

# Sorgente di ionizzazione Turbo V

per i sistemi X500 QTOF e ZenoTOF 7600/7600+

Guida per l'operatore



---

Questo documento viene fornito ai clienti che hanno acquistato apparecchiature SCIEX come guida all'utilizzo e al funzionamento delle stesse. Questo documento è protetto da copyright e qualsiasi riproduzione, parziale o totale, dei suoi contenuti è severamente vietata, a meno che SCIEX non abbia autorizzato per iscritto diversamente.

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

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

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

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

I marchi e/o i marchi registrati menzionati nel presente documento, inclusi i loghi associati, sono di proprietà di AB Sciex Pte. Ltd., o dei rispettivi proprietari, negli Stati Uniti e/o in altri Paesi (vedere: [sciex.com/trademarks](https://www.sciex.com/trademarks)).

AB Sciex™ è utilizzato su licenza.

© 2024 DH Tech. Dev. Pte. Ltd.



AB Sciex Pte. Ltd.

B1k33, #04-06 Marsiling Industrial Estate Road 3

Woodlands Central Industrial Estate, Singapore 739256

# Sommario

---

|   |           |
|---|-----------|
| <b>1 Precauzioni operative e limitazioni</b> .....                            | <b>5</b>  |
| Precauzioni operative e pericoli.....   | 5         |
| Precauzioni chimiche.....   | 6         |
| Fluidi approvati per il sistema.....  | 7         |
| Condizioni di laboratorio.....  | 8         |
| Condizioni ambientali sicure.....   | 8         |
| Specifiche delle prestazioni.....   | 8         |
| Uso e modifiche dell'apparecchiatura.....                                     | 9         |
| <b>2 Panoramica della sorgente di ionizzazione</b> .....                      | <b>10</b> |
| Modalità di ionizzazione.....   | 10        |
| Modalità ESI.....   | 10        |
| Modalità APCI.....  | 10        |
| Componenti della sorgente di ionizzazione.....                                | 12        |
| Sonde.....  | 13        |
| Sonda ESI doppia.....   | 13        |
| Sonda APCI doppia.....  | 14        |
| Collegamenti di elettricità e gas.....  | 15        |
| Circuito di rilevamento della sorgente di ionizzazione.....                   | 15        |
| Sistema di scarico della sorgente.....  | 16        |
| <b>3 Installazione della sorgente di ionizzazione</b> .....                   | <b>18</b> |
| Preparazione per l'installazione.....   | 18        |
| Installazione della sonda.....  | 19        |
| Collegamento del tubo della sorgente di ionizzazione.....                     | 20        |
| Installazione della sorgente di ionizzazione sullo spettrometro di massa..... | 20        |
| Requisiti per il sistema di introduzione del campione.....                    | 21        |
| Verifica di eventuali perdite.....  | 22        |
| <b>4 Ottimizzazione della sorgente di ionizzazione</b> .....                  | <b>23</b> |
| Introduzione del campione.....  | 24        |
| Metodo.....   | 24        |
| Velocità di flusso.....   | 24        |
| Ottimizzazione della sonda ESI doppia.....                                    | 24        |
| Velocità di flusso e temperatura della sorgente di ionizzazione.....          | 25        |
| Impostazione del sistema.....   | 25        |
| Preparazione del sistema.....   | 25        |
| Impostazione delle condizioni iniziali.....                                   | 26        |
| Ottimizzazione della posizione della sonda ESI doppio.....                    | 26        |
| Ottimizzazione della sorgente, dei parametri del gas e della tensione.....    | 28        |
| Ottimizzazione della temperatura del riscaldatore turbo.....                  | 28        |

## Sommario

---

|  |           |
|--|-----------|
| Ottimizzazione della sonda APCI doppia .....                           | 29        |
| Impostazione del sistema .....   | 30        |
| Preparazione del sistema .....   | 30        |
| Impostazione delle condizioni iniziali .....                           | 30        |
| Ottimizzazione dei parametri di sorgente e gas .....                   | 30        |
| Regolazione della posizione dell'ago di scarica a corona .....         | 31        |
| Ottimizzazione della posizione della sonda doppia APCI .....           | 31        |
| Ottimizzazione della corrente di nebulizzazione .....                  | 33        |
| Ottimizzazione della temperatura della sonda APCI .....                | 34        |
| Suggerimenti per l'ottimizzazione .....                                | 34        |
| <b>5 Manutenzione della sorgente di ionizzazione .....</b>             | <b>35</b> |
| Programma di manutenzione consigliato .....                            | 36        |
| Manipolazione della sorgente di ionizzazione .....                     | 37        |
| Rimozione della sorgente di ionizzazione .....                         | 38        |
| Pulizia delle superfici della sorgente di ionizzazione .....           | 39        |
| Pulizia della delle sonde .....  | 39        |
| Rimozione della sonda .....  | 40        |
| Sostituzione degli elettrodi doppi .....                               | 40        |
| Sostituzione dell'ago di scarica a corona .....                        | 41        |
| Sostituzione del tubo del campionamento .....                          | 43        |
| Stoccaggio e manipolazione .....                                       | 43        |
| <b>6 Risoluzione dei problemi della sorgente di ionizzazione .....</b> | <b>44</b> |
| <b>A Principi di funzionamento - Sorgente di ionizzazione .....</b>    | <b>49</b> |
| Modalità di ionizzazione elettrospray .....                            | 49        |
| Modalità APCI .....  | 50        |
| Regione di ionizzazione APCI .....                                     | 53        |
| <b>B Parametri e voltaggi della sorgente .....</b>                     | <b>55</b> |
| Parametri della sonda ESI doppia .....                                 | 55        |
| Parametri della sonda APCI doppia .....                                | 56        |
| Descrizione dei parametri .....  | 56        |
| Posizione della sonda .....  | 59        |
| Composizione dei solventi .....  | 59        |
| <b>C Glossario dei simboli .....</b>                                   | <b>61</b> |
| <b>Contatti .....</b>  | <b>67</b> |
| Formazione dei clienti .....   | 67        |
| Centro di istruzione online .....                                      | 67        |
| Assistenza SCIEX .....   | 67        |
| Sicurezza informatica .....  | 67        |
| Documentazione .....   | 67        |

# Precauzioni operative e limitazioni 1

---

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

---

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

Per ulteriori informazioni sui simboli e le convenzioni utilizzate nell'ambiente di laboratorio, sul sistema e nella documentazione, fare riferimento alla sezione: [Glossario dei simboli](#).

## Precauzioni operative e pericoli

Per informazioni su normative e sicurezza relative allo spettrometro di massa, vedere il documento: *Guida per l'utente del sistema*.



---

**AVVERTENZA!** Pericolo di contaminazione da radiazioni ionizzanti, rischio biologico o pericolo di esposizione ad agenti chimici tossici. Non utilizzare la sorgente di ionizzazione se non si è in possesso delle conoscenze e della formazione necessarie riguardo l'utilizzo, il contenimento e l'evacuazione dei materiali tossici o nocivi utilizzati con la sorgente di ionizzazione.

---



---

**AVVERTENZA!** Pericolo di superfici calde. Prima di avviare qualsiasi procedura di manutenzione, lasciare scendere la temperatura della sorgente di ionizzazione Turbo V per almeno 30 minuti. Alcune superfici della sorgente di ionizzazione e dell'interfaccia di vuoto raggiungono temperature considerevoli durante il funzionamento.

---



---

**AVVERTENZA!** Pericolo di perforazione, pericolo di contaminazione da radiazioni ionizzanti, rischio biologico o pericolo di esposizione ad agenti chimici tossici. Se la finestra della sorgente di ionizzazione è rotta o crepata, non utilizzare la sorgente. Contattare un responsabile dell'assistenza tecnica (FSE) SCIEX. Qualsiasi materiale tossico o nocivo introdotto nell'apparecchiatura sarà presente nel sistema di scarico della sorgente. Gli scarichi rilasciati dall'apparecchiatura devono essere fatti fuoriuscire dalla stanza. Smaltire gli oggetti taglienti seguendo le procedure di sicurezza previste dal laboratorio.

---

## Precauzioni operative e limitazioni

---



**AVVERTENZA!** Pericolo di incendio ed esposizione ad agenti chimici tossici. Prima di risolvere le perdite di solvente, assicurarsi che il flusso del liquido alla sorgente di ionizzazione sia interrotto, che la tensione di nebulizzazione ionica sia disattivata, che non siano presenti fiamme libere o altre origini di incendio e che l'ambiente sia ventilato a sufficienza. Il liquido fuoriuscito può essere altamente infiammabile. Se il liquido è esposto a scariche elettriche o a un'origine di incendio, può innescarsi un incendio. Se la ventilazione non è sufficiente, il liquido potrebbe causare avvelenamento.

---



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

---



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

---



**AVVERTENZA!** Pericolo ambientale. Non smaltire i componenti del sistema nei rifiuti urbani indifferenziati. Per smaltire correttamente i componenti, attenersi scrupolosamente alle normative locali.

---



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

---

## Precauzioni chimiche

---



**AVVERTENZA!** Pericolo di contaminazione da radiazioni ionizzanti, rischio biologico o pericolo di esposizione ad agenti chimici tossici. Prima della pulizia o della manutenzione, verificare se sia necessario procedere con la decontaminazione. Se con il sistema sono stati utilizzati materiali radioattivi, agenti biologici o sostanze chimiche tossiche, il cliente deve decontaminare il sistema prima della pulizia o della manutenzione.

---



**AVVERTENZA!** Pericolo ambientale. Non smaltire i componenti del sistema nei rifiuti urbani indifferenziati. Per smaltire correttamente i componenti, attenersi scrupolosamente alle normative locali.

---



**AVVERTENZA! Rischio biologico o pericolo di esposizione ad agenti chimici tossici. Per prevenire le perdite, collegare correttamente il tubo di scarico allo spettrometro di massa e il contenitore di raccolta residui.**

---

- Prima di un intervento di assistenza o di manutenzione ordinaria, identificare le sostanze chimiche impiegate nel sistema. Per le precauzioni in materia di salute e sicurezza da adottare quando si utilizzano prodotti chimici, fare riferimento alle Schede di sicurezza (SDS). Per informazioni sullo stoccaggio, fare riferimento al certificato di analisi. Per trovare un certificato di analisi o una SDS SCIEX, andare a [sciex.com/tech-regulatory](https://sciex.com/tech-regulatory).
- Indossare sempre i dispositivi di protezione individuale assegnati, inclusi guanti senza polvere, occhiali di protezione e camice da laboratorio.

**Nota:** Si raccomandano guanti in nitrile o neoprene.

---

- Lavorare in un ambiente ben ventilato o utilizzare una cappa aspirante.
- Quando si utilizzano materiali come isopropanolo e metanolo, non avvicinarsi a fonti di innesco.
- Usare cautela nell'utilizzare e smaltire le sostanze chimiche. Il mancato rispetto delle procedure corrette per l'uso e lo smaltimento delle sostanze chimiche può causare lesioni personali.
- Durante la pulizia, evitare il contatto con la pelle. Lavarsi le mani dopo l'uso.
- Assicurarsi che tutti i tubi di scarico siano collegati correttamente e che tutti i collegamenti funzionino come previsto.
- Raccogliere tutti i liquidi usati e smaltirli come rifiuti pericolosi.
- Rispettare tutte le normative locali per lo stoccaggio, l'uso e lo smaltimento dei materiali radioattivi, tossici o a rischio biologico.

## Fluidi approvati per il sistema

I seguenti fluidi possono essere impiegati in sicurezza nel sistema.

**ATTENZIONE: Potenziali danni al sistema. Non utilizzare altri fluidi prima che SCIEX abbia confermato che non comportano alcun rischio. Questo non è un elenco esaustivo.**

---

- **Solventi organici**
  - Acetonitrile di grado LC-MS, fino al 100%
  - Metanolo di grado LC-MS, fino al 100%
  - Isopropanolo di grado LC-MS, fino al 100%
  - Acqua di grado LC-MS o superiore, fino al 100%
  - Tetraidrofurano, fino al 100%
  - Toluene e altri solventi aromatici, fino al 100%

## Precauzioni operative e limitazioni

---

- Esani, fino al 100%
- **Tamponi**
  - Acetato di ammonio, meno di 100 mM
  - Formiato d'ammonio, meno di 100 mM
  - Fosfato, meno dell'1%
- **Acidi e basi**
  - Acido formico, meno dell'1%
  - Acido acetico, meno dell'1%
  - Acido trifluoroacetico (TFA), meno dell'1%
  - Acido eptafluorobutirrico (HFBA), meno dell'1%
  - Ammoniaca/idrossido di ammonio, meno dell'1%
  - Acido fosforico, meno dell'1%
  - Trimetilammina, meno dell'1%
  - Trietilammina, meno dell'1%

## Condizioni di laboratorio

### Condizioni ambientali sicure

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

- In ambienti chiusi
- Altitudine: fino a 2.000 m (6.560 piedi) sopra il livello del mare
- Temperatura ambiente: da 5 °C (41 °F) a 40 °C (104 °F)
- Umidità relativa: 20% - 80%, senza formazione di condensa
- Fluttuazioni della tensione di alimentazione di rete:  $\pm 10\%$  della tensione nominale
- Sovratensioni transitorie: fino ai livelli di categoria di sovratensione II
- Sovratensioni temporanee sull'alimentazione di rete
- Grado di inquinamento 2

### Specifiche delle prestazioni

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

- Temperatura ambiente compresa tra 15 °C e 30 °C (59 °F e 86 °F).

Con il tempo la temperatura deve rimanere entro una gamma di 2 °C (3,6 °F), con una variazione di temperatura non superiore ai 2 °C (3,6 °F) all'ora. Le oscillazioni di temperatura ambiente che superano i limiti potrebbero causare cambiamenti di massa nello spettro.



- L'umidità relativa è compresa tra il 20% e l'80%, senza condensa.

## Uso e modifiche dell'apparecchiatura

---



**AVVERTENZA! Pericolo di scosse elettriche. Non rimuovere le coperture. Se si rimuovono le coperture, si possono causare lesioni o malfunzionamenti del sistema. Non è necessario rimuovere le coperture per eseguire gli interventi di manutenzione ordinaria, le ispezioni o le regolazioni. Per le riparazioni che richiedono la rimozione dei coperchi, contattare un responsabile dell'assistenza tecnica (FSE) SCIEX.**

---



**AVVERTENZA! Rischio di lesioni personali. Utilizzare solo le parti consigliate da SCIEX. L'utilizzo di parti non consigliate da SCIEX o per scopi diversi da quello previsto può esporre l'utente al rischio di lesioni o può avere un effetto negativo sulle prestazioni del sistema.**

---

Utilizzare il sistema in ambienti chiusi, in un laboratorio conforme alle condizioni ambientali consigliate nel documento sullo spettrometro di massa: *Guida alla pianificazione del sito*.

Se il sistema viene utilizzato in condizioni o in un ambiente non approvato dal produttore, le prestazioni e la protezione dell'apparecchiatura potrebbero risultare compromesse.

Contattare un responsabile dell'assistenza tecnica (FSE) per informazioni sulla manutenzione. Le modifiche o il funzionamento non autorizzato del sistema potrebbe causare infortuni e danni alle apparecchiature, oltre che invalidare la garanzia. Se il sistema viene utilizzato in un ambiente che non rispetta le condizioni consigliate o viene sottoposto a modifiche non autorizzate, i dati acquisiti potrebbero non essere precisi.

# Panoramica della sorgente di ionizzazione

# 2

La sorgente di ionizzazione Turbo V può essere usata sia per la ionizzazione elettrospray (ESI) sia per la ionizzazione chimica a pressione atmosferica (APCI).

La sonda ESI doppia viene usata per il funzionamento in modalità ESI. La sonda APCI doppia viene usata per la modalità APCI. La sonda standard fornita con la sorgente di ionizzazione è la sonda ESI doppia.

Le sonde doppie consentono l'introduzione su richiesta di calibrante e campione attraverso elettrodi indipendenti.

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

In questa guida, il software che controlla lo spettrometro di massa è indicato come il software di controllo.

## Modalità di ionizzazione

### Modalità ESI

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

La tecnica ESI è abbastanza delicata da poter essere utilizzata con composti labili come peptidi, proteine e farmaci termolabili. Funziona con velocità di flusso da 5  $\mu\text{L}/\text{min}$  a 3.000  $\mu\text{L}/\text{min}$  e vaporizza solventi in una gamma che va dal 100% acquoso fino al 100% organico.

Fare riferimento alla sezione: [Modalità di ionizzazione elettrospray](#).

### Modalità APCI

La modalità APCI è adatta per:

- Ionizzazione di composti che non formano facilmente ioni in soluzione. Di solito si tratta di composti non polari.
- Creazione di spettri APCI semplici da esperimenti LC-MS/MS.
- Analisi ad alto rendimento di campioni complessi e sporchi. È meno sensibile agli effetti di soppressione ionica.

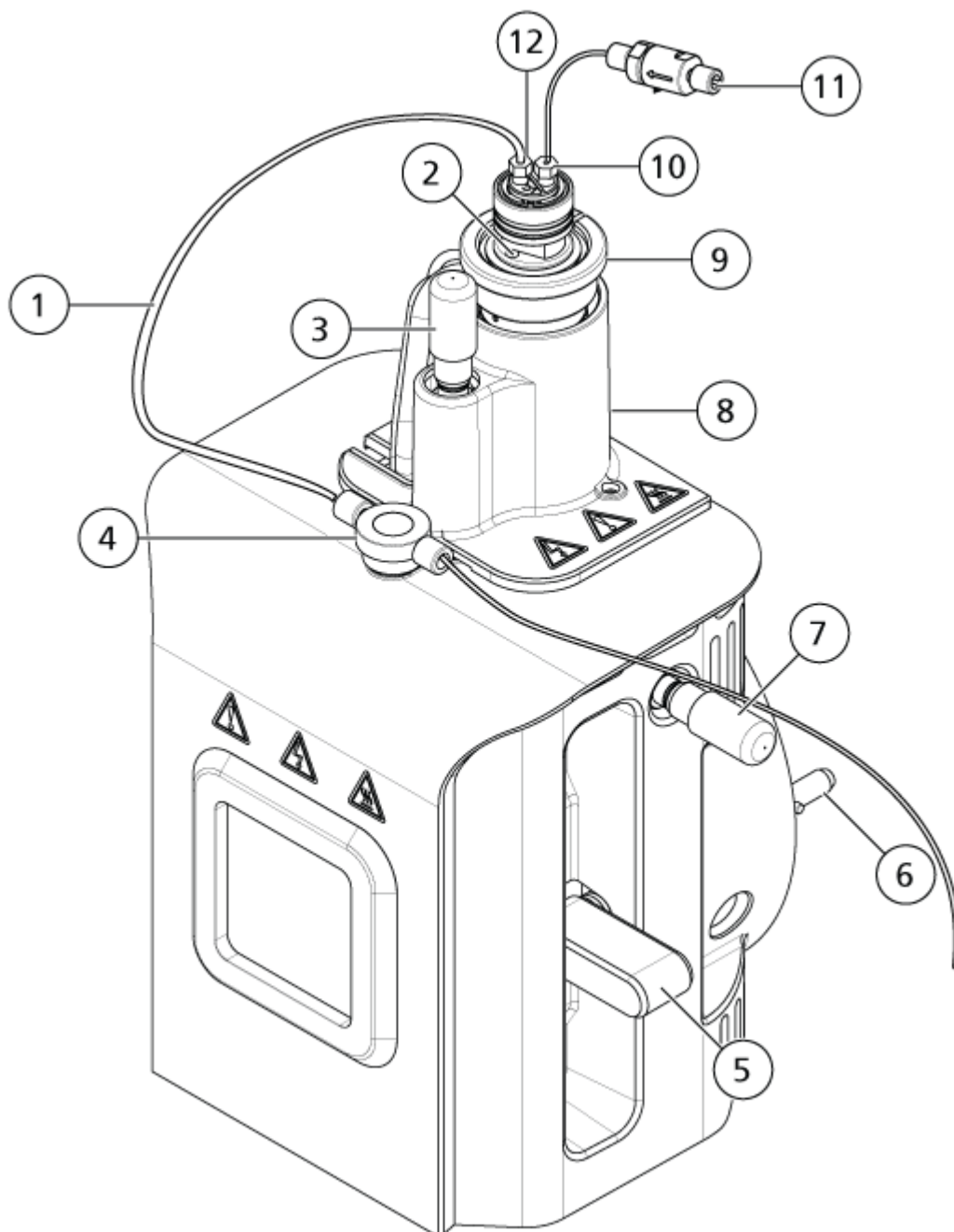
- Introduzione rapida del campione attraverso iniezione del flusso con o senza colonna LC.

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

Fare riferimento alla sezione: [Modalità APCI](#).

## Componenti della sorgente di ionizzazione

Figura 2-1: Componenti della sorgente di ionizzazione



| Elemento | Descrizione                                      |
|----------|--|
| 1        | Tubo del campione                                |
| 2        | Vite di regolazione dell'ago di scarica a corona |

| Elemento | Descrizione  |
|----------|--|
| 3        | Micrometro asse Y usato per posizionare la sonda sull'asse verticale per la regolazione della sensibilità della sorgente di ionizzazione |
| 4        | Giunzione di messa a terra   |
| 5        | Uno dei due fermi che fissano la sorgente di ionizzazione allo spettrometro di massa   |
| 6        | Perno guida  |
| 7        | Micrometro asse X usato per posizionare la sonda sull'asse orizzontale quando si regola la sensibilità della sorgente di ionizzazione    |
| 8        | Torretta della sonda   |
| 9        | Ghiera di fermo  |
| 10       | Porta calibrante (CAL) con raccordo  |
| 11       | Modulo di flusso (composto da tubo del calibrante e valvola di controllo)  |
| 12       | Porta campione (LC) con raccordo   |

## Sonde

Le sonde doppia ESI e doppia APCI garantiscono una vasta gamma di possibilità per eseguire i test sui campioni. Selezionare la sonda e il metodo più adatti ai composti nel campione.

**Tabella 2-1: Specifiche della sorgente di ionizzazione**

| Specifica   | Sonda ESI doppia  | Sonda APCI doppia  |
|---|---|--|
| Gamma di temperature  | Da temperatura ambiente fino a 750 °C, in base al flusso dei liquidi                        | Da temperatura ambiente fino a 750 °C, in base al flusso dei liquidi |
| Ingresso flusso dei liquidi   | Da 5 µL/min a 3.000 µL/min  | Da 200 µL/min a 3.000 µL/min   |
| Gas della sorgente di ionizzazione 1 / gas della sorgente di ionizzazione 2 | Fare riferimento alla <i>Guida alla pianificazione del sito</i> dello spettrometro di massa |  |

Il software per lo spettrometro di massa identifica la sonda installata e consente i rispettivi controlli da parte dell'utente.

## Sonda ESI doppia

La sonda ESI doppia ha una lunghezza di 220 mm. Contiene due elettrodi in acciaio inossidabile dal diametro interno di 100 µm (0,004") ed è posta centralmente, in mezzo a due riscaldatori turbo disposti a un'angolazione di 45 gradi su ogni lato.

## Panoramica della sorgente di ionizzazione

L'alimentazione del campione è collegata alla porta recante l'etichetta **LC** e il calibrante è collegato alla porta recante l'etichetta **CAL**. Gli analiti (campioni o calibranti) introdotti attraverso la sonda ESI doppia sono ionizzati all'interno del tubo mediante l'applicazione di alta tensione (**Spray Voltage**). Gli ioni quindi sono nebulizzati da un getto di aria di zero compressa, creando una nebbia di goccioline altamente cariche. La combinazione tra lo spray e il gas secco riscaldato portato a temperatura dai riscaldatori turbo è proiettata a un angolo di 90 gradi sul percorso degli ioni.

**Figura 2-2: Parti della sonda ESI doppia**



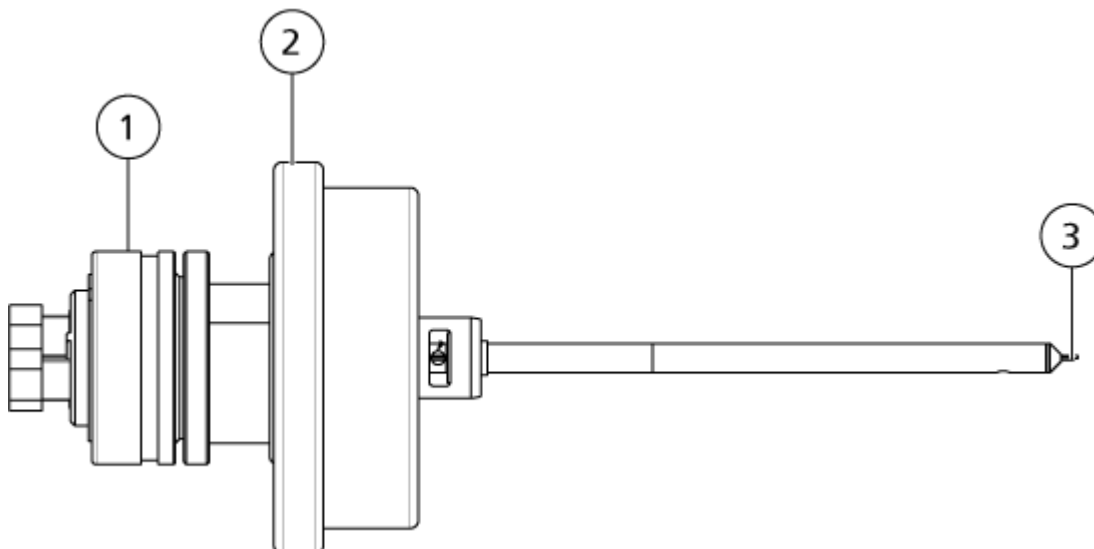
| Elemento | Descrizione   |
|----------|---|
| 1        | Dado di regolazione dell'elettrodo (collare nero) che regola l'estensione della punta dell'elettrodo (protrusione)                                    |
| 2        | Ghiera di fermo che fissa la sonda alla torretta sul corpo della sorgente di ionizzazione   |
| 3        | Punta dell'elettrodo attraverso cui il campione o il calibrante vengono nebulizzati nell'area di ingresso del campione della sorgente di ionizzazione |

## Sonda APCI doppia

La sonda APCI doppia ha una lunghezza di 125 mm. Contiene due elettrodi di acciaio inossidabile, dal diametro interno di 100  $\mu\text{m}$  (0,004"), circondati da un flusso di gas di nebulizzazione (Gas 1).

L'alimentazione del campione è collegata alla porta recante l'etichetta **LC** e il calibrante è collegato alla porta recante l'etichetta **CAL**. Gli analiti (campioni o calibranti) vengono pompatis nel nebulizzatore, dove vengono nebulizzati in un tubo di ceramica che contiene un riscaldatore. Un sensore incorporato nel riscaldatore assicura che il tubo in ceramica venga mantenuto a una temperatura appropriata. Un getto ad alta velocità di gas di nebulizzazione scorre intorno alla punta dell'elettrodo per disperdere il campione in un aerosol di particelle fini. Il campione si sposta attraverso il riscaldatore in ceramica per vaporizzazione nella zona di reazione della sorgente di ionizzazione e dopo l'ago di scarica a corona dove le molecole del campione vengono ionizzate al passaggio attraverso il corpo della sorgente di ionizzazione.

Figura 2-3: Componenti della sonda APCI doppia



| Elemento | Descrizione   |
|----------|---|
| 1        | Dado di regolazione dell'elettrodo (collare nero) che regola l'estensione della punta dell'elettrodo (protrusione)                                    |
| 2        | Ghiera di fermo che fissa la sonda alla torretta sul corpo della sorgente di ionizzazione   |
| 3        | Punta dell'elettrodo attraverso cui il campione o il calibrante vengono nebulizzati nell'area di ingresso del campione della sorgente di ionizzazione |

## Collegamenti di elettricità e gas

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

## Circuito di rilevamento della sorgente di ionizzazione

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

- La sorgente di ionizzazione non è installata o è installata in modo errato.
- Non è presente alcuna sonda.
- Lo spettrometro di massa rileva un guasto al sistema del gas.

- Un riscaldatore turbo è guasto.
- La sorgente di ionizzazione si è surriscaldata.

## Sistema di scarico della sorgente

---



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

---



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

---



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

---



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

---

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

---

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

Un vacuostato montato nel circuito di scarico della sorgente misura il vuoto nella sorgente. Se il vuoto nella sorgente aumenta oltre il valore prefissato mentre viene installata la sonda, il sistema entra in stato Not Ready, indicando un guasto allo scarico.

---



## Panoramica della sorgente di ionizzazione

---

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

---

**Nota:** Esaminare periodicamente il sistema di scarico della sorgente per assicurarsi che il tubo di scarico sia intatto e che lo scarico non si disperda nella stanza.

---

# Installazione della sorgente di ionizzazione

## 3



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

**ATTENZIONE:** Potenziali danni al sistema. Non sollevare o trasportare la sorgente di ionizzazione con una sola mano. La sorgente di ionizzazione è progettata in modo da essere sollevata o trasportata usando due mani, una su ciascun lato.

La sorgente di ionizzazione è collegata al corpo dell'interfaccia di vuoto ed è mantenuta in posizione da due fermi. L'interno della sorgente di ionizzazione è visibile attraverso le finestre di vetro temperato.

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

### Materiali necessari

- Sorgente di ionizzazione
- Sonda ESI doppia
- (Opzionale) Sonda APCI doppia
- Chiave inglese da 6,35 mm (1/4")
- Tubo rosso in PEEK (d.i. da 0.005")

## Preparazione per l'installazione



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

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

- Regolare il dado di regolazione dell'elettrodo sulla sonda per spostare la punta dell'elettrodo all'interno del tubo. Fare riferimento alle figure: [Figura 2-2](#) e [Figura 2-3](#). Per garantire stabilità e prestazioni migliori, la punta dell'elettrodo dovrebbe fuoriuscire per una lunghezza compresa tra 0,5 mm e 1,0 mm dall'estremità della sonda. Fare riferimento alla sezione: [Ottimizzazione della posizione della sonda ESI doppio](#) o [Ottimizzazione della posizione della sonda doppia APCI](#).

## Installazione della sonda



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



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

**ATTENZIONE:** Potenziali danni al sistema. Non lasciare che la punta sporgente dell'elettrodo o l'ago di scarica a corona tocchi una qualsiasi parte del corpo della sorgente di ionizzazione, onde evitare che la sonda subisca danni.

**ATTENZIONE:** Potenziali danni al sistema. Assicurarsi che la punta dell'ago di scarica a corona non sia rivolta verso la fenditura mentre si usa la sonda ESI.

### Procedure preliminari

- [Rimozione della sorgente di ionizzazione.](#)

La sorgente di ionizzazione non viene fornita con la sonda già installata. Rimuovere sempre la sorgente di ionizzazione dallo spettrometro di massa prima di cambiare le sonde.

**Nota:** Se la sonda non è installata correttamente nella sorgente di ionizzazione, la corrente ad alta tensione non arriverà dallo spettrometro di massa e il sistema di scarico della sorgente sarà disattivato.

1. Verificare che la punta dell'ago di scarica a corona sia rivolta in direzione opposta rispetto alla fenditura del separatore di interfaccia. Fare riferimento alla sezione: [Regolazione della posizione dell'ago di scarica a corona.](#)
2. Inserire la sonda nella torretta. Allineare il foro sulla sonda con la vite di regolazione dell'ago di scarica a corona sulla parte superiore della sorgente di ionizzazione. Fare riferimento alla sezione: [Componenti della sorgente di ionizzazione](#) .
3. Spingere delicatamente la sonda verso il basso in modo che i contatti siano agganciati a quelli presenti nella torretta.
4. Girare la ghiera di fermo sulla sonda, spingerla verso il basso per fare in modo che la filettatura sulla sonda combaci con quella della torretta e quindi avvitare fino a quando non si osserva resistenza stringendo con le dita.
5. Solo per la sonda APCI, assicurarsi che la punta dell'ago di scarica a corona sia rivolta verso la fenditura del curtain plate. Fare riferimento alla sezione: [Regolazione della posizione dell'ago di scarica a corona.](#)
6. Solo per la sonda APCI doppia: assicurarsi che la punta dell'ago di scarica a corona sia rivolta verso la fenditura del separatore di interfaccia. Fare riferimento alla sezione: [Regolazione della posizione dell'ago di scarica a corona.](#)

## Collegamento del tubo della sorgente di ionizzazione



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

---



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

---

Fare riferimento alla sezione: [Componenti della sorgente di ionizzazione](#) .

1. Inserire un pezzo di tubo rosso in PEEK lungo 30 cm nel dado del tubo del campione.
2. Inserire il dado del tubo del campione nella porta LC in cima alla sonda e quindi serrare il dado senza forzare eccessivamente. Utilizzare una chiave da 1/4" per serrare di un ulteriore quarto di giro.  
La sonda doppia è dotata di due porte. Accertarsi di usare la porta con l'etichetta **LC**.
3. Collegare l'altra estremità del tubo alla giunzione di messa a terra posta sulla sorgente di ionizzazione.
4. Collegare il tubo del calibrante alla porta recante l'etichetta **CAL**. Serrare il dado esagonale senza forzare eccessivamente, quindi utilizzare una chiave da 1/4" per serrare di un ulteriore quarto di giro.

## Installazione della sorgente di ionizzazione sullo spettrometro di massa



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

---



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

---

**ATTENZIONE:** Potenziali danni al sistema. Non lasciare che la punta sporgente dell'elettrodo o l'ago di scarica a corona tocchi una qualsiasi parte del corpo della sorgente di ionizzazione, onde evitare che la sonda subisca danni.

---

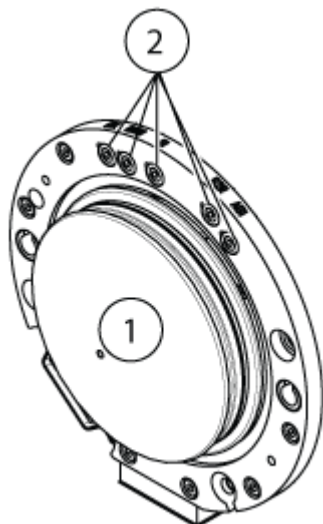
**Nota:** Se la sonda non è installata correttamente nella sorgente di ionizzazione, la corrente ad alta tensione non arriverà dallo spettrometro di massa e il sistema di scarico della sorgente sarà disattivato.

---

### Prerequisiti

- Verificare che tutti gli O-ring siano presenti sull'interfaccia di vuoto.

**Figura 3-1: O-ring sull'interfaccia di vuoto**



| Elemento | Descrizione   |
|----------|---------------|
| 1        | Curtain plate |
| 2        | O-ring        |

1. Assicurarsi che i fermi posti sui lati della sorgente di ionizzazione siano diretti verso la posizione ore 12. Fare riferimento alla sezione: [Componenti della sorgente di ionizzazione](#).
2. Allineare la sorgente di ionizzazione con l'interfaccia di vuoto, assicurandosi che i perni guida sulla sorgente di ionizzazione siano allineati agli attacchi dell'interfaccia di vuoto.
3. Premere delicatamente la sorgente di ionizzazione contro l'interfaccia di vuoto e ruotare i fermi della sorgente di ionizzazione verso il basso per bloccare la sorgente di ionizzazione in posizione.  
Lo spettrometro di massa riconosce la sorgente di ionizzazione e visualizza l'identificazione della sorgente di ionizzazione nel software di controllo.
4. Collegare il tubo in PEEK rosso dal dispositivo di erogazione del campione fino all'altro lato della giunzione di messa a terra posta sulla sorgente di ionizzazione.

## Requisiti per il sistema di introduzione del campione

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

## Installazione della sorgente di ionizzazione

---

- Filtrare preventivamente i campioni in modo che i tubi capillari presenti nel sistema di introduzione del campione non siano bloccati da particelle, campioni precipitati o sali.
- Assicurarsi che tutti i collegamenti siano ermetici e serrati per prevenire perdite. Non serrare eccessivamente.

## Verifica di eventuali perdite



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

---

Esaminare regolarmente la sorgente di ionizzazione per rilevare eventuali perdite.

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

# Ottimizzazione della sorgente di ionizzazione

## 4



**AVVERTENZA!** Pericolo di contaminazione da radiazioni ionizzanti, rischio biologico o pericolo di esposizione ad agenti chimici tossici. Non utilizzare la sorgente di ionizzazione se non si è in possesso delle conoscenze e della formazione necessarie riguardo l'utilizzo, il contenimento e l'evacuazione dei materiali tossici o nocivi utilizzati con la sorgente di ionizzazione.



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



**AVVERTENZA!** Pericolo di perforazione, pericolo di contaminazione da radiazioni ionizzanti, rischio biologico o pericolo di esposizione ad agenti chimici tossici. Se la finestra della sorgente di ionizzazione è rotta o crepata, non utilizzare la sorgente. Contattare un responsabile dell'assistenza tecnica (FSE) SCIEX. Qualsiasi materiale tossico o nocivo introdotto nell'apparecchiatura sarà presente nel sistema di scarico della sorgente. Gli scarichi rilasciati dall'apparecchiatura devono essere fatti fuoriuscire dalla stanza. Smaltire gli oggetti taglienti seguendo le procedure di sicurezza previste dal laboratorio.

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

Quando si ottimizzano i parametri dipendenti dalla sorgente di ionizzazione, introdurre il campione a una velocità di flusso che sarà utilizzata durante l'analisi del campione, utilizzando l'analisi mediante iniezione in flusso (FIA) o l'infusione con raccordo a T come metodo di introduzione del campione. Ottimizzare la posizione della sorgente di ionizzazione prima di ottimizzare i parametri dipendenti dalla sorgente di ionizzazione.

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

Fare riferimento alla sezione: [Ottimizzazione della sonda ESI doppia](#) o [Ottimizzazione della sonda APCI doppia](#).

## Introduzione del campione

### Metodo

Il flusso di campione liquido viene erogato nella sorgente di ionizzazione tramite una pompa LC. Il campione può essere iniettato direttamente nella fase mobile usando l'analisi mediante iniezione in flusso (FIA) o l'infusione con raccordo a T, attraverso una pompa a siringa (non fornita) o una colonna di separazione, usando un iniettore con loop o un autocampionatore.

### Velocità di flusso

Le velocità di flusso del campione vengono determinate dal sistema LC o dalla pompa a siringa. La sonda ESI supporta velocità di flusso da 5 µL/min a 3.000 µL/min. La sonda APCI doppia supporta velocità di flusso da 200 µL/min a 3.000 µL/min.

## Ottimizzazione della sonda ESI doppia

---



**AVVERTENZA!** Pericolo di contaminazione da radiazioni ionizzanti, rischio biologico o pericolo di esposizione ad agenti chimici tossici. Accertarsi che il sistema di scarico della sorgente sia collegato e funzionante e che sia garantita una buona ventilazione generale del laboratorio. Per controllare le emissioni di solventi e campioni e per un funzionamento sicuro del sistema, è necessario predisporre un'adeguata ventilazione del laboratorio.

---



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

---



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

---

**ATTENZIONE:** Potenziali danni al sistema. Se il sistema LC connesso allo spettrometro di massa non è controllato dal software, non lasciare lo spettrometro incustodito mentre è in funzione. Il flusso di liquido dal sistema LC può allagare la sorgente di ionizzazione quando lo spettrometro di massa entra in modalità Standby.

---

**Nota:** Per mantenere pulito il sistema e alle prestazioni ottimali, regolare la posizione della sonda quando si cambia la velocità di flusso.

---



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

---

**Nota:** Una scarica a corona si manifesta come un bagliore blu in corrispondenza della punta della sonda. Comporta una perdita di sensibilità e di stabilità del segnale.

---

**Nota:** Il valore **Tensione IonSpray** viene sempre applicato simultaneamente alle sonde TurbolonSpray e APCI, mentre il parametro temperatura viene sempre applicato simultaneamente ai riscaldatori turbo e APCI.

---

## Velocità di flusso e temperatura della sorgente di ionizzazione

La velocità di flusso di introduzione del campione e la composizione del solvente del campione influiscono sulla temperatura ottimale della sonda doppia ESI. Una velocità di flusso superiore o un contenuto maggiormente acquoso richiedono una temperatura ottimale superiore.

La sonda ESI doppia è utilizzata spesso con velocità di flusso del campione da 5 µL/min a 3.000 µL/min. Il riscaldamento viene utilizzato per aumentare il tasso di evaporazione che migliora l'efficienza della ionizzazione, producendo una maggiore sensibilità. Velocità di flusso estremamente basse di solventi altamente organici non necessitano di temperature più alte. Fare riferimento alla sezione: [Parametri e voltaggi della sorgente](#).

## Impostazione del sistema

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

## Preparazione del sistema

1. Aprire il software di controllo.
2. Aprire un metodo ottimizzato in precedenza o creare un metodo basato sui composti.
3. Se la sorgente di ionizzazione ha avuto il tempo necessario per raffreddarsi, procedere come segue.
  - a. Impostare la temperatura della sorgente di ionizzazione su 450.
  - b. Lasciar riscaldare la sorgente di ionizzazione per almeno 30 minuti.

La fase di riscaldamento, della durata di 30 minuti, impedisce ai vapori di solvente di condensarsi nella sonda ancora fredda.

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

### Impostazione delle condizioni iniziali

1. Immettere un valore iniziale per **Ion Source Gas 1**.  
Per le pompe LC, immettere un valore compreso tra 40 e 60 per Gas 1.
2. Immettere un valore iniziale per **Ion Source Gas 2**.  
Per le pompe LC, immettere un valore compreso fra 30 e 50 per Gas 2.

---

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

---

3. Digitare il valore appropriato nel campo **Spray Voltage**.
  - Modalità positiva: 5500
  - Modalità negativa: -4500
4. Digitare 25 nel campo **Curtain Gas**.
5. Avviare l'acquisizione.

### Ottimizzazione della posizione della sonda ESI doppio



---

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

---



---

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

---

Una volta che la sonda è stata ottimizzata, richiederà solo alcune piccole regolazioni. Se si rimuove la sonda, o se cambiano l'analita, la velocità di flusso o la composizione del solvente, ripetere la procedura di ottimizzazione.

Fare riferimento alla sezione: [Componenti della sorgente di ionizzazione](#) .

1. Guardare attraverso la finestrella nella sorgente di ionizzazione per visualizzare la posizione della sonda.
2. Usare le impostazioni precedenti dei micrometri orizzontali e verticali o impostarli a **5** come posizione di partenza.
3. Utilizzare il micrometro orizzontale per regolare la posizione della sonda in piccoli incrementi, per ottenere il segnale o il rapporto segnale-rumore migliore.  
La sonda può essere leggermente ottimizzata su ambo i lati della fenditura.

**Suggerimento!** Regolare l'impostazione del micrometro orizzontale per dirigere la nebulizzazione dei liquidi dalla sonda ESI doppia lontano dalla fenditura per evitarne la contaminazione, per evitare la penetrazione del flusso del gas per l'interfaccia Curtain Gas che può generare un segnale instabile ed evitare il cortocircuito elettrico causato dalla presenza di liquido.

4. Utilizzare il micrometro verticale per regolare la posizione della sonda in piccoli incrementi, per ottenere il segnale o il rapporto segnale-rumore migliore.

**Nota:** La posizione verticale della sonda dipende dalla velocità di flusso. A velocità di flusso più basse, la sonda deve essere posta più vicino alla fenditura. A velocità di flusso più elevate, la sonda deve essere allontanata dalla fenditura.

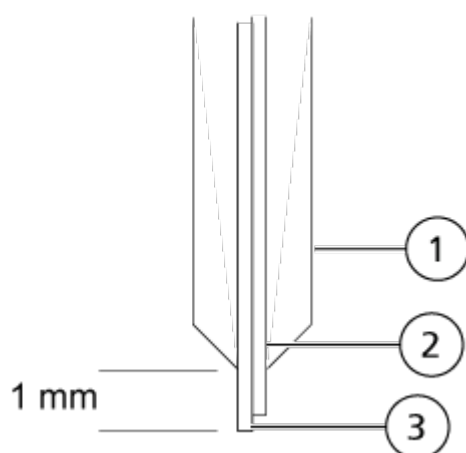
5. Regolare il dado di regolazione dell'elettrodo (di colore nero) sulla sonda per inserire o estrarre il tubo elettrodo dalla sonda (per regolare la protrusione).

**Nota:** Verificare che entrambi gli elettrodi sporgano dalla sonda.

**Suggerimento!** Se la nebulizzazione avviene troppo vicino alla fenditura, interferirà con il flusso del gas per l'interfaccia Curtain Gas, causando contaminazione dell'interfaccia di vuoto. Per prevenire la contaminazione, spostare la sonda verso l'alto utilizzando il micrometro verticale.

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

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



| Elemento | Descrizione          |
|----------|----------------------|
| 1        | Sonda doppia         |
| 2        | Elettrodo calibrante |

## Ottimizzazione della sorgente di ionizzazione

---

| Elemento | Descrizione        |
|----------|--------------------|
| 3        | Elettrodo campione |

## Ottimizzazione della sorgente, dei parametri del gas e della tensione

Ottimizzare il valore del gas sorgente di ionizzazione 1 (gas di nebulizzazione) per migliorare la stabilità e la sensibilità del segnale. Il gas sorgente di ionizzazione 2 (gas ausiliario) favorisce l'evaporazione del solvente, aumentando così la ionizzazione del campione.

Una temperatura troppo alta può causare una vaporizzazione prematura del solvente nella punta della sonda ESI doppia, soprattutto se la sonda sporge troppo, comportando un'instabilità del segnale e un elevato rumore di fondo chimico. Allo stesso modo un flusso elevato di gas ausiliario può generare rumore o instabilità del segnale.

Usare la tensione della sorgente di ionizzazione più bassa possibile senza che il segnale ne risenta.

---

**Nota:** Una scarica a corona si manifesta come un bagliore blu in corrispondenza della punta della sonda. Comporta una perdita di sensibilità e di stabilità del segnale.

---

1. Regolare i parametri del gas sorgente di ionizzazione 1 e gas sorgente di ionizzazione 2 in incrementi di 5 per ottenere il segnale o il rapporto segnale/rumore migliore.
2. Aumentare la velocità di flusso del gas per l'interfaccia Curtain Gas fino a quando il segnale inizia a diminuire.

---

**Nota:** Per evitare la contaminazione, utilizzare il valore più alto possibile della velocità di flusso del gas per l'interfaccia Curtain Gas che non riduce la sensibilità. Non impostare una velocità di flusso inferiore ai valori nella tabella: [Tabella 4-1](#). Questo contribuisce a impedire la penetrazione del flusso di gas per l'interfaccia Curtain Gas che può causare rumore, a impedire la contaminazione della fenditura e ad aumentare il rapporto segnale-rumore complessivo.

**Tabella 4-1: Valori dei parametri CUR**

| Spettrometro di massa                  | Valore iniziale |
|--|-----------------|
| Sistemi X500 QTOF e ZenoTOF 7600/7600+ | 25              |

---

3. Regolare la tensione della sorgente di ionizzazione con incrementi di 500 V per massimizzare il rapporto segnale-rumore.

## Ottimizzazione della temperatura del riscaldatore turbo

La temperatura ottimale del riscaldatore dipende dal composto, dalla velocità di flusso e dalla composizione della fase mobile. Maggiori saranno la velocità di flusso e la composizione acquosa, maggiore sarà la temperatura ottimale.

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

- Regolare la temperatura della sorgente di ionizzazione con incrementi da 50 °C a 100 °C fino a ottenere il segnale o il rapporto segnale-rumore ottimale.

## Ottimizzazione della sonda APCI doppia

---



**AVVERTENZA!** Pericolo di contaminazione da radiazioni ionizzanti, rischio biologico o pericolo di esposizione ad agenti chimici tossici. Accertarsi che il sistema di scarico della sorgente sia collegato e funzionante e che sia garantita una buona ventilazione generale del laboratorio. Per controllare le emissioni di solventi e campioni e per un funzionamento sicuro del sistema, è necessario predisporre un'adeguata ventilazione del laboratorio.

---



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

---



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

---

**ATTENZIONE:** Potenziali danni al sistema. Se il sistema LC connesso allo spettrometro di massa non è controllato dal software, non lasciare lo spettrometro incustodito mentre è in funzione. Il flusso di liquido dal sistema LC può allagare la sorgente di ionizzazione quando lo spettrometro di massa entra in modalità Standby.

---

**Nota:** la velocità di flusso minima supportata dalla sonda APCI è di 200 µL/min. Per un elenco completo dei parametri della sonda APCI, fare riferimento alla sezione: [Parametri della sonda APCI doppia](#).

---

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

---

**Nota:** Il valore **Tensione IonSpray** viene sempre applicato simultaneamente alle sonde TurbolonSpray e APCI, mentre il parametro temperatura viene sempre applicato simultaneamente ai riscaldatori turbo e APCI.

---

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

---

### Impostazione del sistema

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

### Preparazione del sistema

1. Aprire il software di controllo.
2. Aprire un metodo ottimizzato in precedenza o creare un metodo basato sui composti.
3. Se la sorgente di ionizzazione ha avuto il tempo necessario per raffreddarsi, procedere come segue.
  - a. Impostare la temperatura della sorgente di ionizzazione su 450.
  - b. Lasciar riscaldare la sorgente di ionizzazione per almeno 30 minuti.

La fase di riscaldamento, della durata di 30 minuti, impedisce ai vapori di solvente di condensarsi nella sonda ancora fredda.

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

### Impostazione delle condizioni iniziali

1. Digitare **30** nel campo **Ion Source Gas 1**.
2. Digitare **1** nel campo **Nebulizer Current (NC)**.
3. Avviare l'acquisizione.

### Ottimizzazione dei parametri di sorgente e gas

1. Regolare i valori del gas sorgente di ionizzazione 1 in incrementi di cinque fino a ottenere il segnale o il rapporto segnale-rumore migliore.
2. Aumentare la velocità di flusso del gas per l'interfaccia Curtain Gas fino a quando il segnale inizia ad abbassarsi.

**Nota:** Per evitare la contaminazione, utilizzare il valore più alto possibile della velocità di flusso del gas per l'interfaccia Curtain Gas che non riduce la sensibilità. Non impostare una velocità di flusso inferiore ai valori nella tabella: [Tabella 4-2](#). Questo contribuisce a impedire la penetrazione del flusso di gas per l'interfaccia Curtain Gas che può causare rumore, a impedire la contaminazione della fenditura e ad aumentare il rapporto segnale-rumore complessivo.

**Tabella 4-2: Valori dei parametri CUR**

| Spettrometro di massa                  | Valore iniziale |
|--|-----------------|
| Sistemi X500 QTOF e ZenoTOF 7600/7600+ | 25              |

## Regolazione della posizione dell'ago di scarica a corona



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

### Materiali richiesti

- Cacciavite a taglio isolato

Quando si utilizza la sonda doppia APCI, assicurarsi che l'ago di scarica a corona punti verso la fenditura. Quando si utilizza la sonda ESI doppia, controllare che l'ago di scarica a corona non punti verso la fenditura.

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

## Ottimizzazione della posizione della sonda doppia APCI



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



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

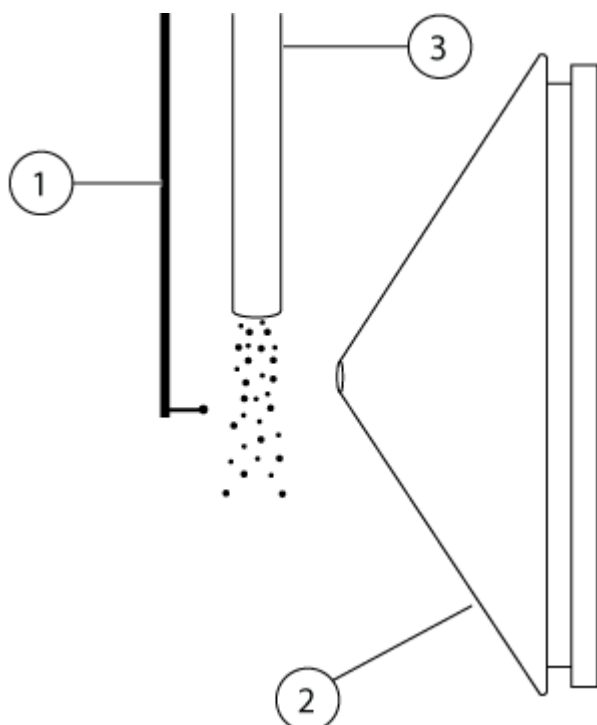
Assicurarsi che l'apertura del curtain plate sia sempre libera da solventi o goccioline di solvente.

## Ottimizzazione della sorgente di ionizzazione

---

La posizione dell'ugello nebulizzatore influenza la sensibilità e la stabilità del segnale. Regolare la posizione della sonda esclusivamente con piccoli incrementi. A velocità di flusso basse, posizionare la sonda più vicino alla fenditura. A velocità di flusso alte, posizionare la sonda lontano dalla fenditura. Una volta che la sonda è stata ottimizzata, richiederà solo alcune piccole regolazioni. Se si rimuove la sonda, o se si cambia l'analita, la velocità di flusso o la composizione del solvente, ripetere la procedura di ottimizzazione.

**Figura 4-2: Posizione dell'ugello nebulizzatore**



| Elemento | Descrizione             |
|----------|-------------------------|
| 1        | Ago di scarica a corona |
| 2        | Curtain plate           |
| 3        | Sonda doppia APCI       |

1. Usare le impostazioni precedenti dei micrometri orizzontali e verticali o impostarli a 5 come posizione di partenza.

---

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

---

2. Nel software di controllo, monitorare il segnale o il rapporto segnale-rumore degli analiti.
  3. Utilizzare il micrometro orizzontale per regolare la sonda in piccoli incrementi, per ottenere il segnale o il rapporto segnale/rumore migliore.
  4. Utilizzare il micrometro verticale per regolare la sonda in piccoli incrementi, per ottenere il segnale o il rapporto segnale-rumore migliore.
-

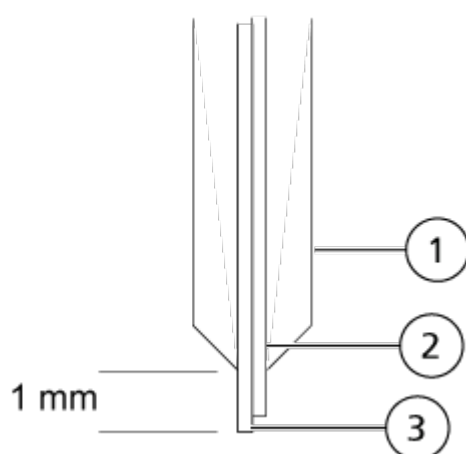


5. Regolare il dado di regolazione dell'elettrodo (di colore nero) sulla sonda per inserire o estrarre il tubo elettrodo dalla sonda (per regolare la protrusione).

**Nota:** La punta dell'elettrodo dovrebbe fuoriuscire per una lunghezza compresa tra 0,5 mm e 1,0 mm dall'estremità della sonda.

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

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



| Elemento | Descrizione          |
|----------|----------------------|
| 1        | Sonda doppia         |
| 2        | Elettrodo calibrante |
| 3        | Elettrodo campione   |

## Ottimizzazione della corrente di nebulizzazione

La sorgente di ionizzazione è controllata dalla corrente e non dalla tensione. Selezionare il valore di corrente appropriato per il metodo di acquisizione, indipendentemente dalla posizione di selezione della sorgente di ionizzazione.

- Iniziare con un valore della corrente di nebulizzazione pari a 3, quindi aumentarlo o diminuirlo per ottenere il segnale migliore possibile o un rapporto segnale/rumore ottimale. La corrente di nebulizzazione applicata all'ago di scarica a corona è di norma ottimizzata tra 1  $\mu\text{A}$  e 5  $\mu\text{A}$  in polarità positiva. Se non si osservano cambiamenti nel segnale quando si aumenta la corrente, lasciare la corrente al valore più basso che fornisce il segnale o il rapporto segnale-rumore migliore.

### Ottimizzazione della temperatura della sonda APCI

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

- Regolare la temperatura della sorgente di ionizzazione con incrementi da 50 °C a 100 °C fino a ottenere il segnale o il rapporto segnale-rumore ottimale.

### Suggerimenti per l'ottimizzazione

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

- Utilizzare la temperatura della sorgente di ionizzazione più elevata per l'ottimizzazione dei composti. La temperatura di 700 °C è comune per la maggior parte dei composti. Le temperature alte aiutano a mantenere pulita la sorgente di ionizzazione e riducono il rumore di fondo.
- Utilizzare il valore più elevato possibile per la velocità di flusso del gas per l'interfaccia Curtain Gas che non sacrifichi la sensibilità. Questo aiuta a:
  - Impedire la penetrazione del flusso di gas per l'interfaccia Curtain Gas, che può generare rumore.
  - Impedire la contaminazione della fenditura.
  - Aumentare nel complesso il rapporto segnale-rumore.
- Regolare l'impostazione del micrometro orizzontale per direzionare lo spray del liquido dalla sonda lontano dalla fenditura per:
  - Impedire la contaminazione della fenditura.
  - Impedire la foratura del flusso di gas per l'interfaccia Curtain Gas, che può generare instabilità nel segnale.
  - Impedire il cortocircuito elettrico dovuto alla presenza di liquido.

Per fare questo, utilizzare il micrometro verticale per spostare la sonda verso l'alto.

- Usare la tensione della sorgente di ionizzazione più bassa possibile senza che il segnale ne risenta. In SCIEX OS, è il campo **Spray Voltage**. Concentrarsi sul rapporto segnale-rumore e non solo sul segnale.
- Per velocità di flusso superiori a 2 mL/min in modalità APCI, equilibrare lo spettrometro di massa prima di avviare il flusso di liquido, per assicurarsi di raggiungere la temperatura di nebulizzazione.

# Manutenzione della sorgente di ionizzazione

# 5

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



**AVVERTENZA!** Pericolo di superfici calde. Prima di avviare qualsiasi procedura di manutenzione, lasciare scendere la temperatura della sorgente di ionizzazione Turbo V per almeno 30 minuti. Alcune superfici della sorgente di ionizzazione e dell'interfaccia di vuoto raggiungono temperature considerevoli durante il funzionamento.



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



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



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



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



**AVVERTENZA!** Pericolo di perforazione, pericolo di contaminazione da radiazioni ionizzanti, rischio biologico o pericolo di esposizione ad agenti chimici tossici. Se la finestra della sorgente di ionizzazione è rotta o crepata, non utilizzare la sorgente. Contattare un responsabile dell'assistenza tecnica (FSE) SCIEX. Qualsiasi materiale tossico o nocivo introdotto nell'apparecchiatura sarà presente nel sistema di scarico della sorgente. Gli scarichi rilasciati dall'apparecchiatura devono essere fatti fuoriuscire dalla stanza. Smaltire gli oggetti taglienti seguendo le procedure di sicurezza previste dal laboratorio.

## Manutenzione della sorgente di ionizzazione

---

**ATTENZIONE: Potenziali danni al sistema. Non sollevare o trasportare la sorgente di ionizzazione con una sola mano. La sorgente di ionizzazione è progettata in modo da essere sollevata o trasportata usando due mani, una su ciascun lato.**

---

Questa sezione descrive le procedure di manutenzione generale della sorgente di ionizzazione. Per identificare la frequenza con la quale pulire o sottoporre a manutenzione la sorgente di ionizzazione, considerare quanto segue:

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

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

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

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

---

### Materiali necessari

- Chiave a forchetta da 1/4 di pollice
- Cacciavite a taglio
- Metanolo per LC-MS
- Acqua deionizzata per LC-MS
- Occhiali di sicurezza
- Mascherina e filtro
- Guanti senza polvere, consigliati in neoprene o nitrile
- Camice da laboratorio

## Programma di manutenzione consigliato

La tabella di seguito contiene un programma consigliato per la pulizia e la manutenzione della sorgente di ionizzazione. Per un elenco di materiali di consumo e parti di ricambio, fare riferimento al documento: *Guida alle apparecchiature e alle parti*.

**Suggerimento!** Eseguire le attività di manutenzione regolarmente per assicurare le prestazioni ottimali del sistema.

---

## Manutenzione della sorgente di ionizzazione

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

**Nota:** Per i codici, fare riferimento al documento: *Guida ai componenti e all'apparecchiatura*.

**Tabella 5-1: Operazioni di manutenzione della sorgente di ionizzazione**

| Componente                                       | Frequenza         | Attività               | Per maggiori informazioni  |
|--|-------------------|------------------------|--|
| Sonde sorgente di ionizzazione                   | Secondo necessità | Esaminare e sostituire | Fare riferimento alle sezioni: <a href="#">Rimozione della sonda</a> e <a href="#">Installazione della sonda</a> . |
| Elettrodi per le sonde doppie ESI o APCI         | Secondo necessità | Esaminare e sostituire | Fare riferimento alla sezione: <a href="#">Sostituzione degli elettrodi doppi</a> .                                |
| Sorgenti di ionizzazione ago di scarica a corona | Secondo necessità | Sostituire             | Fare riferimento alla sezione: <a href="#">Sostituzione dell'ago di scarica a corona</a> .                         |
| riscaldatore turbo                               | Secondo necessità | Sostituire             | Contattare l'addetto alla manutenzione qualificato (QMP) o il responsabile dell'assistenza tecnica (FSE) locale.   |
| Tubo del campione                                | Secondo necessità | Sostituire             | Fare riferimento alla sezione: <a href="#">Collegamento del tubo della sorgente di ionizzazione</a> .              |

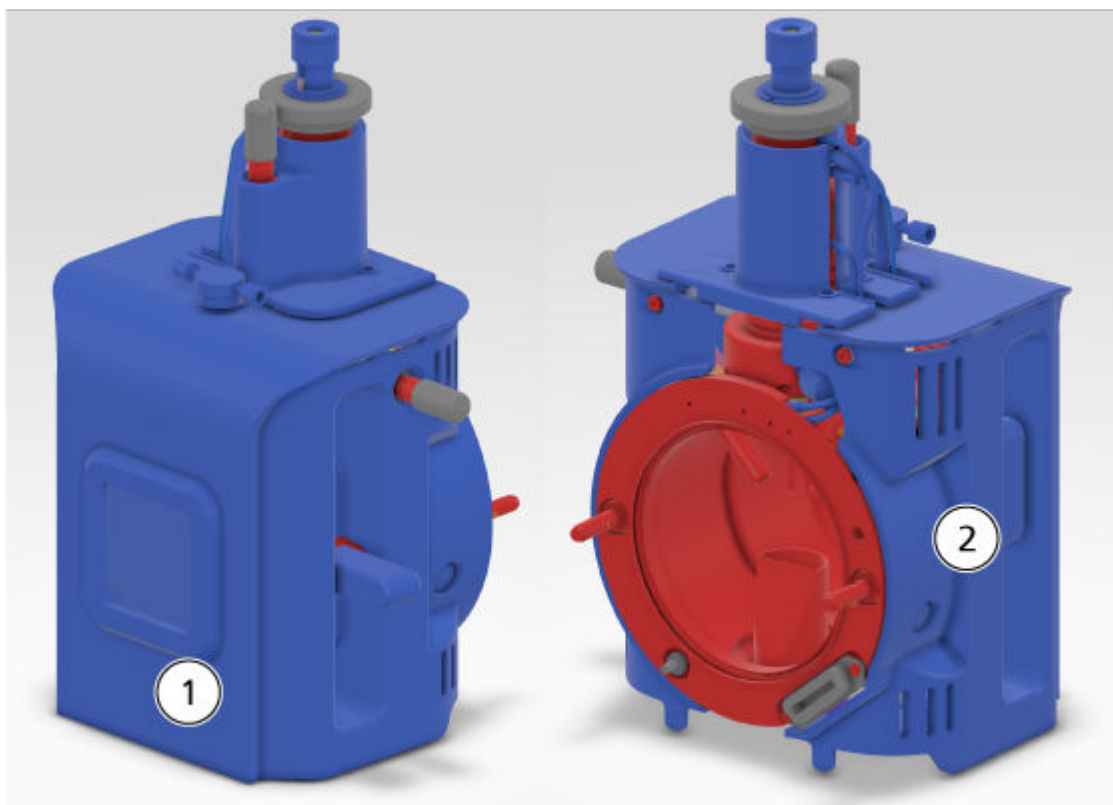
## Manipolazione della sorgente di ionizzazione

Le superfici della sorgente di ionizzazione raggiungono temperature considerevoli durante il funzionamento. Le figure che seguono mostrano le superfici meno calde (blu e grigio) e le superfici che rimangono calde per un periodo di tempo prolungato (rosso). Non toccare le superfici rosse mentre si usa o si rimuove la sorgente di ionizzazione.

## Manutenzione della sorgente di ionizzazione

---

Figura 5-1: Superfici calde della sorgente di ionizzazione (rosso = molto caldo, grigio = caldo, blu = maneggiare con cautela)



| Elemento | Descrizione      |
|----------|------------------|
| 1        | Parte anteriore  |
| 2        | Parte posteriore |


## Rimozione della sorgente di ionizzazione

---

**Nota:** l'azoto continua a fluire ad una velocità di 9 L/min quando lo spettrometro di massa è acceso.

---

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

1. Arrestare le scansioni in corso.
2. Disattivare il flusso del campione.
3. Arrestare il CDS.
4. (SCIEX OS) Fare clic su **Standby** (  ) nel pannello di stato.

5. Attendere almeno 30 minuti per permettere alla sorgente di ionizzazione di raffreddarsi.
6. Scollegare il tubo del campione dalla giunzione di messa a terra.
7. Scollegare il tubo del calibrante dalla valvola di ritegno.
8. Sbloccare la sorgente di ionizzazione girando i due fermi di sicurezza verso la posizione ore 12.
9. Staccare delicatamente la sorgente di ionizzazione dall'interfaccia di vuoto.

---

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

---

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

## Pulizia delle superfici della sorgente di ionizzazione



**AVVERTENZA!** Pericolo di scosse elettriche. Prima di avviare questa procedura, rimuovere la sorgente di ionizzazione dallo spettrometro di massa. Attenersi a tutte le norme di sicurezza che regolamentano i lavori in presenza di elettricità.

---

### Procedure preliminari

- [Rimozione della sorgente di ionizzazione.](#)

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

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

## Pulizia della delle sonde

La sorgente di ionizzazione va lavata regolarmente, indipendentemente dal tipo di composti campionati. Svolgere questa operazione configurando un metodo nel software specifico per eseguire un'operazione di lavaggio.

1. Passare a una fase mobile composta da acqua/acetonitrile 1:1 o acqua/metanolo 1:1.
2. Regolare la posizione della sonda in modo che si trovi il più lontano possibile dall'orifizio.
3. Nel software di controllo procedere come segue.
  - a. Creare un metodo MS.
  - b. Impostare la temperatura della sorgente di ionizzazione tra 500 °C e 600 °C.
  - c. Impostare il gas della sorgente di ionizzazione 1 e il gas della sorgente di ionizzazione 2 almeno a 40.
  - d. Impostare la velocità di flusso del gas per l'interfaccia Curtain Gas al valore più elevato possibile.

## Manutenzione della sorgente di ionizzazione

---

4. Attendere fino a raggiungere il punto di regolazione della temperatura.
5. Assicurarsi che la sonda e il tubo di campionamento siano lavati abbondantemente.

## Rimozione della sonda

---



**AVVERTENZA! Pericolo di scosse elettriche. Prima di avviare questa procedura, rimuovere la sorgente di ionizzazione dallo spettrometro di massa. Attenersi a tutte le norme di sicurezza che regolamentano i lavori in presenza di elettricità.**

---

**ATTENZIONE: Potenziali danni al sistema. Non lasciare che la punta sporgente dell'elettrodo o l'ago di scarica a corona tocchi una qualsiasi parte del corpo della sorgente di ionizzazione, onde evitare che la sonda subisca danni.**

---

### Procedure preliminari

- [Rimozione della sorgente di ionizzazione.](#)

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

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

## Sostituzione degli elettrodi doppi

---



**AVVERTENZA! Pericolo di scosse elettriche. Prima di avviare questa procedura, rimuovere la sorgente di ionizzazione dallo spettrometro di massa. Attenersi a tutte le norme di sicurezza che regolamentano i lavori in presenza di elettricità.**

---



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

---

### Procedure preliminari

- [Rimozione della sorgente di ionizzazione.](#)
- [Rimozione della sonda.](#)



La sonda contiene doppi elettrodi. Sostituire doppi elettrodi quando si nota un calo delle prestazioni.

---

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

---

Questa procedura è applicabile ad entrambe le sonde.

1. Rimuovere il dado di regolazione dell'elettrodo, quindi rimuovere doppi elettrodi.
2. Installare i nuovi elettrodi doppi all'interno della sonda e serrare il dado di regolazione dell'elettrodo.
3. Installare la sonda. Fare riferimento alla sezione: [Installazione della sonda](#).
4. Installare la sorgente di ionizzazione sullo spettrometro di massa. Fare riferimento alla sezione: [Installazione della sorgente di ionizzazione](#).
5. Collegare il tubo del campione. Fare riferimento alla sezione: [Collegamento del tubo della sorgente di ionizzazione](#).
6. Collegare il tubo del calibrante.
7. Regolare l'estensione della punta dell'elettrodo. Fare riferimento alla sezione: [Ottimizzazione della posizione della sonda ESI doppio](#) o [Ottimizzazione della posizione della sonda doppia APCI](#).

## Sostituzione dell'ago di scarica a corona



**AVVERTENZA!** Pericolo di scosse elettriche. Prima di avviare questa procedura, rimuovere la sorgente di ionizzazione dallo spettrometro di massa. Attenersi a tutte le norme di sicurezza che regolamentano i lavori in presenza di elettricità.

---



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

---

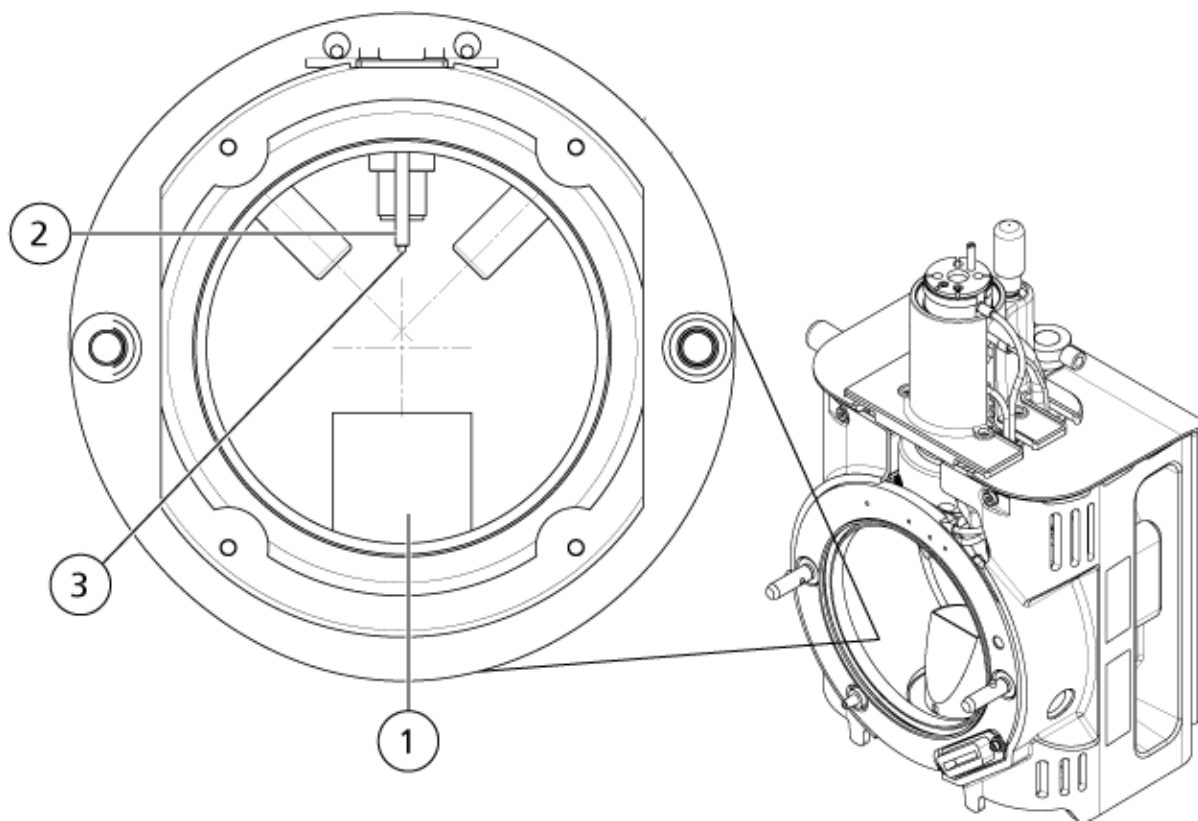
### Procedure preliminari

- [Rimozione della sorgente di ionizzazione](#).
- [Rimozione della sonda](#).

Se la punta dell'ago di scarica a corona si corrode, potrebbe non essere possibile rimuoverla con le mani. In questo caso, tagliare la punta dell'ago per rimuoverla, quindi sostituire l'intero ago di scarica a corona.

1. Girare la sorgente di ionizzazione in modo che il lato dell'apertura sia accessibile.

Figura 5-2: Ago di scarica a corona



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

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

## Sostituzione del tubo del campionamento



**AVVERTENZA! Pericolo di scosse elettriche. Prima di avviare questa procedura, rimuovere la sorgente di ionizzazione dallo spettrometro di massa. Attenersi a tutte le norme di sicurezza che regolamentano i lavori in presenza di elettricità.**

**Nota:** Per sostituire il tubo del calibrante, fare riferimento alla *Guida per l'utente del sistema*.

### Procedure preliminari

- Arrestare il flusso del campione e assicurarsi che tutto il gas rimanente sia stato rimosso attraverso il sistema di scarico della sorgente.
- Rimuovere la sorgente di ionizzazione. Fare riferimento alla sezione: [Rimozione della sorgente di ionizzazione](#).

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

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

## Stoccaggio e manipolazione



**AVVERTENZA! Pericolo ambientale. Non smaltire i componenti del sistema nei rifiuti urbani indifferenziati. Per smaltire correttamente i componenti, attenersi scrupolosamente alle normative locali.**

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

- Temperatura ambiente compresa tra -30 °C e +60 °C (-22 °F e 140 °F)
- Pressione atmosferica tra 75 kPa e 101 kPa
- Umidità relativa non superiore al 99%, senza condensa

# Risoluzione dei problemi della sorgente di ionizzazione

# 6

| Problema  | Probabile causa  | Azioni correttive  |
|---|--|--|
| Il software di controllo riporta che lo spettrometro di massa è in stato di Fault (guasto).                     | <ol style="list-style-type: none"><li>1. La sonda non è installata.</li><li>2. La sonda non è collegata correttamente.</li></ol> | <ol style="list-style-type: none"><li>1. Installare la sonda. Fare riferimento alla sezione: <a href="#">Installazione della sonda</a>.</li><li>2. Reinstallare la sonda:<ol style="list-style-type: none"><li>a. Rimuovere la sonda. Fare riferimento alla sezione: <a href="#">Rimozione della sonda</a>.</li><li>b. Installare la sonda assicurandosi di serrare saldamente la ghiera di fermo. Fare riferimento alla sezione: <a href="#">Installazione della sonda</a>.</li></ol></li></ol> |
| La nebulizzazione non è uniforme.   | L'elettrodo è bloccato.  | Sostituire l'elettrodo. Fare riferimento alla sezione: <a href="#">Sostituzione degli elettrodi doppi</a> .  |
| La temperatura della sorgente di ionizzazione non è stata raggiunta o la temperatura è troppo alta o instabile. | Il riscaldatore turbo è guasto.  | Contattare l'addetto alla manutenzione qualificato (QMP) o il responsabile dell'assistenza tecnica (FSE) locale.   |

## Risoluzione dei problemi della sorgente di ionizzazione

| Problema   | Probabile causa   | Azioni correttive  |
|--|---|--|
| La sensibilità è scarsa.   | <ol style="list-style-type: none"> <li>1. I componenti dell'interfaccia (parte frontale) sono sporchi.</li> <li>2. Vapori di solvente o altri composti ignoti sono presenti nella regione dell'analizzatore.</li> <li>3. L'elettrodo più corto non sporge dalla sonda.</li> </ol> | <ol style="list-style-type: none"> <li>1. Pulire le componenti dell'interfaccia e installare la sorgente di ionizzazione.</li> <li>2. Ottimizzare la velocità di flusso del gas per l'interfaccia Curtain Gas. Fare riferimento alla sezione: <a href="#">Ottimizzazione della sorgente di ionizzazione</a>.</li> <li>3. Regolare l'estensione della punta dell'elettrodo. Fare riferimento alla sezione: <a href="#">Ottimizzazione della posizione della sonda ESI doppio</a> o <a href="#">Ottimizzazione della posizione della sonda doppia APCI</a>.</li> </ol> |
| Durante il test, la sorgente di ionizzazione non soddisfa le specifiche. | <ol style="list-style-type: none"> <li>1. La soluzione di test non è stata preparata correttamente.</li> <li>2. Lo spettrometro di massa non ha superato i test di installazione.</li> </ol>  | <ol style="list-style-type: none"> <li>1. Verificare che la soluzione di test sia stata preparata correttamente.</li> <li>2. Se il problema non può essere risolto, contattare il Responsabile dell'Assistenza Tecnica (FSE) per l'esecuzione dei test di installazione.</li> </ol>  |

## Risoluzione dei problemi della sorgente di ionizzazione

| Problema                   | Probabile causa  | Azioni correttive   |
|----------------------------|--|---|
| Il rumore di fondo è alto. | <ol style="list-style-type: none"><li>1. La temperatura della sorgente di ionizzazione è troppo elevata.</li><li>2. La sorgente di ionizzazione è contaminata.</li></ol> | <ol style="list-style-type: none"><li>1. Ottimizzare la temperatura della sorgente di ionizzazione.</li><li>2. Ottimizzare il flusso del gas del sistema di riscaldamento.</li><li>3. Pulire o sostituire i componenti della sorgente di ionizzazione, quindi condizionare la sorgente e la parte frontale:<ol style="list-style-type: none"><li>a. Spostare la sonda nella posizione più lontana dalla fenditura (verticalmente e orizzontalmente).</li><li>b. Assicurarsi che il riscaldatore di interfaccia sia attivo.</li><li>c. Infondere o iniettare una soluzione di metanolo/acqua 50:50 con velocità di flusso della pompa di 1 mL/min.</li><li>d. Nel software di controllo, impostare la temperatura della sorgente di ionizzazione su 650, il gas 1 della sorgente di ionizzazione su 60 e il gas 2 della sorgente di ionizzazione su 60.</li><li>e. Impostare la velocità di flusso del gas per</li></ol></li></ol> |

## Risoluzione dei problemi della sorgente di ionizzazione

| Problema  | Probabile causa  | Azioni correttive   |
|---|--|---|
|   |  | <p>l'interfaccia Curtain Gas su 45 o 50.</p> <p>f. Acquisire dati per almeno 2 ore o, preferibilmente, per tutta la notte, per ottenere i risultati migliori.</p>   |
| <p>Le prestazioni della sorgente di ionizzazione sono peggiorate.</p> | <ol style="list-style-type: none"> <li>1. La sonda non è ottimizzata.</li> <li>2. Il campione non era preparato a dovere o era degradato.</li> <li>3. Perdite negli attacchi di entrata del campione.</li> </ol> | <ol style="list-style-type: none"> <li>1. Ottimizzare la sonda. Fare riferimento alla sezione: <a href="#">Ottimizzazione della sonda ESI doppia</a> o <a href="#">Ottimizzazione della sonda APCI doppia</a>.</li> <li>2. Assicurarsi che il campione sia stato preparato correttamente.</li> <li>3. Assicurarsi che i raccordi siano serrati (sostituirli se continuano a verificarsi perdite). Non serrare eccessivamente i raccordi.</li> <li>4. Installare e ottimizzare una sorgente di ionizzazione alternativa. Se il problema persiste, contattare un responsabile dell'assistenza tecnica.</li> </ol> |
| <p>Scariche ad arco o scintille.</p>                                  | <p>La posizione dell'ago di scarica a corona non è corretta o la punta dell'elettrodo è danneggiata.</p>   | <p>Girare l'ago di scarica a corona verso il curtain plate e lontano dal flusso di gas ausiliario. Fare riferimento alla sezione: <a href="#">Regolazione della posizione dell'ago di scarica a corona</a>.</p>   |

## Risoluzione dei problemi della sorgente di ionizzazione

---

| <b>Problema</b>                    | <b>Probabile causa</b>  | <b>Azioni correttive</b>   |
|------------------------------------|---|--|
| Il segnale del calibrante è basso. | <ol style="list-style-type: none"><li>1. Il CDS non è collegato.</li><li>2. Il tubo CDS è ostruito.</li></ol> | <ol style="list-style-type: none"><li>1. Controllare i collegamenti del CDS.</li><li>2. Ispezionare il tubo calibrante per verificare la presenza di ostruzioni o perdite.</li></ol> |



# Principi di funzionamento - Sorgente di ionizzazione

# A

## Modalità di ionizzazione elettrospray

La sonda è posizionata centralmente tra i due riscaldatori turbo, che sono collocati con un angolo di 45 gradi su ogni lato della sonda. La combinazione tra la nebulizzazione e il gas secco riscaldato, portato a temperatura dai riscaldatori turbo, è proiettata a un'angolazione di 90 gradi verso la fenditura del curtain plate.

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

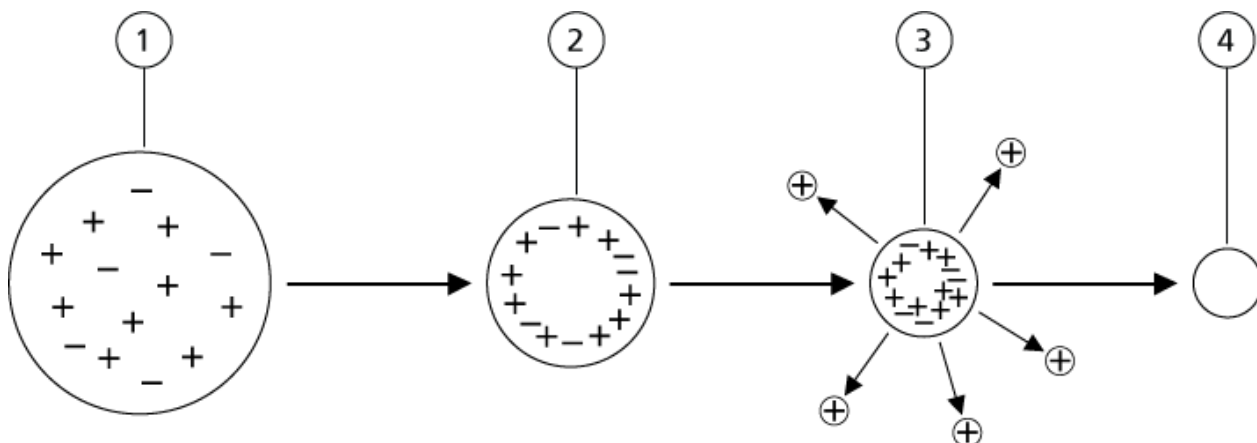
L'interazione della **Spray voltage** e dei riscaldatori turbo aiuta a concentrare il flusso e aumenta la velocità di evaporazione delle goccioline, con un conseguente aumento del segnale ionico. Il gas riscaldato aumenta l'efficienza dell'evaporazione degli ioni, con conseguente maggiore sensibilità e capacità di gestire velocità di flusso più elevate di campione liquido.

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

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

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

Figura A-1: Evaporazione ioni



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

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

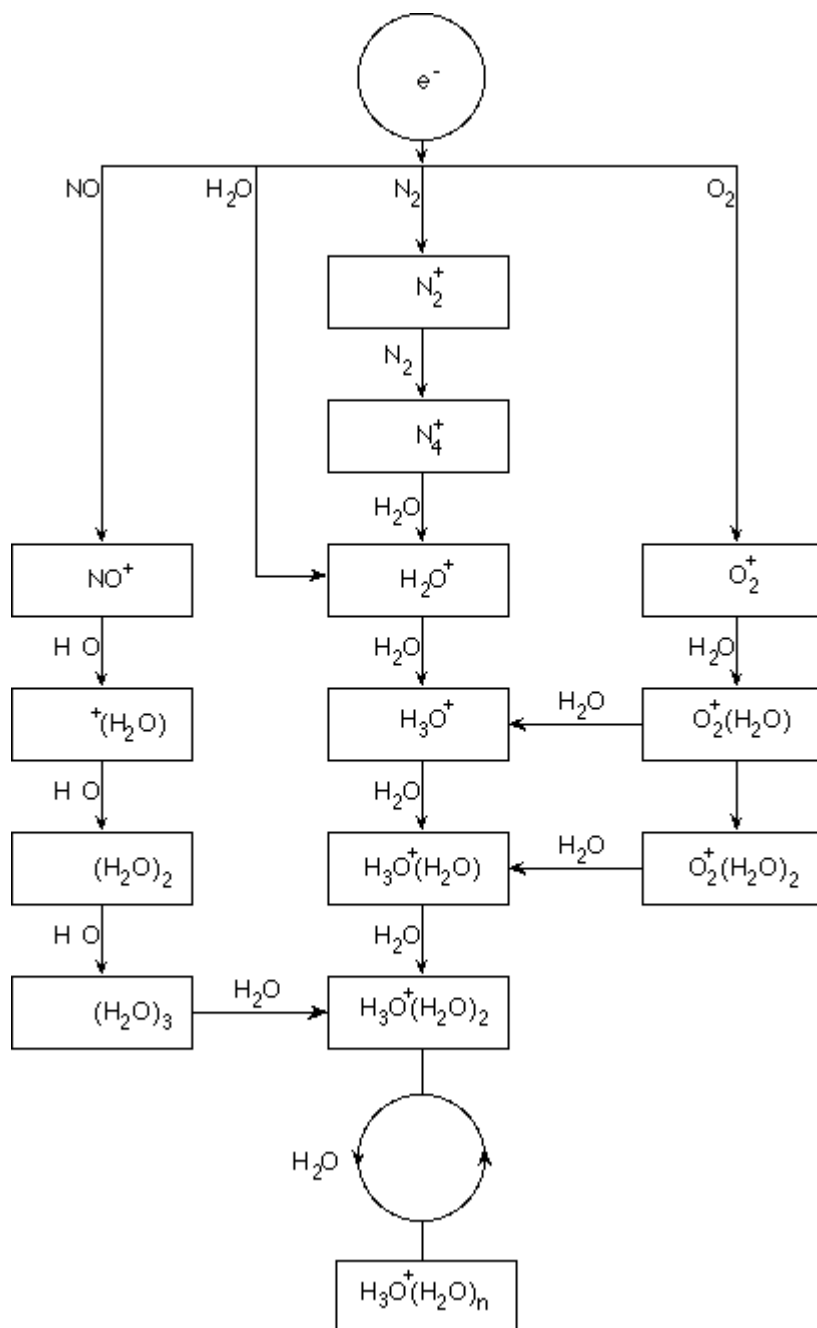
Dato che le energie di solvatazione di buona parte delle molecole organiche sono sconosciute, le sensibilità di ogni dato ione organico all'evaporazione ionica sono difficili da prevedere. L'importanza dell'energia di solvatazione è evidente, in quanto i surfactanti che si concentrano sulla superficie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

## Modalità APCI

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

La figura seguente mostra il flusso di reazione del processo APCI per gli ioni reagenti positivi, i protoni idrati,  $H_3O^+[H_2O]_n$ .

Figura A-2: Diagramma di flusso reazione APCI



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

I campioni introdotti attraverso la sonda doppia APCI vengono nebulizzati, con l'aiuto di un gas nebulizzatore, nel tubo in ceramica riscaldato. All'interno del tubo le goccioline finemente disperse di campione e di solvente subiscono una vaporizzazione rapida con

## Principi di funzionamento - Sorgente di ionizzazione

---

la decomposizione termica ridotta al minimo. La vaporizzazione delicata preserva l'identità molecolare del campione.

Le molecole di campione gassoso e di solvente passano nel corpo della sorgente di ionizzazione, all'interno della quale la ionizzazione tramite APCI è indotta da un ago di scarica a corona collegato all'estremità del tubo in ceramica. Le molecole del campione sono ionizzate dalla collisione con gli ioni reagenti creati dalla ionizzazione delle molecole di solvente della fase mobile. Le molecole di solvente vaporizzate sono ionizzate per produrre gli ioni reagenti  $[X+H]^+$  in polarità positiva e  $[X-H]^-$  in polarità negativa. Fare riferimento alla figura: [Figura A-3](#). Sono questi ioni reagenti che producono ioni campione stabili quando collidono con le molecole del campione.

**Figura A-3: Ionizzazione chimica a pressione atmosferica**

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

x = molecole solvente; M = molecole campione

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

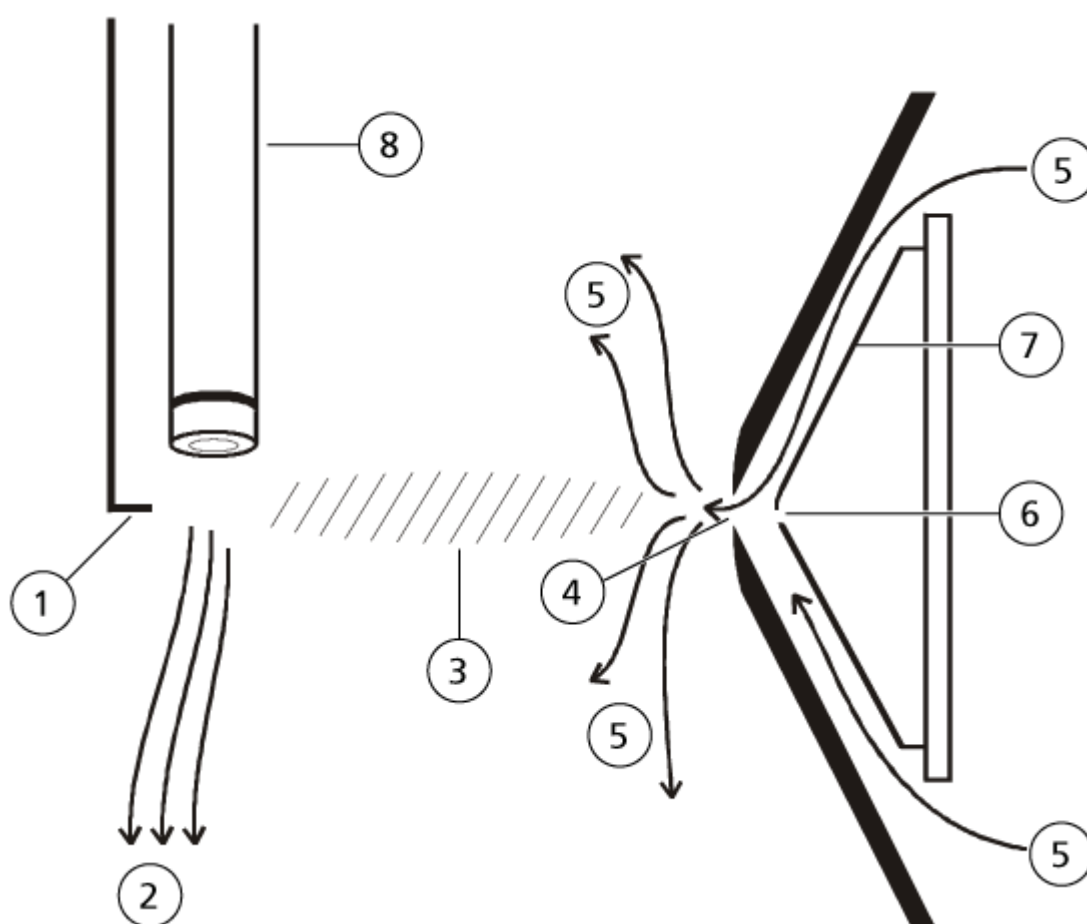
Per applicazioni in fase inversa, gli ioni reagenti sono costituiti da molecole di solvente protonate in polarità positiva e ioni di ossigeno solvatati in polarità negativa. In condizioni termodinamiche favorevoli, l'aggiunta di modificatori cambia la composizione dello ione reagente. Ad esempio, l'aggiunta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

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

## Regione di ionizzazione APCI

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

**Figura A-4: Regione di ionizzazione APCI**



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

## Principi di funzionamento - Sorgente di ionizzazione

---

| Elemento | Descrizione                       |
|----------|-----------------------------------|
| 5        | Gas per l'interfaccia Curtain Gas |
| 6        | Orifizio                          |
| 7        | Separatore di vuoto               |
| 8        | Tubo in ceramica                  |

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

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

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

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

# Parametri e voltaggi della sorgente **B**

## Parametri della sonda ESI doppia

La seguente tabella mostra le condizioni operative raccomandate per la sonda ESI doppia a tre velocità di flusso differenti. Per ogni velocità di flusso, la velocità di flusso del gas per l'interfaccia Curtain Gas deve essere la più elevata possibile. La composizione del solvente usato per l'ottimizzazione era acqua/acetonitrile 1:1. Queste condizioni rappresentano un punto a partire dal quale si può ottimizzare la sonda. Attraverso un processo iterativo, si possono ottimizzare i parametri usando l'analisi mediante iniezione in flusso per raggiungere il segnale o il rapporto segnale-rumore migliore per il composto in questione.

**Tabella B-1: Ottimizzazione dei parametri per la sonda ESI doppia**

| Parametri  | Valori tipici                     |                                   |                                     | Gamma di esercizio                                    |
|--|-----------------------------------|-----------------------------------|-------------------------------------|---|
|  | Basso                             | Medio                             | Alto                                |   |
| Velocità di flusso LC                                  | Da 5 µl/min a 50 µl/min           | 200 µL/min                        | 1.000 µL/min                        | Da 5 µL/min a 3.000 µL/min                            |
| Gas sorgente di ionizzazione 1 (gas di nebulizzazione) | Da 20 psi a 40 psi                | Da 40 psi a 60 psi                | Da 40 psi a 60 psi                  | Da 0 psi a 90 psi                                     |
| Gas sorgente di ionizzazione 2 (gas ausiliario)        | 0 psi                             | 50 psi                            | 50 psi                              | Da 0 psi a 90 psi                                     |
| <b>Spray voltage</b>                                   | 5.500 V                           | 5.500 V                           | 5.500 V                             | 5.500 V   |
| Gas per l'interfaccia Curtain Gas                      | 25 psi                            | 25 psi                            | 25 psi                              | Da 25 a 50 psi  |
| Temperatura sorgente di ionizzazione <sup>1</sup>      | Temperatura ambiente a 200 °C     | Da 200 a 650 °C                   | Da 400 a 750 °C                     | Fino a 750 °C   |
| Potenziale di declustering (DP) <sup>2</sup>           | Positivo: 70 V<br>Negativo: -70 V | Positivo: 70 V<br>Negativo: -70 V | Positivo: 100 V<br>Negativo: -100 V | Positivo: da 0 v a 400 V<br>Negativo: da -400 V a 0 V |

<sup>1</sup> I valori di temperatura ottimali dipendono dal composto e dalla composizione della fase mobile. Un contenuto maggiormente acquoso richiede una temperatura più elevata. Zero (0) indica che non è applicata alcuna temperatura.

<sup>2</sup> I valori DP dipendono dal composto.

## Parametri e voltaggi della sorgente

Tabella B-1: Ottimizzazione dei parametri per la sonda ESI doppia (continua)

| Parametri                                 | Valori tipici |          |          | Gamma di esercizio |
|---|---------------|----------|----------|--------------------|
|   | Basso         | Medio    | Alto     |                    |
| Impostazione micrometro verticale sonda   | Da 7 a 10     | Da 2 a 5 | Da 0 a 2 | Da 0 a 13          |
| Impostazione micrometro orizzontale sonda | Da 4 a 6      | Da 4 a 6 | Da 4 a 6 | Da 0 a 10          |

## Parametri della sonda APCI doppia

Tabella B-2: Ottimizzazione dei parametri per la sonda APCI doppia

| Parametro  | Valore tipico                     | Gamma di esercizio                                    |
|--|-----------------------------------|---|
| flusso LC velocità                                     | 1.000 µL/min                      | Da 200 µL/min a 3.000 µL/min                          |
| Gas sorgente di ionizzazione 1 (gas di nebulizzazione) | 30 psi                            | Da 0 psi a 90 psi                                     |
| Gas per l'interfaccia Curtain Gas                      | 25 psi                            | Da 25 a 50 psi  |
| Temperatura sorgente di ionizzazione <sup>3</sup>      | 400 °C                            | Da 100 a 750 °C                                       |
| Corrente di nebulizzazione                             | Positivo: 3 µA<br>Negativo: -3 µA | Positivo: da 0 mA a 5 µA<br>Negativo: da -5 mA a 0 µA |
| Potenziale di declustering (DP)                        | Positivo: 60 V<br>Negativo: -60 V | Positiva: da 0 V a 300 V<br>Negativa: da -300 V a 0 V |
| Impostazione micrometro verticale sonda                | 4                                 | Scala da 0 a 13                                       |

## Descrizione dei parametri

Tabella B-3: Parametri dipendenti dalla sorgente

| Parametro                      | Descrizione  |
|--------------------------------|--|
| Gas sorgente di ionizzazione 1 | Controlla il gas di nebulizzazione per le sonde ESI doppia, APCI doppia. Fare riferimento alla sezione: <a href="#">Principi di funzionamento - Sorgente di ionizzazione</a> . |

<sup>3</sup> Il valore della temperatura dipende dal composto.



**Tabella B-3: Parametri dipendenti dalla sorgente (continua)**

| Parametro                            | Descrizione  |
|--------------------------------------|--|
| Gas sorgente di ionizzazione 2       | <p>Controlla il gas ausiliario per la sonda ESI. La sensibilità migliore si ottiene quando la combinazione di temperatura e velocità di flusso del gas ausiliario porta il solvente LC a raggiungere un punto in cui è quasi completamente vaporizzato. Per ottimizzare il valore gas sorgente di ionizzazione 2, incrementare il flusso per ottenere il miglior segnale o rapporto segnale-rumore se vi è un aumento significativo del rumore di fondo. Un flusso troppo elevato di gas può generare rumore o instabilità del segnale. Fare riferimento alla sezione: <a href="#">Principi di funzionamento - Sorgente di ionizzazione</a>.</p>   |
| Curtain gas                          | <p>Controlla la velocità di flusso del gas per l'interfaccia Curtain Gas. Il flusso Curtain Gas si trova tra il curtain plate e il separatore di vuoto. Impedisce all'aria presente nell'ambiente e alle goccioline di solvente di entrare e contaminare le ottiche ioniche, permettendo allo stesso tempo il convogliamento degli ioni campione nella camera da vuoto tramite i campi elettrici generati tra l'interfaccia di vuoto e l'ago del nebulizzatore. La contaminazione delle ottiche ioniche di ingresso riduce la trasmissione al Q0, la stabilità e la sensibilità, e aumenta inoltre il rumore di fondo.</p> <p>Mantenere la velocità di flusso del gas per l'interfaccia Curtain Gas più elevata possibile senza perdere sensibilità.</p> |
| Temperatura sorgente di ionizzazione | <p>Controlla il calore applicato al campione per vaporizzarlo. La temperatura ottimale è la temperatura della sorgente di ionizzazione più bassa alla quale il campione è completamente vaporizzato.</p> <p>Ottimizzare a incrementi di 50 °C.</p>   |

## Parametri e voltaggi della sorgente

**Tabella B-3: Parametri dipendenti dalla sorgente (continua)**

| Parametro   | Descrizione   |
|---|---|
| Temperatura della sorgente di ionizzazione (sonda ESI)  | <p>Controlla la temperatura del gas ausiliario nella sonda ESI.</p> <p>La sensibilità migliore si ottiene quando la combinazione di temperatura e velocità di flusso del gas sorgente di ionizzazione 2 porta il solvente LC a raggiungere un punto in cui è quasi completamente vaporizzato.</p> <p>Quando il contenuto organico del solvente aumenta, la temperatura ottimale della sonda diminuisce. Con solventi costituiti da 100% metanolo o acetonitrile, le prestazioni della sonda possono essere ottimizzate a temperature non inferiori ai 300 °C. I solventi acquosi costituiti da 100% acqua a un flusso di circa 1.000 µL/min richiedono una temperatura massima della sonda di 750 °C.</p> <p>Se la temperatura della sorgente di ionizzazione è impostata a valori troppo bassi, la vaporizzazione resta incompleta e grandi e visibili goccioline sono espulse nel corpo della sorgente di ionizzazione.</p> <p>Se la temperatura della sorgente di ionizzazione è impostata a valori troppo alti, il solvente può essere vaporizzato prematuramente alla punta della sonda, specialmente se la sonda è posizionata troppo in basso (da 5 a 13).</p> |
| Temperatura della sorgente di ionizzazione (sonda APCI) | <p>Controlla la temperatura nella sonda APCI.</p> <p>Quando il contenuto organico del solvente aumenta, la temperatura ottimale della sonda diminuisce. Con solventi costituiti da 100% metanolo o acetonitrile, le prestazioni della sonda possono essere ottimizzate a temperature non inferiori ai 400 °C a velocità di flusso di 1.000 µL/min. I solventi acquosi costituiti da 100% acqua a un flusso di circa 2.000 µL/min richiedono una temperatura minima della sonda di 700 °C.</p> <p>Se la temperatura della sorgente di ionizzazione è impostata a valori troppo bassi, la vaporizzazione resta incompleta e grandi e visibili goccioline sono espulse nel corpo della sorgente di ionizzazione.</p> <p>Se la temperatura della sorgente di ionizzazione è impostata su valori troppo alti, avviene la degradazione termica del campione.</p>  |

**Tabella B-3: Parametri dipendenti dalla sorgente (continua)**

| Parametro                               | Descrizione   |
|---|---|
| Corrente di nebulizzazione              | Controlla la corrente applicata all'ago di scarica a corona nella sonda APCI. La scarica ionizza le molecole di solvente, che a loro volta ionizzano le molecole del campione. Per la sonda APCI la corrente applicata all'ago di scarica a corona è ottimizzata solitamente in un intervallo piuttosto ampio (da 1 $\mu$ A a 5 $\mu$ A circa in polarità positiva). Ottimizzare iniziando con un valore di 1 e aumentarlo fino a raggiungere il miglior segnale o rapporto segnale-rumore. Se aumentando la corrente non si osserva alcun cambiamento nel segnale, lasciare la corrente al valore più basso che fornisce la migliore sensibilità, ad esempio, 2 $\mu$ A. |
| Tensione della sorgente di ionizzazione | Controlla la tensione applicata al nebulizzatore nella sonda ESI, che ionizza il campione nella sorgente di ionizzazione. Il valore del parametro dipende dalla polarità e influenza la stabilità della nebulizzazione e la sensibilità.  |
| Riscaldatore di interfaccia             | Attiva e disattiva il riscaldatore dell'interfaccia. Riscaldare l'interfaccia permette di massimizzare il segnale degli ioni e impedisce la contaminazione delle ottiche ioniche. A meno che il composto che si voglia analizzare sia estremamente fragile, è consigliabile riscaldare l'interfaccia.   |

## Posizione della sonda

La posizione della sonda può influenzare la sensibilità dell'analisi. Per ulteriori informazioni su come ottimizzare la posizione della sonda, fare riferimento alla sezione: [Ottimizzazione della sorgente di ionizzazione](#).

## Composizione dei solventi

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

I solventi comunemente impiegati sono:

- Acetonitrile
- Metanolo
- Propanolo
- Acqua

I modificatori comunemente impiegati sono:

- Acido acetico

## Parametri e voltaggi della sorgente

---

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








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

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










# Glossario dei simboli


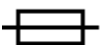

# C

**Nota:** Non tutti i simboli presenti nella seguente tabella sono applicabili a ogni strumento.

| Simbolo   | Descrizione  |
|---|--|
|    | Marchio di conformità alle normative per l'Australia. Indica che il prodotto è conforme ai requisiti di sicurezza elettrica ed EMC dell'autorità australiana per i media e le comunicazioni (ACMA, Australian Communications Media Authority). |
|    | Corrente alternata   |
| A   | Ampere (corrente)  |
|   | Pericolo di asfissia   |
|  | Rappresentante autorizzato nella Comunità europea  |
|  | Rischio biologico  |
|  | Marchio CE di conformità   |
|  | Marchio cCSAus. Si tratta di una certificazione di sicurezza elettrica per il mercato canadese e statunitense.   |
|  | Numero di catalogo   |
|  | Attenzione. Consultare le istruzioni per informazioni sui possibili pericoli.<br><b>Nota:</b> nella documentazione SCIEX, questo simbolo indica un rischio di lesioni personali.   |

## Glossario dei simboli



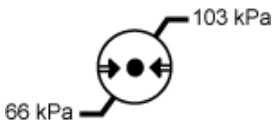
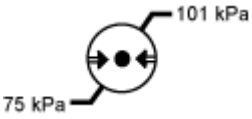
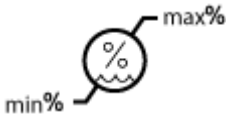
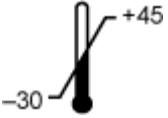
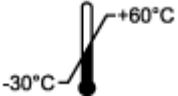

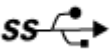


| Simbolo   | Descrizione  |
|---|--|
|    | Etichetta di attenzione RoHS per la Cina. Il prodotto informativo elettronico contiene alcune sottosostanze tossiche o pericolose. Il numero al centro è il periodo d'uso a basso impatto ambientale (EFUP, Environmentally Friendly Use Period) e indica il numero di anni civili di uso consentito del prodotto. Alla scadenza dell'EFUP, il prodotto deve essere tempestivamente riciclato. Le frecce in cerchio indicano che il prodotto è riciclabile. Il codice data riportato sull'etichetta o sul prodotto indica la data di produzione. |
|    | Logo RoHS per la Cina. Il dispositivo non contiene sottosostanze tossiche e pericolose o elementi al di sopra dei valori di concentrazione massima ed è un prodotto ecologico, riciclabile e riutilizzabile.   |
|    | Fare riferimento alle istruzioni per l'uso.  |
|   | Pericolo di schiacciamento   |
|  | Marchio cTUVus per TUV Rheinland of North America  |
|  | Simbolo Matrice Dati che è possibile scansionare con un lettore di codice a barre per ottenere un identificativo univoco del dispositivo (UDI)   |
|  | Pericolo per l'ambiente  |
|  | Collegamento Ethernet  |
|  | Pericolo di esplosione   |
|  | Rischio di lesioni agli occhi  |

| Simbolo   | Descrizione  |
|---|--|
|    | Pericolo di incendio   |
|    | Pericolo di esposizione ad agenti chimici infiammabili   |
|    | Fragile  |
|    | Fusibile   |
| Hz  | Hertz  |
|   | <p>Simbolo di sicurezza internazionale</p> <p>Attenzione, rischio di scosse elettriche (ISO 3864), noto anche come simbolo di alta tensione.</p> <p>Se è necessario rimuovere la copertura principale, contattare un rappresentante SCIEX per evitare scosse elettriche.</p> |
|  | Pericolo di superfici calde  |
|  | Dispositivo per uso diagnostico in vitro   |
|  | Pericolo di radiazioni ionizzanti  |
|  | <p>Conservare all'asciutto.</p> <p>Non esporre alla pioggia.</p> <p>L'umidità relativa non deve essere superiore al 99%.</p>   |
|  | Tenere in posizione verticale.   |

## Glossario dei simboli



| Simbolo   | Descrizione   |
|---|---|
|    | Rischio di lacerazione/taglio                                   |
|    | Pericolo di radiazione laser                                    |
|    | Pericolo di sollevamento  |
|    | Pericolo magnetico  |
|   | Produttore  |
|  | Rischio derivante da parti in movimento                         |
|  | Pericolo pacemaker. Accesso vietato alle persone con pacemaker. |
|  | Pericolo di schiacciamento                                      |
|  | Pericolo di gas sotto pressione                                 |
|  | Messa a terra (protezione)                                      |
|  | Pericolo di perforazione  |
|  | Pericolo di esposizione ad agenti chimici reattivi.             |



| Simbolo   | Descrizione   |
|---|---|
|    | Numero di serie   |
|    | Pericolo di esposizione ad agenti chimici tossici   |
|    | Trasportare e conservare il sistema in un intervallo compreso tra 66 kPa e 103 kPa.   |
|    | Trasportare e conservare il sistema in un intervallo compreso tra 75 kPa e 101 kPa.   |
|   | Trasportare e conservare il sistema entro i livelli minimo ( <b>min</b> ) e massimo ( <b>max</b> ) specificati di umidità relativa, senza condensa. |
|  | Trasportare e conservare il sistema a una temperatura compresa tra -30 °C e +45 °C.   |
|  | Trasportare e conservare il sistema a una temperatura compresa tra -30 °C e +60 °C.   |
|  | Collegamento USB 2.0  |
|  | Collegamento USB 3.0  |
|  | Pericolo da radiazione ultravioletta  |
|  | United Kingdom Conformity Assessment Mark   |
| UKRP  | United Kingdom Responsible Person   |
| VA  | Volt Ampere (potenza apparente)   |
| V   | Volt (tensione)   |

## Glossario dei simboli

---

| Simbolo   | Descrizione  |
|---|--|
|  | RAEE. Non smaltire l'apparecchiatura nei rifiuti urbani indifferenziati. Pericolo per l'ambiente |
| W   | Watt (potenza)   |
|  | <i>aaaa-mm-gg</i><br>Data di produzione  |

# Contatti

---

## Formazione dei clienti

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

## Centro di istruzione online

- [SCIEX Now Learning Hub](#)

## Assistenza SCIEX

SCIEX e i suoi rappresentanti si affidano a uno staff di tecnici di manutenzione e assistenza formati e qualificati, presenti in tutto il mondo. Saranno felici di rispondere a domande sul sistema o su eventuali problemi tecnici che potrebbero sorgere. Per ulteriori informazioni, visitare il sito web SCIEX all'indirizzo [sciex.com](http://sciex.com) oppure è possibile contattarci in uno dei seguenti modi:

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

## Sicurezza informatica

Per le ultime indicazioni sulla sicurezza informatica per i prodotti SCIEX, visitare il sito [sciex.com/productsecurity](http://sciex.com/productsecurity).

## Documentazione

Questa versione sostituisce tutte le versioni precedenti del documento.

Per reperire la documentazione del software del prodotto, fare riferimento alle note di rilascio o alla guida all'installazione del software fornita con il software.

Per reperire la documentazione del prodotto hardware, fare riferimento alla documentazione fornita con il sistema o il componente.

Le versioni più recenti della documentazione sono disponibili sul sito Web SCIEX, all'indirizzo [sciex.com/customer-documents](http://sciex.com/customer-documents).

---

**Nota:** Per richiedere una versione stampata gratuita del presente documento, contattare [sciex.com/contact-us](http://sciex.com/contact-us).

---