

Sources d'ions Turbo V

Guide de l'opérateur



Ce document est fourni aux clients qui ont acheté un équipement SCIEX afin de les informer sur le fonctionnement de leur équipement SCIEX. Ce document est protégé par les droits d'auteur et toute reproduction de tout ou partie de son contenu est strictement interdite, sauf autorisation écrite de SCIEX.

Le logiciel éventuellement décrit dans le présent document est fourni en vertu d'un accord de licence. Il est interdit de copier, modifier ou distribuer un logiciel sur tout support, sauf dans les cas expressément autorisés dans le contrat de licence. En outre, l'accord de licence peut interdire de décomposer un logiciel intégré, d'inverser sa conception ou de le décompiler à quelque fin que ce soit. Les garanties sont celles indiquées dans le présent document.

Certaines parties de ce document peuvent faire référence à d'autres fabricants ou à leurs produits, qui peuvent comprendre des pièces dont les noms sont des marques déposées ou fonctionnent comme des marques de commerce appartenant à leurs propriétaires respectifs. Cet usage est destiné uniquement à désigner les produits des fabricants tels que fournis par SCIEX intégrés dans ses équipements et n'induit pas implicitement le droit et/ou l'autorisation de tiers d'utiliser ces noms de produits comme des marques commerciales.

Les garanties fournies par SCIEX se limitent aux garanties expressément offertes au moment de la vente ou de la cession de la licence de ses produits. Elles sont les uniques représentations, garanties et obligations exclusives de SCIEX. SCIEX ne fournit aucune autre garantie, quelle qu'elle soit, expresse ou implicite, notamment quant à leur qualité marchande ou à leur adéquation à un usage particulier, en vertu d'un texte législatif ou de la loi, ou découlant d'une conduite habituelle ou de l'usage du commerce, toutes étant expressément exclues, et ne prend en charge aucune responsabilité ou passif éventuel, y compris des dommages directs ou indirects, concernant une quelconque utilisation effectuée par l'acheteur ou toute conséquence néfaste en découlant.

Réservé exclusivement à des fins de recherche. Ne pas utiliser dans le cadre de procédures de diagnostic.

Les marques commerciales et/ou marques déposées mentionnées dans le présent document, y compris les logos associés, appartiennent à AB Sciex Pte. Ltd, ou à leurs propriétaires respectifs, aux États-Unis et/ou dans certains autres pays (voir sciex.com/trademarks).

AB Sciex™ est utilisé sous licence.

© 2022 DH Tech. Dev. Pte. Ltd.



AB Sciex Pte. Ltd.

B1k33, #04-06 Marsiling Industrial Estate Road 3

Woodlands Central Industrial Estate, Singapore 739256

Table des matières

Chapitre 1 : Précautions et limites de fonctionnement	6
Précautions et risques liés au fonctionnement.....	6
Précautions en matière de produits chimiques.....	7
Fluides sûrs pour le système.....	8
Conditions de laboratoire.....	9
Conditions environnementales sécurisées.....	9
Spécifications des performances.....	9
Utilisation et modification de l'appareil.....	10
Chapitre 2 : Présentation de la source d'ions	11
Modes d'ionisation.....	11
Mode ESI.....	11
Mode APCI.....	12
Composants de la source d'ions.....	13
Sondes.....	14
Sonde TurbolonSpray.....	14
Sonde APCI.....	15
Connexions du gaz et électriques.....	16
Circuit de détection de la source d'ions.....	16
Système d'évacuation de la source.....	17
Chapitre 3 : Installation de la source d'ions	19
Préparer l'installation.....	19
Installer la sonde.....	20
Brancher la conduite de la source d'ions.....	21
Installer la source d'ions sur le spectromètre de masse.....	21
Conditions d'entrée des échantillons.....	23
Recherche de fuites éventuelles.....	23
Chapitre 4 : Optimisation de la source d'ions	24
Introduction de l'échantillon.....	24
Méthode.....	24
Débit.....	25
Optimisation de la sonde TurbolonSpray.....	25
Débit et température de la source d'ions.....	26
Configurer le système pour le raccord en T pour perfusion.....	26
Optimiser la position de la sonde TurbolonSpray.....	27
Optimiser les paramètres source et gaz et la tension.....	29
Procédures d'optimisation de la source (SCIEX OS).....	30
Optimiser la température du chauffage turbo.....	32

Table des matières

Conseils d'optimisation	32
Chapitre 5 : Maintenance de la source d'ions	34
Calendrier de maintenance recommandé	35
Utilisation de la source d'ions	36
Retirer la source d'ions	37
Nettoyage des surfaces de la source d'ions	38
Nettoyer la sonde	38
Retirer la sonde	39
Remplacer l'électrode	39
Remplacer l'aiguille de décharge par effet corona	41
Remplacer le tube d'échantillonnage	43
Stockage et manipulation	43
Chapitre 6 : Dépannage de la source d'ions	44
Annexe A : Principes de fonctionnement : source d'ions	48
Mode d'ionisation par électronébulisation	48
Mode APCI	49
Région d'ionisation APCI	52
Annexe B : Paramètres de la source et tensions	54
TurbolonSpray	54
Paramètres de la sonde APCI	55
Description des paramètres	56
Position de la sonde	58
Composition du solvant	58
Annexe C : Optimisation de la source d'ions (logiciel Analyst/Analyst TF)	60
Optimisation de la sonde TurbolonSpray	60
Configurer le système	61
Préparer le système	61
Définir les conditions de démarrage	61
Optimisation de la sonde APCI	62
Configurer le système	63
Préparer le système	63
Définir les conditions de démarrage	64
Optimiser les paramètres de la source et du gaz	64
Régler la position de l'aiguille de décharge corona	65
Optimiser la position de la sonde APCI	65
Optimiser le courant de nébulisation	67
Optimiser la température de la sonde APCI	68
Annexe D : Glossaire des symboles	69

Nous contacter	75
Formation destinée aux clients.....	75
Centre d'apprentissage en ligne.....	75
Assistance technique SCIEX.....	75
Cybersécurité.....	75
Documentation.....	75

Précautions et limites de fonctionnement

1

Remarque : avant d'utiliser le système, lire attentivement toutes les sections du présent guide.

Cette section contient des informations générales relatives à la sécurité. Elle décrit également les dangers potentiels et les avertissements associés pour le système ainsi que les précautions qui doivent être prises pour minimiser les risques.

Pour obtenir des informations sur les symboles et les conventions utilisés dans l'environnement du laboratoire, sur le système et dans le présent document, consultez la section : [Glossaire des symboles](#).

Précautions et risques liés au fonctionnement

Pour obtenir des informations sur la réglementation et la sécurité relatives au spectromètre de masse, consultez le document : *Guide de l'utilisateur du système* ou *Guide des pratiques de sécurité*.



AVERTISSEMENT ! Risque de rayonnement ionisant, risque biologique ou risque de toxicité chimique. N'utilisez pas la source d'ions que si vous avez les qualifications et la formation appropriées, et si vous connaissez les règles de confinement et d'évacuation des matériaux toxiques ou nuisibles utilisés avec la source d'ions.



AVERTISSEMENT ! Risque de surface chaude. Laisser la source d'ions Turbo V refroidir pendant au moins 30 minutes avant de commencer les procédures de maintenance. Certaines surfaces de la source d'ions et de l'interface avec le vide deviennent chaudes pendant le fonctionnement.



AVERTISSEMENT ! Risque de perforation, risque de rayonnement ionisant, risque biologique ou risque de toxicité chimique. Cessez d'utiliser la source d'ions si la fenêtre correspondante est fissurée ou cassée, et contactez un technicien de service SCIEX. Tout matériau toxique ou nocif introduit dans l'appareil sera présent dans les émissions de la source. La pièce devrait être ventilée pour évacuer les émissions provenant de l'équipement. Éliminez les objets tranchants conformément aux procédures de sécurité établies par le laboratoire.



AVERTISSEMENT ! Risque de toxicité chimique. Portez un équipement de protection individuelle comprenant une blouse de laboratoire, des gants et des lunettes de sécurité pour éviter toute exposition de la peau ou des yeux.



AVERTISSEMENT ! Risque de rayonnement ionisant, risque biologique ou risque de toxicité chimique. En cas de déversement de produit chimique, consultez les fiches de données de sécurité du produit pour connaître des instructions spécifiques. S'assurer que le système est en veille avant de nettoyer un déversement près de la source d'ions. Utiliser un équipement de protection personnelle approprié et des tissus absorbants pour contenir le déversement et le mettre au rebut conformément aux réglementations locales.



AVERTISSEMENT ! Risque pour l'environnement. Ne pas jeter les composants du système dans les déchetteries municipales. Suivre les réglementations locales lors de la mise au rebut des composants.



AVERTISSEMENT ! Risque de choc électrique. Éviter tout contact avec les hautes tensions appliquées à la source d'ions durant le fonctionnement. Mettre le système en veille avant de régler le tube d'échantillonnage ou tout autre équipement à proximité de la source d'ions.

Précautions en matière de produits chimiques



AVERTISSEMENT ! Risque de rayonnement ionisant, risque biologique ou risque de toxicité chimique. Déterminer si une décontamination est nécessaire avant de procéder au nettoyage ou à l'entretien. Si des matériaux radioactifs, des agents biologiques ou des substances chimiques toxiques ont été utilisés avec le système, le client doit décontaminer de ce dernier avant d'en effectuer le nettoyage ou la maintenance.



AVERTISSEMENT ! Risque pour l'environnement. Ne pas jeter les composants du système dans les déchetteries municipales. Suivre les réglementations locales lors de la mise au rebut des composants.



AVERTISSEMENT ! Risque biologique ou risque de toxicité chimique. Raccordez correctement la conduite de vidange au spectromètre de masse et au conteneur de trop-plein de l'évacuation de la source pour éviter les fuites.

- Déterminez quels sont les produits chimiques qui peuvent avoir été utilisés dans le système avant les opérations de service et son entretien régulier. Pour les précautions en matière de santé et de sécurité à suivre avec les produits chimiques, consultez le document : *Fiche de données de sécurité*. Pour des informations concernant le stockage, consultez le document : *Certificat d'analyse*. Pour trouver une *fiche de données de sécurité* ou un *certificat d'analyse* SCIEX, accédez au site sciex.com/tech-regulatory.
- Portez toujours l'équipement de protection individuelle attribué, y compris des gants sans poudre, des lunettes de sécurité et une blouse de laboratoire.

Précautions et limites de fonctionnement

Remarque : Il est recommandé de porter des gants en nitrile ou en néoprène.

- Travaillez dans un endroit bien aéré ou doté d'une hotte aspirante.
- Évitez les sources d'étincelles lors de l'utilisation de matériaux inflammables comme l'isopropanol, le méthanol et autres solvants inflammables.
- Utilisez et éliminez les produits chimiques avec précaution. Il existe un risque potentiel de blessure corporelle si les procédures adéquates de manipulation et d'élimination des produits chimiques ne sont pas respectées.
- Évitez tout contact des produits chimiques avec la peau pendant le nettoyage, et lavez-vous les mains après utilisation.
- Assurez-vous que tous les tuyaux d'évacuation sont raccordés correctement et que toutes les connexions fonctionnent comme prévu.
- Collectez tous les liquides usagés et mettez-les au rebut comme des déchets dangereux.
- Conformez-vous à toutes les réglementations locales pour le stockage, la manipulation et la mise au rebut des déchets biologiques, toxiques ou radioactifs.

Fluides sûrs pour le système

Les liquides suivants peuvent être utilisés en toute sécurité avec le système.



ATTENTION : Risque d'endommagement du système. N'utilisez pas un autre liquide avant d'avoir reçu la confirmation de sa nature inoffensive de la part de SCIEX. Cette liste n'est pas exhaustive.

- **Solvants organiques**
 - Acétonitrile de qualité LC-MS ; jusqu'à 100 %
 - Méthanol de qualité LC-MS ; jusqu'à 100 %
 - Isopropanol de qualité LC-MS ; jusqu'à 100 %
 - Eau de qualité LC-MS ou supérieure ; jusqu'à 100 %
 - Tétrahydrofurane ; jusqu'à 100 %
 - Toluène et autres solvants aromatiques ; jusqu'à 100 %
 - Hexanes ; jusqu'à 100 %
- **Tampons**
 - Acétate d'ammonium ; moins de 100 mM
 - Formate d'ammonium ; moins de 100 mM
 - Phosphate, moins de 1 %
- **Acides et bases**
 - Acide formique ; moins de 1 %

- Acide acétique ; moins de 1 %
- Acide trifluoroacétique (TFA) ; moins de 1 %
- Acide heptafluorobutyrique (HFBA) ; moins de 1 %
- Ammoniaque/Hydroxyde d'ammonium ; moins de 1 %
- Acide phosphorique ; moins de 1 %
- Triméthylamine ; moins de 1 %
- Triéthylamine ; moins de 1 %

Conditions de laboratoire

Conditions environnementales sécurisées

Le système est conçu pour fonctionner en toute sécurité dans ces conditions :

- À l'intérieur
- Altitude : jusqu'à 2 000 m (6 560 pieds) au-dessus du niveau de la mer
- Température ambiante : entre 5 °C (41 °F) et 40 °C (104 °F)
- Humidité relative : entre 20 % et 80 %, sans condensation.
- Variations de tension de l'alimentation secteur : ± 10 % de la tension nominale
- Surtensions temporaires : jusqu'aux niveaux de catégorie de surtension II
- Surtensions temporaires sur l'alimentation secteur
- Degré de pollution 2

Spécifications des performances

Le système est conçu pour répondre aux spécifications dans ces conditions :

- Température ambiante de 15 °C à 30 °C (59 °F à 86 °F)

Au fil du temps, la température doit rester comprise dans une plage de 4 °C (7,2 °F), sa vitesse de fluctuation ne devant pas dépasser 2 °C (3,6 °F) par heure. Les fluctuations de la température ambiante dépassant ces limites peuvent entraîner des écarts de masse dans le spectre.

- Humidité relative de 20 à 80 %, sans condensation

Utilisation et modification de l'appareil



AVERTISSEMENT ! Risque de choc électrique. Ne pas retirer les capots. Le retrait des capots peut provoquer des blessures ou le dysfonctionnement du système. Il n'est pas nécessaire de retirer les capots pour procéder à la maintenance courante, à l'inspection ou au réglage. Contacter un technicien de service (FSE) SCIEX pour exécuter les réparations qui nécessitent de retirer les capots.



AVERTISSEMENT ! Risque de blessure corporelle. Utiliser uniquement les pièces recommandées par SCIEX. L'utilisation de pièces non recommandées par SCIEX ou l'utilisation de pièces pour tout usage autre que celui auquel elles sont destinées peut porter atteinte à l'utilisateur ou avoir une incidence négative sur les performances du système.

Utilisez le système à l'intérieur dans un laboratoire conforme aux conditions environnementales recommandées dans le document *Guide de planification du site* du spectromètre de masse.

Si le système est utilisé dans un environnement ou d'une manière non prévu(e) par le fabricant, les performances et la protection fournies par l'équipement peuvent être compromises.

Une modification ou une manipulation du système non autorisée peut être à l'origine de blessures ou de dommages matériels et peut annuler la garantie. Des données erronées peuvent être générées si le système fonctionne hors des conditions environnementales recommandées ou avec des modifications non autorisées. Contactez un technicien de service pour plus d'informations sur l'entretien du système.

Présentation de la source d'ions

2

La source d'ions Turbo V peut être utilisée soit pour l'ionisation par électronébuliseur (ESI), soit pour l'ionisation chimique à pression atmosphérique (APCI).

La sonde TurbolonSpray est utilisée pour le fonctionnement en mode ESI. La sonde APCI est utilisée pour un fonctionnement en mode APCI.

Les applications pour la source d'ions comprennent le développement d'une méthode qualitative et une analyse qualitative et quantitative.

Les procédures d'installation peuvent être effectuées sur les systèmes suivants :

- Systèmes TripleTOF
- Systèmes QTRAP et SCIEX Triple Quad

Dans ce guide, le logiciel qui contrôle le spectromètre de masse est appelé logiciel de contrôle. Le logiciel de contrôle varie en fonction du spectromètre de masse utilisé. Consultez le tableau suivant.

Tableau 2-1 : Spectromètres de masse et logiciel de contrôle

Spectromètre de masse	Logiciel
Systèmes API 3200, 3200 QTRAP, SCIEX Triple Quad 3500, API 4000, 4000 QTRAP et API 5000	Logiciel Analyst
Systèmes SCIEX Triple Quad 4500, 5500, 5500+, 6500 et 6500+	Logiciel Analyst ou SCIEX OS
Systèmes QTRAP 6500 et 6500+	Logiciel Analyst
Systèmes TripleTOF 5600, 5600+, 6600 et 6600+	Logiciel Analyst TF

Modes d'ionisation

Mode ESI

La technique ESI permet de générer des ions d'analytes en phase gazeuse dans un échantillon donné via l'application d'une haute tension sur l'effluent de l'échantillon par l'intermédiaire d'une aiguille. À l'aide du flux de gaz chauffé, cette technique produit des ions à charge unique et à charge multiple dans des conditions relativement douces. Elle est donc adaptée à un grand nombre de composés, notamment aux molécules de petite taille, comme les médicaments ou les pesticides, et aux molécules de grande taille, comme les peptides, les protéines et autres biopolymères. La sensibilité dépend des propriétés chimiques de l'analyte, du débit du gaz, de la température, de la tension et de la composition de la phase mobile.

Présentation de la source d'ions

La technique ESI est suffisamment douce pour être utilisée avec des composés labiles comme les peptides, les protéines et les produits pharmaceutiques thermolabiles. Elle fonctionne avec des débits compris entre 5 µl/min et 3 000 µl/min, et elle vaporise les compositions de solvants 100 % aqueuses à 100 % organiques.

Consulter la section : [Mode d'ionisation par électronébulisation](#).

Mode APCI

Le mode APCI convient pour :

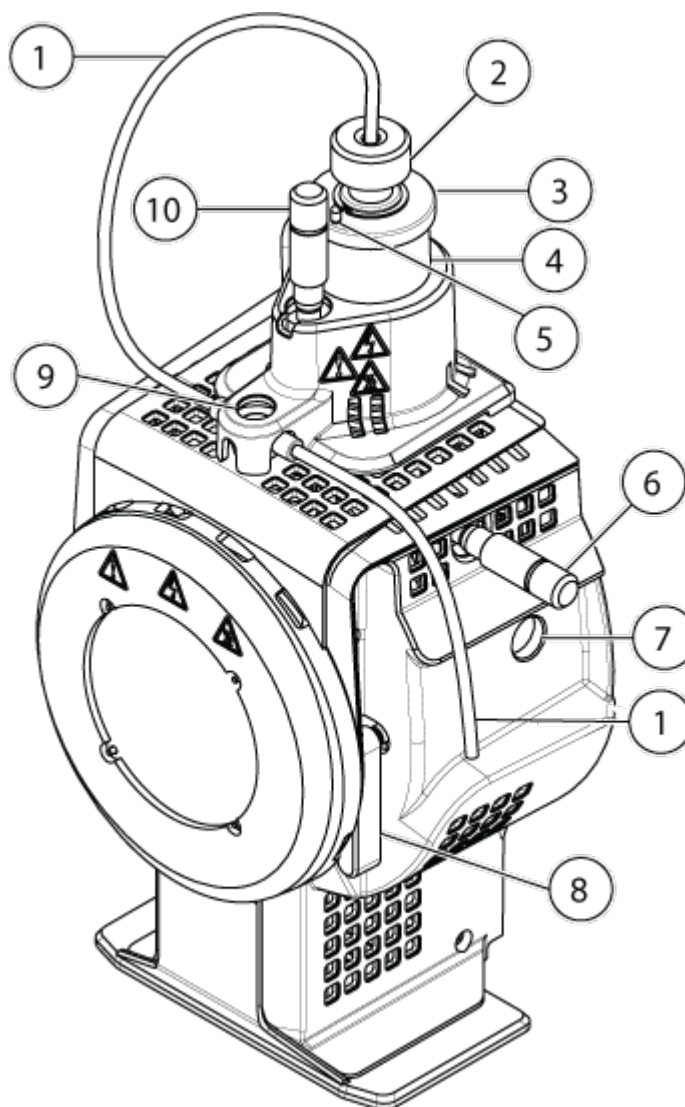
- L'ionisation de composés qui ne forment pas aisément des ions dans une solution. Il s'agit généralement de composés non polaires.
- La création de spectres APCI simples pour des expériences LC-MS/MS.
- Les analyses à haut débit d'échantillons complexes et impurs. Ces analyses sont moins sensibles aux effets de suppression d'ions.
- L'introduction rapide de l'échantillon par une injection en flux avec ou sans colonne LC.

La technique APCI peut s'utiliser pour les composés volatils et thermiquement labiles avec une décomposition thermique minimale. La désolvatation et la vaporisation rapides des gouttelettes et de l'analyte minimisent la décomposition thermique et préservent l'identité moléculaire pour l'ionisation par l'aiguille de décharge par effet corona. Les tampons sont facilement tolérés par la source d'ions sans contamination importante et la vaporisation instantanée de l'effluent pulvérisé permet d'utiliser jusqu'à 100 % d'eau. La sonde peut accepter l'ensemble de l'effluent, sans partage, à des débits compris entre 200 et 3 000 µl/min (via une colonne à gros diamètre).

Consulter la section : [Mode APCI](#).

Composants de la source d'ions

Illustration 2-1 : Composants de la source d'ions



Élément	Description	Matières premières
1	Tube d'échantillonnage du dispositif d'alimentation de l'échantillon	PEEK rouge
2	Écrou d'ajustement de l'électrode	Polyoxyméthylène
3	Anneau de retenue	PEEK
4	Tour de la sonde	Acier inoxydable
5	Vis de réglage de la position de l'aiguille de décharge par effet corona	PEEK

Présentation de la source d'ions

Élément	Description	Matières premières
6	Le micromètre est utilisé pour positionner la sonde sur l'axe horizontal pour la sensibilité du réglage de la source d'ions	Verre
7	Port de la fenêtre	Acier inoxydable
8	Un des deux loquets de la source qui la fixent au spectromètre de masse	Acier inoxydable
9	Raccord de mise à la terre, situé sous le capot de la source d'ions.	Acier inoxydable
10	Micromètre utilisé pour positionner la sonde sur l'axe vertical pour le réglage de la sensibilité de la source d'ions.	Polyoxyméthylène

Sondes

La sonde TurbolonSpray et la sonde APCI fournissent un éventail de possibilités pour tester les échantillons. Choisissez la sonde et la méthode les plus appropriées pour les composés dans l'échantillon.

Tableau 2-2 : Spécifications de la source d'ions

Caractéristique	Sonde TurbolonSpray	Sonde APCI
Plage de température	De la température ambiante à 750 °C en fonction du débit du liquide	De la température ambiante à 750 °C en fonction du débit du liquide
Entrée du débit de liquide	5 à 3 000 µl/min	200 à 3 000 µl/min
Gaz 1 de la source d'ions / Gaz 2 de la source d'ions	Consultez le document du spectromètre de masse : <i>Guide de planification du site</i>	

Le logiciel pour le spectromètre de masse identifie la sonde installée et permet les contrôles utilisateur correspondants. Toutes les données acquises en utilisant la source d'ions sont identifiées par une abréviation représentant la sonde utilisée pour acquérir les données (TIS pour la sonde TurbolonSpray et HN pour la sonde APCI).

Sonde TurbolonSpray

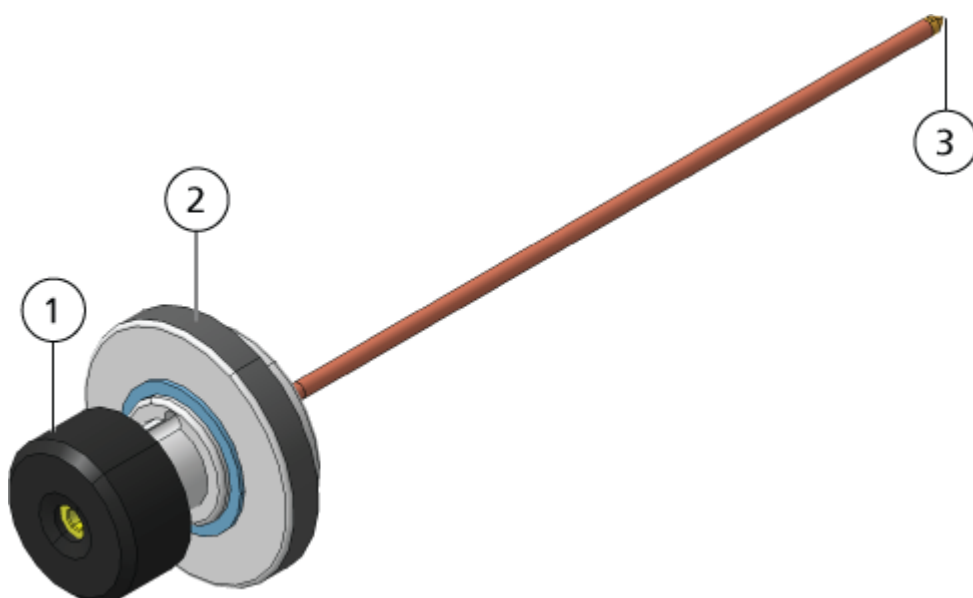
La sonde TurbolonSpray comprend un tube en acier inoxydable d'un diamètre extérieur (d.e.) de 300 µm (0,012 pouce). Elle est installée dans un emplacement central avec les deux chauffages turbo formant un angle de 45° de chaque côté. Les échantillons introduits à travers la sonde TurbolonSpray sont ionisés dans le tube par l'application d'une haute tension (**IonSpray Voltage** dans le logiciel Analyst, **IonSpray Voltage Floating** dans le logiciel Analyst TF ou **Spray voltage** dans SCIEX OS). Ils sont ensuite nébulisés par un

souffle d'air de grade zéro, chaud et sec, en provenance des chauffages turbo, créant ainsi un brouillard de petites gouttelettes hautement chargées. La combinaison de l'effluent de la Ion source d'ions et du gaz sec chauffé du turbo-nébuliseur est projetée à un angle de 90 degrés par rapport au trajet des ions. Consulter la section : [Principes de fonctionnement : source d'ions](#).



AVERTISSEMENT ! Risque de perforation. Être vigilant lors de la manipulation de l'électrode. Les pointes des électrodes sont extrêmement acérées.

Illustration 2-2 : Pièces de la sonde TurbolonSpray



Élément	Description
1	Écrou de réglage de l'électrode (collier noir) de l'extension de la pointe de l'électrode
2	Anneau de retenue qui fixe la sonde à sa tour sur le boîtier de la source d'ions
3	Pointe de l'électrode à travers laquelle les échantillons sont nébulisés dans la zone d'introduction de l'échantillon de la source d'ions

Sonde APCI

La sonde APCI comprend un tube d'acier inoxydable de 100 µm (0,004 pouce) de diamètre intérieur (d.i.), entouré d'un flux de gaz nébuliseur (Gaz 1). Le flux de l'échantillon liquide est pompé à travers le nébuliseur où il est nébulisé dans un tube en céramique contenant un chauffage. La paroi interne du tube en céramique peut être maintenue à une température de 100 à 750 °C, et est contrôlée par le capteur intégré dans le chauffage.

Un jet à haute vitesse de gaz nébuliseur circule autour de la pointe de l'électrode pour disperser l'échantillon en un brouillard de fines particules. Il se déplace à travers le chauffage

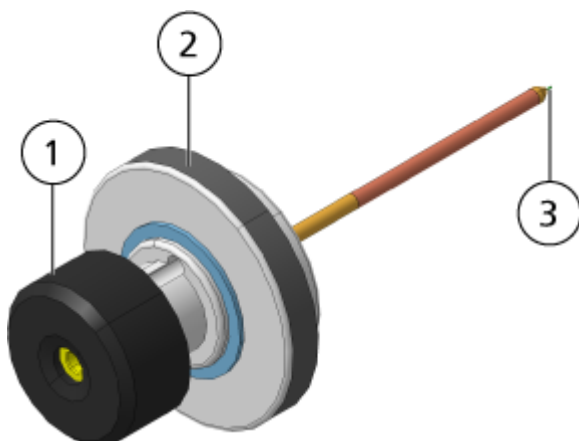
Présentation de la source d'ions

en céramique de la vaporisation dans le milieu réactif de la source d'ions. Les molécules de l'échantillon sont alors ionisées grâce à l'aiguille de décharge par effet corona. Consulter la section : [Principes de fonctionnement : source d'ions](#).



AVERTISSEMENT ! Risque de perforation. Être vigilant lors de la manipulation de l'électrode. Les pointes des électrodes sont extrêmement acérées.

Illustration 2-3 : Pièces de la sonde APCI



Élément	Description
1	Écrou de réglage de l'électrode (collier noir) de l'extension de la pointe de l'électrode
2	Anneau de retenue qui fixe la sonde à sa tour
3	Pointe de l'électrode à travers laquelle les échantillons sont nébulisés dans la zone d'introduction de l'échantillon de la source d'ions

Connexions du gaz et électriques

Les raccordements de gaz et les branchements électriques haute et basse tension sont présents sur la plaque frontale de l'interface avec le vide et sont raccordés en interne à travers le logement de la source d'ions. Lorsque la source d'ions est installée sur le spectromètre de masse, tous les raccordements électriques et de gaz doivent être en place.

Circuit de détection de la source d'ions

Un circuit de détection de la source d'ions désactive l'alimentation haute tension du spectromètre de masse et le système d'évacuation de la source dans les conditions suivantes :

- La source d'ions n'est pas installée ou est mal installée.
- Une sonde n'est pas installée.
- Le spectromètre de masse détecte une anomalie au niveau du gaz.

- Un chauffage turbo est défectueux.
- La source d'ions a surchauffé.

Système d'évacuation de la source



AVERTISSEMENT ! Risque de rayonnement ionisant, risque biologique ou risque de toxicité chimique. Vérifier que le système d'évacuation de la source est branché et en service afin d'éliminer en toute sécurité les vapeurs d'échantillon qui se dégagent de l'environnement du laboratoire. Les émissions provenant de l'appareil doivent être évacuées dans le système d'évacuation général du bâtiment et en aucun cas dans l'espace de travail du laboratoire. Pour connaître les exigences prescrites pour le système d'évacuation de la source, consultez le document : *Guide de planification du site*.



AVERTISSEMENT ! Risque de rayonnement ionisant, risque biologique ou risque de toxicité chimique. Ventilez le système d'évacuation de la source vers une hotte aspirante de laboratoire prévue à cet effet ou un système de ventilation externe afin d'éviter la diffusion de vapeurs dangereuses dans l'environnement du laboratoire.



AVERTISSEMENT ! Risque de rayonnement ionisant, risque biologique ou risque de toxicité chimique. Si un système LC est utilisé avec le spectromètre de masse, et si le système d'évacuation de la source ne fonctionne pas correctement, mettre le système LC hors tension jusqu'à ce que le système d'évacuation de la source soit rétabli.



AVERTISSEMENT ! Risque d'incendie. N'envoyez pas plus de 3 ml/min de solvant inflammable vers la source d'ions. Le dépassement du débit maximum peut entraîner une accumulation de solvant dans la source d'ions. Ne pas utiliser la source d'ions si le système d'évacuation de la source n'est pas activé et en service lorsque la source d'ions et la sonde sont correctement installées.

Remarque : S'assurer que toute la tubulure d'évacuation est bien connectée pour réduire le risque d'évacuation de l'équipement dans la salle.

Une source d'ions produit des vapeurs d'échantillon et de solvant. Ces vapeurs représentent un danger potentiel pour l'environnement du laboratoire. Le système d'évacuation de la source est conçu pour éliminer en toute sécurité et gérer correctement les vapeurs d'échantillon et de solvant. Lorsque la source d'ions est installée, le spectromètre de masse ne fonctionne que si le système d'évacuation de la source fonctionne.

Un capteur de dépression installé dans le circuit de détection d'évacuation de la source mesure le vide dans la source. Si la dépression dans la source est supérieure au point de consigne alors que la sonde est installée, le système entre un défaut d'échappement, c'est-à-dire l'état Not Ready.

Présentation de la source d'ions

Un système d'évacuation en activité élimine les résidus de la source d'ions, y compris les gaz, le solvant, la vapeur d'échantillon, par un orifice de vidange sans provoquer de bruit chimique. L'orifice de vidange est raccordé à un conteneur de trop-plein par le biais d'une chambre de vidange et d'une pompe d'évacuation de la source, et de là à un système de ventilation d'évacuation fourni par le client. Pour obtenir des informations sur les exigences en matière de ventilation pour le système d'évacuation de la source, consulter le document-: *Guide de planification du site*.

Remarque : Inspectez régulièrement le système d'évacuation pour vérifier que la conduite est intacte et que l'évacuation ne se diffuse pas dans la pièce.

Installation de la source d'ions

3



AVERTISSEMENT ! Risque de choc électrique. Installer la source d'ions sur le spectromètre de masse à la fin de cette procédure. Une haute tension est présente lorsque la source d'ions est installée.

ATTENTION : Risque d'endommagement du système. Ne pas soulever ou transporter la source d'ions d'une seule main. La source d'ions est conçue pour être soulevée ou transportée à deux mains, une de chaque côté du système.

La source d'ions est connectée à l'interface avec le vide et maintenue en place par deux loquets. L'intérieur de la source d'ions est visible à travers les fenêtres situées sur le côté et à l'avant de la source d'ions.

Quand la source d'ions est installée, le logiciel la reconnaît et affiche son identification.

Matériel nécessaire

- Source d'ions
- Sonde TurbolonSpray
- (Facultatif) Sonde APCI
- Tubulure PEEK rouge (orifice de 0,005 pouce)

Préparer l'installation



AVERTISSEMENT ! Risque de perforation. Être vigilant lors de la manipulation de l'électrode. La pointe de l'électrode est extrêmement acérée.

Conseil ! Ne pas jeter l'emballage vide. Le garder pour stocker la source d'ions lorsqu'elle n'est pas utilisée.

Réglez l'écrou de l'électrode sur la sonde pour déplacer la pointe de l'électrode à l'intérieur du tube d'électrode. Voir les figures [Illustration 2-2](#) et [Illustration 2-3](#).

Pour garantir une stabilité et des performances optimales, la pointe de l'électrode doit s'étendre de 0,5 à 1,0 mm au-delà de l'extrémité de la sonde. Voir la section : [Optimiser la position de la sonde TurbolonSpray](#) ou [Optimiser la position de la sonde APCI](#).

Installer la sonde



AVERTISSEMENT ! Risque d'électrocution. Vérifier que la source d'ions est complètement débranchée du spectromètre de masse avant de continuer.



AVERTISSEMENT ! Risque de perforation. Être vigilant lors de la manipulation de l'électrode. La pointe de l'électrode est extrêmement acérée.

ATTENTION : Risque d'endommagement du système. Ne pas laisser la pointe de l'électrode saillante ou l'aiguille de décharge par effet corona toucher une partie quelconque du boîtier de la source d'ions afin d'éviter d'endommager la sonde.

ATTENTION : Risque d'endommagement du système. Assurez-vous la pointe de l'aiguille de décharge par effet corona est éloignée de l'orifice si la sonde TurbolonSpray est utilisée.

Procédures préalables

- [Retirer la source d'ions.](#)

La sonde n'est pas préinstallée dans la source d'ions. Retirez toujours la source d'ions du spectromètre de masse avant d'échanger les sondes.

Remarque : Si la sonde n'est pas correctement installée dans la source d'ions, l'alimentation haute tension du spectromètre de masse et du système d'évacuation de la source est coupée.

1. Assurez-vous que la pointe de l'aiguille de décharge corona est dirigée à l'opposé de l'orifice de la plaque rideau. Consulter la section : [Régler la position de l'aiguille de décharge corona.](#)
2. Insérer la sonde dans la tour. Alignez l'orifice de la sonde sur la vis de réglage de l'aiguille de décharge corona qui se trouve sur le dessus de la source d'ions. Voir la section : [Composants de la source d'ions.](#)
3. Appuyez délicatement sur la sonde jusqu'à ce que les contacts s'engagent avec ceux de la tour.
4. Tournez l'anneau de retenue sur la sonde, appuyez dessus pour engager les filetages sur la sonde dans ceux de la tour, puis serrez-le complètement à la main.
5. Uniquement pour la sonde APCI, vérifiez que la pointe de l'aiguille de décharge par effet corona est orientée vers l'orifice de la plaque rideau. Consulter la section : [Régler la position de l'aiguille de décharge corona.](#)

Brancher la conduite de la source d'ions



AVERTISSEMENT ! Risque de choc électrique. Ne pas oublier le raccord de mise à la terre. Le raccord de mise à la terre assure la mise à la terre entre le spectromètre de masse et le dispositif d'introduction de l'échantillon.



AVERTISSEMENT ! Risque de rayonnement ionisant, risque biologique ou risque de toxicité chimique. S'assurer que l'écrou du tube d'échantillonnage est serré correctement avant de faire fonctionner cet équipement pour éviter les fuites.

Voir la section : [Composants de la source d'ions](#).

1. Insérez une conduite PEEK rouge de 30 cm dans l'écrou du tube d'échantillonnage.
2. Installez l'écrou du tube d'échantillonnage sur le port situé au-dessus de la sonde, puis serrez l'écrou du tube d'échantillonnage à la main jusqu'à ce qu'il soit bien ajusté.
3. Branchez l'autre extrémité du tube au raccord de mise à la terre sur la source d'ions.

Installer la source d'ions sur le spectromètre de masse



AVERTISSEMENT ! Risque de choc électrique. Installer la sonde dans la source d'ions avant d'installer la source d'ions sur le spectromètre de masse.



AVERTISSEMENT ! Risque de pincement. Lors de l'installation de la source d'ions, prenez garde à ne pas se pincer les doigts entre la source d'ions et l'interface avec le vide.

ATTENTION : Risque d'endommagement du système. Ne pas laisser la pointe de l'électrode saillante ou l'aiguille de décharge par effet corona toucher une partie quelconque du boîtier de la source d'ions afin d'éviter d'endommager la sonde.

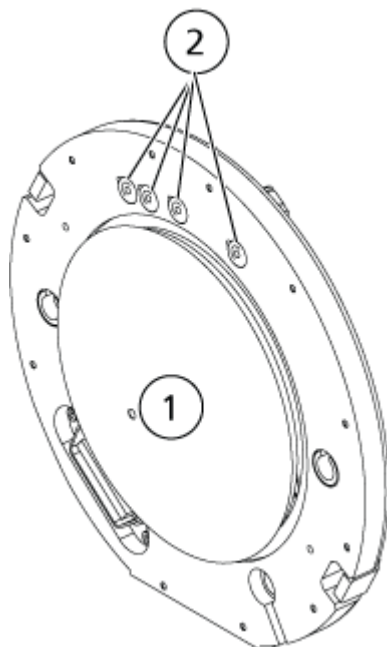
Remarque : Si la sonde n'est pas correctement installée dans la source d'ions, l'alimentation haute tension du spectromètre de masse et du système d'évacuation de la source est coupée.

Installation de la source d'ions

Conditions préalables

- Assurez-vous que tous les joints toriques sont présents sur l'interface de l'enceinte sous vide.

Illustration 3-1 : Joints toriques de l'interface avec le vide



Élément	Description
1	Plaque rideau
2	Joints toriques

- Assurez-vous que les loquets de la source d'ions qui se trouvent de chaque côté de la source d'ions sont orientés dans la position 12 h. Voir la section : [Composants de la source d'ions](#).
- Alignez la source d'ions sur l'interface de l'enceinte sous vide en veillant à ce que les broches de guidage de la source d'ions soient alignées sur les connecteurs de l'interface.
- Appuyez délicatement la source d'ions contre l'interface avec le vide, puis tournez les loquets de la source d'ions vers le bas de manière à verrouiller la source d'ions en position.
Le spectromètre de masse reconnaît la source d'ions, puis affiche l'identifiant de cette dernière dans le logiciel de contrôle.
- Raccordez la conduite PEEK rouge du dispositif d'alimentation de l'échantillon à l'autre côté du raccord de mise à la terre sur la source d'ions.

Conditions d'entrée des échantillons

- Utilisez les procédures et les pratiques analytiques appropriées pour réduire au minimum les volumes inertes. L'entrée des échantillons transfère l'échantillon liquide vers l'entrée de la source d'ions sans perte et avec un volume inerte minimal.
- Préfiltrer les échantillons de sorte que les tubes capillaires de l'échantillon en entrée ne soient pas bloqués par des particules, des précipités d'échantillons et des sels.
- S'assurer que toutes les connexions sont suffisamment ajustées pour empêcher les fuites. Ne pas serrer excessivement.

Recherche de fuites éventuelles



AVERTISSEMENT ! Risque de toxicité chimique. Portez un équipement de protection individuelle comprenant une blouse de laboratoire, des gants et des lunettes de sécurité pour éviter toute exposition de la peau ou des yeux.

Inspecter les raccords et la tubulure pour vous assurer qu'il n'existe aucune fuite.



AVERTISSEMENT ! Risque de rayonnement ionisant, risque biologique ou risque de toxicité chimique. N'utilisez pas la source d'ions que si vous avez les qualifications et la formation appropriées, et si vous connaissez les règles de confinement et d'évacuation des matériaux toxiques ou nuisibles utilisés avec la source d'ions.



AVERTISSEMENT ! Risque d'incendie. N'envoyez pas plus de 3 ml/min de solvant inflammable vers la source d'ions. Le dépassement du débit maximum peut entraîner une accumulation de solvant dans la source d'ions. Ne pas utiliser la source d'ions si le système d'évacuation de la source n'est pas activé et en service lorsque la source d'ions et la sonde sont correctement installées.



AVERTISSEMENT ! Risque de perforation, risque de rayonnement ionisant, risque biologique ou risque de toxicité chimique. Cessez d'utiliser la source d'ions si la fenêtre correspondante est fissurée ou cassée, et contactez un technicien de service SCIEX. Tout matériau toxique ou nocif introduit dans l'appareil sera présent dans les émissions de la source. La pièce devrait être ventilée pour évacuer les émissions provenant de l'équipement. Éliminez les objets tranchants conformément aux procédures de sécurité établies par le laboratoire.

Optimiser la source d'ions chaque fois que l'analyte, son débit ou la composition de la phase mobile change.

Lors de l'optimisation des paramètres dépendant de la source d'ions, il faut introduire l'échantillon à un débit utilisé pendant l'analyse de l'échantillon avec soit l'analyse par injection en flux continu (FIA), soit le dispositif de perfusion en T. Avant d'optimiser les paramètres dépendant de la source d'ions, il faut optimiser la position de la source d'ions.

Plusieurs paramètres influent sur les performances de la source. Optimisez les performances tout en injectant un composé connu et en surveillant le signal de l'ion reconnu. Réglez le micromètre, et les paramètres du gaz et de la tension pour optimiser le rapport signal/bruit et la stabilité du signal.

Consulter la section : [Optimisation de la sonde TurbolonSpray](#) ou [Optimisation de la sonde APCI](#).

Introduction de l'échantillon

Méthode

Le flux d'échantillon liquide est acheminé vers la source d'ions par une pompe LC ou par une pompe à seringue. S'il est acheminé par une pompe LC, l'échantillon peut être injecté

directement dans la phase mobile par une analyse par injection en flux continu (FIA) ou par un dispositif de perfusion en T, via une pompe à seringue ou une colonne de séparation avec un injecteur en boucle ou un auto-échantillonneur. S'il est introduit par une pompe à seringue, l'échantillon est alors injecté directement dans la source d'ions. L'optimisation de la perfusion ne peut être utilisée que pour l'optimisation de la trajectoire des ions et la sélection fragmentaire MS/MS.

Le flux d'échantillon liquide est acheminé vers la source d'ions par une pompe LC. L'échantillon peut être injecté directement dans la phase mobile par une analyse par injection en flux continu (FIA) ou par un dispositif de perfusion en T via une pompe à seringue (non fournie) ou une colonne de séparation avec un injecteur en boucle ou un auto-échantillonneur.

Débit

Les débits d'échantillon sont déterminés par la pompe à seringue ou le système LC. La sonde TurbolonSpray est utilisée pour des débits d'échantillon compris entre 5 et 3 000 µl/min. La sonde APCI est utilisée pour des débits d'échantillon compris entre 200 et 3 000 µl/min.

Optimisation de la sonde TurbolonSpray



AVERTISSEMENT ! Risque de rayonnement ionisant, risque biologique ou risque de toxicité chimique. Vérifier que le système d'évacuation de la source est branché et en service, et que le laboratoire dispose d'une bonne ventilation générale. Une ventilation adéquate dans le laboratoire est indispensable pour un contrôle des émissions de solvants et d'échantillons et pour l'utilisation du système en toute sécurité.



AVERTISSEMENT ! Risque d'incendie. N'envoyez pas plus de 3 ml/min de solvant inflammable vers la source d'ions. Le dépassement du débit maximum peut entraîner une accumulation de solvant dans la source d'ions. Ne pas utiliser la source d'ions si le système d'évacuation de la source n'est pas activé et en service lorsque la source d'ions et la sonde sont correctement installées.



AVERTISSEMENT ! Risque de rayonnement ionisant, risque biologique ou risque de toxicité chimique. S'assurer que l'électrode dépasse au-delà de la pointe de la sonde pour éviter que des vapeurs dangereuses s'échappent de la source. L'électrode ne doit pas être encastrée dans la sonde.

ATTENTION : Risque d'endommagement du système. Si le système LC raccordé au spectromètre de masse n'est pas contrôlé par le logiciel, ne laissez pas le spectromètre de masse sans surveillance pendant son fonctionnement. Le flux liquide provenant du système LC peut déborder dans la source d'ions lorsque le spectromètre de masse passe à l'état de veille.

Optimisation de la source d'ions

Remarque : Pour maintenir le système propre et garantir un fonctionnement optimal, réglez la position de la sonde lors de la modification du débit.

Conseil ! Il est plus facile d'optimiser le signal et le rapport signal-bruit avec une analyse par injection en flux continu qu'avec des injections sur colonne.

Remarque : Si la tension de la source d'ions est trop élevée, une décharge corona peut avoir lieu. Dans le logiciel Analyst, c'est le champ **IonSpray Voltage**. Dans le logiciel Analyst TF, c'est le champ **IonSpray Voltage Floating**. Dans SCIEX OS, c'est le champ **Spray voltage**. Une décharge corona est visible sous la forme d'une brillance bleue à l'extrémité de la sonde. Elle entraîne une diminution de la sensibilité et de la stabilité du signal.

Débit et température de la source d'ions

Le débit d'introduction de l'échantillon et la composition du solvant ont une incidence sur la température optimale de la sonde TurbolonSpray. Un débit ou un contenu aqueux supérieur nécessite une température optimale supérieure.

La sonde TurbolonSpray est souvent utilisée avec des débits d'échantillon compris entre 5 et 1 000 µl/min. La chaleur est utilisée pour augmenter la vitesse d'évaporation, ce qui améliore l'efficacité de l'ionisation et augmente la sensibilité. Les débits de solvant hautement organique extrêmement faibles n'exigent généralement pas des températures accrues. Consulter la section : [Paramètres de la source et tensions](#).

Configurer le système pour le raccord en T pour perfusion

Remarque : Ce processus utilise la perfusion de triazine à titre d'exemple. Pour optimiser un autre composé, utilisez-le dans le processus d'optimisation.

Remarque : Ce processus est valable pour le logiciel Analyst et SCIEX OS. Pour des instructions plus précises sur l'optimisation, consultez la section : [Configurer le système](#).

1. Vérifiez qu'aucune colonne analytique n'est installée dans le système LC.
2. Connectez la tubulure de sortie de l'auto-échantillonneur et connectez une autre tubulure à l'autre extrémité de l'union. Connectez cette tubulure à la pièce en T.
3. Connectez la sortie du T au raccord de mise à la terre du spectromètre de masse, avec la tubulure PEEK.
4. Connectez l'aiguille à la seringue de 1 ml.
5. Remplissez la seringue avec le volume approprié de la dilution de perfusion de triazine. Consultez le document : *Guide de familiarisation du client*. Vérifiez que les bulles d'air sont éliminées de la seringue.
6. Retirez l'aiguille et connectez la seringue à la tubulure PEEK de perfusion.

7. Installez la seringue dans la pompe à seringue, puis connectez la ligne de perfusion au raccord en T.

Illustration 4-1 : Configuration du raccord en T pour perfusion



Élément	Description
1	La seringue remplie de la solution de composé se situe dans la pompe à seringue intégrée MS.
2	Phase mobile à travers l'orifice de refoulement LC
3	Vers l'entrée du spectromètre de masse

Optimiser la position de la sonde TurbolonSpray



AVERTISSEMENT ! Risque de rayonnement ionisant, risque biologique ou risque de toxicité chimique. S'assurer que l'électrode dépasse au-delà de la pointe de la sonde pour éviter que des vapeurs dangereuses s'échappent de la source. L'électrode ne doit pas être encastrée dans la sonde.



AVERTISSEMENT ! Risque de perforation. Être vigilant lors de la manipulation de l'électrode. La pointe de l'électrode est extrêmement acérée.

Optimisation de la source d'ions

Après l'optimisation de la sonde, il convient d'effectuer quelques réglages mineurs. Si la sonde est retirée ou si l'analyte, le débit ou la composition des solvants change, répétez alors la procédure d'optimisation.

Voir la section : [Composants de la source d'ions](#).

1. Regarder à travers la fenêtre de la source d'ions pour visualiser la position de la sonde.
2. Utilisez les réglages du micromètre sur les axes horizontal et vertical précédents ou réglez-les sur **5** comme position de départ.
3. Surveiller le signal ou le rapport signal/bruit des analytes dans le logiciel de contrôle.
4. Utilisez le micromètre de l'axe horizontal pour régler la position de la sonde par petits incréments afin d'obtenir le meilleur signal ou rapport signal/bruit possible.

La sonde peut être optimisée légèrement de l'un ou l'autre côté de l'ouverture.

Conseil ! Ajustez les réglages du micromètre de l'axe horizontal pour éloigner le liquide de pulvérisation de la sonde TurbolonSpray de l'orifice afin d'éviter la contamination de ce dernier, d'éviter le perçage du flux de gaz de l'interface Curtain Gas, ce qui peut créer un signal instable, et d'éviter un court-circuit électrique dû à la présence du liquide.

5. Utilisez le micromètre de l'axe vertical pour régler la position de la sonde par petits incréments afin d'obtenir le meilleur signal ou rapport signal/bruit possible.

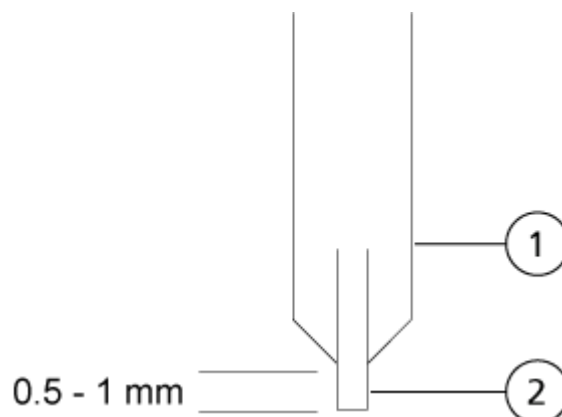
Remarque : La position verticale de la sonde dépend du débit. Lorsque le débit est plus faible, la sonde doit être plus près de l'orifice. Lorsque le débit est plus élevé, la sonde doit être placée plus loin de l'orifice.

6. Régler l'écrou d'ajustement de l'électrode noir sur la sonde pour déplacer le tube de l'électrode à l'intérieur ou à l'extérieur de la sonde (pour ajuster la proéminence).

Remarque : La pointe de l'électrode doit ressortir de 0,5 mm à 1,0 mm par rapport à l'extrémité de la sonde.

Le réglage optimal pour la pointe de l'électrode dépend du composé. La distance sur laquelle ressort la pointe de l'électrode affecte la forme du cône de pulvérisation qui, à son tour, a une incidence sur la sensibilité du spectromètre de masse.

Illustration 4-2 : Réglage de l'extension de la pointe de l'électrode



Élément	Description
1	Sonde
2	Électrode

Optimiser les paramètres source et gaz et la tension

Optimisez le gaz 1 de la source d'ions (gaz nébuliseur) de façon à obtenir la meilleure stabilité et la meilleure sensibilité du signal. Le gaz 2 de la source d'ions (gaz chauffant) aide à l'évaporation des solvants, ce qui contribue à renforcer l'ionisation de l'échantillon.

Une température trop élevée peut provoquer la vaporisation du solvant à la pointe de la sonde TurbolonSpray, surtout si la sonde dépasse trop, ce qui provoque une instabilité du signal et un bruit de fond chimique élevé. De même, un débit de gaz chauffant important peut produire un signal bruiteux ou instable.

Utilisez la tension de source d'ions la plus basse possible sans perte de signal. Dans le logiciel Analyst, c'est le champ **IonSpray Voltage**. Dans le logiciel Analyst TF, c'est le champ **IonSpray Voltage Floating**. Dans SCIEX OS, c'est le champ **Spray voltage**. Concentrez-vous sur le rapport signal/bruit, et pas seulement sur le signal.

Remarque : Si la tension de la source d'ions est trop élevée, une décharge corona peut avoir lieu. Dans le logiciel Analyst, c'est le champ **IonSpray Voltage**. Dans le logiciel Analyst TF, c'est le champ **IonSpray Voltage Floating**. Dans SCIEX OS, c'est le champ **Spray voltage**. Une décharge corona est visible sous la forme d'une brillance bleue à l'extrémité de la sonde. Elle entraîne une diminution de la sensibilité et de la stabilité du signal.

1. Réglez les paramètres Gaz 1 de la source d'ions et Gaz 2 de la source d'ions par incréments de 5 pour obtenir le meilleur signal ou rapport signal/bruit.
2. Augmentez le débit du gaz de l'interface Curtain Gas jusqu'à ce que le signal commence à diminuer.

Optimisation de la source d'ions

Remarque : Pour éviter toute contamination, utiliser la valeur la plus élevée possible pour le débit de gaz pour l'interface Curtain Gas qui ne diminue pas la sensibilité. Ne pas régler le débit à des valeurs inférieures à celles du tableau : [Tableau 4-1](#). Ceci permet d'éviter la pénétration du flux de gaz de l'interface Curtain Gas, susceptible de produire un signal bruyant, d'empêcher la contamination de l'orifice et d'augmenter le rapport signal-bruit global.

Tableau 4-1 : Valeurs des paramètres CUR

Spectromètre de masse	Valeur de départ
Systèmes SCIEX 3200, 3500, 4000 et 4500	20
Systèmes SCIEX 5000, 5500 et 5500	25
Systèmes SCIEX 6500 et 6500+	30
Systèmes TripleTOF 5600, 5600+, 6600 et 6600+	20 à 25 selon le débit

- Réglez la source d'ions Voltage par incréments de 500 V pour maximiser le rapport signal/bruit.

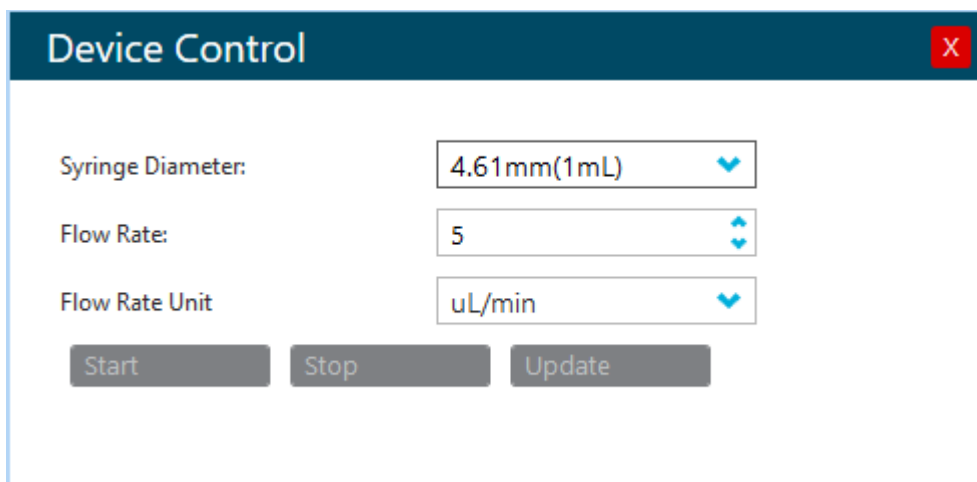
Procédures d'optimisation de la source (SCIEX OS)

Conditions préalables

- Mettez en place le tube de perfusion en T, le connecteur, le spectromètre de masse et la pompe LC. Consultez la section : [Configurer le système pour le raccord en T pour perfusion](#)
- Créez une méthode LC en utilisant les valeurs d'optimisation appropriées. Consultez le document : *Guide de l'utilisateur du logiciel*.
- Créez une méthode MRM en utilisant les valeurs d'optimisation appropriées. Consultez le document : *Guide de l'utilisateur du logiciel*.

- Dans l'espace de travail Configuration Workspace de la page Queue, saisissez une valeur comprise entre 30 et 60 minutes dans **Instrument idle time**.
- Dans l'écran d'état, cliquez sur **Direct Device Control** pour la seringue et entrez les valeurs appropriées.

Illustration 4-3 : Boîte de dialogue Device Control de la seringue



3. Cliquez sur **Equilibrate** puis définissez le temps d'équilibrage, les méthodes MS et les méthodes LC.

Remarque : Choisissez un temps d'équilibrage qui permet à l'instrument d'atteindre les consignes dans les méthodes MS et LC sélectionnées.

4. Cliquez sur **Start**.
Vérifiez que la seringue peut se déplacer librement et qu'il n'y a aucune fuite.
5. Cliquez sur **Start** pour lancer la collecte de données lorsque l'instrument est dans l'état Ready.
6. Optimisez les paramètres de la source et du gaz, lorsqu'une référence MRM stable est acquise dans la section XIC de l'écran Data Acquisition.
La proéminence et la position de l'aiguille peuvent être modifiées une fois les paramètres de la source et du gaz optimisés. Les résultats du réglage s'affichent sur l'écran Data Acquisition.
7. Pour tester les conditions de la source et les autres compositions de gradient, cliquez sur **Device Direct Control** en regard du système LC dans l'écran d'état.
La boîte de dialogue Device Control s'ouvre.
8. Réglez les paramètres **Flow** et **Concentration**, puis cliquez sur **OK**.
9. Cliquez sur **Stop** dans l'écran Data Acquisition, puis sur **Save** pour enregistrer le fichier de données.
10. Dans la fenêtre MS Method, cliquez sur **Save** pour enregistrer les paramètres optimisés de la source et du gaz.

Conseil ! En général, les paramètres optimisés peuvent s'appliquer à un large panel de composés. Dans le cas de mélanges plus complexes, certains composés peuvent nécessiter une autre température pour la source ou une autre tension de pulvérisation (**Spray voltage**).

11. Une fois l'optimisation terminée, cliquez sur **Stop** dans la boîte de dialogue Device Control de la seringue et mettez le système dans l'état Standby.
La méthode MS et le débit LC s'arrêtent. Les paramètres de source et de gaz restent actifs.

Optimiser la température du chauffage turbo

La température optimale du chauffage est dépendante des composés, du débit et de la composition de la phase mobile. Plus le débit et la composition aqueuse sont élevés, plus la température est optimisée.

Lors de l'optimisation de la température de la source, assurez-vous que la source d'ions s'équilibre au nouveau réglage de la température.

Ajustez la température de la source d'ions par incréments de 50 à 100 °C pour obtenir le meilleur signal ou le meilleur rapport signal/bruit.

Conseils d'optimisation

L'optimisation de la source d'ions réduit au maximum le besoin de nettoyage des composants de la source d'ions et de l'interface avec le vide.

- Utiliser la plus haute température de source (**Source temperature**) possible lors de l'optimisation des composés. Une température de 700 °C est courante pour de nombreux composés. Des températures élevées contribuent à maintenir une source d'ions propre et à réduire le bruit de fond.
- Utilisez la valeur la plus élevée possible pour le débit du gaz de l'interface Curtain Gas sans perte de sensibilité. Cela permet de :
 - Prévenir toute pénétration du flux de gaz de l'interface Curtain Gas, susceptible de produire un signal bruyant.
 - Éviter la contamination de l'orifice.
 - Augmenter globalement le rapport signal/bruit.
- Ajustez les réglages du micromètre de l'axe horizontal pour diriger le liquide de pulvérisation de la sonde de manière à l'éloigner de l'ouverture pour :
 - Éviter la contamination de l'orifice.
 - Prévenir le perçage du flux de gaz de l'interface Curtain Gas, susceptible de créer un signal instable.
 - Éviter un court-circuit électrique dû à la présence de liquide.

Pour cela, utiliser le micromètre vertical afin de relever la sonde.

- Utilisez la tension de source d'ions la plus basse possible sans perte de signal. Dans le logiciel Analyst, c'est le champ **IonSpray Voltage**. Dans le logiciel Analyst TF, c'est le champ **IonSpray Voltage Floating**. Dans SCIEX OS, c'est le champ **Spray Voltage**. Concentrez-vous sur le rapport signal/bruit, et pas seulement sur le signal.

- Pour les débits supérieurs à 2 ml/min en mode APCI, équilibrer le spectromètre de masse avant de démarrer le flux de liquide pour s'assurer que la température de nébulisation est atteinte.

Maintenance de la source d'ions

5

Les avertissements suivants s'appliquent à toutes les procédures de maintenance de cette section.



AVERTISSEMENT ! Risque de surface chaude. Laisser la source d'ions Turbo V refroidir pendant au moins 30 minutes avant de commencer les procédures de maintenance. Certaines surfaces de la source d'ions et de l'interface avec le vide deviennent chaudes pendant le fonctionnement.



AVERTISSEMENT ! Risque d'incendie et de toxicité chimique. Garder les liquides inflammables à distance des flammes et des étincelles et les utiliser uniquement avec des hottes aspirantes ou dans des enceintes de sécurité.



AVERTISSEMENT ! Risque de toxicité chimique. Portez un équipement de protection individuelle comprenant une blouse de laboratoire, des gants et des lunettes de sécurité pour éviter toute exposition de la peau ou des yeux.



AVERTISSEMENT ! Risque de rayonnement ionisant, risque biologique ou risque de toxicité chimique. En cas de déversement de produit chimique, consultez les fiches de données de sécurité du produit pour connaître des instructions spécifiques. S'assurer que le système est en veille avant de nettoyer un déversement près de la source d'ions. Utiliser un équipement de protection personnelle approprié et des tissus absorbants pour contenir le déversement et le mettre au rebut conformément aux réglementations locales.



AVERTISSEMENT ! Risque de choc électrique. Éviter tout contact avec les hautes tensions appliquées à la source d'ions durant le fonctionnement. Mettre le système en veille avant de régler le tube d'échantillonnage ou tout autre équipement à proximité de la source d'ions.



AVERTISSEMENT ! Risque de perforation, risque de rayonnement ionisant, risque biologique ou risque de toxicité chimique. Cessez d'utiliser la source d'ions si la fenêtre correspondante est fissurée ou cassée, et contactez un technicien de service SCIEX. Tout matériau toxique ou nocif introduit dans l'appareil sera présent dans les émissions de la source. La pièce devrait être ventilée pour évacuer les émissions provenant de l'équipement. Éliminez les objets tranchants conformément aux procédures de sécurité établies par le laboratoire.

ATTENTION : Risque d'endommagement du système. Ne pas soulever ou transporter la source d'ions d'une seule main. La source d'ions est conçue pour être soulevée ou transportée à deux mains, une de chaque côté du système.

Cette section décrit les procédures de maintenance générale de la source d'ions. Pour déterminer la fréquence de nettoyage ou de maintenance de la source d'ions, considérez ce qui suit :

- Composés testés
- Propreté des échantillons et techniques de préparation d'échantillon
- Temps d'inactivité d'une sonde contenant un échantillon
- Temps d'exécution global du système

Ces facteurs peuvent entraîner des changements dans le rendement de la source d'ions, qui est l'indicateur de la nécessité d'un entretien.

Vérifiez que la source d'ions installée est hermétiquement raccordée au spectromètre de masse et qu'il n'y a aucune trace de fuites de gaz. Inspectez régulièrement la source d'ions et ses raccords à la recherche de fuites. Nettoyer les composants de la source d'ions régulièrement pour préserver l'état de bon fonctionnement de celle-ci.

ATTENTION : Risque d'endommagement du système. Utiliser uniquement les méthodes et matériaux de nettoyage recommandés pour éviter d'endommager l'équipement.

Matériel nécessaire

- Clé plate 1/4"
- Tournevis plat
- Méthanol de qualité LC-MS
- Eau désionisée qualité LC-MS
- Lunettes de sécurité
- Masque de respiration et filtre
- Gants sans poudre, nitrile ou néoprène recommandé
- Blouse de laboratoire

Calendrier de maintenance recommandé

Le tableau suivant fournit un programme recommandé pour le nettoyage et la maintenance de la source d'ions. Pour une liste des consommables et des pièces de rechange, consultez le document : *Guide des pièces et équipements*.

Maintenance de la source d'ions

Conseil ! Exécutez les tâches de maintenance régulièrement afin de garantir un fonctionnement optimal du système.

Pour commander des consommables et connaître les exigences de service et de maintenance de base, contactez un responsable de maintenance qualifié (QMP). Contactez un technicien de service SCIEX pour toutes les autres exigences de service et de maintenance.

Remarque : Pour les numéros de référence, consulter le document *Guide des pièces et des équipements*.

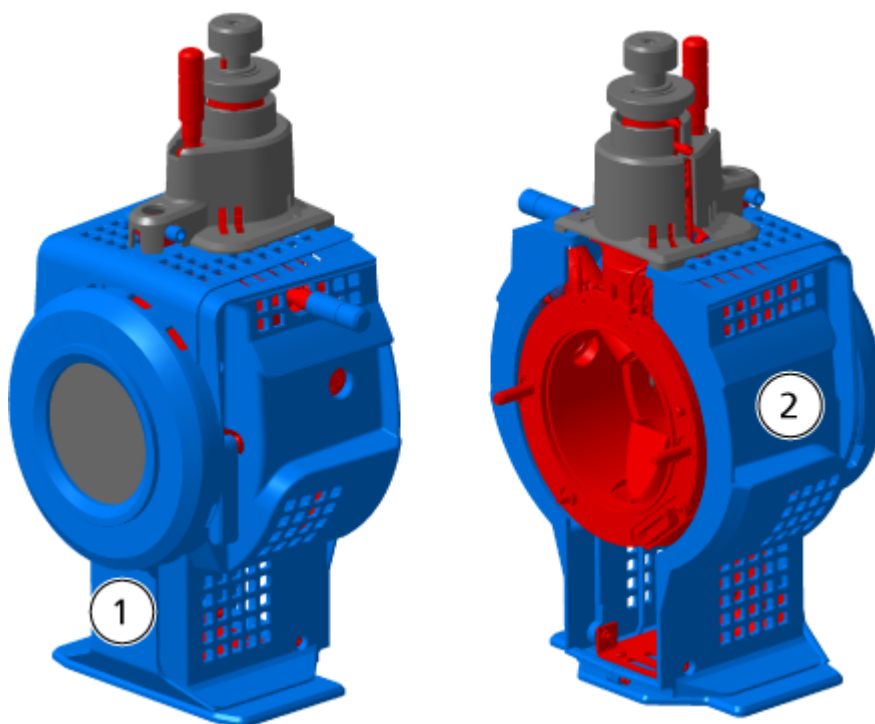
Tableau 5-1 : Tâches de maintenance de la source d'ions

Composant	Fréquence	Tâche	Pour plus d'informations
Sondes TurbolonSpray et APCI	Selon les besoins	Examiner et remplacer	Consultez les sections : Retirer la sonde et Installer la sonde .
Électrodes pour sondes TurbolonSpray et APCI	Selon les besoins	Examiner et remplacer	Voir la section : Remplacer l'électrode .
Aiguille de décharge corona	Selon les besoins	Remplacer	Voir la section : Remplacer l'aiguille de décharge par effet corona .
Chauffage Turbo	Selon les besoins	Remplacer	Contactez le responsable de maintenance qualifié ou le technicien de service local.
Tube d'échantillonnage	Selon les besoins	Remplacer	Voir la section: Brancher la conduite de la source d'ions .

Utilisation de la source d'ions

Les surfaces de la source d'ions chauffent pendant le fonctionnement. Les figures suivantes illustrent les surfaces qui refroidissent (bleu et gris) et celles qui restent chaudes pendant une période de temps prolongée (rouge). Ne touchez pas les surfaces indiquées en rouge lors de l'utilisation ou du retrait de la source d'ions.

Illustration 5-1 : Surfaces chaudes de la source d'ions (rouge = chaud, gris = tiède, bleu = manipuler avec soin)



Numéro	Description
1	Avant
2	Précédent


Retirer la source d'ions

Remarque : (Systèmes SCIEX 3500, 4500, 5500, 5500+, 6500, 6500+ et TripleTOF) L'azote continue à circuler à un débit de 5,3 l/min lorsque le spectromètre de masse est hors tension ou que la source d'ions est retirée du système. Pour limiter la consommation d'azote gazeux et maintenir le spectromètre de masse propre lorsqu'il n'est pas utilisé, laissez la source d'ions dessus et le système sous tension.

La source d'ions peut être retirée rapidement et facilement sans outils. Toujours retirer la source d'ions du spectromètre de masse avant d'effectuer tout entretien sur celle-ci ou d'échanger les sondes.

1. Arrêter toutes les analyses électroniques en cours.
2. Mettez le flux d'échantillon hors tension.
3. Réglez la température de la source d'ions sur 0 dans le champ **Temperature**, si les chauffages sont utilisés.

Maintenance de la source d'ions

4. (SCIEX OS) Cliquez sur **Standby** () dans le panneau d'état.
5. Laissez la source d'ions refroidir pendant au moins 30 minutes.
6. Débranchez le tube d'échantillonnage de la prise de mise à la terre.
7. Tourner vers le haut les deux loquets de la source d'ions à la position de 12 heures afin de dégager cette dernière.
8. Éloignez délicatement la source d'ions de l'interface de dépression.

Remarque : Veillez à ne pas perdre les joints toriques installés sur l'interface avec le vide.

9. Placer la source d'ions dans un endroit propre et sûr.

Nettoyage des surfaces de la source d'ions



AVERTISSEMENT ! Risque d'électrocution. Retirez la source d'ions du spectromètre de masse avant de commencer cette procédure. Respecter toutes les pratiques de sécurité des travaux d'électricité.

Procédures préalables

- | |
|---------------------------------------------------------------------------------------------|
| <ul style="list-style-type: none">• Retirer la source d'ions. |
|---------------------------------------------------------------------------------------------|

Nettoyer les surfaces de la source d'ions si celles-ci sont éclaboussées ou sales.

Nettoyer les surfaces de la source d'ions avec un chiffon doux humide.

Nettoyer la sonde

Rincez régulièrement la source d'ions, quel que soit le type de composé échantillonné. Pour ce faire, configurer une méthode dans le logiciel contrôleur, en particulier pour réaliser une opération de rinçage.

1. Passez à une phase mobile composée à 1:1 d'eau et d'acétonitrile ou à 1:1 d'eau et de méthanol.
2. Réglez la position de la sonde de manière à ce qu'elle soit aussi éloignée que possible de l'orifice.
3. Dans le logiciel contrôleur, procéder comme suit :
 - a. Créez une méthode MS.
 - b. Réglez la température de la source d'ions entre 500 et 600 °C.
 - c. Réglez le gaz 1 et le gaz 2 de la source d'ions sur au moins 40.
 - d. Réglez le débit du gaz de l'interface Curtain Gas sur la valeur la plus élevée.

4. Attendre que le point de consigne de la température soit atteint.
5. Assurez-vous que la sonde et le tube d'échantillonnage sont bien rincés.

Retirer la sonde



AVERTISSEMENT ! Risque d'électrocution. Retirez la source d'ions du spectromètre de masse avant de commencer cette procédure. Respecter toutes les pratiques de sécurité des travaux d'électricité.

ATTENTION : Risque d'endommagement du système. Ne pas laisser la pointe de l'électrode saillante ou l'aiguille de décharge par effet corona toucher une partie quelconque du boîtier de la source d'ions afin d'éviter d'endommager la sonde.

Procédures préalables

- [Retirer la source d'ions.](#)

La sonde peut être retirée rapidement et facilement sans outils. Retirez systématiquement la source d'ions du spectromètre de masse avant de changer les sondes ou d'effectuer des travaux d'entretien sur la sonde.

1. Desserrez l'écrou du tube d'échantillonnage, puis débranchez le tube d'échantillonnage de la sonde.
2. Desserrez l'anneau de retenue qui fixe la sonde au boîtier de la source d'ions.
3. Tirez délicatement la sonde vers le haut de la tour.
4. Mettez la sonde sur une surface propre.

Remplacer l'électrode



AVERTISSEMENT ! Risque d'électrocution. Retirez la source d'ions du spectromètre de masse avant de commencer cette procédure. Respecter toutes les pratiques de sécurité des travaux d'électricité.



AVERTISSEMENT ! Risque de perforation. Être vigilant lors de la manipulation de l'électrode. La pointe de l'électrode est extrêmement acérée.

Procédures préalables

- [Retirer la source d'ions.](#)
- [Retirer la sonde.](#)

La sonde contient une électrode. Remplacez l'électrode en cas de diminution des performances.

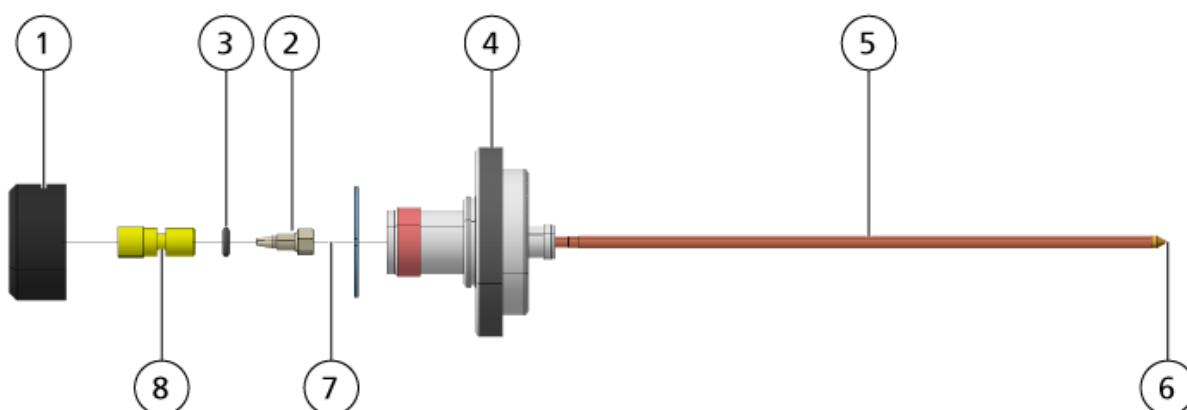
Maintenance de la source d'ions

Remarque : Après avoir remplacé l'électrode, évaluez l'effet du changement sur les performances du système.

Cette procédure s'applique aux deux sondes.

1. Retirez l'écrou de réglage de l'électrode, puis retirez l'électrode.
2. Tout en maintenant la sonde pointe vers le bas de sorte que le ressort reste à l'intérieur de la sonde, installer un raccord de tubulure d'échantillonnage dans le raccord PEEK et le serrer complètement à la main.

Illustration 5-2 : Sonde, vue agrandie



Élément	Description
1	Écrou d'ajustement de l'électrode
2	Écrou de retenue de 1/4"
3	Ressort
4	Anneau de retenue
5	Tube nébuliseur
6	Pointe de l'électrode
7	Tube de l'électrode
8	Raccord PEEK

3. Retirez le raccord PEEK et le tube électrode qui y est fixé de la sonde.
4. Retirez le raccord de tube d'échantillonnage du raccord PEEK.
5. Utilisez la clé plate de 1/4" pour retirer l'écrou de retenue fixant le tube électrode au raccord PEEK.
6. Retirez le tube électrode de l'écrou de retenue.
7. Insérez le nouveau tube électrode dans l'écrou de retenue, puis dans le raccord PEEK.

Veillez à ce que le tube électrode soit inséré le plus loin possible dans le raccord PEEK. S'il y a un vide entre le tube électrode et son logement dans le raccord, un volume inerte risque de se produire.

8. Resserrer l'écrou de retenue.
Ne croisez pas le filetage et ne serrez pas trop l'écrou de retenue sous peine d'entraîner une fuite du tube.
9. Assurez-vous que le ressort est toujours à l'intérieur de la sonde, puis serrez l'écrou de retenue de l'électrode.
10. Alignez le tube électrode sur l'orifice étroit du tube nébuliseur, puis insérer le raccord PEEK et le tube électrode fixé dans la sonde. Veillez à ne pas tordre le tube électrode.
11. Installez, puis serrez l'écrou de réglage de l'électrode.
12. Installez la sonde. Voir la section : [Installer la sonde](#).
13. Installez la source d'ions sur le spectromètre de masse. Consulter la section : [Installation de la source d'ions](#).
14. Raccordez le tube d'échantillonnage. Voir la section : [Brancher la conduite de la source d'ions](#).
15. Réglez l'extension de la pointe de l'électrode. Consulter la section : [Optimiser la position de la sonde TurbolonSpray](#) ou [Optimiser la position de la sonde APCI](#).

Remplacer l'aiguille de décharge par effet corona



AVERTISSEMENT ! Risque d'électrocution. Retirez la source d'ions du spectromètre de masse avant de commencer cette procédure. Respecter toutes les pratiques de sécurité des travaux d'électricité.



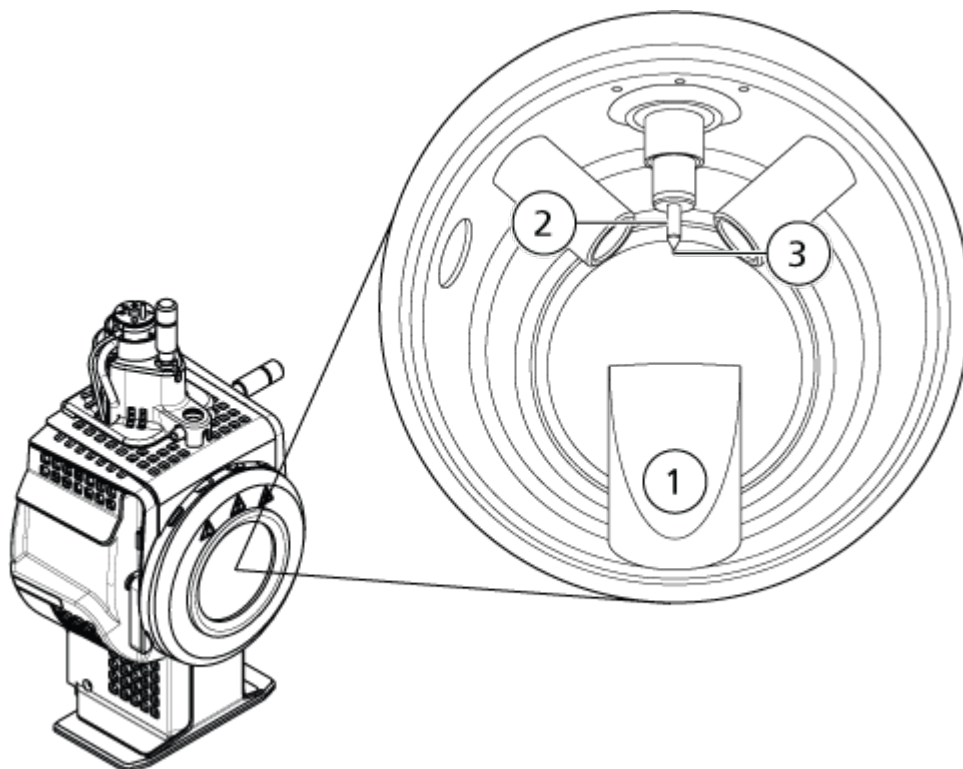
AVERTISSEMENT ! Risque de perforation. Manipuler l'aiguille avec précaution. La pointe de l'aiguille est extrêmement acérée.

Procédures préalables
<ul style="list-style-type: none">• Retirer la source d'ions.• Retirer la sonde.

Si la pointe de l'aiguille de décharge corona est corrodée, elle pourrait ne pas pouvoir être retirée à la main. Dans ce cas, couper la pointe de l'aiguille pour la retirer, puis remplacer l'intégralité de l'aiguille de décharge corona.

1. Faites pivoter la source d'ions de telle sorte que le côté ouvert soit accessible.

Illustration 5-3 : Aiguille de décharge corona



Élément	Description
1	Cheminée d'évacuation
2	Manchon en céramique
3	Pointe d'aiguille de décharge corona

2. Tout en tenant la vis de réglage de l'aiguille de décharge par effet corona entre le pouce et l'index d'une main et l'aiguille de décharge par effet corona avec l'autre main, tournez la pointe de l'aiguille de décharge par effet corona dans le sens contraire des aiguilles d'une montre afin de desserrer puis de retirer délicatement la pointe. Voir la section : [Composants de la source d'ions](#).
3. Tirez doucement l'aiguille de décharge par effet corona vers le bas à travers la cheminée d'évacuation pour l'enlever.
4. Insérez la nouvelle aiguille par l'échappement dans le manchon en céramique aussi loin que possible.
5. Tout en tenant une pointe neuve entre le pouce et l'index d'une main et la vis de réglage de l'aiguille de décharge corona de l'autre main, tournez la pointe de l'aiguille de décharge corona dans le sens des aiguilles d'une montre afin de mettre en place la pointe.

6. Insérez la sonde, puis installez la source d'ions sur le spectromètre de masse. Consulter la section : [Installation de la source d'ions](#).

Remplacer le tube d'échantillonnage



AVERTISSEMENT ! Risque d'électrocution. Retirez la source d'ions du spectromètre de masse avant de commencer cette procédure. Respecter toutes les pratiques de sécurité des travaux d'électricité.

Procédures préalables

- Arrêtez le flux de l'échantillon et vérifiez que tout gaz résiduel a été éliminé à travers le système d'évacuation de la source.
- [Retirer la source d'ions](#).

Utiliser la procédure suivante pour remplacer le tube d'échantillonnage s'il bloque.

1. Débranchez le tube d'échantillonnage de la sonde et du raccord de mise à la terre.
2. Remplacez la tubulure d'échantillonnage par une tubulure de longueur appropriée découpée à l'aide d'un coupe-tube adapté. Voir la section : [Brancher la conduite de la source d'ions](#).
3. Installez la source d'ions. Consulter la section : [Installation de la source d'ions](#).
4. Commencez à assurer le versement de l'échantillon.

Stockage et manipulation



AVERTISSEMENT ! Risque pour l'environnement. Ne pas jeter les composants du système dans les déchetteries municipales. Suivre les réglementations locales lors de la mise au rebut des composants.

Exigences environnementales pour le stockage et le transport de la source d'ions :

- Température ambiante comprise entre -30 °C et +60 °C (-22 °F et 140 °F)
- Pression atmosphérique comprise entre 75 kPa et 101 kPa
- Humidité relative ne dépassant pas 99 %, sans condensation

Dépannage de la source d'ions

6

Symptôme	Cause possible	Mesure corrective
Le logiciel de contrôle signale une panne du spectromètre de masse.	<ol style="list-style-type: none">1. La sonde n'est pas installée.2. La sonde n'est pas connectée correctement.	<ol style="list-style-type: none">1. Installez la sonde. Voir la section : Installer la sonde.2. Réinstaller la sonde :<ol style="list-style-type: none">a. Retirer la sonde. Consulter la section : Retirer la sonde.b. Installer la sonde en prenant soin de bien serrer l'anneau de retenue. Voir la section : Installer la sonde.
Le logiciel de contrôle indique qu'une sonde spécifique est en cours d'utilisation, mais qu'une autre sonde est installée.	Le fusible F3 a sauté.	Contactez un technicien de service.
La pulvérisation n'est pas uniforme.	L'électrode est bloquée.	Remplacez l'électrode. Consulter la section : Remplacer l'électrode .
La température de la Ion source n'est pas atteinte ou est trop élevée ou instable.	Le chauffage turbo est défectueux.	Contactez le responsable de maintenance qualifié ou un technicien de service local.
La sensibilité est de mauvaise qualité.	<ol style="list-style-type: none">1. Les composants de l'interface (à l'avant) sont sales.2. Des vapeurs de solvants ou d'autres composés inconnus sont présents à proximité de l'analyseur.	<ol style="list-style-type: none">1. Nettoyer les composants de l'interface, puis installer la source d'ions.2. Optimisez le débit du gaz de l'interface Curtain Gas. Consulter la section : Optimisation de la source d'ions.

Symptôme	Cause possible	Mesure corrective
Pendant le test, la source d'ions ne satisfait pas aux caractéristiques requises.	<ol style="list-style-type: none">1. La solution de test n'a pas été préparée correctement.2. Le spectromètre de masse a échoué aux tests d'installation.	<ol style="list-style-type: none">1. Vérifiez que la solution de test a été préparée correctement.2. Si le problème ne peut pas être résolu, contacter le technicien de service (FSE) afin qu'il réalise les tests d'installation.

Dépannage de la source d'ions

Symptôme	Cause possible	Mesure corrective
Bruit de fond élevé.	<ol style="list-style-type: none">1. La température de la source d'ions est trop élevée.2. Le débit de gaz chauffant (gaz 2 de la source d'ions) est trop élevé.3. La source d'ions est contaminée.	<ol style="list-style-type: none">1. Optimisez la température de la source d'ions.2. Optimisez le débit de gaz chauffant.3. Nettoyez ou remplacez les composants de la source d'ions, puis conditionnez la source d'ions et l'avant du système :<ol style="list-style-type: none">a. Déplacez la sonde à la position la plus éloignée de l'orifice (verticalement et horizontalement).b. Assurez-vous que le chauffage de l'interface est en marche.c. Infuser ou injecter un mélange à 50:50 de méthanol et d'eau avec un débit de la pompe de 1 ml/min.d. Dans le logiciel de contrôle, réglez la température de la source d'ions sur 650, le gaz 1 de la source d'ions sur 60 et le gaz 2 de la source d'ions sur 60.e. Réglez le débit du gaz de l'interface Curtain Gas sur 45 ou 50.

Symptôme	Cause possible	Mesure corrective
		f. Faites fonctionner l'appareil pendant au moins 2 heures ou idéalement toute la nuit pour un résultat optimal.
Les performances de la source d'ions se dégradent	<ol style="list-style-type: none"> 1. La sonde n'est pas optimisée. 2. L'échantillon n'a pas été préparé correctement ou s'est dégradé. 3. Les raccords d'introduction de l'échantillon fuient. 	<ol style="list-style-type: none"> 1. Optimisez la sonde. Consulter la section : Optimisation de la sonde TurbolonSpray ou Optimisation de la sonde APCI. 2. Vérifiez que l'échantillon a été préparé correctement. 3. Vérifiez que les raccords sont bien serrés et remplacez-les si les fuites continuent. Ne serrez pas trop les raccords. 4. Installez et optimisez une autre source d'ions. Si le problème persiste, contactez un technicien de service
Production d'arcs électriques ou d'étincelles.	La position de l'aiguille de décharge corona est incorrecte ou la pointe de l'électrode est endommagée.	Tournez l'aiguille de décharge par effet corona vers la plaque rideau et loin du flux du gaz chauffant. Consulter la section : Régler la position de l'aiguille de décharge corona .

Principes de fonctionnement : source d'ions

A

Mode d'ionisation par électronébulisation

La sonde est centrée entre les deux chaufferettes Turbo situées à un angle de 45 degrés de chaque côté de la sonde. La combinaison de la pulvérisation et du gaz sec chauffé provenant du chauffage turbo est projetée selon un angle de 90 degrés par rapport à l'orifice de la plaque rideau.

Seuls les composés qui ionisent dans le solvant liquide peuvent être générés en ions en phase gazeuse dans la source. L'efficacité et la vitesse de production des ions dépendent de l'énergie de solvatation des ions spécifiques. Les ions dont l'énergie de solvatation est basse sont plus sujets à l'évaporation que ceux dont l'énergie de solvatation est supérieure.

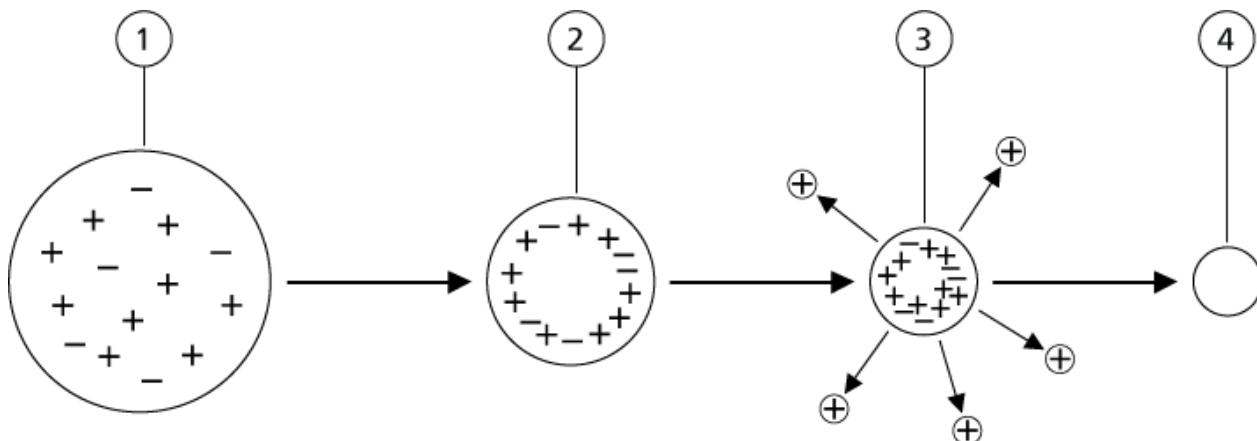
L'interaction entre **IonSpray Voltage** (dans le logiciel Analyst), **IonSpray Voltage Floating** (dans le logiciel Analyst TF) ou **Spray voltage** (SCIEX OS) et les chauffages Turbo contribue à concentrer le flux et augmente la vitesse d'évaporation des gouttelettes, entraînant l'intensification du signal d'ionisation. Le gaz chauffé augmente l'efficacité de l'évaporation des ions, ce qui entraîne une augmentation de la sensibilité et un meilleur contrôle du flux de l'échantillon.

Un débit élevé de gaz nébuliseur sépare les gouttelettes du flux de l'échantillon liquide dans l'admission de **IonSpray Voltage** ou de **Spray voltage**. En utilisant la haute tension variable appliquée au nébuliseur, la source d'ions applique une charge nette à chaque gouttelette ; cette charge facilite la dispersion des gouttelettes. Les ions à polarité simple sont attirés de préférence dans les gouttelettes par la haute tension à mesure qu'ils sont séparés du flux liquide. Cependant, cette séparation est incomplète et chaque gouttelette contient de nombreux ions à double polarité. Les ions à polarité simple sont prédominants dans chaque gouttelette et la différence entre le nombre d'ions chargés positivement ou négativement donne la charge nette. Seuls les ions en excès de la polarité prédominante sont disponibles pour leur évaporation et seule une fraction de ces ions s'évapore effectivement.

La sonde peut générer des ions à charges multiples à partir des composés comportant des sites de charges multiples, comme les peptides et les oligonucléotides. Cela est utile lors de l'analyse d'espèces à haut poids moléculaire, dans lesquelles les charges multiples produisent des ions dont le rapport masse/charge (m/z) est compris dans la plage de masse du spectromètre de masse. Cela permet de déterminer le poids moléculaire de routine des composés en kilodaltons (kDa).

Chaque gouttelette chargée contient un solvant et des ions positifs et négatifs, mais avec une polarité dominante. Voir la figure : [Illustration A-1](#). Comme un vecteur conducteur, les charges en excès restent à la surface du précipité. À mesure que le solvant s'évapore, le champ électrique à la surface du précipité de gouttes augmente en raison de la réduction du rayon du précipité.

Illustration A-1 : Évaporation des ions



Élément	Description
1	Le précipité de gouttes contient des ions des deux polarités, dont une dominante.
2	À mesure que le solvant s'évapore, le champ électrique augmente et les ions se déplacent à la surface.
3	À certaines valeurs de champ critiques, des ions sont émis par les gouttelettes.
4	Les résidus non volatils restent sous forme de particule sèche.

Si le précipité contient un excès d'ions et que suffisamment de solvant s'en évapore, un champ critique est atteint pour chaque ion émis de la surface. Finalement, le solvant s'évaporera du précipité laissant une particule sèche composée de matière non volatile de la solution de l'échantillon.

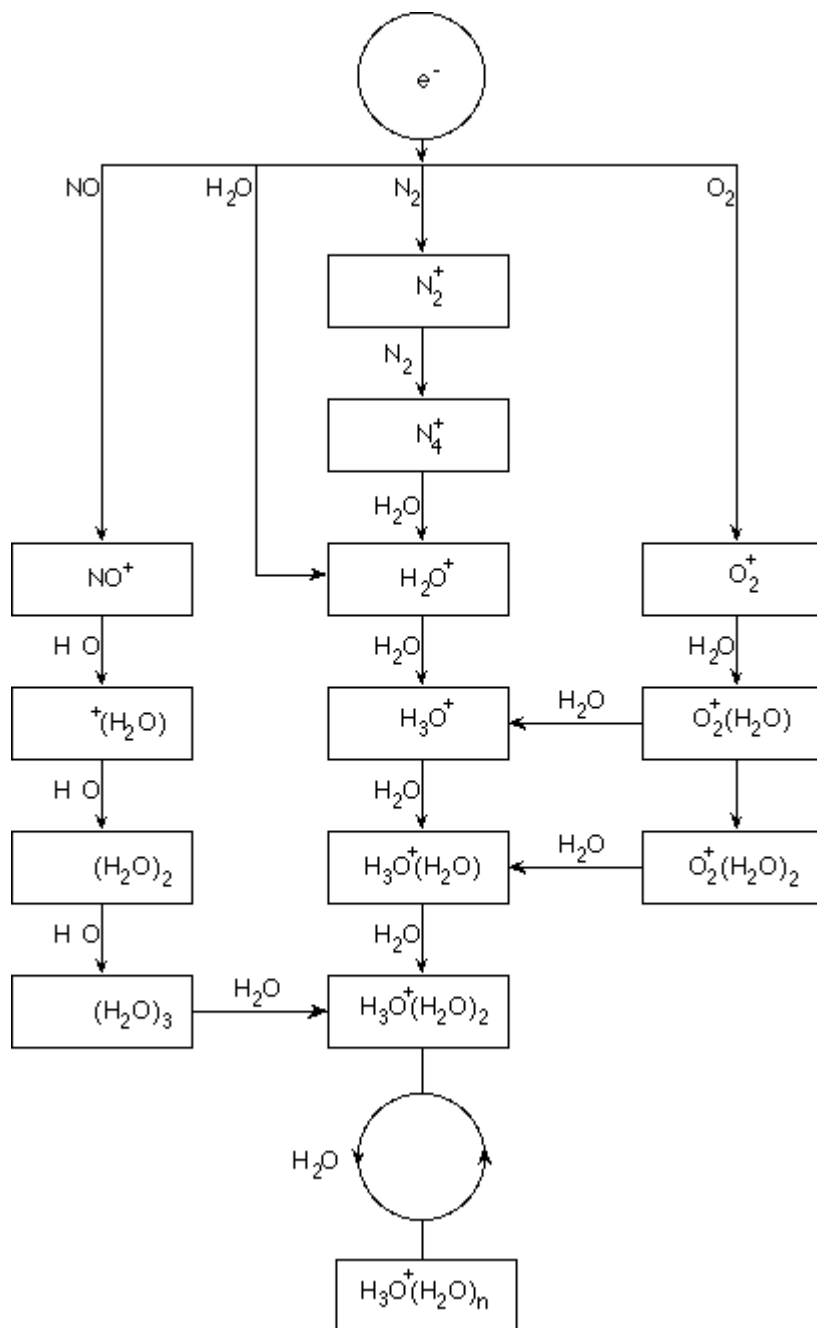
Les énergies de solvation pour la plupart des molécules organiques étant inconnues, les sensibilités de tout ion organique à l'évaporation ionique sont difficiles à prédire. L'importance de l'énergie de solvation est évidente parce que les agents tensioactifs concentrés à la surface du liquide peuvent être détectés très finement.

Mode APCI

Les incompatibilités qu'impliquait par le passé l'association de la chromatographie en phase liquide avec la spectrométrie de masse étaient dues aux difficultés observées lors de la conversion des molécules relativement non volatiles de la solution liquide en gaz moléculaire sans provoquer de décomposition excessive. Le processus de la sonde APCI de nébulisation douce de l'échantillon dans un précipité de gouttelettes finement dispersées dans un tube chauffé en céramique permet une vaporisation rapide de l'échantillon de sorte que les molécules de ce dernier ne se décomposent pas.

La figure suivante montre la réaction du flux du processus APCI pour les ions positifs réactifs, les hydrates de proton, $H_3O^+[H_2O]_n$.

Illustration A-2 : Diagramme du flux de la réaction APCI



Les principaux ions primaires N_2^+ , O_2^+ , H_2O^+ et NO^+ sont formés par l'impact d'électrons créés par une décharge corona sur les composants neutres majeurs de l'air. Bien que NO^+ ne soit pas habituellement un des principaux constituants de l'air, sa concentration dans la source d'ions est augmentée par les réactions de neutralité initiées par la décharge par effet corona.

Les échantillons introduits par la sonde APCI sont pulvérisés, avec un gaz nébuliseur, dans le tube chauffé en céramique. À l'intérieur du tube, les gouttelettes de l'échantillon et du solvant dispersées finement sont soumises à une vaporisation rapide avec une

décomposition thermique minimale. La vaporisation douce préserve l'identité moléculaire de l'échantillon.

Les molécules de l'échantillon et du solvant en phase gazeuse passent dans le boîtier de la source d'ions où l'ionisation par APCI est induite par une aiguille de décharge corona raccordée à l'extrémité du tube en céramique. Les molécules de l'échantillon sont ionisées par les collisions avec les ions réactifs qui sont créés par l'ionisation des molécules de solvant en phase mobile. Les molécules de solvant vaporisées s'ionisent pour produire les ions réactifs $[X+H]^+$ en polarité positive et $[X-H]^-$ en polarité négative. Voir la figure : [Illustration A-3](#). Ce sont ces ions réactifs qui produisent des ions d'échantillonnage stables quand ils entrent en collision avec les molécules de l'échantillon.

Illustration A-3 : Ionisation chimique à pression atmosphérique

Élément	Description
1	Échantillon
2	Les ions primaires sont créés dans les environs de l'aiguille de décharge par effet corona
3	L'ionisation produit surtout des ions de solvant
4	Les ions réactifs réagissent aux molécules de l'échantillon, formant des groupements
5	Plaque rideau
6	Interface

x = molécules de solvant ; M = molécules de l'échantillon

Les molécules de l'échantillon sont ionisées par un processus de transfert de protons en polarité positive ou par transfert d'électrons ou de protons en polarité négative. L'énergie du processus d'ionisation APCI naît essentiellement de la collision du fait de la pression atmosphérique relativement élevée de la source d'ions.

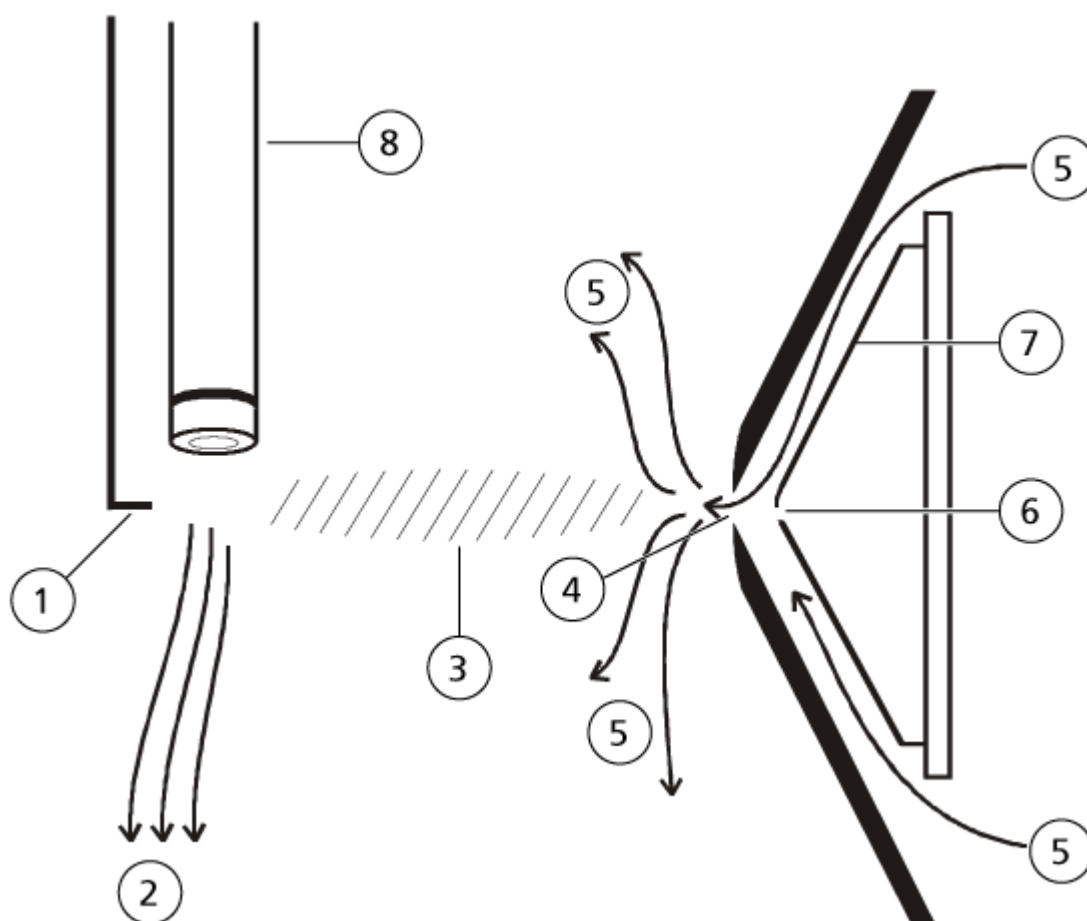
Pour les applications en phase inverse, les ions réactifs se composent de molécules de solvants protonées en polarité positive et d'ions oxygène solvatés en polarité négative. Avec une thermodynamique favorable, l'ajout des modificateurs change la composition des ions réactifs. Par exemple, l'ajout de tampons ou de modificateurs d'acétate peut faire de l'ion d'acétate $[CH_3COO]^-$ le réactif primaire en polarité négative. Les modificateurs d'ammonium pourraient faire de l'ammoniac protoné $[NH_4]^+$ le réactif primaire en polarité positive.

Par les collisions, une distribution en équilibre de certains ions, p. ex. des ions en groupement d'eau protonée, est préservée. La probabilité d'une fragmentation prématurée de l'échantillon d'ions dans la source d'ions est faible en raison de l'influence modératrice des groupes de solvant sur les ions réactifs et la pression relativement forte des gaz de la source d'ions. En conséquence, le processus d'ionisation donne des ions moléculaires produits principalement pour l'analyse de masse dans le spectromètre de masse.

Région d'ionisation APCI

La figure suivante indique l'emplacement général du réacteur ion-molécule de la sonde APCI. Les lignes inclinées indiquent un réacteur sans paroi. Un courant d'ions de décharge corona à démarrage automatique dans la plage du microampère est créé consécutivement au champ électrique entre l'aiguille de décharge et la plaque rideau. Les ions primaires, p. ex. N_2^+ et O_2^+ , sont formés par la perte d'électrons provenant du plasma à proximité immédiate de la pointe de l'aiguille de décharge. L'énergie de ces électrons est modérée par un certain nombre de collisions avec les molécules de gaz avant d'atteindre une énergie où leur courbe d'efficacité d'ionisation leur permet d'ioniser efficacement des molécules neutres.

Illustration A-4 : Région d'ionisation APCI



Élément	Description
1	Pointe de l'aiguille de décharge
2	Débit de l'échantillon
3	Réacteur sans paroi
4	Ouverture de la plaque rideau

Élément	Description
5	Gaz pour l'interface Curtain Gas
6	Orifice
7	Plaque à orifice
8	Tube en céramique

Les ions primaires, à leur tour, génèrent des ions intermédiaires qui conduisent à la formation de l'échantillon d'ions. Les ions de la polarité choisie dérivent sous l'influence du champ électrique dans le sens de la plaque rideau et à travers le rideau de gaz dans l'analyseur de masse. L'ensemble du processus de formation des ions naît essentiellement de phénomènes de collision du fait de la pression atmosphérique relativement élevée de la sonde APCI. Sauf dans la proximité immédiate de la pointe de l'aiguille de décharge où la force du champ électrique est plus grande, l'énergie impartie à un ion par le champ électrique est faible en comparaison avec l'énergie thermique de cet ion.

Par les collisions, une distribution égale de certains ions (p. ex. des ions en grappe d'eau protonée) est préservée. Tout excédent d'énergie qu'un ion peut acquérir pendant le processus de réaction ion-molécule est thermalisé. Par la stabilisation des collisions, bon nombre des ions produits sont fixes, même si de nombreuses collisions se sont succédées. La formation des ions produits et des ions réactifs est régie par des conditions d'équilibre à une pression atmosphérique de fonctionnement de 760 Torr.

La sonde APCI fonctionne comme un réacteur sans paroi, car les ions qui passent de la source d'ions vers la chambre à vide, puis finalement dans le détecteur, n'entrent jamais en collision avec la paroi. Ils entrent uniquement en collision avec d'autres molécules. Les ions sont également formés en dehors de la source d'ions désignée. Ils ne sont toutefois pas détectés et sont finalement neutralisés en interagissant avec la surface de la paroi.

La température de la sonde est un facteur important intervenant dans le fonctionnement de la sonde APCI. Pour préserver l'identité moléculaire, la température doit être suffisamment élevée pour assurer une évaporation rapide. À une assez haute température de fonctionnement, les gouttelettes s'évaporent rapidement pour que les molécules organiques soient désorbées des précipités avec un minimum de dégradation thermique. Si, toutefois, le réglage de la température est trop bas, le processus d'évaporation est plus lent et une pyrolyse, ou décomposition, peut se produire avant la fin de l'évaporation. Le fonctionnement de la sonde APCI à des températures supérieures à la température optimale peut provoquer la décomposition thermique de l'échantillon.

Paramètres de la source et tensions

B

TurbolonSpray

Le tableau suivant indique les conditions de fonctionnement recommandées pour la sonde TurbolonSpray à trois débits différents. Pour chaque débit, le débit du gaz de l'interface Curtain Gas doit être aussi élevé que possible. La composition du solvant utilisé pour l'optimisation était un mélange à 1:1 d'eau et d'acétonitrile. Ces conditions représentent un point de départ pour l'optimisation de la sonde. Par un processus itératif, optimiser les paramètres en utilisant l'analyse des injections de flux de manière à obtenir le meilleur signal ou rapport signal/bruit possible pour le composé d'intérêt.

Tableau B-1 : Optimisation des paramètres pour la sonde TurbolonSpray

Paramètres	Valeurs typiques			Plage de fonctionnement
	Bas	Medium	Élevé	
Débit LC	5 à 50 µl/min	200 µl/min	1 000 µl/min	5 à 3 000 µl/min
Gaz 1 de la source d'ions (gaz nébuliseur)	20 à 40 psi	40 à 60 psi	40 à 60 psi	0 à 90 psi
Gaz 2 de la source d'ions (gaz chauffant)	0 psi	50 psi	50 psi	0 à 90 psi
IonSpray Voltage, IonSpray Voltage Floating ou Spray voltage	5 500 V	5 500 V	5 500 V	5 500 V
Alimentation en gaz de l'interface Curtain Gas	20 psi	20 psi	20 psi	20 à 50 psi
Température de la source d'ions ¹	Température ambiante à 200 °C	200 à 650 °C	400 à 750 °C	Jusqu'à 750 °C

¹ Les valeurs de température optimales dépendent de la composition du composé et de la phase mobile. Une teneur aqueuse plus élevée nécessite une température plus élevée. La valeur zéro (0) signifie qu'aucune température n'est appliquée.

Tableau B-1 : Optimisation des paramètres pour la sonde TurbolonSpray (suite)

Paramètres	Valeurs typiques			Plage de fonctionnement
	Bas	Medium	Élevé	
Potentiel de défragmentation (DP) ²	Positif : 70 V Négatif : -70 V	Positif : 70 V Négatif : -70 V	Positif : 100 V Négatif : -100 V	Positif : 0 à 400 V Négatif : -400 V à 0 V
Réglage du micromètre vertical de la sonde	7 à 10	2 à 5	0 à 2	0 à 13
Réglage du micromètre horizontal de la sonde	4 à 6	4 à 6	4 à 6	0 à 10

Paramètres de la sonde APCI

Tableau B-2 : Paramètre d'optimisation de la sonde APCI

Paramètre	Valeur typique	Plage de fonctionnement
Débit LC	1 000 µl/min	200 à 3 000 µl/min
Gaz 1 de la source d'ions (gaz nébuliseur)	30 psi	0 à 90 psi
Alimentation en gaz de l'interface Curtain Gas	20 psi	20 à 50 psi
Température de la source d'ions ³	400 °C	100 à 750 °C
Courant de nébulisation	Positif : 3 µA Négatif : -3 µA	Positif : de 0 mA à 5 µA Négatif : de -5 mA à 0 µA
Potentiel de défragmentation (DP)	Positif : 60 V Négatif : -60 V	Positif : 0 à 300 V Négatif : -300 V à 0 V
Réglage du micromètre vertical de la sonde	4	Échelle : de 0 à 13

² Les valeurs DP dépendent du composé.

³ Les valeurs de température dépendent du composé.

Description des paramètres

Tableau B-3 : Paramètres dépendants de la source

Paramètre	Description
Gaz 1 de la source d'ions	Contrôle le gaz nébuliseur pour la sonde TurbolonSpray et APCI. Voir la section : Principes de fonctionnement : source d'ions .
Gaz 2 de la source d'ions	Contrôle le gaz chauffant pour la TurbolonSpraysonde . La meilleure sensibilité est obtenue lorsque la combinaison de la température et du débit du gaz chauffant conduit le solvant LC au point auquel il est presque entièrement vaporisé. Pour optimiser le gaz 2 de la source d'ions, augmentez le flux pour obtenir le meilleur signal ou le meilleur rapport signal/bruit en cas d'augmentation notable du bruit d'arrière-plan. Un débit de gaz trop élevé peut produire un signal bruité ou instable. Consulter la section : Principes de fonctionnement : source d'ions .
Curtain Gas	<p>Contrôle le débit du gaz de l'interface Curtain Gas. Le flux de Curtain Gas est situé entre la plaque rideau et l'orifice. Elle empêche la pénétration de l'air ambiant et des gouttes de solvants et la contamination des valeurs des éléments optiques ioniques tout en dirigeant les ions de l'échantillon vers la chambre à vide par la production de champs électriques entre l'interface avec le vide et l'aiguille de pulvérisation. La contamination des composants optiques d'entrée ioniques réduit la transmission Q0, la stabilité et la sensibilité, et augmente le bruit de fond.</p> <p>Maintenez le débit du gaz de l'interface Curtain Gas à un niveau aussi élevé que possible sans perte de sensibilité.</p>
Température de la source d'ions	<p>Contrôle la chaleur demandée sur l'échantillon à vaporiser. La température optimale de la source d'ions est la température la plus basse à laquelle l'échantillon est complètement vaporisé.</p> <p>Optimiser par incréments de 50 °C.</p>

Tableau B-3 : Paramètres dépendants de la source (suite)

Paramètre	Description
<p>Température de la source d'ions (sonde TurbolonSpray)</p>	<p>Contrôle la température du gaz chauffant dans la TurbolonSpraysonde .</p> <p>La meilleure sensibilité est obtenue lorsque la combinaison de la température et du débit du gaz 2 de la source d'ions conduit le solvant LC au point auquel il est presque entièrement vaporisé.</p> <p>À mesure que la teneur en matière organique du solvant augmente, la température optimale de la sonde diminue. Avec les solvants composés à 100 % de méthanol ou d'acétonitrile, les performances de la sonde peuvent être optimisées à une température minimale de 300 °C. À des débits d'environ 1 000 µl/min, les solvants composés d'eau à 100 % nécessitent une température de sonde maximale de 750 °C.</p> <p>Si le réglage de la température de la source d'ions est trop bas, l'évaporation est incomplète et des gouttes visibles sont expulsées dans le logement de la source d'ions.</p> <p>Si la température de la source d'ions est trop élevée, le solvant peut être vaporisé prématurément au niveau de la pointe de la sonde, surtout si le réglage de celle-ci est trop bas (5 à 13).</p>
<p>Température de la source d'ions (sonde APCI)</p>	<p>Contrôle la température de la sonde APCI.</p> <p>Comme la teneur en matière organique du solvant augmente, la température optimale de la sonde doit diminuer. Avec les solvants composés à 100 % de méthanol ou d'acétonitrile, les performances de la sonde peuvent être optimisées à des températures minimales de 400 °C à des débits de 1 000 µl/min. À un débit d'environ 2 000 µl/min, les solvants composés de 100 % d'eau nécessitent une température de sonde minimale de 700 °C.</p> <p>Si le réglage de la température de la source d'ions est trop bas, l'évaporation est incomplète et des gouttes visibles sont expulsées dans le logement de la source d'ions.</p> <p>Si le réglage de la température de la source d'ions est trop élevé, une dégradation thermique de l'échantillon se produit.</p>

Paramètres de la source et tensions

Tableau B-3 : Paramètres dépendants de la source (suite)

Paramètre	Description
Courant de nébulisation	Contrôle le courant appliqué à l'aiguille de décharge par effet corona dans la sonde APCI. La décharge ionise les molécules de solvant qui, à leur tour, ionisent les molécules de l'échantillon. Pour la sonde APCI, le courant appliqué à l'aiguille de décharge corona est généralement optimisé dans une fourchette large (de 1 à 5 μA en polarité positive). Pour l'optimisation, commencez à 1, puis augmentez cette valeur de manière à obtenir le meilleur signal ou rapport signal/bruit possible. Si, malgré l'augmentation du courant, aucune variation du signal n'est observée, laissez le courant au niveau le plus bas permettant d'obtenir la meilleure sensibilité, p. ex., 2 μA .
Tension de la source d'ions	Contrôle la tension appliquée au pulvérisateur dans la sonde TurbolonSpray qui ionise l'échantillon dans la source d'ions. La valeur du paramètre dépend de la polarité et affecte la stabilité du jet ainsi que la sensibilité. Dans le logiciel Analyst, c'est le champ IonSpray Voltage . Dans Analyst TF, c'est le champ IonSpray Voltage Floating . Et dans SCIEX OS, c'est le champ Spray voltage .
Chauffage de l'interface	Ce paramètre est toujours réglé sur pour les systèmes SCIEX 3500, 4500, 5500, 5500+, 6500, 6500+ et TripleTOF. Active et désactive le chauffage de l'interface. Chauffer l'interface permet d'optimiser le signal d'ionisation et empêche la contamination des valeurs de l'optique ionique. À moins que le composé analysé par l'utilisateur ne soit extrêmement fragile, nous recommandons que l'interface soit chauffée.

Position de la sonde

La position de la sonde peut affecter la sensibilité de l'analyse. Pour plus d'informations sur l'optimisation de la position de la sonde, consultez la section : [Optimisation de la source d'ions](#).

Composition du solvant

La concentration standard de formate d'ammonium ou d'acétate d'ammonium est de 2 mmol/l à 10 mmol/l pour les ions positifs et de 2 mmol/l à 50 mmol/l pour les ions négatifs. La concentration des acides organiques est comprise entre 0,1 et 0,5 % par volume pour la sonde TurbolonSpray et entre 0,1 et 1,0 % par volume pour la sonde APCI.

Solvants habituellement utilisés :

- Acétonitrile

- Méthanol
- Propanol
- Eau

Modificateurs couramment utilisés :

- Acide acétique
- Acide formique
- Formiate d'ammonium
- Acétate d'ammonium

Les modificateurs suivants ne sont pas fréquemment utilisés, car ils compliquent le spectre avec leurs mélanges d'ions et leurs combinaisons en grappes. Ils peuvent également atténuer la puissance du signal ionique des composés cibles.

- Triéthylamine (TEA)
- Phosphate de sodium
- Acide trifluoroacétique (TFA)
- Sulfate dodécyl de sodium

Optimisation de la source d'ions (logiciel Analyst/Analyst TF)

C

Les procédures dans cette section visent à optimiser l'utilisation des logiciels Analyst et Analyst TF uniquement. Pour l'optimisation à l'aide de SCIEX OS, consultez la section : [Procédures d'optimisation de la source \(SCIEX OS\)](#).

Optimisation de la sonde TurbolonSpray



AVERTISSEMENT ! Risque de rayonnement ionisant, risque biologique ou risque de toxicité chimique. Vérifier que le système d'évacuation de la source est branché et en service, et que le laboratoire dispose d'une bonne ventilation générale. Une ventilation adéquate dans le laboratoire est indispensable pour un contrôle des émissions de solvants et d'échantillons et pour l'utilisation du système en toute sécurité.



AVERTISSEMENT ! Risque d'incendie. N'envoyez pas plus de 3 ml/min de solvant inflammable vers la source d'ions. Le dépassement du débit maximum peut entraîner une accumulation de solvant dans la source d'ions. Ne pas utiliser la source d'ions si le système d'évacuation de la source n'est pas activé et en service lorsque la source d'ions et la sonde sont correctement installées.



AVERTISSEMENT ! Risque de rayonnement ionisant, risque biologique ou risque de toxicité chimique. S'assurer que l'électrode dépasse au-delà de la pointe de la sonde pour éviter que des vapeurs dangereuses s'échappent de la source. L'électrode ne doit pas être encastrée dans la sonde.

ATTENTION : Risque d'endommagement du système. Si le système LC raccordé au spectromètre de masse n'est pas contrôlé par le logiciel, ne laissez pas le spectromètre de masse sans surveillance pendant son fonctionnement. Le flux liquide provenant du système LC peut déborder dans la source d'ions lorsque le spectromètre de masse passe à l'état de veille.

Remarque : Pour maintenir le système propre et garantir un fonctionnement optimal, réglez la position de la sonde lors de la modification du débit.

Conseil ! Il est plus facile d'optimiser le signal et le rapport signal-bruit avec une analyse par injection en flux continu qu'avec des injections sur colonne.

Remarque : Si la tension de la source d'ions est trop élevée, une décharge corona peut avoir lieu. Dans le logiciel Analyst, c'est le champ **IonSpray Voltage**. Dans le logiciel Analyst TF, c'est le champ **IonSpray Voltage Floating**. Dans SCIEX OS, c'est le champ **Spray voltage**. Une décharge corona est visible sous la forme d'une brillance bleue à l'extrémité de la sonde. Elle entraîne une diminution de la sensibilité et de la stabilité du signal.

Configurer le système

1. Configurez la pompe LC de sorte qu'elle distribue la phase mobile au débit requis. Consulter la section : [Paramètres de la source et tensions](#).
2. Raccorder la jonction de mise à la terre de la source d'ions à une pompe LC par le biais d'un injecteur équipé d'une boucle de ou à un auto-échantillonneur.
3. En cas d'utilisation d'un auto-échantillonneur, configurer alors ce dernier pour l'exécution d'injections multiples.

Préparer le système

1. Ouvrez le logiciel de contrôle.
2. Dans la barre Navigation, sous le mode **Tune and Calibrate**, double-cliquez sur **Manual Tuning**.
3. Ouvrez une méthode précédemment optimisée ou créez une méthode basée sur les composés.
4. Si la source d'ions a eu le temps de refroidir, procédez comme suit.
 - a. Réglez la température de la source d'ions sur 450.
 - b. Laissez la source d'ions chauffer pendant 30 minutes.

Les 30 minutes de préchauffage empêchent la condensation des vapeurs de solvant dans la sonde froide.

5. Lancez la circulation du solvant et l'injection de l'échantillon.

Définir les conditions de démarrage

1. Dans le Tune Method Editor, veillez à sélectionner le bon **Scan Type** et vérifiez que les paramètres de composés appropriés sont sélectionnés.
2. Saisissez une valeur de départ pour **Ion Source Gas 1**.
Pour les pompes LC, utilisez une valeur comprise entre 40 et 60 pour Gaz 1.
3. Saisissez une valeur de départ pour **Ion Source Gas 2 (GS2)**.
Pour les pompes LC, utilisez une valeur comprise entre 30 et 50 pour Gaz 2.

Remarque : Le gaz 2 est utilisé avec les débits élevés typiques avec un système LC et conjointement avec l'augmentation de la température.

Optimisation de la source d'ions (logiciel Analyst/Analyst TF)

4. Saisissez la valeur adaptée au spectromètre de masse dans le champ **IonSpray Voltage (IS)** ou **IonSpray Voltage Floating (ISVF)**.

Tableau C-1 : Valeurs du paramètre IS ou ISVF

Spectromètre de masse	Valeur de départ
Systèmes SCIEX 3200, 3500, 4000, 4500, 5000, 5500, 5500+, 6500 et 6500+	4 500
Systèmes TripleTOF 5600, 5600+, 6600 et 6600+	5500

5. Dans le champ **Curtain Gas (CUR)**, saisir la valeur appropriée pour le spectromètre de masse.

Tableau C-2 : Valeurs des paramètres CUR

Spectromètre de masse	Valeur de départ
Systèmes SCIEX 3200, 3500, 4000 et 4500	20
Systèmes SCIEX 5000, 5500 et 5500	25
Systèmes SCIEX 6500 et 6500+	30
Systèmes TripleTOF 5600, 5600+, 6600 et 6600+	20 à 25 selon le débit

6. Entrez 45 dans le champ **Collision Energy**.
7. Lancez l'acquisition.

Optimisation de la sonde APCI



AVERTISSEMENT ! Risque de rayonnement ionisant, risque biologique ou risque de toxicité chimique. Vérifier que le système d'évacuation de la source est branché et en service, et que le laboratoire dispose d'une bonne ventilation générale. Une ventilation adéquate dans le laboratoire est indispensable pour un contrôle des émissions de solvants et d'échantillons et pour l'utilisation du système en toute sécurité.



AVERTISSEMENT ! Risque d'incendie. N'envoyez pas plus de 3 ml/min de solvant inflammable vers la source d'ions. Le dépassement du débit maximum peut entraîner une accumulation de solvant dans la source d'ions. Ne pas utiliser la source d'ions si le système d'évacuation de la source n'est pas activé et en service lorsque la source d'ions et la sonde sont correctement installées.



AVERTISSEMENT ! Risque de rayonnement ionisant, risque biologique ou risque de toxicité chimique. S'assurer que l'électrode dépasse au-delà de la pointe de la sonde pour éviter que des vapeurs dangereuses s'échappent de la source. L'électrode ne doit pas être encastrée dans la sonde.

ATTENTION : Risque d'endommagement du système. Si le système LC raccordé au spectromètre de masse n'est pas contrôlé par le logiciel, ne laissez pas le spectromètre de masse sans surveillance pendant son fonctionnement. Le flux liquide provenant du système LC peut déborder dans la source d'ions lorsque le spectromètre de masse passe à l'état de veille.

Remarque : Le débit minimum pris en charge par la sonde APCI est de 200 µl/min. Pour la liste complète des paramètres de la sonde APCI, consultez la section : [Paramètres de la sonde APCI](#).

Conseil ! Il est plus facile d'optimiser le signal et le rapport signal-bruit avec une analyse par injection en flux continu qu'avec des injections sur colonne.

Remarque : Lors de l'utilisation de la sonde APCI, assurez-vous que l'aiguille de décharge par effet corona est orientée vers l'orifice.

Configurer le système

1. Configurez la pompe LC de sorte qu'elle distribue la phase mobile au débit requis. Consulter la section : [Paramètres de la source et tensions](#).
2. Raccorder la jonction de mise à la terre de la source d'ions à une pompe LC par le biais d'un injecteur équipé d'une boucle de ou à un auto-échantillonneur.
3. En cas d'utilisation d'un auto-échantillonneur, configurer alors ce dernier pour l'exécution d'injections multiples.

Préparer le système

1. Ouvrez le logiciel de contrôle.
2. Dans la barre Navigation, sous le mode **Tune and Calibrate**, double-cliquez sur **Manual Tuning**.
3. Ouvrez une méthode précédemment optimisée ou créez une méthode basée sur les composés.
4. Si la source d'ions a eu le temps de refroidir, procédez comme suit.
 - a. Réglez la température de la source d'ions sur 450.
 - b. Laissez la source d'ions chauffer pendant 30 minutes.

Les 30 minutes de préchauffage empêchent la condensation des vapeurs de solvant dans la sonde froide.

5. Lancez la circulation du solvant et l'injection de l'échantillon.

Définir les conditions de démarrage

1. Dans le Tune Method Editor, veillez à sélectionner le bon **Scan Type** et vérifiez que les paramètres de composés appropriés sont sélectionnés.
2. Entrez 30 dans le champ **Ion Source Gas 1 (GS1)**. Entrez 30 dans le champ **Ion Source Gas 1**.
3. Dans le champ **Curtain Gas (CUR)**, saisir la valeur appropriée pour le spectromètre de masse.

Tableau C-3 : Valeurs des paramètres CUR

Spectromètre de masse	Valeur de départ
Systèmes SCIEX 3500, 4000 et 4500	20
Systèmes SCIEX 5000, 5500 et 5500	25
Systèmes SCIEX 6500 et 6500+	30
Systèmes TripleTOF 5600, 5600, 6600 et 6600+	20 à 25 selon le débit

4. Entrez 1 dans le champ **Nebulizer Current (NC)**.
5. Dans l'onglet Compound, dans le champ **Declustering potential (DP)**, saisissez 100.
6. Entrez 45 dans le champ **Collision Energy**.
7. Lancez l'acquisition.

Optimiser les paramètres de la source et du gaz

1. Régler le gaz 1 de la source d'ions par incréments de cinq pour obtenir le meilleur signal ou le meilleur rapport signal/bruit.
2. Augmenter le débit du gaz de l'interface **Curtain Gas** jusqu'à ce que le signal commence à diminuer.

Remarque : Pour éviter toute contamination, utiliser la valeur la plus élevée possible pour le débit de gaz pour l'interface Curtain Gas qui ne diminue pas la sensibilité. Ne pas régler le débit à des valeurs inférieures à celles du tableau : [Tableau C-4](#). Ceci permet d'éviter la pénétration du flux de gaz de l'interface Curtain Gas, susceptible de produire un signal bruyant, d'empêcher la contamination de l'orifice et d'augmenter le rapport signal-bruit global.

Tableau C-4 : Valeurs des paramètres CUR

Spectromètre de masse	Valeur de départ
Systèmes SCIEX 3200, 3500, 4000 et 4500	20
Systèmes SCIEX 5000, 5500 et 5500	25
Systèmes SCIEX 6500 et 6500+	30
Systèmes TripleTOF 5600, 5600+, 6600 et 6600+	20 à 25 selon le débit

Régler la position de l'aiguille de décharge corona



AVERTISSEMENT ! Risque d'électrocution. Suivez cette procédure pour éviter tout contact avec les hautes tensions appliquées à l'aiguille de décharge corona, à la plaque rideau et aux chauffages Turbo.

Matériel nécessaire

- Tournevis plat isolé

Lors de l'utilisation de la sonde APCI, assurez-vous que l'aiguille de décharge corona est orientée vers l'orifice. Lorsque vous utilisez la sonde TurbolonSpray, assurez-vous que l'aiguille de décharge corona est éloignée de l'orifice.

1. Utiliser un tournevis plat isolé pour tourner la vis de réglage de l'aiguille de décharge par effet corona sur le haut de l'aiguille.
2. Regarder à travers la fenêtre en verre pour s'assurer que l'aiguille est alignée sur la pointe en face de l'orifice.

Optimiser la position de la sonde APCI



AVERTISSEMENT ! Risque de rayonnement ionisant, risque biologique ou risque de toxicité chimique. S'assurer que l'électrode dépasse au-delà de la pointe de la sonde pour éviter que des vapeurs dangereuses s'échappent de la source. L'électrode ne doit pas être encastrée dans la sonde.

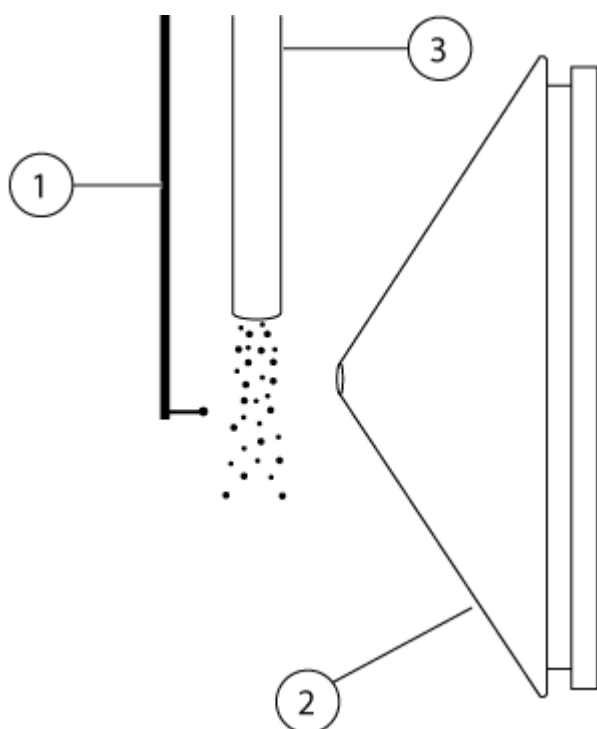


AVERTISSEMENT ! Risque de perforation. Être vigilant lors de la manipulation de l'électrode. La pointe de l'électrode est extrêmement acérée.

S'assurer que l'orifice de la plaque rideau reste exempt à tout moment de solvant ou de gouttelettes de solvant.

La position de la buse du pulvérisateur affecte la sensibilité et la stabilité du signal. Ne réglez la position de la sonde que par petits incréments. Lorsque le débit est faible, placer la sonde plus près de l'orifice. Pour les débits élevés, éloigner la sonde de l'orifice. Après l'optimisation de la sonde, il convient d'effectuer quelques réglages mineurs. Si la sonde est retirée ou si l'analyte, le débit ou la composition du solvant change, répétez alors la procédure d'optimisation.

Illustration C-1 : Position de la buse du nébuliseur



Élément	Description
1	Aiguille de décharge par effet corona
2	Plaque rideau
3	Sonde APCI

1. Utilisez les réglages du micromètre sur les axes horizontal et vertical précédents ou réglez-les sur 5 comme position de départ.

Remarque : Pour éviter la dégradation des performances du spectromètre de masse, ne pas pulvériser directement dans l'ouverture.

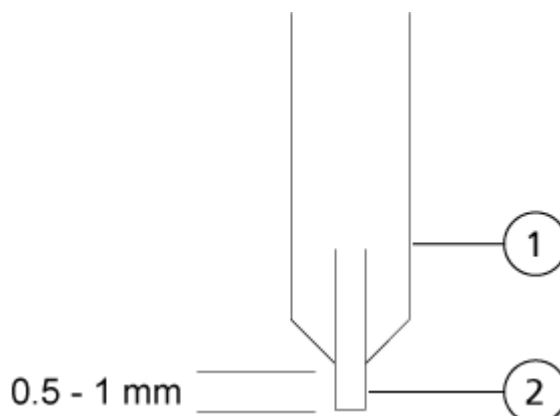
Optimisation de la source d'ions (logiciel Analyst/Analyst TF)

2. Surveillez le signal ou le rapport signal/bruit des analytes dans le logiciel de contrôle.
3. Utilisez le micromètre de l'axe horizontal pour régler la sonde par petits incréments afin d'obtenir le meilleur signal ou rapport signal/bruit possible.
4. Utilisez le micromètre de l'axe vertical pour régler la position de la sonde par petits incréments afin d'obtenir le meilleur signal ou rapport signal/bruit possible.
5. Réglez l'écrou d'ajustement de l'électrode noir sur la sonde pour déplacer le tube de l'électrode dans la sonde (et en affiner la proéminence).

Remarque : La pointe de l'électrode doit ressortir de 0,5 mm à 1,0 mm par rapport à l'extrémité de la sonde.

Le réglage optimal pour la pointe de l'électrode dépend du composé. La distance sur laquelle ressort la pointe de l'électrode affecte la forme du cône de pulvérisation qui, à son tour, a une incidence sur la sensibilité du spectromètre de masse.

Illustration C-2 : Réglage de l'extension de la pointe de l'électrode



Élément	Description
1	Sonde
2	Électrode

Optimiser le courant de nébulisation

La source d'ions est contrôlée par le courant, et non par la tension. Sélectionnez le courant approprié pour la méthode d'acquisition, quelle que soit la position choisie de la source d'ions.

Commencer avec une valeur du courant de nébulisation égale à 3 puis augmenter ou diminuer cette valeur de manière à obtenir le meilleur signal ou le meilleur rapport signal/bruit.

Le courant de nébulisation appliqué à l'aiguille de décharge corona s'optimise généralement entre 1 et 5 μA , quelle que soit la polarité. Si aucun changement dans le signal n'est constaté

Optimisation de la source d'ions (logiciel Analyst/Analyst TF)

lorsque le courant est augmenté, alors laissez le courant à la valeur la plus basse fournissant le meilleur signal ou le meilleur rapport signal/bruit.

Optimiser la température de la sonde APCI










La quantité et le type de solvant influent sur la température optimale de la sonde APCI. À un débit élevé, la température optimale augmente.

Ajustez la température de la source d'ions par incréments de 50 à 100 °C pour obtenir le meilleur signal ou le meilleur rapport signal/bruit.










Glossaire des symboles




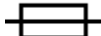







D

Remarque : les symboles figurant dans le tableau suivant ne s'appliquent pas tous à chaque instrument.













Symbole	Description
	Marque de conformité réglementaire pour l'Australie. Indique que le produit est conforme aux exigences en matière de CEM de l'ACMA (Australian Communications Media Authority).
	Courant alternatif
A	Ampères (courant)
	Risque d'asphyxie
	Représentant agréé pour la Communauté européenne
	Risque biologique
	Marquage de conformité CE
	Marquage cCSAus. Indique une certification de sécurité électrique pour le marché canadien et américain.
	Numéro du catalogue
	Attention. Consultez les instructions pour des informations sur un danger éventuel. Remarque : Dans la documentation SCIEX, ce symbole signale un risque de blessure corporelle.



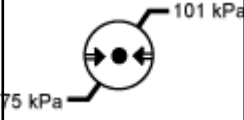
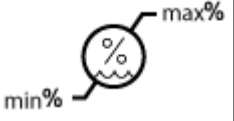
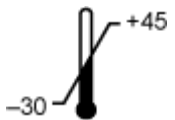
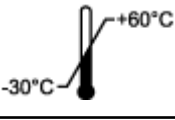





Glossaire des symboles

Symbole	Description
	Étiquette d'avertissement RoHS pour la Chine. Le produit d'information électronique contient certaines substances toxiques ou dangereuses. Le nombre au centre correspond à la date de la période d'utilisation sans risque pour l'environnement (EFUP) et indique le nombre d'années civiles durant lesquelles le produit peut être utilisé. À l'expiration de l'EFUP, le produit doit immédiatement être recyclé. Les flèches formant un cercle indiquent que le produit est recyclable. Le code de date mentionné sur l'étiquette ou le produit indique la date de fabrication.
	Logo RoHS pour la Chine. Ce dispositif ne contient pas de substances toxiques ou dangereuses ni d'éléments dépassant les valeurs de concentration maximales. Par ailleurs, il s'agit d'un produit sans risque pour l'environnement pouvant être recyclé et réutilisé.
	Consulter le mode d'emploi.
	Risque d'écrasement
	Marquage cTUVus pour le TÜV Rheinland d'Amérique du Nord
	Symbole Data Matrix pouvant être lu par un lecteur de codes-barres pour obtenir un identificateur de dispositif unique (UDI)
	Risque pour l'environnement
	Connexion Ethernet
	Risque d'explosion
	Risque de blessure oculaire


Symbole	Description
	Risque d'incendie
	Risque d'exposition à des produits chimiques inflammables
	Fragile
	Fusible
Hz	Hertz
	Symbole international de sécurité « Caution, risk of electric shock (ISO 3864) », également nommé symbole de haute tension Si le capot principal doit être retiré, contacter un représentant SCIEX afin de prévenir tout choc électrique.
	Risque de surface chaude
	Dispositif de diagnostic in vitro
	Risque de rayonnement ionisant
	Conserver au sec. Ne pas exposer à la pluie. L'humidité relative ne doit pas dépasser 99 %.
	Conserver en position droite.
	Risque de lacération ou de coupure

Glossaire des symboles

Symbole	Description
	Risque d'irradiation au laser
	Risque lié au levage
	Risque magnétique
	Fabricant
	Danger provenant des pièces mobiles
	Risque lié au stimulateur cardiaque. Pas d'accès aux personnes porteuses de stimulateurs cardiaques.
	Risque de pincement
	Risque de gaz pressurisé
	Mise à la terre obligatoire
	Risque de perforation
	Risque de réaction chimique
	Numéro de série

Symbole	Description
	Risque de toxicité chimique
	Transporter et stocker le système à une pression comprise entre 66 kPa et 103 kPa.
	Transporter et stocker le système à une pression comprise entre 75 kPa et 101 kPa.
	Transporter et stocker le système dans les limites minimale (min) et maximale (max) spécifiées d'humidité relative, sans condensation.
	Transporter et stocker le système à une température comprise entre -30 °C et +45 °C.
	Transporter et stocker le système à une température comprise entre -30 °C et +60 °C.
	Connexion USB 2.0
	Connexion USB 3.0
	Risque de radiation ultraviolette
	Marque d'évaluation de la conformité au Royaume-Uni
VA	Volts Ampères (alimentation)
V	Volts (tension)
	DEEE. Ne jetez pas cet équipement comme déchet municipal non trié. Risque pour l'environnement

Glossaire des symboles

Symbole	Description
W	Watts
	<i>aaaa-mm-jj</i> Date de fabrication

Nous contacter

Formation destinée aux clients

- En Amérique du Nord : NA.CustomerTraining@sciex.com
- En Europe : Europe.CustomerTraining@sciex.com
- En dehors des États-Unis et de l'Amérique du Nord, visitez le site sciex.com/education pour obtenir les coordonnées.

Centre d'apprentissage en ligne

- [SCIEX Now Learning Hub](#)

Assistance technique SCIEX

SCIEX et ses représentants disposent de personnel dûment qualifié et de spécialistes techniques dans le monde entier. Ils peuvent répondre aux questions sur le système ou tout problème technique qui pourrait survenir. Pour plus d'informations, consultez le site Web SCIEX à l'adresse sciex.com ou choisissez parmi les options suivantes pour nous contacter :

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

Cybersécurité

Pour obtenir les informations les plus récentes sur la cybersécurité des produits SCIEX, consultez la page sciex.com/productsecurity.

Documentation

Cette version du document remplace toutes les versions précédentes de ce document.

Adobe Acrobat Reader est nécessaire pour afficher ce document sous forme électronique. Pour télécharger la dernière version, accéder à <https://get.adobe.com/reader>.

Pour trouver la documentation du logiciel, consulter les notes de version ou le guide d'installation du logiciel fourni avec ce dernier.

Pour trouver la documentation du matériel, reportez-vous au DVD *Customer Reference* fourni avec le système ou le composant.

Les dernières versions de la documentation sont disponibles sur le site Web SCIEX, à l'adresse sciex.com/customer-documents.

Nous contacter

Remarque : Pour demander une version imprimée gratuite de ce document, contacter sciex.com/contact-us.
