem serwisu.

Źródło jonów Turbo V™ można stosować do jonizacji elektrospreju (ESI) lub jonizacji chemicznej pod ciśnieniem atmosferycznym (APCI).

W trybie ESI używa się sondy TurbolonSpray®. W trybie APCI używa się sondy APCI.

Zastosowania źródła jonów obejmują tworzenie metod jakościowych oraz analizę jakościową i ilościową.

## Tryby jonizacji

### Tryb ESI

W trybie ESI jony fazy gazowej analitów zawartych w próbce są wytwarzane przez przyłożenie wysokiego napięcia do wypływu próbki przepływającego przez igłę. Zastosowanie przepływu ogrzanego gazu umożliwia wytwarzanie jonów obdarzonych ładunkiem pojedynczym i wielokrotnym w stosunkowo łagodnych warunkach, dzięki czemu ten tryb sprawdza się w przypadku szerokiej gamy związków — zarówno drobnocząsteczkowych, takich jak leki czy pestycydy, jak i o większych cząsteczkach, takich jak peptydy, białka i inne biopolimery. Czułość zależy od właściwości chemicznych analitu, prędkości przepływu gazu, temperatury, napięcia i składu fazy ruchomej.

Technika ESI jest dostatecznie łagodna, by stosować ją wobec nietrwałych związków, takich jak peptydy, białka i nietrwałe termicznie farmaceutyki. Działa ona przy prędkościach przepływu od 5 µl/min do 3000 µl/min i odparowuje 100% rozpuszczalników wodnych i 100% rozpuszczalników organicznych.

Patrz [Tryb jonizacji elektrospreju \(ESI\)](#).

### Tryb APCI

Tryb APCI nadaje się do następujących zastosowań:

- Jonizacja związków, które nie tworzą łatwo jonów w roztworze. Są to zazwyczaj związki niepolarne.
- Tworzenie prostych widm APCI w eksperymentach LC-MS/MS.
- Analizy wysokiej przepustowości złożonych i zabrudzonych próbek. Jest ona mniej wrażliwa na efekty tłumienia jonów.
- Szybkie wprowadzanie próbki przez nastrzyk napływowy z kolumną LC lub bez niej.

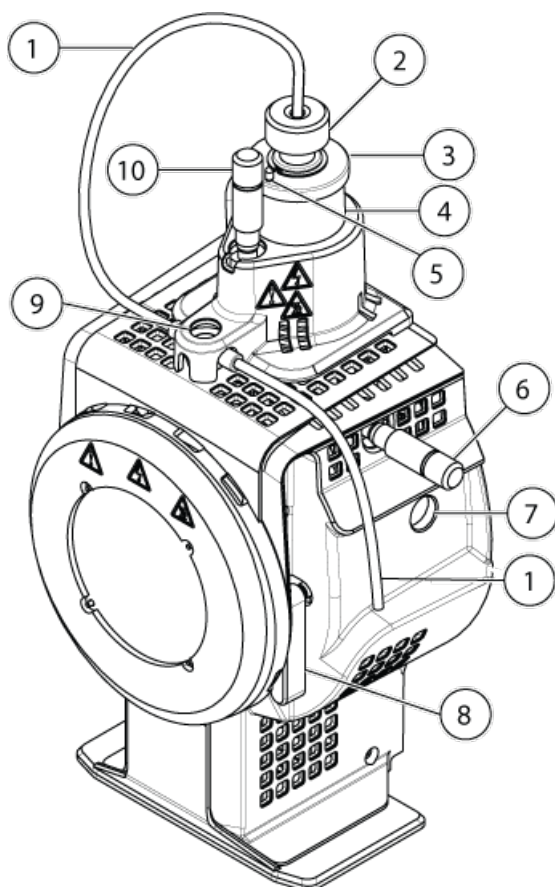
Technikę APCI można stosować w przypadku związków lotnych i nietrwałych o minimalnym rozkładzie termicznym. Szybka desolwatacja i odparowywanie kropelek oraz uwieszonego analitu minimalizuje rozkład termiczny i zachowuje molekularną tożsamość do jonizacji przez igłę

elektrody wyładowania koronowego. Bufory są dobrze tolerowane przez źródło jonów bez istotnego zanieczyszczenia, a prowadzone odparowywanie rzutowe rozpylonego wypływu umożliwia stosowanie 100% wody. Sonda może przyjmować cały wypływ bez rozdzielania przy prędkościach przepływu od 200 µl/min do 3000 µl/min (przez kolumnę o szerokim otworze).

Patrz [Tryb APCI](#).

## Elementy źródła jonów

Rysunek 2-1 Elementy źródła jonów



Pozycja	Opis	Podstawowe materiały
1	Kapilara próbki z urządzenia podającego próbkę	Czerwona rurka z tworzywa PEEK
2	Nakrętka regulacji elektrody	Stal nierdzewna
3	Pierścień ustalający	Stal nierdzewna
4	Wieża sondy	Stal nierdzewna

## Omówienie źródła jonów

Pozycja	Opis	Podstawowe materiały
5	Śruba regulacji igły wyładowania koronowego	Rurka z tworzywa PEEK
6	Śruba mikrometryczna służąca do pozycjonowania sondy w osi poziomej w celu regulacji czułości źródła jonów	Szkło
7	Port okienka	Stal nierdzewna
8	Jeden z dwóch zatrzasków źródła mocujących źródło jonów do spektrometru mas	Stal nierdzewna
9	Styk uziemienia. Znajduje się pod pokrywą źródła jonów.	Stal nierdzewna
10	Śruba mikrometryczna używana do pozycjonowania sondy w osi pionowej przy regulacji czułości źródła jonów	Brązal

## Sondy

Sonda TurbolonSpray<sup>®</sup> oraz sonda APCI zapewniają szeroki zakres możliwości testowania próbek. Wybierz sondę i metodę najlepszą dla związków zawartych w próbce.

Tabela 2-1 Specyfikacja źródła jonów

Specyfikacja	Sonda TurbolonSpray <sup>®</sup>	Sonda APCI
Zakres temperatur	Od temperatury otoczenia do 750°C, w zależności od przepływu cieczy	Od 50°C do 750°C, w zależności od przepływu cieczy
Wlot przepływu cieczy	od 40 µl/min do 1000 µl/min	od 200 µl/min do 2000 µl/min
Gaz 1/Gaz 2	Patrz <i>Wskazówki dotyczące przygotowania pomieszczenia dla spektrometru mas.</i>	

Oprogramowanie spektrometru mas rozpoznaje zainstalowaną sondę i aktywuje odpowiednie elementy sterujące. Wszystkie dane zebrane z użyciem źródła jonów są identyfikowane skrótem oznaczającym sondę użytą do zbierania danych (TIS dla sondy TurbolonSpray<sup>®</sup> i HN dla sondy APCI).

## Sonda TurbolonSpray<sup>®</sup>

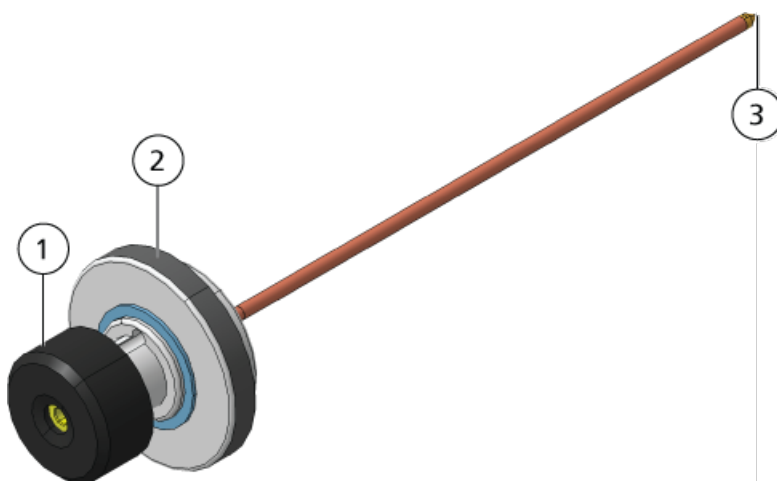
Sonda TurbolonSpray<sup>®</sup> składa się z rury ze stali nierdzewnej o średnicy zewnętrznej 0,305 mm (0,012 cala). Jest położona centralnie wraz z dwiema turbogrzałkami umieszczonymi pod kątem 45 stopni z obu boków. Próbki wprowadzane przez sondę TurbolonSpray<sup>®</sup> są jonizowane w

urce przez przyłożenie wysokiego napięcia (napięcie IonSpray™). Następnie są one rozpylane przez strumień gorącego, suchego azotu o ultrawysokiej czystości (UHP) z dwóch turbogrzzałek, tworząc mgiełkę drobnych, silnie naładowanych kropelek. Połączenie wypływu IonSpray™ i ogrzewanego suchego gazu z turborozpylacza emitowane jest pod kątem 90 stopni względem ścieżki jonów. Patrz [Zasada działania — źródło jonów](#).



**OSTRZEŻENIE!** Zagrożenie ukluciem. Podczas obsługi elektrody należy zachować ostrożność. Końcówki elektrod są wyjątkowo ostre.

Rysunek 2-2 Części sondy TurbolonSpray®



Pozycja	Opis
1	Nakrętka regulacji elektrody (czarny kołnierz) reguluje wysunięcie końcówki elektrody
2	Pierścień ustalający mocujący sondę do wieży sondy w obudowie źródła jonów
3	Końcówka elektrody, przez którą próbka jest rozpylana do obszaru wlotu próbki źródła jonów

## Sonda APCI

Sonda APCI składa się z rurki stalowej o średnicy wewnętrznej 100 µm (i.d.) (0,004 cala) otoczonej przez przepływ gazu rozpraszającego (Gas 1). Strumień ciekłej próbki jest pompowany przez rozpylacz, gdzie w rurce ceramicznej z wbudowaną grzałką ulega rozpyleniu. Wewnętrzna ścianka rurki ceramicznej może być utrzymywana w temperaturze z zakresu od 100°C do 750°C, monitorowanej przez czujnik wbudowany w grzałkę.

Strumień gazu rozpraszającego o dużej prędkości przepływa wokół końcówki elektrody, rozpylając próbkę w formie mgiełki drobnych cząstek. Próbka przechodzi przez ceramiczną grzałkę odparowującą do rejonu reakcji źródła jonów, a następnie przez igłę wyładowania

## Omówienie źródła jonów

---

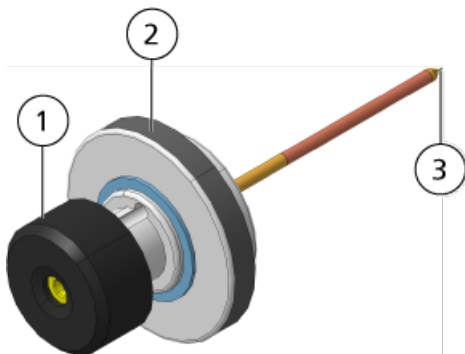
koronowego, gdzie cząsteczki próbki są jonizowane podczas przechodzenia przez obudowę źródła jonów. Patrz [Zasada działania — źródło jonów](#).



**OSTRZEŻENIE!** Zagrożenie ułuczeniem. Podczas obsługi elektrody należy zachować ostrożność. Końcówki elektrod są wyjątkowo ostre.

---

Rysunek 2-3 Części sondy APCI



Pozycja	Opis
1	Nakrętka regulacji elektrody (czarny kołnierz) reguluje wysunięcie końcówki elektrody
2	Pierścień ustalający, mocujący sondę w wieży sondy
3	Końcówka elektrody, przez którą próbka jest rozpylana do obszaru wlotu próbki źródła jonów

## Połączenia gazowe i elektryczne

Połączenia gazowe oraz elektryczne niskiego i wysokiego napięcia zapewniane są przez przednią płytę interfejsu i wewnętrzne połączenia przez obudowę źródła jonów. Po zainstalowaniu źródła jonów w spektrometrze mas wszystkie połączenia elektryczne i gazowe są gotowe.

## Obwód czujnika źródła jonów

Obwód czujnika źródła jonów wyłącza źródło zasilania wysokim napięciem spektrometru mas oraz system wydmuchu źródła, jeśli:

- obudowa źródła jonów nie jest zainstalowana prawidłowo,
- nie zainstalowano sondy,
- spektrometr mas wykryje usterkę gazu,
- wystąpiła usterka turbogrzałki,

- nastąpiło przegrzanie źródła jonów.

## System wydmuchu ze źródła



**OSTRZEŻENIE!** Zagrożenie promieniowaniem jonizującym, zagrożenie biologiczne lub zagrożenie toksycznymi chemikaliami. Należy upewnić się, że system wydmuchu ze źródła jest podłączony i działa, aby zapobiec gromadzeniu się próbek palnych oparów w laboratorium. Opary z urządzeń należy wydmuchiwać do ogólnego wydmuchu budynku, a nie do przestrzeni roboczej laboratorium. Wymagania dotyczące systemu wydmuchu ze źródła, patrz *Wskazówki dotyczące przygotowania pomieszczenia*.



**OSTRZEŻENIE!** Zagrożenie promieniowaniem jonizującym, zagrożenie biologiczne lub zagrożenie toksycznymi chemikaliami. System wydmuchu ze źródła należy odprowadzać do odpowiedniego laboratorium lub zewnętrznego kanału wentylacyjnego, aby zapobiec uwalnianiu niebezpiecznych par do środowiska laboratoryjnego.



**OSTRZEŻENIE!** Zagrożenie promieniowaniem jonizującym, zagrożenie biologiczne lub zagrożenie toksycznymi chemikaliami. Jeśli ze spektrometrem mas używany jest system LC, a system wydmuchu ze źródła nie działa prawidłowo, należy wyłączyć system LC do czasu przywrócenia sprawności systemu wydmuchu ze źródła.



**OSTRZEŻENIE!** Zagrożenie pożarem. Do źródła jonów nie kierować więcej niż 3 ml/min rozpuszczalnika łatwopalnego. Przekroczenie maksymalnej prędkości przepływu może spowodować gromadzenie się rozpuszczalnika w źródle jonów. Nie używać źródła jonów, jeżeli system wydmuchu ze źródła nie jest włączony i nie działa, gdy źródło jonów i sonda są prawidłowo zamontowane.

**Uwaga:** Należy upewnić się, że wszystkie węże wydechowe są pewnie podłączone, aby ograniczyć ryzyko przedostania się do pomieszczenia oparów z urządzeń.

Źródło jonów wytwarza pary zarówno próbki, jak i rozpuszczalnika. Pary te potencjalnie stanowią zagrożenie dla środowiska laboratoryjnego. System wydmuchu ze źródła został zaprojektowany do bezpiecznego usuwania i umożliwienia właściwego postępowania z parami próbki i rozpuszczalnika. Po zainstalowaniu źródła jonów spektrometr mas nie działa, jeśli nie działa system wydmuchu ze źródła.

Przełącznik próżniowy zamontowany w obwodzie czujnika wydmuchu ze źródła mierzy próżnię w źródle. Jeśli próżnia w źródle osiągnie wartość powyżej punktu zadanego, a sonda jest zainstalowana, system przejdzie w stan usterki wydmuchu (Not Ready).

## Omówienie źródła jonów

---

Aktywny system wydmuchu usuwa pary ze źródła jonów (gazy, pary rozpuszczalnika i próbki) przez port wydechowy bez wprowadzania szumu chemicznego. Port wydechowy podłączony jest przez komorę odpływową i pompę wydechową źródła do butelki drenażowej, a następnie do dostarczanego przez klienta systemu odprowadzania par ze źródła. Informacje na temat wymagań w zakresie systemu wydmuchu ze źródła — patrz *Wskazówki dotyczące przygotowania pomieszczenia*.

---

**Uwaga:** Należy okresowo sprawdzać system wydmuchu, aby mieć pewność, że przewód wydmuchu nie jest uszkodzony i że żadne opary nie wydostają się do wnętrza pomieszczenia.

---



# Instalacja źródła jonów

# 3



**OSTRZEŻENIE!** Zagrożenie porażeniem prądem. Instalację źródła jonów w spektrometrze mas należy wykonać jako ostatni krok tej procedury. Po zamontowaniu źródła jonów w spektrometrze urządzenie jest podłączone do wysokiego napięcia.

Źródło jonów jest podłączone do interfejsu próżniowego, a na miejscu utrzymują je dwa zatrzaski źródła. Wnętrze źródła jonów jest widoczne przez okienka z boku i z przodu źródła jonów.

Po zainstalowaniu źródła jonów oprogramowanie rozpoznaje źródło i wyświetla jego identyfikację.

**PRZESTROGA:** Potencjalne uszkodzenie systemu. Nie należy podnosić ani przenosić źródła jonów jedną ręką. Źródło jonów jest przeznaczone do podnoszenia lub przenoszenia przy użyciu formowanych uchwytów znajdujących się po obu stronach.

## Wymagane materiały

- Źródło jonów
- Sonda TurbolonSpray®
- Sonda APCI (opcjonalnie)
- Czerwona rurka z tworzywa PEEK (kanał 0,127 mm [0,005 cala])

## Przygotowanie do instalacji



**OSTRZEŻENIE!** Zagrożenie ukłuciem. Podczas obsługi elektrody należy zachować ostrożność. Końcówka elektrody jest wyjątkowo ostra.

**Wskazówka!** Nie wyrzucać pustego opakowania. Należy je wykorzystać do przechowywania nieużywanego źródła jonów.

- Wyreguluj nakrętkę do regulacji elektrody na sondzie, aby przesunąć końcówkę elektrody wewnątrz rurki elektrody.

Dla optymalnej stabilności i sprawności końcówka elektrody powinna wystawać z końca sondy na długość od 0,5 mm do 1,0 mm. Patrz [Optymalizacja pozycji sondy TurbolonSpray®](#) lub [Optymalizacja pozycji sondy APCI](#).

## Instalacja sondy

### Procedury wstępne

- [Wyjmowanie źródła jonów](#)



**OSTRZEŻENIE!** Zagrożenie porażeniem prądem. Dopilnować, by przed kontynuacją źródło jonów zostało całkowicie odłączone od spektrometru mas.

---



**OSTRZEŻENIE!** Zagrożenie ułuciem. Podczas obsługi elektrody należy zachować ostrożność. Kończówka elektrody jest wyjątkowo ostra.

---

**PRZESTROGA:** Potencjalne uszkodzenie systemu. Aby uniknąć uszkodzenia sondy, nie dopuścić, by wystająca końcówka elektrody lub igła elektrody wyładowania koronowego dotykała jakiegokolwiek części obudowy źródła jonów.

---

**PRZESTROGA:** Potencjalne uszkodzenie systemu. Upewnić się, że końcówka igły elektrody wyładowania koronowego jest skierowana w kierunku przeciwnym do otworu, jeśli używana jest sonda TurbolonSpray®.

---

Sonda nie jest instalowana fabrycznie w źródle jonów. Przed wymianą sond zawsze wyjmuj źródło jonów ze spektrometru mas.

---

**Uwaga:** Jeśli sonda nie jest poprawnie zainstalowana w źródle jonów, zasilanie wysokonapięciowe dla spektrometru mas i systemu wydmuchu ze źródła jest wyłączane.

---

1. Upewnij się, że końcówka igły elektrody wyładowania koronowego jest skierowana w kierunku przeciwnym niż otwór płytki osłonowej. Patrz [Regulacja pozycji igły wyładowania koronowego](#).
2. Wprowadź sondę do wieży. Dopasuj otwór w sondzie do bolca śruby regulacyjnej igły wyładowania koronowego u góry źródła jonów. Patrz [Elementy źródła jonów](#).
3. Delikatnie wciskaj sondę, aż jej styki zetkną się ze stykami w wieży.
4. Obróć pierścień ustalający nad sondą, wciśnij do zaczepienia gwintu o gwint na wieży, a następnie dokręć pierścień palcami do oporu.
5. Dotyczy tylko sondy APCI: upewnij się, że końcówka igły wyładowania koronowego jest skierowana w stronę otworu płytki osłonowej. Patrz [Regulacja pozycji igły wyładowania koronowego](#).

## Podłączanie rurki źródła jonów



**OSTRZEŻENIE!** Zagrożenie porażeniem prądem. Nie omijać styku uziemienia. Styk uziemienia zapewnia wyrównanie ładunków między spektrometrem mas a urządzeniem do wprowadzania próbek.

---



**OSTRZEŻENIE!** Zagrożenie promieniowaniem jonizującym, zagrożenie biologiczne lub zagrożenie toksycznymi chemikaliami. Przed rozpoczęciem pracy z urządzeniem należy się upewnić, że nakrętka kapilary próbki jest właściwie dokręcona, aby zapobiec wyciekom.

---

Patrz [Elementy źródła jonów](#).

1. Wprowadź odcinek czerwonej rurki z tworzywa PEEK o długości 30 cm do nakrętki kapilary próbki.
2. Zainstaluj nakrętkę kapilary (rurki) próbki w gnieździe u góry sondy, a następnie dokręć nakrętkę kapilary próbki palcami do oporu.
3. Podłącz drugi koniec rurki do styku uziemienia w źródle jonów.

## Instalacja źródła jonów w spektrometrze mas



**OSTRZEŻENIE!** Zagrożenie porażeniem prądem. Przed instalacją źródła jonów w spektrometrze mas należy zainstalować sondę w źródle jonów.

---



**OSTRZEŻENIE!** Zagrożenie przycięciem palców. Podczas montowania źródła jonów należy uważać, aby nie przyciąć palców między źródłem jonów a interfejsem próżniowym.

---

**PRZESTROGA:** Potencjalne uszkodzenie systemu. Aby uniknąć uszkodzenia sondy, nie dopuścić, by wystająca końcówka elektrody lub igła elektrody wyładowania koronowego dotykała jakiegokolwiek części obudowy źródła jonów.

---

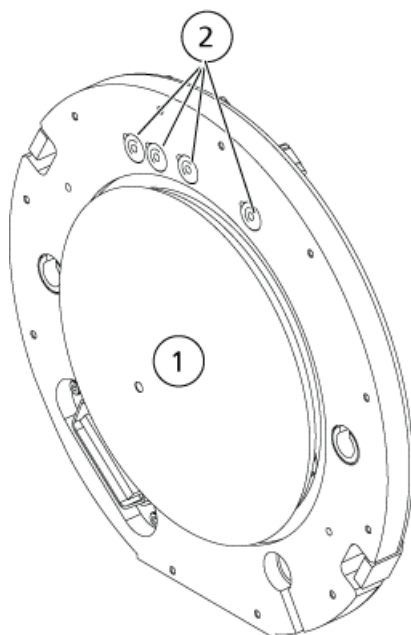
**Uwaga:** Jeśli sonda nie jest poprawnie zainstalowana w źródle jonów, zasilanie wysokonapięciowe dla spektrometru mas i systemu wydmuchu ze źródła jest wyłączane.

---

### Wymogi wstępne

- Upewnij się, że wszystkie pierścienie O-ring znajdują się w interfejsie próżniowym.

**Rysunek 3-1 Uszczelki interfejsu próżniowego**



Pozycja	Opis
1	Płytką osłonowa
2	Uszczelki

1. Upewnij się, że zatrzaski źródła z obu stron źródła jonów są skierowane w górę, jakby wskazywały godzinę 12 na zegarze. Patrz [Elementy źródła jonów](#).
2. Dopasuj źródło jonów do interfejsu próżniowego, pilnując, by bolce prowadzące na źródle jonów pasowały do gniazd na interfejsie próżniowym.
3. Delikatnie dociśnij źródło jonów do interfejsu próżniowego, a następnie obróć zatrzaski źródła jonów w dół, aby zablokować źródło jonów na miejscu.

Spektrometr mas rozpoznaje źródło jonów i wyświetla identyfikację źródła jonów w oprogramowaniu Analyst<sup>®</sup> lub Analyst<sup>®</sup> TF.

4. Podłącz czerwoną rurkę z tworzywa PEEK od urządzenia podającego próbkę do drugiej strony styku uziemienia na źródle jonów.

## Wymogi dotyczące wlotu próbki

- Zastosuj właściwe procedury i praktyki analityczne do zminimalizowania zewnętrznych objętości martwych. Wlot próbki przenosi ciekłą próbkę do wlotu źródła jonów bez strat i przy minimalnej objętości martwej.
- Próbki należy wstępnie przefiltrować, tak by rurki we wlocie próbki nie były blokowane przez cząstki, osady próbek lub sole.
- Upewnij się, że wszystkie złącza są na tyle szczelne, by zapobiec wyciekom. Nie przykręcaj za mocno.

## Kontrola szczelności



---

**OSTRZEŻENIE!** Zagrożenie toksycznymi związkami chemicznymi. Aby uniknąć uszkodzenia skóry lub oczu, należy nosić osobiste wyposażenie ochronne, w tym fartuch laboratoryjny, rękawiczki i okulary ochronne.

---

- Sprawdzaj złącza i przewody pod kątem wycieków.



**OSTRZEŻENIE!** Zagrożenie promieniowaniem jonizującym, zagrożenie biologiczne lub zagrożenie toksycznymi chemikaliami. Źródła jonów należy używać jedynie pod warunkiem dysponowania odpowiednią wiedzą i przeszkoleniem z zakresu właściwego stosowania, zabezpieczania i usuwania materiałów toksycznych lub niebezpiecznych stosowanych ze źródłem jonów.



**OSTRZEŻENIE!** Zagrożenie pożarem. Do źródła jonów nie kierować więcej niż 3 ml/min rozpuszczalnika łatwopalnego. Przekroczenie maksymalnej prędkości przepływu może spowodować gromadzenie się rozpuszczalnika w źródle jonów. Nie używać źródła jonów, jeżeli system wydmuchu ze źródła nie jest włączony i nie działa, gdy źródło jonów i sonda są prawidłowo zamontowane.



**OSTRZEŻENIE!** Zagrożenie dotyczące przebicia, zagrożenie promieniowaniem jonizującym, zagrożenie biologiczne lub zagrożenie toksycznymi chemikaliami. Jeśli okienko źródła jonów jest pęknięte lub rozbite, należy przerwać korzystanie ze źródła i skontaktować się z pracownikiem serwisu firmy SCIEX. Wszelkie materiały toksyczne lub niebezpieczne wprowadzone do urządzenia będą występować w wylocie wydmuchu ze źródła. Spaliny ze sprzętu muszą być odprowadzane z pomieszczenia. Elementy z ostrymi krawędziami należy utylizować zgodnie z przyjętymi procedurami laboratoryjnymi.

Źródło jonów należy optymalizować za każdym razem, gdy zmieni się analiz, prędkość przepływu lub skład fazy ruchomej.

Przy optymalizacji parametrów zależnych od źródła jonów próbkę należy wprowadzać z prędkością przepływu, jaka będzie stosowana podczas analizy, z użyciem analizy przepływowo-nastrzykowej (FIA) lub wlewu jako metody wprowadzania próbek. Przed optymalizacją parametrów zależnych od źródła jonów należy zoptymalizować pozycję źródła jonów.

Na wydajność źródła wpływa kilka parametrów. Wydajność należy optymalizować, wprowadzając znany związek i monitorując sygnał znanego jonu. Należy dostosować ustawienie mikrometru oraz parametrów gazu i napięcia w celu zmaksymalizowania stosunku sygnału do szumu oraz stabilności sygnału.

Patrz [Tryb ESI](#) lub [Tryb APCI](#).

## Wprowadzenie próbki

### Metoda

Strumień ciekłej próbki jest dostarczany do źródła jonów przez pompę chromatograficzną (LC) lub pompę strzykawkową. Jeśli strumień dostarczany jest przez pompę LC, próbka może być wprowadzana bezpośrednio do fazy ruchomej za pomocą analizy przepływowo-nastrzykowej (FIA) lub wlewu przez trójnik, przez pompę strzykawkową bądź przez kolumnę rozdzielczą z wykorzystaniem pętli wstrzykiwacza albo podajnika automatycznego (autosamplera). Jeśli strumień jest dostarczany przez pompę strzykawkową, próbka jest wstrzykiwana bezpośrednio do źródła jonów. Optymalizację wlewu można zastosować tylko do optymalizacji ścieżki jonów i wyboru fragmentu MS/MS.

Strumień ciekłej próbki jest dostarczany do źródła jonów przez pompę chromatograficzną (LC). Próbka może być wprowadzana bezpośrednio do fazy ruchomej za pomocą analizy przepływowo-nastrzykowej (FIA) lub wlewu przez trójnik, przez pompę strzykawkową (niedostarczona wraz z urządzeniem) bądź przez kolumnę rozdzielczą z wykorzystaniem pętli wstrzykiwacza albo podajnika automatycznego (autosamplera).

### Prędkość przepływu

O prędkości przepływu próbki decyduje system LC lub pompa strzykawkowa. Sonda TurbolonSpray® obsługuje prędkości przepływu od 5 µl/min do 3000 µl/min. Sonda APCI obsługuje prędkości przepływu od 50 µl/min do 3000 µl/min.

## Optymalizacja sondy TurbolonSpray®



**OSTRZEŻENIE!** Zagrożenie promieniowaniem jonizującym, zagrożenie biologiczne lub zagrożenie toksycznymi chemikaliami. Należy się upewnić, że system wydmuchu ze źródła jest właściwie podłączony i działa oraz że zapewniono dobrą ogólną wentylację. Wymagana jest odpowiednia wentylacja laboratorium do kontroli emisji rozpuszczalnika i próbki oraz zapewnienia bezpiecznej obsługi spektrometru mas.



**OSTRZEŻENIE!** Zagrożenie pożarem. Do źródła jonów nie kierować więcej niż 3 ml/min rozpuszczalnika łatwopalnego. Przekroczenie maksymalnej prędkości przepływu może spowodować gromadzenie się rozpuszczalnika w źródle jonów. Nie używać źródła jonów, jeżeli system wydmuchu ze źródła nie jest włączony i nie działa, gdy źródło jonów i sonda są prawidłowo zamontowane.



**OSTRZEŻENIE!** Zagrożenie promieniowaniem jonizującym, zagrożenie biologiczne lub zagrożenie toksycznymi chemikaliami. Należy się upewnić, że elektroda wystaje poza końcówkę sondy, aby zapobiec wydostawaniu się groźnych gazów ze źródła. Elektroda nie może być zagłębiona w sondzie.

---

**PRZESTROGA:** Potencjalne uszkodzenie systemu. Jeśli system HPLC podłączony do spektrofotometru mas nie jest sterowany za pomocą oprogramowania, nie należy pozostawiać pracującego spektrometru mas bez nadzoru. Strumień płynu z systemu HPLC może zalać źródło jonów, kiedy spektrometr mas przechodzi w tryb czuwania Standby.

---

**Uwaga:** Aby utrzymać system w czystości i optymalnej sprawności, przy zmianie prędkości przepływu należy dostosować pozycję sondy.

---

**Wskazówka!** Łatwiej jest zoptymalizować sygnał i stosunek sygnału do szumu w przypadku analizy przepływowo-nastrzykowej niż nastrzyków do kolumny.

---

**Uwaga:** W przypadku zbyt wysokiego napięcia źródła IonSpray™ może dojść do wyładowania koronowego. Jest ono widoczne jako błękitna poświata przy końcu sondy. Wyładowanie koronowe prowadzi do obniżenia czułości i stabilności sygnału.

---

## Prędkość przepływu i temperatura źródła jonów

Na optymalną temperaturę sondy TurbolonSpray® wpływa prędkość przepływu przy wprowadzaniu próbki oraz skład rozpuszczalnika próbki. Im wyższa prędkość przepływu lub zawartość wody, tym wyższa temperatura optymalna.

Sonda TurbolonSpray® jest często wykorzystywana przy prędkościach przepływu od 5 µl/min do 1000 µl/min. Wysoka temperatura stosowana jest do zwiększania szybkości parowania, co poprawia wydajność jonizacji, prowadząc do zwiększonej czułości. Wyjątkowo niskie prędkości przepływu rozpuszczalnika o dużej zawartości związków organicznych zazwyczaj nie wymagają podwyższonej temperatury. Patrz [Parametry i napięcia źródła](#).

## Konfiguracja systemu

1. Skonfiguruj pompę HPLC do podawania fazy ruchomej przy pożądanej prędkości przepływu. Patrz [Parametry i napięcia źródła](#).
2. Podłącz styk uziemienia na źródle jonów do pompy HPLC przez wstrzykiwacz wyposażony w pętlę 5 µl lub do podajnika automatycznego (autosamplera).
3. Jeśli stosowany jest autosampler, skonfiguruj go do wykonywania nastrzyków wielokrotnych.



## Przygotowanie systemu

1. Uruchom oprogramowanie Analyst<sup>®</sup> lub Analyst<sup>®</sup> TF.
2. Na pasku Navigation w obszarze **Tune and Calibrate** kliknij dwukrotnie pozycję **Manual Tuning**.
3. Otwórz zoptymalizowaną wcześniej metodę lub utwórz metodę na podstawie związków.
4. Jeśli źródło jonów wystygło, wykonaj następujące czynności:
  - a. Ustaw parametr **Temperature (TEM)** na **450**.
  - b. Poczekaj 30 minut na rozgrzanie źródła jonów.  
Trwający 30 minut okres rozgrzewania zapobiega kondensacji par rozpuszczalnika w zimnej sondzie.
5. Uruchom przepływ i nastrzyk próbki.

## Ustawianie warunków początkowych

1. Upewnij się, że w oknie Tune Method Editor wybrano właściwe ustawienie **Scan Type** i wybrano odpowiednie parametry związku.
2. Na karcie Source/Gas wpisz wartość początkową w polu **Ion Source Gas 1 (GS1)**.  
W przypadku pomp LC użyj dla gazu 1 wartości między 40 a 60.
3. Wpisz wartość początkową w polu **Ion Source Gas 2 (GS2)**.  
W przypadku pomp LC użyj dla gazu 2 wartości między 30 a 50.

---

**Uwaga:** Gaz 2 używany jest dla wyższych prędkości przepływu, typowych w systemie LC, wraz z podwyższoną temperaturą.

---

4. W polu **IonSpray Voltage (IS)** lub **IonSpray Voltage Floating (ISVF)** wpisz wartość właściwą dla spektrometru mas.

**Tabela 4-1 Wartości parametru IS**

Spektrometr mas	Wartość początkowa
Systemy z serii 3500, 4000, 4500, 5000, 5500, 5500+, 6500 i 6500+	4500
Systemy TripleTOF <sup>®</sup>	5500

5. W polu **Curtain Gas (CUR)** wpisz wartość właściwą dla spektrometru mas.

Tabela 4-2 Wartości parametru CUR

Spektrometr mas	Wartość początkowa
Systemy 3500, 4000 i 4500	20
Systemy 5000, 5500 i 5500+	25
Systemy 6500 i 6500+	30
Systemy TripleTOF®	od 20 do 25, w zależności od szybkości przepływu

6. Wpisz wartość **45** w polu **Collision Energy**.

7. Uruchom zbieranie danych.

## Optymalizacja pozycji sondy TurbolonSpray®



**OSTRZEŻENIE!** Zagrożenie promieniowaniem jonizującym, zagrożenie biologiczne lub zagrożenie toksycznymi chemikaliami. Należy się upewnić, że elektroda wystaje poza końcówkę sondy, aby zapobiec wydostawaniu się groźnych gazów ze źródła. Elektroda nie może być zagłębiona w sondzie.



**OSTRZEŻENIE!** Zagrożenie ułknięciem. Podczas obsługi elektrody należy zachować ostrożność. Końcówka elektrody jest wyjątkowo ostra.

Po zoptymalizowaniu sonda wymaga tylko drobnych regulacji. W przypadku wyjęcia sondy bądź zmiany analitu, prędkości przepływu lub składu rozpuszczalnika powtórz procedurę optymalizacji.

Patrz [Elementy źródła jonów](#).

1. Zajrzyj przez okienko obudowy źródła jonów w celu zobaczenia pozycji sondy.
2. Monitoruj sygnał lub stosunek sygnału do szumu w oprogramowaniu Analyst® lub Analyst® TF.
3. Użyj mikrometru poziomego do stopniowej regulacji pozycji sondy, aby uzyskać najlepszy sygnał lub stosunek sygnału do szumu.

Sondę można lekko zoptymalizować po jednej ze stron otworu.

**Wskazówka!** Należy wyregulować ustawienie mikrometru poziomego, aby skierować sprej cieczy z sondy TurbolonSpray® poza otwór w celu uniknięcia zanieczyszczenia otworu, uniknięcia zakłócenia przepływu gazu osłonowego Curtain Gas™, które może skutkować uzyskaniem niestabilnego sygnału, a także uniknięcia zwarcia elektrycznego z powodu obecności cieczy.

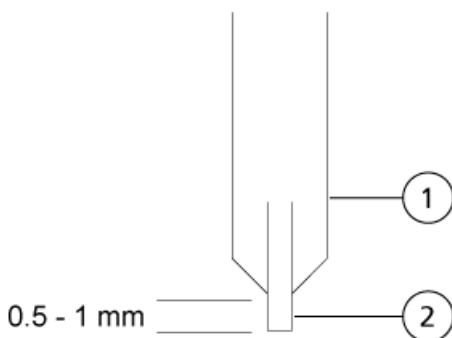
4. Użyj mikrometru pionowego do stopniowej regulacji pozycji sondy, aby uzyskać najlepszy sygnał lub stosunek sygnału do szumu.

**Uwaga:** Pionowe położenie sondy zależy od prędkości przepływu. Przy mniejszych prędkościach przepływu sonda powinna się znajdować bliżej otworu. Przy większych prędkościach przepływu sonda powinna się znajdować dalej od otworu.

5. Wyreguluj czarną nakrętkę do regulacji elektrody na sondzie do przesunięcia rurki elektrody do wnętrza lub na zewnątrz sondy. Zazwyczaj optymalna odległość, na jaką elektroda wystaje poza koniec sondy, wynosi od 0,5 mm do 1,0 mm.

Optymalne ustawienie końcówki elektrody zależy od rodzaju związku. Odległość, na jaką wystaje końcówka elektrody, wpływa na kształt stożka spreju, a to z kolei wpływa na czułość spektrometru mas.

#### Rysunek 4-1 Regulacja wysunięcia końcówki elektrody



Pozycja	Opis
1	Sonda
2	Elektroda

## Optymalizacja parametrów źródła jonów, gazu i napięcia

Zoptymalizuj parametr Ion Source Gas 1 (gaz rozpraszający) w celu uzyskania najlepszej stabilności sygnału i czułości. Gaz Ion Source Gas 2 (gaz grzejny) pomaga w odparowywaniu rozpuszczalnika, co zwiększa jonizację próbki.

Zbyt wysoka temperatura może powodować przedwczesne odparowanie rozpuszczalnika przy końcówce sondy TurbolonSpray®, zwłaszcza wówczas, gdy sonda nadmiernie wystaje, skutkując niestabilnością sygnału i wysokim szumem chemicznym tła. Podobnie zbyt wysoki przepływ gazu grzejnego może spowodować wystąpienie sygnału zaszumionego lub niestabilnego.

Należy stosować najniższe możliwe napięcie IonSpray™ niepowodujące utraty sygnału. Skoncentruj się nie tylko na sygnale, ale też na stosunku sygnału do szumu. W przypadku zbyt wysokiego napięcia źródła IonSpray™ może dojść do wyładowania koronowego. Wyładowanie

## Optymalizacja źródła jonów

---

koronowe jest widoczne jako błękitna poświata przy końcówce sondy TurbolonSpray®. Prowadzi to do obniżenia czułości i stabilności sygnału jonów.

1. Dostosuj parametry **GS1** i **GS2**, zwiększając ich wartość co 5, aby uzyskać najlepszy sygnał lub stosunek sygnału do szumu.
2. Zwiększaj wartość w polu **CUR** do chwili, aż sygnał zacznie słabnąć.

---

**Uwaga:** Aby zapobiec zanieczyszczeniu, stosuj najwyższą możliwą wartość parametru CUR niepowodującą utraty czułości. Parametru CUR nie należy ustawiać poniżej wartości 20. Zapobiega to penetracji przepływu gazu osłonowego Curtain Gas™, która może wprowadzać szumy, oraz chroni przed zanieczyszczeniem otworu, a także podnosi ogólny stosunek sygnału do szumu.

---

3. Dostosuj wartość **IS** lub **ISVF**, zwiększając ją co 500 V, aby uzyskać maksymalny stosunek sygnału do szumu.

## Optymalizacja temperatury turbogrzzałki

Optymalna temperatura grzałki zależy od związku, szybkości przepływu oraz składu fazy ruchomej. Im wyższa szybkość przepływu i większa zawartość wody, tym wyższa będzie optymalna temperatura.

Podczas optymalizacji temperatury źródła upewnij się, że źródło jonów osiągnie równowagę w nowym ustawieniu temperatury.

- Dostosuj wartość **TEM**, zwiększając ją co 50°C do 100°C, aby uzyskać najlepszy sygnał lub stosunek sygnału do szumu.

## Optymalizacja sondy APCI



---

**OSTRZEŻENIE!** Zagrożenie promieniowaniem jonizującym, zagrożenie biologiczne lub zagrożenie toksycznymi chemikaliami. Należy się upewnić, że system wydmuchu ze źródła jest właściwie podłączony i działa oraz że zapewniono dobrą ogólną wentylację. Wymagana jest odpowiednia wentylacja laboratorium do kontroli emisji rozpuszczalnika i próbki oraz zapewnienia bezpiecznej obsługi spektrometru mas.

---



---

**OSTRZEŻENIE!** Zagrożenie pożarem. Do źródła jonów nie kierować więcej niż 3 ml/min rozpuszczalnika łatwopalnego. Przekroczenie maksymalnej prędkości przepływu może spowodować gromadzenie się rozpuszczalnika w źródle jonów. Nie używać źródła jonów, jeżeli system wydmuchu ze źródła nie jest włączony i nie działa, gdy źródło jonów i sonda są prawidłowo zamontowane.

---



**OSTRZEŻENIE!** Zagrożenie promieniowaniem jonizującym, zagrożenie biologiczne lub zagrożenie toksycznymi chemikaliami. Należy się upewnić, że elektroda wystaje poza końcówkę sondy, aby zapobiec wydostawaniu się groźnych gazów ze źródła. Elektroda nie może być zagłębiona w sondzie.

**PRZESTROGA:** Potencjalne uszkodzenie systemu. Jeśli system HPLC podłączony do spektrofotometru mas nie jest sterowany za pomocą oprogramowania, nie należy pozostawiać pracującego spektrometru mas bez nadzoru. Strumień płynu z systemu HPLC może zalać źródło jonów, kiedy spektrometr mas przechodzi w tryb czuwania Standby.

**Uwaga:** Minimalna prędkość przepływu obsługiwana przez sondę APCI wynosi 200 µl/min. Pełną listę parametrów sondy APCI zawiera sekcja [Parametry sondy APCI](#).

**Wskazówka!** Łatwiej jest zoptymalizować sygnał i stosunek sygnału do szumu w przypadku analizy przepływowo-nastrzykowej niż nastrzyków do kolumny.

**Uwaga:** Przy korzystaniu z sondy APCI upewnij się, że igła elektrody wyładowania koronowego jest skierowana w stronę otworu.

## Konfiguracja systemu

1. Skonfiguruj pompę HPLC do podawania fazy ruchomej przy pożądanej prędkości przepływu. Patrz [Parametry i napięcia źródła](#).
2. Podłącz styk uziemienia na źródle jonów do pompy HPLC przez wstrzykiwacz wyposażony w pętlę 5 µl lub do podajnika automatycznego (autosamplera).
3. Jeśli stosowany jest autosampler, skonfiguruj go do wykonywania nastrzyków wielokrotnych.

## Przygotowanie systemu

1. Uruchom oprogramowanie Analyst<sup>®</sup> lub Analyst<sup>®</sup> TF.
2. Na pasku Navigation w obszarze **Tune and Calibrate** kliknij dwukrotnie pozycję **Manual Tuning**.
3. Otwórz zoptymalizowaną wcześniej metodę lub utwórz metodę na podstawie związków.
4. Jeśli źródło jonów wystygło, wykonaj następujące czynności:
  - a. Ustaw parametr **Temperature (TEM)** na **450**.
  - b. Poczekaj 30 minut na rozgrzanie źródła jonów.

Trwający 30 minut okres rozgrzewania zapobiega kondensacji par rozpuszczalnika w zimnej sondzie.

5. Uruchom przepływ i nastrzyk próbki.

## Ustawianie warunków początkowych

1. Upewnij się, że w oknie Tune Method Editor wybrano właściwe ustawienie **Scan Type** i wybrano odpowiednie parametry związku.
2. Wpisz wartość **30** w polu **Ion Source Gas 1 (GS1)**.
3. W polu Curtain Gas (CUR) wpisz wartość właściwą dla spektrometru mas.

**Tabela 4-3 Wartości parametru CUR**

Spektrometr mas	Wartość początkowa
Systemy 3500, 4000 i 4500	20
Systemy 5000, 5500 i 5500+	25
Systemy 6500 i 6500+	30
Systemy TripleTOF®	od 20 do 25, w zależności od szybkości przepływu

4. Wpisz **1** w polu **Nebulizer Current (NC)**.
5. Na karcie Compound w polu **Declustering Potential (DP)** wpisz wartość **100**.
6. Wpisz wartość **45** w polu **Collision Energy**.
7. Uruchom zbieranie danych.

## Optymalizacja przepływu gazu 1 oraz Curtain Gas™

1. Dostosuj parametr **GS1**, zwiększając jego wartość co pięć, aby uzyskać najlepszy sygnał lub stosunek sygnału do szumu.
2. Zwiększaj parametr **CUR** aż natężenie sygnału zacznie się zmniejszać.

---

**Uwaga:** Aby zapobiec zanieczyszczeniu, stosuj najwyższą możliwą wartość parametru CUR niepowodującą utraty czułości. Parametru CUR nie należy ustawiać poniżej wartości 20. Zapobiega to penetracji przepływu gazu osłonowego Curtain Gas™, która może wprowadzać szumy, oraz chroni przed zanieczyszczeniem otworu, a także podnosi ogólny stosunek sygnału do szumu.

---

## Regulacja pozycji igły wyładowania koronowego

### Wymagane materiały

- Izolowany śrubokręt płaski



**OSTRZEŻENIE!** Zagrożenie porażeniem prądem. Należy przestrzegać tej procedury, aby uniknąć kontaktu z wysokim napięciem przyłożonym do igły wyładowania koronowego, płytki osłonowej i turbogrzątek.

Przy korzystaniu z sondy APCI upewnij się, że igła wyładowania koronowego jest skierowana w stronę otworu. Przy korzystaniu z sondy TurbolonSpray® upewnij się, że igła wyładowania koronowego jest skierowana w stronę przeciwną do otworu.

1. Użyj izolowanego śrubokręta płaskiego, aby obrócić śrubę regulacji igły wyładowania koronowego u góry igły.
2. Zajrzyj przez szklane okienko w celu upewnienia się, że igła jest wyrównana względem końcówki skierowanej do otworu.

## Optymalizacja pozycji sondy APCI



**OSTRZEŻENIE!** Zagrożenie promieniowaniem jonizującym, zagrożenie biologiczne lub zagrożenie toksycznymi chemikaliami. Należy się upewnić, że elektroda wystaje poza końcówkę sondy, aby zapobiec wydostawaniu się groźnych gazów ze źródła. Elektroda nie może być zagłębiona w sondzie.

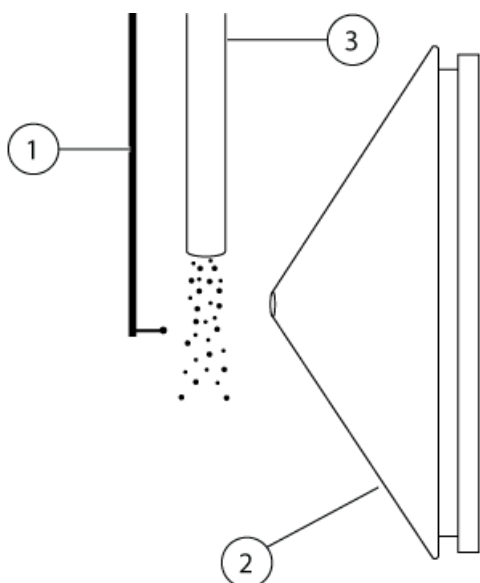


**OSTRZEŻENIE!** Zagrożenie ukłuciem. Podczas obsługi elektrody należy zachować ostrożność. Końcówka elektrody jest wyjątkowo ostra.

Upewnij się, że otwór płytki osłonowej przez cały czas pozostaje wolny od rozpuszczalnika lub kropelek rozpuszczalnika.

Pozycja dyszy rozpylacza wpływa na czułość i stabilność sygnału. Pozycję sondy należy dostosowywać wyłącznie stopniowo. Przy mniejszych prędkościach przepływu ustaw sondę bliżej otworu. Przy większych prędkościach przepływu ustaw sondę dalej od otworu. Po zoptymalizowaniu sonda wymaga tylko drobnych regulacji. W przypadku wyjęcia sondy bądź zmiany analitu, prędkości przepływu lub składu rozpuszczalnika powtórz procedurę optymalizacji.

Rysunek 4-2 Pozycja dyszy rozpylacza



Pozycja	Opis
1	Igła wyładowania koronowego
2	Płytką osłonową
3	Sonda APCI

1. Użyj wcześniejszych ustawień mikrometru poziomego i pionowego lub ustaw je na 5 jako pozycję wyjściową.

---

**Uwaga:** Aby uniknąć ograniczania sprawności spektrometru mas, nie rozpylaj bezpośrednio do otworu.

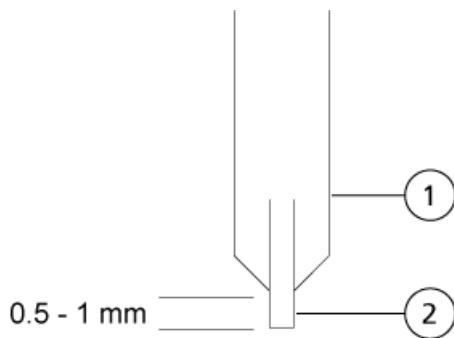
---

2. Monitoruj sygnał lub stosunek sygnału analitów do szumu w oprogramowaniu Analyst<sup>®</sup> lub Analyst<sup>®</sup> TF.
3. Użyj mikrometru poziomego do stopniowej regulacji sondy, aby uzyskać najlepszy sygnał lub stosunek sygnału do szumu.
4. Użyj mikrometru pionowego do stopniowej regulacji sondy, aby uzyskać najlepszy sygnał lub stosunek sygnału do szumu.
5. Wyreguluj czarną nakrętkę do regulacji elektrody na sondzie do przesunięcia rurki elektrody do wnętrza lub na zewnątrz sondy. Końcówka elektrody powinna wystawać z końca sondy na długość od 0,5 mm do 1,0 mm.

Optymalne ustawienie końcówki elektrody zależy od rodzaju związku. Odległość, na jaką wystaje końcówka elektrody, wpływa na kształt stożka spreju, a to z kolei wpływa na czułość spektrometru mas.



Rysunek 4-3 Regulacja wysunięcia końcówki elektrody



Pozycja	Opis
1	Sonda
2	Elektroda

## Optymalizacja prądu nebulizatora

Źródło jonów jest sterowane prądem, nie napięciem. Należy wybrać odpowiedni prąd dla metody zbierania danych, niezależnie od wybranej pozycji źródła jonów.

- Rozpocznij przy wartości parametru **NC** równej 3 i zwiększaj ją lub zmniejszaj, aby uzyskać najlepszy sygnał lub stosunek sygnału do szumu.

Prąd nebulizatora zastosowany do igły wyładowania koronowego zazwyczaj optymalizuje się między 1  $\mu\text{A}$  a 5  $\mu\text{A}$  w trybie dodatnim. Jeśli przy zwiększaniu prądu nie obserwuje się zmian sygnału, należy pozostawić prąd przy najniższej wartości zapewniającej najlepszy sygnał lub stosunek sygnału do szumu.

## Optymalizacja temperatury sondy APCI

Na optymalną temperaturę sondy APCI wpływa ilość i rodzaj rozpuszczalnika. Przy większych prędkościach przepływu wzrasta temperatura optymalna.

- Dostosuj wartość **TEM**, zwiększając ją co 50°C do 100°C, aby uzyskać najlepszy sygnał lub stosunek sygnału do szumu.

## Wskazówki dotyczące optymalizacji

Optymalizacja źródła jonów minimalizuje potrzebę czyszczenia elementów źródła jonów i interfejsu próżniowego.

- Przy optymalizacji związków użyj najwyższej możliwej temperatury. Dla wielu związków często stosowana jest temperatura 700°C. Wysoka temperatura pomaga w utrzymaniu czystości źródła jonów i obniżeniu szumu tła.

## Optymalizacja źródła jonów

---

- Użyj najwyższej możliwej wartości prędkości przepływu gazu osłonowego Curtain Gas™ (CUR) niepowodującej obniżania sygnału. Takie ustawienie pomaga:
  - zapobiegać penetracji przepływu gazu osłonowego Curtain Gas™, która może wprowadzać szumy,
  - zapobiegać zanieczyszczeniu otworu,
  - zwiększać ogólny stosunek sygnału do szumu.
- Należy wyregulować ustawienie mikrometru poziomego, aby skierować sprej cieczy z sondy poza otwór i w ten sposób:
  - zapobiegać zanieczyszczeniu otworu,
  - zapobiegać zakłóceniom przepływu gazu osłonowego Curtain Gas™, które mogą skutkować niestabilnością sygnału,
  - zapobiegać spięciom elektrycznym na skutek obecności cieczy.  
W tym celu należy za pomocą mikrometru pionowego przesunąć sondę w górę.
- Należy stosować najniższe możliwe napięcie IonSpray™ niepowodujące utraty sygnału. Skoncentruj się nie tylko na sygnale, ale też na stosunku sygnału do szumu.

Poniższe ostrzeżenia dotyczą wszystkich procedur konserwacji opisanych w tej sekcji.



**OSTRZEŻENIE!** Zagrożenie gorącą powierzchnią. Przed rozpoczęciem dowolnych czynności konserwacyjnych pozostawić źródło jonów do ostygnięcia na co najmniej 30 minut. Powierzchnie źródła jonów nagrzewają się podczas pracy.



**OSTRZEŻENIE!** Zagrożenie pożarowe i toksycznymi chemikaliami. Palne ciecze należy trzymać z dala od ognia oraz iskiei i używać ich tylko w aktywnych wyciągach lub komorach bezpieczeństwa.



**OSTRZEŻENIE!** Zagrożenie toksycznymi związkami chemicznymi. Aby uniknąć uszkodzenia skóry lub oczu, należy nosić osobiste wyposażenie ochronne, w tym fartuch laboratoryjny, rękawiczki i okulary ochronne.



**OSTRZEŻENIE!** Zagrożenie promieniowaniem jonizującym, zagrożenie biologiczne, zagrożenie porażeniem prądem lub zagrożenie toksycznymi chemikaliami. W przypadku rozlania związku chemicznego należy zapoznać się z kartą charakterystyki produktu w celu uzyskania szczegółowych instrukcji. Przed rozpoczęciem czyszczenia wycieku w pobliżu źródła jonów upewnić się, że system jest w trybie Standby. Aby ograniczyć rozlanie, należy stosować właściwe osobiste środki ochronne i chłonne ściereczki, a następnie zutylizować materiał zgodnie z lokalnymi przepisami.



**OSTRZEŻENIE!** Zagrożenie porażeniem prądem. Należy unikać kontaktu z wysokim napięciem przyłożonym do źródła jonów podczas pracy. Przed regulacją kapilary próbki lub innego sprzętu blisko źródła jonów urządzenie należy przestawić w tryb czuwania Standby.



**OSTRZEŻENIE!** Zagrożenie dotyczące przebicia, zagrożenie promieniowaniem jonizującym, zagrożenie biologiczne lub zagrożenie toksycznymi chemikaliami. Jeśli okienko źródła jonów jest pęknięte lub rozbite, należy przerwać korzystanie ze źródła i skontaktować się z pracownikiem serwisu firmy SCIEIX. Wszelkie materiały toksyczne lub niebezpieczne wprowadzone do urządzenia będą występować w wylocie wydmuchu ze źródła. Spaliny ze sprzętu muszą być odprowadzane z pomieszczenia. Elementy z ostrymi krawędziami należy utylizować zgodnie z przyjętymi procedurami laboratoryjnymi.

## Konserwacja źródła jonów

---

**PRZESTROGA: Potencjalne uszkodzenie systemu. Nie należy podnosić ani przenosić źródła jonów jedną ręką. Źródło jonów jest przeznaczone do podnoszenia lub przenoszenia przy użyciu formowanych uchwytów znajdujących się po obu stronach.**

---

Niniejsza sekcja zawiera ogólne procedury konserwacji źródła jonów. W celu określenia częstości czyszczenia źródła jonów lub wykonywania konserwacji zapobiegawczej należy wziąć pod uwagę następujące czynniki:

- badane związki,
- czystość próbek i techniki przygotowania próbek,
- czas, przez jaki bezczynna sonda zawiera próbkę,
- całkowity czas pracy systemu.

Czynniki te powodują zmiany wydajności źródła jonów, co wskazuje, że wymagana jest konserwacja.

Upewnij się, że zamontowane źródło jonów jest ściśle przymocowane do spektrometru mas, bez objawów ucieczki gazu. Regularnie sprawdzaj szczelność źródła jonów i jego złączy. Regularnie czyść elementy źródła jonów, aby utrzymać źródło jonów w dobrym stanie.

---

**PRZESTROGA: Potencjalne uszkodzenie systemu. Aby uniknąć uszkodzenia sprzętu, należy stosować wyłącznie zalecaną metodę czyszczenia.**

---

### Wymagane materiały

- Otwarty klucz 0,635 cm (1/4 cala)
- Śrubokręt płaski
- Metanol czystości MS
- Woda dejonizowana czystości HPLC
- Okulary ochronne
- Maski oddechowa z filtrem
- Bezpułdrowe rękawiczki (zalecane nitylowe lub neoprenowe)
- Fartuch laboratoryjny

## Zalecany harmonogram konserwacji

Poniższa tabela przedstawia zalecany harmonogram czyszczenia i konserwacji źródła jonów. Listę materiałów eksploatacyjnych i części zamiennych zawiera *Przewodnik dotyczący części i wyposażenia źródeł jonów i spektrometrów mas*.

---

**Wskazówka!** Czynności konserwacyjne należy wykonywać regularnie, aby się upewnić, że spektrometr mas pracuje w sposób optymalny.

---

W celu zamówienia materiałów eksploatacyjnych oraz spełnienia podstawowych wymogów serwisowych i konserwacyjnych należy skontaktować się z wykwalifikowanym technikiem serwisowym (QMP). W celu spełnienia wszelkich pozostałych wymogów serwisowych i konserwacyjnych należy skontaktować się z pracownikiem serwisu (FSE) firmy SCIEX.

**Uwaga:** Numery katalogowe zawiera *Przewodnik dotyczący części i wyposażenia* spektrometru mas.

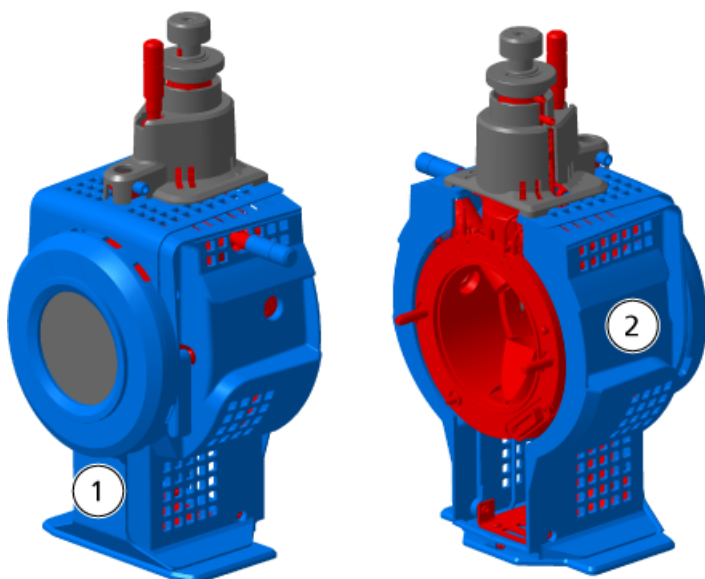
**Tabela 5-1 Zadania konserwacyjne źródła jonów**

Element	Częstotliwość	Czynność	Więcej informacji...
Sondy TurbolonSpray® i APCI	W miarę potrzeby	Kontrola i wymiana	Patrz: <a href="#">Wyjmowanie sondy</a> oraz <a href="#">Instalacja sondy</a> .
Elektrody TurbolonSpray® i APCI	W razie potrzeby	Kontrola i wymiana	Patrz: <a href="#">Wymiana elektrody</a> .
Igła wyładowania koronowego	W miarę potrzeby	Wymiana	Patrz: <a href="#">Wymiana igły wyładowania koronowego</a> .
Turbogrzałka	W miarę potrzeby	Wymiana	Skontaktuj się z lokalnym wykwalifikowanym technikiem serwisowym (QMP) lub z pracownikiem serwisu (FSE).
Złącza kapilary próbki	W miarę potrzeby	Wymiana	Patrz <a href="#">Podłączanie rurki źródła jonów</a> .

## Obsługa źródła jonów

Powierzchnie źródła jonów nagrzewają się podczas pracy. [Rysunek 5-1](#) przedstawia powierzchnie o niższej temperaturze (niebieskie i szare) oraz powierzchnie gorące przez dłuższy czas (czerwone). Podczas korzystania ze źródła jonów lub jego wyjmowania nie należy dotykać pokazanych poniżej powierzchni w kolorze czerwonym.

Rysunek 5-1 Gorące powierzchnie źródła jonów (czerwony=gorące, szary=ciepłe, niebieski=zachować ostrożność)



Pozycja	Opis
1	Przód
2	Tył

## Wymywanie źródła jonów

**Uwaga:** (Systemy 3500, 4500, 5500, 5500+, 6500, 6500+ oraz TripleTOF<sup>®</sup>) : po wyłączeniu spektrometru mas lub wymontowaniu z systemu źródła jonów przepływ azotu trwa dalej z natężeniem 5,3 l/min. W celu zminimalizowania zużycia gazu i utrzymania czystości nieużywanego spektrometru mas, źródło jonów należy pozostawić zainstalowane w spektrometrze mas i zostawić system włączony.

Źródło jonów można wyjąć szybko i łatwo bez stosowania narzędzi. Zawsze wyjmuj źródło jonów ze spektrometru mas przed przeprowadzeniem czynności konserwacyjnych źródła jonów lub wymianą sond.

1. Zatrzymaj wszelkie wykonywane skany.
2. Wyłącz strumień próbki.
3. Jeśli stosowane są grzałki, wpisz **0** w polu **TEM**.
4. Odczekaj co najmniej 30 minut do ostygnięcia źródła jonów.
5. Odłącz kapilarę próbki od styku uziemienia.
6. Obróć dwa zaciski źródła w górę do pozycji godziny 12 zegara i zwolnij źródło jonów.

7. Ostrożnie wyjmij źródło jonów z interfejsu próżniowego.

**Uwaga:** Należy uważać, aby nie zgubić uszczelki zainstalowanej na interfejsie próżniowym.

8. Połóż źródło jonów na czystej, stabilnej powierzchni.

## Czyszczenie powierzchni źródła jonów

### Procedury wstępne

- Wyjmowanie źródła jonów



**OSTRZEŻENIE!** Zagrożenie porażeniem prądem. Przed rozpoczęciem tej procedury należy wyjąć źródło jonów ze spektrometru mas. Należy przestrzegać zasad BHP w zakresie pracy z prądem.

Powierzchnie źródła jonów należy wyczyścić po rozlaniu lub zabrudzeniu.

- Wytrzyj powierzchnie źródła jonów miękką zwilżoną szmatką.

## Czyszczenie sond

Źródło jonów należy okresowo przemywać, niezależnie od typów analizowanych związków. W tym celu należy skonfigurować w oprogramowaniu Analyst<sup>®</sup> lub Analyst<sup>®</sup> TF odpowiednią metodę, w szczególności dotyczącą operacji przepłukiwania.

- Przełącz na fazę ruchomą składającą się z mieszaniny 1:1 woda:acetonitryl lub 1:1 woda:metanol.
- Dostosuj pozycję sondy tak, by znajdowała się możliwie najdalej od dyszy.
- W oprogramowaniu Analyst<sup>®</sup> lub Analyst<sup>®</sup> TF wykonaj następujące czynności:
  - Utwórz metodę MS.
  - Ustaw parametr **TEM** na wartość od **500** do **600**.
  - Ustaw parametry **GS1** i **GS2** na wartość co najmniej **40**.
  - Ustaw parametr **CUR** na najwyższą możliwą wartość.
- Odczekaj na osiągnięcie zadanego punktu **TEM**.
- Upewnij się, że sonda i rurki próbki zostały gruntownie przepłukane.

## Wyjmowanie sondy



**OSTRZEŻENIE!** Zagrożenie porażeniem prądem. Przed rozpoczęciem tej procedury należy wyjąć źródło jonów ze spektrometru mas. Należy przestrzegać zasad BHP w zakresie pracy z prądem.

---

**PRZESTROGA:** Potencjalne uszkodzenie systemu. Aby uniknąć uszkodzenia sondy, nie dopuścić, by wystająca końcówka elektrody lub igła elektrody wyładowania koronowego dotykała jakiegokolwiek części obudowy źródła jonów.

---

Sondę można wyjąć szybko i łatwo bez stosowania narzędzi. Zawsze wyjmuj źródło jonów ze spektrometru mas przed wymianą sond lub przeprowadzeniem czynności konserwacyjnych na sondzie.

### Procedury wstępne

- [Wyjmowanie źródła jonów](#)

1. Poluzuj nakrętkę kapilary próbki, a następnie odłącz kapilarę próbki od sondy.
2. Poluzuj pierścień ustalający mocujący sondę do obudowy źródła jonów.
3. Delikatnie wyjmij sondę z wieży prosto do góry.
4. Połóż sondę na stabilnej, czystej powierzchni.

## Wymiana elektrody



**OSTRZEŻENIE!** Zagrożenie porażeniem prądem. Przed rozpoczęciem tej procedury należy wyjąć źródło jonów ze spektrometru mas. Należy przestrzegać zasad BHP w zakresie pracy z prądem.

---



**OSTRZEŻENIE!** Zagrożenie ukłuciem. Podczas obsługi elektrody należy zachować ostrożność. Końcówka elektrody jest wyjątkowo ostra.

---

Sonda zawiera elektrodę. Elektrodę należy wymienić w przypadku spadku wydajności.

---

**Uwaga:** Po wymianie elektrody należy ocenić wpływ wymiany na wydajność systemu.

---

### Procedury wstępne

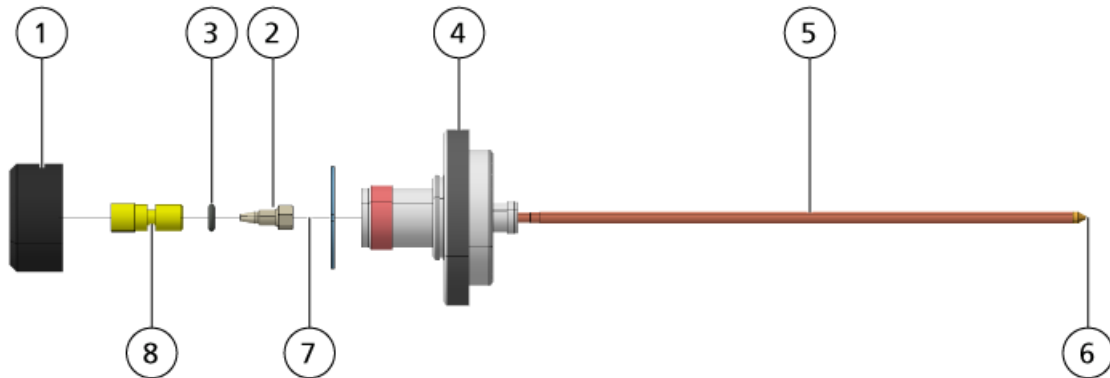
- [Wyjmowanie źródła jonów](#)
- [Wyjmowanie sondy](#)



Ta procedura dotyczy obu sond.

1. Wykręć nakrętkę regulacyjną elektrody, a następnie wyjmij elektrodę.
2. Przytrzymując sondę z końcówką skierowaną w dół (dzięki czemu sprężyna pozostanie w sondzie), zamocuj złącze próbki na złączce z tworzywa PEEK, przykręcając palcami.

**Rysunek 5-2 Sonda, widok powiększony**



Pozycja	Opis
1	Nakrętka regulacji elektrody
2	Nakrętka blokująca 0,635 cm (1/4 cala)
3	Sprężyna
4	Pierścień ustalający
5	Rurka rozpylacza
6	Końcówka elektrody
7	Rurka elektrody
8	Złączka z tworzywa PEEK

3. Wyciągnij złączkę z tworzywa PEEK i podłączoną rurkę elektrody z sondy.
4. Wyjmij złączkę sondy ze złączki z tworzywa PEEK.
5. Użyj otwartego klucza 0,635 cm (1/4 cala) do odkręcenia nakrętki blokującej utrzymującej rurkę elektrody w złączce z tworzywa PEEK.
6. Wyjmij rurkę elektrody z nakrętki blokującej.
7. Włóż nową rurkę elektrody w nakrętkę mocującą, a następnie do złączki z tworzywa PEEK.

Upewnij się, że elektroda jest wprowadzona do złączki z tworzywa PEEK do oporu. W przypadku występowania przerwy między rurką elektrody a przeznaczonym na nią miejscem w złączce może wystąpić objętość martwa.

## Konserwacja źródła jonów

---

8. Dokręć nakrętkę mocującą.

Nie uszkodź gwintu ani nie dokręć zbyt mocno nakrętki, ponieważ może to doprowadzić do wycieku z rurki.

9. Upewnij się, że sprężyna wciąż znajduje się wewnątrz sondy, a następnie dokręć nakrętkę regulacji elektrody.

10. Wyrównaj rurkę elektrody z wąskim otworem w rurce rozpylacza, a następnie włóż do sondy złączkę z tworzywa PEEK z podłączoną rurką elektrody. Uważaj, żeby nie zgiąć rurki elektrody.

11. Zainstaluj i dokręć nakrętkę regulacyjną elektrod.

12. Zainstaluj sondę. Patrz [Instalacja sondy](#).

13. Zainstaluj źródło jonów w spektrometrze mas. Patrz [Instalacja źródła jonów](#).

14. Podłącz kapilarę próbki. Patrz [Podłączanie rurki źródła jonów](#).

15. Dostosuj wysunięcie końcówki elektrody. Patrz [Optymalizacja pozycji sondy TurbolonSpray®](#) lub [Optymalizacja pozycji sondy APCI](#).

## Wymiana igły wyładowania koronowego



---

**OSTRZEŻENIE!** Zagrożenie porażeniem prądem. Przed rozpoczęciem tej procedury należy wyjąć źródło jonów ze spektrometru mas. Należy przestrzegać zasad BHP w zakresie pracy z prądem.

---



---

**OSTRZEŻENIE!** Zagrożenie ukłuciem. Należy ostrożnie obchodzić się z igłą. Końcówka igły jest wyjątkowo ostra.

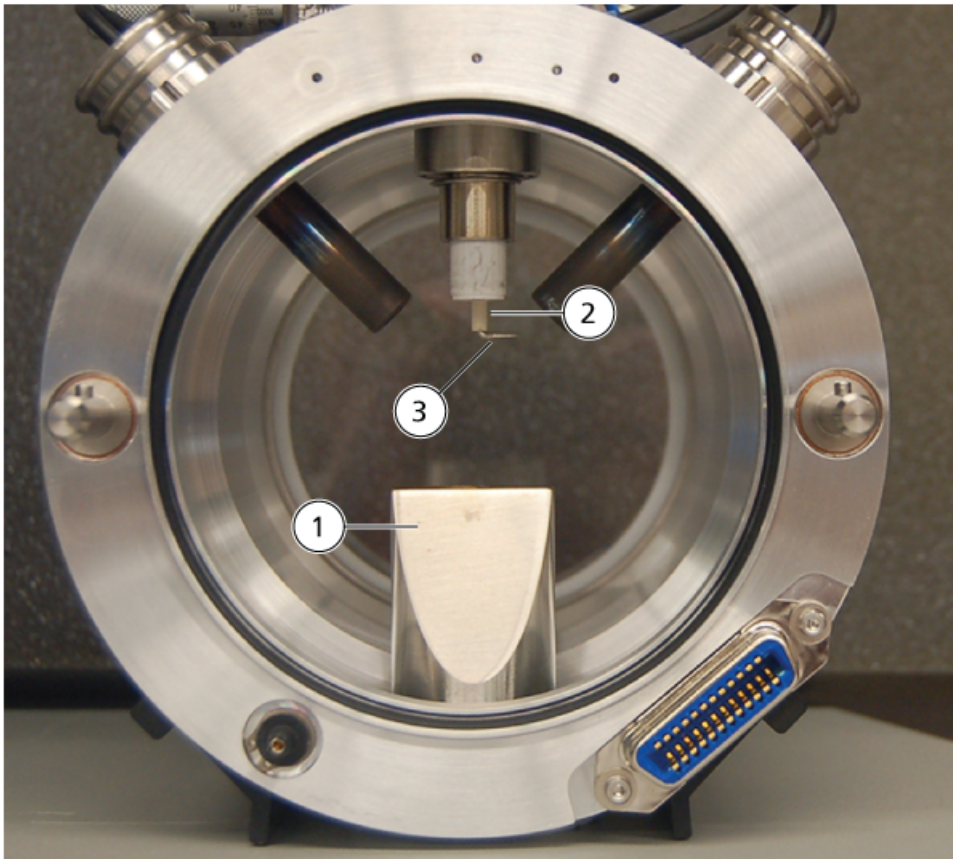
---

Procedury wstępne
<ul style="list-style-type: none"><li>• <a href="#">Wyjmowanie źródła jonów</a></li><li>• <a href="#">Wyjmowanie sondy</a></li></ul>

W przypadku wystąpienia korozji końcówki igły wyładowania koronowego jej wyjęcie ręką może nie być możliwe. W takim przypadku należy odciąć końcówkę igły w celu jej usunięcia, a następnie wymienić całą igłę wyładowania koronowego.

1. Obróć źródło jonów tak, by umożliwić dostęp do otwartej strony.

Rysunek 5-3 Igła wyładowania koronowego



Pozycja	Opis
1	Kanał wydechowy
2	Kołnierz ceramiczny
3	Końcówka igły wyładowania koronowego

2. Trzymając śrubę regulacyjną igły wyładowania koronowego (patrz [Elementy źródła jonów](#)) kciukiem i palcem wskazującym jednej dłoni i igłę wyładowania koronowego drugą dłonią, obróć końcówkę igły wyładowania koronowego w lewo, aby poluzować końcówkę, po czym ostrożnie ją zdejmij.
3. Delikatnie pociągnij igłę wyładowania koronowego w dół przez kanał wydechowy w celu jej wyjęcia.
4. Włóż nową igłę przez kanał wydechowy do kołnierza ceramicznego najgłębiej, jak się da.

## Konserwacja źródła jonów

---

5. Trzymając nową końcówkę kciukiem i palcem wskazującym jednej dłoni i śrubę regulacyjną igły wyładowania koronowego drugą dłonią, obróć końcówkę igły wyładowania koronowego w prawo, aby zainstalować końcówkę.
6. Włóż sondę i zainstaluj źródło jonów w spektrometrze mas. Patrz [Instalacja źródła jonów](#).

## Wymiana kapilary próbki



**OSTRZEŻENIE!** Zagrożenie porażeniem prądem. Przed rozpoczęciem tej procedury należy wyjąć źródło jonów ze spektrometru mas. Należy przestrzegać zasad BHP w zakresie pracy z prądem.

### Procedury wstępne

- Zatrzymaj przepływ próbki i upewnij się, że wszelki pozostały gaz został usunięty przez system wydmuchu źródła.
- [Wyjmowanie źródła jonów](#).

W przypadku zablokowania kapilary próbki do jej wymiany zastosuj poniższą procedurę.

1. Odłącz kapilarę (rurkę) próbki od sondy i od styku uziemienia.
2. Wymień kapilarę próbki na rurkę odpowiedniej długości, przycinając ją odpowiednim nożem. Patrz [Podłączanie rurki źródła jonów](#).
3. Zainstaluj źródło jonów. Patrz [Instalacja źródła jonów](#).
4. Uruchom przepływ próbki.

## Transport i przechowywanie



**OSTRZEŻENIE!** Zagrożenie dla środowiska. Nie wyrzucać elementów systemu jako odpadów komunalnych. Podczas utylizacji elementów należy postępować zgodnie z lokalnymi przepisami.

Wymagania środowiskowe dotyczące przechowywania i transportu źródła jonów:

- Temperatura otoczenia: od  $-30^{\circ}\text{C}$  do  $+60^{\circ}\text{C}$  (od  $-22^{\circ}\text{F}$  do  $140^{\circ}\text{F}$ )
- Ciśnienie atmosferyczne: od 75 kPa do 101 kPa
- Wilgotność względna: maks. 99%

# Rozwiązywanie problemów ze źródłem jonów

# 6

Objaw	Możliwa przyczyna	Działanie naprawcze
Oprogramowanie Analyst <sup>®</sup> lub Analyst <sup>®</sup> TF zgłasza przejście spektrometru mas w stan usterki.	<ol style="list-style-type: none"><li>1. Nie zainstalowano sondy.</li><li>2. Sonda nie została dobrze zamocowana.</li></ol>	<ol style="list-style-type: none"><li>1. Zainstaluj sondę. Patrz <a href="#">Instalacja sondy</a>.</li><li>2. Ponownie zainstaluj sondę:<ol style="list-style-type: none"><li>a. Wyjmij sondę. Patrz <a href="#">Wyjmowanie sondy</a>.</li><li>b. Zainstaluj sondę, dobrze dokręcając pierścień ustalający. Patrz <a href="#">Instalacja sondy</a>.</li></ol></li></ol>
Oprogramowanie Analyst <sup>®</sup> lub Analyst <sup>®</sup> TF sygnalizuje, że określona sonda jest w użyciu, podczas gdy zainstalowana jest inna sonda.	Spalony bezpiecznik F3.	Skontaktuj się z pracownikiem serwisu.
Sprej niejednorodny.	Zablokowana elektroda.	Wymień elektrodę. Patrz <a href="#">Wymiana elektrody</a> .
Niska czułość.	<ol style="list-style-type: none"><li>1. Brudne elementy interfejsu.</li><li>2. W rejonie analizatora znajdują się pary rozpuszczalnika lub inne nieznanne związki.</li></ol>	<ol style="list-style-type: none"><li>1. Wyczyść elementy interfejsu i ponownie zainstaluj źródło jonów.</li><li>2. Zoptymalizuj przepływ gazu osłonowego Curtain Gas<sup>™</sup>. Patrz <a href="#">Optymalizacja źródła jonów</a>.</li></ol>
Podczas testów źródło jonów nie spełnia parametrów specyfikacji.	<ol style="list-style-type: none"><li>1. Roztwór do testu nie został przygotowany prawidłowo.</li><li>2. Spektrometr mas nie przeszedł testów instalacji.</li></ol>	<ol style="list-style-type: none"><li>1. Potwierdź, że roztwór do testu został przygotowany prawidłowo.</li><li>2. Jeśli nie można rozwiązać problemu, skontaktuj się z pracownikiem serwisu (FSE) w celu przeprowadzenia testów instalacyjnych.</li></ol>

## Rozwiązywanie problemów ze źródłem jonów

Objaw	Możliwa przyczyna	Działanie naprawcze
Wysoki szum tła.	<ol style="list-style-type: none"> <li>1. Zbyt wysoka wartość parametru Temperature (TEM).</li> <li>2. Zbyt wysoka wartość przepływu gazu grzejącego (GS2).</li> <li>3. Zanieczyszczone źródło jonów.</li> </ol>	<ol style="list-style-type: none"> <li>1. Zoptymalizuj temperaturę.</li> <li>2. Zoptymalizuj przepływ gazu grzejącego.</li> <li>3. Wyczyść lub wymień elementy źródła jonów, a następnie przeprowadź kondycjonowanie źródła jonów i interfejsu:             <ol style="list-style-type: none"> <li>a. Przesuń sondę do najdalszej pozycji od otworu (pionowo i poziomo).</li> <li>b. Upewnij się, że grzałka interfejsu jest włączona.</li> <li>c. Wlej lub wstrzyknij mieszaninę 50:50 metanol:woda przy prędkości przepływu pompy 1 ml/min.</li> <li>d. W oprogramowaniu Analyst<sup>®</sup> lub Analyst<sup>®</sup> TF ustaw wartości parametrów: <b>TEM</b> — <b>650</b>, <b>GS1</b> — <b>60</b>, <b>GS2</b> — <b>60</b>.</li> <li>e. Ustaw wartość parametru <b>CUR</b> na <b>45</b> lub <b>50</b>.</li> <li>f. W celu uzyskania najlepszych wyników uruchom na minimum 2 godziny, najlepiej na całą noc.</li> </ol> </li> </ol>

## Rozwiązywanie problemów ze źródłem jonów

Objaw	Możliwa przyczyna	Działanie naprawcze
Obniżona sprawność źródła jonów.	<ol style="list-style-type: none"><li>1. Nie zoptymalizowano sondy.</li><li>2. Próbkę nie została właściwie przygotowana lub uległa rozkładowi.</li><li>3. Złącza wprowadzania próbki przeciekają.</li></ol>	<ol style="list-style-type: none"><li>1. Przeprowadź optymalizację sondy. Patrz: <a href="#">Optymalizacja sondy TurbolonSpray®</a> lub <a href="#">Optymalizacja sondy APCI</a>.</li><li>2. Upewnij się, że próbka została właściwie przygotowana.</li><li>3. Upewnij się, że złącza są szczelne i wymień je, jeśli wycieki nie ustąpią. Nie przykręcaj złącz za mocno.</li><li>4. Zainstaluj i zoptymalizuj alternatywne źródło jonów. Jeśli problem nie ustąpi, skontaktuj się z pracownikiem serwisu (FSE).</li></ol>
Wystąpienie łuku lub iskier.	Nieprawidłowa pozycja igły wyładowania koronowego.	Obróć igłę wyładowania koronowego w stronę płytki osłonowej, przeciwnie do strumienia gazu grzejnego. Patrz <a href="#">Regulacja pozycji igły wyładowania koronowego</a> .

## Tryb jonizacji elektrospreju (ESI)

Sonda znajduje się centralnie między dwiema turbogrzałkami umieszczonymi pod kątem 45 stopni po obu stronach sondy. Połączenie wypływu IonSpray™ i ogrzewanego suchego gazu z turbogrzałek emitowane jest pod kątem 90 stopni względem otworu w płytce osłonowej.

W źródle można generować jony w fazie gazowej tylko tych związków, które ulegają jonizacji w ciekłym rozpuszczalniku. Wydajność i stopień generowania jonów zależne są od energii solwatacji konkretnych jonów. Jony o niższej energii solwatacji charakteryzują się wyższym prawdopodobieństwem odparowania niż jony o wyższej energii solwatacji.

Oddziaływanie napięcia IonSpray™ i turbogrzałek pomaga skupić strumień i zwiększa szybkość parowania kropelek, prowadząc do podwyższenia sygnału jonów. Ogrzewany gaz podnosi wydajność odparowywania jonów, prowadząc do wyższej czułości i zdolności obsługi wyższych prędkości przepływu ciekłych próbek.

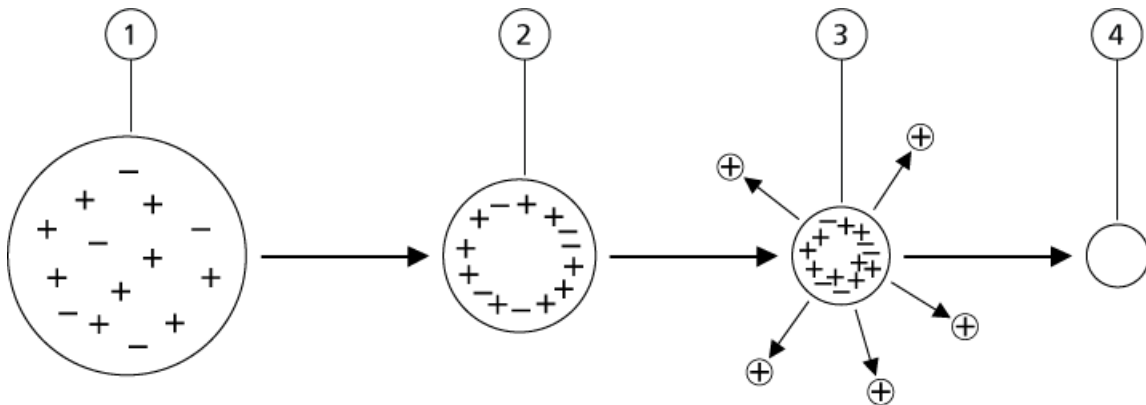
Szybki przepływ gazu rozpraszającego odrywa kropelki ze strumienia ciekłej próbki na wlocie sondy IonSpray™. Wykorzystując zmienne wysokie napięcie przykładane do rozpylacza, źródło jonów doprowadza ładunek netto do każdej kropelki. Ładunek ten pomaga w rozpraszaniu kropelek. Jony jednej polaryzacji są preferencyjnie przyciągane do kropelek przez wysokie napięcie przy odrywaniu ze strumienia cieczy. Jednakże to rozdzielanie jest niekompletne i każda kropelka zawiera wiele jonów obu polaryzacji. W każdej kropelce dominują jony jednej polaryzacji, a różnica między liczbą jonów o ładunku dodatnim i ujemnym prowadzi do powstania ładunku netto. Do parowania jonów dostępny jest tylko nadmiar jonów o dominującej polaryzacji, a tylko część z nich ulega faktycznemu parowaniu.

Sonda może generować jony o wielokrotnym ładunku ze związków o wielu zestawach ładunków, takich jak peptydy i oligonukleotydy. Jest to przydatne podczas analizy związków o wysokiej masie cząsteczkowej, gdzie wielokrotne ładunki generują jony o stosunku masy do ładunku ( $m/z$ ) w zakresie mas spektrometru mas. Umożliwia to rutynowe oznaczenia mas cząsteczkowych związków w zakresie kilodaltonów (kDa).

Jak pokazuje [Rysunek A-1](#), każda naładowana kropelka zawiera rozpuszczalnik oraz jony dodatnie i ujemne, ale z jonami dominującej polaryzacji. Jako medium przewodzące nadmiarowe ładunki gromadzą się na powierzchni kropelki. W miarę parowania rozpuszczalnika pole elektryczne na powierzchni kropelki narasta ze względu na zmniejszający się promień kropelki.



Rysunek A-1 Parowanie jonu



Pozycja	Opis
1	Kropelka zawierająca jony obu polaryzacji z dominującą jedną polaryzacją.
2	W miarę parowania rozpuszczalnika pole elektryczne na powierzchni kropelki narasta, a jony przemieszczają się na powierzchnię.
3	Przy pewnym krytycznym natężeniu pola jony są emitowane z kropelek.
4	Resztki nielotne pozostają jako cząstki suche.

Jeśli kropelka zawiera nadmiar jonów i z kropelki odparuje dostateczna ilość rozpuszczalnika, osiągnięte jest krytyczne natężenie pola, przy którym jony są wyrzucane z powierzchni. W końcu cały rozpuszczalnik wyparuje z kropelki, pozostawiając suchą cząstkę składającą się z nielotnych składników roztworu próbki.

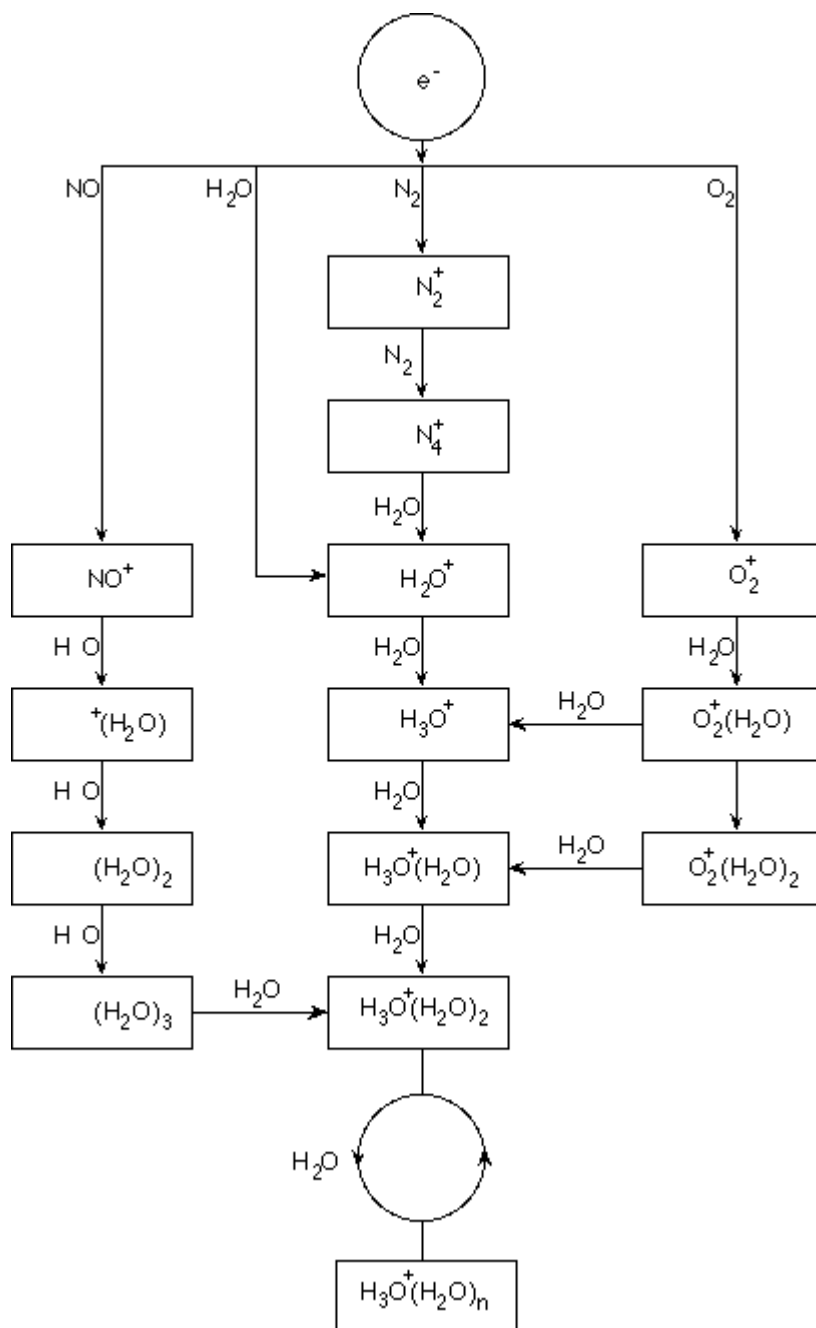
Ponieważ energie solwatacji dla większości cząsteczek organicznych są nieznane, trudno jest przewidzieć podatność danego jonu organicznego na odparowywanie jonów. Znaczenie energii solwatacji jest oczywiste, ponieważ środki powierzchniowo czynne gromadzące się na powierzchni cieczy można wykrywać z bardzo dużą czułością.

## Tryb APCI

Podstawą występujących w przeszłości niezgodności w łączeniu chromatografii cieczowej ze spektrometrią mas były trudności w zamianie stosunkowo nielotnych cząsteczek w cieczy w gaz cząsteczkowy bez ich nadmiernego rozkładu. Proces sondy APCI polegający na łagodnym rozpyleniu próbki w równomiernie rozproszone drobne kropelki w ogrzewanej rurce ceramicznej prowadzi do szybkiego odparowywania próbki, dzięki czemu cząsteczki próbki nie ulegają rozkładowi.

Rysunek A-2 prezentuje przebieg reakcji procesu APCI dla reaktywnych jonów dodatnich (hydratów protonów,  $\text{H}_3\text{O}^+[\text{H}_2\text{O}]_n$ ).

Rysunek A-2 Schemat przebiegu reakcji APCI



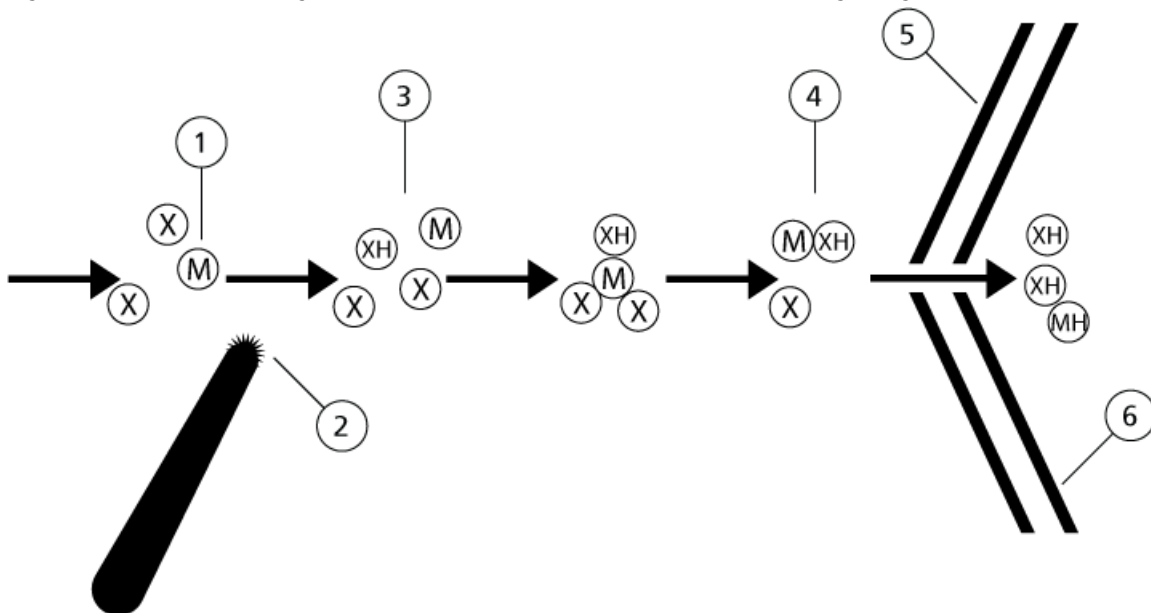
Główne jony pierwotne  $N_2^+$ ,  $O_2^+$ ,  $H_2O^+$  i  $NO^+$  są tworzone przez uderzenia elektronów utworzonych przez wyładowanie koronowe z głównych neutralnych składników powietrza. Choć  $NO^+$  zazwyczaj nie stanowi istotnego składnika czystego powietrza, stężenie tych cząsteczek w źródle jest podwyższone na skutek neutralnych reakcji inicjowanych przez wyładowanie koronowe.

Próbki wprowadzane przez sondę APCI są rozpylane za pomocą gazu rozpraszającego do ogrzewanej rurki ceramicznej. Wewnątrz rurki drobno rozpylone kropelki próbki i rozpuszczalnika

ulegają szybkiemu parowaniu przy minimalnym rozkładzie termicznym. Łagodne odparowywanie zachowuje molekularną tożsamość próbki.

Gazowe cząsteczki próbki i rozpuszczalnika przechodzą do obudowy źródła jonów, gdzie jonizacja metodą APCI indukowana jest przez igłę wyładowania koronowego podłączoną do końca rurki ceramicznej. Cząsteczki próbki są jonizowane przez zderzenia z jonami odczynnika wygenerowanymi przez jonizację cząsteczek rozpuszczalnika fazy ruchomej. Zgodnie z tym, co przedstawia [Rysunek A-3](#), odparowane cząsteczki rozpuszczalnika ulegają jonizacji, tworząc jony reaktywne  $[X+H]^+$  w trybie dodatnim i  $[X-H]^-$  w trybie ujemnym. Właśnie te jony reaktywne generują stabilne jony próbek po zderzeniu z cząsteczkami próbki.

**Rysunek A-3 Jonizacja chemiczna pod ciśnieniem atmosferycznym (APCI)**



Pozycja	Opis
1	Próbka
2	Jony pierwotne tworzone są w pobliżu igły wyładowania koronowego
3	Jonizacja generuje głównie jony rozpuszczalnika
4	Jony reaktywne reagują z cząsteczkami próbki, tworząc klastry
5	Płytki osłonowa
6	Interfejs

x = cząsteczki rozpuszczalnika; M = cząsteczki próbki

Cząsteczki próbki ulegają jonizacji w procesie przeniesienia protonów w trybie dodatnim i w procesie przeniesienia elektronów lub protonów w trybie ujemnym. W procesie APCI dominuje energia zderzeniowa z powodu stosunkowo wysokiego ciśnienia atmosferycznego w źródle jonów.

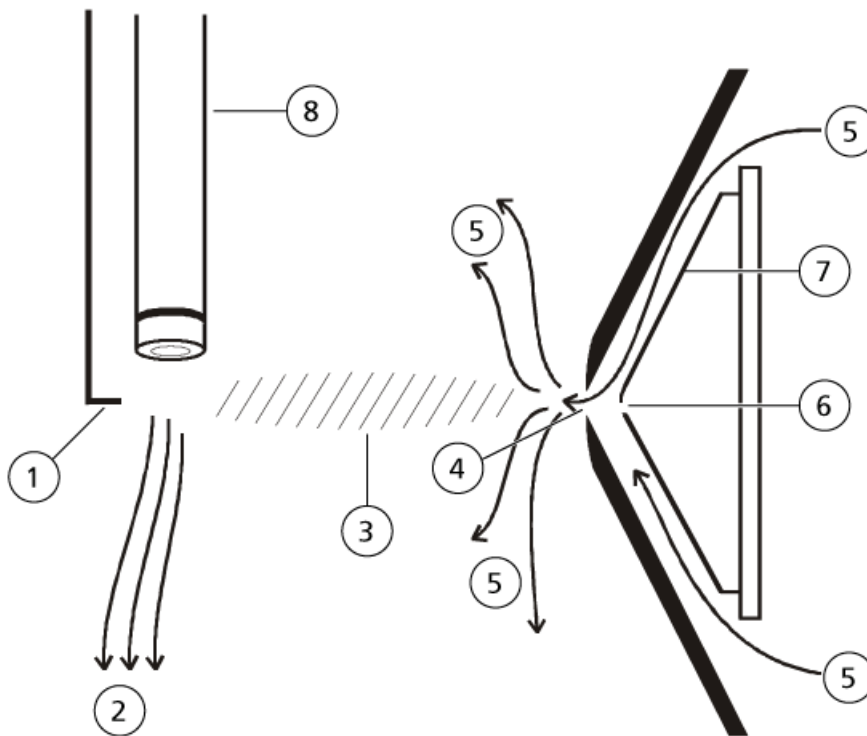
W zastosowaniach odwróconej fazy jony reaktywne składają się z protonowanych cząsteczek rozpuszczalnika w trybie dodatnim i solwatowanych jonów tlenu w trybie ujemnym. W korzystnych warunkach termodynamicznych dodatek modyfikatorów zmienia skład jonów reaktywnych. Na przykład dodanie buforów lub modyfikatorów octanowych może generować jon octanowy  $[\text{CH}_3\text{COO}]^-$ , główny reagent w trybie ujemnym. Modyfikatory amonowe mogą generować protonowany jon amonowy  $[\text{NH}_4]^+$ , główny reagent w trybie dodatnim.

Równowagowy rozkład pewnych jonów (na przykład protonowanych jonów klastrów wody) utrzymuje się przez zderzenia. Prawdopodobieństwo przedwczesnej fragmentacji jonów próbki w źródle jonów jest obniżone dzięki moderującemu wpływowi klastrów rozpuszczalnika na jony reaktywne oraz stosunkowo wysokie ciśnienie gazu w źródle. W wyniku tego proces jonizacji prowadzi głównie do powstawania molekularnych jonów potomnych do analizy mas w spektrometrze mas.

## Rejon jonizacji APCI

Rysunek A-4 przedstawia ogólną lokalizację reaktora jon-cząsteczka sondy APCI. Ukośne linie wskazują reaktor bez ścian. Samopowstający prąd jonów wyładowania koronowego o zakresie mikroamperowym powstaje w wyniku przyłożenia pola elektrycznego między igłą wyładowania a płytką osłonową. Jony pierwotne, na przykład  $\text{N}_2^+$  i  $\text{O}_2^+$ , powstają przez utratę elektronów zachodzącą w plazmie w bezpośredniej bliskości końcówki igły wyładowania. Energia tych elektronów jest ograniczana przez liczne zderzenia z cząsteczkami gazu zanim osiągną one energię, przy której skuteczny przekrój jonizacji umożliwi im wydajną jonizację cząsteczek neutralnych.

Rysunek A-4 Rejon jonizacji APCI



Pozycja	Opis
1	Końcówka igły wyładowania
2	Przepływ próbki
3	Reaktor bezścienny
4	Otwór płytki osłonowej
5	Źródło gazu Curtain Gas™
6	Dysza
7	Płytki dyszy
8	Rurka ceramiczna

Powstałe jony pierwotne generują jony pośrednie, prowadzące do powstania jonów próbki. Jony wybranej polaryzacji dryfują pod wpływem pola elektrycznego w stronę płytki osłonowej i przez osłonę gazową do analizatora masy. W całym procesie tworzenia jonów dominuje energia zderzeniowa z powodu stosunkowo wysokiego ciśnienia atmosferycznego w sondzie APCI. Poza bezpośrednim rejonem końcówki igły wyładowania, gdzie natężenie pola elektrycznego jest największe, energia przekazywana jonowi przez pole elektryczne jest mała w porównaniu z energią termiczną jonu.

Równy rozkład pewnych jonów (na przykład protonowanych jonów klastrów wody) utrzymuje się przez zderzenia. Wszelki nadmiar energii, jaki jony mogą uzyskać w reakcji jonów z cząsteczkami, ulega termalizacji. Dzięki stabilizacji zderzeniowej utrwalanych jest wiele jonów potomnych, nawet pomimo zachodzenia dalszych zderzeń. Powstanie zarówno jonów produktu, jak i jonów reagentów zależy od warunków równowagi pod ciśnieniem 760 tor (atmosferycznym).

Sonda APCI działa jako reaktor bez ścianek, ponieważ jony przechodzące ze źródła do komory próżniowej, a dalej do detektora, nigdy nie doznają zderzeń ze ścianą — jedynie zderzeń z innymi cząsteczkami. Jony są tworzone również poza wyznaczonym źródłem jonów, ale nie są wykrywane i z czasem ulegają neutralizacji przez interakcje z powierzchnią ściany.

Temperatura sondy jest ważnym czynnikiem pracy sondy APCI. W celu zachowania tożsamości molekularnej temperaturę należy ustawić na wartość dostatecznie wysoką, by zapewnić szybkie parowanie. Przy wystarczająco wysokiej temperaturze roboczej kropelki ulegają szybkiemu odparowaniu, dzięki czemu cząsteczki organiczne są desorbowane z kropelek z minimalną degradacją termiczną. Jednakże jeśli temperatura zostanie ustawiona na zbyt niską wartość, proces parowania jest wolniejszy i może dojść do pirolizy lub rozkładu przed zakończeniem parowania. Praca sondy APCI w temperaturach powyżej temperatury optymalnej może prowadzić do rozkładu termicznego próbki.

## Parametry sondy TurbolonSpray®

Poniższa tabela przedstawia zalecane warunki robocze sondy TurbolonSpray® przy trzech różnych prędkościach przepływu. Dla każdej prędkości przepływu wartość parametru Curtain Gas™ powinna być jak najwyższa. Podczas optymalizacji użyto rozpuszczalnika o składzie 1:1 woda:acetonitryl. Warunki te stanowią punkt startowy do optymalizacji sondy. W procesie iteracyjnym zoptymalizuj parametry, wykorzystując analizę przepływowo-nastrzykową, aby uzyskać najlepszy sygnał lub stosunek sygnału do szumu dla związku będącego obiektem zainteresowania.

Tabela B-1 Optymalizacja parametrów sondy TurbolonSpray®

Parametry	Typowe wartości			Zakres roboczy
LC flow rate	od 5 µl/min do 50 µl/min	200 µl/min	1000 µl/min	od 5 µl/min do 3000 µl/min
Gas 1 (gaz rozpraszający)	od 20 psi do 40 psi	od 40 psi do 60 psi	od 40 psi do 60 psi	od 0 psi do 90 psi
Gas 2 (gaz grzejny)	0 psi	50 psi	50 psi	od 0 psi do 90 psi
IonSpray voltage	5500	5500 V	5500 V	5500 V
Curtain Gas™ supply	20 psi	20 psi	20 psi	od 20 psi do 50 psi
Temperature <sup>1</sup>	od 0°C do 200°C	od 200°C do 650°C	od 400°C do 750°C	do 750°C
Declustering Potential (DP) <sup>2</sup>	Dodatni: 70 V Ujemny: -70 V	Dodatni: 70 V Ujemny: -70 V	Dodatni: 70 V Ujemny: -70 V	Dodatni: od 0 V do 400 V Ujemny: od -400 V do 0 V
Probe vertical micrometer setting	od 7 do 10	od 2 do 5	od 0 do 2	od 0 do 13
Probe horizontal micrometer setting	od 4 do 6	od 4 do 6	od 4 do 6	od 0 do 10

<sup>1</sup> Optymalne wartości temperatury zależą od związku i składu fazy ruchomej (wyższa zawartość wody wymaga wyższej temperatury). Zero (0) oznacza, że nie jest stosowane ogrzewanie.

<sup>2</sup> Wartość DP zależy od związku.

## Parametry sondy APCI

Tabela B-2 Optymalizacja parametrów dla sondy APCI

Parametr	Typowa wartość	Zakres roboczy
LC flow rate	1000 µl/min	od 200 µl/min do 2000 µl/min
Gas 1 (gaz rozpraszający)	30 psi	od 0 psi do 90 psi
Curtain Gas™ supply	20 psi	od 20 psi do 50 psi
Temperature <sup>3</sup>	400°C	od 100°C do 750°C
Nebulizer Current (NC)	Dodatni: 3 µA Ujemny: -3 µA	Dodatni: od 0 mA do 5 µA Ujemny: od -5 mA do 0 µA
Declustering Potential (DP)	Dodatni: 60 V Ujemny: -60 V	Dodatni: od 0 V do 300 V Ujemny: od -300 V do 0 V
Probe vertical micrometer setting	4	Skala od 0 do 13

## Opis parametrów

Tabela B-3 Parametry zależne od źródła

Parametr	Opis
Ion Source Gas 1 (GS1)	Kontroluje gaz rozpraszający dla sondy TurbolonSpray® oraz APCI. Patrz <a href="#">Zasada działania — źródło jonów</a> .
Ion Source Gas 2 (GS2)	Kontroluje gaz grzejny dla sondy TurbolonSpray®. Najwyższą czułość osiąga się, gdy dobranie temperatury (TEM) i prędkości przepływu gazu grzejnego (GS2) sprawia, że rozpuszczalnik LC osiąga punkt, w którym jest prawie całkowicie odparowywany. W celu zoptymalizowania wartości GS2 zwiększ przepływ do uzyskania najlepszego sygnału lub stosunku sygnału do szumu w przypadku, gdy występuje znaczące zwiększenie szumu tła. Zbyt wysoki przepływ gazu może spowodować wystąpienie sygnału zaszumionego lub niestabilnego. Patrz <a href="#">Zasada działania — źródło jonów</a> .

<sup>3</sup> Wartość temperatury zależy od związku.



Tabela B-3 Parametry zależne od źródła (ciąg dalszy)

Parametr	Opis
Curtain Gas (CUR)	<p>Kontroluje przepływ gazu interfejsu Curtain Gas™. Interfejs Curtain Gas znajduje się między płytką osłonową a dyszą. Zapobiega on dostaniu się powietrza z otoczenia oraz kropelek rozpuszczalnika i zanieczyszczeniu optyki jonowej, a jednocześnie umożliwia kierowanie jonów próbki do komory próżniowej przez pola elektryczne generowane między interfejsem próżniowym a igłą rozpylacza. Zanieczyszczenie optyki wejścia jonów ogranicza transmisję Q0, stabilność i czułość, prowadząc do zwiększenia szumu tła.</p> <p>Przepływ gazu osłonowego Curtain Gas™ należy utrzymywać na najwyższej możliwej wartości, która nie powoduje utraty czułości.</p>
Temperature (TEM)	<p>Kontroluje temperaturę stosowaną wobec próbki w celu jej odparowania. Wartość optymalna to najniższa temperatura, przy której próbka ulega całkowitemu odparowaniu.</p> <p>Wartość należy optymalizować, zwiększając ją co 50°C.</p>
Temperature (TEM) — sonda TurbolonSpray®	<p>Kontroluje temperaturę gazu grzejnego w sondzie TurbolonSpray®.</p> <p>Najwyższą czułość osiąga się, gdy dobranie temperatury (TEM) i prędkości przepływu gazu grzejnego (GS2) sprawia, że rozpuszczalnik LC osiąga punkt, w którym jest prawie całkowicie odparowywany.</p> <p>Wraz ze wzrostem zawartości rozpuszczalników organicznych temperatura optymalna sondy spada. W przypadku rozpuszczalników składających się w 100% z metanolu lub acetonitrylu wydajność sondy może zostać zoptymalizowana już przy temperaturze 300°C. Rozpuszczalniki wodne składające się w 100% z wody przy prędkościach przepływu około 1000 µl/min wymagają maksymalnej temperatury sondy wynoszącej 750°C.</p> <p>Jeśli temperatura zostanie ustawiona na zbyt niską wartość, odparowywanie będzie niekompletne i do obudowy źródła jonów będą wyrzucane duże, widoczne kropelki.</p> <p>Jeśli temperatura będzie zbyt wysoka, rozpuszczalnik może odparowywać przedwcześnie przy końcówce sondy, zwłaszcza jeśli sonda będzie ustawiona zbyt nisko (od 5 mm do 13 mm).</p>

Tabela B-3 Parametry zależne od źródła (ciąg dalszy)

Parametr	Opis
Temperature (TEM) — sonda APCI	<p>Kontroluje temperaturę sondy APCI.</p> <p>Wraz ze wzrostem zawartości rozpuszczalników organicznych temperatura optymalna sondy powinna spadać. W przypadku rozpuszczalników składających się w 100% z metanolu lub acetonitrylu wydajność sondy może zostać zoptymalizowana już przy temperaturze 400°C przy prędkości przepływu 1000 µl/min. Rozpuszczalniki wodne składające się w 100% z wody przy prędkościach przepływu około 2000 µl/min wymagają minimalnej temperatury sondy wynoszącej 700°C.</p> <p>Jeśli temperatura zostanie ustawiona na zbyt niską wartość, odparowywanie będzie niekompletne i do obudowy źródła jonów będą wyrzucane duże, widoczne kropelki.</p> <p>Jeśli temperatura będzie zbyt wysoka, będzie zachodziła termiczna degradacja próbki.</p>
Nebulizer Current (NC)	<p>Kontroluje prąd przykładany do igły wyładowania koronowego w sondzie APCI. Wyładowanie jonizuje cząsteczki rozpuszczalnika, które z kolei jonizują cząsteczki próbki. Dla sondy APCI prąd przykładany do igły wyładowania koronowego (NC) zazwyczaj optymalizuje się w szerokim zakresie (od około 1 µA do 5 µA w trybie dodatnim). W celu optymalizacji rozpocznij przy wartości 1 i zwiększaj ją, aby uzyskać najlepszy sygnał lub stosunek sygnału do szumu. Jeśli przy zwiększaniu prądu nie obserwuje się zmian sygnału, pozostaw prąd przy najniższej wartości zapewniającej najlepszą czułość (np. 2 µA).</p>
IonSpray Voltage Floating (ISVF) lub IonSpray Voltage (IS)	<p>Sonda kontroluje napięcie przykładane do rozpylacza w sondzie TurbolonSpray<sup>®</sup>, które powoduje jonizację próbki w źródle jonów. Wartość parametru zależy od polaryzacji i wpływa na stabilność spreju oraz na czułość.</p>
Interface Heater (ihe)	<p>Ten parametr jest zawsze aktywny w systemach 3500, 4500, 5500, 5500+, 6500, 6500+ oraz TripleTOF<sup>®</sup>.</p> <p>Parametr ihe włącza i wyłącza grzałkę interfejsu. Ogrzewanie interfejsu pomaga zmaksymalizować sygnał jonów i zapobiega zanieczyszczeniu osi optycznej jonów. Zaleca się, by użytkownik podgrzewał interfejs, chyba że związek analizowany przez użytkownika jest wyjątkowo delikatny.</p>

## Pozycja sondy

Pozycja sondy może wpłynąć na czułość analizy. Więcej informacji na temat sposobu optymalizacji pozycji sondy, patrz [Optymalizacja źródła jonów](#).

## Skład rozpuszczalnika

Standardowe stężenie mrówczanu amonu lub octanu amonu wynosi od 2 mmol/l do 10 mmol/l dla jonów dodatnich i od 2 mmol/l do 50 mmol/l dla jonów ujemnych. Stężenie kwasów organicznych wynosi od 0,1% do 0,5% objętościowo w przypadku sondy TurbolonSpray<sup>®</sup> oraz od 0,1% do 2,0% objętościowo w przypadku sondy APCI.

Powszechnie stosowane rozpuszczalniki:

- acetonitryl,
- metanol,
- propanol,
- woda.

Powszechnie stosowane modyfikatory:

- kwas octowy,
- kwas mrówkowy,
- mrówczan amonu,
- octan amonu.









Następujące modyfikatory nie są powszechnie stosowane, ponieważ komplikują widmo swoimi mieszaninami jonów oraz kombinacjami klastrów. Mogą one również obniżać siłę sygnału jonu docelowego związku:











- trietyloamina (TEA),
- fosforan sodu,
- kwas trifluorooctowy (TFA),
- dodecylosiarczan sodu.

# Słowniczek symboli


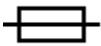










# C









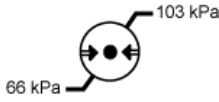
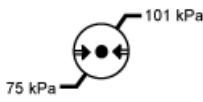

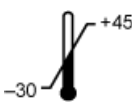
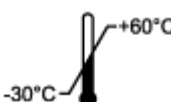
**Uwaga:** Niektóre z symboli wskazanych w poniższej tabeli mogą nie dotyczyć konkretnego urządzenia.

Symbol	Opis
	Znak zgodności z przepisami w Australii. Wskazuje, że produkt jest zgodny z wymogami zgodności elektromagnetycznej australijskiego urzędu Australian Communications Media Authority (ACMA).
	Prąd zmienny
A	Ampery (prąd)
	Autoryzowany przedstawiciel w Unii Europejskiej
	Zagrożenie biologiczne
	Znak zgodności CE
	Znak cCSAus. Oznacza posiadanie certyfikatu bezpieczeństwa elektrycznego obowiązującego na terenie Kanady i Stanów Zjednoczonych.
	Numer katalogowy
	Przeostroga <b>Uwaga:</b> W dokumentacji SCIEEX ten symbol oznacza zagrożenie obrażeniami.






Symbol	Opis
	Chińska etykieta ostrzegawcza RoHS. Elektroniczny produkt informatyczny zawiera pewne substancje toksyczne lub niebezpieczne. Środkowa liczba to okres użytkowania przyjaznego środowisku (EFUP), czyli liczba lat kalendarzowych dopuszczalnej eksploatacji produktu. Po upływie okresu EFUP produkt należy niezwłocznie poddać recyklingowi. Strzałki tworzące kółko oznaczają, że produkt nadaje się do recyklingu. Kod daty na etykiecie lub produkcie oznacza datę produkcji.
	Chińskie logo RoHS. Urządzenie nie zawiera substancji czy pierwiastków toksycznych i niebezpiecznych w stężeniu przekraczającym maksymalne dopuszczalne wartości. Jest produktem przyjaznym środowisku oraz podlegającym recyklingowi i utylizacji.
	Zapoznaj się z instrukcją obsługi.
	Znak cTUVus organizacji TÜV Rheinland w Ameryce Północnej.
	Kod kreskowy z unikatowym identyfikatorem urządzenia (UDI), który można zeskanować czytnikiem kodów kreskowych.
	Zagrożenie dla środowiska naturalnego
	Złącze sieci Ethernet
	Zagrożenie wybuchem
	Zagrożenie pożarem
	Zagrożenie palnymi związkami chemicznymi

## Słowniczek symboli

Symbol	Opis
	Delikatne
	Bezpiecznik
Hz	Herc
	Wysokie napięcie. Zagrożenie porażeniem prądem W razie potrzeby zdjęcia głównej pokrywy skontaktować się z firmą SCIEX, aby uniknąć porażenia prądem.
	Zagrożenie gorącą powierzchnią
	Wyrób do diagnostyki in vitro
	Zagrożenie promieniowaniem jonizującym
	Chronić przed wilgocią. Nie narażać na działanie deszczu. Wilgotność względna nie może przekraczać 99%.
	Trzymać w pionie.
	Zagrożenie ranami szarpanymi/ciętymi
	Zagrożenie promieniowaniem laserowym
	Zagrożenie przy podnoszeniu
	Producent

Symbol	Opis
	Zagrożenie związane z ruchomymi częściami
	Zagrożenie przycięciem palców
	Zagrożenie gazem pod ciśnieniem
	Uziemienie
	Zagrożenie ukłuciem
	Zagrożenie powstaniem reakcji chemicznej
	Numer seryjny
	Zagrożenie toksycznymi związkami chemicznymi
	System należy transportować i przechowywać pod ciśnieniem od 66 kPa do 103 kPa.
	System należy transportować i przechowywać pod ciśnieniem od 75 kPa do 101 kPa.
	System należy transportować i przechowywać w warunkach wilgotności względnej od 10% do 90%.
	System należy transportować i przechowywać w temperaturach od -30°C do +45 °C.
	System należy transportować i przechowywać w temperaturach od -30°C do +60°C.

## Słowniczek symboli

Symbol	Opis
	Złącze USB 2.0
	Złącze USB 3.0
	Zagrożenie promieniowaniem ultrafioletowym
VA	Woltoampery (moc)
V	Wolty (napięcie)
	WEEE. Nie należy wyrzucać sprzętu jako niesortowanych odpadów komunalnych. Zagrożenie dla środowiska naturalnego
W	Waty
	<i>rrrr-mm-dd</i> Data produkcji



# Kontakt z nami

---

## Szkolenia klientów

- W Ameryce Północnej: [NA.CustomerTraining@sciex.com](mailto:NA.CustomerTraining@sciex.com)
- W Europie: [Europe.CustomerTraining@sciex.com](mailto:Europe.CustomerTraining@sciex.com)
- Poza Unią Europejską i Ameryką Północną odwiedź stronę [sciex.com/education](https://sciex.com/education), aby uzyskać dane kontaktowe.

## Centrum edukacyjne online

- [SCIEXUniversity](#)

## Pomoc techniczna firmy SCIEX

SCIEX oraz jej przedstawiciele dysponują personelem składającym się z w pełni przeszkolonych specjalistów serwisu technicznego w swoich lokalizacjach na całym świecie. Personel może udzielić odpowiedzi na pytania dotyczące systemu lub pomóc w przypadku problemów technicznych. Aby uzyskać więcej informacji, odwiedź stronę internetową firmy SCIEX [sciex.com](https://sciex.com) lub skontaktuj się z firmą, korzystając z poniższych łączy:

- [sciex.com/contact-us](https://sciex.com/contact-us)
- [sciex.com/request-support](https://sciex.com/request-support)

## Cyberbezpieczeństwo

Aby uzyskać najnowsze porady dotyczące cyberbezpieczeństwa produktów firmy SCIEX, należy odwiedzić stronę [sciex.com/productsecurity](https://sciex.com/productsecurity).

## Dokumentacja

Niniejsza wersja dokumentu zastępuje wszystkie poprzednie wersje tego dokumentu.

Aby wyświetlić ten dokument w formie elektronicznej, wymagany jest program Adobe Acrobat Reader. Aby pobrać najnowszą wersję, przejdź do strony <https://get.adobe.com/reader>.

## Kontakt z nami

---

Aby znaleźć dokumentację oprogramowania, należy zapoznać się z dołączonymi do niego uwagami do wersji lub przewodnikiem po instalacji oprogramowania. Dokumentację urządzeń można znaleźć na płycie DVD *Dokumentacja dla klienta* dołączonej do systemu lub elementu.

Aby uzyskać najnowsze wersje dokumentacji, odwiedź witrynę SCIEX pod adresem [sciex.com](http://sciex.com).

---

**Uwaga:** Aby zamówić bezpłatną, drukowaną wersję tego dokumentu, należy skontaktować się z producentem, korzystając ze strony [sciex.com/contact-us](http://sciex.com/contact-us).

---