

Sistemi Citrine

Guida per l'utente del sistema



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



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

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



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



Per uso diagnostico *in vitro*. Prodotti non disponibili in tutti i paesi. Per ulteriori informazioni, contattare il rappresentante di vendita di zona o visitare sciex.com/diagnostics.

Rx only.

I prodotti potrebbero non essere disponibili in tutti i Paesi. Per ulteriori informazioni, contattare il rappresentante di vendita locale o fare riferimento al sito [Web sciex.com](http://Web.sciex.com).

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

AB Sciex™ è utilizzato su licenza.

© 2022 DH Tech. Dev. Pte. Ltd.



Leica Microsystems CMS GmbH
Ernst-Leitz-Strasse 17-37
35578 Wetzlar
Germany



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

Sommario

Capitolo 1: Precauzioni operative e limitazioni	11
Informazioni generali sulla sicurezza.....	11
Simboli e convenzioni presenti nella documentazione.....	11
Conformità alle normative.....	12
Canada.....	12
Europa.....	12
Stati Uniti.....	13
In tutto il mondo.....	13
Precauzioni elettriche.....	13
Alimentazione di rete.....	14
Messa a terra.....	14
Precauzioni chimiche.....	15
Fluidi approvati per il sistema.....	16
Precauzioni per la ventilazione.....	17
Precauzioni fisiche.....	18
Precauzioni ambientali.....	18
Ambiente elettromagnetico.....	19
Smantellamento e smaltimento.....	20
Capitolo 2: Uso e funzione	22
Uso previsto.....	22
Limitazioni d'uso.....	22
Descrizione.....	22
Personale qualificato.....	22
Linee guida per il controllo qualità.....	23
Processi di laboratorio.....	23
Campioni del controllo qualità.....	23
Standard interni.....	24
Riferimenti.....	24
Uso e modifiche dell'apparecchiatura.....	24
Condizioni di laboratorio.....	25
Condizioni ambientali sicure.....	25
Specifiche delle prestazioni.....	26
Capitolo 3: Procedure di installazione e requisiti speciali	27
Regolazione della posizione della pompa a siringa integrata.....	27
Collegamento della valvola deviatrice.....	31
Collegamento della valvola deviatrice in modalità iniettore.....	32
Collegamento della valvola deviatrice in modalità deviatore.....	33
Installazione della sorgente di ionizzazione.....	35

Preparazione per l'installazione	35
Installazione della sonda	36
Collegamento del tubo della sorgente di ionizzazione	38
Installazione della sorgente di ionizzazione sullo spettrometro di massa	39
Capitolo 4: Principi di funzionamento	41
Panoramica del sistema	41
Panoramica sullo spettrometro di massa	42
Panoramica della sorgente di ionizzazione	45
Panoramica del software Analyst MD	51
Principio di funzionamento:	57
Modalità ESI	58
Modalità APCI	59
Gestione dei dati	59
Principio di funzionamento—Software	59
Finestra del software Analyst MD	60
Modalità del software Analyst MD	61
Analisi quantitativa	62
Integrazione	63
Results Table	63
Curve di calibrazione	63
Tipi di regressione	64
Capitolo 5: Specifiche e caratteristiche prestazionali	65
Specifiche dello spettrometro di massa	65
Capitolo 6: Istruzioni operative - Flussi di lavoro per i campioni	68
Capitolo 7: Istruzioni operative - Spettrometro di massa e sorgente ionica	74
Avvio del sistema	74
Ottimizzazione della sorgente di ionizzazione	75
Ottimizzazione della sonda TurbolonSpray	76
Ottimizzazione della sonda APCI	80
Suggerimenti per l'ottimizzazione	85
Procedura di calibrazione dello spettrometro di massa	86
Ripristino dello spettrometro di massa	86
Arresto e sfiatamento del sistema	87
Capitolo 8: Istruzioni operative — Profili hardware e progetti	88
Profili hardware	88
Creazione di un profilo hardware	88
Aggiunta di dispositivi a un profilo hardware	93
Modifica dei dispositivi in un profilo hardware	95
Risoluzione dei problemi relativi all'attivazione di un profilo hardware	96
Progetti e Sottoprogetti	97
Informazioni sui sottoprogetti	97

Sommario

Creazione di progetti e sottoprogetti	98
Creazione di sottoprogetti	99
Copia di sottoprogetti	100
Passaggio tra progetti e sottoprogetti	100
Cartelle di progetto installate	101
Capitolo 9: Istruzioni Operative - Tuning e calibrazione	102
Informazioni sulla messa a punto e la calibrazione	102
Backup della cartella API Instrument	103
Backup dei parametri strumento	103
Ripristino dei parametri strumento	103
Tuning e calibrazione automatici	104
Verifica delle prestazioni dello strumento	104
Finestra di dialogo Verifying or Adjusting Performance	107
Results Summary	107
Ripristino della cartella API Instrument	108
Capitolo 10: Istruzioni operative - Ottimizzazione automatica	109
Informazioni sull'ottimizzazione automatica	110
Modalità di introduzione del campione	110
Ottimizzazione automatica di un analita mediante infusione	111
Conferma della presenza di composti	111
Esecuzione dell'ottimizzazione MS e MS/MS automatica mediante l'infusione con uno ione precursore conosciuto e uno ione prodotto sconosciuto	113
Revisione dei risultati di ottimizzazione	116
Ottimizzazione automatica di un analita mediante FIA	117
Capitolo 11: Istruzioni operative - Metodi di acquisizione	124
Creazione di un metodo di acquisizione mediante Acquisition Method Editor	124
Informazioni sui metodi LC	125
Creazione di metodi di spettrometria di massa	125
Aggiunta o eliminazione di dispositivi dai metodi di acquisizione	132
Modifica dei metodi di acquisizione	138
Tecniche di scansione	140
Tipi di scansione	141
Tipi di scansione in modalità LIT	142
Informazioni sull'acquisizione dei dati spettrali	143
Capitolo 12: Istruzioni operative - Lotto	144
Creazione e sottomissione di batch	144
Impostazione delle opzioni della coda	144
Creazione e invio di un lotto	146
Invio di un campione o un set di campioni	150
Modifica dell'ordine dei campioni	150
Selezione della posizione delle fiale tramite la scheda Locations (opzionale)	150
Impostazione dei dettagli di quantificazione in Batch Editor (opzionale)	153

Equilibratura del sistema	153
Acquisizione dati	154
Importazione di file di lotto	154
Suggerimenti per Batch e Acquisition Method Editor	156
Suggerimenti per la risoluzione dei problemi del lotto	156
Arresto dell'acquisizione di campioni	157
Capitolo 13: Istruzioni operative - Analisi ed elaborazione di dati.....	158
Panoramica dei dati spettrali e cromatografici	158
Analisi dei dati	159
Apertura dei file di dati	159
Navigazione tra i campioni in un file di dati	159
Visualizzazione delle condizioni sperimentali	160
Visualizzazione dei dati in tabelle	160
Visualizzazione dei dati quantitativi di base	162
Spettri	163
Cromatogrammi	163
Visualizzazione di TIC da uno spettro	164
Visualizzazione di uno spettro da un TIC	164
XIC	165
BPC	168
Regolazione della soglia	170
Generazione di TWC	170
Generazione di XWC	171
Visualizzazione dei dati DAD	171
Visualizzazione dei dati ADC	172
Elaborazione di dati grafici	172
Gestione dei dati	172
Ingrandimento in un grafico	174
Etichettatura dei grafici	175
Sovrapposizione e somma di spettri o cromatogrammi	176
Esecuzione di sottrazioni in background	177
Esecuzione di una sottrazione in background da uno spettro	177
Sblocco dei range	178
Algoritmi di smoothing	179
Algoritmo di smoothing	179
Algoritmo di smoothing Gaussiano	179
Smoothing dei dati	180
Smoothing dei dati con l'algoritmo di smoothing	180
Smoothing dei dati con l'algoritmo di smoothing Gaussiano	181
Dati centroide	181
Salvataggio e apertura dei file di dati elaborati	183
Salvataggio di un file di dati elaborati	183
Apertura di un file di dati elaborati	183
Lavoro con Contour Plot	183
Visualizzazione di un Contour Plot	184
Selezione di un'area in un Contour Plot	184
Impostazione dell'intensità e dell'assorbanza in un Contour Plot	185

Sommario

Modifica dei colori in un Contour Plot.....	185
Fragment Interpretation.....	185
Lavorare con lo strumento Fragment Interpretation.....	186
Visualizzazione delle differenze di formula per i frammenti.....	187
Library Database.....	188
Commutazione tra Library Database esistenti.....	188
Collegamento ad un Library Database locale.....	190
Collegamento ad un Library Database su server.....	191
Lavoro con i record libreria.....	193
Ricerca di uno spettro simile.....	194
Suggerimenti per ricerche nella libreria.....	197
Capitolo 14: Istruzioni Operative - Analisi ed elaborazione di dati quantitativi.....	199
Analisi quantitativa.....	199
Metodi di quantificazione.....	200
Creazione di un metodo di quantificazione.....	200
Quantitation Wizard.....	200
Quick Quant.....	200
Metodi di quantificazione e Results Table.....	200
Definizione della disposizione delle Tabelle dei risultati.....	205
Ordinamento dei dati nelle Tabella dei risultati.....	206
Revisione e integrazione manuale dei picchi.....	209
Verifica dei picchi.....	209
Integrazione manuale dei picchi.....	213
Curve di calibrazione.....	214
Visualizzazione delle curve di calibrazione.....	215
Sovrapposizione delle curve di calibrazione.....	216
Statistiche del campione.....	217
Visualizzazione delle statistiche per standard e QC.....	217
Metric Plot.....	217
Generazione di Metric Plot.....	218
Capitolo 15: Software Reporter.....	222
Interfaccia utente Analyst Reporter.....	223
Generazione di rapporti.....	225
Capitolo 16: Informazioni su assistenza e manutenzione - Spettrometro di massa....	227
Programma di manutenzione consigliato.....	227
Pulizia delle superfici.....	230
Svuotamento del contenitore di raccolta scarichi della sorgente.....	230
Pulizia della parte frontale.....	233
Sintomi della contaminazione.....	233
Materiali richiesti (Non forniti).....	234
Buone pratiche per la pulizia.....	235
Preparazione dello spettrometro di massa.....	236
Pulizia del curtain plate.....	237
Pulizia della parte esterna del separatore di vuoto.....	239

Rimessa in funzione dello spettrometro di massa	239
Stoccaggio e manipolazione	239
Ispezione del livello dell'olio della pompa per vuoto primaria	240
Assistenza e manutenzione - Sorgente di ionizzazione	240
IonDrive Turbo V	242
Rimozione della sorgente di ionizzazione	243
Pulizia delle superfici	244
Pulizia della delle sonde	244
Rimozione della sonda	245
Sostituzione dell'elettrodo	245
Sostituzione dell'ago di scarica a corona	247
Sostituzione del tubo del campionamento	249
Capitolo 17: Risoluzione dei problemi dello spettrometro di massa	250
Appendice A: Parametri dei sistemi Citrine	257
Appendice B: Parametri e voltaggi della sorgente	262
Parametri della sonda TurbolonSpray	262
Parametri della sonda APCI	263
Posizione della sonda	264
Composizione dei solventi	264
Appendice C: Soluzioni e ioni per la calibrazione	265
Appendice D: Icone della barra degli strumenti	267
Appendice E: Principi teorici di funzionamento – Sorgente di ionizzazione	277
Modalità di ionizzazione elettrospray	277
Modalità APCI	278
Regione di ionizzazione APCI	281
Appendice F: Ottimizzazione manuale del composto	283
Informazioni sull'ottimizzazione manuale dei composti	284
Informazioni sui tipi di scansione	284
Ottimizzazione manuale di un analita	284
Conferma della presenza di composti	285
Ottimizzazione dei parametri specifici per MS	287
Determinazione degli ioni prodotto per l'ottimizzazione	288
Ottimizzazione del potenziale in uscita dalla cella di collisione per ogni ione prodotto	290
Ottimizzazione manuale della sorgente ionica e dei parametri del gas	290
Preparazione della sorgente di ionizzazione	291
Ottimizzazione dei parametri della sorgente di ionizzazione	291
Parametri avanzati	292

Sommario

Ottimizzazione di AF2.....	292
Informazioni sull'estensione dell'energia di collisione (CES)	292
Appendice G: Menu di scelta rapida.....	294
Batch Editor.....	294
Stati della coda e stato del dispositivo.....	295
Stati della coda.....	295
Visualizzazione delle icone di stato dello strumento e dei dispositivi.....	296
Coda.....	297
Menu del pulsante destro per i riquadri del Contour Plot.....	298
Menu di scelta rapida del riquadro Show File Information.....	299
Riquadri degli spettri.....	300
Riquadri del cromatogramma.....	301
Results Table.....	302
Revisione dei picchi.....	302
Calibration Curve.....	303
Appendice H: Glossario dei simboli.....	305
Appendice I: Glossario delle avvertenze.....	311
Contatti.....	313
Formazione dei clienti.....	313
Centro di istruzione online.....	313
Assistenza SCIEX.....	313
Sicurezza informatica.....	313
Documentazione.....	313

Precauzioni operative e limitazioni 1

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

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

Oltre alla presente sezione, per informazioni sui simboli e le convenzioni utilizzati in ambiente di laboratorio, sul sistema e nella documentazione, fare riferimento alla sezione: [Glossario dei simboli](#). Per i requisiti del sito, inclusi la rete elettrica, lo scarico della sorgente, la ventilazione, l'aria compressa, l'azoto e la pompa per vuoto, fare riferimento al documento: *Guida alla pianificazione del sito*.

Informazioni generali sulla sicurezza

Per evitare infortuni o danni al sistema, leggere, comprendere e rispettare tutte le precauzioni di sicurezza e le avvertenze contenute nel presente documento, nonché le schede di sicurezza (SDS) dei prodotti chimici fornite dai produttori e le etichette presenti sui prodotti. Le etichette riportano simboli riconosciuti a livello internazionale. La mancata osservanza di queste avvertenze potrebbe causare infortuni gravi.

Queste informazioni di sicurezza sono destinate a integrare le normative federali, statali o provinciali e locali su salute, ambiente e sicurezza (SAS). Le informazioni relative alla sicurezza fornite coprono la sicurezza del sistema e il suo funzionamento. Non coprono ogni singola procedura di sicurezza che dovrebbe essere messa in atto. In definitiva, l'utente e l'organizzazione hanno la responsabilità di assicurare la conformità alle normative a livello nazionale, regionale, provinciale e locale in materia di salute, ambiente e sicurezza (SAS) e sicurezza dell'ambiente di laboratorio.

Consultare il materiale di riferimento appropriato e le procedure operative standard per il laboratorio.

Simboli e convenzioni presenti nella documentazione

Nella guida sono presenti i seguenti simboli e le seguenti convenzioni.



PERICOLO! La dicitura Pericolo indica un'azione che può causare infortuni gravi o fatali.



AVVERTENZA! La dicitura Avvertenza si riferisce a un'azione che potrebbe causare infortuni, se non si prendono le dovute precauzioni.

Precauzioni operative e limitazioni

ATTENZIONE: la dicitura **Attenzione** si riferisce a un'operazione che potrebbe causare danni al sistema o una perdita di dati, se non si prendono le dovute precauzioni.

Nota: la nota mette in risalto informazioni importanti in una procedura o in una descrizione.

Suggerimento! Il suggerimento fornisce informazioni utili che aiutano nell'applicazione di tecniche e procedure presenti nel testo per una specifica necessità e contiene collegamenti a parti del testo, ma non è essenziale per il completamento di una procedura.

Conformità alle normative

Questo sistema è conforme agli standard e alle normative elencati in questa sezione. Per riferimenti datati, fare riferimento alla *Dichiarazione di conformità* inclusa con il sistema e i singoli componenti. Le relative etichette sono state affisse al sistema.

Canada

- **Interferenza elettromagnetica (EMI):** CAN/CSA CISPR11. Il sistema ISM è conforme alla norma canadese ICES-001. Fare riferimento alla sezione: [Interferenza elettromagnetica](#).
- **Sicurezza:**
 - CAN/CSA C22.2 N. 61010-1
 - CAN/CSA C22.2 N. 61010-2-061
 - CAN/CSA C22.2 N. 61010-2-101

Europa

- **Dispositivi per uso diagnostico in vitro (IVD):** direttiva sulla diagnostica in vitro 2017/746
- **Compatibilità elettromagnetica (EMC):** direttiva 2014/30/EU relativa alla compatibilità elettromagnetica così come è stata implementata nelle seguenti normative:
 - EN 61326-1
 - EN 61326-2-6
 - EN 55011 (Classe A)Fare riferimento alla sezione: [Compatibilità elettromagnetica](#).
- **Sicurezza:** Direttive sulla bassa tensione 2014/35/EU come implementate in questi standard:
 - EN 61010-1
 - EN 61010-2-061
 - EN 61010-2-101

- **Rifiuti di apparecchiature elettriche ed elettroniche (RAEE):** direttiva 2012/96/CEE relativa ai rifiuti di apparecchiature elettriche ed elettroniche, così come è stata implementata nella normativa EN 40519. Fare riferimento alla sezione: [Rifiuti di apparecchiature elettriche ed elettroniche](#).
- **Imballaggi e rifiuti degli imballaggi (PPW):** direttiva 94/62/CE relativa agli imballaggi e ai rifiuti degli imballaggi
- **Restrizione sull'uso di sostanze pericolose RoHS:** direttiva RoHS 2011/65/UE e 2015/863/EU

Stati Uniti

- **Regolamentazione relativa alle interferenze per emissioni radio:** 47 CFR 15, così come è stata implementata nella normativa FCC, Parte 15 (Classe A)
- **Sicurezza:** regolamentazione relativa alla salute e alla sicurezza sul lavoro, 29 CFR 1910, così come è stata implementata nelle seguenti normative:
 - UL 61010-1
 - IEC 61010-2-061
 - IEC 61010-2-101

In tutto il mondo

- **Compatibilità elettromagnetica (EMC):**

- IEC 61326-1
- IEC CISPR 11 (Classe A)
- IEC 61000-3-2
- IEC 61000-3-3

Fare riferimento alla sezione: [Compatibilità elettromagnetica](#).

- **Sicurezza:**

- IEC 61010-1
- IEC 61010-2-061
- IEC 61010-2-101

Precauzioni elettriche



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

Precauzioni operative e limitazioni

- Seguire le norme di sicurezza relative ai lavori in presenza di elettricità.
- Attenersi alle procedure corrette per la gestione dei cavi elettrici. Così facendo si ridurranno i rischi di inciampare nei cavi.

Per informazioni sulle specifiche elettriche del sistema, fare riferimento alla sezione: [Specifiche e caratteristiche prestazionali](#) o al documento: *Guida alla pianificazione del sito*.

Alimentazione di rete

Collegare il sistema a un'alimentazione di rete a corrente alternata compatibile come indicato nella presente guida.



AVVERTENZA! Pericolo di scosse elettriche. Rivolgersi solo a personale qualificato per l'installazione di tutte le forniture elettriche e degli elementi dell'impianto e assicurarsi che tutte le installazioni siano conformi alle normative locali e alle norme di sicurezza.



AVVERTENZA! Pericolo di scosse elettriche. Assicurarsi che il sistema possa essere scollegato dalla presa di alimentazione di rete in caso di emergenza. Non bloccare la presa dell'alimentazione di corrente.



AVVERTENZA! Pericolo di scosse elettriche. Utilizzare solo i cavi di alimentazione forniti con il sistema. Non utilizzare cavi di alimentazione che non siano classificati correttamente per il funzionamento di questo sistema.

Messa a terra

La rete elettrica deve includere una messa a terra correttamente installata. Il conduttore di terra deve essere installato o esaminato da un elettricista qualificato prima della connessione del sistema.



AVVERTENZA! Pericolo di scosse elettriche. Non interrompere intenzionalmente la messa a terra. Qualsiasi interruzione del conduttore di messa a terra di protezione crea un pericolo di scossa elettrica.



AVVERTENZA! Pericolo di scosse elettriche. Assicurarsi che tra il sistema di caricamento campione e un punto di messa a terra appropriato sulla sorgente di ionizzazione dello spettrometro di massa sia collegato un conduttore di messa a terra di protezione (cavo di messa a terra). La messa a terra aggiuntiva rafforza la configurazione di sicurezza specificata da SCIEX.

Precauzioni chimiche



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



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



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

- Determinare quali prodotti chimici sono stati usati nel sistema prima di effettuare la manutenzione o interventi di assistenza. Per le precauzioni in materia di salute e sicurezza da adottare quando si utilizzano prodotti chimici, fare riferimento al documento: *Scheda di sicurezza*. Per informazioni sulla conservazione, fare riferimento al documento: *Certificato di analisi*. Per trovare una *Scheda di sicurezza* o un *Certificato di analisi* SCIEX, visitare il sito sciex.com/tech-regulatory.
- Indossare sempre i dispositivi di protezione individuale assegnati, inclusi guanti non talcati, occhiali di sicurezza e camice da laboratorio.

Nota: Si raccomandano guanti in nitrile o neoprene.

- Lavorare in un ambiente ben ventilato o utilizzare una cappa aspirante.
- Evitare le potenziali fonti di scintille quando si lavora coi materiali infiammabili, come alcool isopropilico, metanolo e altri solventi infiammabili.
- Fare attenzione nell'uso e nello smaltimento di qualunque prodotto chimico. Esiste un potenziale rischio di infortuni se le procedure corrette per la manipolazione e lo smaltimento dei prodotti chimici non vengono rispettate.
- Evitare il contatto dei prodotti chimici con la pelle durante la pulizia e lavare le mani dopo l'uso.
- Assicurarsi che tutti i tubi di scarico siano collegati correttamente e che tutti i collegamenti funzionino come previsto.
- Raccogliere tutti i liquidi utilizzati e smaltirli come rifiuti pericolosi.
- Operare in conformità a tutte le normative locali per la conservazione, la manipolazione e lo smaltimento dei materiali radioattivi, tossici o a rischio biologico.

Precauzioni operative e limitazioni

- (Consigliato) Utilizzare i vassoi di contenimento secondario sotto la pompa per vuoto, i contenitori dei solventi e il contenitore per rifiuti per intercettare eventuali fuoriuscite di prodotti chimici.

Fluidi approvati per il sistema

I seguenti fluidi possono essere impiegati in sicurezza nel sistema. Per informazioni sulle soluzioni di pulizia sicure, fare riferimento alla sezione: [Materiali richiesti \(Non forniti\)](#).



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

Nota: utilizzare solo solventi di grado LC-MS nuovi e appena preparati o i migliori per le fasi mobili LC.

• Solventi organici

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

• Tamponi

- Acetato di ammonio, meno di 100 mM
- Formiato d'ammonio, meno di 100 mM
- Fosfato, meno dell'1%

• Acidi e basi

- Acido formico, meno dell'1%
- Acido acetico, meno dell'1%
- Acido trifluoroacetico (TFA), meno dell'1%
- Acido eptafluorobutirrico (HFBA), meno dell'1%
- Ammoniaca/idrossido di ammonio, meno dell'1%
- Acido fosforico, meno dell'1%
- Trimetilammina, meno dell'1%
- Trietilammina, meno dell'1%

Precauzioni per la ventilazione

L'aerazione dei fumi e lo smaltimento dei residui di scarico devono avvenire in conformità a tutte le normative in materia di salute e sicurezza a livello nazionale, regionale, provinciale e locale. È responsabilità del cliente assicurarsi che la qualità dell'aria sia mantenuta conforme alle normative locali in materia di salute e sicurezza.

Il sistema di scarico della sorgente e la pompa per vuoto devono essere svuotati in una cappa aspirante da laboratorio dedicata o in un sistema di scarico esterno.



AVVERTENZA! Pericolo di incendio. Assicurarsi che il sistema di scarico della sorgente sia collegato e funzionante per evitare che vapori infiammabili si accumulino nella sorgente di ionizzazione.



AVVERTENZA! Pericolo di contaminazione da radiazioni ionizzanti, rischio biologico o pericolo di esposizione ad agenti chimici tossici. Assicurarsi che la ventilazione dei gas di scarico avvenga mediante una cappa aspirante apposita da laboratorio o attraverso un sistema di scarico; assicurarsi inoltre che il tubo di ventilazione sia fissato con morsetti. Verificare che il laboratorio abbia un ricambio di aria appropriato per il lavoro eseguito.



AVVERTENZA! Pericolo di contaminazione da radiazioni ionizzanti, rischio biologico o pericolo di esposizione ad agenti chimici tossici. Non usare lo spettrometro di massa se il tubo di scarico della sorgente e i tubi di scarico della pompa per vuoto non sono collegati in modo corretto all'impianto di ventilazione del laboratorio. Ispezionare regolarmente i tubi di scarico per confermare l'assenza di perdite. L'uso degli spettrometri di massa senza una ventilazione adeguata del sistema può comportare rischi per la salute e causare gravi lesioni.



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

Precauzioni operative e limitazioni



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

Precauzioni fisiche



AVVERTENZA! Pericolo di superfici calde. Lasciar raffreddare la sorgente di ionizzazione IonDrive Turbo V per almeno 90 minuti prima di iniziare qualsiasi procedura di manutenzione. Alcune superfici della sorgente di ionizzazione e dell'interfaccia di vuoto raggiungono temperature considerevoli durante il funzionamento.



AVVERTENZA! Pericolo di sollevamento. Utilizzare un dispositivo di sollevamento meccanico per sollevare e spostare lo spettrometro di massa. Se lo spettrometro di massa deve essere spostato manualmente, servono almeno sei persone per spostarlo in sicurezza. Attenersi alle procedure in vigore per eseguire i sollevamenti in sicurezza. Si consiglia l'uso di un servizio di movimentazione professionale. Per i pesi dei componenti di sistema, fare riferimento al documento: *Guida alla pianificazione del sito*.

Precauzioni ambientali

Rivolgersi a personale qualificato per l'installazione di apparecchiature ed elementi dell'impianto elettrico, di riscaldamento, di ventilazione e idraulico. Assicurarsi che tutte le installazioni siano conformi alle leggi in vigore in loco e alle normative in tema di rischio biologico. Per informazioni sulle condizioni ambientali richieste per il sistema, fare riferimento al documento: *Guida alla pianificazione del sito*.

Quando si predispose il sistema, posizionare l'apparecchiatura in modo da lasciare libero lo spazio di accesso ad essa circostante.



PERICOLO! Pericolo di esplosione. Non usare il sistema in un ambiente contenente gas esplosivi. Il sistema non è progettato per essere usato in ambienti contenenti gas esplosivi.



AVVERTENZA! Rischio biologico. Quando si usano materiali che comportano un rischio biologico, rispettare sempre le normative locali in tema di valutazione, controllo e gestione del rischio. Questo sistema e le sue parti non sono progettati per funzionare come contenimento biologico di sicurezza.



AVVERTENZA! Pericolo ambientale. Seguire le procedure istituite per lo smaltimento dei residui radioattivi, elettronici e biologici pericolosi. Spetta al cliente la responsabilità dello smaltimento delle sostanze pericolose, comprese le sostanze chimiche, gli oli esausti e i componenti elettrici in accordo con le leggi e le normative locali.

ATTENZIONE: Potenziale spostamento di massa. Mantenere una temperatura ambiente stabile. Se la temperatura cambia di più di 2 °C all'ora, potrebbe influire sulla calibrazione della risoluzione e della massa.

ATTENZIONE: Rischio di contaminazione del sistema. Quando si utilizza un generatore di gas, fare riferimento alla documentazione che accompagna il generatore di gas per informazioni da parte del produttore riguardo all'uso di un generatore di gas con un compressore. Ad esempio, l'uso di un generatore di gas con un compressore può favorire l'ingresso degli idrocarburi eventualmente presenti nell'ambiente all'interno dello spettrometro di massa.

Ambiente elettromagnetico

Compatibilità elettromagnetica

Ambiente elettromagnetico di base: ambiente esistente in località che sono alimentate direttamente dalla rete elettrica pubblica a bassa tensione.

Criteri di prestazioni A (criteri A): l'apparecchiatura deve funzionare come previsto, senza diminuzione delle prestazioni e perdita di funzionalità durante o dopo il collaudo.

Criteri di prestazioni B (criteri B): l'apparecchiatura può andare incontro a perdita di funzionalità (una o più) durante il collaudo ma deve funzionare come previsto con parziale diminuzione delle prestazioni e il recupero automatico delle funzioni dopo il collaudo.

Criteri di prestazioni C (criteri C): l'apparecchiatura può andare incontro a perdita di funzionalità (una o più) durante il collaudo ma deve funzionare come previsto con parziale diminuzione delle prestazioni e il recupero delle funzioni dopo il collaudo tramite intervento dell'operatore.

L'apparecchiatura è destinata all'uso in un ambiente elettromagnetico di base.

La perdita di prestazioni prevista in condizioni di immunità elettromagnetica è inferiore a una variazione del 20% nel conteggio totale degli ioni (TIC).

ATTENZIONE: Possibile risultato errato. Non utilizzare il dispositivo in prossimità di sorgenti di forti radiazioni elettromagnetiche (EMC), ad esempio sorgenti RF intenzionali non schermate, poiché tali radiazioni potrebbero interferire con il corretto funzionamento del sistema.

Verificare che vengano mantenute condizioni elettromagnetiche compatibili con l'apparecchiatura al fine di garantire il corretto funzionamento del dispositivo. Se la linea dell'alimentazione è soggetta a un rumore elettrico elevato, installare un dispositivo di soppressione sovracorrenti.

Interferenza elettromagnetica

Apparecchiatura gruppo 1: questa apparecchiatura è classificata come apparecchiatura industriale, scientifica e medica (ISM) che potrebbe utilizzare l'energia a radiofrequenza per le operazioni interne.

Apparecchiatura di classe A: apparecchiatura adatta per l'uso in tutte le strutture tranne quelle di tipo domestico e quelle direttamente collegate alla rete di alimentazione a bassa tensione che alimenta gli edifici adibiti a uso residenziale. [Da CISPR 11:2009, 5.3]
L'apparecchiatura di classe A deve rispettare i limiti di classe A.

ATTENZIONE: Potenziali interferenze radio. Questa apparecchiatura non è destinata all'uso in ambienti residenziali e potrebbe non fornire una protezione adeguata alla ricezione radio in questi ambienti.

Questa apparecchiatura è stata testata ed è risultata conforme ai limiti dei dispositivi digitali di Classe A, ai sensi della Parte 15 delle Normative FCC (Federal Communications Commission Compliance).

Questi limiti sono concepiti per offrire una protezione ragionevole contro le interferenze dannose quando l'apparecchiatura viene utilizzata in un ambiente aziendale. Questa apparecchiatura genera, utilizza e può irradiare energia a radiofrequenza e, se non installata e utilizzata secondo il manuale dell'operatore, può causare interferenze dannose alle comunicazioni radio.

L'uso di questa apparecchiatura in un'area residenziale può causare interferenze dannose. Se gli sarà richiesto di eseguire gli interventi correttivi necessari, il Cliente dovrà provvedere a proprie spese. I cambiamenti o le modifiche non espressamente approvati dal costruttore possono rendere nulla l'autorizzazione a utilizzare l'apparecchiatura.

Smantellamento e smaltimento



AVVERTENZA! Pericolo ambientale. Seguire le procedure istituite per lo smaltimento dei residui radioattivi, elettronici e biologici pericolosi. Spetta al cliente la responsabilità dello smaltimento delle sostanze pericolose, comprese le sostanze chimiche, gli oli esausti e i componenti elettrici in accordo con le leggi e le normative locali.

Prima dello smantellamento, eseguire la decontaminazione dell'intero sistema attenendosi alle normative locali.

Al momento della messa fuori servizio del sistema, separare e riciclare i diversi materiali secondo le normative ambientali vigenti a livello nazionale e locale. Fare riferimento alla sezione: [Stoccaggio e manipolazione](#).

Nota: SCIEX non accetterà resi se non è stato prima compilato il Modulo di Decontaminazione. Contattare un responsabile dell'assistenza tecnica (FSE) per ottenere una copia del modulo.

Non smaltire i componenti o le unità del sistema, incluse le parti dei computer, nei residui comuni non differenziati.

Rifiuti di apparecchiature elettriche ed elettroniche

Seguire le norme locali e comunali per le disposizioni appropriate in tema di smaltimento per ridurre l'impatto ambientale dei c.d. residui elettrici ed elettronici (RAEE). Per uno smaltimento sicuro delle apparecchiature, rivolgersi al servizio assistenza tecnica di zona per il ritiro e il riciclaggio.

Uso previsto

Il sistema Citrine è un sistema di spettrometria di massa tandem accoppiata a cromatografia liquida (LC-MS/MS) che consente di identificare i composti inorganici o organici in campioni di natura umana mediante ionizzazione del composto in esame e separazione degli ioni risultanti per mezzo di un campo elettrico secondo la loro massa. Per uso diagnostico *in vitro*.

Limitazioni d'uso

Il sistema Citrine è destinato all'utilizzo in un ambiente di laboratorio clinico da parte di personale di laboratorio qualificato per uso esclusivamente professionale.

Descrizione

Il sistema Citrine include i componenti seguenti:

- Uno spettrometro di massa Citrine QTRAP o Citrine Triple Quad con sorgente di ionizzazione IonDrive Turbo V che utilizza la sonda TurbolonSpray o la sonda di ionizzazione chimica a pressione atmosferica (APCI) e pompe per vuoto primarie.
- Un monitor e un computer forniti da SCIEX con il software Analyst MD per l'ottimizzazione dello strumento, lo sviluppo di metodi di acquisizione e l'acquisizione di dati e il software MultiQuant MD per l'elaborazione.

Personale qualificato

Solo il personale qualificato SCIEX dovrà installare e ispezionare il sistema e condurre le riparazioni sullo stesso. Dopo aver installato il sistema, il responsabile dell'assistenza tecnica (FSE) utilizza la *Lista di controllo per la formazione breve* per formare il cliente in relazione al funzionamento, alla pulizia e alla manutenzione di base del sistema. SCIEX potrebbe non coprire i danni a un sistema in garanzia se sottoposto a manutenzione da parte di personale non autorizzato da SCIEX.

La manutenzione delle apparecchiature deve essere affidata esclusivamente a personale qualificato del produttore. Durante l'installazione una persona incaricata dal laboratorio può essere messa a conoscenza delle procedure per Operatore qualificato addetto alla manutenzione (QMP). Il QMP è una persona che è adeguatamente consapevole dei rischi elettrici e chimici associati alla manutenzione delle attrezzature di laboratorio.

Linee guida per il controllo qualità

Un laboratorio clinico che utilizza un sistema Citrine è tenuto a rispettare le procedure riguardanti questioni quali, ad esempio, la formazione degli operatori, lo sviluppo e la validazione di analisi e audit esterni sulle prestazioni dei test di laboratorio.

Processi di laboratorio

Verificare i metodi prima della loro implementazione nell'uso clinico per la presentazione dei risultati^{2,5}. Inoltre, stabilire le procedure operative standard (SOP) per i metodi analitici per garantire che i processi pre-analitici, analitici e post-analitici non si discostino dall'uso previsto³. Ad esempio, come minimo, deve essere implementata una SOP per:^{3,4}

- Metodi di raccolta dei campioni
- Metodi di preparazione dei campioni
- Impostazioni per la cromatografia liquida e condizioni iniziali
- Condizioni iniziali di configurazione e calibrazione dello spettrometro di massa
- Manutenzione della cromatografia liquida e della spettrometria di massa
- Metodi di acquisizione per lo spettrometro di massa
- Metodi di preparazione dell'elenco di lotti dei campioni
- Metodi di analisi dei dati
- Verifica dei dati
- Emissione dei rapporti una volta analizzati i dati

Si consiglia di revisionare manualmente tutti i risultati di integrazione per verificare la qualità dei dati non elaborati e la correttezza dell'integrazione dei picchi eseguita dal software Analyst MD. La verifica dei picchi cromatografici deve essere eseguita da un professionista qualificato. Se il software Analyst MD non ha integrato correttamente un picco cromatografico, per la presenza di picchi co-eluenti, picchi divisi, dati con rumore o elevato segnale di fondo, le integrazioni dei picchi devono essere corrette secondo le procedure operative standard (SOP) per i metodi analitici stabiliti dal laboratorio.

Campioni del controllo qualità

I campioni del controllo qualità (QC) forniscono un feedback sulla prestazione del metodo analitico su campioni sconosciuti all'interno del ciclo e ne valutano l'integrità e la validità². I dati dei campioni QC devono essere monitorati quotidianamente. Attenersi alle istruzioni appropriate per includere i campioni QC nella corsa analitica.

I campioni QC possono provenire o da una fonte commerciale con la documentazione appropriata o da un gruppo ben caratterizzato di campioni di pazienti². Si consiglia di includere almeno due campioni QC per ciascun processo analitico dei campioni di pazienti^{1,2}. Utilizzare il processo di verifica dei dati a conferma che i campioni QC si trovano nei limiti predefiniti per il metodo analitico. I dati acquisiti in un processo analitico in cui i

QC non rientrano nei limiti predefiniti potrebbero non essere validi². Fare riferimento alla Procedura operativa standard (SOP) del laboratorio.

Standard interni

Gli standard interni sono composti analoghi strutturalmente simili o analiti stabili marcati isotopicamente che vengono aggiunti a tutti i tipi di campioni, vale a dire standard, bianchi, QC e sconosciuti, in concentrazioni note e costanti per facilitare la quantificazione³. L'intensità di segnale degli standard interni può essere monitorata attraverso una corsa analitica per confermare l'integrità del metodo analitico e la validità di un singolo campione.

Le SOP (procedure operative standard) dovrebbero comprendere criteri per la valutazione di analiti di standard interno e campioni QC. Campioni non corrispondenti ai criteri potrebbero indicare problemi con le prestazioni del metodo, del sistema o del campione^{2,5}. Usare gli standard interni (analiti marcati isotopicamente) per misurazioni che comportano decisioni critiche. L'identificazione precoce di questi problemi consentirà al laboratorio di indagare, correggere e, se necessario, poter ripetere l'analisi^{2,5}.

Riferimenti

1. Guidance for Industry: Bioanalytical Method Validation; U.S. Department of Health and Human Services Food and Drug Administration; Center for Drug Evaluation (CDER) Centre for Veterinary Medicine (CVM), May 2001 BP
2. CLSI Standard C50–A–Vol. 27, No. 24 – Mass Spectrometry in the Clinical Laboratory: General Principles and Guidance: Approved Guideline
3. ISO 17025: 2005 – General requirements for the competence of testing and calibration laboratories
4. ISO 15189:2012 Medical laboratories - Requirements for quality and competence
5. CLSI document C62-A: Liquid Chromatography - Mass Spectrometry Methods; Approved Guideline Volume 34 Number 16, October 2014

Uso e modifiche dell'apparecchiatura



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



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



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



AVVERTENZA! Pericolo di sollevamento. Utilizzare un dispositivo di sollevamento meccanico per sollevare e spostare lo spettrometro di massa. Se lo spettrometro di massa deve essere spostato manualmente, servono almeno sei persone per spostarlo in sicurezza. Attenersi alle procedure in vigore per eseguire i sollevamenti in sicurezza. Si consiglia l'uso di un servizio di movimentazione professionale. Per i pesi dei componenti di sistema, fare riferimento al documento: *Guida alla pianificazione del sito*.



AVVERTENZA! Pericolo di schiacciamento. Indossare calzature antinfortunistiche quando si spostano gli oggetti pesanti.

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

Se il sistema viene utilizzato in un ambiente o in un modo non conforme a quanto specificato dal produttore, le prestazioni e la protezione fornita dall'apparecchiatura potrebbero risultare compromesse.

Le modifiche o il funzionamento non autorizzato del sistema potrebbero causare infortuni e danni alle apparecchiature, oltre che invalidare la garanzia. Se il sistema viene utilizzato in condizioni diverse da quelle ambientali consigliate o vi vengono apportate modifiche non autorizzate, i dati generati potrebbero non essere corretti. Contattare un responsabile dell'assistenza tecnica (FSE) per informazioni sulla manutenzione.

Le condizioni di garanzia sono disponibili alla pagina [sciex.com/warranty](https://www.sciex.com/warranty). Il sistema Citrine ha una durata prevista di 7 anni dalla data di produzione. La durata può essere prolungata rispettando le procedure di manutenzione programmata.

Condizioni di laboratorio

Condizioni ambientali sicure

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

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

- Grado di inquinamento 2

Specifiche delle prestazioni

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

- Temperatura ambiente da 15 °C a 30 °C (da 59 °F a 86 °F)

Col tempo la temperatura deve rimanere entro una gamma di 4 °C (7.2 °F), con una variazione di temperatura non superiore ai 2 °C (3.6 °F) all'ora. Le oscillazioni di temperatura ambiente che superano i limiti potrebbero causare cambiamenti di massa nello spettro.

- Umidità relativa dal 20% all'80%, senza condensa

Procedure di installazione e requisiti speciali

3

Un responsabile dell'assistenza tecnica (FSE) SCIEX installa e configura il sistema.

Questa sezione include le procedure per collegare e configurare l'hardware e il software del sistema. Fare riferimento a queste procedure se è necessario spostare, ricollegare o riconfigurare il sistema.



AVVERTENZA! Pericolo di scosse elettriche. Assicurarsi che il sistema possa essere scollegato dalla presa di alimentazione di rete in caso di emergenza. Non bloccare la presa dell'alimentazione di corrente.

Per informazioni sull'installazione del software Analyst MD, fare riferimento al documento: *Guida all'installazione del software*.

Regolazione della posizione della pompa a siringa integrata



AVVERTENZA! Pericolo di perforazione. Prestare la massima attenzione durante la manipolazione della siringa. La punta della siringa è estremamente acuminata.

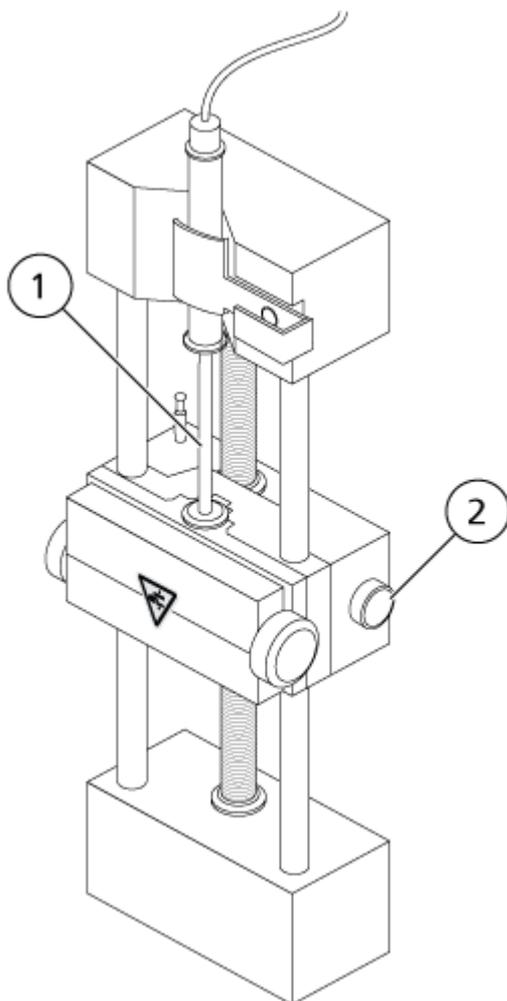


AVVERTENZA! Pericolo di perforazione. Assicurarsi che la siringa si trovi nella giusta posizione all'interno della relativa pompa e che il fine corsa automatico della pompa a siringa sia regolato correttamente in modo da evitare di danneggiare o rompere la siringa in vetro. Se la siringa si rompe, seguire le procedure di sicurezza stabilite per lo smaltimento degli oggetti taglienti.

Per la posizione della pompa a siringa sullo spettrometro di massa, fare riferimento alla figura: [Panoramica sullo spettrometro di massa](#).

1. Aprire il coperchio della pompa a siringa.
2. Premere il pulsante Release sul lato destro della pompa a siringa per abbassare la base e inserire la siringa.

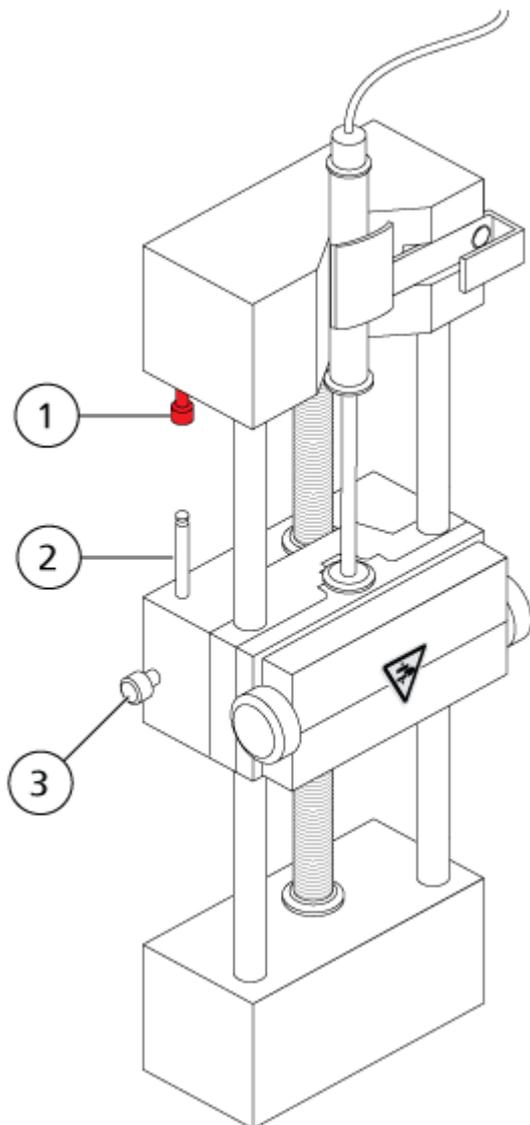
Figura 3-1: Abbassamento della siringa



Elemento	Descrizione
1	Stantuffo della siringa
2	Pulsante Release. Premere per alzare o abbassare la base.

3. Assicurarsi che l'estremità della siringa sia a filo con la base e che il poggiatesta della siringa sia posizionato nella fessura.
4. Regolare il perno in modo che possa azionare il fine corsa automatico della siringa prima che lo stantuffo colpisca il fondo della siringa in vetro.

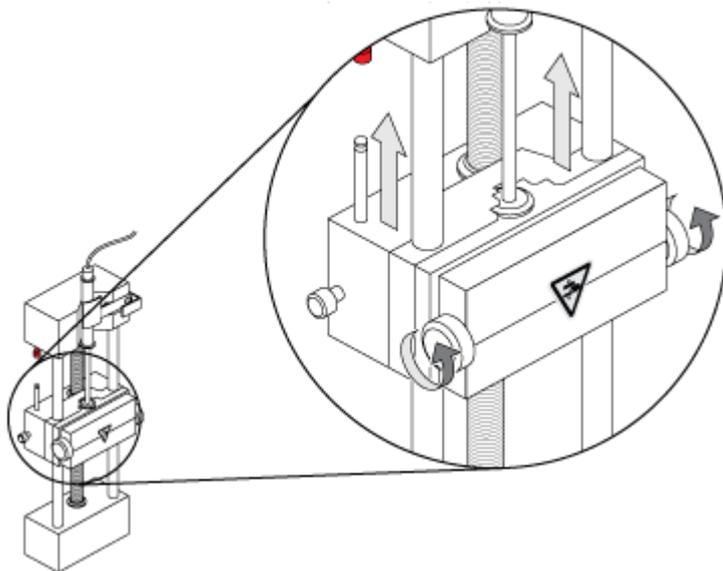
Figura 3-2: Fine corsa automatico della siringa



Elemento	Descrizione
1	Fine corsa automatico della siringa. Quando il perno colpisce il fine corsa automatico della siringa, la pompa a siringa si arresta.
2	Perno. Regolare l'altezza in modo tale che lo stantuffo della siringa non colpisca la siringa durante l'infusione del campione.
3	Vite di bloccaggio del perno. Serrare la vite dopo che l'altezza del perno è stata regolata.

5. Ruotare le viti della pompa a siringa per fissare la siringa.

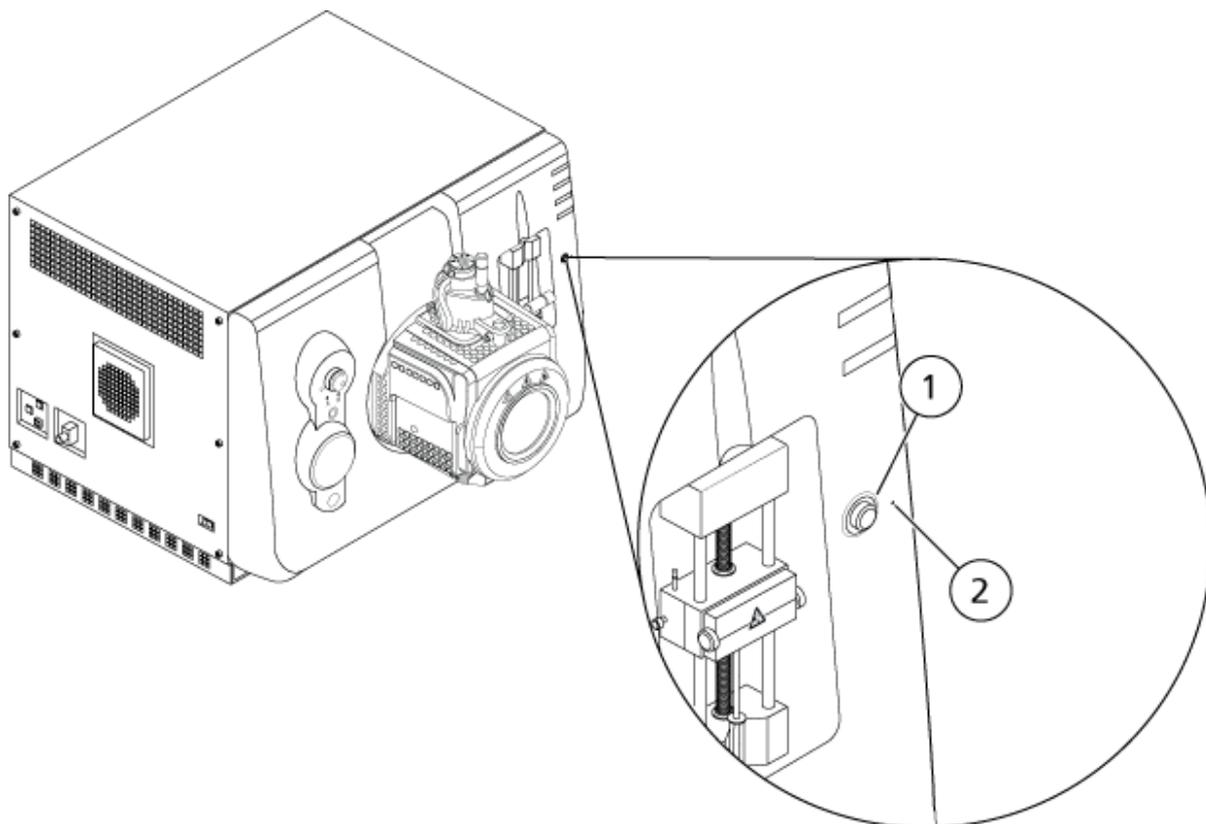
Figura 3-3: Viti per pompa a siringa



6. Assicurarsi che lo spettrometro di massa e la pompa a siringa integrata siano attivi nel software.

Nota: Per il successivo utilizzo manuale, dopo che lo spettrometro di massa è in stato Ready, avviare il flusso premendo il pulsante sullo spettrometro di massa a destra della siringa. Il LED accanto al pulsante lampeggia quando la pompa a siringa è in uso. Il flusso della pompa a siringa può anche essere controllato automaticamente dal software Analyst MD

Figura 3-4: LED pompa a siringa



Elemento	Descrizione
1	Pulsante di accensione e spegnimento della pompa a siringa
2	LED di stato della pompa a siringa

7. Sulla barra di navigazione del software Analyst MD, fare doppio clic su **Manual Tuning**.
8. Fare clic su **Start Syringe**.
9. Per arrestare la pompa a siringa, fare clic su **Stop Syringe**.

Collegamento della valvola deviatrice

La valvola deviatrice integrata, posta accanto alla sorgente di ionizzazione, può essere collegata in modalità iniettore o in modalità deviatore. Per configurare la valvola, aprire la scheda Configuration, quindi assicurarsi che la casella di controllo **Use integrated injector/diverter valve** sia selezionata. Fare riferimento alla sezione: [Aggiunta di dispositivi a un profilo hardware](#).

ATTENZIONE: Possibile risultato errato. Non premere il pulsante della valvola deviatrice durante un'esecuzione. Ciò potrebbe comportare dati non corretti.

Collegamento della valvola deviatrice in modalità iniettore

Quando la valvola è in Posizione A, il campione scorre attraverso il loop esterno. Quando la valvola passa in Posizione B, il campione viene iniettato.

Collegare la valvola per la modalità iniettore.

Figura 3-5: Valvola deviatrice – Modalità iniettore posizione A

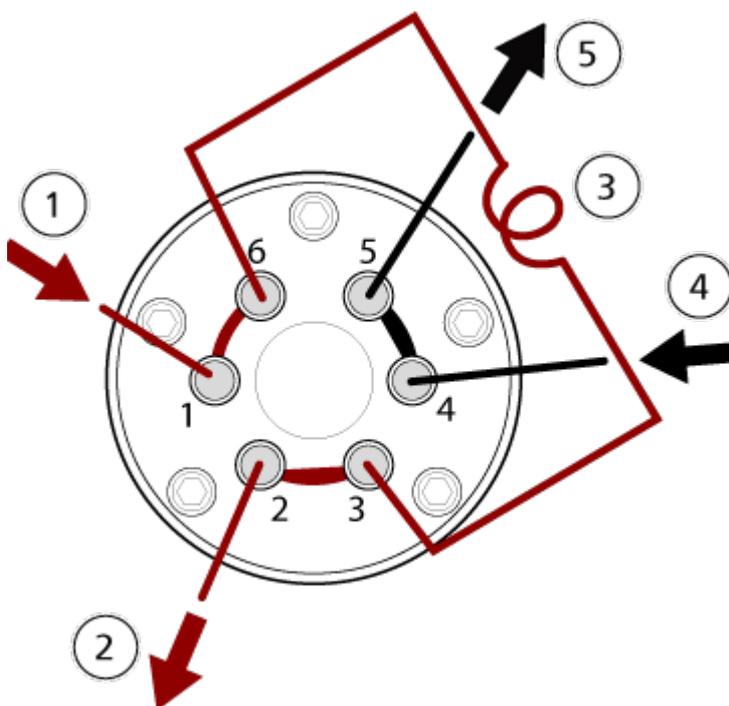
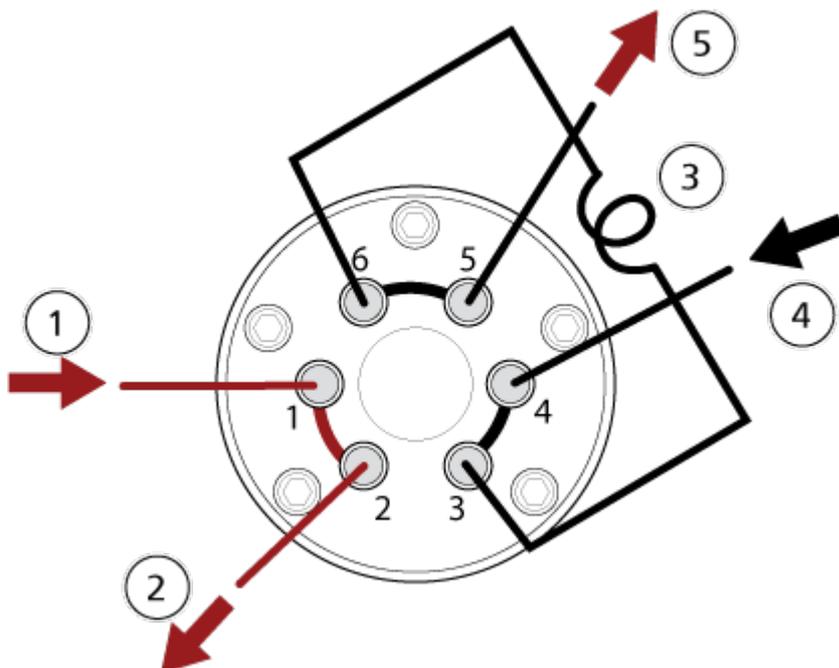


Figura 3-6: Valvola deviatrice – Modalità iniettore posizione B



Elemento	Descrizione
1	Ingresso campione
2	Uscita residuo
3	Loop del campione (porte 3 e 6)
4	Ingresso fase mobile
5	Alla colonna, o allo spettrometro di massa, se non è installata una colonna

Collegamento della valvola deviatrice in modalità deviatore

Quando la valvola è in posizione A, il flusso del campione procede verso lo spettrometro di massa. Quando la valvola passa in posizione B, il flusso procede verso i rifiuti.

Collegare la valvola per la modalità deviatore.

Figura 3-7: Valvola deviatrice – Modalità deviatore posizione A

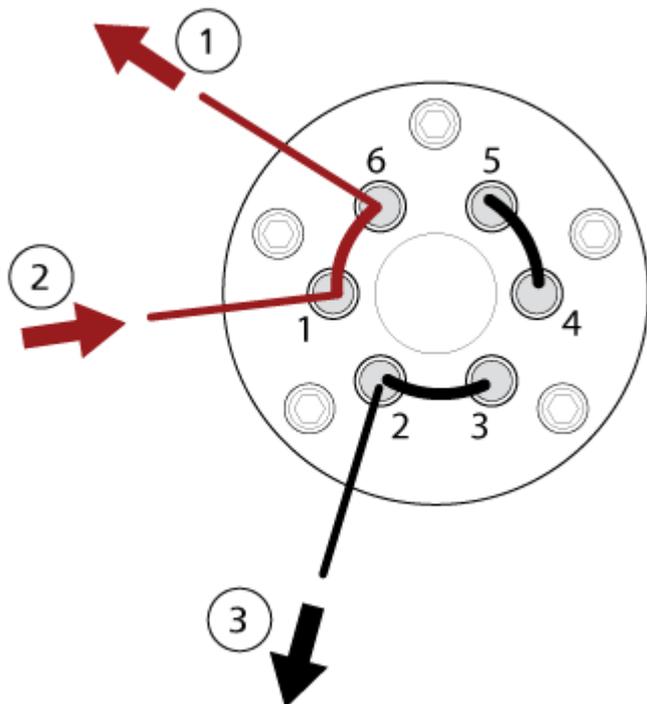
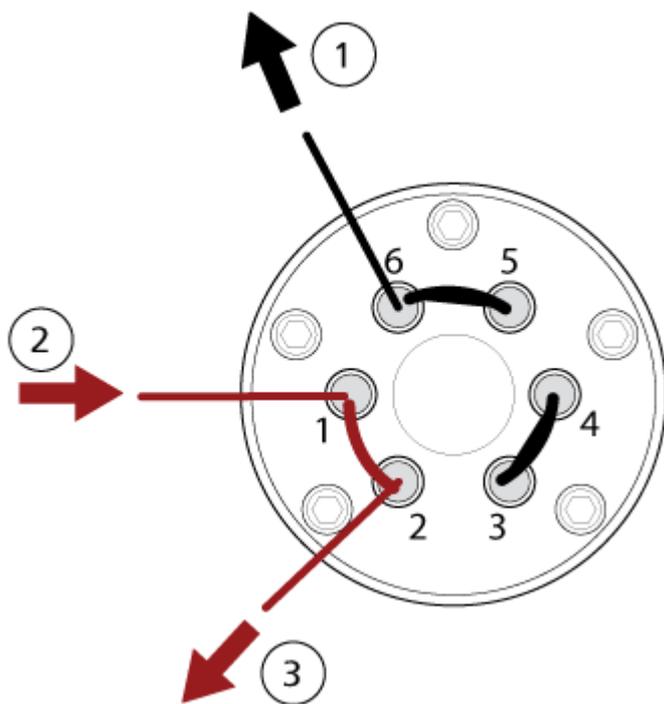


Figura 3-8: Valvola deviatrice – Modalità deviatore posizione B



Elemento	Descrizione
1	Allo spettrometro di massa

Elemento	Descrizione
2	Dalla colonna
3	Uscita residuo

Installazione della sorgente di ionizzazione



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

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

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

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

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

Materiali richiesti

- Sorgente di ionizzazione
- Tubo rosso in PEEK (d.i. [ID] da 0.005")

Preparazione per l'installazione



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

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

Regolare il dado di regolazione dell'elettrodo sulla sonda per spostare la punta dell'elettrodo all'interno del tubo. Fare riferimento alle figure: [Figura 4-4](#) e [Figura 4-5](#).

Per garantire stabilità e prestazioni migliori, la punta dell'elettrodo dovrebbe fuoriuscire per una lunghezza compresa tra 0,5 mm e 1,0 mm dall'estremità della sonda. Fare riferimento alla sezione: [Ottimizzazione della posizione della sonda TurbolonSpray](#) o [Ottimizzazione della posizione della sonda APCI](#).

Installazione della sonda



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



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

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

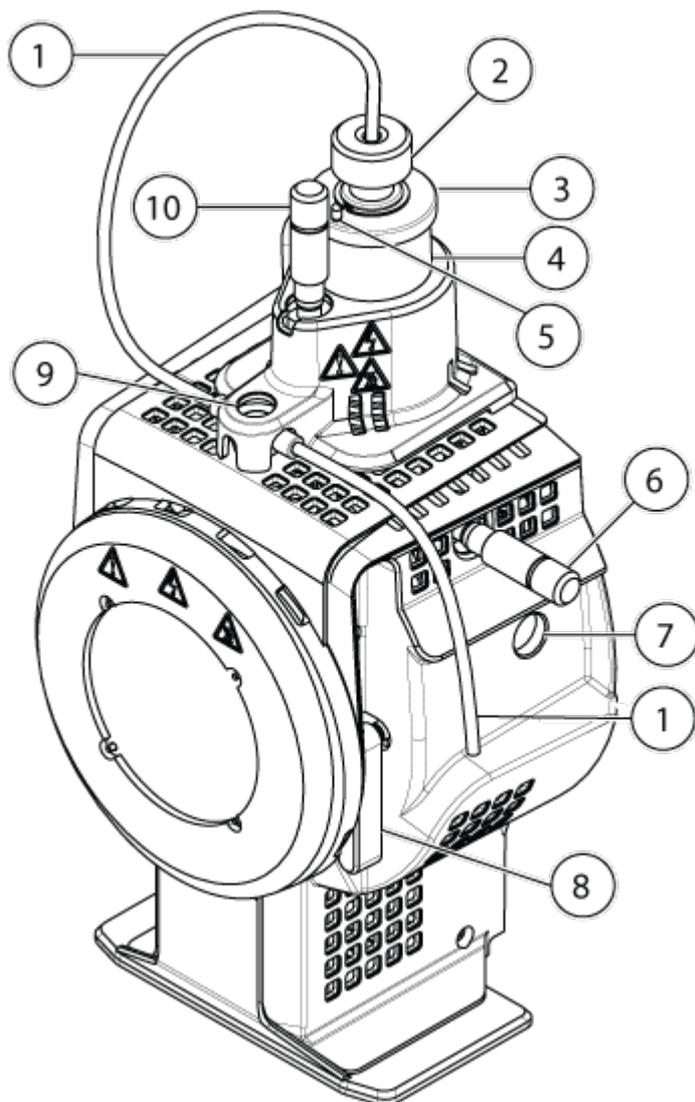
ATTENZIONE: Rischio di danni al sistema. Assicurarsi che la punta dell'ago di scarica a corona non sia rivolta verso la fenditura mentre si usa la sonda TurbolonSpray .

Procedure preliminari
<ul style="list-style-type: none">• Rimozione della sorgente di ionizzazione.

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

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

Figura 3-9: Componenti della sorgente di ionizzazione



Elemento	Descrizione
1	Tubo del campione
2	Dado regolazione elettrodo
3	Ghiera di fermo
4	Torretta della sonda
5	Vite di regolazione dell'ago di scarica a corona
6	Micrometro usato per posizionare la sonda sull'asse orizzontale per la regolazione della sensibilità della sorgente di ionizzazione
7	Finestrella

Procedure di installazione e requisiti speciali

Elemento	Descrizione
8	Uno dei due fermi che fissano la sorgente di ionizzazione allo spettrometro di massa
9	Giunzione di messa a terra, che si trova sotto il coperchio della sorgente di ionizzazione
10	Micrometro usato per posizionare la sonda sull'asse verticale per la regolazione della sensibilità della sorgente di ionizzazione

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

Collegamento del tubo della sorgente di ionizzazione



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



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

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

1. Inserire un pezzo di tubo rosso in PEEK lungo 30 cm nel dado del tubo del campione.
2. Inserire il dado del tubo del campione nella porta in cima alla sonda e quindi serrare il dado senza forzare eccessivamente.
3. Collegare l'altra estremità del tubo alla giunzione di messa a terra posta sulla sorgente di ionizzazione.

Installazione della sorgente di ionizzazione sullo spettrometro di massa



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



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

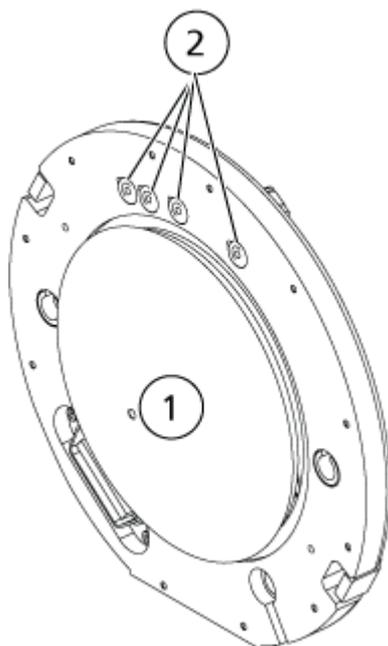
ATTENZIONE: Rischio di danni al sistema. Impedire alla punta sporgente dell'elettrodo o all'ago di scarica a corona di entrare in contatto con una qualsiasi parte del corpo della sorgente di ionizzazione, evitando così che la sonda subisca danni.

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

Prerequisiti

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

Figura 3-10: O-ring sull'interfaccia di vuoto



Elemento	Descrizione
1	Curtain plate
2	O-ring

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

Il sistema è progettato per l'analisi di piccole molecole in campioni biologici. In base alle proprietà degli analiti o alla complessità del campione iniziale, la preparazione del campione può includere vari tipi di estrazione o filtrazione prima dell'estrazione degli analiti in una soluzione. Il campione è separato da un cromatografo liquido. Le frazioni separate sono quindi introdotte in uno spettrometro di massa per un'ulteriore separazione basata sulla specifica massa molecolare dei composti.

Per informazioni sul computer e il software, fare riferimento al documento: *Guida all'installazione del software*.

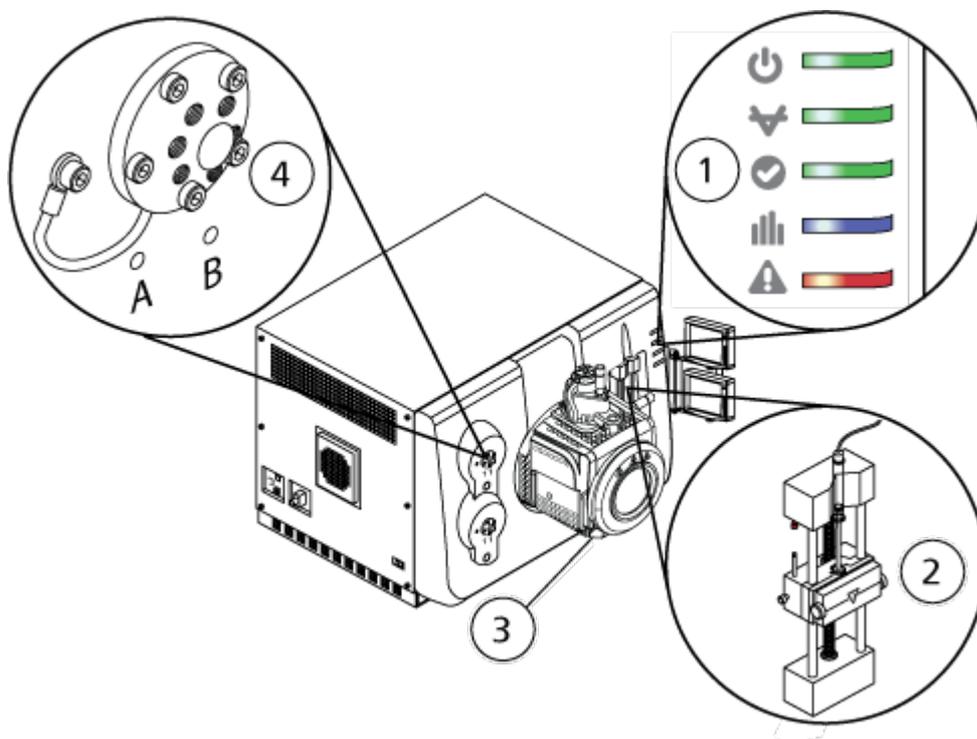
Panoramica del sistema

Il sistema Citrine include i seguenti componenti:

- Lo spettrometro di massa Citrine QTRAP o Citrine Triple Quad con due pompe per vuoto e una sorgente di aria compressa e azoto
- Una sorgente di ionizzazione IonDrive Turbo V che utilizza la sonda TurbolonSpray o la sonda APCI (sonda per ionizzazione chimica a pressione atmosferica).
- Computer e monitor forniti da SCIEX con software Analyst MD Per le specifiche e i requisiti del computer, fare riferimento al documento: *Guida all'installazione del software* per il software Analyst MD.

Panoramica sullo spettrometro di massa

Figura 4-1: Vista frontale



Elemento	Descrizione	Materiali primari	Fare riferimento a
1	Simboli del pannello	Plastica	Simboli del pannello.
2	Pompa a siringa	Vernice su acciaio (corpo), acciaio inossidabile (binari), bronzo, Cu, Sn, Pb (cuscinetti)	Regolazione della posizione della pompa a siringa integrata
3	Sorgente di ionizzazione	N/A	Panoramica della sorgente di ionizzazione
4	Valvola deviatrice	Acciaio inossidabile	Collegamento della valvola deviatrice.

Simboli del pannello

La seguente tabella descrive i LED di stato dello spettrofotometro di massa.

Tabella 4-1: Simboli del pannello

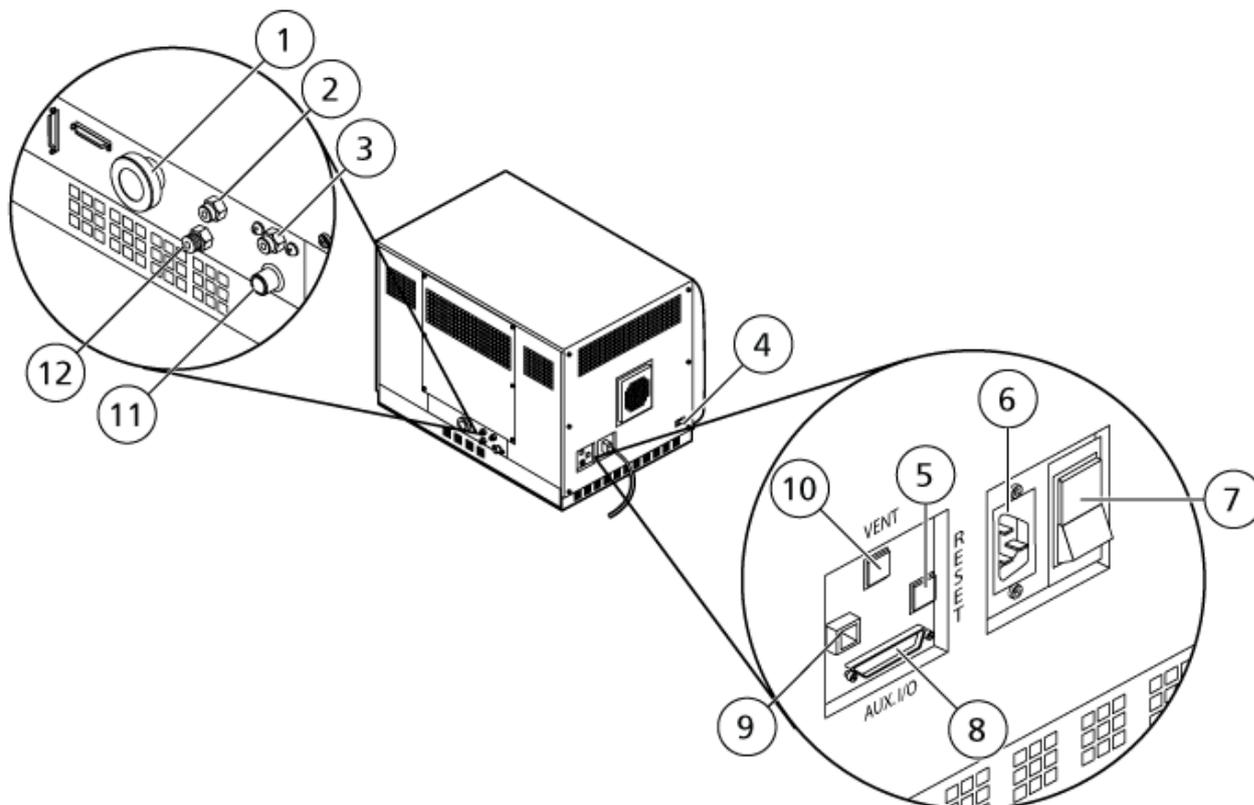
LED	Colore	Nome	Descrizione
	Verde	Alimentazione	Acceso quando il sistema è in funzione.
	Verde	Vuoto	Acceso quando è stato raggiunto il livello di vuoto prestabilito. Lampeggia se il vuoto non si trova al livello corretto, ossia durante la riduzione di pressione e lo spurgo.
	Verde	Pronto	Acceso quando il sistema è in stato Ready. Il sistema deve essere in stato Ready per iniziare le operazioni.
	Blu	Scansione	Lampeggia quando il sistema sta acquisendo i dati.
	Rosso	Guasto	Acceso quando il sistema riscontra un errore o un guasto.

Dopo l'accensione del sistema, tutti i LED si illuminano. Il LED dell'alimentazione resta acceso. Gli altri LED lampeggiano per due secondi, poi si spengono. Il LED del vuoto comincia a lampeggiare. Dopo che il livello di vuoto corretto è stato raggiunto, questo LED rimane acceso.

Collegamenti

La figura seguente mostra la posizione dei collegamenti dello spettrometro di massa, comprese le posizioni dei pulsanti **RESET** (Ripristina) e **VENT** (Spurgo) e l'interruttore pratico dello spettrometro di massa.

Figura 4-2: Vista posteriore e laterale



Elemento	Descrizione	Materiali primari	Per maggiori informazioni
1	Innesto del vuoto della pompa primaria	Alluminio (raccordo del tubo flessibile), acciaio placcato zinco (fascette del tubo flessibile)	Contattare un responsabile dell'assistenza tecnica (FSE). Questo collegamento non può essere sottoposto a manutenzione da parte dell'utente.
2	Innesto erogazione aria (Gas1/Gas2)	Plastica	Fare riferimento alla <i>Guida alla pianificazione del sito</i> .
3	Innesto scarico della sorgente	Plastica	Fare riferimento a al documento: <i>Site Planning Guide</i> .
4	Connettore di comunicazione della sorgente	Alluminio	Contattare un responsabile dell'assistenza tecnica (FSE).

Elemento	Descrizione	Materiali primari	Per maggiori informazioni
5	Pulsante RESET	Plastica	Fare riferimento alla sezione: Ripristino dello spettrometro di massa .
6	Connessione rete elettrica	Alluminio/plastica	Fare riferimento alla sezione: Avvio del sistema o Arresto e sfiatamento del sistema .
7	Interruttore pratico dello spettrometro di massa <ul style="list-style-type: none"> • Su = On • Giù = Off 	Plastica	Fare riferimento alla sezione: Avvio del sistema o Arresto e sfiatamento del sistema .
8	Connettore I/O Aux	Lamiera (placcata in zinco)	Fare riferimento al documento: <i>Peripheral Devices Setup Guide</i> .
9	Collegamento Ethernet, collega lo spettrometro di massa e il computer	Lamiera (placcata in zinco)	Contattare un responsabile dell'assistenza tecnica (FSE).
10	Pulsante VENT	Plastica	Fare riferimento alla sezione: Avvio del sistema o Arresto e sfiatamento del sistema .
11	Scarico residui della sorgente, al contenitore di raccolta scarichi della sorgente	Acciaio inossidabile	Fare riferimento al documento: <i>Guida alla pianificazione del sito</i> .
12	Innesto di erogazione gas azoto (erogazione Curtain Gas™, gas CAD)	Acciaio inossidabile	Fare riferimento al documento: <i>Guida alla pianificazione del sito</i> .

Panoramica della sorgente di ionizzazione

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

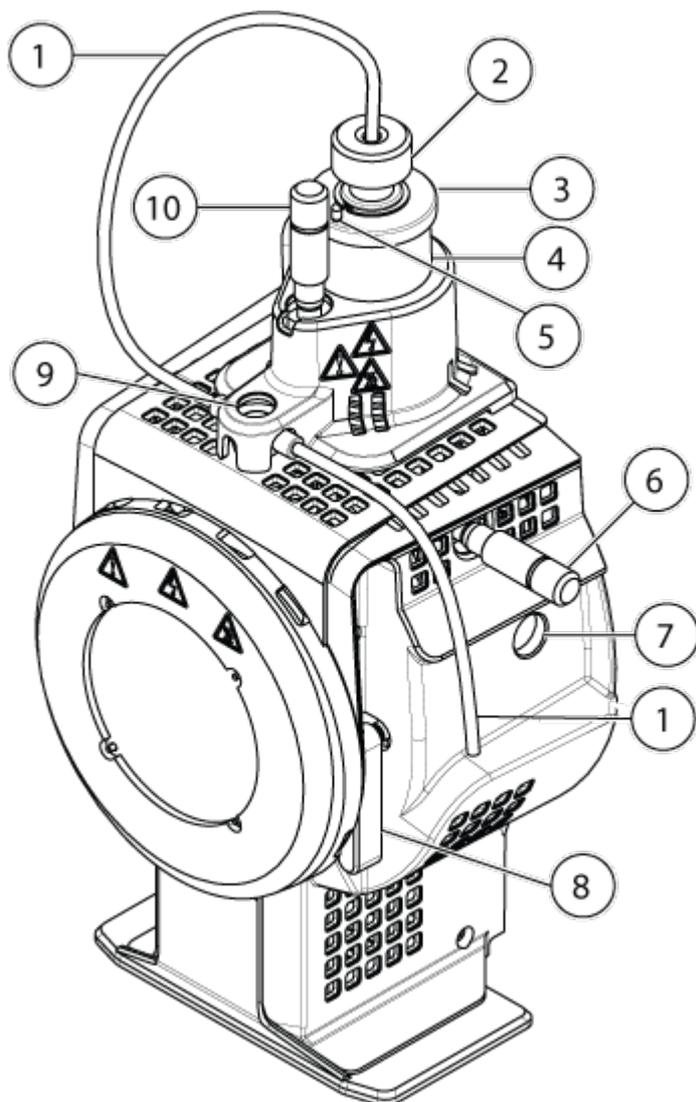
Principi di funzionamento

La sonda TurbolonSpray viene usata per il funzionamento in modalità ESI. La sonda APCI viene usata per la modalità APCI.

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

Componenti della sorgente di ionizzazione

Figura 4-3: Componenti della sorgente di ionizzazione



Elemento	Descrizione
1	Tubo del campione
2	Dado di regolazione dell'elettrodo

Elemento	Descrizione
3	Ghiera di fermo
4	Torretta della sonda
5	Vite di regolazione dell'ago di scarica a corona
6	Micrometro usato per posizionare la sonda sull'asse orizzontale per la regolazione della sensibilità della sorgente di ionizzazione
7	Finestrella
8	Uno dei due fermi che fissano la sorgente di ionizzazione allo spettrometro di massa
9	Giunzione di messa a terra. Non visibile al di sotto della sorgente di ionizzazione
10	Micrometro usato per posizionare la sonda sull'asse verticale per la regolazione della sensibilità della sorgente di ionizzazione

Sonde

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

Tabella 4-2: Specifiche della sorgente di ionizzazione

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

Il software per lo spettrometro di massa identifica la sonda installata e consente i rispettivi controlli da parte dell'utente. Tutti i dati acquisiti tramite la sorgente di ionizzazione sono identificati con un'abbreviazione che rappresenta la sonda utilizzata per acquisire i dati (TIS per la sonda TurbolonSpray e HN per la sonda APCI).

Sonda TurbolonSpray

La sonda TurbolonSpray è composta da un tubo in acciaio inossidabile con diametro esterno di 300 µm (0,012"). È posta centralmente con i due riscaldatori turbo posti a un'angolazione di 45 gradi su ogni lato. I campioni introdotti attraverso la sonda TurbolonSpray sono ionizzati all'interno del tubo mediante l'applicazione di una tensione

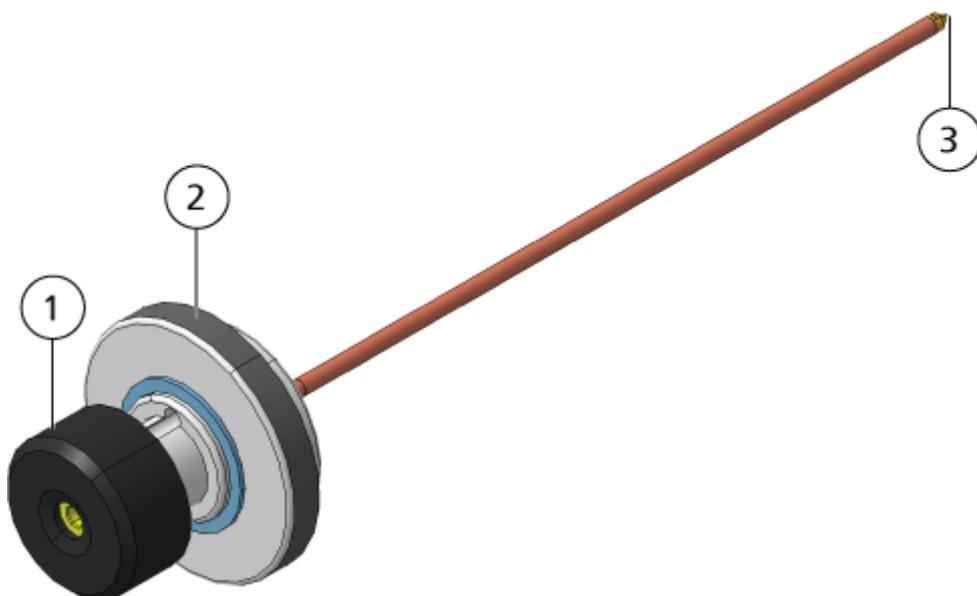
Principi di funzionamento

elevata (**IonSpray Voltage**). Quindi sono nebulizzati da un getto di aria calda e secca a grado zero dai riscaldatori turbo, creando una nebbia di piccole goccioline altamente cariche. La combinazione tra l'effluente della sorgente di ionizzazione e il gas secco, portato a temperatura dai riscaldatori turbo, è proiettata a un'angolazione di 90 gradi verso il percorso degli ioni. Fare riferimento alla sezione: [Principi teorici di funzionamento – Sorgente di ionizzazione](#).



AVVERTENZA! Pericolo di perforazione. Prestare attenzione quando si maneggia l'elettrodo. Le punte degli elettrodi sono estremamente affilate.

Figura 4-4: Componenti della sonda TurbolonSpray



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

Sonda APCI

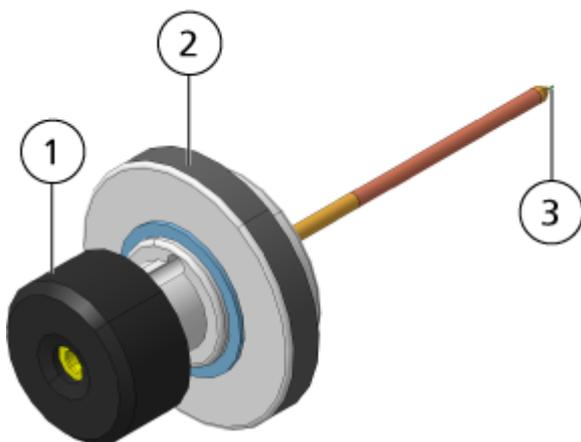
La sonda APCI è composta da un tubo di acciaio inossidabile, con diametro interno di 100 µm (0,004"), circondato da un flusso di gas di nebulizzazione (Gas 1). Il flusso del campione liquido viene pompato nel nebulizzatore, dove viene nebulizzato in un tubo di ceramica che contiene un riscaldatore. La parete interna del tubo in ceramica può essere mantenuta ad una temperatura tra 100 °C e 750 °C e viene monitorata dal sensore incorporato nel riscaldatore.

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



AVVERTENZA! Pericolo di perforazione. Prestare attenzione quando si maneggia l'elettrodo. Le punte degli elettrodi sono estremamente affilate.

Figura 4-5: Componenti della sonda APCI



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

Collegamenti di elettricità e gas

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

Circuito di rilevamento della sorgente di ionizzazione

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

- La sorgente di ionizzazione non è installata o non è installata correttamente.

Principi di funzionamento

- Non è presente alcuna sonda.
- Lo spettrometro di massa rileva un guasto al sistema del gas.
- Un riscaldatore turbo è guasto.
- La sorgente di ionizzazione si è surriscaldata.

Sistema di scarico della sorgente



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



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



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



AVVERTENZA! Pericolo di incendio. Non inviare più di 3 mL/min di solvente infiammabile nella sorgente di ionizzazione. Anche se i componenti LC sono in grado di erogare una velocità di flusso fino a 5 mL/min, il superamento della velocità di flusso massima potrebbe causare un accumulo di solvente nella sorgente di ionizzazione. Non utilizzare la sorgente di ionizzazione se il sistema di scarico della sorgente non è abilitato e funzionante quando la sorgente di ionizzazione e la sonda sono installati correttamente.

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

Una sorgente di ionizzazione produce vapori di solvente e di campione. Questi vapori comportano dei rischi per l'ambiente di laboratorio. Il sistema di scarico della sorgente è progettato per rimuovere in tutta sicurezza e consentire un trattamento adeguato dei vapori

del campione e del solvente. Quando la sorgente di ionizzazione è installata, lo spettrometro di massa non funzionerà finché il sistema di scarico della sorgente non sarà operativo.

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

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

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

Panoramica del software Analyst MD

Il software Analyst MD funziona con lo spettrometro di massa e il sistema di cromatografia liquida (LC), nonché il firmware associato, per controllare il sistema e l'acquisizione dei dati. Durante il funzionamento del sistema, i dati acquisiti vengono inviati al software Analyst MD, dove possono essere visualizzati come spettri di massa completi, intensità degli ioni singoli o multipli rispetto al tempo o corrente di ionizzazione totale rispetto al tempo.

Diverse visualizzazioni dei dati

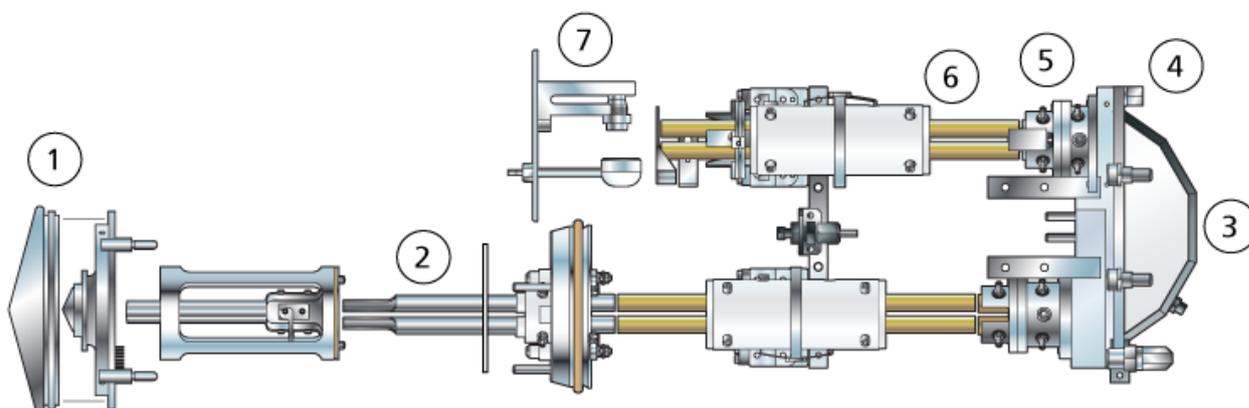
Parametri MS

I parametri di funzionamento sono dati dal set di parametri dello spettrometro di massa (MS) attualmente in uso.

I parametri del composto e quelli della sorgente e del gas sono archiviati con il metodo. I parametri della risoluzione e del rivelatore dipendono dallo spettrometro di massa e sono archiviati come dati strumento. Se per creare un metodo si utilizza la modalità Tune e Calibrate, i parametri di funzionamento possono essere ottimizzati per ottenere prestazioni ottimali dallo strumento. In alternativa, aumentare un parametro alla volta, mentre si completa l'esperimento.

- Parametri della sorgente e del gas: questi parametri possono variare secondo la sorgente di ionizzazione usata.
- Parametri composto: questi parametri sono principalmente costituiti dalle tensioni presenti sul percorso ionico. I valori ottimali dei parametri dipendenti dal composto variano a seconda del composto analizzato.
- Parametri risoluzione: questi parametri influiscono sulla risoluzione e sulla calibrazione.
- Parametri rivelatore: questi parametri influiscono sul rivelatore.

Figura 4-6: Parametri e percorso delle ottiche ioniche



Posizione	Parametro	Tipo Parametro	Utilizzo	Tipo scansione
1	IonSpray Voltage (IS)	Sorgente e gas	Il parametro IS controlla la tensione applicata all'elettrodo nella sonda ESI che ionizza il campione nella sorgente di ionizzazione. Il parametro dipende dalla polarità e influenza la stabilità del getto e la sensibilità. Il parametro può dipendere dal composto e deve essere ottimizzato per ogni composto.	Tutti
1	Nebulizer Current (NC)	Sorgente e gas	Il parametro NC controlla la corrente applicata all'ago di scarica a corona nella sonda APCI. La scarica ionizza le molecole di solvente, che a loro volta ionizzano le molecole del campione.	Tutti
1	Ion Source Gas 1 (GS1)	Sorgente e gas	Il parametro GS1 controlla il gas di nebulizzazione per le sonde ESI e APCI.	Tutti
1	Ion Source Gas 2 (GS2)	Sorgente e gas	Il parametro GS2 controlla il gas del riscaldatore per la sonda ESI.	Tutti
1	Temperatura (TEM)	Sorgente e gas	Il parametro TEM controlla la temperatura del gas del riscaldatore per le sonde ESI e APCI	Tutti

Posizione	Parametro	Tipo Parametro	Utilizzo	Tipo scansione
1	Curtain Gas (CUR)	Sorgente e gas	Il parametro CUR controlla il flusso del gas per l'interfaccia Curtain Gas. Il flusso Curtain Gas si trova tra il curtain plate e il separatore di vuoto. Essa impedisce la contaminazione delle ottiche ioniche.	Tutti
1	Potenziale di declustering (DP)	Composto	Il parametro DP controlla il voltaggio applicato all'orifizio che controlla la capacità di separare i cluster di ioni tra l'orifizio e la guida ionica IonDrive QJet. È impiegato per ridurre al minimo i cluster di solvente che possono restare sugli ioni campione dopo che questi entrano nella camera del vuoto e, se necessario, per frammentare gli ioni. Maggiore sarà la tensione, maggiore sarà l'energia impartita agli ioni. Se il parametro è impostato su un valore troppo alto, potrebbe verificarsi una frammentazione indesiderata. Usare il valore preimpostato e ottimizzarlo per il composto.	Tutti
2	Entrance Potential (EP)	Composto	Il parametro EP controlla la differenza di potenziale tra il voltaggio sul Q0 e la terra. Il potenziale in entrata guida e focalizza gli ioni attraverso l'alta pressione applicata alla regione Q0. Usare il valore preimpostato.	Tutti

Principi di funzionamento

Posizione	Parametro	Tipo Parametro	Utilizzo	Tipo scansione
2	Q0 Trapping	Composto	<p>Il parametro Q0 trapping controlla il mantenimento degli ioni nella regione del Q0. È impiegato per aumentare la sensibilità e il ciclo di lavoro, intrappolando gli ioni nella regione Q0 mentre gli ioni sono selezionati in base alla massa ed espulsi dalla trappola ionica lineare. Usare un tempo di riempimento prefissato per questo parametro.</p> <p>Selezionare o disabilitare questa opzione in base alla richiesta dell'esperimento.</p> <p>Si consiglia di utilizzare un tempo di riempimento fisso di 20 ms o superiore.</p>	EMS, EPI, ER e MS/MS/MS
3	Gas CAD	Sorgente e gas	<p>Il parametro CAD Gas controlla la pressione del gas CAD nella camera di collisione durante le scansioni Q3, MS/MS e LIT. Per le scansioni Q3 il gas di collisione aiuta a focalizzare gli ioni mentre passano attraverso la camera di collisione Q2. Il valore preimpostato del parametro CAD Gas è in modalità Fixed. Per le scansioni di tipo MS/MS, il gas CAD aiuta a frammentare gli ioni precursori. Quando gli ioni precursori collidono con il gas di collisione, si dissociano a formare ioni prodotto.</p> <p>Usare il valore preimpostato e ottimizzarlo per il composto.</p>	Q3 MI, Q3 MS, MRM, Prec, NL, EMS, ER, EPI e MS/MS/MS

Posizione	Parametro	Tipo Parametro	Utilizzo	Tipo scansione
3	Collision Energy (CE)	Composto	<p>Il parametro CE controlla la differenza di potenziale tra la regione Q0 e la camera di collisione Q2. È usato solo nelle scansioni di tipo MS/MS. Questo parametro corrisponde alla quantità di energia che gli ioni precursori ricevono quando sono accelerati nella cella di collisione Q2, dove collidono con le molecole di gas e i frammenti.</p> <p>Usare il valore preimpostato e ottimizzarlo per il composto.</p>	EPI, MS/MS/MS, MRM, MS2, Prec, NL e LIT
3	Collision Energy Spread (CES)	Composto	<p>Il parametro CES, in combinazione con il parametro CE, determina le tre energie di collisione distinte che vengono applicate alla massa del precursore in una scansione EPI (ione prodotto migliorato) o MS/MS/MS (MS3) quando viene utilizzato il parametro CES. Il CES è attivato automaticamente quando si inserisce un valore per il parametro CES.</p> <p>Usare il valore preimpostato e ottimizzarlo per il composto.</p>	EPI e MS/MS/MS
3	Collision Cell Exit Potential (CXP)	Composto	<p>Il parametro CXP è impiegato solo nelle scansioni di tipo Q3 e MS/MS. Questo parametro trasmette gli ioni nel quadrupolo Q3.</p> <p>Usare il valore preimpostato e ottimizzarlo per il composto.</p>	Q3, MRM, MS2, Prec, NL
4	Q3 Entry Barrier	Composto	<p>Il parametro Q3 Entry Barrier è usato per trasferire gli ioni dalla camera di collisione Q2 alla trappola ionica lineare.</p> <p>Usare il valore preimpostato.</p>	EMS, EPI, ER e MS/MS/MS

Principi di funzionamento

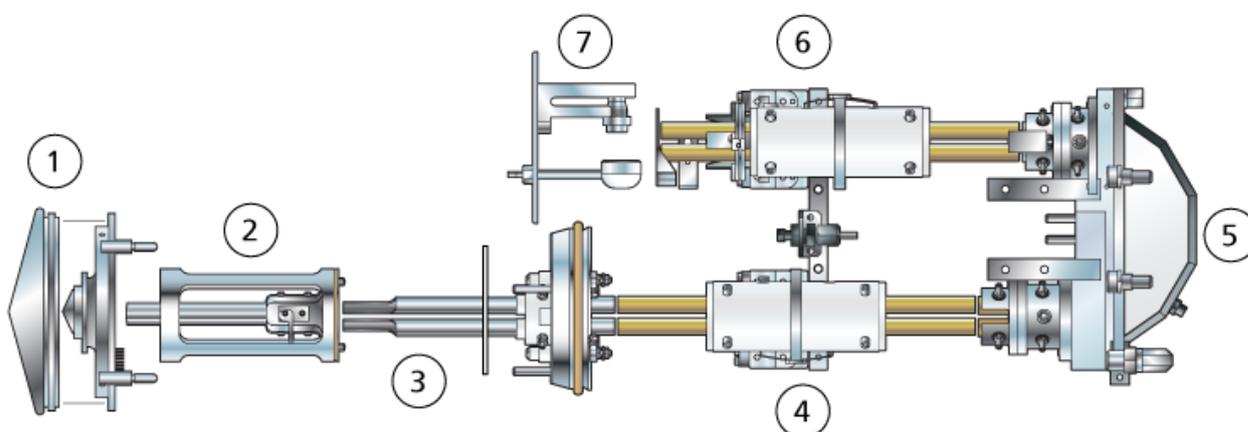
Posizione	Parametro	Tipo Parametro	Utilizzo	Tipo scansione
5	MS/MS/MS Fragmentation Excitation Time	Composto	<p>Il parametro MS/MS/MS Fragmentation Time controlla l'intervallo di tempo in cui si applica l'energia di eccitazione. È impiegato in combinazione con l'energia di eccitazione per frammentare il secondo ione precursore isolato.</p> <p>Usare il valore preimpostato.</p>	MS/MS/MS
6	Fixed LIT Fill Time	Composto	<p>Il parametro Fixed LIT Fill Time controlla l'intervallo di tempo durante il quale la trappola lineare di ionizzazione è riempita dagli ioni.</p> <p>Utilizzare il valore preimpostato e regolarlo al fine di ottenere la risposta del segnale desiderata in base alla concentrazione campione.</p>	EMS, EPI, ER e MS/MS/MS
6	Dynamic Fill Time (DFT)	Composto	<p>Il parametro DFT calcola in maniera dinamica l'intervallo di tempo nel quale gli ioni saranno raccolti nella trappola ionica lineare sulla base del segnale degli ioni in ingresso. Quando il DFT è attivato, il segnale ionico è ottimizzato per incrementare la sensibilità o minimizzare gli effetti di carica spaziale (space-charging).</p> <p>Selezionare o disabilitare questa opzione in base all'esperimento.</p> <p>Nella finestra di dialogo Tools > Settings > Method Options, le impostazioni DFT sono ottimizzate per la velocità di scansione predefinita. Queste impostazioni sono adatte anche per altre velocità di scansione LIT.</p>	EMS, EPI, ER e MS/MS/MS
7	CEM	Rilevatore	<p>Il parametro CEM controlla il voltaggio applicato al rilevatore. Il voltaggio controlla la risposta del rilevatore.</p>	Tutti

Principio di funzionamento:

La spettrometria di massa misura il rapporto massa/carica degli ioni per identificare composti sconosciuti, per quantificare composti noti e per fornire informazioni sulle proprietà strutturali e chimiche delle molecole.

Lo spettrometro di massa dispone di una serie di filtri a quadrupoli che trasmettono gli ioni secondo il loro rapporto massa/carica (m/z). Il primo quadrupolo in questa serie è la guida ionica IonDrive QJet, posta tra il separatore di vuoto e la regione del Q0. La guida ionica IonDrive QJet non filtra gli ioni, ma li focalizza prima che entrino nella regione del Q0. La guida ionica IonDrive QJet agevola la focalizzazione degli ioni nella regione del Q0. Gli ioni sono nuovamente focalizzati nella regione del Q0 prima che passino nel quadrupolo Q1.

Figura 4-7: Percorso ioni



Elemento	Descrizione
1	Curtain plate e separatore di vuoto
2	IonDrive QJet
3	Regione del Q0
4	Quadrupolo Q1
5	Cella di collisione Q2
6	Quadrupolo Q3
7	Rilevatore

Il quadrupolo Q1 è un quadrupolo filtrante che ordina gli ioni prima che gli stessi entrino nella camera di collisione Q2. Nella cella di collisione Q2, l'energia interna di un ione viene incrementata attraverso le collisioni con molecole di gas, al punto che i legami molecolari si rompono creando ioni prodotto. Questa tecnica permette agli utenti di progettare esperimenti

Principi di funzionamento

che misurano il rapporto m/z degli ioni prodotto, in modo da determinare la composizione degli ioni genitori.

Dopo il passaggio attraverso la cella di collisione Q2, gli ioni entrano nel quadrupolo Q3 per un filtraggio supplementare e infine sono immessi nel rivelatore. Nel rivelatore gli ioni creano una corrente che viene convertita in un impulso di tensione. Gli impulsi di tensione in uscita dal rivelatore sono direttamente proporzionali alla quantità di ioni che entrano nel rivelatore. Il sistema osserva questi impulsi di tensione e converte le informazioni in un segnale. Il segnale rappresenta l'intensità dello ione per un particolare valore di m/z e il sistema visualizza questa informazione per mezzo di uno spettro di massa.

La funzionalità di trappola lineare ionica (LIT) fornisce una serie di modalità avanzate di funzionamento. Un fattore comune delle modalità avanzate è dato dal fatto che gli ioni sono intrappolati nella regione del quadrupolo Q3 e quindi scansionati per produrre i dati dello spettro completo. Molti spettri vengono rapidamente raccolti in un breve periodo di tempo e sono notevolmente più intensi degli spettri raccolti in un'analoga modalità operativa con quadrupolo standard.

Durante la fase di raccolta, gli ioni passano attraverso la camera di collisione Q2 dove il gas CAD focalizza gli ioni nella regione del Q3. Il quadrupolo Q3 viene azionato solo con la principale tensione RF applicata. Agli ioni viene impedito di passare attraverso il quadrupolo Q3 e vengono riflessi da una lente di uscita alla quale viene applicata una barriera di tensione CC. Allo scadere del tempo di riempimento, definito dall'utente o determinato dalla funzione Dynamic Fill Time, una barriera di tensione CC viene applicata alla lente d'ingresso del Q3 (IQ3). Questa tensione confina gli ioni raccolti nella regione Q3 e impedisce l'ingresso di altri ioni. La barriera di tensione CC sulla lente d'ingresso e di uscita e la tensione RF applicata alle barre del quadrupolo confinano gli ioni all'interno della regione Q3.

Durante la fase di scansione, la tensione alla lente di uscita e la tensione RF ausiliaria vengono aumentate simultaneamente con la tensione RF principale per incrementare la risoluzione e la sensibilità rispetto ai tipi di scansione a quadrupolo. Una frequenza CA ausiliaria viene applicata al quadrupolo Q3. L'ampiezza della tensione RF principale viene aumentata da bassa a alta, portando così in modo sequenziale le masse in risonanza con la frequenza CA ausiliaria. Quando gli ioni vengono portati in risonanza con la frequenza CA, acquisiscono una velocità assiale sufficiente da superare la barriera della lente di uscita e vengono espulsi assialmente verso il rivelatore di ioni dello spettrometro di massa. Dati di spettri completi possono essere acquisiti dagli ioni raccolti nella regione Q3 mediante una rapida scansione della tensione RF.

Per informazioni sui parametri software disponibili, fare riferimento al documento: *Guida*.

Modalità ESI

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

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

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

Modalità APCI

La modalità APCI è adatta per:

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

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

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

Gestione dei dati

Software Reporter

Il software Analyst MD è responsabile dell'elaborazione e dell'acquisizione dei dati e non prende alcuna decisione clinica. Il software Reporter amplia la funzionalità di reporting disponibile nel software Analyst MD. Il software Reporter può essere utilizzato per creare report personalizzati.

MultiQuant MD Software

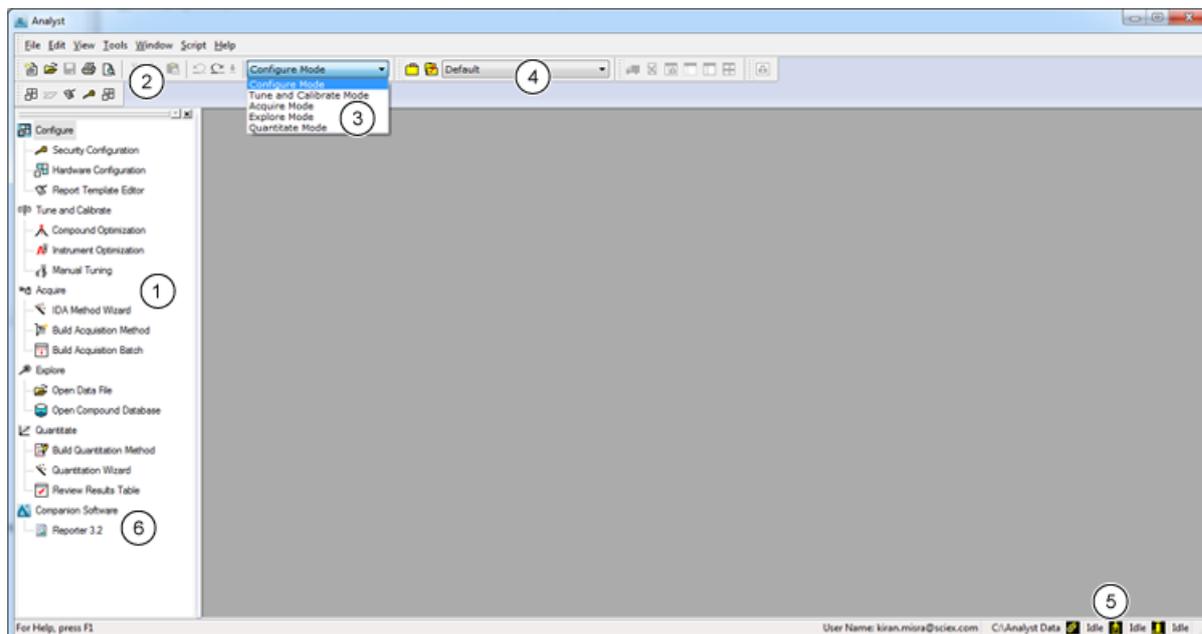
Il software MultiQuant MD è un software di elaborazione dei dati quantitativi per l'elaborazione simultanea di più analiti e campioni. Viene installato con il software Analyst MD. Il software MultiQuant MD non prende alcuna decisione clinica. La funzionalità di reporting è disponibile nel software MultiQuant MD e può essere utilizzata per creare report personalizzati.

Principio di funzionamento—Software

Questa sezione descrive i concetti utilizzati nel software.

Finestra del software Analyst MD

Figura 4-8: Software Analyst MD



Elemento	Descrizione
1	<p>Barra di navigazione: la barra di navigazione consente di accedere alle varie modalità software. Gli utenti possono personalizzare alcuni elementi della barra di navigazione in base alle loro preferenze. Ad esempio, gli utenti possono ridimensionarla, spostarla o fissarla in posizione. Per nascondere la barra di navigazione, fare clic sulla × nell'angolo superiore destro. Per visualizzare la barra di navigazione, fare clic su View > Navigation Bar.</p> <p>Il livello superiore della struttura di navigazione ha un'icona che rappresenta ciascuna modalità software. Fare doppio clic sull'icona per una determinata modalità per espandere o ridurre la struttura. In questo modo si mostrano o si nascondono le icone per la funzionalità disponibile all'interno della modalità selezionata.</p>
2	<p>Barra del menu: cambia in base alla modalità. Alcune opzioni, come Cut, Copy e Paste, sono le stesse in tutte le modalità. Altre opzioni sono specifiche di determinate modalità e non sono disponibili in altre modalità.</p>
3	<p>Elenco delle modalità: fare clic per cambiare modalità. Modalità diverse hanno icone diverse nella barra degli strumenti.</p>

Elemento	Descrizione
4	Elenco progetti: fare clic per cambiare il progetto in cui vengono salvati i dati.
5	Stato dello strumento e del dispositivo periferico: la barra di stato contiene le informazioni sulle attività attuali. Indica lo stato dello strumento con un colore: verde (pronto), giallo (inattivo), rosso (errore) o bianco (nessuna stazione di lavoro per lo strumento locale). Un'icona indica lo stato di uno strumento remoto. Fare doppio clic sull'icona per aprire la finestra di stato del dispositivo.
6	Software correlato: contiene qualsiasi software correlato installato aperto dal software.

Modalità del software Analyst MD

Il software è diviso in due modalità, che sono aree funzionali distinte dove gli utenti possono eseguire una gamma di attività relative ad un'operazione principale. Gli utenti possono accedere alle modalità attraverso la barra di navigazione o l'elenco Mode nella barra degli strumenti, e possono passare da una modalità all'altra senza perdere alcun lavoro.

Tabella 4-3: Modalità del software Analyst MD

Nome	Descrizione
Configure	(Configura)Utilizzare questa modalità per configurare dispositivi e impostazioni di sistema. Impostare vari tipi di opzioni e parametri per il software, inclusi la configurazione hardware e le impostazioni del modello di report.
Tune and Calibrate	(Esegui tuning e calibrazione)Utilizzare questa modalità per impostare opzioni per eseguire il tuning degli strumenti per garantire risultati ottimali. In questa modalità, gli utenti possono: <ul style="list-style-type: none"> • Eseguire l'ottimizzazione dello strumento. • Eseguire il tuning manuale. • Modificare l'aspetto di visualizzazioni grafiche, selezionare i tipi di informazioni mostrate quando vengono aperte le informazioni sul file e impostare le opzioni di collegamento e altre opzioni correlate all'aspetto. • Modificare opzioni di elaborazione.

Tabella 4-3: Modalità del software Analyst MD (continua)

Nome	Descrizione
Acquire	(Acquisisci) Utilizzare questa modalità per impostare opzioni per decidere come acquisire i campioni. In questa modalità, gli utenti possono: <ul style="list-style-type: none">• Creare un metodo di acquisizione IDA con IDA Method Wizard.• Creare un metodo di acquisizione con Acquisition Method Editor.• Creare un lotto con Batch Editor.• Visualizzare la lista dei campioni in queue con il Queue Manager.• Monitorare lo stato di acquisizione.
Explore	(Esplora) Utilizzare questa modalità per eseguire l'analisi qualitativa sui campioni. In questa modalità, gli utenti possono: <ul style="list-style-type: none">• Visualizzare un grafico.• Visualizzare un cromatogramma.• Visualizzare uno spettro.• Guardare i dati in tempo reale durante l'acquisizione di un lotto.
Quantitate	(Quantifica) Utilizzare questo metodo per analizzare i dati acquisiti e creare un metodo quantitativo per generare una Results Table. Usare la Results Table per analizzare manualmente tutti i picchi per ciascun analita e standard interno in un lotto, nonché per visualizzare le curve di calibrazione, le statistiche dei campioni e i metric plot.

Analisi quantitativa

L'analisi quantitativa è usata per determinare la concentrazione di una specifica sostanza in un campione. Analizzando un campione sconosciuto e confrontandolo con i campioni standard, ossia i campioni contenenti la stessa sostanza in concentrazioni note, il software può calcolare la concentrazione del campione sconosciuto. Il processo comporta la creazione di una curva di calibrazione utilizzando la risposta del segnale o il rapporto di risposta degli standard e quindi calcolando le concentrazioni dei campioni sconosciuti. Le concentrazioni calcolate di tutti i campioni vengono aggiunte a una Results Table.

L'analisi quantitativa viene comunemente eseguita utilizzando una scansione Multiple Reactions Monitoring (MRM). In una scansione MRM, uno ione precursore e uno ione prodotto caratteristico vengono utilizzati per definire una transizione MRM altamente specifica dell'analita. La transizione MRM, combinata al tempo di ritenzione associato all'analita durante la cromatografia liquida garantisce la specificità richiesta per la quantificazione.

La quantificazione si realizza mediante l'uso di metodi di acquisizione MRM LC-MS/MS validati, l'acquisizione di curve di calibrazione standard e la successiva integrazione dei

picchi associati ai composti in uso. Il rapporto tra risposta del segnale e concentrazione nella curva di calibrazione viene utilizzato per determinare la quantità di un particolare analita in un campione sconosciuto.

Integrazione

Nei dati LC-MS/MS, integrazione significa ottenere l'area sotto una curva per il picco associato a uno specifico composto. Utilizzando un metodo che specifica le transizioni, i tempi di ritenzione previsti, gli standard interni, l'integrazione e i parametri di regressione, il software è in grado di integrare automaticamente i picchi per una determinata serie di campioni.

Results Table

Le Results Table riassumono la concentrazione calcolata di un analita in ogni campione sconosciuto in base alla curva di calibrazione. Le Results Table comprendono anche le curve di calibrazione e le statistiche relative ai risultati. L'utente può personalizzare le Results Table, nonché visualizzarle in una certa disposizione.

È possibile esportare i dati dalla Results Table a un file di testo per l'utilizzo in altre applicazioni, ad esempio Microsoft Excel. L'utente può anche esportare i dati contenuti nell'intera tabella o solo nelle colonne visibili.

Si consiglia agli utenti di non rinominare i file di dati dopo la creazione delle Results Table.

Per informazioni sull'uso del menu di scelta rapida della Results Table, fare riferimento alla sezione: [Results Table](#).

Curve di calibrazione

Una curva di calibrazione, nota anche come curva di concentrazione standard, è un metodo per determinare la concentrazione di una sostanza in un campione sconosciuto confrontando quest'ultimo con un gruppo di campioni standard aventi una concentrazione nota. La curva di calibrazione è il diagramma della risposta (il segnale analitico) dello strumento alle modifiche nella concentrazione dell'analita (la sostanza da misurare). L'operatore prepara una serie di standard in un range di concentrazioni vicine alla concentrazione prevista dell'analita nel campione sconosciuto.

Gli standard di calibrazione vengono utilizzati per costruire le curve di calibrazione. Letture errate o la mancata lettura di alcuni campioni di calibrazione potrebbero segnalare problemi nella routine analitica. Seguire i metodi accettabili indicati nella letteratura e le direttive dell'agenzia normativa per creare una curva di calibrazione. Esempi di buona pratica nella preparazione delle curve di calibrazione comprendono:

- Preparare gli standard di calibrazione in matrici vuote in cui si dovrà misurare l'analita.
- Generare una curva di calibrazione per ciascun analita da misurare.
- Garantire la copertura del range di concentrazione previsto per l'analita, compresi campioni tipici e atipici.
- Utilizzare sei-otto standard per generare la curva.

Principi di funzionamento

Non si tratta di un elenco esaustivo; occorre infatti attenersi ad altre linee guida per determinare la buona pratica nello sviluppo di una curva di calibrazione per il laboratorio.

Nota: in alcune routine analitiche, si utilizzano standard di calibrazione single-point. Le calibrazioni single-point vengono eseguite mediante un campione a matrice vuoto e una singola concentrazione standard. La relazione tra la risposta dello strumento e la concentrazione dell'analita viene determinata mediante la retta creata da questi due punti. I metodi di acquisizione e quantificazione devono essere convalidati prima di essere accettati per la finalità d'uso prevista.

Tipi di regressione

- Linear ($y = mx + b$)
- Linear through Zero ($y = mx$)
- Quadratic ($y = a^2 + bx + c$)

Specifiche e caratteristiche prestazionali

5

Questa sezione riporta le caratteristiche e le specifiche del sistema Citrine Triple Quad MS/MS e del sistema Citrine QTRAP MS/MS.

Specifiche dello spettrometro di massa

Tabella 5-1: Specifiche per spettrometro di massa e pompa per vuoto

Sensibilità (modalità MRM)	Reserpina 200 fg su colonna	S/N superiore a 2000 CV inferiore a 5%
Velocità di scansione max	12.000 Da/sec	
Velocità di scansione max trappola lineare ionica (QTRAP)	20.000 Da/sec	
Switching di polarità	Minimo 5 msec in modalità MRM e modalità <i>Scheduled</i> MRM	
Dwell time minimo MRM	1 msec	
Range di massa (m/z)	Da 5 Da a 2000 Da	
Cross talk per reserpina 609/195	Cross talk inferiore a 0,5%, rilevabile con dwell time di 2 msec e tempo di pausa inter-MRM di 3 msec	
Tipi di scansione	Full scan MS e Selected Ion MS sia per scansioni Product ion Q1 che Q3, Precursor ion, Neutral loss o Gain, Multiple Reaction Monitoring (MRM) e Scheduled MRM. Solo per i sistemi QTRAP, scansione MS avanzata, scansione ione prodotto avanzata, scansione risoluzione avanzata e scansione MS ³ .	
Range dinamico	Cinque ordini di magnitudo	
Peso		
Peso – spettrometro di massa	130 kg	
Peso – pompa da vuoto primaria	34 kg (75 lbs) per pompa	
Dimensioni		

Specifiche e caratteristiche prestazionali

Tabella 5-1: Specifiche per spettrometro di massa e pompa per vuoto (continua)

Spettrometro di massa (L x P x A)	79 x 79 x 59 cm
Pompa per vuoto (L x P x A)	12 x 17 x 9 pollici

Tabella 5-2: Specifiche della sonda

Parametro	Sonda TurbolonSpray	Sonda APCI
Gamma di temperatura della sorgente di ionizzazione	Temperatura della sonda: da temperatura ambiente a 750 °C, a seconda del flusso dei liquidi	Temperatura della sonda: da temperatura ambiente a 750 °C, a seconda del flusso dei liquidi
Compatibilità velocità di flusso	Da 5 µL/min a 3 mL/min	Da 200 µl/min a 3 ml/min
	ATTENZIONE: Rischio di danni al sistema. Non superare la portata massima, poiché ciò può causare problemi di prestazioni o danni al sistema.	

Tabella 5-3: Specifiche elettriche

Spettrometro di massa	
Tensione di ingresso nominale	Da 200 V CA a 240 V CA
Fluttuazione di tensione di ingresso	± 10% della tensione nominale
Frequenza	50 Hz o 60 Hz
Corrente in ingresso massima	10 A
Potenza in ingresso massima	1.000 VA
Pompa per vuoto primaria a pompa	
Tensione di ingresso nominale	Da 200 V CA a 240 V CA
Fluttuazione di tensione di ingresso	±10% della tensione nominale
Frequenza	50 Hz o 60 Hz

Tabella 5-3: Specifiche elettriche (continua)

Corrente in ingresso massima	6 A
Potenza in ingresso massima	1.200 VA
Computer	
Tensione di ingresso nominale	Da 100 V CA a 240 V CA
Fluttuazione di tensione di ingresso	±10% della tensione nominale
Frequenza	50 Hz o 60 Hz
Corrente in ingresso massima	8 A (50 Hz), 6 A (60 Hz)
Potenza in ingresso massima	460 W
Monitor	
Tensione di ingresso nominale	Da 100 V CA a 240 V CA
Frequenza	50 Hz o 60 Hz
Corrente in ingresso massima	2,5 A

Istruzioni operative - Flussi di lavoro per i campioni

6

Tabella 6-1: Configurazione dello strumento Flusso di lavoro

Fase	Per eseguire questa operazione	Cercare informazioni in	Quali azioni vengono compiute?
1	Creare un profilo hardware	Creazione di un profilo hardware	Ogni profilo hardware deve includere uno spettrometro di massa e altri dispositivi, come un sistema LC. Quando si creano i metodi di acquisizione, possono essere utilizzati soltanto i dispositivi inclusi nel profilo hardware attivo.
2	Creare progetti per archiviare dati.	Creazione di progetti e sottoprogetti	Usando progetti e sottoprogetti si facilita la gestione dei dati e si rende più semplice il confronto dei dati.
3	Ottimizzazione dello spettrometro di massa.	Verifica delle prestazioni dello strumento	È il processo per ottimizzare la risoluzione e i parametri dello spettrometro di massa, nonché per calibrare lo spettrometro di massa al fine di ottenere dal sistema il massimo della sensibilità e delle prestazioni.

Tabella 6-2: Esempio di flusso di lavoro dell'analisi ordinaria

Fase	Per eseguire questa operazione	Cercare informazioni in	Quali azioni vengono compiute?
1	Attivazione di un profilo hardware applicabile al metodo.	Creazione di un profilo hardware	Ogni profilo hardware deve includere uno spettrometro di massa e altri dispositivi, come un sistema LC. Quando si creano i metodi di acquisizione, possono essere utilizzati soltanto i dispositivi inclusi nel profilo hardware attivo.
2	Creare progetti per archiviare dati.	Creazione di progetti e sottoprogetti	Usando progetti e sottoprogetti si facilita la gestione dei dati e si rende più semplice il confronto dei dati.

Tabella 6-2: Esempio di flusso di lavoro dell'analisi ordinaria (continua)

Fase	Per eseguire questa operazione	Cercare informazioni in	Quali azioni vengono compiute?
3	Creare e inviare un lotto.	Aggiunta di gruppi e campioni a un lotto e Invio di un campione o un set di campioni	Dopo aver creato un metodo di acquisizione, eseguire i campioni creando un lotto di acquisizione e inviando il lotto alla coda di acquisizione.
4	Equilibrare il sistema.	Equilibratura del sistema	Equilibrare il sistema prima di iniziare un'acquisizione di dati. Un sistema che non è equilibrato può dare risultati scadenti.
5	Eseguire i campioni per acquisire i dati.	Acquisizione dati	L'esecuzione dei campioni comporta la gestione della coda di acquisizione e il monitoraggio dello stato di strumenti e dispositivi. Per inviare campioni e acquisire dati, usare Queue Manager. Queue Manager mostra lo stato della coda, del lotto e del campione e facilita la gestione dei campioni e dei batch nella coda.
6	Analizzare dati in modalità Explore (opzionale).	Istruzioni operative - Analisi ed elaborazione di dati	In modalità Explore sono disponibili molti strumenti per visualizzare ed elaborare i dati acquisiti. È possibile personalizzare i grafici con etichette e didascalie per i picchi, visualizzare i contour plot e salvare gli spettri nella libreria.
<ul style="list-style-type: none"> • Per l'analisi quantitativa usando il software MultiQuant MD eseguire i passaggi Da a 8. Il software MultiQuant MD è consigliato per set di dati di maggiori dimensioni. • Per l'analisi quantitativa usando il software Analyst MD eseguire i passaggi Da a 10a. • Per l'analisi qualitativa usando il software Analyst MD eseguire i passaggi Da a 10b. 			
7	Analizzare i dati quantitativi nel software MultiQuant MD.	<i>Guida di riferimento del software MultiQuant MD: Capitolo 7, 8, 10, 11, 12, 13, 14</i>	Generare ed utilizzare una Results Table per revisionare manualmente tutti i picchi per ciascun analita e standard interno presenti nel lotto e per vedere curve di calibrazione, statistiche relative ai campioni e metric plot.

Tabella 6-2: Esempio di flusso di lavoro dell'analisi ordinaria (continua)

Fase	Per eseguire questa operazione	Cercare informazioni in	Quali azioni vengono compiute?
8	Creare un rapporto nel software MultiQuant MD.	<i>Guida di riferimento del software MultiQuant MD: Appendice C</i>	Si può generare un report utilizzando i modelli già preimpostati di report per i risultati ottenuti e revisionati.
9	Analizzare i dati qualitativi (o quantitativi) nel software Analyst MD.	Istruzioni Operative - Analisi ed elaborazione di dati quantitativi	Generare una Results Table per revisionare manualmente tutti i picchi per ciascun analita e standard interno presenti nel lotto. Nel caso di analisi quantitative, si possono revisionare anche curve di calibrazione, statistiche relative ai campioni e metric plot.
10a	Creare un rapporto nel software Reporter.	Generazione di rapporti	Si può generare un report utilizzando i modelli già preimpostati di report per i risultati ottenuti e revisionati. Per report specifici per l'analisi qualitativa, usare il set di modelli report etichettati con la ricerca in libreria.
10b	Selezionare una libreria e creare un rapporto usando il software Reporter.	Generazione di rapporti	Selezionare la libreria di spettri MS/MS appropriata per i risultati e generare un report usando i modelli già preimpostati di report etichettati come ricerca in libreria per i risultati ottenuti e revisionati. Per report specifici per l'analisi qualitativa, usare il set di modelli di report etichettati con la ricerca in libreria.

Tabella 6-3: Esempio di flusso di lavoro per lo sviluppo di metodi

Fase	Per eseguire questa operazione	Cercare informazioni in	Quali azioni vengono compiute?
1	Creare un profilo hardware	Creazione di un profilo hardware	Ogni profilo hardware deve includere uno spettrometro di massa e altri dispositivi, come un sistema LC. Quando si creano i metodi di acquisizione, possono essere utilizzati soltanto i dispositivi inclusi nel profilo hardware attivo.
2	Creare progetti per archiviare dati.	Creazione di progetti e sottoprogetti	Usando progetti e sottoprogetti si facilita la gestione dei dati e si rende più semplice il confronto dei dati.
3	Ottimizzazione del composto automatica Oppure Passaggio 4 - Ottimizzare manualmente il composto.	Istruzioni operative - Ottimizzazione automatica	Il software ottimizza automaticamente i parametri del composto e dello spettrometro di massa per i composti di interesse.
4	Ottimizzazione del composto manuale.	Ottimizzazione manuale del composto	L'utente può ottimizzare i parametri del composto e dello spettrometro di massa manualmente per i composti di interesse. L'ottimizzazione manuale è consigliata agli utenti più esperti che possiedono un controllo maggiore dello strumento durante il processo di ottimizzazione.
5	Creazione di un metodo di acquisizione.	Istruzioni operative - Metodi di acquisizione	Per analizzare i campioni, creare un metodo di acquisizione per lo spettrometro di massa e per ciascun eventuale dispositivo LC. Un metodo di acquisizione indica quali periferiche usare, quando usarle per acquisire dati e quali sono i parametri associati.

Istruzioni operative - Flussi di lavoro per i campioni

Tabella 6-3: Esempio di flusso di lavoro per lo sviluppo di metodi (continua)

Fase	Per eseguire questa operazione	Cercare informazioni in	Quali azioni vengono compiute?
6	Creare e inviare un lotto.	Aggiunta di gruppi e campioni a un lotto e Invio di un campione o un set di campioni	Dopo aver creato un metodo di acquisizione, eseguire i campioni creando un lotto di acquisizione e inviando il lotto alla coda di acquisizione.
7	Equilibrare il sistema.	Equilibratura del sistema	Equilibrare il sistema prima di iniziare un'acquisizione di dati. Un sistema che non è equilibrato può dare risultati scadenti.
8	Eseguire i campioni per acquisire i dati.	Acquisizione dati	L'esecuzione dei campioni comporta la gestione della coda di acquisizione e il monitoraggio dello stato di strumenti e dispositivi. Per inviare campioni e acquisire dati, usare Queue Manager. Queue Manager mostra lo stato della coda, del lotto e del campione e facilita la gestione dei campioni e dei batch nella coda.
9	Analizzare dati in modalità Explore (opzionale).	Istruzioni operative - Analisi ed elaborazione di dati	In modalità Explore sono disponibili molti strumenti per visualizzare ed elaborare i dati acquisiti. È possibile personalizzare i grafici con etichette e didascalie per i picchi, visualizzare i contour plot e salvare gli spettri nella libreria.
<ul style="list-style-type: none"> • Per l'analisi quantitativa usando il software MultiQuant MD eseguire i passaggi Da a 12. Il software MultiQuant MD è consigliato per set di dati di maggiori dimensioni. • Per l'analisi quantitativa usando il software Analyst MD eseguire i passaggi Da a 15. • Per le analisi qualitative, contattare il supporto tecnico. • Per l'analisi qualitativa usando il software Analyst MD eseguire i passaggi da 14 a 15. Per indicazioni generali, contattare il supporto. 			
10	Creare un metodo quantitativo nel software MultiQuant MD.	<i>Guida di riferimento del software MultiQuant MD: Quantitation Method Editor</i>	Usare i vari strumenti per la creazione di metodi quantitativi nel software per analizzare i dati acquisiti e creare un metodo quantitativo al fine di generare una Results Table.

Tabella 6-3: Esempio di flusso di lavoro per lo sviluppo di metodi (continua)

Fase	Per eseguire questa operazione	Cercare informazioni in	Quali azioni vengono compiute?
11	Analizzare i dati quantitativi nel software MultiQuant MD.	<i>Guida di riferimento del software MultiQuant MD:</i> Capitolo 7, 8, 10, 11, 12, 13, 14	Generare ed utilizzare una Results Table per revisionare manualmente tutti i picchi per ciascun analita e standard interno presenti nel lotto e per vedere curve di calibrazione, statistiche relative ai campioni e metric plot.
12	Creare un rapporto nel software MultiQuant MD.	<i>Guida di riferimento del software MultiQuant MD:</i> Appendice C	Si può generare un report utilizzando i modelli già preimpostati di report per i risultati ottenuti e revisionati.
13	Creare un metodo quantitativo nel software Analyst MD.	<i>Guida di riferimento del software MultiQuant MD:</i> Quantitation Method Editor	Usare i vari strumenti per la creazione di metodi quantitativi nel software per analizzare i dati acquisiti e creare un metodo quantitativo al fine di generare una Results Table.
14	Analizzare i dati qualitativi (o quantitativi) nel software Analyst MD.	Istruzioni Operative - Analisi ed elaborazione di dati quantitativi	Generare una Results Table per revisionare manualmente tutti i picchi per ciascun analita e standard interno presenti nel lotto. Nel caso di analisi quantitative, si possono revisionare anche curve di calibrazione, statistiche relative ai campioni e metric plot.
15	Creare un report in Analyst Reporter.	Generazione di rapporti	Si può generare un report utilizzando i modelli già preimpostati di report per i risultati ottenuti e revisionati. Per report specifici per l'analisi qualitativa, usare il set di modelli report etichettati con la ricerca in libreria.

Istruzioni operative - Spettrometro di massa e sorgente ionica

7



AVVERTENZA! Rischio di lesioni personali. Durante l'utilizzo del sistema, seguire le istruzioni presenti nella documentazione. La protezione fornita dall'apparecchiatura potrebbe risultare compromessa se l'apparecchiatura viene utilizzata in modo diverso da quanto specificato da SCIEX.

Avvio del sistema



AVVERTENZA! Pericolo di scosse elettriche. Assicurarsi che il sistema possa essere scollegato dalla presa di alimentazione di rete in caso di emergenza. Non bloccare la presa dell'alimentazione di corrente.

Nota: Prima di mettere in funzione lo strumento, leggere le informazioni sulla sicurezza nella sezione: [Precauzioni operative e limitazioni](#).

Prerequisiti

- Tutti i requisiti specificati nella *Guida alla pianificazione del sito* devono essere soddisfatti. La *Guida alla pianificazione del sito* comprende informazioni sui requisiti dell'alimentazione di rete e le connessioni, l'aria compressa, l'azoto, la pompa per vuoto, la ventilazione, gli scarichi e gli spazi liberi del sito. Se necessario, contattare SCIEX per chiedere una copia della *Guida alla pianificazione del sito*. Per informazioni di contatto, visitare il sito sciex.com/contact-us.
- Il gas di scarico della sorgente di ionizzazione, l'aria compressa e i gas di azoto devono essere collegati allo spettrometro di massa.
- Il contenitore di raccolta della sorgente da 4 l è collegato alla connessione scarico residui sul retro dello spettrometro di massa e al sistema di ventilazione del laboratorio.
- I tubi di scarico sorgente sono bloccati in modo sicuro ai collegamenti di spettrometro di massa, contenitore di raccolta scarichi della sorgente e ventilazione.
- L'interruttore dello spettrometro di massa è spento e il cavo di alimentazione è collegato allo spettrometro di massa.
- I cavi di alimentazione dello spettrometro di massa e della pompa per vuoto sono inseriti nelle prese da 200 VAC a 240 VAC della rete elettrica.
- Il cavo Ethernet è collegato sia allo spettrometro di massa che al computer.

1. Accendere l'interruttore pratico dello spettrometro di massa. Fare riferimento alla figura: [Figura 4-2](#).

2. Accendere il computer.
3. Aprire il software di controllo.

Ottimizzazione della sorgente di ionizzazione



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



AVVERTENZA! Pericolo di incendio. Non inviare più di 3 mL/min di solvente infiammabile nella sorgente di ionizzazione. Anche se i componenti LC sono in grado di erogare una velocità di flusso fino a 5 mL/min, il superamento della velocità di flusso massima potrebbe causare un accumulo di solvente nella sorgente di ionizzazione. Non utilizzare la sorgente di ionizzazione se il sistema di scarico della sorgente non è abilitato e funzionante quando la sorgente di ionizzazione e la sonda sono installati correttamente.



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

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

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

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

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

Ottimizzazione della sonda TurbolonSpray



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



AVVERTENZA! Pericolo di incendio. Non inviare più di 3 mL/min di solvente infiammabile nella sorgente di ionizzazione. Anche se i componenti LC sono in grado di erogare una velocità di flusso fino a 5 mL/min, il superamento della velocità di flusso massima potrebbe causare un accumulo di solvente nella sorgente di ionizzazione. Non utilizzare la sorgente di ionizzazione se il sistema di scarico della sorgente non è abilitato e funzionante quando la sorgente di ionizzazione e la sonda sono installati correttamente.



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

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

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

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

Nota: Se il valore **IonSpray Voltage** è troppo elevato, può verificarsi un effetto di scarica a corona. Una scarica a corona si manifesta come un bagliore blu in corrispondenza della punta della sonda. Comporta una perdita di sensibilità e di stabilità del segnale.

Velocità di flusso e temperatura della sorgente di ionizzazione

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

La sonda TurbolonSpray viene spesso usata con velocità di flusso del campione comprese tra 5 µL/min e 1.000 µL/min. Il riscaldamento viene utilizzato per aumentare il tasso di evaporazione che migliora l'efficienza della ionizzazione, producendo una maggiore sensibilità. Velocità di flusso estremamente basse di solventi altamente organici non necessitano di temperature più alte. Fare riferimento alla sezione: [Parametri e voltaggi della sorgente](#).

Metodo

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

Preparazione del sistema

Per creare un metodo ottimizzato per un composto, fare riferimento alla sezione: [Ottimizzazione manuale del composto](#).

1. Aprire il software di controllo.
2. Sulla barra di navigazione, nella modalità **Tune and Calibrate**, fare doppio clic su **Manual Tuning**.
3. Aprire un metodo ottimizzato in precedenza o creare un metodo basato sui composti.
4. Se la sorgente di ionizzazione ha avuto il tempo necessario per raffreddarsi, procedere come segue.
 - a. Impostare la temperatura della sorgente di ionizzazione su 450.
 - b. Lasciar riscaldare la sorgente di ionizzazione per almeno 30 minuti.

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

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

Impostazione delle condizioni iniziali

1. In Tune Method Editor assicurarsi che siano selezionati l'opzione **Scan Type** corretta e i parametri del composto appropriati.
2. Immettere un valore iniziale per **Ion Source Gas 1**.
Per le pompe LC, immettere un valore compreso tra 40 e 60 per Gas 1.
3. Immettere un valore iniziale per **Ion Source Gas 2 (GS2)**.
Per le pompe LC, immettere un valore compreso fra 30 e 50 per Gas 2.

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

4. Digitare 20 nel campo **Curtain Gas (CUR)**.
5. Avviare l'acquisizione.

Ottimizzazione della posizione della sonda TurbolonSpray



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



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

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

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

1. Guardare attraverso la finestrella nella sorgente di ionizzazione per visualizzare la posizione della sonda.
 2. Monitorare il segnale o il rapporto segnale/rumore degli analiti nel software di controllo.
 3. Utilizzare il micrometro orizzontale per regolare la posizione della sonda in piccoli incrementi, per ottenere il segnale o il rapporto segnale-rumore migliore.
- La sonda può essere leggermente ottimizzata su ambo i lati della fenditura.

Suggerimento! Regolare l'impostazione micrometro orizzontale in modo da dirigere la nebulizzazione dei liquidi dalla sonda TurbolonSpray lontano dall'apertura per impedire la contaminazione dell'apertura e la conseguente foratura del flusso di gas per l'interfaccia Curtain Gas, che può generare instabilità nel segnale, e per impedire il cortocircuito elettrico dovuto alla presenza di liquido.

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

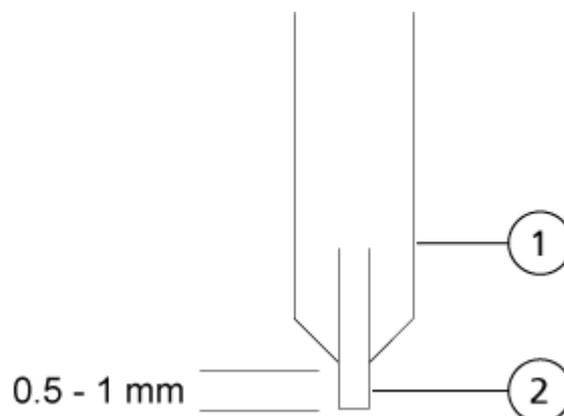
Nota: La posizione verticale della sonda dipende dalla velocità di flusso. A velocità di flusso più basse, la sonda deve essere posta più vicino alla fenditura. A velocità di flusso più elevate, la sonda deve essere allontanata dalla fenditura.

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

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

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

Figura 7-1: Regolazione dell'estensione della punta dell'elettrodo



Elemento	Descrizione
1	Sonda
2	Elettrodo

Ottimizzazione della sorgente, dei parametri del gas e del voltaggio

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

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

Nota: Se il valore **IonSpray Voltage** è troppo elevato, può verificarsi un effetto di scarica a corona. Una scarica a corona si manifesta come un bagliore blu in corrispondenza della punta della sonda. Comporta una perdita di sensibilità e di stabilità del segnale.

1. Regolare i parametri del gas sorgente di ionizzazione 1 e gas sorgente di ionizzazione 2 in incrementi di 5 per ottenere il segnale o il rapporto segnale/rumore migliore.

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

Istruzioni operative - Spettrometro di massa e sorgente ionica

2. Aumentare la velocità di flusso del gas per l'interfaccia Curtain Gas fino a quando il segnale inizia a diminuire.

Nota: Per evitare la contaminazione, utilizzare il valore più alto possibile della velocità di flusso del gas per l'interfaccia Curtain Gas che non limiti la sensibilità. Non impostare una velocità di flusso inferiore ai valori nella tabella: [Tabella 7-1](#). Questo contribuisce a impedire la penetrazione del flusso di gas per l'interfaccia Curtain Gas che può generare rumore, a impedire la contaminazione della fenditura e ad aumentare il rapporto segnale-rumore complessivo.

Tabella 7-1: Valori dei parametri CUR

Spettrometro di massa	Valore iniziale
Sistemi Citrine	30

3. Regolare la tensione di nebulizzazione **IonSpray Voltage (IS)** con incrementi di 500 V per massimizzare il rapporto segnale-rumore.

Ottimizzazione della temperatura del riscaldatore turbo

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

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

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

Ottimizzazione della sonda APCI



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



AVVERTENZA! Pericolo di incendio. Non inviare più di 3 mL/min di solvente infiammabile nella sorgente di ionizzazione. Anche se i componenti LC sono in grado di erogare una velocità di flusso fino a 5 mL/min, il superamento della velocità di flusso massima potrebbe causare un accumulo di solvente nella sorgente di ionizzazione. Non utilizzare la sorgente di ionizzazione se il sistema di scarico della sorgente non è abilitato e funzionante quando la sorgente di ionizzazione e la sonda sono installati correttamente.



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

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

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

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

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

Preparazione del sistema

Per creare un metodo ottimizzato per un composto, fare riferimento alla sezione: [Ottimizzazione manuale del composto](#).

1. Aprire il software di controllo.
2. Sulla barra di navigazione, nella modalità **Tune and Calibrate**, fare doppio clic su **Manual Tuning**.
3. Aprire un metodo ottimizzato in precedenza o creare un metodo basato sui composti.
4. Se la sorgente di ionizzazione ha avuto il tempo necessario per raffreddarsi, procedere come segue.
 - a. Impostare la temperatura della sorgente di ionizzazione su 450.
 - b. Lasciar riscaldare la sorgente di ionizzazione per almeno 30 minuti.

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

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

Impostazione delle condizioni iniziali

1. In Tune Method Editor assicurarsi che siano selezionati l'opzione **Scan Type** corretta e i parametri del composto appropriati.
2. Digitare 30 nel campo **Ion Source Gas 1 (GS1)**.

Istruzioni operative - Spettrometro di massa e sorgente ionica

3. Digitare 20 nel campo **Curtain Gas (CUR)**.
4. Digitare 1 nel campo **Nebulizer Current (NC)**.
5. Nella scheda Compound, nel campo **Declustering potential (DP)**, digitare 100.
6. Avviare l'acquisizione.

Ottimizzazione dei parametri di sorgente e gas

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

Nota: Per evitare la contaminazione, utilizzare il valore più alto possibile della velocità di flusso del gas per l'interfaccia Curtain Gas che non limiti la sensibilità. Non impostare una velocità di flusso inferiore ai valori nella tabella: [Tabella 7-2](#). Questo contribuisce a impedire la penetrazione del flusso di gas per l'interfaccia Curtain Gas che può generare rumore, a impedire la contaminazione della fenditura e ad aumentare il rapporto segnale-rumore complessivo.

Tabella 7-2: Valori dei parametri CUR

Spettrometro di massa	Valore iniziale
Sistemi Citrine	30

Regolazione della posizione dell'ago di scarica a corona



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

Materiali richiesti

- Cacciavite a taglio isolato

Quando si usa la sonda APCI, assicurarsi che l'ago di scarica a corona sia rivolto verso la fenditura. Quando si utilizza la sonda TurbolonSpray, assicurarsi che l'ago di scarica a corona non sia puntato verso la fenditura.

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

Ottimizzazione della posizione della sonda APCI



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

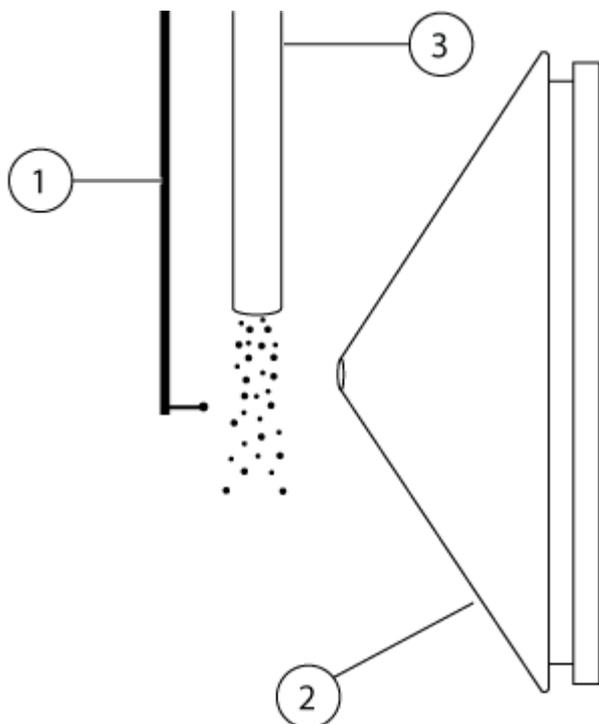


AVVERTENZA! Pericolo di perforazione. Prestare attenzione quando si maneggia l'elettrodo. La punta dell'elettrodo è estremamente acuminata.

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

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

Figura 7-2: Posizione dell'ugello nebulizzatore



Elemento	Descrizione
1	Ago di scarica a corona

Istruzioni operative - Spettrometro di massa e sorgente ionica

Elemento	Descrizione
2	Curtain plate
3	Sonda APCI

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

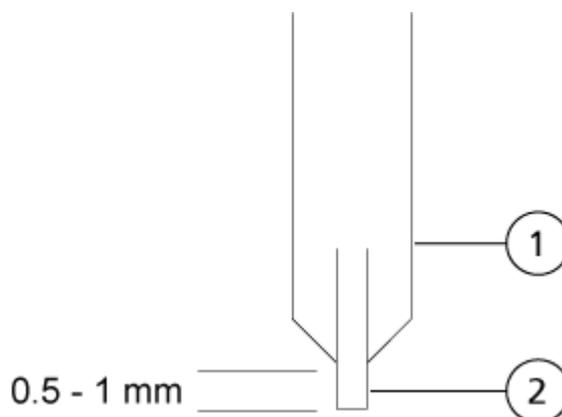
Nota: Per evitare la riduzione delle prestazioni dello spettrometro di massa, non nebulizzare direttamente nella fenditura.

2. Nel software di controllo, monitorare il segnale o il rapporto segnale-rumore degli analiti.
3. Utilizzare il micrometro orizzontale per regolare la sonda in piccoli incrementi, per ottenere il segnale o il rapporto segnale/rumore migliore.
4. Utilizzare il micrometro verticale per regolare la sonda in piccoli incrementi, per ottenere il segnale o il rapporto segnale-rumore migliore.
5. Regolare il dado di regolazione dell'elettrodo (di colore nero) sulla sonda per inserire o estrarre il tubo elettrodo dalla sonda (per regolare la protrusione).

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

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

Figura 7-3: Regolazione dell'estensione della punta dell'elettrodo



Elemento	Descrizione
1	Sonda
2	Elettrodo

Ottimizzazione della corrente di nebulizzazione

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

Iniziare con un valore della corrente di nebulizzazione pari a 3, quindi aumentarlo o diminuirlo per ottenere il segnale migliore possibile o un rapporto segnale/rumore ottimale.

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

Ottimizzazione della temperatura della sonda APCI

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

Nota: Quando la sorgente di ionizzazione è accesa, i riscaldatori della sorgente di ionizzazione richiedono 1 o 2 minuti per diventare rossi, segno che la sorgente si sta scaldando.

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

Suggerimenti per l'ottimizzazione

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

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

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

- Usare la tensione IonSpray più bassa possibile senza che il segnale ne risenta. Concentrarsi sul rapporto segnale-rumore e non solo sul segnale.

Procedura di calibrazione dello spettrometro di massa

La calibrazione di massa può cambiare nel tempo. Verificare regolarmente la calibrazione di massa. Al momento dell'installazione sul sistema è già stata effettuata la calibrazione di massa e la risoluzione dei picchi spettrali ottimizzata sia sull'unità che sull'alta risoluzione, in modalità positiva e negativa, per ottenere la sensibilità e le prestazioni migliori per lo spettrometro di massa. La calibrazione di massa assicura la registrazione dei segnali che derivano dai composti ionizzati sui valori m/z reali.¹ La scala m/z viene calibrata utilizzando i composti con una purezza e massa note. Durante l'ottimizzazione della risoluzione, l'ampiezza e la forma dei picchi vengono regolate. La risoluzione spettrale di massa è rappresentata sotto forma di $(m/z)/\text{Width}$, dove Width rappresenta la larghezza di un picco spettrale a un valore m/z specifico.¹ La larghezza di picco viene di solito misurata sui punti in cui l'intensità equivale a metà dell'altezza di picco.

Nota: Man mano che la risoluzione aumenta, la sensibilità diminuisce. È importante trovare un equilibrio tra i requisiti di sensibilità e la risoluzione.

Il modulo Instrument Optimization (Ottimizzazione strumento) nel software Analyst MD viene usato per eseguire la calibrazione di massa e ottimizzare la risoluzione. Verificare la calibrazione di massa e la risoluzione con cadenza settimanale oppure dopo avere pulito lo strumento per verificare il corretto funzionamento del sistema. In generale, la calibrazione e la risoluzione per uno spettrometro di massa a triplo quadrupolo restano valide per un tempo che va da tre a sei mesi, a meno che il sistema non perda vuoto. Se il sistema perde vuoto, controllare la calibrazione e la risoluzione prima di usare il sistema. Fare riferimento alla sezione: [Istruzioni Operative - Tuning e calibrazione](#).

ATTENZIONE: Possibile risultato errato. Assicurarsi che il sistema sia calibrato. Se il sistema non è calibrato correttamente, una massa potrebbe essere identificata in modo non corretto oppure la quantificazione potrebbe non essere accurata.

Fare riferimento alle sezioni: [Precauzioni operative e limitazioni](#) e [Soluzioni e ioni per la calibrazione](#).

Ripristino dello spettrometro di massa

1. Interrompere le eventuali scansioni in corso e disattivare il flusso del campione verso lo spettrometro di massa.
2. Chiudere il software di controllo.

¹ CLSI Standard C50–A–Vol. 27, No. 24 – Spettrometro di massa nel laboratorio clinico: principi generali e direttive: linee guida approvate.

3. Premere e tenere premuto il pulsante **Reset** per cinque secondi.
Si avvertirà un clic quando si attiva il relè. Dopo circa 3 minuti lo spettrometro di massa raggiunge la pressione di esercizio.

Arresto e sfiatamento del sistema

Alcune procedure richiedono l'arresto del sistema, altre che venga anche sfiatato. Seguire questa procedura per arrestare e, se necessario, sfiatare il sistema.

ATTENZIONE: Rischio di danni al sistema. Spegnerle le pompe per vuoto solo quando le pompe turbo sono ferme.

Nota: Se è necessario scollegare la fornitura del gas, rilasciare la pressione nelle linee del gas prima di scollegarla.

Suggerimento! Se lo spettrometro di massa non verrà utilizzato per un periodo di tempo esteso, lasciarlo nello stato Standby con la sorgente di ionizzazione in posizione. Se lo spettrometro di massa deve essere disattivato, procedere come indicato di seguito.

1. Completare o arrestare tutte le scansioni in uscita.

ATTENZIONE: Rischio di danni al sistema. Arrestare il flusso del campione prima di spegnere il sistema.

2. Arrestare il flusso del campione verso il sistema.
3. Chiudere il software.
4. (Se necessario) Seguire questa procedura per sfiatare il sistema:

Nota: sfiatare il sistema prima di eseguire una pulizia completa dell'interfaccia del vuoto, prima di pulire la regione Q0 e prima di sostituire l'olio della pompa per vuoto. Per ulteriori informazioni, contattare l'addetto alla manutenzione qualificato (QMP) oppure il responsabile dell'assistenza tecnica (FSE).

- a. Premere e tenere premuto il pulsante **Vent** per tre secondi.
Il LED del vuoto inizia a lampeggiare più velocemente che durante la depressione della pompa. La pompa turbo si arresta gradualmente.
- b. Lasciare sfiatare il sistema per 15 minuti.
5. Spegnerle l'interruttore dello spettrometro di massa.
6. Staccare il cavo di alimentazione di rete dello spettrometro di massa dalla presa della rete elettrica.
7. (Se si sfiata il sistema) Scollegare il cavo di alimentazione di rete della pompa per vuoto dalla presa di alimentazione di rete.

Profili hardware

Un profilo hardware indica al software come sono configurati e collegati al computer lo spettrometro di massa e i dispositivi. È possibile configurare più profili hardware, ma solo un profilo può essere attivo in un determinato momento.

Quando si crea un profilo hardware nell'Hardware Configuration Editor, i dispositivi periferici devono essere configurati in modo che possano comunicare con il software. La configurazione dei dispositivi periferici richiede due procedure:

- Collegamenti fisici. Per informazioni sui collegamenti fisici dei dispositivi, fare riferimento al documento, fare riferimento al documento: *Peripheral Devices Setup Guide*.
- Configurazione del software per comunicare con i dispositivi periferici. Per un elenco dei dispositivi supportati, fare riferimento al documento del software Analyst MD: *Guida all'installazione del software*.

Quando si installa il software, si installano anche i driver necessari per ogni dispositivo periferico. Dopo aver collegato fisicamente i dispositivi periferici al computer, configurare le informazioni di configurazione appropriate.

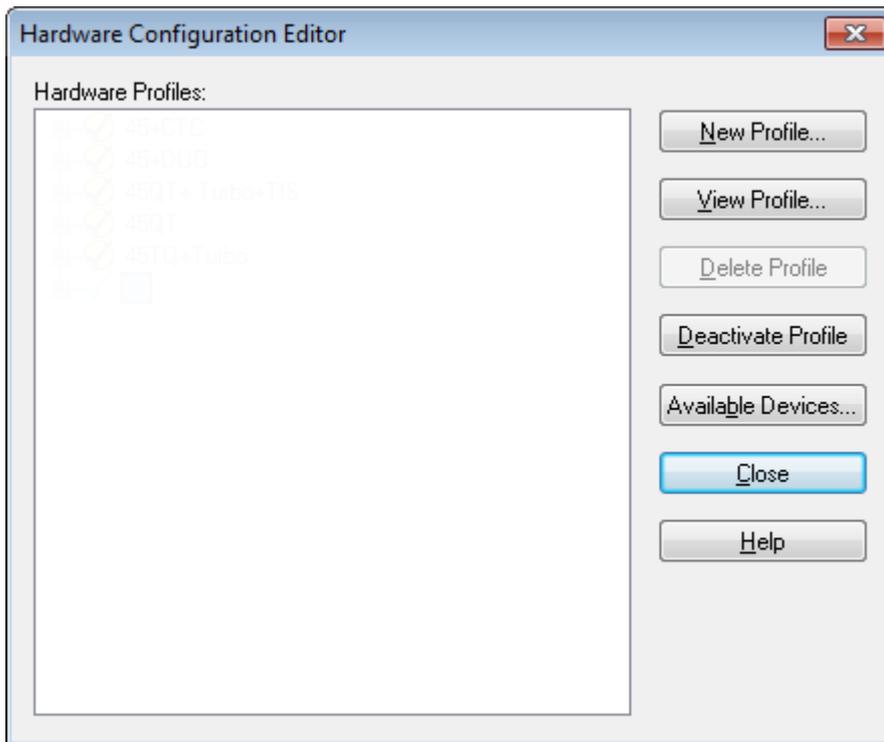
Ogni profilo hardware deve includere uno spettrometro di massa. Prima di creare un metodo di acquisizione, assicurarsi che tutti i dispositivi usati nel metodo siano inclusi nel profilo hardware. I dispositivi configurati nel profilo hardware attivo e selezionati nella finestra di dialogo Add/Remove Device Method compaiono come icone nel riquadro Acquisition Method. Solo i dispositivi periferici inclusi nel profilo hardware attivo possono essere usati per creare metodi di acquisizione.

Creazione di un profilo hardware

L'utente può creare diversi profili hardware, ma solo un profilo alla volta può essere attivo.

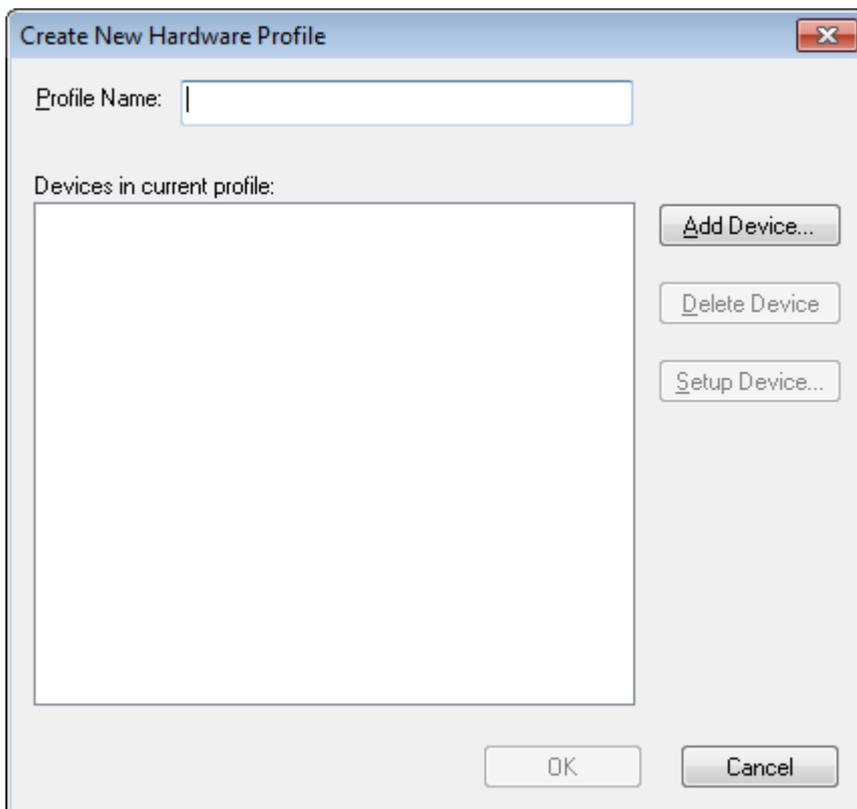
1. Sulla barra di navigazione, in **Configure**, fare doppio clic su **Hardware Configuration**.

Figura 8-1: Finestra di dialogo Hardware Configuration Editor



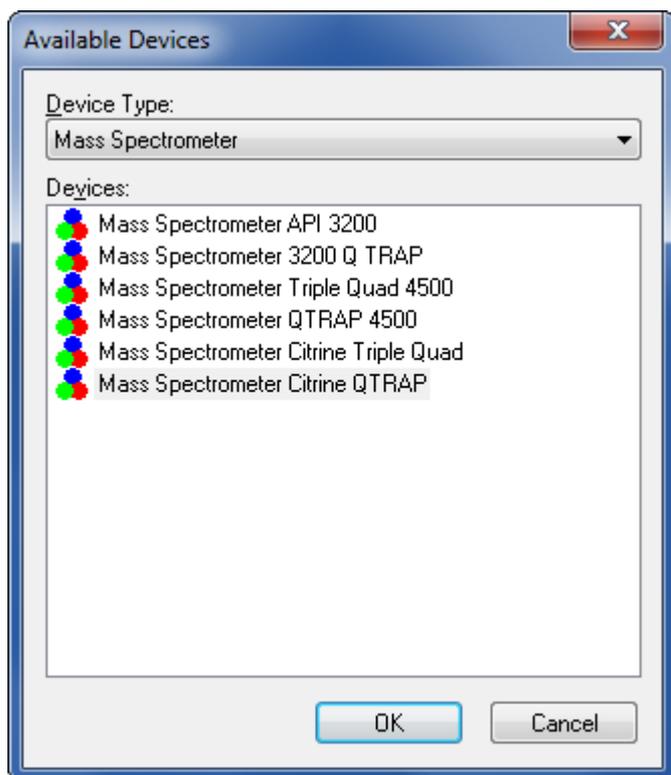
2. Fare clic su **New Profile**.

Figura 8-2: Finestra di dialogo Create New Hardware Profile



3. Inserire un nome nel campo **Profile Name**.
4. Fare clic su **Add Device**.

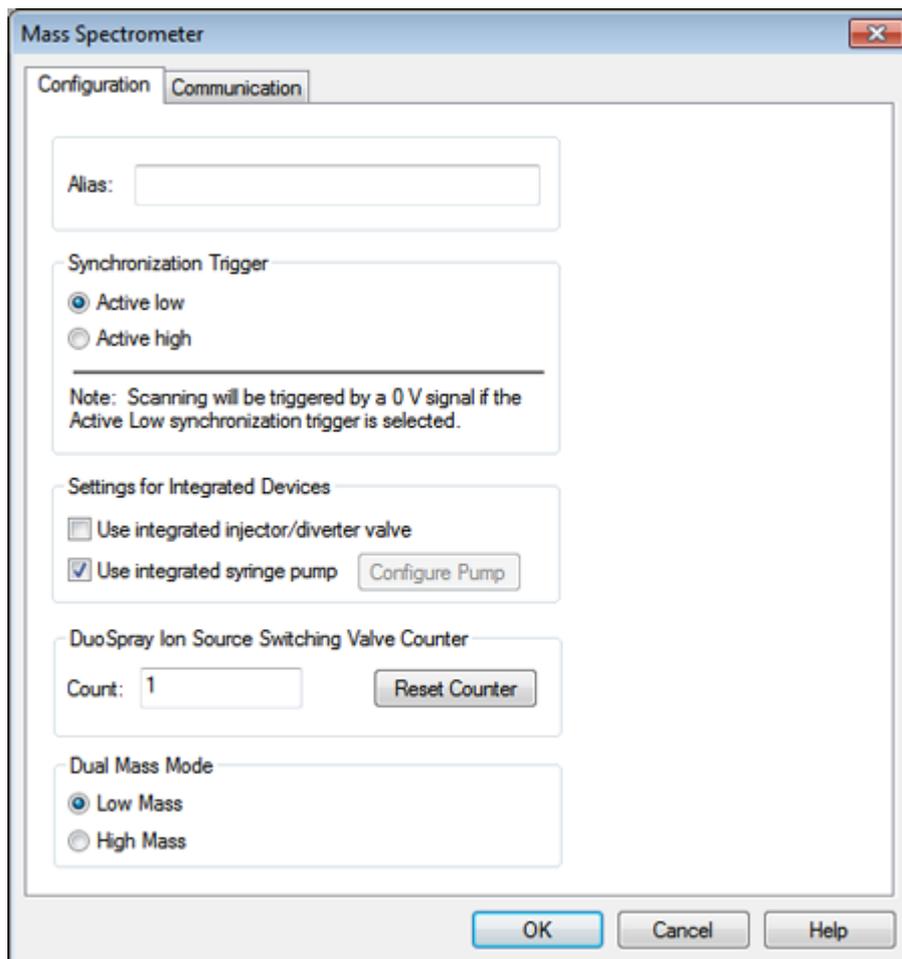
Figura 8-3: Finestra di dialogo Available Devices



Nella finestra di dialogo Available Devices, **Mass Spectrometer** è il valore preimpostato per il campo **Device Type**.

5. Nell'elenco **Devices**, selezionare lo spettrometro di massa appropriato e fare clic su **OK**.
6. Nella finestra di dialogo Create New Hardware Profile, fare clic su **Setup Device**.
7. Nella scheda Configuration, nella sezione Dual Mass Mode, selezionare una delle seguenti opzioni:
8. (Opzionale) Per configurare spettrometri di massa che usano la pompa a siringa integrata, nella scheda Configuration selezionare la casella **Use integrated syringe pump**.

Figura 8-4: Scheda Configuration con pompa a siringa configurata



9. (Opzionale) Per configurare lo spettrometro di massa per la valvola deviatrice, nella scheda Configuration, selezionare **Use integrated injector/diverter valve**.
10. (Opzionale) Selezionare altre funzioni sulle schede Configuration e Communication come richiesto.
11. Fare clic su **OK**.
12. Nella finestra di dialogo Create New Hardware Profile, fare clic su **Add Device**, quindi aggiungere e impostare ciascun dispositivo usato con lo spettrometro di massa. Fare riferimento alla sezione: [Aggiunta di dispositivi a un profilo hardware](#).
13. Fare clic su **OK** nella finestra di dialogo Create New Hardware Profile.
14. Fare clic sul profilo hardware per renderlo attivo in Hardware Configuration Editor.
15. Fare clic su **Activate Profile**.
Il segno di spunta diventa verde. Se viene mostrata una × rossa, si è verificato un problema con l'attivazione del profilo hardware.

Suggerimento! Non è necessario disattivare un profilo hardware prima di attivarne un altro. Fare clic su un profilo hardware, quindi su **Activate Profile**. Il profilo attivo viene disattivato automaticamente.

16. Fare clic su **Close**.

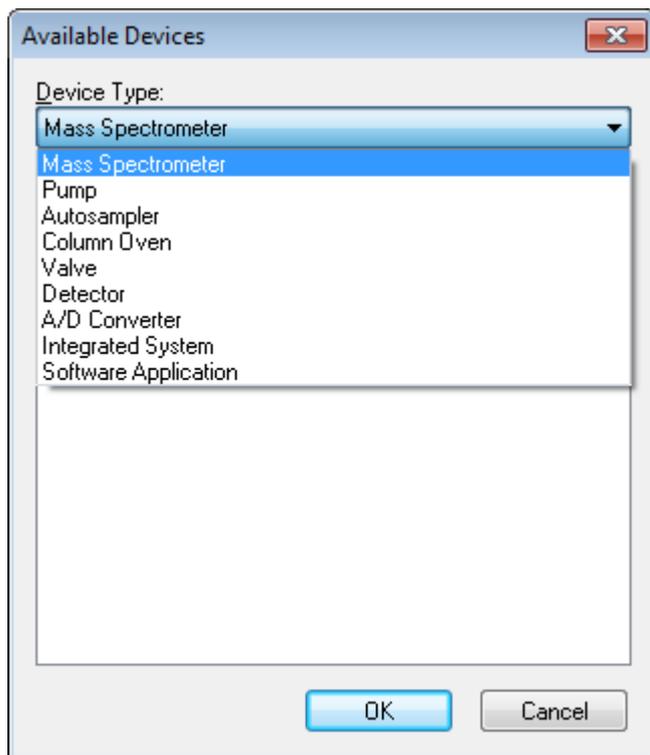
Nota: La modalità operativa corrente del profilo hardware attivo può essere visualizzata nella finestra di dialogo Detailed Status per lo strumento facendo doppio clic sull'icona Mass Spec nella sezione destra inferiore della finestra del software Analyst MD.

Aggiunta di dispositivi a un profilo hardware

I dispositivi devono essere configurati per far sì che il software possa comunicare con loro. Quando si installa il software, si installano anche i driver necessari per ogni dispositivo. Prima di poter configurare i dispositivi, è necessario collegarli fisicamente al computer. Per ulteriori informazioni, vedere il documento: *Guida dei dispositivi periferici*.

1. Aprire Hardware Configuration Editor.
2. Nell'elenco **Hardware Profiles**, disattivare il profilo hardware.
3. Fare clic su **Edit Profile**.
4. Fare clic su **Add Device**.
Viene visualizzata la finestra di dialogo Available Devices.
5. Nell'elenco **Device Type**, selezionare il dispositivo, quindi fare clic su **OK**.

Figura 8-5: Finestra di dialogo Available Devices



6. Fare clic su **OK**.
7. Selezionare il dispositivo dall'elenco **Devices** e fare clic su **OK**.
8. Fare clic su **Setup Device**.
Si aprirà una finestra di dialogo che contiene i valori di configurazione per il dispositivo.
9. (Opzionale) Nella scheda **Communication**, nel campo **Alias**, digitare un nome o altro identificatore per il dispositivo.

Nota: per i dispositivi che utilizzano la comunicazione seriale, assicurarsi che la porta seriale selezionata corrisponda alla porta seriale a cui il dispositivo è fisicamente collegato.

Nota: il campo **Alias** potrebbe anche essere denominato **Name** e potrebbe trovarsi su un'altra scheda, alla voce **Alias**.

- Se il dispositivo utilizza una **Serial Port** come interfaccia di comunicazione, selezionare la porta COM alla quale il dispositivo è collegato nell'elenco **COM Port Number**.
- Se il dispositivo utilizza **Ethernet** come interfaccia di comunicazione, digitare l'**IP Address** assegnato al dispositivo dall'amministratore o utilizzare il **Host Name** corrispondente all'indirizzo.

- Se il dispositivo utilizza una **GPIB Board** come interfaccia di comunicazione, non modificare le impostazioni per la scheda GPIB.

Gli altri valori preimpostati per il dispositivo sono probabilmente adeguati. Non modificarli. Per informazioni sulle schede Configuration e Communication, *fare riferimento al documento: Guida.*

10. Per ripristinare i valori preimpostati dei dispositivi, fare clic su nella scheda Communication **Set Defaults**.
11. Per salvare la configurazione, fare clic su **OK**.
12. Ripetere i passaggi da 4 a 11 per ogni dispositivo.
13. Fare clic su **OK** nella finestra di dialogo Create New Hardware Profile.
14. Per attivare il profilo hardware, procedere come segue:
 - a. Nella finestra di dialogo Hardware Configuration Editor, fare clic sul profilo hardware.
 - b. Fare clic su **Activate Profile**.

Il segno di spunta diventa verde. Se viene mostrata una × rossa, si è verificato un problema con l'attivazione del profilo hardware. Per ulteriori informazioni, fare riferimento alla sezione: [Risoluzione dei problemi relativi all'attivazione di un profilo hardware](#).

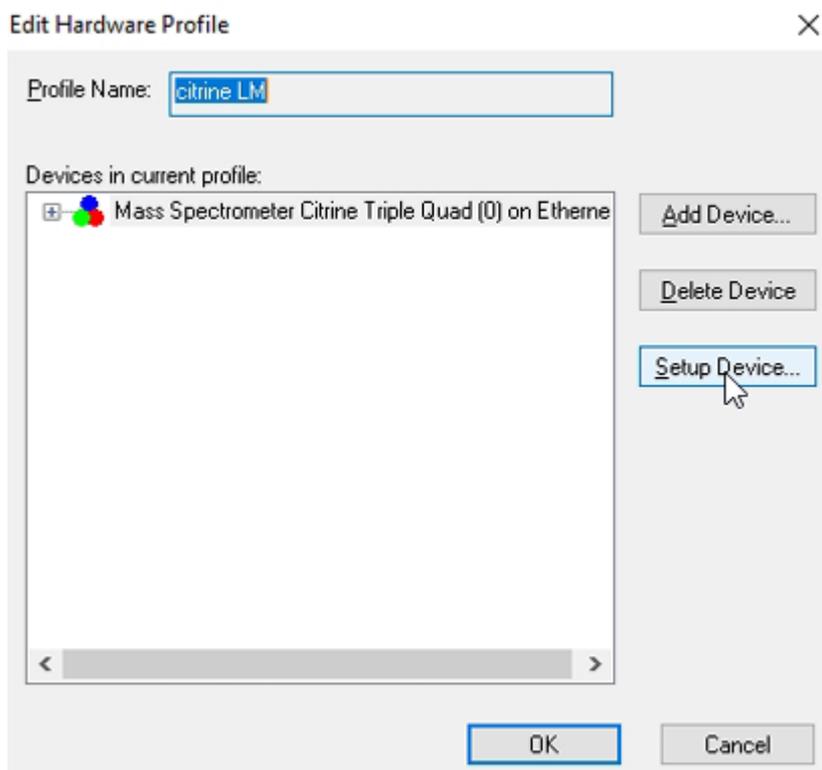
Suggerimento! Non è necessario disattivare un profilo hardware attivo prima di attivarne un altro. Fare clic su un profilo hardware non attivo, quindi su **Activate Profile**. L'altro profilo viene disattivato automaticamente.

15. Fare clic su **Close**.

Modifica dei dispositivi in un profilo hardware

1. Aprire l'Hardware Configuration Editor.
2. Nell'elenco **Hardware Profiles**, disattivare il profilo hardware.
3. Fare clic su **Edit Profile**.
4. Selezionare il dispositivo interessato e fare clic su **Setup Device**. Viene visualizzata la finestra di dialogo di configurazione del dispositivo.

Figura 8-6: Finestra di dialogo Available Devices



5. Modificare la configurazione e fare clic su **OK**.
6. Fare clic su **OK**.
7. Fare clic su **Activate Profile**.
Il segno di spunta diventa verde. Se appare una x rossa, si è verificato un problema con l'attivazione del profilo hardware. Per ulteriori informazioni, fare riferimento alla sezione: [Risoluzione dei problemi relativi all'attivazione di un profilo hardware](#).

Suggerimento! Non è necessario disattivare un profilo hardware attivo prima di attivarne un altro. Fare clic su un profilo hardware non attivo, quindi su **Activate Profile**. L'altro profilo viene disattivato automaticamente.

8. Fare clic su **Close**.

Risoluzione dei problemi relativi all'attivazione di un profilo hardware

Se non si riesce ad attivare un profilo hardware, si aprirà una finestra di dialogo che indica quale dispositivo nel profilo non può essere attivato. Un dispositivo potrebbe non attivarsi a causa di errori di comunicazione.

1. Leggere il messaggio d'errore generato. In base alla natura del messaggio, potrebbe esserci un problema con un dispositivo o nell'impostazione della comunicazione.

2. Assicurarsi che il dispositivo sia connesso alla rete elettrica e sia attivato.
3. Assicurarsi che la porta COM o l'indirizzo IP assegnato al dispositivo sia corretto.

Suggerimento! Sui computer con due porte seriali integrate, la prima porta seriale sulla scheda di espansione è di solito COM3, anche se il cavo indica P1.

4. Verificare che le impostazioni di comunicazione per il dispositivo, ad esempio, le impostazioni dual inline package (DIP), siano definite correttamente e corrispondano alle impostazioni nella scheda Communication.
5. Spegnerne il dispositivo.
6. Attendere 10 secondi.
7. Accendere il dispositivo.
Attendere finché tutte le attività di avviamento del dispositivo siano state completate prima di tentare nuovamente l'attivazione del profilo hardware. Alcuni dispositivi potrebbero richiedere 30 secondi o più per completare l'avviamento.
8. Attivare il profilo hardware.
9. Se il problema persiste, eliminare il profilo non funzionante e crearne uno nuovo.
10. Se il problema persiste, andare a sciex.com/request-support.

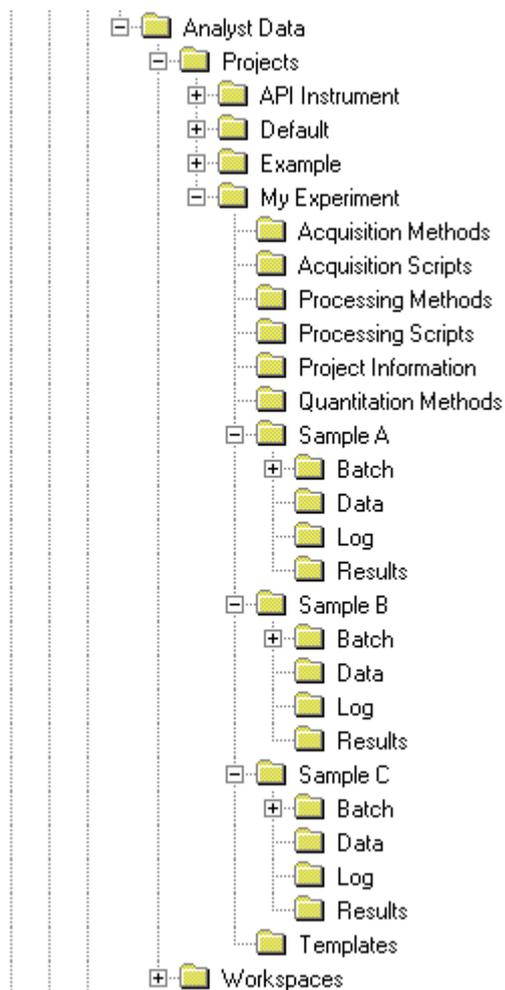
Progetti e Sottoprogetti

Prima di iniziare un esperimento, decidere dove archiviare i file correlati all'esperimento stesso. Utilizzare progetti e sottoprogetti per ogni esperimento, allo scopo di gestire meglio i dati e confrontare i risultati. Ad esempio, utilizzare i sottoprogetti per archiviare i risultati riferiti a date specifiche.

Informazioni sui sottoprogetti

Un sottoprogetto contiene un sottogruppo di cartelle del progetto. Tutti i sottoprogetti devono contenere le stesse cartelle. I sottoprogetti possono rivelarsi molto utili per organizzare i dati. Ad esempio, se differenti laboratori stanno eseguendo analisi di campioni di vari composti usando lo stesso metodo di acquisizione, i sottoprogetti possono essere usati per conservare i risultati di ciascun laboratorio, mentre la cartella del metodo di acquisizione viene conservata nella cartella del progetto. Il metodo di acquisizione sarà così disponibile per l'utilizzo con il sottoprogetto o il laboratorio. In alternativa, se i campioni vengono analizzati per un periodo di diverse settimane, i risultati di ciascun giorno possono essere conservati in un sottoprogetto separato.

Figura 8-7: Esempio di struttura di una cartella di progetti e sottoprogetti

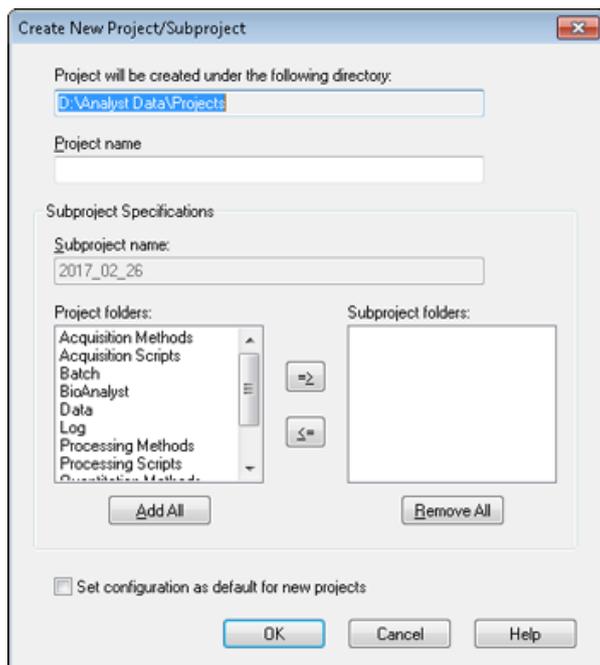


Creazione di progetti e sottoprogetti

Per creare una struttura a sottoprogetti all'interno di un progetto, definire la struttura a sottoprogetti nel momento in cui si crea il progetto.

1. Fare clic su **Tools > Project > Create Project**.

Figura 8-8: Finestra di dialogo Create New Project/Subproject



Nota: non è possibile creare un nuovo sottoprogetto per un progetto che non è stato originariamente creato con un sottoprogetto.

2. Scrivere il nome del progetto nel campo **Project name**.
3. (Opzionale) Per utilizzare sottoprogetti, procedere come segue:
 - a. Selezionare le cartelle necessarie e usare i pulsanti freccia per spostarle nell'elenco **Subproject folders**.
 - b. Nel campo **Subproject name**, immettere un nome per il primo sottoprogetto o usare la data già impostata.
4. (Opzionale) Per impostare questa organizzazione in progetti e sottoprogetti come base per tutti i nuovi progetti, selezionare la casella di controllo **Set configuration as default for new projects**.
Tutti i nuovi progetti saranno creati con le cartelle configurate in questo modo.
5. Fare clic su **OK**.

Creazione di sottoprogetti

I sottoprogetti possono essere creati solo in un progetto che è stato già impostato per contenere sottoprogetti.

1. Selezionare il progetto dall'elenco **Project** della barra degli strumenti **Project**.
2. Fare clic su **Tools > Project > Create Subproject**.

3. Nella casella **Subproject name**, inserire un nome per il sottoprogetto o usare la data esistente.
4. Fare clic su **OK**.

Copia di sottoprogetti

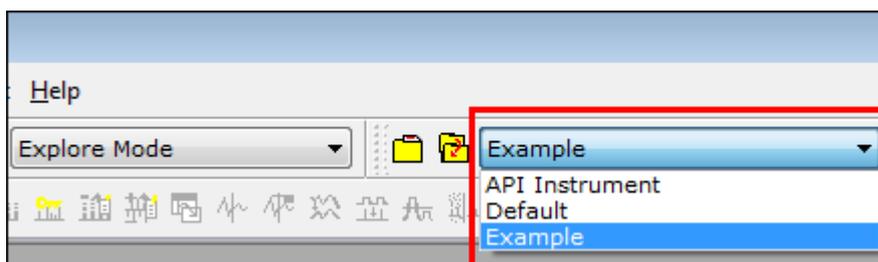
Un sottoprogetto può essere copiato da un altro progetto che contiene già dei sottoprogetti. Se i sottoprogetti copiati contengono cartelle che esistono anche nella cartella del progetto di destinazione, il software usa le cartelle a livello del progetto.

1. Fare clic su **Tools > Project > Copy Subproject**.
Viene visualizzata la finestra di dialogo Copy Subproject.
2. Fare clic su **Browse** per andare all'origine del sottoprogetto.
3. Fare clic su **OK**.
4. Selezionare il sottoprogetto nell'elenco **Source Subproject**.
5. Fare clic su **Browse** per andare alla destinazione del sottoprogetto.
6. Inserire il nome nel campo **Target Subproject**.
7. Fare clic su **OK**.
8. Eseguire una delle seguenti operazioni:
 - Per copiare tutte le cartelle e i file dalla **Subproject Source** nella **Subproject Destination**, spuntare la casella **Copy Contents**.
 - Per copiare solo la struttura delle cartelle e non il contenuto nella cartella **Subproject Destination**, assicurarsi che la casella **Copy Contents** non sia selezionata.
9. Fare clic su **Copy**.

Passaggio tra progetti e sottoprogetti

Nella barra degli strumenti del software, dall'elenco dei progetti, fare clic sul progetto o sottoprogetto richiesto.

Figura 8-9: Elenco progetti



L'elenco progetti in questa figura mostra le cartelle **Default**, **API Instrument** e **Example**.

Cartelle di progetto installate

Con il software vengono installate tre cartelle di progetto: **DefaultAPI Instrument e Example**.

Cartella API Instrument

La cartella API Instrument è una cartella unica ed è molto importante per il corretto funzionamento dello spettrometro di massa. La cartella API Instrument contiene le informazioni necessarie per il tuning e la calibrazione dello spettrometro di massa. Queste informazioni includono:

- File delle impostazioni dei parametri
- File di riferimento
- File di dati dello strumento che contengono informazioni su calibrazione e risoluzione
- Metodi di acquisizione usati durante il tuning automatico

La cartella API Instrument contiene anche file di dati per le attività di tuning manuale, che sono state eseguite usando il pulsante **Start** e non il pulsante **Acquire**. Questi file di dati vengono salvati automaticamente nella cartella `API Instrument\Tuning Cache` con il nome composto dalla data e dall'ora di creazione. La cartella Tuning Cache viene cancellata automaticamente a intervalli regolari.

Cartella Default

La cartella Default contiene le cartelle che sono presenti nei nuovi progetti e serve come modello per i nuovi progetti.

Cartella Example

La cartella Example contiene metodi e file di dati di esempio. Gli utenti possono fare pratica lavorando in modalità Explore o Quantitate. I file di esempio sono ordinati in sottocartelle per tipo di spettrometro di massa e applicazione.

Istruzioni Operative - Tuning e calibrazione

9

Eseguire l'opzione **Verify instrument performance** una volta a settimana o dopo che lo spettrometro di massa è stato pulito per verificare che il sistema stia funzionando correttamente. In generale, per i sistemi a triplo quadrupolo, la calibrazione e la risoluzione sono mantenute per un periodo compreso tra tre e sei mesi, a meno che il sistema non perda vuoto. Per i sistemi QTRAP la risoluzione deve essere mantenuta per un periodo compreso fra tre e sei mesi, ma il sistema deve essere calibrato all'incirca una volta al mese. Se il sistema perde vuoto, controllare la calibrazione e la risoluzione prima di usare il sistema. Per ulteriori informazioni sul tuning e la calibrazione, fare riferimento ai documenti: *Guida avanzata per l'utente* ed *Esercitazione sul tuning manuale*.

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

Prerequisiti

- La nebulizzazione deve essere stabile ed è necessario utilizzare la soluzione per il tuning corretto.
- È necessario configurare una stampante.

Materiali richiesti

- Soluzioni di tuning fornite nel kit prodotti chimici standard fornito con il sistema. Se necessario, è possibile ordinare un nuovo kit da SCIEX. Fare riferimento alla sezione: [Soluzioni e ioni per la calibrazione](#).
- Serie di siringhe a tenuta di gas da 5 ml, 1 ml, o 250 µl.
- Tubo del campione PEEK rosso.

Informazioni sulla messa a punto e la calibrazione

La messa a punto dello strumento è il processo di ottimizzazione della risoluzione e dei parametri strumento per ottenere la sensibilità e le prestazioni migliori dello spettrometro di massa. L'ottimizzazione della risoluzione interessa la regolazione della larghezza e della forma del picco. È possibile mettere a punto e calibrare lo strumento automaticamente o manualmente.

ATTENZIONE: Errore di calibrazione potenziale. Una variazione della temperatura superiore ai 2 °C può influire sulla risoluzione e sulla calibrazione di massa.

Suggerimento! Pulire la regione del Q0 regolarmente per ridurre al minimo l'impatto della carica (una notevole perdita di sensibilità degli ioni di interesse in un breve periodo di tempo) sui quadrupoli. Contattare l'addetto alla manutenzione qualificato (QMP) oppure il responsabile dell'assistenza tecnica (FSE).

Automatic tuning: il software esegue l'ottimizzazione della risoluzione e la calibrazione di massa, utilizzando l'Instrument Optimization Wizard. Per gli strumenti LIT, vengono eseguite anche le ottimizzazioni MS3.

Manual tuning: in molti strumenti l'ottimizzazione della risoluzione e le calibrazioni possono essere eseguite manualmente.

Backup della cartella API Instrument

Eseguire il backup della cartella `API Instrument` con regolarità e dopo l'esecuzione della manutenzione ordinaria.

Copiare la cartella `API Instrument`, incollarla in un'altra posizione, preferibilmente in un altro computer, quindi rinominare la cartella. Usare la data e il riferimento a uno spettrometro di massa per rinominare la cartella, se è presente più di uno spettrometro di massa, Ad esempio, `API Instrument_instrument model3_010107`.

Backup dei parametri strumento

1. Sulla barra di navigazione, in **Tune and Calibrate**, fare doppio clic su **Instrument Optimization**.
2. Fare clic su **File > Backup Instrument Settings Files** nella finestra di dialogo Instrument Optimization.
3. Digitare un nome file e fare clic su **Save**.
4. Fare clic su **Exit**.

Ripristino dei parametri strumento

1. Sulla barra di navigazione, in **Tune and Calibrate**, fare doppio clic su **Instrument Optimization**.
2. Fare clic su **File > Restore Instrument Settings Files** nella finestra di dialogo Instrument Optimization.
3. Accedere alle impostazioni dello strumento da ripristinare e fare clic su **Open**.
4. Fare clic su **Exit**.

Tuning e calibrazione automatici

Instrument Optimization è un software di tuning automatico dello strumento che sintonizza le modalità quadrupolo e LIT ed esegue la calibrazione di massa. Per la modalità quadrupolo, regola gli offset di risoluzione. Per le modalità LIT, ottimizza AF3 e EXB. Per MS3, regola i coefficienti Excitation e Isolation. Selezionare una delle opzioni delle prestazioni strumento:

- **Verify instrument performance:** testa le prestazioni dello strumento, ma lascia invariate le impostazioni dello strumento. Un report viene generato al termine del test. Questa opzione può essere utilizzata con cadenza settimanale per verificare le prestazioni dello strumento.
- **Adjust mass calibration only:** verifica e regola automaticamente la calibrazione di massa. Se la calibrazione di massa è variata, il software la rettifica. Questa opzione può essere utilizzata con cadenza settimanale per gli strumenti LIT oppure mensilmente per verificare e regolare la calibrazione di massa, se necessario.
- **Adjust instrument settings:** verifica e regola le impostazioni dello strumento e la calibrazione di massa. Le impostazioni dello strumento sono aggiornate da quelle correnti a quelle ottimali. Utilizzare questa opzione se le prestazioni dello strumento sono scarse o se la forma del picco non è corretta. Solo gli utenti esperti devono regolare le impostazioni dello strumento.

Nota: i vecchi metodi LIT devono essere aggiornati con le nuove impostazioni. Commutare la velocità LIT nella scheda Advanced MS e salvare il metodo.

- **Reset selected scan modes to default values and adjust instrument settings:** reimposta i valori dello strumento sui valori preimpostati in fabbrica. Selezionare questa opzione in caso di sostituzione di un componente di rilievo dello strumento o dopo la prima installazione. Solo i rappresentanti dell'assistenza sul campo dovrebbero utilizzare questa opzione.

Eseguire il backup dei parametri strumento attuali qualora sia necessario ripristinarli successivamente. La posizione preimpostata dei parametri strumento è <unità>:\Analyst Data\Projects\API Instrument\Instrument Optimization\Instrument Settings Backups\User Created Backups.

Verifica delle prestazioni dello strumento

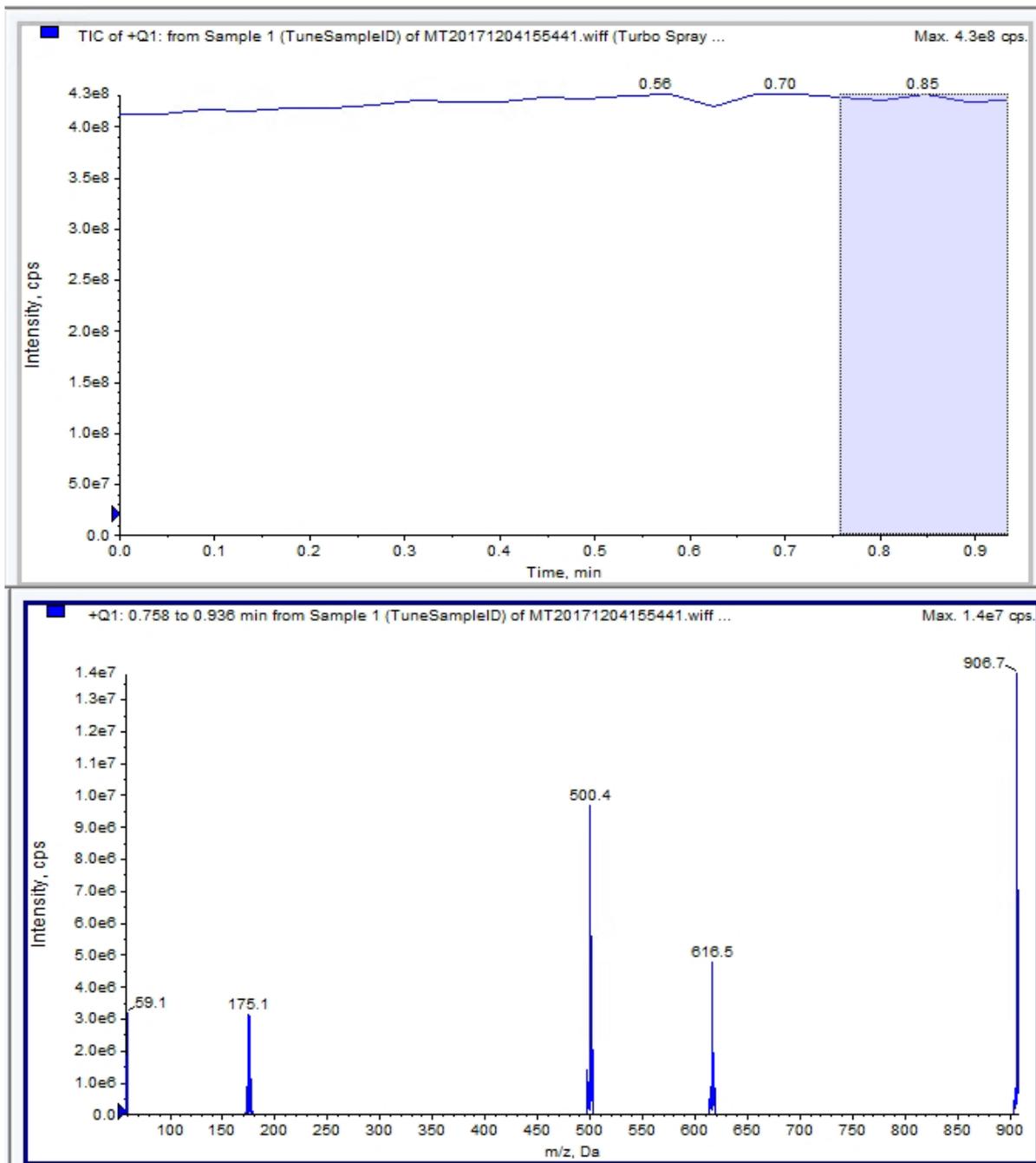
Utilizzare questa procedura per verificare o regolare le prestazioni dello spettrometro di massa. Per informazioni sull'uso delle altre opzioni sulle prestazioni dello strumento, fare riferimento al documento: *Help*.

Prerequisiti

- La pompa a siringa è attivata nel profilo hardware. Se la pompa a siringa non è attivata, modificare il profilo hardware. Fare riferimento alla sezione: [Aggiunta di dispositivi a un profilo hardware](#).
- La cartella API Instrument è selezionata.

1. Sulla barra di navigazione, in **Tune and Calibrate**, fare doppio clic su **Manual Tuning**.
2. Avviare la pompa a siringa, digitare **5** nel campo **Duration**, quindi eseguire un metodo di calibrazione. Confermare che il cromatogramma ionico totale (TIC) sia stabile e che i picchi di interesse siano presenti nello spettro.

Figura 9-1: Esempio di TIC stabile e picchi di interesse



3. Sulla barra di navigazione, in **Tune and Calibrate**, fare doppio clic su **Instrument Optimization**.
Si aprirà la finestra di dialogo Instrument Optimization.
4. Fare clic su **Verify instrument performance**.
5. Fare clic su **Next**.

6. Fare clic su **Approved Tuning**.
7. Fare clic su **Next**.
8. Selezionare una **Tuning Solution** dall'elenco.
Sono disponibili diverse modalità in base alla soluzione selezionata:
 - a. Fare clic su una polarità.
 - b. (Se sono disponibili) Fare clic su **Q1** e **Q3** alla sezione Quad.
 - c. (Se sono disponibili) Fare clic sulle velocità di scansione richieste.
 - d. (Se sono disponibili) Fare clic sulle velocità di scansione alla sezione LIT.
 - e. (Se sono disponibili) Fare clic su **Excitation** nella sezione MS/MS/MS.
9. Fare clic su **Next**.
10. Se si apre la pagina Select a mode, selezionare **Automatic**.
11. Fare clic su **Next**.
12. Fare clic su **GO**.
Viene visualizzata la finestra di dialogo Verifying or Adjusting Performance. Dopo che il processo è stato completato, si aprirà la schermata Results Summary. Per ulteriori informazioni, fare riferimento al documento: *Guida*.
13. (Se applicabile, a seconda delle opzioni selezionate) Al prompt, modificare le soluzioni per polarità e tipi di scansione diversi.

Finestra di dialogo Verifying or Adjusting Performance

L'angolo in alto a sinistra mostra la parte dello strumento che viene messa a punto.

Il grafico Current Spectrum mostra lo spettro della scansione corrente, la scansione ottimale scelta dal software o la scansione al valore corrente del parametro quando i risultati del software sono visualizzati in modalità interattiva.

La voce Instrument Optimization Decision Plots, nel grafico in alto a destra, mostra dinamicamente le curve intensità-tensione dei parametri in corso di ottimizzazione.

Results Summary

Il Results Summary è un registro di tutte le modifiche alle impostazioni dello strumento apportate tramite la procedura guidata Instrument Optimization.

Il Results Summary include la posizione dei dati e i file di backup delle impostazioni strumento non un record dettagliato delle modifiche e dei risultati durante l'ottimizzazione.

Il Results Summary contiene anche un report di verifica. Questo report contiene un'immagine catturata dello spettro di massa per ogni massa relativa alle modalità di scansione in corso di verifica. Lo spettro è etichettato con la massa target, la posizione in cui la massa è

stata trovata, lo spostamento della massa, la larghezza e l'intensità dei picchi. Lo spettro può essere utilizzato come un registro grafico della forma dei picchi o delle prestazioni di una determinata modalità di scansione. Una tabella riepilogativa dei risultati accompagna gli spettri.

Il Results Summary viene salvato automaticamente nel seguente percorso:

`<drive>:\Analyst Data\Projects\API Instrument\Data\Instrument Optimization\yyyy-mm-dd\results.pdf`, dove **aaaa-mm-gg** è la data in cui è stato creato il report. Gli utenti possono stampare il Results Summary o aprirne uno salvato in precedenza.

Ripristino della cartella API Instrument

Eeguire il backup della cartella `API Instrument` con regolarità e dopo l'esecuzione della manutenzione ordinaria.

1. Rinominare la cartella corrente `API Instrument`.
2. Copiare la cartella di backup nella cartella `Projects`.
3. Cambiare il nome della cartella di backup in `API Instrument`.

Istruzioni operative - Ottimizzazione automatica

10

Per mettere a punto i parametri dello strumento per un particolare composto, si consiglia la seguente procedura. La miscela dei quattro composti viene usata per illustrare le fasi della procedura. L'utente deve applicare la stessa procedura utilizzando i composti appropriati relativamente al test desiderato.

Questa sezione descrive come:

- Ottimizzare automaticamente l'analita utilizzando la procedura guidata Compound Optimization.
- Scegliere tra l'infusione e l'analisi ad iniezione in flusso (FIA).
- Ottimizzare i parametri:
 - Se si è scelta l'analisi infusione, usare un metodo di infusione per ottimizzare i parametri dipendenti da composto.
 - Se si è scelta l'analisi FIA, usare il FIA per ottimizzare i parametri dipendenti da sorgente di ionizzazione e composto.

Questa procedura utilizza minoxidil, tolbutamide, reserpina e rescinnamina come composti di esempio. Possono essere usati altri composti disponibili, ma i metodi devono essere regolati di conseguenza.

L'utente può anche ottimizzare i composti manualmente. Fare riferimento al documento: *Guida per l'utente del sistema* per lo spettrometro di massa.

Prerequisiti

- Lo spettrometro di massa è sintonizzato e calibrato.
- (Per analisi FIA) È disponibile un modello di metodo di acquisizione.
- (Per analisi FIA) Una pompa LC e un autocampionatore sono collegati e configurati nel profilo hardware.
- Tutti i dispositivi periferici richiesti, inclusi i componenti LC, se necessari, sono configurati nel profilo hardware.

Materiali richiesti

- Una siringa, preferibilmente da 1.0 mL.
- (Per analisi FIA) Fase mobile 1:1 acetonitrile:acqua + 2 mM acetato di ammonio + 0,1% acido formico.

Nota: gli utenti possono scegliere una fase mobile diversa in base alle proprietà sperimentali del composto.

- Pompa LC e Autocampionatore.
- (Per analisi FIA) Fiale per autocampionatore.

Informazioni sull'ottimizzazione automatica

L'ottimizzazione automatica controlla prima la presenza dei composti. Le tensioni dei vari parametri del percorso ioni vengono gradualmente aumentati o diminuiti per determinare l'intensità massima del segnale della scansione Q1 per ogni ione. Un file di testo viene generato e mostrato durante il processo di ottimizzazione. Questo file registra gli esperimenti eseguiti e il valore ottimale per ciascun parametro. Viene anche generata una cartella contenente tutti gli esperimenti eseguiti che può essere trovata aprendo la cartella dei file di dati in modalità Explore. Per ogni esperimento eseguito, viene anche generato un metodo di acquisizione che viene salvato nella cartella Acquisition Method.

Durante il processo di ottimizzazione, selezionare come scegliere lo ione precursore e gli ioni prodotto corrispondenti.

Modalità di introduzione del campione

Infusione

L'infusione è il flusso continuo del campione a basse velocità di flusso nella sorgente di ionizzazione mediante una pompa a siringa. Durante il processo di ottimizzazione dell'infusione, il software può selezionare gli ioni precursori e prodotto e ottimizzare il potenziale di declustering, l'energia di collisione e il potenziale in uscita dalla cella di collisione. Le tensioni dei parametri del percorso ioni vengono gradualmente aumentate o diminuite per ottenere l'intensità massima del segnale per gli ioni precursore e prodotto.

Utilizzare l'ottimizzazione dell'infusione per ottimizzare solo i parametri dipendenti dal composto, a velocità di flusso di gran lunga inferiori rispetto a quelle utilizzate durante l'analisi LC-MS/MS.

FIA

La FIA è l'iniezione di un campione tramite autocampionatore nello spettrometro di massa usando un sistema LC. Durante il processo di ottimizzazione FIA, vengono eseguite diverse iniezioni di campione per vari tipi di parametri dipendenti dalla sorgente di ionizzazione o dal composto che vengono cambiati tra le iniezioni. L'ottimizzazione del composto FIA ottimizza i parametri eseguendo esperimenti in loop in successione. Un parametro dipendente

dal composto è ottimizzato prima ed è seguito dal parametro dipendente dal composto successivo. FIA ottimizza i parametri dipendenti da sorgente di ionizzazione effettuando un'iniezione per ciascun valore.

I parametri del composto devono essere limitati utilizzando almeno altri due cicli FIA.

Utilizzare l'ottimizzazione FIA per ottimizzare sia i parametri dipendenti dal composto sia quelli dipendenti dalla sorgente usando un sistema LC a velocità di flusso superiori.

Tabella 10-1: Differenze tra metodi di introduzione del campione

Metodo	Dispositivi necessari	Parametri	Gamma delle velocità di flusso tipiche
Infusione	Pompa a siringa	Dipendente dal composto	Da 5 µL/min a 25 µL/min
FIA	Pompa LC e Autocampionatore	Dipendente dal composto e dalla sorgente di ionizzazione	Da 25 µL/min a 1000 µL/min

Durante l'ottimizzazione, viene generato e mostrato un file di testo. Questo file registra gli esperimenti eseguiti e i valori ottimali per ciascun parametro. Viene generata anche una cartella contenente tutti i file di dati. Per ogni esperimento eseguito, viene generato anche un metodo di acquisizione che viene salvato nella cartella `Acquisition Methods`.

Ottimizzazione automatica di un analita mediante infusione

Utilizzare questa procedura per eseguire l'ottimizzazione MS/MS automatica mediante infusione con uno ione precursore noto e uno ione prodotto non noto.

Conferma della presenza di composti

Confermare la presenza di composti di interesse prima di proseguire con l'ottimizzazione automatica.

1. Nel software Analyst MD, creare un progetto.
2. Attivare il profilo hardware.
3. Preparare il campione:
 - a. Aspirare il composto in soluzione nella siringa e rimuovere l'aria dalla siringa.
 - b. Usare il tubo con lo speciale adattamento per collegare la siringa allo spettrometro di massa.
 - c. Installare la siringa nella pompa a siringa integrata.
4. Infondere il composto in soluzione ad una velocità da 5 µL/min a 10 µL/min.

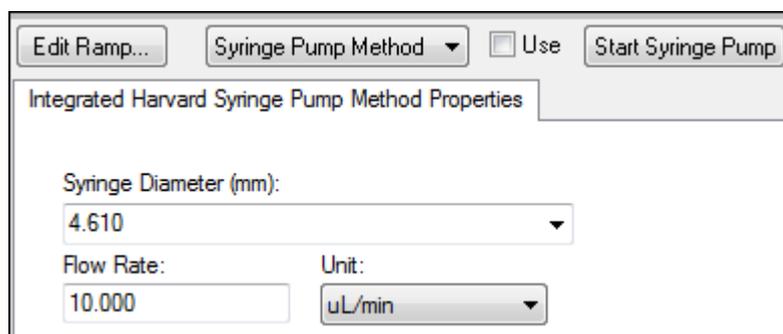
Istruzioni operative - Ottimizzazione automatica

5. Sulla barra di navigazione, in **Tune and Calibrate**, fare doppio clic su **Manual Tuning**.
6. Nel campo elenco dei metodi, fare clic su **Syringe Pump Method**.
7. Nella scheda Syringe Pump Method Properties, immettere i valori dei parametri appropriati. Fare riferimento alla tabella: [Tabella 10-2](#).

Tabella 10-2: Scheda Syringe Pump Method Properties

Parametro	Valore tipico
Syringe Diameter	Dipendente da siringa; la siringa da 1.0 mL è 4.610 mm
Flow Rate	Da 5 a 10
Unit	$\mu\text{L}/\text{min}$

Figura 10-1: Scheda Syringe Pump Method Properties

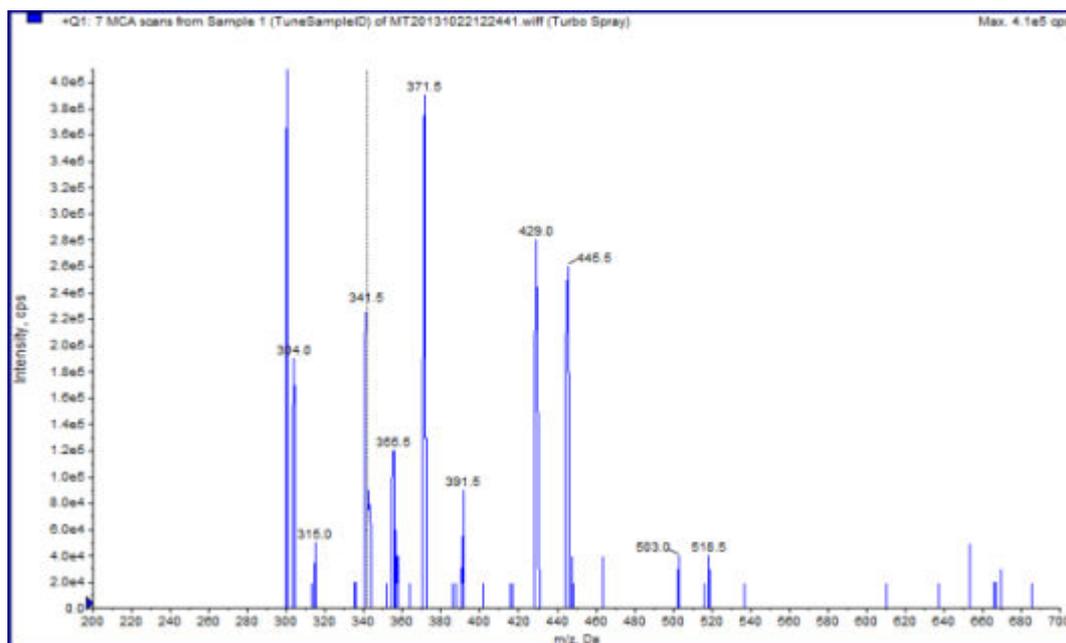


8. Fare clic su **Start Syringe Pump**.
9. Fare clic su **MS Method** nell'elenco dei metodi.
10. Fare clic su **Start**.
11. Attendere finché non vengono mostrati un TIC uniforme sulla sinistra e i picchi sulla destra, quindi fare clic su **Stop**.
12. Selezionare la casella di controllo **MCA**.
13. Digitare 10 nel campo **Cycles**.
14. Fare clic su **Start**.

Quando le dieci scansioni sono completate, il grafico mostra le masse dei quattro composti come ioni.

Nota: Le intensità dei composti devono essere molto più alte dei picchi di rumore più piccoli, ma non così alte da non poter vedere picchi di rumore. Nel primo caso, il picco potrebbe non essere un composto reale. Nel secondo caso, la concentrazione potrebbe essere troppo elevata tanto da non consentire al software di ottimizzare in modo corretto.

Figura 10-2: Ioni del composto



Esecuzione dell'ottimizzazione MS e MS/MS automatica mediante l'infusione con un ione precursore conosciuto e un ione prodotto sconosciuto

L'ottimizzazione automatica per l'analisi MS/MS ottimizza alcuni parametri dipendenti dal composto per una o più transizioni MRM. Il software trova lo ione di interesse e ottimizza i parametri dipendenti dal composto per ottenere la massima sensibilità per il composto. Il software aumenta la CE e raccoglie i frammenti più intensi soddisfacendo tutti i criteri di selezione degli ioni prodotto.

Se il segnale di scansione iniziale Q1 è troppo alto, il software tenta di ridurre il CEM per mantenere gli ioni all'interno del raggio d'azione del rivelatore. Se il segnale continua ad essere troppo alto anche dopo la riduzione del CEM, il processo si ferma e visualizza un messaggio di errore. Diluire la soluzione e riavviare l'ottimizzazione. Accertarsi di aver spurgato la linea di infusione.

I parametri dell'ultima ottimizzazione quantitativa vengono memorizzati.

1. Controllare che nella pompa a siringa sia stata caricata la corretta concentrazione della soluzione e che la pompa a siringa sia stata attivata.

La pompa a siringa deve essere attivata nella finestra Manual Tune prima che inizi l'ottimizzazione del composto.

Se una pompa a siringa integrata è disponibile ed è stata attivata, il LED di stato della pompa a siringa lampeggia.

2. Sulla barra di navigazione, in **Tune and Calibrate**, fare doppio clic su **Compound Optimization**.

Istruzioni operative - Ottimizzazione automatica

Viene visualizzata la pagina Instrument Settings.

3. Nella sezione Inlet, fare clic su **Infusion**.
4. Nella sezione **MS/MS Analysis** Mass Spectrometer, fare clic su .
5. Fare clic su **Next**.
Viene visualizzata la pagina Ions to use in MS/MS Analysis.
6. Selezionare i valori dei parametri appropriati. Fare riferimento alla tabella: [Tabella 10-3](#).

Tabella 10-3: Esempio di parametri da usare nella pagina MS/MS Analysis

Parametro	Valore
MW Ion: Search Window	2.500
Resolution	Unità
Polarity	Positiva o negativa, in base alle proprietà del composto target
Product Ion	Auto Select
Resolution	Unità

Nota: l'algoritmo di ottimizzazione cerca il picco più intenso nella finestra di ricerca specificata. Se il picco più intenso in quella finestra non è la massa di interesse, il software viene ottimizzato per lo ione sbagliato.

7. Fare clic su **Criteria** accanto all'opzione **Auto Select**.
Viene visualizzata la finestra di dialogo Product Ion Auto Selection Criteria.
8. Digitare i valori dei parametri appropriati. Fare riferimento alla tabella: [Tabella 10-4](#).

Tabella 10-4: Esempio di finestra di dialogo dei criteri di selezione automatica dello ione prodotto

Parametro	Valore	Descrizione
From the Most Intense (peaks)	3	Il numero di picchi frammento da ottimizzare. L'algoritmo genera uno spettro di scansione di ione prodotto aumentando la CE in modalità MCA. In questo esempio, l'algoritmo sceglie dallo spettro i tre ioni frammento più intensi e continua l'ottimizzazione MS/MS solo su questi frammenti. Per i composti sconosciuti, selezionare più picchi.

Tabella 10-4: Esempio di finestra di dialogo dei criteri di selezione automatica dello ione prodotto (continua)

Parametro	Valore	Descrizione
Build final method using (most intense peaks)	2	<p>Il numero di ioni frammento per ione precursore (composto di destinazione) da includere automaticamente nel metodo di acquisizione. Il numero specificato definisce il numero di transizioni MRM da includere per ogni composto target nel metodo. L'ordine di preferenza si basa sull'intensità dello ione frammento.</p> <p>Due è un valore di partenza migliore di uno perché generalmente per la quantificazione sono necessari due ioni prodotto. Iniziare con tre, qualora vi sia un problema con uno dei due migliori. Tornare indietro e il terzo è già identificato.</p> <p>Per i composti sconosciuti, selezionare più picchi da usare in caso di interferenza.</p>
Exclude Product Ions within \pm (Da of Precursor Ion m/z)	20.000	<p>Il valore Da che definisce la finestra di esclusione attorno allo ione precursore. Gli ioni frammento che rientrano in questa finestra non vengono selezionati per l'ottimizzazione MRM. Ad esempio, se l'utente digita ± 5 Da per uno ione precursore con un valore m/z pari a 500, gli ioni frammento entro un valore m/z compreso tra 495 e 505 vengono esclusi. Questo evita che lo ione precursore sia ottimizzato come ione prodotto.</p>
Min. Mass for Product Ion (Da)	60.000	<p>La massa di frammento più bassa da considerare per l'ottimizzazione. Utilizzare questa opzione per aumentare o diminuire le dimensioni della finestra che contiene gli ioni frammento da considerare dalla massa precursore.</p>
Threshold for Product Ion (cps)	100.000	<p>Numero minimo di conteggi per uno ione prodotto da considerare.</p>

9. Fare clic su **OK** per salvare le modifiche ai criteri di selezione.
10. Fare clic su **Next**.
Viene visualizzata la finestra di dialogo Target Components.
11. Digitare i valori dei parametri appropriati. Fare riferimento alla tabella: [Tabella 10-5](#).

Nota: il nome del composto deve essere univoco per ogni composto o transizione.

Tabella 10-5: Esempio di parametri per la finestra di dialogo dei composti target

Composto di destinazione	Campo	Valore
Reserpina	Nome del composto	Reserpina
	MW (Da) ²	609.3
	No. cariche	1
Minoxidil	Nome del composto	Minoxidil
	MW (Da) ²	210.2
	No. cariche	1
Tolbutammide	Nome del composto	Tolbutammide
	MW (Da) ²	271.1
	No. cariche	1
Rescinnamina (IS)	Nome del composto	Rescinnamina
	MW (Da) ²	635,3
	No. cariche	1

12. Fare clic su **Finish** per avviare il processo di ottimizzazione.

Vengono mostrate due finestre, una finestra con file di testo e una finestra di acquisizione. L'utente potrebbe dover ridurre a icona una finestra per vedere l'altra. L'esperimento in fase di esecuzione è mostrato nella parte superiore della finestra di acquisizione. L'asse X mostra il parametro in corso di ottimizzazione per ogni esperimento. La finestra file di testo viene aggiornata quando si generano risultati.

Al termine dell'ottimizzazione, viene creato un file di acquisizione MRM con il nome *<compound>_QOpt_FinalMRM_Pos.dam*, dove *<compound>* è il primo composto nella pagina Target Components.

Revisione dei risultati di ottimizzazione

Al termine dell'ottimizzazione, i parametri ottimizzati vengono salvati in un metodo di acquisizione. Tutti i file dam e wiff generati durante il processo di ottimizzazione vengono salvati rispettivamente nella cartella *Acquisition Methods* e in una sottocartella della cartella *Data* del progetto. Il nome della sottocartella è generato utilizzando il nome del composto e la data.

1. Dopo aver completato l'ottimizzazione, stampare il file di testo contenente i parametri ottimizzati per ciascun composto.
2. Fare clic su **File > Open**, quindi selezionare il file *Reserpine_QOpt_FinalMRM.POS.dam*.

² Digitare la massa ionica esatta.

3. Confrontare i valori del file di testo con quelli del file dam.
4. Ispezionare il contenuto delle seguenti cartelle:
 - **Data:** rivedere tutte le esecuzioni effettuate durante l'ottimizzazione. Confrontare un file wiff con il valore ottimizzato nel metodo o con i parametri stampati.
 - **Acquisition Method:** il file `Reserpine_QOpt_FinalMRM.POS.dam` e altri file dam creati durante l'ottimizzazione.
 - **Log:** file di report (rtf) mostrato durante il processo di ottimizzazione.

Ottimizzazione automatica di un analita mediante FIA

Prerequisiti
<ul style="list-style-type: none">• Identificare gli ioni per i composti e salvare il metodo di acquisizione di base.• Aggiungere un autocampionatore e una pompa LC al metodo di acquisizione di base. L'utilizzo del FIA per l'ottimizzazione richiede che questi dispositivi siano attivi nel profilo hardware.• Creare un metodo di acquisizione LC-MS/MS basato sul file <code>Reserpine_QOpt_FinalMRM.POS.dam</code> e nominare il nuovo metodo.

Nota: sebbene sia possibile utilizzare la FIA per ottimizzare parametri dipendenti dal composto, in genere non si procede in questo modo a causa del numero di cicli necessari per ottenere i valori dei parametri ottimali.

1. Mettere una diluizione di miscela a quattro composti nell'autocampionatore. È necessario avere a disposizione una quantità di campione sufficiente per osservare ogni variabile di ciascun parametro e poter disporre di residui del campione. Ad esempio, per testare i parametri di temperatura effettuando una corsa a 300 °C, 400 °C e 500 °C, se il volume di iniezione è di 10 µL, è necessario un volume di campione superiore a 30 µL (3 × 10 µL di iniezione).
2. Assicurarsi che **LC Sync** sia selezionato nel metodo.

Nota: In modalità LC Sync, lo spettrometro di massa è coordinato al sistema LC per assicurare la corretta acquisizione dei dati.

Figura 10-3: Metodo di acquisizione con opzione LC Sync selezionata

Acquisition Method Properties

Comment:

Duration (min):

Synchronization Mode: **LC Sync** ▼

Auto-Equilibration

Auto-Equilibration

Auto-Equilibration Duration (min):

- Controllare che la sorgente di ionizzazione e i parametri dei gas siano impostati a valori ragionevoli per prevenire la contaminazione dello spettrometro di massa durante l'ottimizzazione. Fare riferimento alla sezione: [Ottimizzazione della sorgente di ionizzazione](#).
- Impostare il micrometro orizzontale alla 5.
- Impostare il micrometro verticale sulla sorgente di ionizzazione a seconda della velocità di flusso. Come punto di partenza, usare i parametri nella seguente tabella.

Tabella 10-6: Parametri verticali sorgente di ionizzazione

Velocità di flusso	Parametri verticali iniziali
Da 1 µL/min a 20 mL/min	10 mm
Da 20 µL/min a 250 mL/min	5 mm
Da 250 µL/min a 500 mL/min	2 mm
500 + µL/min	0 mm

- Impostare i valori per il sistema LC e usare un volume di iniezione dell'autocampionatore di 10 µL, ad esempio. Usare la stessa concentrazione per l'esperimento di infusione o una concentrazione inferiore.

Le pompe LC devono essere configurate per una corsa isocratica senza colonna. I tempi MS e LC devono essere uguali per raccogliere i dati corretti.

La velocità di flusso e la percentuale delle fasi mobili devono essere basate sulla colonna LC utilizzata, la cromatografia generale e la concentrazione della fase mobile approssimativa alla quale i composti di interesse eluiscono.

- Sulla barra di navigazione, in **Tune and Calibrate**, fare doppio clic su **Compound Optimization**. Viene visualizzata la pagina Instrument Settings.
- A seconda del sistema LC in uso, digitare i valori dei parametri appropriati. Fare riferimento alla tabella: [Tabella 10-7](#).

Tabella 10-7: Esempio di parametri delle impostazioni dello strumento

Parametro	Valore
Inlet	FIA
Rack Code	Specifico dell'autocampionatore
Rack Position	Specifico dell'autocampionatore
Injection Volume	10 µL (volume di esempio)
Mass Spectrometer	Analisi MS/MS

9. Selezionare il metodo di acquisizione predefinito appropriato.
10. Fare clic su **Next**.
11. Assicurarsi che la casella di controllo **Int. Std.** non sia selezionata.
Selezionando la casella di controllo si indica quale MRM corrisponde agli standard interni. Gli standard interni non vengono ottimizzati durante il processo di ottimizzazione.
12. Nel gruppo Resolution, selezionare **Unit** in entrambi i campi **Q1 Resolution** e **Q3 Resolution**.

Figura 10-4: Campi Risoluzione Q1 e Q3

FIA Target Compounds

These target compounds will be optimized. You may change the compound name. Please specify which one of them are used as internal standards.

	Compound Name	Q1 Mass (Da)	Q3 Mass (Da)	Int. Std.	Vial Pos.
1	Compound 609.300-195.00	609.300	195.000	<input type="checkbox"/>	1
2	Compound 210.200-164.20	210.200	164.200	<input type="checkbox"/>	1
3	Compound 271.100-91.100	271.100	91.100	<input type="checkbox"/>	1
4	Compound 635.300-221.20	635.300	221.200	<input type="checkbox"/>	1

Note: All compounds identified as I.S. (internal standard) will not be used to determine optimum Source / Gas Parameter conditions.

Resolution

Q1 Resolution: Unit

Q3 Resolution: Unit

< Back Next > Cancel Help

Istruzioni operative - Ottimizzazione automatica

- Fare clic su **Next**.
- Nella pagina FIA Source Parameters, digitare numeri inferiori o superiori al valore originale, ma comunque entro le specifiche.

Nota: Per mantenere pulito il sistema, assicurarsi che i valori non siano troppo bassi. Per i parametri che è possibile utilizzare come punto di partenza, fare riferimento alla tabella: [Tabella 10-8](#).

Suggerimento! Scrivere i valori prima di selezionare la casella di controllo.

Tabella 10-8: Esempio di parametri per la pagina dei parametri della sorgente FIA

Parametro	Selezionare la casella di controllo Optimize?	Valori di ottimizzazione
Curtain Gas	Sì	20;40;55
Collision Gas	No	—
IonSpray Voltage	Sì	1500;2000;3000;4000;5000
Temperature	Sì	300;400;500;600;700
Ion Source Gas 1	Sì	40;50;60;70;80;90
Ion Source Gas 2	Sì	40;50;60;70;80;90

- Selezionare **1** o **2** accanto a **Replicate Injection for each Parameter**.
Il numero totale di iniezioni e il volume totale del campione vengono calcolati in base alle specifiche riportate in questa finestra di dialogo. Annotare il volume totale del campione richiesto. Il volume del campione aumenta con il numero di variabili di ciascun parametro in corso di ottimizzazione perché ogni variabile è un metodo separato.

Figura 10-5: Esempio di replicato di iniezione per ogni parametro

Please select the Source Parameters to optimize in FIA:

	Parameter Name	Optimize	Current Val.	Values for Optimization
1	Curtain Gas	<input checked="" type="checkbox"/>	10.0	20.0;40.0;55.0;
2	Collision Gas	<input type="checkbox"/>	9.00	
3	IonSpray Voltage	<input checked="" type="checkbox"/>	5500.0	1500.0;2000.0;3000.0;4000
4	Temperature	<input checked="" type="checkbox"/>	0.0	300.0;400.0;500.0;600.0;70
5	Ion Source Gas 1	<input checked="" type="checkbox"/>	15.0	40.0;50.0;60.0;70.0;80.0;90
6	Ion Source Gas 2	<input checked="" type="checkbox"/>	0.0	40.0;50.0;60.0;70.0;80.0;90

Replicate Injection for each Parameter: 1 2 3 4

Total # of injections: 50

Total Sample Volume: 50 (µl)

< Back Next > Cancel Help

16. Fare clic su **Next**.

17. Nella pagina FIA Compound Parameters di ciascun analita, usare i valori per i parametri di esempio forniti come punto di partenza. Fare riferimento alla tabella: [Tabella 10-9](#).

Nota: I valori nella seguente tabella sono valori suggeriti. Per ulteriori informazioni, fare riferimento al documento: *Guida*.

Tabella 10-9: Esempio di pagina di parametri per il composto in FIA

Parametro	Selezionare la casella di controllo Optimize?	Valori di ottimizzazione
Declustering Potential	Sì	60;80;100;120;200
Entrance Potential	No	—
Collision Energy	Sì	20;30;40;50;70;80;100
Collision Cell Exit Potential	Sì	2;4;6;8;10;12

Il numero totale di iniezioni e il volume del campione dipendente sono vengono automaticamente. A differenza dei parametri della sorgente di ionizzazione, che richiedono un'iniezione per valore per replica, i parametri dipendenti dal composto

Istruzioni operative - Ottimizzazione automatica

richiedono solo un'iniezione per parametro. Un esperimento in loop viene eseguito per ciascun parametro; i valori si alternano scansione per scansione all'interno di un'iniezione.

Nota: Non specificare troppi valori. In questo modo si potrebbe ottenere una valutazione errata del parametro.

- Usando l'elenco Compound, spostarsi su un altro composto e digitare i parametri da ottimizzare.
 - Ripetere il passaggio 18 finché non vengono forniti tutti i parametri per tutti i composti.
 - Digitare la durata dell'ottimizzazione nel campo **Mass Spec. Duration**.
-

Nota: questo valore deve essere almeno pari alla durata richiesta di ogni iniezione.

Figura 10-6: Esempio di campo Mass Spec. Duration

FIA Compound Parameters

Please select the Compound Parameters to optimize by FIA:

Compound: Compound 609.300-195.000 MRM: 609.300 - 195.000

	Parameter Name	Optimize	Current Val.	Values for Optimization
1	Declustering Potential	<input checked="" type="checkbox"/>	120.0	60.0;80.0;100.0;120.0;200.
2	Entrance Potential	<input type="checkbox"/>	10.0	
3	Collision Energy	<input checked="" type="checkbox"/>	30.0	20.0;30.0;40.0;50.0;70.0;80
4	Collision Cell Exit Potential	<input checked="" type="checkbox"/>	15.0	2.0;4.0;6.0;8.0;10.0;12.0;

Total # of Injections: 53
Total Sample Volume: 53 (µl)
Mass Spec. Duration: 1.5 (min)

< Back Finish Cancel Help

- Fare clic su **Finish** per iniziare la procedura di ottimizzazione.

Il software ottimizza i parametri dipendenti dalla sorgente di ionizzazione e dal composto specificati per ottenere la sensibilità massima per la transizione MRM del composto. Mentre il software procede con l'ottimizzazione, crea un rapporto **Compound Optimization**.

22. Per ottenere parametri ottimizzati, ripetere questa routine.

Nota: in genere, i parametri della sorgente di ionizzazione e del gas devono essere ristretti mediante uno o più cicli FIA.

23. Aprire il metodo FIA finale ottimizzato chiamato *_FIA_sample_1.

Nota: il software genera diversi metodi di acquisizione.

24. Salvare questo metodo con un nome più semplice.

Un metodo di acquisizione è composto da esperimenti e periodi. Utilizzare Acquisition Method Editor per creare una sequenza di periodi ed esperimenti per lo spettrometro di massa e qualsiasi dispositivo nel profilo hardware attivo.

Si consiglia all'utente esperto nello sviluppo dei metodi di creare o modificare metodi di acquisizione e di quantificazione. Per ulteriori informazioni su ruoli e sicurezza, fare riferimento al documento: *Guida del direttore del laboratorio*.

Creazione di un metodo di acquisizione mediante Acquisition Method Editor

Suggerimento! Se l'utente sta creando un nuovo file di metodo di acquisizione da un file esistente, si può decidere di utilizzare alcuni o tutti i metodi del dispositivo periferico nel metodo di acquisizione.

Solo i dispositivi configurati nel profilo hardware attivo vengono mostrati nel riquadro Acquisition method. Qualsiasi dispositivo aggiunto al profilo hardware deve essere aggiunto anche ai metodi di acquisizione già esistenti. Per ulteriori informazioni sui dispositivi, fare riferimento al documento: *Guida alla configurazione dei dispositivi periferici*.

1. Verificare che sia attivo un profilo hardware contenente lo spettrometro di massa e le periferiche.
2. Sulla barra di navigazione, in **Acquire**, fare doppio clic su **Build Acquisition Method**.
3. Selezionare una **Synchronization Mode** sulla scheda Acquisition Method Properties.
4. (Opzionale) Selezionare la casella **Auto-Equilibration** e inserire il tempo di bilanciamento necessario, in minuti.
5. Nel riquadro Acquisition Method, fare clic sull'icona **Mass Spec**.
6. Nella scheda MS, selezionare un **Scan type**.
7. Digitare valori negli altri campi secondo necessità.
8. Nella scheda Advanced MS, inserire i valori nei campi secondo necessità.
9. Nella scheda MS, fare clic su **Edit Parameters**.
10. Nella scheda Source/Gas, specificare i valori nei campi secondo necessità.
11. Nella scheda Compound, specificare i valori nei campi secondo necessità.
12. Fare clic su **OK**.
13. Fare clic sull'icona di un dispositivo, quindi impostare i relativi parametri.

14. Aggiungere altri periodi ed esperimenti, se del caso. Fare riferimento alle sezioni: [Aggiunta di un esperimento](#) e [Aggiunta di un periodo](#).

15. Fare clic su **File > Save**.

Informazioni sui metodi LC

La creazione di un metodo di acquisizione con l'ausilio di un dispositivo periferico (ad esempio, un sistema LC), implica l'inserimento dei parametri operativi del dispositivo in questione. Se si crea un nuovo metodo di acquisizione da un file già esistente, alcuni o tutti i metodi dei dispositivi periferici possono essere usati nel metodo di acquisizione.

Creazione di metodi di spettrometria di massa

Usare Acquisition Method Editor per creare un metodo di acquisizione per lo spettrometro di massa (MS). A seconda del tipo di spettrometro di massa configurato e del tipo di scansione selezionato, sono disponibili diversi campi e opzioni. L'Acquisition Method Editor valida le impostazioni seguendo i parametri che sono stati digitati.

Creare uno dei seguenti metodi e usarlo per acquisire i dati. Fare riferimento alla sezione: [Creazione e invio di un lotto](#)

- [Creazione di un metodo di acquisizione mediante il tipo di scansione Q1 MS](#)
- [Creazione di un metodo di acquisizione usando un tipo di scansione Q1 MI](#)
- [Creazione di un metodo di acquisizione mediante il tipo di scansione MRM](#)

Creazione di un metodo di acquisizione mediante il tipo di scansione Q1 MS

Adottare la seguente procedura per creare un metodo utilizzando la scansione Q1 MS. L'intensità ionica è rilevata per ogni massa richiesta nel range di scansione.

Prerequisiti
<ul style="list-style-type: none">• Controllare che il profilo hardware contenente lo spettrometro di massa e la pompa a siringa sia attivo.• Sulla barra degli strumenti del software, verificare che sia stato selezionato il progetto appropriato.

1. Sulla barra di navigazione, in **Acquire**, fare doppio clic su **Build Acquisition Method**. Acquisition Method Editor viene mostrato con un modello di metodo in base al profilo hardware attivo.
2. Nel riquadro Acquisition Method, fare clic su **Acquisition Method**.
3. Nella scheda Acquisition Method Properties, nell'elenco **Synchronization Mode**, assicurarsi che **No Sync** sia selezionato. Per ulteriori informazioni sulle modalità di sincronizzazione, fare riferimento al documento: *Guida*.

Istruzioni operative - Metodi di acquisizione

4. Nel riquadro Acquisition Method, fare clic sull'icona **Mass Spec**.
5. Sulla scheda MS, nell'elenco **Scan type**, selezionare **Q1 MS (Q1)**.
6. Nella sezione Polarity, fare clic su **Positive**.
7. Se selezionate, deselezionare la caselle di spunta **Center/Width** e **Parameter Range**.
8. Nella tabella degli intervalli di massa, digitare i valori mostrati nella seguente tabella.

Figura 11-1: Valori parametri scheda MS

MS Advanced MS

Experiment: 1 Center / Width Parameter Range

Scan type: Q1 MS (Q1)

Polarity: Positive Negative

MCA

Period Summary

Duration: 0.000 (min) Delay Time: 0 (sec) Scheduled Ionization

Cycles: 1 Cycle: 0.0000 (sec) Start Time: 0 (min) Stop Time: 0 (min)

	Start (Da)	Stop (Da)	Time (sec)
1			

Total Scan Time (includes pauses): 0.0000 (sec)

Tabella 11-1: Valori parametri scheda MS

Campo	Valore di esempio
Start (Da)	200
Stop (Da)	700
Time (sec)	2.5
Scan rate (Da/s)	200
Duration (min)	3

9. Nella scheda Advanced MS, si noti che **Scan mode** è impostato su **Profile** e **Step size** è 0,1.

Figura 11-2: Scheda Advanced MS

MS	Advanced MS
Scan mode:	Profile
Step size:	0.1 (Da)
Resolution Q1:	Unit
Intensity threshold (total count):	0
Settling time:	0 (ms)
Pause between mass ranges:	5.007 (ms)

In questo esempio, il quadrupolo (Q1) sta scansionando un intervallo di 500 Da in step di 0,1 Da. Vi sono quindi 5000 step nel range di massa. Se la scansione impiega 2,5 secondi, il tempo di sosta è 0,5 ms per step. Si tratta in genere del tempo di scansione più veloce di Q1 o Q3 in una procedura di calibrazione standard. Se Q1 o Q3 devono essere scansionati più rapidamente, occorrerà tenere conto della calibrazione di massa.

Nota: le dimensioni degli step e la durata della scansione controllano il dwell time per ogni step della scansione. Il dwell time è il periodo di tempo trascorso per acquisire il segnale in ogni passo di una scansione.

- Nella scheda MS, fare clic su **Edit Parameters**. Viene visualizzata la finestra di dialogo Parameter table.
- Nella scheda Source/Gas, digitare i seguenti valori:

Tabella 11-2: Parametri scheda Source/Gas

Parametri Sorgente/Gas	Valore tipico
Curtain Gas (CUR)	35
IonSpray Voltage (IS)	5000
Temperature (TEM)	0
Ion Source Gas 1 (GS1)	20
Ion Source Gas 2 (GS2)	0

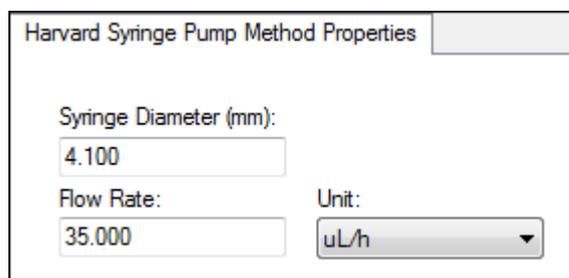
- Fare clic sulla scheda Compound, quindi impostare **Declustering Potential (DP)** su 90 e lasciare **Entrance Potential (EP)** su 10.

Istruzioni operative - Metodi di acquisizione

Un valore di 90 potrebbe non essere ottimale per lo spettrometro di massa ma è un buon valore di DP di partenza.

13. Fare clic su **OK**.
14. Nel riquadro Acquisition method, fare clic sull'icona **Harvard Syringe Pump** o **Integrated Syringe Pump**.

Figura 11-3: Scheda Harvard Syringe Pump Method Properties



Harvard Syringe Pump Method Properties

Syringe Diameter (mm):
4.100

Flow Rate: 35.000 Unit: uL/h

15. Modificare il metodo della pompa a siringa per includere **Syringe Diameter**, **Flow Rate** e **Unit**.
16. Salvare il metodo di acquisizione.
Step successivi: usare il metodo di acquisizione per acquisire dati per analisi preliminari.
Per creare e inviare lotti, fare riferimento alla sezione: [Creazione e invio di un lotto](#).

Creazione di un metodo di acquisizione usando un tipo di scansione Q1 MI

Adottare la seguente procedura per creare un metodo utilizzando la scansione Q1 MI. L'intensità ionica è rilevata solo per le masse specificate.

Prerequisiti

- Controllare che il profilo hardware contenente lo spettrometro di massa e la pompa a siringa sia attivo.
- Sulla barra degli strumenti del software, verificare che sia stato selezionato il progetto appropriato.

1. Sulla barra di navigazione, in **Acquire**, fare doppio clic su **Build Acquisition Method**. Il Method Editor è mostrato con un modello di metodo basato sul profilo hardware attivo.
2. Nel riquadro Acquisition method, fare clic su **Acquisition Method**.
3. Nella scheda Acquisition Method Properties, nell'elenco **Synchronization Mode**, assicurarsi che **No Sync** sia selezionato. Per ulteriori informazioni sulle modalità di sincronizzazione, fare riferimento al documento: *Guida*.
4. Nel riquadro Acquisition Method, fare clic sull'icona **Mass Spec**.
5. Sulla scheda MS, nell'elenco **Scan type**, selezionare **Q1 Multiple Ions (Q1 MI)**.

6. Nella sezione Polarity, fare clic su **Positive**.
7. Nella tabella degli intervalli di massa, digitare i valori mostrati nella seguente tabella.

Figura 11-4: Valori parametri scheda MS

MS Advanced MS

Experiment: 1 Import List

Scan type: Q1 Multiple Ions (Q1 MI)

Polarity: Positive Negative

Period Summary

Duration: 0.000 (min) Delay Time: 0 (sec)

Cycles: 1 Cycle: 0.0000 (sec)

Scheduled Ionization

Start Time: 0 (min) Stop Time: 0 (min)

	Q1 Mass (Da)	Dwell Time (msec)
1		

Total Scan Time (includes pauses): 0.0000 (sec)

Edit Parameters...

Tabella 11-3: Valori parametri scheda MS

Campo	Valore
Q1 Mass (Da)	609
Time (msec)	100

8. Fare clic su **Edit Parameters**.
Viene visualizzata la finestra di dialogo Parameter table.
9. Nella scheda Source/Gas, digitare i seguenti valori:

Tabella 11-4: Parametri scheda Source/Gas

Parametri Sorgente/Gas	Valore tipico
Curtain Gas (CUR)	35
IonSpray Voltage (IS)	5000
Temperature (TEM)	0
Ion Source Gas 1 (GS1)	20
Ion Source Gas 2 (GS2)	0

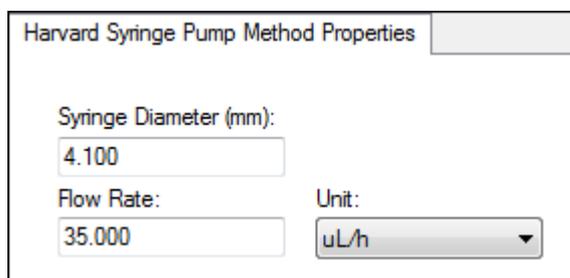
10. Fare clic sulla scheda Compound, quindi impostare **Declustering Potential (DP)** su 90 e lasciare **Entrance Potential (EP)** su 10.

Istruzioni operative - Metodi di acquisizione

Un valore di 90 potrebbe non essere ottimale per lo spettrometro di massa ma è un buon valore di DP di partenza.

11. Fare clic su **OK**.
12. Nel riquadro Acquisition method, fare clic sull'icona **Harvard Syringe Pump** o **Integrated Syringe Pump**.

Figura 11-5: Scheda Harvard Syringe Pump Method Properties



Harvard Syringe Pump Method Properties

Syringe Diameter (mm):
4.100

Flow Rate: 35.000 Unit: uL/h

13. Modificare il metodo della pompa a siringa per includere **Syringe Diameter**, **Flow Rate** e **Unit**.
14. **Save** Il metodo di acquisizione.
Passaggi successivi: creare e inviare un lotto contenente questo metodo di acquisizione.
Per creare e inviare lotti, fare riferimento alla sezione: [Creazione e invio di un lotto](#).

Creazione di un metodo di acquisizione mediante il tipo di scansione MRM

Adottare la seguente procedura per creare un metodo utilizzando la scansione MRM. Questo tipo di scansione viene utilizzato nelle applicazioni quantitative. Una scansione MRM può essere utilizzata per stabilire la quantità di un composto presente in un campione. Viene utilizzata nelle analisi farmacocinetiche ed è sempre più impiegata nelle applicazioni di mercato e di screening.

Prerequisiti

- Controllare che il profilo hardware contenente lo spettrometro di massa e la pompa a siringa sia attivo.
- Sulla barra degli strumenti del software, verificare che sia stato selezionato il progetto appropriato.

1. Sulla barra di navigazione, in **Acquire**, fare doppio clic su **Build Acquisition Method**. Acquisition Method Editor viene mostrato con un modello di metodo in base al profilo hardware attivo.
2. Nel riquadro Acquisition Method, fare clic su **Acquisition Method**.

3. Nella scheda Acquisition Method Properties, nell'elenco **Synchronization Mode**, assicurarsi che **No Sync** sia selezionato. Per ulteriori informazioni sulle modalità di sincronizzazione, fare riferimento al documento: *Guida*.
4. Nel riquadro Acquisition Method, fare clic sull'icona **Mass Spec**.
5. Nella scheda MS, nell'elenco **Scan type**, selezionare **MRM (MRM)**.
6. Nella sezione Polarity, fare clic su **Positive**.
7. Nella tabella degli intervalli di massa, digitare i valori mostrati nella seguente tabella.

Figura 11-6: Tipo di scansione MRM

The screenshot shows the 'Advanced MS' configuration window. Key settings include:

- Experiment: 1
- Scan type: MRM (MRM)
- Polarity: Positive
- Scheduled MRM: Enabled
- Period Summary:
 - Duration: 0.000 (min)
 - Delay Time: 0 (sec)
 - Cycles: 1
 - Cycle: 0.0000 (sec)
- Scheduled Ionization: Start Time 0 (min), Stop Time 0 (min)
- Total Scan Time (includes pauses): 0.0000 (sec)

	Q1 Mass (Da)	Q3 Mass (Da)	Dwell Time (msec)	ID
1	609	397.2	100	

Tabella 11-5: Range di massa e tempo di sosta

Q1 Mass (Da)	Q3 Mass (Da)	Tempo (msec)
609	397,2	100

8. Nella scheda MS, fare clic su **Edit Parameters**. Viene visualizzata la finestra di dialogo Parameter table.
9. Nella scheda Source/Gas, digitare i seguenti valori:

Tabella 11-6: Parametri scheda Source/Gas

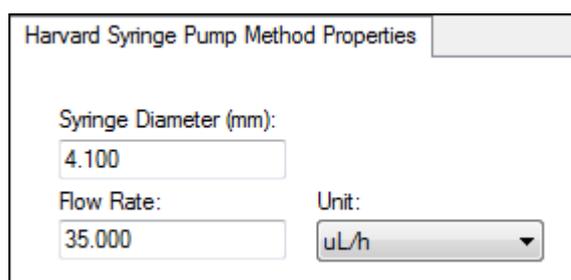
Parametri Sorgente/Gas	Valore tipico
Curtain Gas (CUR)	35
IonSpray Voltage (IS)	5000
Temperature (TEM)	0
Ion Source Gas 1 (GS1)	20

Tabella 11-6: Parametri scheda Source/Gas (continua)

Parametri Sorgente/Gas	Valore tipico
Ion Source Gas 2 (GS2)	0

10. Nella scheda Compound, impostare **Declustering Potential (DP)** su 90 e lasciare **Entrance Potential (EP)** su 45.
11. Fare clic su **OK**.
12. Nel riquadro Acquisition Method, fare clic sull'icona **Harvard Syringe Pump**.

Figura 11-7: Scheda Harvard Syringe Pump Method Properties



Harvard Syringe Pump Method Properties

Syringe Diameter (mm):
4.100

Flow Rate: 35.000 Unit: uL/h

13. Nella scheda Syringe Pump, modificare il metodo della pompa a siringa per includere **Syringe Diameter, Flow Rate e Unit**.
14. **Save** Il metodo di acquisizione.
Passaggi successivi: creare e inviare un lotto contenente questo metodo di acquisizione.
Per creare e inviare lotti, fare riferimento alla sezione: [Creazione e invio di un lotto](#).

Aggiunta o eliminazione di dispositivi dai metodi di acquisizione

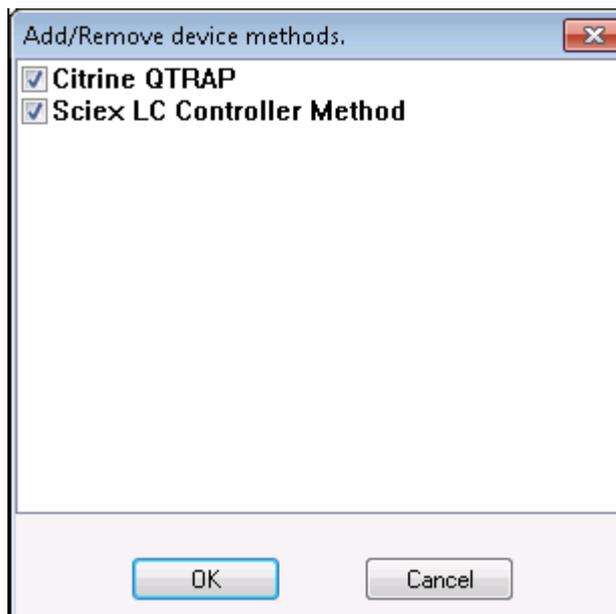
Usare Acquisition Method Editor per personalizzare il metodo di acquisizione aggiungendo o eliminando i metodi dei dispositivi periferici LC. Se l'icona del dispositivo richiesto non è presente nel riquadro Acquisition Method Browser, è possibile aggiungere il dispositivo periferico solo se è incluso nel profilo hardware attivo.

Nota: I parametri disponibili per i dispositivi LC variano a seconda del produttore.

Aggiunta o eliminazione di un dispositivo LC

1. Con il file metodo aperto nell'Acquisition Method Editor, nel riquadro Acquisition method, fare clic con il pulsante destro su **Acquisition Method**, quindi fare clic su **Add/Remove Device Method**.

Figura 11-8: Finestra di dialogo Add/Remove Device Method



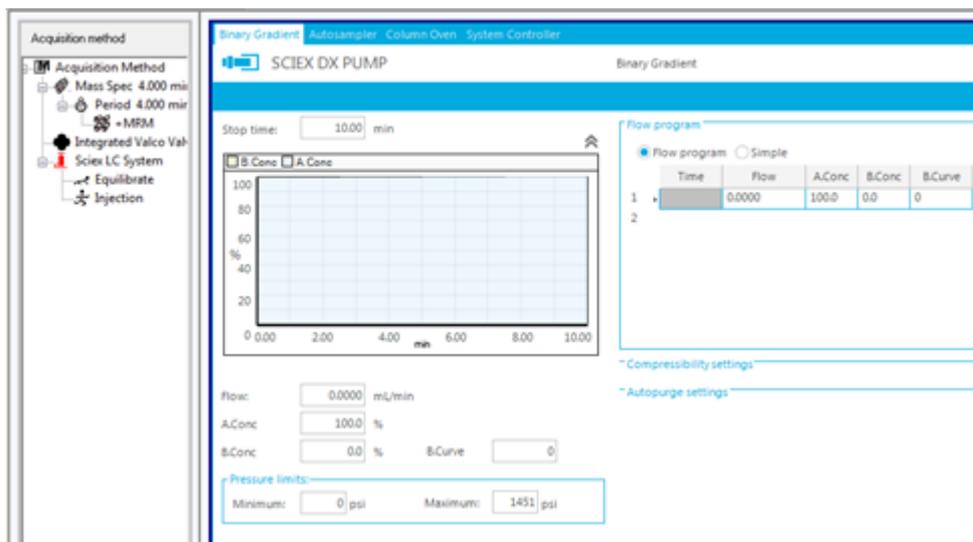
2. Selezionare o deselezionare la caselle di spunta a fianco del metodo dispositivo per aggiungere o eliminare tale metodo.
3. Fare clic su **OK**.
4. Se è selezionato un dispositivo LC, nella scheda **Acquisition Method Properties**, selezionare **LC sync** selezionare per la modalità **Synchronization**.

Modifica delle proprietà della pompa LC

Modificare ogni dispositivo nel metodo in modo che possa funzionare in modo opportuno con il metodo scelto.

1. Con un file metodo aperto nell'Acquisition Method Editor, nel riquadro Acquisition method, fare clic sull'icona LC device.
La scheda LC Pump Gradient si apre nel riquadro Acquisition Method Editor.

Figura 11-9: SCIEX DX Parametri pompa

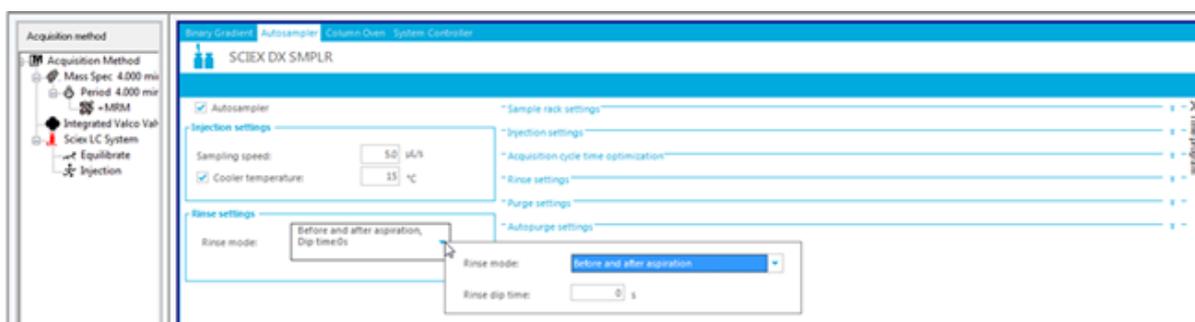


2. Modificare il metodo della pompa LC come richiesto per gli esperimenti.
3. Salvare il metodo.

Impostare le proprietà dell'autocampionatore

1. Con un file di metodo aperto nell'Acquisition Method Editor, nel riquadro Acquisition Method fare clic sul dispositivo **Autosampler**.
La scheda Autosampler Properties si apre nel riquadro Acquisition Method Editor.

Figura 11-10: Parametri dell'autocampionatore SCIEX DX



2. Se richiesto, modificare le impostazioni di iniezione e lavaggio.
3. Salvare il metodo.

Impostazione delle proprietà del forno per colonna

1. Con un file di metodo aperto in Acquisition Method Editor, nel riquadro Acquisition Method fare clic sul dispositivo **Column Oven**.
La scheda Column Oven Properties si apre nel riquadro Acquisition Method Editor.

Figura 11-11: Parametri del forno a colonna SCIEX DX



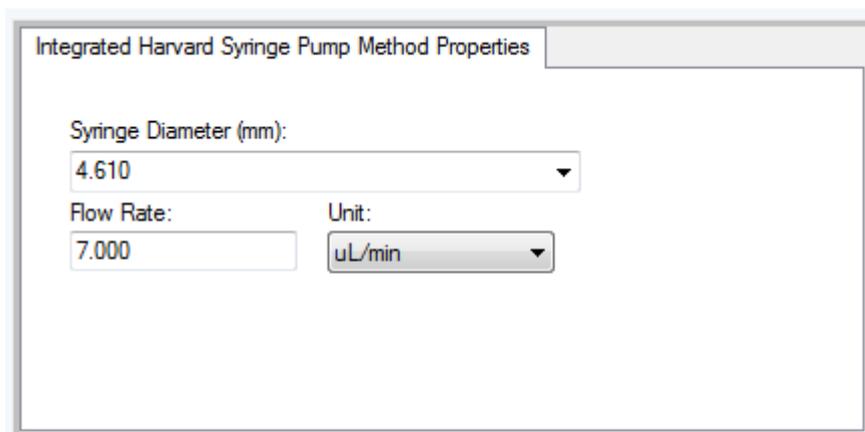
2. Immettere la temperatura del forno per colonna o dei suoi scomparti in gradi Celsius.
3. Salvare il file.

Configurazione della pompa a siringa integrata

Questa procedura è rivolta alla pompa a siringa integrata.

1. Assicurarsi che la pompa a siringa integrata sia selezionata nel profilo hardware del dispositivo.
2. Fare clic sull'icona **Syringe Pump** nel riquadro Acquisition method. La scheda Syringe Pump Method Properties viene aperta in Acquisition Method Editor.

Figura 11-12: Scheda Syringe Pump Properties



3. Digitare il diametro della siringa nel campo **Syringe Diameter (mm)**.
4. Digitare la velocità di flusso nel campo **Flow Rate**.
5. Selezionare le unità di flusso dall'elenco **Unit**.

Impostare le proprietà della valvola deviatrice

La valvola di commutazione può essere utilizzata come un deviatore o una valvola di iniezione.

Istruzioni operative - Metodi di acquisizione

1. Con un file di metodo aperto in Acquisition Method Editor, nel riquadro Acquisition method, fare clic sull'icona **Valve**
La scheda Valve Properties si apre nel riquadro Acquisition Method Editor.

Figura 11-13: Valvola Falco integrato

Acquisition method

- Acquisition Method
 - Mass Spec 4.000 min
 - Period 4.000 min
 - +MRM
 - Integrated Valco Valve**
 - Sciex LC System
 - Equilibrate
 - Injection

Integrated Valco Valve Method Properties

Valve Type:

Change Position Names:

Position Name for Step0:

To use the valve as an injector, select the Synchronization Mode, "Manual Sync with Valve".

To use the valve as a diverter, select any other Synchronization Mode.

(To change the Synchronization Mode, click on "Acquisition Method" tab.)

	Total Time (mi)	Position
1		
2		
3		
4		
5		
6		
7		
8		
9		
10		
11		
12		
13		
14		
15		
16		
17		
18		
19		
20		

2. Se necessario, modificare i nomi preimpostati delle posizioni.

La valvola di commutazione è talvolta utilizzata per commutare il flusso di solvente allo scarico o verso una diversa colonna. I nomi preimpostati delle posizioni sono A e B.

- Nell'elenco **Change Position Names**, selezionare una posizione.

- Nell'elenco **Change Position Names**, rinominare i nomi preimpostati delle posizioni A e B in Inject and Divert o Column and Waste, a seconda della maniera in cui la valvola è piombata.
3. Nella colonna **Total Time (min)**, fare clic su una cella e digitare il tempo totale durante il quale la valvola rimarrà in questa posizione.
 4. Nella colonna **Position**, fare clic su una cella quindi, nell'elenco **Position**, selezionare la posizione della valvola.
 5. Ripetere gli step 3 e per ogni cambio della valvola richiesto durante l'acquisizione.
 6. Salvare il file.

Impostazione delle proprietà Diode Array Detector

1. Con il file metodo aperto nell'Acquisition Method Editor, nel riquadro Acquisition method, fare clic sull'icona **Diode Array Detector (DAD)**.
La scheda DAD Method Editor si apre nel riquadro Acquisition Method Editor.

Figura 11-14: Scheda DAD Method Editor

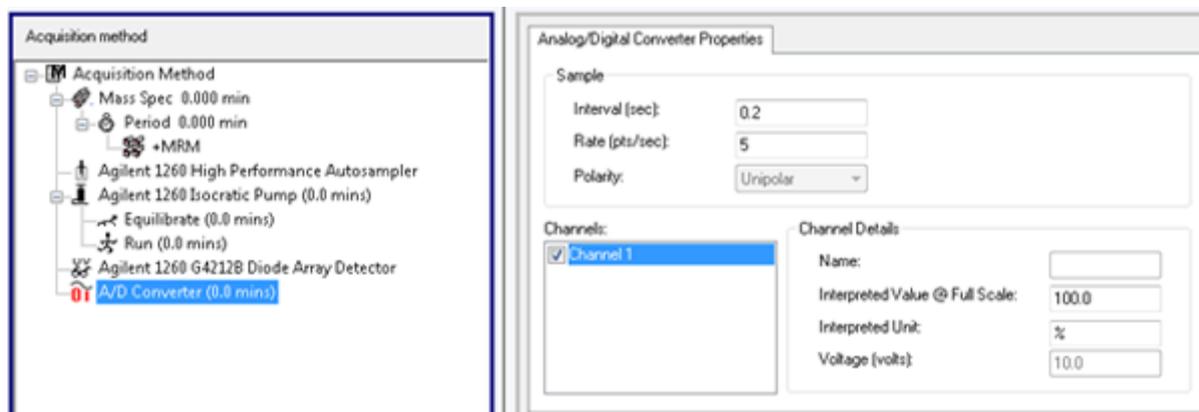
Acquire	WL(nm)	BW(nm)	Use	Ref.WL	Ret	
<input checked="" type="checkbox"/>	A	250	100	<input checked="" type="checkbox"/>	360	100
<input checked="" type="checkbox"/>	B	254	16	<input checked="" type="checkbox"/>	360	100
<input checked="" type="checkbox"/>	C	210	8	<input checked="" type="checkbox"/>	360	100
<input checked="" type="checkbox"/>	D	230	16	<input checked="" type="checkbox"/>	360	100
<input checked="" type="checkbox"/>	E	280	16	<input checked="" type="checkbox"/>	360	100

2. Compiere una delle seguenti operazioni:
 - Per scansionare da una a cinque singole lunghezze d'onda, nella sezione **Operating Mode**, fare clic su **Signal Data**, quindi modificare i requisiti dei dati.
 - Per scansionare un intero range di lunghezze d'onda, nella sezione **Operating Mode**, fare clic su **Spectral Data**, quindi modificare i requisiti dei dati.
3. Salvare il file.

Impostazione delle proprietà Analog to Digital Converter

1. Con il file metodo aperto nell'Acquisition Method Editor, nel riquadro Acquisition method, fare clic sull'icona **Analog to Digital Converter (ADC)**.
La scheda Analog/Digital Converter Properties si apre nel riquadro Acquisition Method Editor.

Figura 11-15: Scheda Analog to Digital Converter Properties



2. Nella sezione **Sample**, nel campo **Rate (pts/sec)**, digitare la velocità.

Nota: l'intervallo e la velocità sono proporzionali l'uno all'altra. Se si modifica la velocità, il software calcola automaticamente l'intervallo.

3. Per impostare i dettagli dei canali, procedere nel seguente modo:
 - Nel campo **Channels**, fare clic sul nome del canale, quindi selezionare la casella di spunta di fianco al nome per includerlo nel metodo.
 - Nel campo **Interpreted Value @ Full Scale**, immettere il valore appropriato.
 - Nel campo **Interpreted Unit**, immettere l'unità appropriata.

Il numero di canali disponibili è specificato quando si imposta l'ADC nel profilo hardware.

4. Salvare il file.

Modifica dei metodi di acquisizione

In modalità Acquire, gli utenti possono aggiungere o rimuovere periodi ed esperimenti a metodi di acquisizione esistenti.

Periodi

Un periodo può contenere uno o più esperimenti in loop. In un metodo di acquisizione multi-periodo, gli esperimenti vengono eseguiti per una determinata quantità di tempo, quindi il software passa a un'altra serie di esperimenti. I periodi sono utili quando il tempo di eluizione dei composti in un'esecuzione LC è noto. Lo spettrometro di massa può eseguire diversi

esperimenti in base a quando eluiscono i composti per ottenere più informazioni possibili nella stessa esecuzione.

Nella figura seguente viene mostrato un metodo a tre periodi.

Figura 11-16: Esempio di esperimento multi-periodo

The screenshot displays the 'Acquisition method' tree on the left and the 'MS Advanced MS' configuration panel on the right. The tree shows a 'Mass Spec' method with three periods: 3.008 min, 2.000 min, and 1.000 min, each containing '+MS2' scans. The configuration panel includes settings for Experiment (1), Scan type (Product Ion (MS2)), Scan rate (200 Da/s), Polarity (Positive), MCA (unchecked), Number of scans to sum (1), Product Q1 (609.300), and Total Scan Time (1.6555 sec). A 'Period Summary' table is also visible.

	Start (Da)	Stop (Da)	Time (sec)
1	70.000	400.000	1.6505
2			

Esperimenti

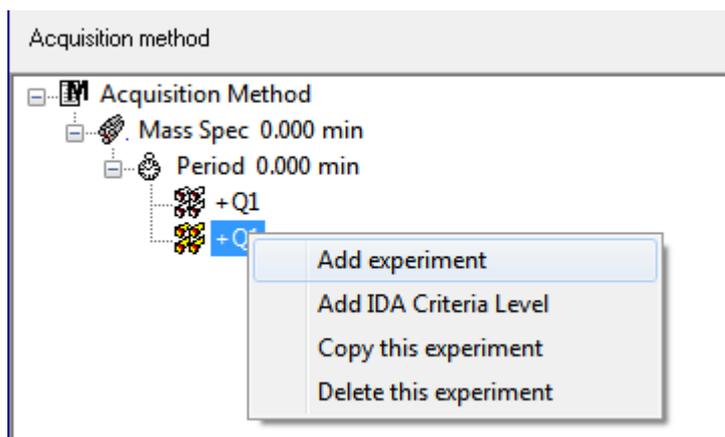
Un esperimento include le impostazioni dello spettrometro di massa e il tipo di scansione durante una scansione MS. Un set di scansioni MS eseguite per una specifica quantità di tempo viene chiamato periodo. Un metodo di acquisizione nel quale i parametri e le azioni MS sono gli stessi durante tutta la durata è chiamato metodo a singolo esperimento, singolo periodo.

Negli esperimenti sequenziati, le impostazioni MS vengono modificate scansione per scansione. Ad esempio, se un campione contiene due composti, A e B, l'utente potrebbe volere sequenziare un esperimento MS/MS di un composto A con un esperimento MS/MS di un composto B, per ottenere informazioni su entrambi i composti nella stessa elaborazione. Il metodo dello spettrometro di massa alternerà tra due tipi di scansioni. Altri esempi di esperimenti sequenziati includono l'alternanza tra modalità positiva e negativa in una elaborazione e metodi Acquisizione dipendente da informazione (IDA).

Aggiunta di un esperimento

1. Nel riquadro Acquisition method, nel periodo in cui si vuole aggiungere l'esperimento, fare clic con il pulsante destro del mouse, quindi fare clic su **Add experiment**.

Figura 11-17: Add Experiment



Verrà aggiunto un esperimento sotto l'ultimo esperimento nel periodo.

Nota: non è possibile aggiungere un esperimento tra esperimenti, criteri IDA o periodi. Gli utenti possono aggiungere un esperimento solo alla fine del periodo.

2. Nella scheda MS, selezionare i parametri appropriati.

Copia di un esperimento in un periodo

1. Aprire un metodo multi-periodo.
2. Nel riquadro Acquisition method, premere **Ctrl**, quindi trascinare l'esperimento nel periodo.
L'esperimento sarà copiato sotto l'ultimo esperimento presente nel periodo.

Copia di un esperimento entro un periodo

Seguire questa procedura per aggiungere esperimenti simili o identici a un periodo, se la maggior parte o tutti i parametri sono identici.

Fare clic con il pulsante destro del mouse sull'esperimento, quindi fare clic su **Copy this experiment**.

Una copia dell'esperimento sarà aggiunta sotto l'ultimo esperimento creato.

Aggiunta di un periodo

Nel riquadro Acquisition method, fare clic sull'icona **Mass Spec**, poi fare clic su **Add period**. Sarà aggiunto un periodo sotto l'ultimo periodo creato.

Nota: gli utenti non possono usare più periodi in un esperimento IDA.

Tecniche di scansione

MS: nelle scansioni MS, conosciute anche come scansioni MS singole, gli ioni sono separati secondo il loro rapporto massa/carica (m/z). Una scansione MS singola potrebbe essere

utilizzata per determinare il peso molecolare di un composto. Le scansioni MS singole possono anche essere definite scansioni di indagine. Le scansioni MS non forniscono informazioni sulla composizione chimica degli ioni, a parte la massa. Per ottenere maggiori informazioni sugli ioni, eseguire scansioni MS/MS o MS/MS/MS.

MS/MS: le scansioni MS/MS sono usate per determinare le informazioni strutturali.

- Per le scansioni MS/MS su sistemi a triplo quadrupolo, gli ioni selezionati entrano nella cella di collisione Q2 dove vengono attivati tramite collisione per frammentarsi, producendo i caratteristici ioni prodotto.
- Per le scansioni MS/MS nei sistemi QTRAP, la frammentazione dello ione precursore può avvenire nella camera di collisione Q2 o nella trappola ionica lineare.

Se l'energia utilizzata è sufficiente, lo ione precursore si frammenta per generare gli ioni prodotto caratteristici.

MS/MS/MS: le scansioni MS/MS/MS nei sistemi a trappola di ionizzazione lineare (LIT) fanno un passo in più rispetto alle scansioni MS/MS. Un frammento che è prodotto nella camera di collisione è ulteriormente frammentato nella LIT in modo da fornire maggiori informazioni strutturali sullo ione molecolare.

Tipi di scansione

Gli strumenti a triplo quadrupolo hanno funzionalità di monitoraggio di reazioni multiple (MRM) ad alta sensibilità, necessarie per gli esperimenti di quantificazione. Inoltre, hanno tipi di scansione altamente specifici, come le scansioni dello ione precursore o le scansioni di una perdita di un frammento neutro, che permettono una ricerca più avanzata sui componenti dei campioni.

Q1 MS (Q1): un tipo di scansione completa che usa il primo quadrupolo (Q1). L'intensità di ionizzazione è rilevata per ogni massa nel range di scansione.

Q1 Multiple Ions (Q1 MI): un tipo di scansione selettiva che utilizza il quadrupolo Q1. L'intensità di ionizzazione è rilevata solo per le masse specificate.

Q3 MS (Q3): un tipo di scansione completa che usa il terzo quadrupolo (Q3). L'intensità di ionizzazione è rilevata per ogni massa nel range di scansione.

Q3 Multiple Ions (Q3 MI): un tipo di scansione selettiva che utilizza il quadrupolo Q3. L'intensità di ionizzazione è rilevata solo per le masse specificate.

MRM (MRM): una scansione MS/MS in cui uno ione definito dall'utente viene isolato nel quadrupolo Q1 e viene frammentato nella camera di collisione Q2. Il quadrupolo Q3 viene quindi utilizzato per isolare uno ione frammentato definito dall'utente registrato dal rilevatore. Questo tipo di scansione è utilizzato prevalentemente per la quantificazione.

Product Ion (MS2): una scansione MS/MS completa dove il quadrupolo Q1 viene utilizzato per isolare e trasmettere un determinato ione precursore e il quadrupolo Q3 effettua una scansione su un intervallo di massa definito. Questo tipo di scansione è utilizzato per identificare tutti gli ioni frammentati di un determinato ione precursore.

Precursor Ion (Prec): una scansione MS/MS dove il quadrupolo Q3 è fisso a un valore m/z specificato per trasmettere uno ione prodotto specifico e il quadrupolo Q1 esegue la scansione di un intervallo di massa. Questo tipo di scansione è utilizzato per verificare la presenza di uno ione precursore, o più comunemente per identificare i composti che condividono uno stesso ione prodotto.

Neutral Loss (NL): una scansione MS/MS dove il quadrupolo Q1 e il quadrupolo Q3 effettuano entrambi una scansione su un intervallo di massa, mantenendo una differenza di massa prefissata. Si osserva una risposta se lo ione selezionato dal quadrupolo Q1 si frammenta perdendo il frammento neutro specificato, la massa prefissata. Questo tipo di scansione è utilizzato per verificare la presenza di uno ione precursore, o più comunemente per identificare i composti che condividono una perdita neutra comune.

Tipi di scansione in modalità LIT

Le scansioni in modalità LIT usano il quadrupolo Q3 come una trappola ionica lineare. Gli ioni sono intrappolati e mantenuti nel quadrupolo Q3 prima di essere scansionati, garantendo una sensibilità più elevata. Inoltre, nella trappola di ionizzazione lineare si può eseguire un'analisi MS/MS/MS che fornisce ulteriori informazioni sul campione. Le scansioni LIT sono solitamente impiegate per le misure qualitative.

Enhanced MS (EMS): gli ioni vengono scansionati nel quadrupolo Q1 e raccolti nella trappola ionica lineare. Questi ioni sono poi scansionati dal quadrupolo Q3 per produrre spettri di tipo MS singolo.

Enhanced Product Ion (EPI): questo tipo di scansione viene usato per ottenere uno spettro MS/MS di alta qualità per uno ione specifico. La frammentazione avviene nella cella di collisione Q2 e quindi fornisce uno spettro MS/MS ricco di informazioni, tipico della frammentazione per dissociazione attivata da collisione (CAD). In questa modalità di scansione, lo ione precursore da frammentare viene prima selezionato nel quadrupolo Q1 in una finestra di massa di ampiezza compresa tra 1 e 4 Da, filtrando tutti gli altri ioni. Lo ione precursore è frammentato dal gas CAD nella cella di collisione Q2. Gli ioni frammento generati sono catturati nella trappola lineare di ionizzazione e poi scansionati ad una delle tre velocità di scansione, in funzione della risoluzione richiesta per lo ione frammento.

Per gli esperimenti IDA, per impostazione predefinita il campo **Product Of** viene impostato su 30 Da e questo valore non deve essere modificato.

Enhanced Resolution (ER): questo tipo di scansione è simile alla scansione EMS, fatta eccezione per il fatto che una piccola massa da 30 Da intorno alla massa del precursore è scansionata fuori dalla trappola ionica lineare alla velocità di scansione più bassa, per produrre una finestra ridotta degli spettri a migliore risoluzione.

MS/MS/MS (MS3): uno ione precursore viene selezionato dal quadrupolo Q1 e frammentato tramite dissociazione attivata da collisione nella cella di collisione Q2. Tutti gli ioni prodotti risultanti sono trasmessi alla trappola lineare di ionizzazione, dove sarà isolato un solo ione prodotto. Lo ione isolato viene ulteriormente frammentato nella trappola lineare di ionizzazione e gli ioni prodotti risultanti sono scansionati fuori dalla trappola a una delle tre velocità di scansione. Come in ogni tecnica basata sulla dissociazione indotta da collisione (CID) in una trappola, c'è un taglio delle masse di valore basso per il secondo step MS/MS,

dovuto al fatto che gli ioni frammento e precursore con la massa più bassa devono essere contemporaneamente stabili nella trappola. Per i sistemi QTRAP, questo si traduce nella perdita di ioni con massa inferiore al 28 percento della massa dello ione precursore durante gli esperimenti MS3. Questo fenomeno è conosciuto anche come regola del taglio di un terzo.

Informazioni sull'acquisizione dei dati spettrali

Per una descrizione delle modalità in cui è possibile acquisire i dati spettrali, fare riferimento alla tabella: [Tabella 11-7](#).

Tabella 11-7: Dati spettrali

Modalità	Descrizione
Profile	Il valore preimpostato è 0,1 Da. I dati profilo sono i dati generati dallo spettrometro di massa e corrispondono all'intensità registrata a una serie di valori di massa distinti e uniformemente distanziati. Ad esempio, in un intervallo di massa da 100 Da a 200 Da e con incrementi di 0,1 Da, lo spettrometro di massa misurerà da 99,95 a 100,95 (registrando 100 come valore), da 100,05 a 101,05 (registrando 101 come valore)... da 199,95 a 200,05 (registrando 200 come valore).
Peak Hopping	Il valore preimpostato è 1,0 Da. Nella modalità di funzionamento Peak Hopping di uno spettrometro di massa vengono eseguiti ampi step (circa 1 Da). Ha il vantaggio di offrire una velocità superiore (minor numero di step di dati), ma comporta la perdita di informazioni sulla forma dei picchi.
Centroide	Lo spettrometro di massa esegue le scansioni come in modalità profilo, ma crea un centroide dei dati, sostituendo i picchi trovati con il baricentro pesato in base all'intensità per ogni picco. I dati basati sul centroide hanno il vantaggio di ridurre notevolmente la dimensione del file. Lo svantaggio è che le informazioni sulla forma del picco vengono perse. Inoltre, se i dati sono stati raccolti usando i centroidi, non possono essere alterati. Si consiglia di utilizzare la modalità profilo e i dati centroidi dopo l'acquisizione.

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

Un lotto è una collezione di informazioni sui campioni da analizzare. I campioni vengono in genere raggruppati in set per semplificare l'invio. Raggruppare i campioni in un set riduce anche la quantità di dati che deve essere digitata manualmente. Un set può comprendere un campione singolo o più campioni. Tutti i set in un lotto utilizzano lo stesso profilo hardware. Tuttavia, i campioni di un set possono avere metodi di acquisizione diversi. Un lotto può essere inviato solo da un computer di acquisizione.

I lotti includono le seguenti informazioni:

- Informazioni sui campioni, quali nome, ID e commento
- Informazioni sul rack dell'autocampionatore, posizione della fiala e volume di iniezione
- Metodi di acquisizione
- Metodo di elaborazione (opzionale)
- Informazioni di quantificazione (opzionale)
- Dati campioni personalizzati (opzionale)
- Informazioni sul set

Creazione e sottomissione di batch

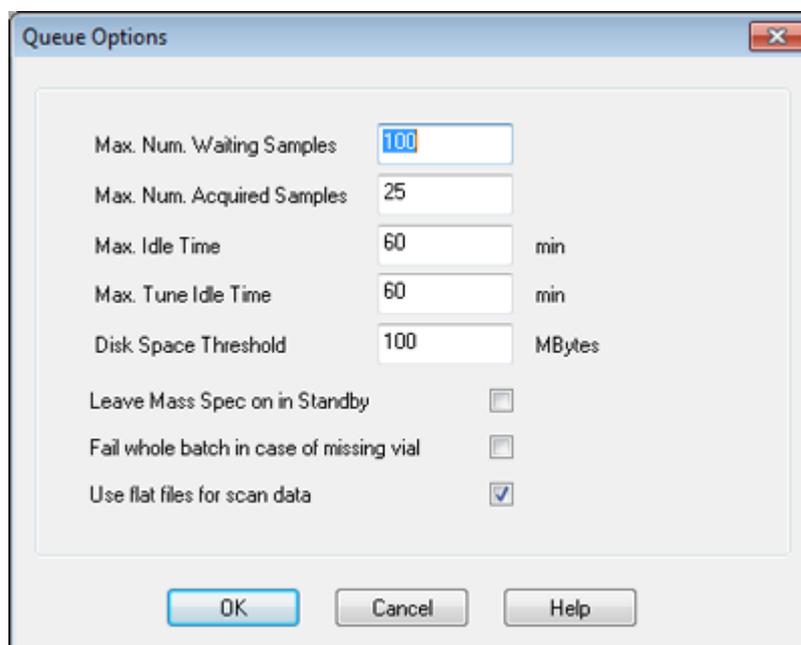
Un batch è una collezione di informazioni riguardanti i campioni da analizzare. I batch comunicano al software l'ordine secondo il quale i campioni devono essere analizzati. Per ulteriori informazioni sull'importazione dei batch, fare riferimento alla *Guida alle funzioni avanzate per l'utente*.

Impostazione delle opzioni della coda

Il software scorre l'elenco dei campioni nella coda, acquisendo ogni campione con il metodo di acquisizione selezionato. Dopo che tutti i campioni sono stati acquisiti, l'acquisizione viene arrestata e lo spettrometro di massa entra nello stato Standby trascorso il tempo **Max. Idle Time** impostato in Queue Options. Nello stato Standby, le pompe LC e le tensioni di alcuni strumenti sono disattivate.

L'utente può modificare la quantità di tempo tra l'acquisizione dell'ultimo campione e il passaggio allo stato Standby. Per informazioni sugli altri campi nella finestra di dialogo Queue Options, fare riferimento al documento: *Guida*.

1. Nella barra di navigazione, fare clic su **Configure**.
2. Fare clic su **Tools > Settings > Queue Options**.

Figura 12-1: Finestra di dialogo Queue Options

3. Nel campo **Max. Num. Waiting Samples**, impostare il numero massimo di campioni su un valore maggiore del numero di campioni che verranno inviati nella coda.
4. Nel campo **Max. Idle Time**, digitare la quantità di tempo che il software attenderà al termine dell'acquisizione prima di passare allo stato Standby. Il valore preimpostato è 60 minuti.

Se si usano le bombole per il gas, regolare questa durata per assicurarsi che il gas delle bombole non si esaurisca.

Se si usa un metodo LC, prima dell'esecuzione bisogna assicurarsi che ci sia abbastanza solvente nei contenitori, perché tutti i campioni vengono eseguiti alla velocità di flusso primaria e per il tempo massimo di inattività.

5. Selezionare la casella **Leave Mass Spec on in Standby** affinché lo spettrometro di massa funzioni dopo il completamento dell'analisi.
Questa funzione consente a riscaldatori e gas di continuare a funzionare anche dopo che i dispositivi sono entrati in stato Idle, così la sorgente di ionizzazione e l'ingresso allo spettrometro di massa vengono mantenuti privi di contaminanti.
6. Selezionare la casella di controllo **Fail Whole Batch in Case of Missing Vial** per annullare l'intero lotto quando manca una fiala.
Se questa opzione non è selezionata, verrà annullato solo il campione corrente e il software continuerà al campione successivo.

Creazione e invio di un lotto

Utilizzare questo workflow per creare un lotto.

Se la funzione Quick Quant è impiegata per archiviare i tipi e le concentrazioni dei campioni nei file di dati, non utilizzare il metodo Quick Quant auto-generato per eseguire la quantificazione. Questo metodo di quantificazione non utilizza i parametri di integrazione specifici per i composti e i campioni che sono stati ottimizzati per la selezione dei picchi.

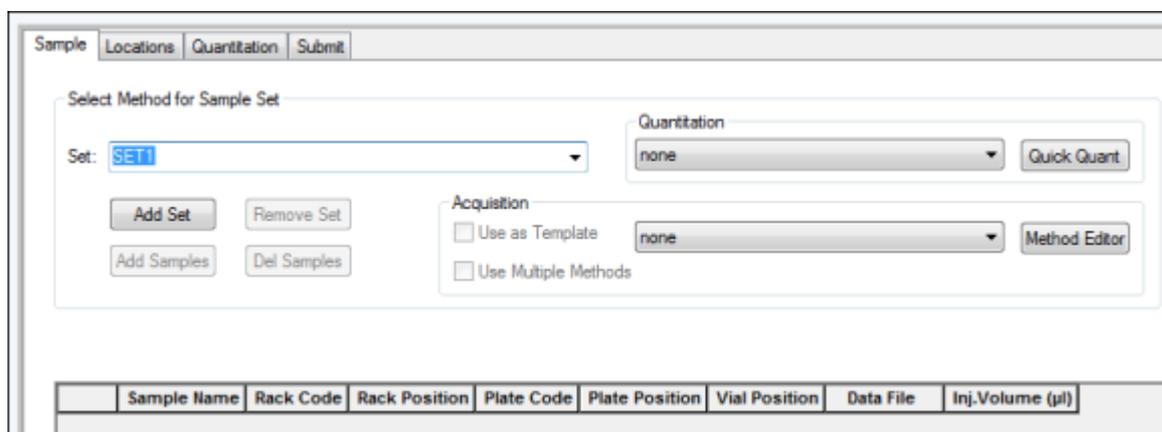
Aggiunta di gruppi e campioni a un lotto

Un set può comprendere un campione singolo o più campioni.

Nota: per maggiori informazioni sull'aggiunta di informazioni quantitative a un lotto, fare riferimento alla *Guida avanzata per l'Utente*.

1. Sulla barra di navigazione, in **Acquire**, fare doppio clic su **Build Acquisition Batch**.

Figura 12-2: Finestra di dialogo Batch Editor



2. Nella scheda Sample, nell'elenco **Set**, immettere un nome.
3. Fare clic su **Add Set**.
4. Fare clic su **Add Samples** per aggiungere campioni al nuovo gruppo.

Figura 12-3: Finestra di dialogo Add Sample

The screenshot shows a dialog box titled "Add Sample". It is divided into three main sections. The first section, "Sample name", contains a "Prefix" text box with "Sample" entered, a "Sample number" checkbox which is checked, and a "Number of digits" text box with "3" entered. The second section, "Data file", contains a "Prefix" text box with "Data" entered, a "Set name" checkbox which is checked, an "Auto Increment" checkbox which is checked, and a "Sub Folder" text box with a "Browse" button to its right. The third section, "New samples", contains a "Number" text box with "1" entered. At the bottom of the dialog are three buttons: "OK", "Cancel", and "Help".

5. Nella sezione **Sample name**, nel campo **Prefix**, digitare un nome per i campioni in questo set.
6. Per aggiungere una numerazione progressiva al termine del nome del campione, selezionare la casella **Sample number**.
7. Se la casella di controllo **Sample number** è selezionata, immettere il numero di cifre da includere nel nome del campione nel campo **Number of digits**.
Ad esempio, se si immette 3, i nomi dei campioni saranno *nomedelcampione001*, *nomedelcampione002* e *nomedelcampione003*.
8. Nella sezione **Data file**, nel campo **Prefix**, immettere un nome per il file di dati che archiverà le informazioni sul campione.
9. Selezionare la casella **Set name** per usare il nome del set come parte del nome del file di dati.
10. Selezionare la casella **Auto Increment** per impostare la numerazione progressiva automatica dei nomi dei file di dati.

Quando lo spettrometro di massa è utilizzato come un dispositivo di diagnostica *in vitro*, si raccomanda di acquisire un solo campione per ogni file di dati.

Nota: i dati per ogni campione possono essere archiviati nello stesso file o in un file di dati separato. I nomi dei file di dati avranno suffissi numerici con 1 come valore di partenza.

11. Inserire un nome nel campo **Sub Folder**.

Istruzioni operative - Lotto

La cartella viene archiviata nella cartella `Data` del progetto corrente. Se il campo **Sub Folder** è lasciato vuoto, il file di dati viene archiviato nella cartella `Data` e non viene creata alcuna sottocartella.

12. Nella sezione `New samples`, nel campo **Number**, digitare il numero dei nuovi campioni da aggiungere.
13. Fare clic su **OK**.
La tabella dei campioni sarà compilata con i nomi dei campioni e i nomi dei file di dati.

Suggerimento! Le opzioni **Fill Down** e **Auto Increment** sono disponibili nel menu di scelta rapida, dopo che è stata selezionata l'intestazione di una colonna o diverse righe in una colonna.

14. Nella scheda `Sample`, alla sezione `Acquisition`, selezionare un metodo dall'elenco. Si dovranno inserire informazioni specifiche sull'autocampionatore, se questo è incluso nella configurazione del sistema. Anche se il volume dell'iniezione è impostato nel metodo, l'utente può cambiare tale valore per uno o più campioni modificandolo nella colonna `Injection Volume`.

Nota: per usare metodi diversi per alcuni dei campioni presenti in questo set, selezionare la casella di controllo **Use Multiple Methods**. La colonna **Acquisition Method** viene mostrata nella tabella `Sample`. Selezionare il metodo di acquisizione per ciascun campione in questa colonna.

15. Nella scheda **Sample**, dall'elenco **Set**, selezionare il set.
16. Eseguire le operazioni di seguito, se necessario, per ognuno dei campioni del set:
 - Nella colonna **Rack Code**, selezionare il tipo di rack.
 - Nella colonna **Rack Position**, selezionare la posizione del rack nell'autocampionatore.
 - Nella colonna **Plate Code**, selezionare il tipo di piastra.
 - Nella colonna **Plate Position**, selezionare la posizione della piastra nel rack.
 - Nella colonna **Vial Position**, immettere la posizione della fiala nella piastra o nel vassoio.

Nota: per riempire automaticamente i campioni dalla scheda `Locations`, fare clic sulla prima e sull'ultima fiala all'interno di un set, tenendo premuto il tasto **Shift**. Queste fiale sono visualizzate sotto forma di cerchi rossi. Nella scheda `Locations`, è possibile effettuare più iniezioni dalla stessa fiala, premendo il tasto **Ctrl** e facendo contemporaneamente clic sulla posizione della fiala. Il cerchio passa dal rosso al verde.

17. In alternativa, per usare la scheda `Location` per selezionare le posizioni delle fiale, fare riferimento alla sezione: [Selezione della posizione delle fiale tramite la scheda `Locations` \(opzionale\)](#).
18. (Opzionale) Utilizzare le procedure nella sezione: [Tabella 12-1](#) Secondo necessità.

Tabella 12-1: Suggerimenti di Batch Editor

Per eseguire questa operazione	Procedere come segue
Per modificare tutti i valori in una colonna contemporaneamente	Fare clic sull'intestazione di una colonna, quindi fare clic con il pulsante destro del mouse. Dal menu, selezionare i comandi Auto Increment e Fill Down per cambiare i valori nella colonna. Questo funziona anche per più celle nella stessa colonna.
Per modificare un metodo di acquisizione esistente	Selezionare il metodo e fare clic su Method Editor dall'elenco. Per creare un nuovo metodo di acquisizione, selezionare None dall'elenco e fare clic su Method Editor . Solo gli utenti esperti dovrebbero utilizzare questa opzione. Non utilizzare questa opzione se è selezionata l'opzione Use Multiple Methods .
Per applicare un metodo di quantificazione creato in precedenza	Selezionare il metodo dall'elenco Quantitation .
Per selezionare più di un pozzetto o una fiala simultaneamente	Premere il tasto Shift mentre si fa clic sul primo e sull'ultimo pozzetto o fiala nel range.

19. (Opzionale) Per definire i dettagli di quantificazione prima di inviare il lotto, fare riferimento alla sezione: [Impostazione dei dettagli di quantificazione in Batch Editor \(opzionale\)](#).
20. Aprire la scheda Submit.

Nota: l'ordine dei campioni può essere modificato prima che gli stessi siano inviati alla coda. Per modificare l'ordine dei campioni, nella scheda Submit, fare doppio clic su uno qualsiasi dei numeri a sinistra della tabella (viene mostrata una finestra quadrata) e quindi trascinarli nella nuova posizione.

21. Se la sezione Submit Status contiene un messaggio sullo stato del lotto, compiere una tra le seguenti operazioni:
 - Se il messaggio indica che il lotto è pronto per l'invio, andare allo step [22](#).
 - Se il messaggio indica che il lotto non è pronto per l'invio, apportare le modifiche come indicato nel messaggio.
22. Dopo la conferma che tutte le informazioni del lotto sono corrette, fare clic su **Submit**. Il lotto viene inviato alla coda e può essere visualizzato in Queue Manager.

23. Salvare il file.

Invio di un campione o un set di campioni

Nota: Eseguire nuovamente il campione se si verifica un'interruzione anomala durante l'acquisizione del campione. Se l'interruzione anomala è dovuta a una mancanza di corrente, la temperatura del vassoio dell'autocampionatore non viene mantenuta e l'integrità del campione potrebbe risultare compromessa.

1. Selezionare un campione o un set di campioni.
2. Aprire la scheda Submit in Batch Editor.
3. Se la sezione Submit Status contiene un messaggio sullo stato del lotto, effettuare una delle seguenti operazioni:
 - Se il messaggio indica che il lotto è pronto per l'invio, andare al passaggio successivo.
 - Se il messaggio indica che il lotto non è pronto per l'invio, apportare le modifiche come indicato nel messaggio.
4. Fare clic su **Submit**.

Modifica dell'ordine dei campioni

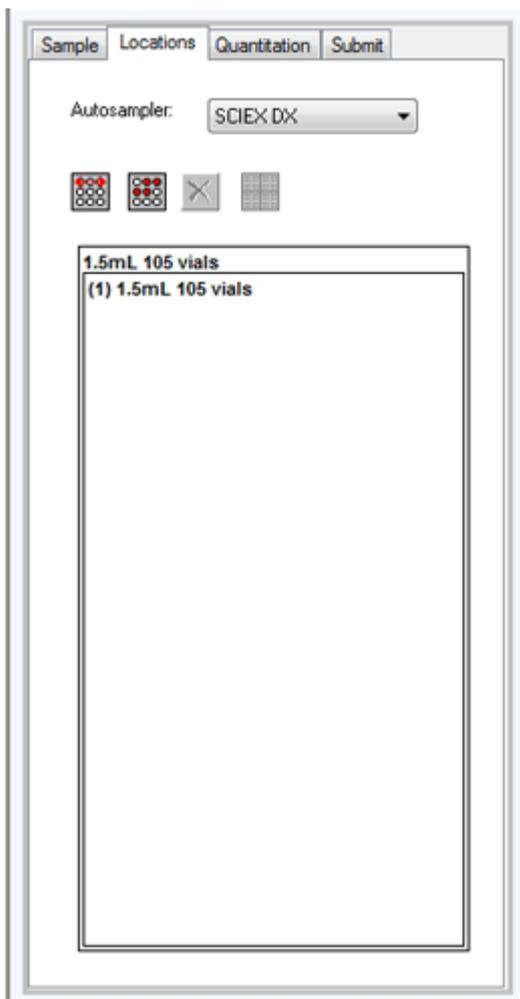
L'ordine dei campioni può essere modificato prima che gli stessi vengano inviati alla **Queue**.

Nella scheda Submit, fare doppio clic su uno dei numeri all'estrema sinistra della tabella (sarà visualizzata una casella trasparente) e poi trascinarli fino alla nuova posizione.

Selezione della posizione delle fiale tramite la scheda Locations (opzionale)

1. In Batch Editor, aprire la scheda Locations.
2. Nell'elenco **Set**, selezionare il set.
3. Nell'elenco **Autosampler**, selezionare l'autocampionatore.
4. Nello spazio associato al rack, fare clic con il pulsante destro del mouse e selezionare il tipo di rack.
I piatti o i vassoi sono mostrati nel rack.
5. Fare doppio clic nello spazio bianco con l'etichetta del tipo di rack. Viene visualizzato il layout di un rack di esempio.
Il numero corretto degli spazi del rack per l'autocampionatore è mostrato nella rappresentazione grafica del rack.

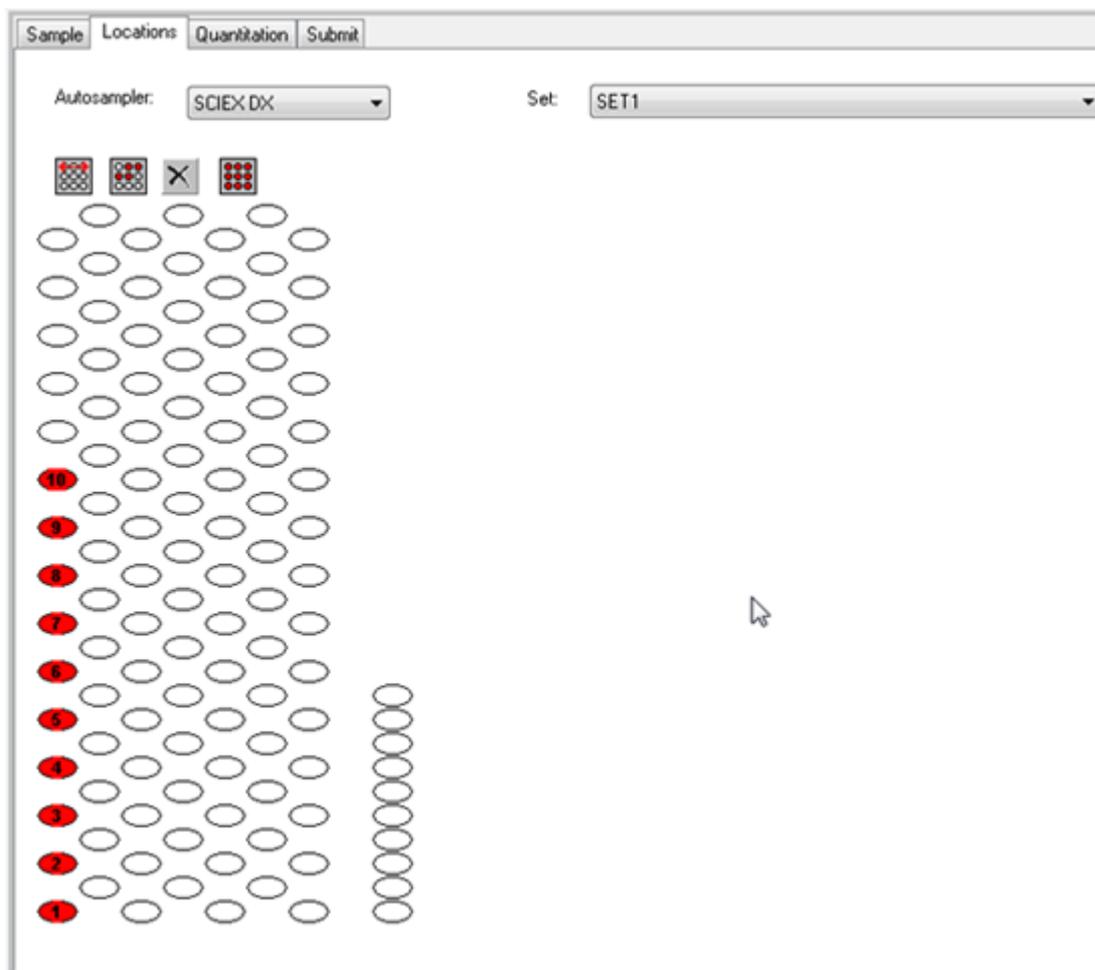
Figura 12-4: Posizione visiva del campione



6. Fare doppio clic su uno dei rettangoli.
Appaiono dei cerchi che indicano i pozzetti o le fiale per il piatto o il vassoio.

Suggerimento! Per vedere il numero di fiala corrispondente nella rappresentazione grafica, spostare il cursore del mouse sulla posizione del campione. Utilizzare queste informazioni per confermare che le posizioni delle fiale nel software corrispondono alle posizioni delle fiale nell'autocampionatore.

Figura 12-5: Scheda Locations



Nota: in base al tipo di autocampionatore usato, potrebbe non essere necessario immettere ulteriori dettagli nelle colonne aggiuntive.

7. Per selezionare se i campioni devono essere contrassegnati per riga o per colonna, fare clic sul pulsante **Row/Column selection**.
Se il pulsante mostra una linea rossa orizzontale, il Batch Editor contrassegna i campioni per riga. Se il pulsante mostra una linea rossa verticale, il Batch Editor contrassegna i campioni per colonna.
8. Fare clic sulle fiale o i pozzetti nell'ordine in cui devono essere analizzati.

Suggerimento! Fare clic nuovamente su un pozzetto o una fiala selezionato/a per cancellarlo/a.

Suggerimento! Per inserire automaticamente i campioni, premere **Shift** mentre si fa clic sulla prima e sull'ultima fiala all'interno di un set. Per eseguire più iniezioni dalla stessa fiala, premere **Ctrl** mentre si fa clic sulla posizione della fiala. I cerchietti rossi diventeranno di colore verde.

Impostazione dei dettagli di quantificazione in Batch Editor (opzionale)

Se si utilizza un metodo di quantificazione con un lotto e se l'utente non vuole selezionare i dettagli di quantificazione dopo l'acquisizione, i dettagli di quantificazione (tipo di campione, concentrazione del campione) devono essere definiti prima dell'invio del lotto.

Le colonne **Internal Standard** e **Standard** appropriate vengono mostrate nella scheda Quantitation in base al metodo di quantificazione selezionato nella scheda Sample.

1. Con un file di lotto aperto nella finestra Batch Editor, aprire la scheda Quantitation.
2. Selezionare il gruppo contenente i campioni.
3. Selezionare **Quant Type**, **Dilution Factor** e **Weight/Volume** per tutti i campioni dall'elenco nella cella.
4. (Se necessario) Nella colonna **Analyte**, digitare la concentrazione di analita.
5. (Se necessario) Nella colonna **Internal Standard**, digitare la concentrazione di standard interno.
6. Ripetere questa procedura per ciascun gruppo del lotto.

Equilibratura del sistema

Equilibrare il sistema prima di inviare un lotto. L'equilibratura riscalda e prepara lo spettrometro di massa per il successivo campione o lotto.

1. Fare clic su **Equilibrate** ()
Viene visualizzata la finestra di dialogo Equilibrate.
2. Selezionare il metodo di acquisizione usato per inviare il lotto.
3. Inserire il tempo di equilibratura nel campo **Time (min)**, in minuti.
4. Fare clic su **OK**. Il sistema inizia l'equilibratura.
Al termine dell'equilibratura, lo stato del sistema cambia in Ready.

Suggerimento! Se l'equilibratura non termina come previsto o se lo stato del sistema non cambia in "Ready" al termine dell'equilibratura, assicurarsi che siano presenti le condizioni seguenti:

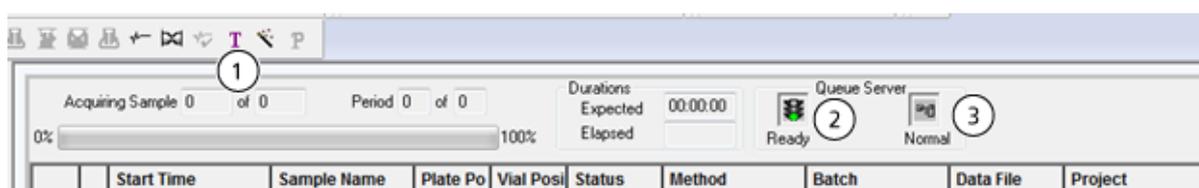
- Il profilo hardware attivato sia appropriato per il metodo di acquisizione.
 - Il sistema LC sia acceso.
 - Il sistema LC abbia stabilito correttamente la comunicazione con il software.
-

Acquisizione dati

Il software non deve essere in modalità Tune and Calibrate quando si avvia l'acquisizione dei campioni. Inoltre, se il sistema è già stato avviato in giornata e non è ancora stato impostato sullo stato Standby, l'acquisizione dei campioni inizierà automaticamente.

1. Verificare che sia stata raggiunta la temperatura del forno a colonna.
2. Verificare che l'icona **Reserve Instrument for Tuning** () non sia premuta.
3. Nella barra di navigazione, fare clic su **Acquire**.
4. Fare clic su **View > Sample Queue**.
Verrà visualizzato Queue Manager con tutti i campioni inviati.

Figura 12-6: Queue Manager



Elemento	Descrizione
1	L'icona Reserve Instrument for Tuning non deve essere premuta.
2	Lo stato Queue deve essere Ready.
3	Lo stato Queue Server deve essere Normal. Fare riferimento alla sezione: Stati della coda .

5. Fare clic su **Acquire > Start Sample**.

Nota: si raccomanda di eseguire nuovamente il campione in caso di arresto anomalo durante l'acquisizione.

Importazione di file di lotto

Gli utenti possono importare un file di testo contenente informazioni sul lotto invece di creare un lotto in Batch Editor. Se tutti i dettagli campione si trovano in un foglio elettronico, la disposizione e l'importazione dei dati nel foglio elettronico sono più rapide rispetto alla digitazione manuale dei dati in Batch Editor.

Prima di importare le informazioni del lotto da un file di testo, verificare che i dati contenuti nel file siano correttamente organizzati e formattati. In particolare, le intestazioni delle colonne sul foglio di calcolo devono corrispondere a quelle delle colonne di Batch Editor. Per essere certi che il file di testo includa le opportune intestazioni, creare un lotto utilizzando Batch Editor, esportarlo come file di testo, digitare i valori appropriati in un editor di foglio di calcolo e reimportare il file in Batch Editor.

Per ottenere esempi di file formattati correttamente, fare riferimento alla cartella Batch nel progetto Example.

Le informazioni presenti in un file di lotto possono essere esportate per essere utilizzate anche con altre applicazioni, ad esempio Microsoft Excel, Microsoft Access e alcuni software LIMS (Laboratory Information Management System).

Creazione di un lotto come file di testo

Prerequisiti
Verificare che il profilo hardware attivo includa tutti i dispositivi da utilizzare per acquisire i campioni.

Per essere certi che il file di testo includa le opportune intestazioni, creare un lotto utilizzando Batch Editor, esportarlo come file di testo, immettere i valori appropriati in un editor di fogli di calcolo e reimportare il file in Batch Editor. Gli utenti possono esportare un lotto solo se contiene come minimo un set con almeno un campione. Il file di testo salvato può essere utilizzato anche in seguito come modello.

1. Nel Batch Editor, creare un lotto a singolo set e singolo campione.
2. Fare clic su **File > Export**.
Viene visualizzata la finestra di dialogo Save As.
3. Digitare il nome per il file di testo nel campo **File name**, quindi fare clic su **Save**.
4. Aprire il file di testo su un programma di foglio di calcolo come ad esempio Excel.
5. Digitare, oppure copiare e incollare, i dettagli dei campioni: un campione per riga, con i dettagli sotto le relative intestazioni.

Nota: non cancellare nessuna colonna. Le colonne del foglio di calcolo devono corrispondere a quelle di Batch Editor.

6. Salvare il file di testo modificato con estensione .txt o .csv, quindi chiudere il programma di foglio di calcolo.
Il file di testo è ora pronto per essere importato in Batch Editor.

Importazione di un lotto da un file di testo

1. Nella scheda Sample di Batch Editor, fare clic con il pulsante destro del mouse, quindi fare clic su **Import From > File..**
Viene visualizzata la finestra di dialogo Open.
2. Fare clic sul file di testo richiesto, quindi su **Open**.
Se si utilizza un autocampionatore, viene visualizzata la finestra di dialogo Select Autosampler.

Nota: Se il file di testo salvato non compare nell'elenco **Files of type**, selezionare **Microsoft Text Driver (*.txt; *.csv)**. I file con estensione .txt compaiono nel campo.

Istruzioni operative - Lotto

3. Nell'elenco degli autocampionatori, selezionare l'autocampionatore e fare clic su **OK**. La tabella campioni viene compilata con i dettagli tratti dal file di testo.
4. Inviare il lotto.

Suggerimenti per Batch e Acquisition Method Editor

Per eseguire questa operazione	Procedere come segue
Per modificare i valori nella tabella	(Ad esempio, per modificare il nome di un campione) Fare clic su una cella e immettere il nuovo valore.
Per modificare tutti i valori in una colonna contemporaneamente	Fare clic sull'intestazione di una colonna, quindi fare clic con il pulsante destro del mouse. Dal menu che viene visualizzato, selezionare i comandi Auto Increment e Fill Down per modificare i valori nella colonna. Questo funziona anche per più celle nella stessa colonna.
Per modificare un metodo di acquisizione esistente	Dall'elenco, selezionare il metodo e fare clic su Method Editor . Per creare un nuovo metodo di acquisizione, selezionare None dall'elenco e fare clic su Method Editor . Solo gli utenti esperti dovrebbero utilizzare questa opzione. Non utilizzare questa funzione quando si utilizza l'opzione Multiple Methods .
Per applicare un metodo di quantificazione creato in precedenza	Selezionare il metodo dal menu Quantitation .
Per selezionare più di un pozzetto o una fiala simultaneamente	Premere Shift e fare clic sul primo o sull'ultimo pozzetto o fiala del range da selezionare.

Per informazioni sull'uso del menu di scelta rapida di Batch Editor, fare riferimento alla sezione: [Batch Editor](#).

Suggerimenti per la risoluzione dei problemi del lotto

Problema	Probabile causa	Azioni correttive
Nel software Analyst MD, Batch editor, la colonna volume di iniezione (uL) viene mostrata come -1.	Il metodo di acquisizione non è selezionato nel lotto.	Selezionare il metodo di acquisizione corretto per il lotto.

Problema	Probabile causa	Azioni correttive
	Il dispositivo LC nel metodo di acquisizione selezionato non corrisponde al dispositivo LC attivato nel profilo hardware.	Aprire e revisionare il metodo di acquisizione. Correggere le informazioni del dispositivo LC e salvare il metodo.
	Il profilo hardware attivato non contiene un dispositivo LC o ne contiene uno differente.	Aprire Hardware Configuration Editor e disattivare il profilo hardware. Modificare il profilo hardware, correggere le informazioni del dispositivo LC e attivare il profilo hardware.

Arresto dell'acquisizione di campioni

Quando viene arrestata un'acquisizione di campioni, il software completa la scansione corrente prima di arrestare l'acquisizione.

1. Nel Queue Manager fare clic sul campione nella coda dopo il punto in cui l'acquisizione dovrebbe essere arrestata.
2. Nella barra di navigazione, fare clic su **Acquire**.
3. Fare clic su **Acquire > Stop Sample**.
L'acquisizione si arresta dopo l'acquisizione della scansione corrente nel campione selezionato. Lo stato del campione nella finestra **Queue Manager (Local)** cambia in **Terminated** e tutti gli altri campioni successivi della coda hanno lo stato **Waiting**.
4. Per continuare a elaborare il lotto, fare clic su **Acquire > Start Sample**..

Utilizzare i file di esempio installati nella cartella Example per imparare a visualizzare e analizzare i dati utilizzando gli strumenti di elaborazione e di analisi più comuni. Per ulteriori informazioni sui seguenti argomenti, fare riferimento al documento: *Guida avanzata per l'utente*.

- Etichettatura dei grafici
- Sovrapposizione e somma degli spettri o dei cromatogrammi
- Eseguire sottrazioni dello sfondo
- Algoritmi di smoothing
- Lavorare con dati smussati
- Lavorare con dati calcolati da centroide
- Lavorare con i contour plot
- Lavorare con lo strumento di interpretazione dei frammenti
- Lavorare con i database e i record delle librerie

Panoramica dei dati spettrali e cromatografici

I dati spettrali forniscono informazioni sulla massa specifica di un composto. Un cromatogramma fornisce una visione generale dei dati, di solito dipendenti dal tempo quando si usa una colonna LC, ma non dà alcuna informazione sui componenti di un picco. Tuttavia, uno spettro mostra un picco specifico e fornisce il peso molecolare del composto corrispondente, che può essere usato per trovare informazioni più specifiche. Ad esempio, mentre un cromatogramma potrebbe mostrare un solo picco, tale picco può rappresentare più di un composto, cioè masse diverse. Uno spettro fornisce le informazioni di massa specifica di un composto.

I dati cromatografici possono variare in tempo ed intensità se si verifica una variazione delle condizioni cromatografiche in un dato campione. Le intensità spettrali possono variare, ma le masse sono fisse, poiché la massa di un campione non cambia.

Esistono due maniere per generare i dati spettrali:

- Se viene acquisita un'unica scansione, i dati sono visualizzati di default sotto forma di spettro.
- Da un cromatogramma.

Uno spettro tipico viene mostrato con il peso molecolare, contrassegnato con il rapporto massa/carica (m/z), sull'asse X. L'intensità è visualizzata sull'asse Y.

Analisi dei dati

Quando si apre un file di dati, vengono visualizzati diversi riquadri nelle finestre, a seconda del tipo di esperimento eseguito. Il software memorizza i dati in file con estensione wiff. I file .wiff possono contenere dati per più di un campione. Oltre ai file wiff, il software può aprire file txt. Tuttavia, i file txt contengono i dati relativi ad un solo campione.

L'informazione contenuta in un file di dati può essere visualizzata sotto forma di grafico o di tabella. I dati grafici sono presentati sotto forma di un cromatogramma o di uno spettro. I dati di entrambe le forme possono essere visualizzati come una tabella di punti di dati ed è possibile eseguire diverse operazioni di ordinamento sui dati.

Gli utenti possono aprire file contenenti dati esistenti oppure dati in corso di acquisizione. È inoltre possibile visualizzare tutti i dati relativi all'esperimento in forma tabellare. Il riquadro tabella si compone di due schede: Data List e Peak List. La scheda Data List contiene informazioni relative all'esperimento, come il tempo di acquisizione e l'intensità di scansione. La scheda Peak List contiene informazioni relative ai picchi, come l'altezza picco, l'area picco e il tipo di baseline.

Se i dati contengono risultati di più esperimenti, è possibile creare singoli TIC per ciascun esperimento ed un altro TIC che rappresenti la somma di tutti gli esperimenti.

Il TIC preimpostato che rappresenta la somma di tutti gli esperimenti compare con uno strumento splitter sotto il centro dell'asse X.

Apertura dei file di dati

Suggerimento! Per disattivare l'aggiornamento automatico dello spettro di massa, fare clic con il tasto destro del mouse sullo spettro di massa e poi fare clic su **Show Last Scan**. Se compare un segno di spunta vicino a **Show Last Scan**, lo spettro si aggiornerà in tempo reale.

1. Nella barra di navigazione, alla voce **Explore**, fare doppio clic su **Open Data File**. Si aprirà la finestra di dialogo Select Sample.
2. Nell'elenco **Data Files**, navigare tra il file di dati da aprire, selezionare un campione e fare clic su **OK**. Saranno mostrati i dati acquisiti dal campione. Se l'acquisizione di dati è ancora in corso, lo spettro di massa, il tracciato DAD/UV e il TIC continueranno ad aggiornarsi automaticamente.

Navigazione tra i campioni in un file di dati

Nota: se i campioni sono stati salvati in file di dati separati, è necessario aprire ogni file singolarmente.

Per le descrizioni delle icone di navigazione utilizzate in questa procedura, fare riferimento alla tabella: [Tabella D-4](#).

Aprire un file di dati che contiene più campioni e scegliere una delle seguenti opzioni:

Istruzioni operative - Analisi ed elaborazione di dati

- Per andare al campione successivo nel file di dati, fare clic sull'icona **Show Next Sample** ()
- Per andare a un campione non sequenziale, fare clic sull'icona **Go to Sample** ()
- Nella finestra di dialogo Select Sample, nell'elenco **Sample**, selezionare il campione da visualizzare.
- Per andare al campione precedente nel file di dati, fare clic sull'icona **Show Previous Sample** ()

Visualizzazione delle condizioni sperimentali

Le condizioni sperimentali usate per raccogliere i dati sono memorizzate nei file di dati assieme ai risultati. Le informazioni contengono i dettagli del metodo di acquisizione usato: il metodo di acquisizione MS, ovvero il numero di periodi, esperimenti e cicli, inclusi i parametri strumento e il metodo del dispositivo LC, inclusa la velocità di flusso della pompa LC. Inoltre contiene la risoluzione MS e le tabelle di calibrazione della massa usate per l'acquisizione del campione. Per la funzionalità del software disponibile quando l'utente visualizza le informazioni sul file, fare riferimento alla sezione: [Menu di scelta rapida del riquadro Show File Information](#).

Nota: Se i dati vengono acquisiti da più di un campione nello stesso file wiff, il riquadro file information non si aggiorna automaticamente quando l'utente scorre i campioni. Chiudere il riquadro file information, quindi riaprirlo per visualizzare i dettagli per il campione successivo nel file wiff.

Fare clic su **Explore > Show > Show File Information**.
Il riquadro File Information si apre sotto il grafico.

Suggerimento! Per creare un metodo di acquisizione dal riquadro File Information, fare clic con il pulsante destro del mouse sul riquadro File Information, quindi fare clic su **Save Acquisition Method**.

Visualizzazione dei dati in tabelle

1. Aprire un file di dati.
2. Fare clic su **Explore > Show > Show List Data**.
I dati sono mostrati in un riquadro sotto il grafico.

Figura 13-1: Scheda Peak List (sistemi QTRAP)

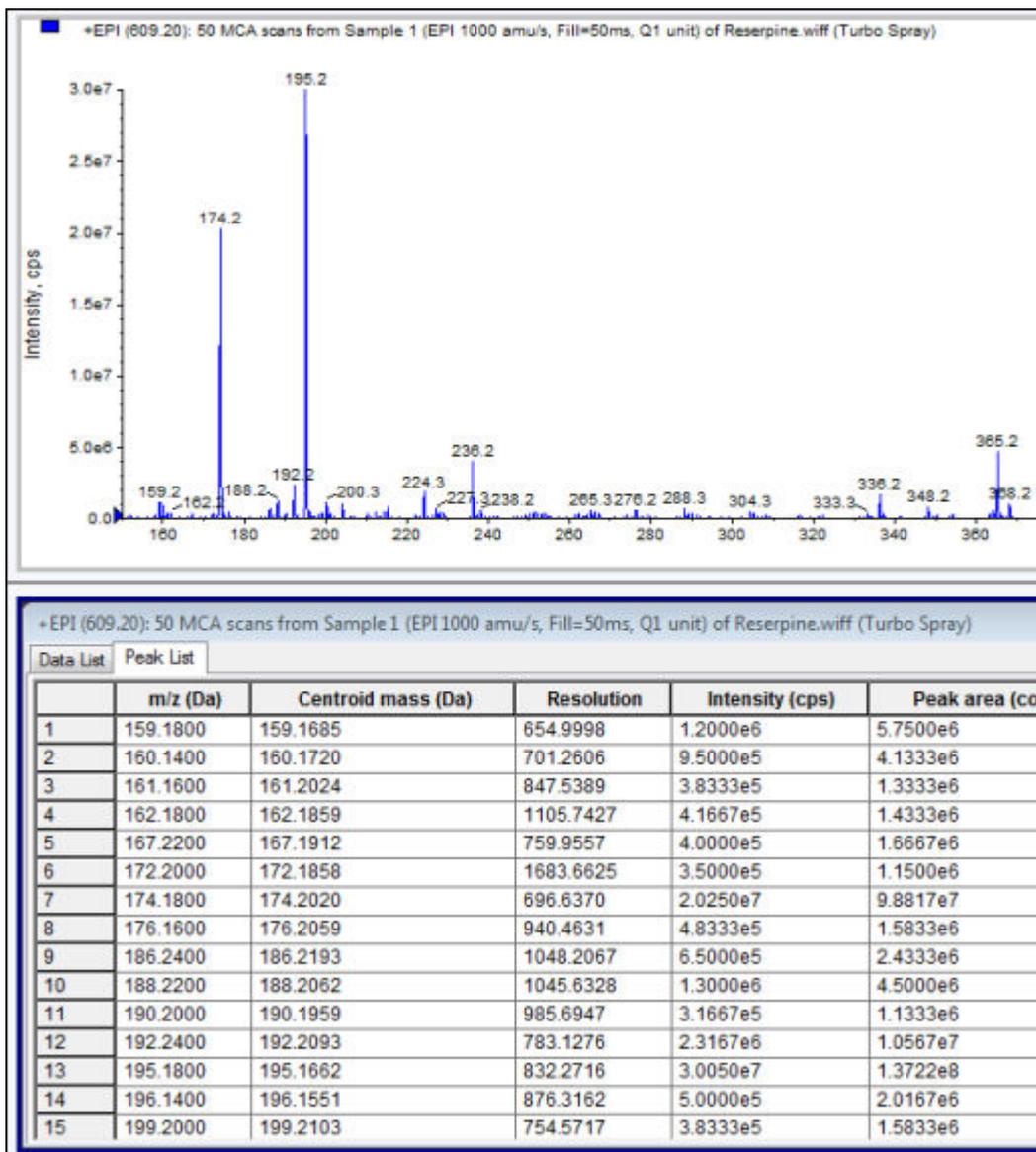


Tabella 13-1: Menu di scelta rapida per la scheda Spectral Peak List

Menu	Funzione
Column Options	(Opzioni colonna) Apre la finestra di dialogo Select Columns for Peak List .
Save As Text	(Salva come testo) Salva i dati come file .txt.
Delete Pane	(Elimina riquadro) Elimina il riquadro selezionato.

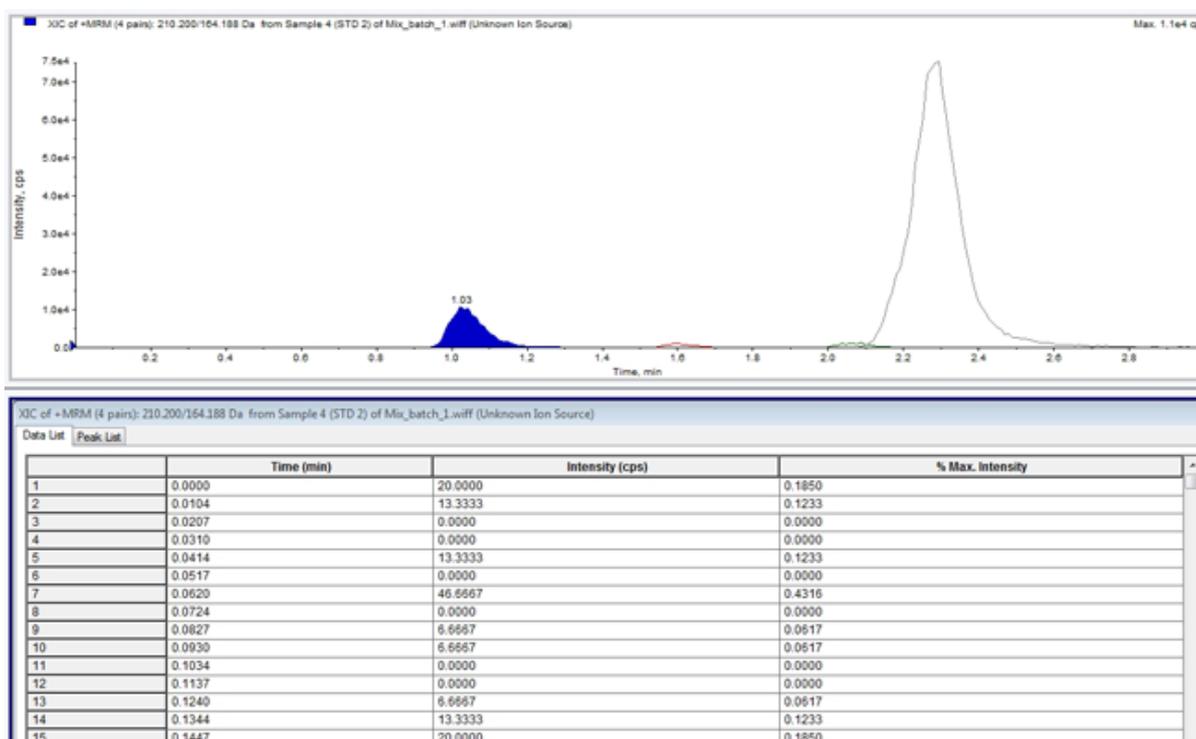
Tabella 13-2: Menu di scelta rapida per la scheda Chromatographic Peak List

Menu	Funzione
Show Peaks in Graph	(Mostra picchi nel grafico) Mostra i picchi in due colori nel grafico.
IntelliQuan Parameters	(Parametri IntelliQuan) Apre la finestra di dialogo IntelliQuan .
Save As Text	(Salva come testo) Salva i dati come file .txt.
Delete Pane	(Elimina riquadro) Elimina il riquadro selezionato.

Visualizzazione dei dati quantitativi di base

1. Aprire un file di dati.
2. Fare clic su **Explore > Show > Show List Data**.

Figura 13-2: List Data



3. Nella scheda Peak List, fare clic con il pulsante destro del mouse e selezionare **Show Peaks in Graph**.
I picchi sono visualizzati in due colori.
4. Per modificare le impostazioni dell'algoritmo di rilevamento dei picchi, fare clic con il pulsante destro del mouse, quindi selezionare **Analyst Classic Parameters** o **IntelliQuan Parameters**, a seconda di quale è attivo.

5. (Opzionale) Per rimuovere i picchi colorati, fare clic con il pulsante destro del mouse sulla scheda Peak List, quindi deselezionare **Show Peaks in Graph**.

Spettri

Uno spettro è costituito dai dati direttamente ottenuti dallo spettrometro di massa e rappresenta solitamente il numero di ioni rilevati con particolari valori di massa/carica (m/z). Compare sotto forma di grafico, con i valori m/z sull'asse x e l'intensità (cps) rappresentata sull'asse y. Per maggiori informazioni su come lavorare con gli spettri, fare riferimento alla [Tabella G-4](#).

In caso di dati MS/MS, l'intensità è associata a due masse: la massa ionica precursore (Q1) e la massa (o le masse) ionica del prodotto (Q3).

Cromatogrammi

Un cromatogramma è una rappresentazione grafica dei dati ottenuti dall'analisi di un campione. Traccia l'intensità del segnale lungo un asse che mostra il tempo o il numero della scansione. Per ulteriori informazioni sulla funzionalità software disponibile per i cromatogrammi e sull'uso del menu di scelta rapida Chromatogram Panes, fare riferimento alla sezione: [Riquadri del cromatogramma](#).

Il software traccia l'intensità, in conteggi al secondo (cps), sull'asse Y rispetto al tempo sull'asse X. I picchi che superano una soglia prestabilita sono automaticamente etichettati. Nel caso di LC-MS, il cromatogramma compare spesso come una funzione del tempo. Per una descrizione dei tipi di cromatogrammi, fare riferimento alla tabella: [Tabella 13-3](#).

Per ulteriori informazioni sull'uso delle icone disponibili, fare riferimento alla tabella: [Tabella 13-5](#).

Tabella 13-3: Tipi di cromatogrammi

Tipi di cromatogrammi	Funzione
Total Ion Chromatogram (TIC)	<p>Un cromatogramma generato tramite tracciatura dell'intensità di tutti gli ioni in una scansione rispetto al tempo o al numero della scansione.</p> <p>Quando si apre un file di dati, questo è preimpostato per aprirsi in forma di TIC. Se l'esperimento contiene una sola scansione, è mostrato sotto forma di spettro.</p> <p>Se la casella di controllo MCA è selezionata durante l'acquisizione del file di dati, il file di dati si apre sullo spettro di massa. Se la casella di controllo MCA non è selezionata, il file di dati si apre come TIC.</p>
Extracted Ion Chromatogram (XIC)	<p>Un cromatogramma creato ricavando i valori di intensità a un singolo valore di massa discreto, o un intervallo di massa, da una serie di scansioni spettrali di massa. Indica il comportamento di una data massa, o di un intervallo di massa, in funzione del tempo.</p>

Tabella 13-3: Tipi di cromatogrammi (continua)

Tipi di cromatogrammi	Funzione
Cromatogramma picco di base (BPC)	Un cromatogramma che mostra l'intensità dello ione più intenso in una scansione rispetto al tempo o al numero della scansione.
Cromatogramma lunghezza d'onda totale (TWC)	Un cromatogramma creato sommando tutti i valori di assorbanza nell'intervallo delle lunghezze d'onda acquisite e tracciando i valori rispetto al tempo. Consiste nella somma delle assorbanze di tutti gli ioni in una scansione, tracciate rispetto al tempo in un riquadro cromatografico.
Cromatogramma lunghezza d'onda estratto (XWC)	Un sottogruppo del TWC. Uno XWC mostra l'assorbanza per una singola lunghezza d'onda o la somma dell'assorbanza per un range di lunghezze d'onda.
Diode Array Detector (DAD)	Un cromatogramma che mostra lo spettro di assorbimento dei composti eluenti a una o più lunghezze d'onda.

Visualizzazione di TIC da uno spettro

Per vedere un esempio di file di dati, verificare che il progetto `Example` sia selezionato.

Per vedere uno spettro LIT, aprire la cartella `LIT`, quindi aprire il file `Reserpine.wiff`.

Fare clic su **Explore > Show > Show TIC**.

Si aprirà il TIC in un nuovo riquadro.

Suggerimento! Fare clic con il pulsante destro del mouse su un riquadro contenente uno spettro, quindi fare clic su **Show TIC**.

Per informazioni sull'uso del menu di scelta rapida **Spectra Panes**, fare riferimento alla sezione: [Riquadri degli spettri](#)

Visualizzazione di uno spettro da un TIC

Un TIC viene creato sommando i contributi di intensità di tutti gli ioni a partire da una serie di scansioni di massa. Utilizzare il TIC per visualizzare un intero gruppo di dati in un singolo riquadro. Il TIC è costituito dalle intensità sommate di tutti gli ioni in una scansione tracciata rispetto al tempo in un riquadro cromatografico. Se i dati contengono risultati di più esperimenti, è possibile creare un TIC per ogni esperimento sotto il TIC che rappresenta la somma di tutti gli esperimenti.

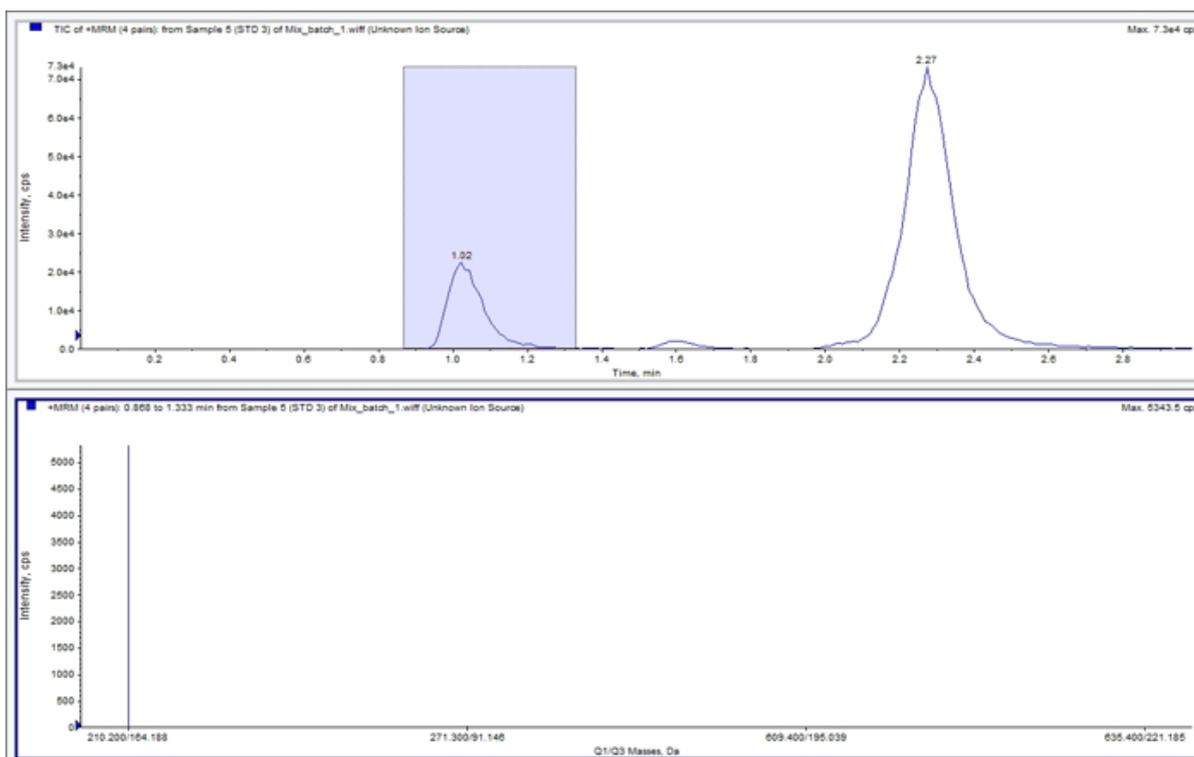
Quando si apre un file di dati, questo è preimpostato per essere mostrato in forma di TIC. Tuttavia, se l'esperimento contiene una sola scansione, viene mostrato in forma di spettro. Se l'utente seleziona la casella di controllo **MCA** prima di acquisire il file di dati, il file si apre come spettro di massa. Se la casella di controllo **MCA** non è selezionata, il file di dati si aprirà con il TIC.

Per informazioni sull'uso del menu di scelta rapida Spectra Panes, fare riferimento alla sezione: [Riquadri degli spettri](#).

1. Se un riquadro contiene un TIC, selezionare un range.
2. Fare clic su **Explore > Show > Show Spectrum**.
Si aprirà lo spettro in un nuovo riquadro.

Suggerimento! Fare doppio clic sul riquadro TIC in un dato valore di tempo per mostrare lo spettro.

Figura 13-3: Esempio di TIC



XIC

Uno XIC è un cromatogramma degli ioni estratto, creato prendendo da una serie di scansioni spettrali di massa i valori di intensità ad un valore unico e distinto di massa o un range di massa. Mostra il comportamento di una determinata massa, o range di massa, in funzione del tempo. L'intensità dello ione o le intensità sommate di tutti gli ioni in un determinato range sono tracciate in un riquadro cromatografico.

Generazione di XIC

Gli XIC possono essere generati solo da cromatogrammi o spettri con singolo periodo e singolo esperimento. Per ottenere uno XIC da dati multi-esperimento o multi-periodo, dividere i dati in riquadri separati facendo clic sul triangolo posto sotto l'asse x. Per ulteriori informazioni sull'uso delle icone disponibili, fare riferimento alla tabella: [Tabella 13-5](#).

Istruzioni operative - Analisi ed elaborazione di dati

Sono disponibili diversi metodi per estrarre gli ioni necessari per generare uno XIC a partire da dati cromatografici o spettrali. Per un riepilogo dei metodi che è possibile utilizzare con cromatogrammi e spettri, fare riferimento alla seguente tabella.

Tabella 13-4: Riepilogo dei metodi di generazione degli XIC

Metodo	Utilizzo con cromatogramma	Utilizzo con spettro	Estrazione
Selected Range	No	Sì	Estrae gli ioni da un'area selezionata in uno spettro.
Maximum	No	Sì	Estrae gli ioni da un'area selezionata in uno spettro usando il picco più intenso nell'area selezionata. Questa opzione genera uno XIC utilizzando la massa maggiore dall'intervallo spettrale selezionato.
Base peak masses	Sì	Sì	Può essere usato solo con i cromatogrammi picco base (BPC). Usare il comando Use Base Peak Masses per estrarre i risultati degli ioni in un XIC con una traccia a colori diversi per ogni massa. Se la selezione include diversi picchi, lo XIC risultante avrà un numero corrispondente di tracciati colorati, uno per ciascuna massa.
Specified masses	Sì	Sì	Estrae gli ioni da qualsiasi tipo di spettro o cromatogramma. Selezionare fino a dieci masse di inizio e fine da cui generare gli XIC.

Generazione di uno XIC tramite un intervallo selezionato

1. Aprire un file di dati contenente gli spettri.
2. Selezionare un intervallo premendo il pulsante sinistro del mouse all'inizio dell'intervallo, trascinando il cursore alla fine dell'intervallo e rilasciando il pulsante del mouse. La selezione è indicata in blu.
3. Fare clic su **Explore > Extract Ions > Use Range**.
Uno XIC della selezione si aprirà in un riquadro sotto il riquadro dello spettro. Le informazioni sull'esperimento nell'intestazione del riquadro contengono l'intervallo di massa e l'intensità massima in conteggi al secondo.

Generazione di uno XIC tramite il picco massimo

1. Aprire un file di dati contenente gli spettri.
2. Selezionare un range in uno spettro di massa.
La selezione è indicata in blu.
3. Fare clic su **Explore > Extract Ions > Use Maximum**.
Uno XIC della selezione specificata di picco massimo si aprirà in un riquadro sotto il riquadro dello spettro. Le informazioni sull'esperimento nell'intestazione del riquadro contengono l'intervallo di massa e l'intensità massima in conteggi al secondo.

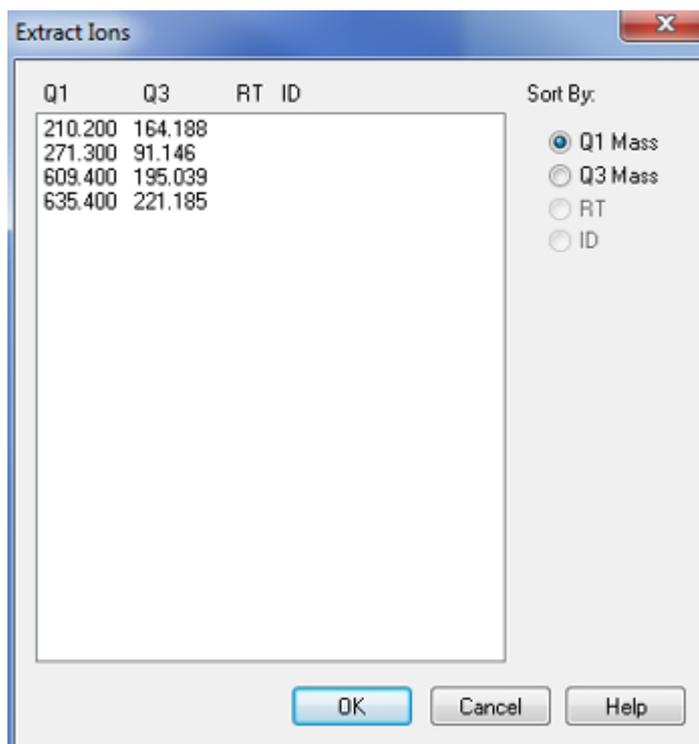
Generazione di uno XIC tramite le masse dei picchi di base

1. Aprire un file di dati contenente gli spettri.
2. Selezionare il picco da cui estrarre gli ioni in un BPC.
La selezione è indicata in blu.
3. Fare clic su **Explore > Extract Ions > Use Base Peak Masses**.
Uno XIC della selezione specificata si aprirà sotto il riquadro dello spettro. Le informazioni sull'esperimento nell'intestazione del riquadro mostrano l'intervallo di massa e l'intensità massima in conteggi al secondo.

Estrazione di ioni tramite selezione delle masse

1. Aprire uno spettro o un cromatogramma.
2. Fare clic su **Explore > Extract Ions > Use Dialog**.

Figura 13-4: Finestra di dialogo Extract Ions



3. Immettere i valori in base ai quali sarà creato ciascuno XIC.
 - Nel campo **Start**, immettere il valore di inizio (valore più basso) del range di massa.
 - Nel campo **Stop**, immettere il valore di fine (valore più alto) del range di massa.

Nota: Se non si immette un valore di fine, il range sarà definito dal valore di inizio.

4. Fare clic su **OK**.

Uno XIC della selezione si aprirà sotto il riquadro del cromatogramma. Le informazioni sull'esperimento nell'intestazione del riquadro includono le masse e l'intensità massima in conteggi al secondo.

BPC

Un BPC mostra l'intensità dello ione più intenso in ogni scansione, in funzione del numero di scansione o del tempo di ritenzione. È utile nei casi in cui il TIC è talmente dominato dal rumore di fondo che si crea un ampio offset e i picchi cromatografici sono difficili da distinguere. È utile anche per fare la distinzione tra componenti di co-eluzione. I BPC vengono generati solo da dati di un singolo periodo e un singolo esperimento.

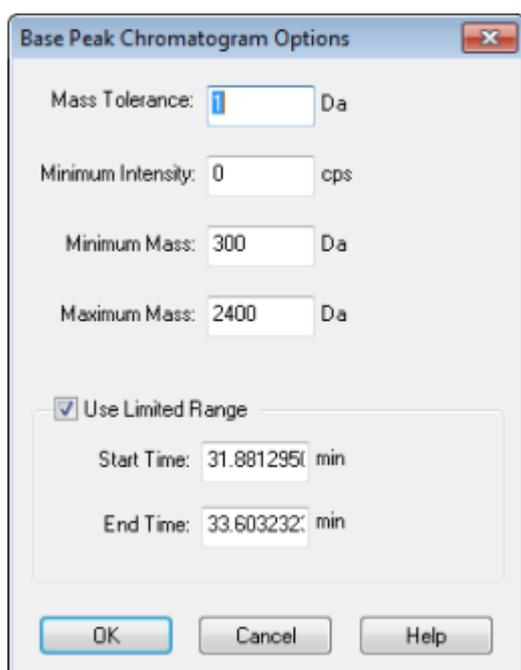
Il grafico utilizza due colori, alternando ogni volta la massa delle variazioni del picco di base. Le variazioni di colore sono mantenute quando si manipolano i dati tramite scorrimento o zoom. Per informazioni sulla selezione dei colori utilizzati nel grafico, fare riferimento al documento: *Guida*.

Generazione di BPC

I cromatogrammi picco base (BPC) possono essere generati solo a partire dai dati di un singolo periodo e di un singolo esperimento.

1. Aprire un file di dati.
2. Selezionare un'area all'interno di un TIC.
La selezione è indicata in blu.
3. Fare clic su **Explore > Show > Show Base Peak Chromatogram**.
Le selezioni vengono mostrate nei campi **Start Time** e **End Time**.

Figura 13-5: Base Peak Chromatogram Options



4. Nel campo **Mass Tolerance**, digitare un valore per indicare l'intervallo di massa usato per trovare un picco.
Il software troverà il picco usando un valore pari al doppio del range immesso (\pm il valore della massa).
5. Nel campo **Minimum Intensity**, immettere il valore dell'intensità al di sotto del quale i picchi saranno ignorati dall'algoritmo.
6. Nel campo **Minimum Mass**, digitare la massa all'inizio dell'intervallo di scansione.
7. Nel campo **Maximum Mass**, digitare la massa alla fine dell'intervallo di scansione.
8. Per impostare i tempi di inizio e fine, selezionare la casella **Use Limited Range** e procedere come segue:
 - Nel campo **Start Time**, digitare l'ora di inizio dell'intervallo target dell'esperimento.
 - Nel campo **End Time**, digitare l'ora di fine dell'intervallo target dell'esperimento.

9. Fare clic su **OK**.
Il BPC si aprirà in un nuovo riquadro.

Regolazione della soglia

La soglia è una linea invisibile tracciata parallelamente all'asse X di un grafico, che imposta un limite al di sotto del quale il software non includerà i picchi in uno spettro. La linea ha un puntatore, rappresentato da un triangolo blu sulla sinistra dell'asse Y. Fare clic sul triangolo blu per mostrare una linea punteggiata che rappresenta la soglia. La soglia può essere alzata o abbassata, ma modificare il valore della soglia non comporterà modifiche ai dati. Il software non etichetta alcun picco nella regione che si trova al di sotto della soglia.

1. Aprire un file di dati.
2. Eseguire una delle seguenti operazioni:
 - Per aumentare la soglia, trascinare il triangolo blu verso l'alto nell'asse Y.
 - Per abbassare la soglia, trascinare il triangolo blu verso il basso.
 - Fare clic su **Explore > Set Threshold..** Nella finestra di dialogo Threshold Options che viene visualizzata, digitare il valore della soglia, quindi fare clic su **OK**.
 - Fare clic su **Explore > Threshold.**

Il grafico sarà aggiornato per mostrare la nuova soglia. Saranno aggiornati anche l'elenco dei picchi e l'etichettatura dei picchi.

Suggerimento! Per visualizzare il valore attuale della soglia, muovere il puntatore del mouse sul puntatore della soglia.

Generazione di TWC

Un TWC è un cromatogramma di utilizzo meno corrente. Mostra l'assorbanza totale (mAU) in funzione del tempo. Utilizzare il TIC per visualizzare un intero gruppo di dati in un singolo riquadro. Consiste nella somma delle assorbanze di tutti gli ioni in una scansione tracciata rispetto al tempo in un cromatogramma. Se i dati contengono risultati di più esperimenti, è possibile creare un TWC per ogni esperimento sotto il TWC che rappresenta la somma di tutti gli esperimenti.

Un TWC mostra l'assorbanza totale (in mAU) sull'asse X, tracciata rispetto al tempo sull'asse X. Per ulteriori informazioni sull'uso delle icone disponibili, fare riferimento alla tabella: [Tabella 13-5](#).

1. Aprire un file di dati che contiene uno spettro DAD.
2. Fare clic su **Explore > Show > Show DAD TWC**.
Il TWC è mostrato in un riquadro sotto lo spettro DAD.

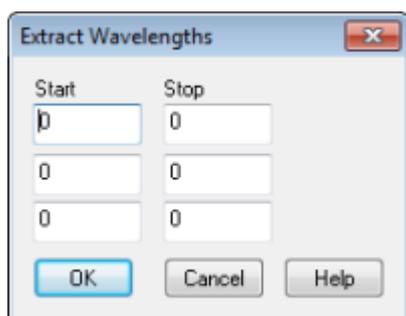
Suggerimento! Fare clic con il pulsante destro del mouse nel riquadro contenente lo spettro DAD, quindi fare clic su **Show DAD TWC**.

Generazione di XWC

Un XWC è un cromatogramma di lunghezze d'onda creato in base ai valori di intensità a una singola lunghezza d'onda, oppure alla somma dell'assorbanza per un range di lunghezze d'onda. È possibile estrarre fino a tre intervalli da uno spettro DAD per generare lo XWC. Per ulteriori informazioni sull'uso delle icone disponibili, fare riferimento alla tabella: [Tabella 13-5](#).

1. Aprire un file di dati che contiene uno spettro DAD.
2. Fare clic con il pulsante destro del mouse su un punto del riquadro, quindi fare clic su **Extract Wavelengths**.

Figura 13-6: Finestra di dialogo Extract Wavelengths



3. Digitare i valori **Start** e **Stop**.
4. Fare clic su **OK**.
L'XWC viene mostrato in un riquadro sotto lo spettro DAD.

Visualizzazione dei dati DAD

Come accade per i dati dello spettrometro di massa, i dati DAD possono essere visualizzati sotto forma di cromatogramma o spettro. Gli utenti possono visualizzare lo spettro DAD per un singolo punto nel tempo, oppure per un range di tempo, sotto forma di cromatogramma lunghezza d'onda totale (TWC).

1. Aprire un file di dati contenente dati acquisiti con un DAD.
Il TWC, che è analogo a un TIC, si aprirà in un riquadro sotto il TIC.
2. Nel riquadro TWC, fare clic su un punto per selezionare un determinato punto nel tempo o evidenziare un'area dello spettro per selezionare un intervallo di tempo.
3. Fare clic su **Explore > Show > Show DAD Spectrum**.
Lo spettro DAD si aprirà in un riquadro sotto il TWC. L'asse Y mostra l'assorbanza e l'asse X mostra la lunghezza d'onda.

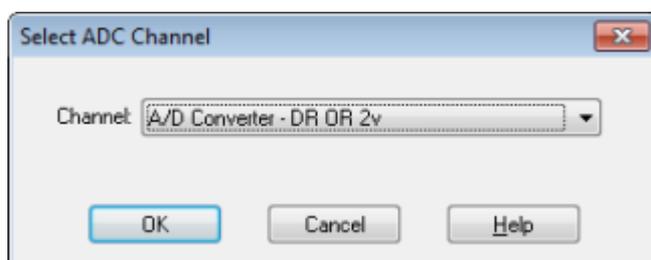
Suggerimento! Se il riquadro con il TWC è chiuso, fare clic su un punto qualunque nel TWC per riaprirlo. Fare clic su **Explore > Show > Show DAD TWC**.

Visualizzazione dei dati ADC

I dati del convertitore analogico-digitale (ADC) sono acquisiti da un rivelatore secondario (ad esempio da un rivelatore UV attraverso una scheda ADC) e sono utili per il confronto con i dati dello spettrometro di massa. Per rendere disponibili i dati ADC, acquisire simultaneamente i dati ADC e i dati dello spettrometro di massa. Entrambi i tipi di dati vengono salvati nello stesso file.

1. Assicurarsi che la cartella del progetto in cui i dati ADC vengono archiviati sia selezionata. Ad esempio, fare clic sulla cartella `Example`.
2. Sulla barra di navigazione, in **Explore**, fare doppio clic su **Open Data File**. Si aprirà la finestra di dialogo **Select Sample**.
3. Nel campo **Data Files**, fare doppio clic sulla cartella dei dati secondari (se applicabile), quindi fare clic sul file di dati da aprire. Ad esempio, nella cartella `Example`, fare doppio clic su **Devices** e su **Adc16chan.wiff**.
4. Nell'elenco **Samples**, selezionare un campione, quindi fare clic su **OK**.
5. Fare clic su **Explore > Show > Show ADC Data**.

Figura 13-7: Finestra di dialogo Select ADC Channel



6. Nell'elenco **Channel**, selezionare un canale e fare clic su **OK**.
I dati ADC compaiono in un nuovo riquadro sotto il riquadro attivo.

Elaborazione di dati grafici

I dati grafici possono essere elaborati in molti modi. Questa sezione fornisce informazioni e procedure per usare alcuni tra gli strumenti adoperati più frequentemente.

L'utente può ingrandire una parte di un grafico per visualizzare un determinato picco o un'area a un maggior livello di dettaglio, sia negli spettri, sia nei cromatogrammi. L'utente può anche ingrandire ripetutamente per visualizzare i picchi più piccoli.

Gestione dei dati

Per la gestione dei dati nei grafici usare le seguenti opzioni di menu.

Tabella 13-5: Opzioni Grafico

Per eseguire questa operazione	Usare questa opzione di menu	oppure fare clic su questa icona
Copiare un grafico in una nuova finestra	Selezionare il grafico da copiare. Fare clic su Explore > Duplicate Data > In New Window.	
Riportare il grafico alle sue dimensioni originali	Selezionare il grafico. Fare clic su Explore > Home Graph.	
Spostare un riquadro	<ul style="list-style-type: none"> Selezionare il grafico. Fare clic su Window > Move Pane. Selezionare il riquadro o la finestra, quindi trascinarli fino alla nuova posizione. Questa posizione può essere nella stessa finestra o in un'altra finestra. <p>Una freccia a quattro punte viene visualizzata quando il cursore si trova sul bordo della finestra o del riquadro attivo.</p> <ul style="list-style-type: none"> Se il riquadro è nella parte superiore o inferiore del riquadro di destinazione, il riquadro si sposta al di sopra o al di sotto di tale riquadro. Se il riquadro è alla sinistra o alla destra del riquadro di destinazione, il riquadro si sposta alla sinistra o alla destra di tale riquadro. Se il riquadro è in qualsiasi altra posizione, il riquadro si sposta alla riga di destinazione. L'ombra del riquadro che compare quando si sposta il riquadro indica la sua nuova posizione. 	
Collegare i riquadri.	<ol style="list-style-type: none"> Mentre si hanno due grafici aperti, fare clic su uno di questi per rendere attivo tale riquadro. Fare clic su Explore > Link, quindi fare clic sull'altro riquadro. 	
Rimuovere il collegamento	Chiudere uno dei riquadri. Fare clic su Explore > Remove Link.	
Cancellare un riquadro	Selezionare il grafico. Fare clic su Window > Delete Pane.	

Tabella 13-5: Opzioni Grafico (continua)

Per eseguire questa operazione	Usare questa opzione di menu	oppure fare clic su questa icona
Bloccare un riquadro	Selezionare il grafico. Fare clic su Window > Lock Panes.	
Nascondere un riquadro	Selezionare il grafico. Fare clic su Window > Hide Pane.	
Ingrandire un riquadro a tutto schermo	Selezionare il grafico. Fare clic su Window > Maximize Pane.	
Tile panes	Selezionare il grafico. Fare clic su Window > Tile all Panes.	

Ingrandimento in un grafico

Ingrandire una parte di un grafico per visualizzare più in dettaglio un determinato picco o un'area, sia negli spettri che nei cromatogrammi. Ingrandire ripetutamente per visualizzare picchi più piccoli.

Ingrandimento sull'asse Y

1. Spostare il puntatore a sinistra dell'asse y su uno dei due lati dell'area da espandere, quindi trascinare dal punto di partenza in direzione verticale tenendo premuto il pulsante sinistro del mouse.
Viene disegnata una casella lungo l'asse Y a rappresentare la nuova scala.

Nota: fare attenzione quando si ingrandisce la linea di base. Se si ingrandisce troppo, la casella di ingrandimento scompare.

2. Rilasciare il bottone del mouse per disegnare il grafico con la nuova scala.

Suggerimento! Per riportare l'asse Y del grafico alla scala originale, fare doppio clic su uno degli assi. Per riportare l'intero grafico alla scala originale, fare clic su **Explore > Home Graph.**

Ingrandimento sull'asse X

1. Spostare il puntatore sotto l'asse x su uno dei due lati dell'area da espandere, quindi trascinare dal punto di partenza in direzione orizzontale tenendo premuto il pulsante sinistro del mouse.
2. Rilasciare il bottone del mouse per disegnare il grafico con la nuova scala.

Suggerimento! Per riportare l'asse X del grafico alla scala originale, fare doppio clic sull'asse X. Per riportare l'intero grafico alla scala originale, fare clic su **Explore > Home Graph..**

Etichettatura dei grafici

Lo stile preimpostato per le etichette sui grafici può essere personalizzato. Selezionare i font da utilizzare per le etichette per picchi e assi, nonché i colori da utilizzare per le tracce. Aggiungere anche etichette assi e il tipo di etichetta e la precisione per i picchi.

Aggiunta di didascalie in un grafico

Utilizzare didascalie per etichettare picchi di interesse o punti significativi sul grafico. Le didascalie si ingrandiscono e si rimpiccioliscono insieme al picco su cui sono state posizionate. Le didascalie rimangono con il campione originale anche quando l'utente si sposta tra i campioni in un file di dati. Una didascalia contiene una riga di testo, con un massimo di 128 caratteri.

1. Sullo spettro, fare clic con il pulsante destro, quindi fare clic su **Add Caption**.
Si apre la finestra di dialogo Add Caption.
2. Nella casella **Caption**, digitare il testo.
3. Per modificare le dimensioni e lo stile della didascalia, fare clic su **Font**.
4. Per posizionare la didascalia, fare clic su **OK**.

Suggerimento! Per modificare la posizione della didascalia, trascinarla su una posizione differente. La didascalia rimane nello stesso punto relativo agli assi X e Y quando il picco è ingrandito o rimpicciolito. Per modificare o cancellare la didascalia, fare clic con il pulsante destro su di essa e poi fare clic sul comando desiderato.

Aggiunta di testo in un grafico

Utilizzare del testo per aggiungere più righe di informazioni in un grafico. A differenza delle didascalie, che sono associate ad un picco specifico e si spostano con esso durante lo zoom del grafico, le etichette di testo rimangono nella loro posizione originale. Esse non rimangono con il campione originale anche quando gli utenti si spostano tra i campioni in un file di dati.

1. Sul grafico, fare clic con il pulsante destro, quindi fare clic su **Add User Text**.
Si apre la finestra di dialogo Add User Text.
2. Nel campo **User Text**, digitare il testo.
3. Per centrare il testo, selezionare la casella di controllo **Center Text**.
4. Per modificare le dimensioni e lo stile della didascalia, fare clic su **Font**.
5. Per inserire il testo, fare clic su **OK**.

Suggerimento! Per modificare la posizione della didascalia, trascinare il testo su una posizione differente. Per modificare o cancellare il testo, fare clic con il pulsante destro su di esso e poi fare clic sul comando desiderato.

Sovrapposizione e somma di spettri o cromatogrammi

Sovrapporre i grafici creati con metodi simili per un confronto visivo tra due o più insiemi di dati. Ogni singolo spettro si distingue per il colore della sua traccia. Per i dati Full Scan, questo consente all'utente di visualizzare le differenze tra vari spettri di campioni.

Dopo avere sovrapposto due o più grafici, sommarli per ottenere una nuova traccia. Ciascun punto della nuova traccia è la somma dei punti dei grafici. La somma di più sovrapposizioni di dati di tipo analogo può facilitare e accelerare le successive operazioni di elaborazione. Ad esempio, è possibile sovrapporre vari XIC, sommarli e infine smussare la sovrapposizione sommata per eliminare il rumore di fondo.

La somma delle sovrapposizioni è simile alla generazione di un TIC, con il vantaggio di potere scegliere quali grafici sovrapporre. Ad esempio, se l'utente sta visualizzando 10 esperimenti, il TIC aggiungerà tutti i 10 esperimenti insieme. Se le sovrapposizioni vengono sommate, gli utenti hanno la possibilità di aggiungere soltanto nove dei dieci grafici sovrapposti. Ciò è utile se i dati raccolti nell'unico esperimento sono solo rumore di fondo.

Sovrapposizione dei grafici

È possibile confrontare visivamente due o più gruppi di dati sovrapponendo i grafici creati con metodi analoghi. Ogni singolo spettro si distingue per il colore della sua traccia. Per i dati Full Scan, questo consente di visualizzare le differenze tra vari spettri di campioni.

Se si scelgono uno o più riquadri, ogni XIC si aprirà in un riquadro separato.

Suggerimento! Per sovrapporre meno di quattro grafici nello stesso riquadro, premere **Ctrl**, fare clic con il pulsante destro del mouse in un riquadro, quindi fare clic su **Appearance Options**. Nella finestra di dialogo Appearance Options, nella scheda Multiple Graph Options, selezionare **Yes** per i campi **Overlay Multiple Panes** per **Spectrum** e **Chromatogram**.

1. Selezionare il primo riquadro che si desidera sovrapporre.
2. Fare clic su **Explore > Overlay**.
3. Fare clic nel secondo riquadro.

I grafici vengono sovrapposti, mostrando le due tracce in colori diversi.

Suggerimento! Per visualizzare un elenco con la codifica a colori dei grafici sovrapposti, fare clic con il pulsante destro sulla barra titolo del riquadro.

Commutazione tra i grafici sovrapposti

1. Selezionare un riquadro contenente grafici sovrapposti.
2. Fare clic su **Explore > Cycle Overlays**.

La videata cambia affinché il grafico successivo nella sequenza appaia in secondo piano.

Somma delle sovrapposizioni

1. Sovrapporre i grafici per sommarli.
2. Fare clic su **Explore > Sum Overlays**.
I grafici sovrapposti vengono aggiunti insieme.

Tabella 13-6: Riferimento rapido barra degli strumenti Explore: sovrapposizione grafici

Icona	Nome	Funzione
	Grafico principale	Fare clic per riportare il grafico alla sua scala originale.
	Sovrapposizione	Fare clic per sovrapporre i grafici.
	Ruota coperture	Fare clic per commutare tra i grafici sovrapposti.
	Somma delle sovrapposizioni	Fare clic per aggiungere i grafici insieme.

Esecuzione di sottrazioni in background

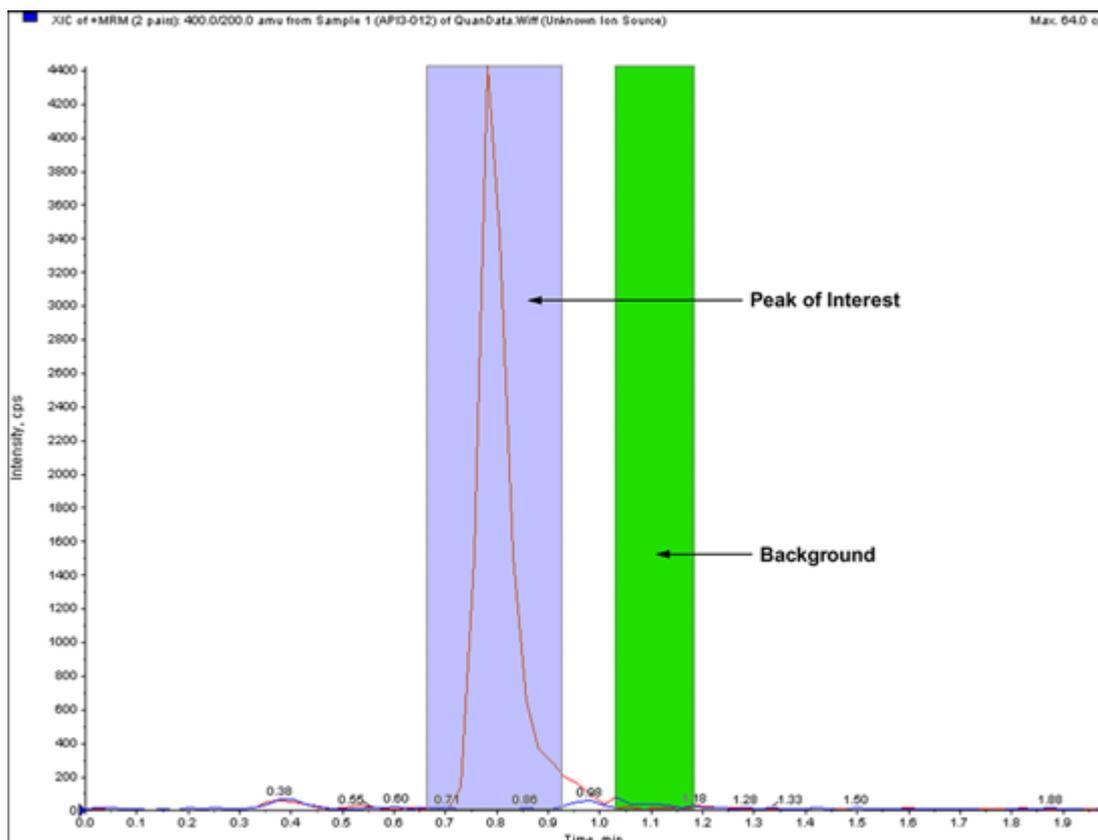
La sottrazione di fondo riduce la quantità di rumore di fondo in uno spettro, sottraendo uno o due range contenenti rumore di fondo da un range contenente un picco. È possibile spostare i range in maniera indipendente, oppure bloccarli e poi spostarli come un'unica entità all'interno del grafico. La sottrazione in background bloccata è l'impostazione predefinita.

Background Subtract: questo metodo consente di isolare un picco di interesse. È possibile evidenziare e sottrarre massimo due range selezionati dal picco. Bloccare i range e spostarli all'interno del grafico per ottimizzare l'isolamento del picco o per isolare un altro picco.

Esecuzione di una sottrazione in background da uno spettro

1. Aprire un file di dati.
2. Selezionare un intervallo di background.

Figura 13-8: Intervallo di background selezionato



3. Tenere premuto il tasto **Shift** e selezionare un altro intervallo di background.
4. Per impostare l'intervallo di sottrazione, fare clic su **Explore > Background Subtract > Set Subtract Range**.
5. Selezionare il picco di interesse.
6. Fare clic su **Explore > Background Subtract > Perform Background Subtract**.
Il fondo viene sottratto dal picco e viene generato un nuovo spettro.
7. Per isolare un altro picco, trascinare i range bloccati nel cromatogramma e ripetere la sottrazione di fondo.

Nota: per eliminare la regione di sottrazione di fondo, fare clic su **Explore > Background Subtract > Clear Subtract Range**.

8. Per salvare lo spettro sottratto in background sotto forma di file di dati elaborati, fare clic su **File > Save**.

Sblocco dei range

Il range di sottrazione selezionato è impostato sul blocco.

- Fare clic su **Explore > Background Subtract > Subtract Range Locked**.

I range sono sbloccati e possono essere spostati in maniera indipendente.

Tabella 13-7: Riferimento rapido barra degli strumenti Explore: sottrazione in background

Icona	Nome	Funzione
	Perform Background Subtract	Fare clic per eseguire una sottrazione di background dopo aver selezionato i range di background.
	Subtract Range Locked	Fare clic per bloccare i range di background selezionati. Sbloccare i range di background per muoversi in ogni range indipendentemente.

Algoritmi di smoothing

Lo smoothing di un gruppo di dati elimina le variazioni locali dovute probabilmente al rumore di fondo. I dati possono essere sottoposti a svariati cicli di smoothing, ma l'utente può annullare soltanto l'ultimo smoothing. Lo smoothing non è disponibile per gli spettri MI/MRM. L'utente può scegliere l'algoritmo di smoothing o l'algoritmo di smoothing Gaussiano come metodo preimpostato.

Algoritmo di smoothing

Quando si usa questo algoritmo per lo smoothing dei dati, i valori dei punti di ponderazione sono impostati per tre data point: il punto di dati corrente, il punto di dati precedente e il punto di dati successivo. L'algoritmo di smoothing moltiplica i punti di dati per i valori di ponderazione assegnati, somma tali valori e divide il totale per la somma dei valori di ponderazione dei punti. Si tratta di uno smoothing più fine dell'algoritmo Gaussiano e richiede molto tempo per smussare i dati con un forte rumore di fondo.

Algoritmo di smoothing Gaussiano

Lo smoothing Gaussiano prevede la sostituzione di ogni punto di dati con la media ponderata di un certo numero di punti di dati su entrambi i lati. La ponderazione per ogni nuovo punto di dati è calcolata in base ad una curva gaussiana. Si tratta di uno smoothing più grossolano dell'algoritmo di smoothing, ma utile per smussare dati con un forte rumore di fondo.

Quando si utilizza il metodo di smoothing Gaussiano, occorre impostare due valori:

Gaussian filter width (% della distanza minima tra i punti): questo valore indica la larghezza utilizzata per calcolare la ponderazione dei punti adiacenti. La larghezza è descritta in termini di percentuali della distanza tra due punti della scansione, dove la larghezza preimpostata del 100% fornisce una distribuzione tanto larga quanto la distanza tra i punti di dati.

Limit of Gaussian filter (numero della distanza minima tra i punti): questo valore corrisponde ai limiti della curva gaussiana, mostrata in multipli della distanza tra i punti. Ad esempio, il valore preimpostato di 10 crea una curva gaussiana che si tronca dopo dieci larghezze di punti di dati su entrambi i lati del centro.

Smoothing dei dati

È possibile scegliere il metodo di smoothing del software Analyst MD o il metodo di smoothing Gaussiano.

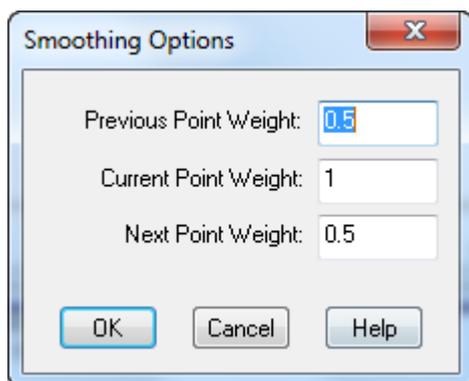
Suggerimento! Per annullare lo smoothing, fare clic su **Edit > Undo**. Il software supporta un livello di annullamento.

Smoothing dei dati con l'algoritmo di smoothing

Suggerimento! Per annullare lo smoothing, fare clic su **Edit > Undo**. Il software supporta un livello di annullamento.

1. Selezionare un riquadro contenente un cromatogramma o uno spettro.
2. Fare clic su **Explore > Smooth**.
Si apre la finestra di dialogo Smoothing Options.

Figura 13-9: Finestra di dialogo Smoothing Options

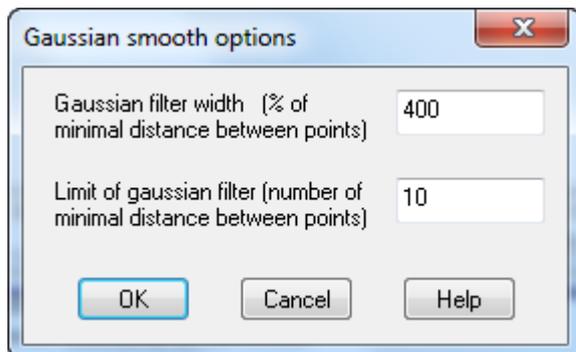


3. Nel campo **Previous Point Weight**, digitare il fattore di ponderazione da applicare al punto di dati precedente.
4. Nel campo **Current Point Weight**, digitare il fattore di ponderazione da applicare al punto di dati centrale.
5. Nel campo **Next Point Weight**, digitare il fattore di ponderazione da applicare al punto di dati successivo.
6. Fare clic su **OK**.
Il gruppo di dati viene smussato, sostituendo il gruppo di dati corrente nel riquadro.

Smoothing dei dati con l'algoritmo di smoothing Gaussiano

1. Selezionare un riquadro contenente un cromatogramma o uno spettro.
2. Fare clic su **Explore > Gaussian Smooth**.
Viene visualizzata la finestra di dialogo Gaussian smooth options.

Figura 13-10: Finestra di dialogo Gaussian smooth options



3. Nel campo **Gaussian filter width**, digitare la larghezza utilizzata per trovare la ponderazione dei punti adiacenti, espressa in percentuale della distanza tra due punti.
4. Nel campo **Limit of gaussian filter**, immettere il limite della curva Gaussiana, espresso in multipli della distanza tra i punti.
5. Per smussare i dati, fare clic su **OK**.
Il gruppo di dati viene smussato, sostituendo il gruppo di dati corrente nel riquadro.

Tabella 13-8: Riferimento rapido barra degli strumenti Explore: smoothing dati

Icona	Nome	Funzione
	Smooth	Fare clic per smussare i dati utilizzando l'algoritmo di smoothing.
	Gaussian smooth	Smoothing dei dati con l'algoritmo di smoothing Gaussiano.

Dati centroide

Il centroide converte i valori di distribuzione dei picchi in un singolo valore di m/z e intensità che rappresenta il picco. I dati centroidi raccolti nella modalità Profile semplifica i dati e riduce le dimensioni dei file. Il centroide garantisce un'assegnazione più precisa dei picchi e riduce la quantità di dati, ma elimina anche le informazioni sulla forma dei picchi.

L'algoritmo centroide converte i picchi in singoli valori utilizzando un'intensità ponderata per calcolare il centro di gravità del picco. L'output dell'algoritmo è un elenco di picchi di parametri con parametri, come illustrato nella tabella: [Tabella 13-9](#).

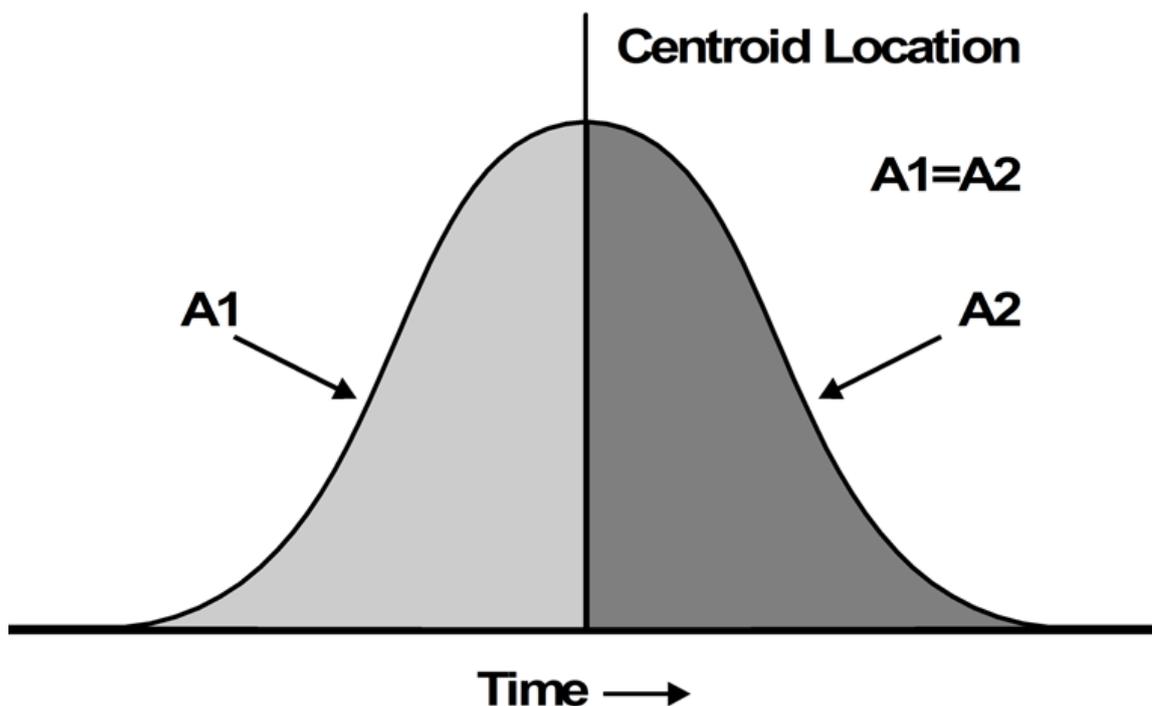
Tabella 13-9: Parametri del picco

Parametro	Definizione
Centroid Value	Il valore dei dati centroidi espresso in unità di massa o di tempo.
Intensità	L'intensità di ogni picco in cps.
Larghezza	La larghezza del picco centroide espressa in amu.

I dati sono sottoposti all'algoritmo centroide quando vengono aggiunti in una libreria o quando viene condotta una ricerca.

1. Selezionare un riquadro contenente uno spettro.
I dati centroidi modificano l'aspetto del grafico esistente. Per confrontare il risultato con i dati originali, fare una copia del grafico prima di applicare l'algoritmo centroide.
2. Fare clic su **Explore > Centroid**.
I dati sono centroidi.

Figura 13-11: Posizione centroide analita



Icona	Nome	Funzione
	Centroide	Fare clic sui dati centroidi.

Salvataggio e apertura dei file di dati elaborati

Gli utenti possono salvare i dati elaborati come didascalie o layout specifici che possono essere riaperti solo in modalità Explore. Questi file contengono anche importanti informazioni storiche e sono simili ai file di dati, se si eccettua il fatto che contengono solo i dati provenienti dal riquadro attivo in Explore. Questi file hanno l'estensione pdt e sono memorizzati in una cartella Data del progetto corrente.

Salvataggio di un file di dati elaborati

1. Selezionare il riquadro dei dati da salvare.
2. Fare clic su **File > Save Processed Data File**.
3. Digitare un nome nel campo **File name**.
4. Fare clic su **Save**.

Apertura di un file di dati elaborati

1. In modalità Explore, fare clic su **File > Open Processed Data File**.
Si apre la finestra di dialogo Load Processed Data File.
2. Selezionare un file, quindi fare clic su **Open**.

Lavoro con Contour Plot

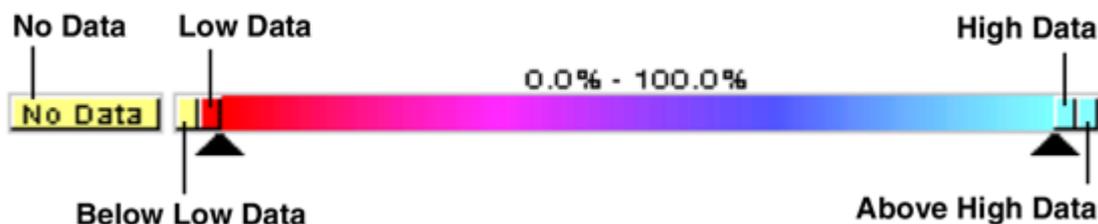
Un Contour Plot è un plot con codifica a colori di un gruppo di dati completo, che utilizza i colori per rappresentare una terza dimensione nel plot. In un Contour Plot di un TIC, l'asse X rappresenta il tempo di ritenzione o il numero della scansione, mentre l'asse Y rappresenta la massa e il colore rappresenta l'intensità dei dati in quel punto. In un Contour Plot di un TWC per dati DAD, l'asse X rappresenta il tempo di ritenzione o il numero della scansione, mentre l'asse Y rappresenta la lunghezza d'onda e il colore rappresenta l'assorbanza. Contour Plot è uno strumento di post-acquisizione che non funziona in un'acquisizione di scansioni in tempo reale.

Nota: Contour Plot non supporta le scansioni MI o MRM, ma supporta le scansioni DAD.

Il colore è il terzo asse nel Contour Plot e rappresenta l'intensità o l'assorbanza. Modificare i valori alti e bassi dell'intensità e dell'assorbanza in Contour Plot, utilizzando i triangoli di controllo sulla barra colori sopra il Contour Plot. I parametri percentuali nella parte superiore del riquadro Contour Plot indicano i valori delimitati dai cursori basso e alto. I valori effettivi sono basati su una percentuale dell'intensità massima o dell'assorbanza nell'area selezionata. Il valore compare nell'angolo superiore destro del riquadro Contour Plot.

I comandi illustrati nella [Figura 13-12](#) modificano i colori nella un Contour Plot.

Figura 13-12: Pulsanti di controllo dei colori Contour Plot



Si possono definire i colori su un grafico Contour Plot per dare un contrasto migliore e mostrare le specifiche dei dati in accordo alle richieste. Ad esempio, impostando l'intensità/lunghezza d'onda e modificando il colore dei valori di Below Low Data e Above High Data, è possibile eliminare il rumore di fondo in Contour Plot.

I pulsanti Below Low Data e Above High Data restringono ed espandono la barra colori se si spostano i comandi cursore. Quando si modificano i colori del Contour Plot, i nuovi colori diventano quelli preimpostati per tutti i grafici successivi.

Visualizzazione di un Contour Plot

Gli utenti possono visualizzare un Contour Plot dai grafici TIC, XIC, TWC o XWC solo dopo l'acquisizione. I TIC e gli XIC sono disponibili per tutti i file di dati wiff. I TWC e gli XWC sono disponibili solo per i dati acquisiti tramite un DAD.

1. In modalità **Explore**, aprire un file di dati sotto forma di grafico TIC, XIC, TWC, o XWC.
2. Evidenziare l'intervallo da visualizzare nel contour plot. Quando non si effettua una selezione, viene visualizzato l'intervallo intero.
3. Fare clic su **Explore > Show > Show Contour Plot**.
In un riquadro separato viene visualizzato un Contour Plot dell'area selezionata.

Selezione di un'area in un Contour Plot

Gli utenti possono ingrandire una particolare selezione o vedere il corrispondente spettro di massa per tale selezione.

Compiere una delle seguenti operazioni:

- Per selezionare un'area standard all'interno di una casella, trascinare il puntatore per creare una casella intorno ad un'area nel Contour Plot.
- Per effettuare una selezione verticale, premere Ctrl e trascinare il puntatore in verticale.
- Per effettuare una selezione orizzontale, premere la barra spaziatrice e trascinare il puntatore orizzontalmente.

Impostazione dell'intensità e dell'assorbanza in un Contour Plot

Compiere una delle seguenti operazioni:

- Per impostare il valore basso di intensità/assorbanza in Contour Plot, trascinare il cursore triangolare sinistro dalla barra colori sopra il Contour Plot nella posizione richiesta.

Contour Plot regola automaticamente il colore dei valori al di sotto dell'impostazione per indicare che sono al di fuori del range.

- Per impostare il valore alto di intensità/assorbanza in Contour Plot, trascinare il cursore triangolare destro dalla barra colori sopra il Contour Plot nella posizione richiesta.

Contour Plot regola automaticamente il colore dei valori al di sopra dell'impostazione per indicare che sono al di fuori del range.

Modifica dei colori in un Contour Plot

1. Nel riquadro Contour Plot, fare clic su uno dei pulsanti colore. Si aprirà la finestra di dialogo Color.
2. Fare clic su un colore, quindi fare clic su **OK**.

Il grafico cambia per tenere conto della variazione di colore.

Suggerimento! Utilizzare la tavolozza **Define Custom Colors** per creare colori personalizzati da usare in un Contour Plot.

Fragment Interpretation

Lo strumento Fragment Interpretation aiuta l'utente a interpretare i dati MS/MS. Lo strumento Fragment Interpretation genera un elenco di masse di frammenti teorici dalla scissione di un singolo legame non ciclico di una struttura molecolare. È possibile creare la struttura molecolare in un programma di disegno di terze parti per poi salvarla come file mol. Lo strumento può quindi abbinare l'elenco teorico con i picchi dello spettro di massa attuale. Fragment Interpretation mostra i frammenti teorici nell'elenco frammenti e confronta le masse di frammenti con i picchi nello spettro di massa. I picchi che superano la soglia di intensità e rientrano nella tolleranza di massa definita dall'utente (massimo 2 Da) delle masse di frammenti sono considerati corrispondenti e sono visualizzati in grassetto nell'elenco frammenti.

Nota: lo strumento Fragment Interpretation non può essere utilizzato con i seguenti tipi di scansioni:

- Ione precursore
 - Perdita neutrale
 - Ione multiplo Q1
 - Ione multiplo Q3
 - Monitoraggio di reazioni multiple (MRM)
-

Lavorare con lo strumento Fragment Interpretation

Se vengono visualizzati riquadri multipli di uno spettro, lo strumento Fragment Interpretation si connette allo spettro attivo. Se il file di dati contiene più di un campione, lo strumento Fragment Interpretation si collega allo spettro attivo.

Lo strumento calcola automaticamente i frammenti di scissione del singolo legame non ciclico da un file mol. Quando lo strumento Fragment Interpretation è collegato ad uno spettro, i frammenti teorici in grassetto indicano un picco corrispondente nello spettro con la tolleranza di massa e la soglia di intensità specificate.

Quando un legame singolo non ciclico è selezionato nella struttura molecolare, lo strumento Fragment Interpretation evidenzia i due frammenti creati dalla scissione del legame e mostra i picchi corrispondenti nello spettro corrispondente.

Collegamento dello strumento Fragment Interpretation ad uno spettro

Se uno spettro è aperto quando si apre lo strumento Fragment Interpretation, il riquadro attivo si collega automaticamente allo spettro aperto.

1. Fare clic su **Explore > Show > Show Fragment Interpretation Tool**.
2. Dall'angolo inferiore destro del riquadro Fragment Interpretation, fare clic sul pulsante **Connect**.
Il puntatore passa allo strumento di collegamento.
3. Fare clic sul grafico dello spettro da collegare allo strumento Fragment Interpretation. L'indicatore di grafico collegato, nell'angolo inferiore sinistro, contiene il nome del grafico collegato allo strumento Fragment Interpretation. Il collegamento si interrompe quando il grafico o lo strumento Fragment Interpretation vengono chiusi. Se il file wiff collegato contiene più di un campione, il riquadro Fragment Interpretation si aggiorna automaticamente mano a mano che gli utenti scorrono attraverso i campioni.

Abbinamento dei frammenti ai picchi

1. Fare clic su **Explore > Show > Show Fragment Interpretation Tool**.

2. Con un file mol nel riquadro Fragment Interpretation, selezionare nel **Fragment List** una cella in grassetto.

Nello spettro, il software evidenzia il picco spettrale corrispondente nel colore selezionato nella scheda **Options**. Nella struttura molecolare, il legame è evidenziato.

Se si fa clic su una riga con più di un frammento corrispondente, il picco spettrale più vicino alla sua massa monoisotopica viene evidenziato nello spettro di massa nel colore specificato nella scheda **Options**.

Selezione di un legame in una struttura molecolare

1. Fare clic su **Explore > Show > Show Fragment Interpretation Tool**.
2. Con un file mol aperto nel riquadro Fragment Interpretation, fare clic su un singolo legame non ciclico nella struttura molecolare.
I due frammenti risultanti sono evidenziati nella Fragment List. Le masse dei due frammenti sono visualizzate su entrambi i lati del legame.
Se è collegato uno spettro, lo strumento Fragment Interpretation visualizza tutti in picchi corrispondenti nel grafico. Se si seleziona un frammento nell'elenco e se il frammento viene abbinato ad un picco, la finestra Fragment Interpretation ingrandisce tale picco.

Visualizzazione degli isotopi

Lo strumento Fragment Interpretation può visualizzare la distribuzione isotopica teorica di un picco corrispondente ad un frammento nella Fragment List.

1. Fare clic su **Explore > Show > Show Fragment Interpretation Tool**.
2. Nel riquadro Fragment Interpretation, fare clic sulla scheda **Options**.
3. Selezionare la caselle di spunta **Show Isotopes**.
4. Fare clic su **Apply**.
5. Da **Fragment List**, selezionare un frammento corrispondente ad un picco.
La distribuzione isotopica dei picchi abbinati appare nello spettro.

Visualizzazione delle differenze di formula per i frammenti

La differenza di formula e di massa monoisotopica tra due ipotetici frammenti correlati può essere visualizzata con il software. La differenza di formula appare quando si selezionano due picchi. La differenza di formula e di massa monoisotopica viene visualizzata quando i due frammenti sono selezionati o quando sono selezionati due legami singoli non ciclici.

Visualizzazione di una differenza di formula in uno spettro

1. Fare clic su un picco di frammento.
2. Premere **Shift** e fare clic su un altro picco di frammento.
Se la differenza di formula è pari al frammento tratto dall'elenco frammenti, il frammento viene evidenziato nell'elenco. Altrimenti, la differenza di formula tra i frammenti corrispondenti dei picchi compare in una finestra di messaggio.

Visualizzare una differenza di formula nell'elenco frammenti

1. Fare clic sul numero di riga per un frammento.
2. Premere **Shift** e fare clic su un altro picco di frammento.
La differenza di formula e di massa monoisotopica compare in una finestra di messaggio se i frammenti sono connessi.

Visualizzazione di una differenza di formula in una struttura molecolare

1. Fare clic su un legame singolo non ciclico. Viene selezionato il frammento di default (dei due frammenti evidenziati). Per selezionare l'altro frammento del legame scisso, premere **Ctrl** e fare clic sul legame.
2. Selezionare un secondo legame non ciclico. Per selezionare il frammento di default, premere **Shift** e fare clic sul legame. Per selezionare l'altro frammento del legame scisso, premere **Ctrl+Shift** e fare clic sul legame.
Il Fragment Interpretation calcola la differenza di formula e di massa monoisotopica tra il frammento selezionato nella fase 1 e il frammento selezionato nella fase 2, se i frammenti sono connessi. La differenza di formula e di massa monoisotopica compare in una finestra di messaggio.

Library Database

La funzione LibrarySearch confronta gli spettri sconosciuti per conoscere gli spettri MS contenuti nel database libreria e genera un elenco di possibili corrispondenze.

Usare la libreria per gli scopi seguenti:

- Confrontare i contenuti della libreria rispetto ad uno spettro sconosciuto.
- Aggiungere record alla libreria.
- Modificare record esistenti.

I dati della libreria sono conservati nella seguente locazione:

- MS Access su un database locale
- Server SQL MS

Prima di usare la funzione Library Search, localizzare dove sono conservati i dati della libreria e collegare il computer a quella posizione. I database libreria possono essere archiviati localmente sul computer oppure su un server accessibile in rete.

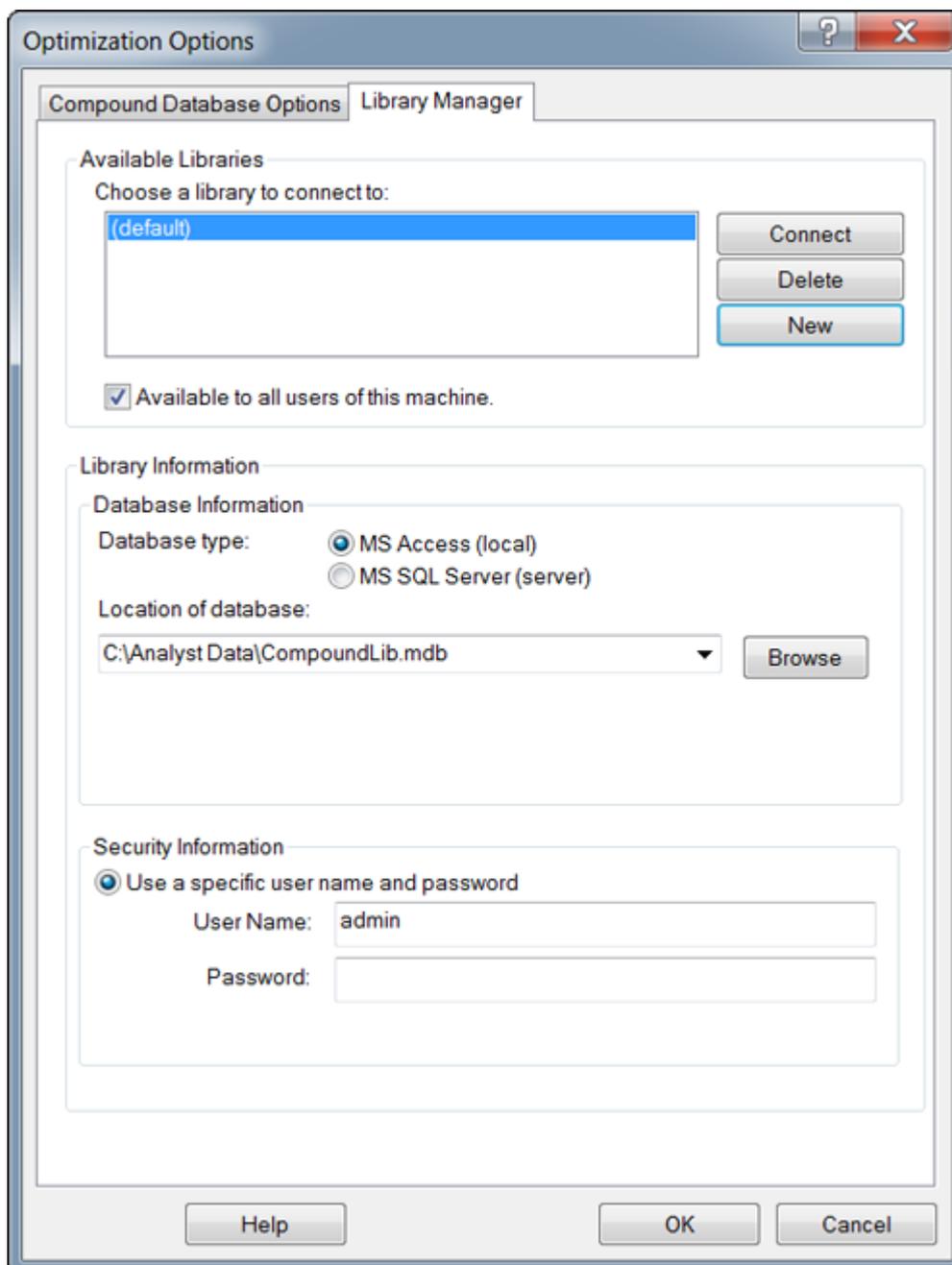
Commutazione tra Library Database esistenti

Gli utenti possono collegarsi a qualunque database con alias già impostati.

1. Fare clic su **Tools > Settings > Optimization Options**.
Si apre la finestra di dialogo Optimization Options.

2. Fare clic sulla scheda Library Manager.

Figura 13-13: Scheda Library Manager



3. Nella sezione **Available Libraries**, fare clic sull'alias del database per collegarsi, quindi fare clic su **Connect**.
4. Per consentire ad altri utenti di accedere al database, selezionare la casella di spunta **Available to all users of this machine**.
5. Fare clic su **OK**.

Collegamento ad un Library Database locale

1. Fare clic su **Tools > Settings > Optimization Options**.
Si apre la finestra di dialogo Optimization Options.
2. Fare clic sulla scheda Library Manager.
3. Nella sezione **Available Libraries**, fare clic su **New**.

Figura 13-14: Finestra di dialogo Add Library

The screenshot shows the 'Add Library' dialog box with the following fields and options:

- Library Information:** A text input field for 'Enter a Name for the Library'.
- Database Information:** Radio buttons for 'MS Access (local)' (selected) and 'MS SQL Server (server)'. A dropdown menu for 'Enter the location of the database:' and a 'Browse' button.
- Security Information:** Radio button for 'Use a specific user name and password' (selected), followed by 'User Name:' and 'Password:' text input fields.
- Buttons:** 'Save' and 'Cancel' buttons at the bottom right.

4. Digitare un nome per la libreria.
5. Nella sezione **Database Information**, selezionare **MS Access (local)**.
6. Digitare l'ubicazione del database.

7. Nella sezione **Security Information**, se sono necessari un nome utente e una password per accedere a questo database, immettere il proprio nome utente e la password.
8. Fare clic su **Save**.

Collegamento ad un Library Database su server

1. Fare clic su **Tools > Settings > Optimization Options**.
Si apre la finestra di dialogo Optimization Options.
2. Fare clic sulla scheda Library Manager.
3. Nella sezione **Available Libraries**, fare clic su **New**.
4. Digitare un nome per la libreria.
5. Nella sezione **Database Information**, selezionare **MS SQL Server (server)**.

Figura 13-15: Finestra di dialogo Add Library

The screenshot shows a Windows-style dialog box titled "Add Library". It is organized into three main sections:

- Library Information:** Contains a single text input field with the prompt "Enter a Name for the Library".
- Database Information:** Features two radio buttons under "Database type": "MS Access (local)" and "MS SQL Server (server)". The "MS SQL Server (server)" option is selected. Below this is a dropdown menu labeled "Enter the name of the database server:" with a "Refresh" button to its right. Underneath is another text input field labeled "Enter the name of the database on the server:".
- Security Information:** Contains two radio buttons: "Use Windows integrated security" and "Use a specific user name and password". The "Use a specific user name and password" option is selected. Below these are two text input fields labeled "User Name:" and "Password:".

At the bottom of the dialog, there are two buttons: "Save" and "Cancel".

6. Digitare il nome del server del database.
7. Digitare il nome del database.
8. Eseguire una delle seguenti azioni nella sezione **Security Information**:
 - Se sono necessari un nome utente e una password specifici per accedere a questo database, digitarli.
 - Per usare Windows security, selezionare l'opzione **Use Windows integrated security**.
9. Fare clic su **Save**.

Lavoro con i record libreria

Se i contenuti della libreria vengono ricercati senza vincoli, vengono elencati tutti i record. Se i contenuti della libreria vengono ricercati con vincoli, vengono elencati solo quelli che corrispondono ai vincoli specificati. Il numero di record visualizzati dipende dal numero di vincoli selezionati. Se vengono selezionati molti vincoli, vengono elencati pochi record.

Visualizzazione di tutti i record libreria

Fare clic su **Explore > Library Search > List**.

Si apre la finestra di dialogo Librarian con tutti i record contenuti nel database.

Ricerca dei record libreria con vincoli

1. Fare clic su **Explore > Library Search > List With Constraints**.

Figura 13-16: Finestra di dialogo List Constraints

Field Name:	Relation:	Value:
Formula	Contains	

Element	Min.	Max.
1		
2		
3		

Element
1
2
3

2. Nell'elenco **Field Name**, selezionare un campo sul quale si desidera basare un vincolo.
3. Nell'elenco **Relation**, selezionare la relazione (operatore) che si applica al nome campo.
4. Nel campo **Value**, digitare il valore del nome campo basato sulla relazione.

Istruzioni operative - Analisi ed elaborazione di dati

5. Per aggiungere il vincolo selezionato all'elenco **Conditions**, fare clic su **Add**.
6. Continuare ad aggiungere i necessari vincoli all'elenco delle condizioni.
7. Accoppiando vincoli distinti nell'elenco **Conditions**, è possibile creare condizioni più specifiche, che migliorano la ricerca.
 - Per raggruppare i vincoli, selezionarli fare clic su **Group**.
 - Per separare i vincoli raggruppati, fare clic sul gruppo e quindi fare clic su **Ungroup**.
8. Per modificare il rapporto tra i vincoli, fare clic sul rapporto e quindi fare clic su **And** o **Or**.
9. Per escludere i composti contenenti un certo numero di atomi di elementi specifici, selezionare o immettere gli elementi nella tabella **Elements Included**, quindi immettere un numero minimo e massimo d atomi dell'elemento.

Nota: i simboli degli elementi rispettano le maiuscole e le minuscole. Ad esempio, il simbolo dell'idrogeno è H, non h, mentre quello del sodio è Na, non NA o na.

10. Per escludere i composti contenenti determinati elementi, selezionare o immettere gli elementi nella tabella **Excluded**.
11. Per cercare composti che corrispondano ai criteri impostati, fare clic su **List**.
I record corrispondenti a tutti i vincoli compaiono nella tabella Records. I vincoli elencati vengono salvati.

Aggiunta di un record nella libreria

1. Fare clic con il pulsante destro su uno spettro attivo, quindi fare clic su **Add a Record**.
Se già non lo è, lo spettro sarà reso automaticamente centroide.
Si apre la finestra di dialogo Add a Record con i dati dello spettro.
2. Nella scheda **Mass Spectral Information**, immettere un nome nel campo **Compound Name**. Il nome del composto è obbligatorio e deve identificare in maniera univoca il composto all'interno della libreria.
3. Modificare qualunque altro campo. Molti campi sono compilati automaticamente con i dati associati allo spettro.
4. Fare clic sulla scheda **General Information**, modificare i campi come richiesto e fare clic su **OK**.

Ricerca di uno spettro simile

È possibile ricercare nella libreria uno spettro (e le relative informazioni sui suoi composti) che corrisponda (o sia simile) allo spettro attivo. Le ricerche possono essere condotte con o senza vincoli. Quando vengono eseguite ricerche con vincoli, sono elencati solo quelli che corrispondono a tutti i criteri. I risultati appaiono in un elenco ordinato. Il primo elemento dell'elenco è quello che si adatta maggiormente allo spettro attivo. Le voci che seguono non corrispondono altrettanto bene.

Più vincoli sono selezionati e più l'elenco sarà preciso e con un minor numero di corrispondenze pertinenti. Una volta definita una serie di vincoli, questi saranno applicati a tutte le ricerche successive, a meno che non vengano modificati.

Solo i picchi al di sopra della soglia sono utilizzati nella ricerca. Quando si selezionano i vincoli di ricerca, è possibile aggiungere o rimuovere picchi dallo spettro attivo. Ad esempio, se un picco è considerato come background o di rumore, allora non dovrebbe essere utilizzato nella ricerca perché potrebbe produrre risultati imprecisi.

Quando le ricerche vengono eseguite senza vincoli, viene generato un elenco molto più ampio di spettri suggeriti perché la libreria effettua un minor numero di corrispondenze specifiche rispetto ai dati spettrali.

Ricerca di uno spettro simile

1. Fare clic con il pulsante destro del mouse su uno spettro attivo e quindi fare clic su **Search With Constraints**.
Il software renderà automaticamente lo spettro centroide, se richiesto.

Figura 13-17: Finestra di dialogo Search Constraints

Search Constraints

Maximum Number of Match: 25

Preselect Constraints:

- Mass Tolerance
- Intensity Factor
- 1st Precursor m/z
- Collision Energy
- 2nd Precursor m/z
- Excitation Energy
- Retention Time
- Record Contains UV Spectrum
- Record Contains Molecular Structure

Preset Tolerance:

- +/- 0.2 Da
- +/- 2
- +/- 0.25 Da
- +/- 5
- +/- 0.25 Da
- +/- 5
- +/- 0.1 min

Result Sorted by: [dropdown]

Comment Contains: [text box]

Keyword Contains: [text box]

Compound Name: [text box]

Formula: [text box]

Compound Class: [text box]

CAS Number: [text box]

Default Search Cancel Apply Peak Constraints >> Help

2. Nel campo **Maximum Number of Match**, digitare il numero massimo di composti che si desidera vengano restituiti dalla ricerca.
3. Nella sezione **Preselect Constraints**, selezionare le caselle di spunta per i vincoli da applicare.
4. Per ogni vincolo selezionato, nella sezione **Preset Tolerance**, digitare la tolleranza.
5. Se necessario, selezionare un metodo di ordinamento dei record dall'elenco **Result Sorted by**.

6. Se necessario, digitare il testo nel campo **Comment Contains**.
7. Se necessario, digitare il testo nel campo **Keyword Contains**.
8. Per applicare i vincoli di picco aggiungendo ed eliminando i picchi, fare clic su **Peak Constraints**.
Si apre la tabella **Peaks Included**.
9. Per aggiungere picchi all'elenco che si desidera ricercare, fare clic su **Add** e quindi digitare *m/z* e l'intensità corrispondente nella cella vuota.
10. Per rimuovere i picchi in modo che non siano inclusi nella ricerca, selezionare i picchi da escludere nella ricerca e fare clic su **Remove**.
11. Fare clic su **Search** per salvare i vincoli e avviare la ricerca.

Visualizzare un composto dai risultati delle ricerche

Se diversi spettri corrispondono allo spettro di un composto sconosciuto, gli altri spettri possono essere visualizzati e confrontati con quelli del composto sconosciuto.

1. Nella finestra di dialogo Search Results, nell'elenco dei composti, selezionare il numero di riga del composto.
2. Fare clic sul riquadro dello spettro di uno dei composti noti.
Si apre lo spettro del composto selezionato.

Suggerimenti per ricerche nella libreria

Per eseguire questa operazione	Procedere come segue
Library searches: per raggruppare le condizioni	Selezionare le condizioni da raggruppare e fare clic su Group . Questa funzione si comporta come le parentesi nelle formule.
Library searches: per cercare senza utilizzare vincoli	Fare clic con il pulsante destro del mouse su uno spettro attivo, quindi fare clic su Search Library . Viene visualizzata la finestra di dialogo Search Results.
Query specifiche per tabella: per visualizzare nuovamente l'intera tabella	Fare clic con il pulsante destro del mouse nella Results Table, quindi fare clic su Query > Show All . La query può essere nuovamente applicata o modificata. Si raccomanda all'utente di convalidare le query utilizzate per analizzare i dati in una Results Table.

Istruzioni operative - Analisi ed elaborazione di dati

Per eseguire questa operazione	Procedere come segue
Integrazione picchi: verificare i picchi	<p>Per verificare tutti i picchi, assicurarsi che tutti i campioni siano elencati nella Results Table.</p> <p>La finestra Peak Review contiene i picchi elencati nella Results Table. Se alcuni campioni sono nascosti nella tabella (ad esempio, se viene applicata una query), lo saranno anche nella revisione dei picchi.</p> <p>Si raccomanda all'utente di convalidare le query utilizzate per analizzare i dati in una Results Table.</p>
Peak Integration: spostarsi al primo picco del lotto	Fare clic con il pulsante destro del mouse nel riquadro Peak Review, quindi fare clic su Show First Page . Per spostarsi all'ultimo picco del lotto, fare clic con il pulsante destro del mouse in un punto qualsiasi del riquadro Peak Review, quindi fare clic su Show Last Page .
Per esaminare le curve di calibrazione	Fare clic con il pulsante destro del mouse in un punto qualsiasi della curva, fare clic su Active Plot , quindi selezionare la curva da tracciare per prima.
Verifica statistica del campione: per verificare un singolo picco	Selezionare la casella di controllo Display the Data Set(s) , quindi, nella colonna, fare doppio clic sul punto di dati che rappresenta il picco. Data Point Il software mostra la finestra Peak Review con il picco selezionato.
Results Table: per riportare la Results Table nel suo ordine originale	Fare clic con il pulsante destro del mouse sulla Results Table e fare clic su Sort > Sort By Index .
Acquisition Methods: per creare un metodo di acquisizione dal riquadro delle informazioni file	Fare clic con il pulsante destro del mouse nel riquadro delle informazioni file, quindi fare clic su Save Acquisition Method .

Questa sezione descrive come usare il software Analyst MD per analizzare ed elaborare i dati quantitativi. I dati possono anche essere elaborati usando il software MultiQuant MD. È consigliabile utilizzare il software MultiQuant MD per quantificare i dati. Fare riferimento alla documentazione fornita con il software MultiQuant MD.

Usare i file di esempio contenuti nella cartella `Example` per apprendere come selezionare i campioni per la quantificazione, come selezionare le query preimpostate e creare query per una determinata tabella, e come analizzare i dati acquisiti. Per ulteriori informazioni sui seguenti argomenti, fare riferimento al documento: *Guida avanzata per l'utente*.

Si consiglia all'utente di convalidare le query utilizzate per analizzare i dati in una Results Table.

- Metric Plot
- Layout di una Results Table

Analisi quantitativa

L'analisi quantitativa è usata per determinare la concentrazione di una specifica sostanza in un campione. Analizzando un campione sconosciuto e confrontandolo con i campioni standard, ossia i campioni contenenti la stessa sostanza in concentrazioni note, il software può calcolare la concentrazione del campione sconosciuto. Il processo comporta la creazione di una curva di calibrazione utilizzando la risposta del segnale o il rapporto di risposta degli standard e quindi calcolando le concentrazioni dei campioni sconosciuti. Le concentrazioni calcolate di tutti i campioni vengono aggiunte a una Results Table.

L'analisi quantitativa viene comunemente eseguita utilizzando una scansione Multiple Reactions Monitoring (MRM). In una scansione MRM, uno ione precursore e uno ione prodotto caratteristico vengono utilizzati per definire una transizione MRM altamente specifica dell'analita. La transizione MRM, combinata al tempo di ritenzione associato all'analita durante la cromatografia liquida garantisce la specificità richiesta per la quantificazione.

La quantificazione si realizza mediante l'uso di metodi di acquisizione MRM LC-MS/MS validati, l'acquisizione di curve di calibrazione standard e la successiva integrazione dei picchi associati ai composti in uso. Il rapporto tra risposta del segnale e concentrazione nella curva di calibrazione viene utilizzato per determinare la quantità di un particolare analita in un campione sconosciuto.

Metodi di quantificazione

Un metodo di quantificazione è un set di parametri usato per generare i picchi in un campione. Il metodo di quantificazione può includere parametri utilizzati per individuare e integrare i picchi, generare le curve degli standard e calcolare le concentrazioni sconosciute. Un metodo di quantificazione salvato in precedenza può essere selezionato dal menu **Quantitation** nel lotto.

Possono essere usati tre strumenti per creare un metodo di quantificazione: il Quantitation Wizard, il Build Quantitation Method e la Quick Quant.

Creazione di un metodo di quantificazione

Build Quantitation Method non genera una Results Table di quantificazione, anche se il metodo può essere impiegato in seguito in Quantitation Wizard per creare una Results Table. Build Quantitation Method può essere impiegato anche per modificare i metodi di quantificazione esistenti. Questo è il modo più flessibile per creare un metodo di quantificazione. Fare riferimento alla sezione: [Creazione di un metodo usando Quantitation Method Editor](#).

Quantitation Wizard

Quantitation Wizard genera una Results Table contemporaneamente al metodo di quantificazione. In alternativa, un metodo di quantificazione esistente può essere usato per quantificare set di dati diversi.

Quick Quant

L'opzione Quick Quant non è raccomandata per quantificare i risultati.

La Quick Quant fa parte del Batch Editor. Usare Quick Quant per aggiungere concentrazioni di composti prima di acquisire dati. Poiché non è stato acquisito alcun campione, non può essere selezionato alcun campione rappresentativo, né possono essere verificati i picchi. Con questa funzionalità, vengono definiti solo i componenti del metodo.

Se la funzione Quick Quant è impiegata per archiviare i tipi e le concentrazioni dei campioni nei file di dati, non utilizzare il metodo Quick Quant auto-generato per eseguire la quantificazione. Questo metodo di quantificazione non utilizza i parametri di integrazione specifici per i composti e i campioni che sono stati ottimizzati per la selezione dei picchi.

Per utilizzare un metodo di quantificazione salvato in precedenza, selezionarlo dal menu **Quantitation** nel lotto. Per informazioni sulla creazione di un lotto, fare riferimento alla sezione: [Creazione e invio di un lotto](#).

Metodi di quantificazione e Results Table

Per le procedure descritte di seguito, usare i dati di esempio che sono installati nella cartella `Example/Triple Quad`. La cartella contiene i file di dati, `Mix_Batch_1` e `Mix_Batch_2`. Questi file di esempio vengono utilizzati per dimostrare l'utilità dei metric plot per isolare campioni problematici. Gli ioni scansionati sono reserpina (609,3/195,0), minoxidil

(210,2/164,2), tolbutamide (271,1/91,1) e rescinnamina (635,3/221,2), che è lo standard interno. Mix_Batch_1 non contiene errori, ma Mix_Batch_2 contiene un campione QC a cui è stato aggiunto lo standard interno due volte (campione QC2).

Creazione di un metodo usando Quantitation Method Editor

Nota: Si consiglia all'utente di convalidare tutte le query usate per analizzare i dati in una Results Table.

Prerequisiti

- Selezionare il progetto o il sottoprogetto che contiene i dati da quantificare. Fare riferimento alla sezione: [Passaggio tra progetti e sottoprogetti](#)

1. Assicurarsi che il progetto `Example` sia selezionato.
2. Sulla barra di navigazione, in **Quantitate**, fare doppio clic su **Build Quantitation Method**.
Si aprirà la finestra di dialogo Select Sample.
3. Nell'elenco **Triple Quad**, fare doppio clic sulla cartella **Data Files**.
4. Selezionare **Mix_Batch_2.wiff**.
I campioni del file di dati selezionato sono mostrati nell'elenco **Samples**.

Nota: se il campo **Compound ID** è stato compilato per i campioni e gli standard interni nel metodo di acquisizione, nella tabella Internal Standards, quando si seleziona un valore nel campo **Q1/Q3**, il campo **Name** viene compilato automaticamente.

5. Selezionare un campione che fornisca un segnale rilevabile per selezionare i parametri di integrazione che soddisfano l'intero lotto e quindi fare clic su **OK**.
6. Nella tabella Internal Standards, nella colonna **Name**, selezionare **rescinnamine**. Nella colonna **Q1/Q3**, selezionare **635.3/221.2**.
7. Impostare la tabella Analytes come di seguito:
 - a. Nella colonna **Name**, selezionare **minoxidol** per le masse della colonna **Q1/Q3** di **210.2/164.188**, **tolbutamide** per **271.3/91.146** e **reserpine** per **609.4/195.039**.
 - b. Nella colonna **Internal Standard**, dall'elenco, selezionare **rescinnamine** come standard interno da associare a ogni analita.
 - c. Eliminare **635.4/221.185** dalla colonna **Q1/Q3** nella tabella Analytes.

Nota: Se il campo **Compound ID** è stato popolato per i campioni e gli standard interni nel metodo di acquisizione, nella tabella Analytes, i campi **Name** e **Q1/Q3** vengono popolati.

8. Aprire la scheda Integration.
I parametri di integrazione preimpostati sono adatti per la maggior parte dei campioni.

9. Se l'integrazione non è adatta, cambiare l'algoritmo. Fare riferimento alla sezione: [Integrazione manuale dei picchi](#).
10. Fare clic su **Show or Hide Parameters** () per mostrare gli algoritmi di integrazione aggiuntivi.
11. Aprire la scheda Calibration.
I parametri preimpostati sono adatti per questi campioni. L'utente può modificare l'adattamento, la ponderazione e i parametri di regressione a seconda delle applicazioni specifiche.
12. Salvare il metodo di quantificazione.
Il nuovo metodo può essere usato quando si crea un lotto in Batch Editor o quando Quantitation Wizard viene impiegato per generare una Results Table.

Suggerimento! Il metodo di quantificazione può essere usato solo nel progetto attivo, a meno che non sia copiato in un altro progetto. A tale scopo, fare clic su **Tools > Project > Copy Data**. Un nuovo progetto dovrà essere creato e selezionato per essere utilizzato.

Creazione di una Results Table tramite la procedura guidata di quantificazione

Nota: Si consiglia all'utente di convalidare tutte le query usate per analizzare i dati in una Results Table.

Prerequisiti

- Selezionare il progetto o il sottoprogetto che contiene i dati da quantificare. Fare riferimento alla sezione: [Passaggio tra progetti e sottoprogetti](#)

1. Sulla barra di navigazione, in **Quantitate**, fare doppio clic su **Quantitation Wizard**. Viene visualizzata la pagina Create Quantitation Set - Select Samples.
2. Nell'elenco **Available Data Files**, fare doppio clic sulla cartella **Triple Quad**.
3. Selezionare **Mix_batch_2.wiff**.
4. Fare clic su **Add All**.

Nota: si consiglia di non elaborare i risultati o creare report da campioni per i quali l'acquisizione è terminata in modo anomalo o imprevisto.

5. Fare clic su **Next**.
Viene visualizzata la pagina Create Quantitation Set - Select Settings & Query.
6. Fare clic su **Select Existing: Query** nella sezione **Default Query**.
7. Selezionare **Accuracy 15%** dall'elenco **Query**.

Nota: Per creare una query nello stesso momento, fare riferimento alla sezione: [Creazione di una query standard \(opzionale\)](#).

Nota: è compito dell'utente valutare e validare la query che dovrà essere utilizzata per applicazioni specifiche.

8. Fare clic su **Next**.
Viene visualizzata la pagina Create Quantitation Set - Select Method.
 9. Fare clic su **Choose Existing Method**.
 10. Selezionare **PK Data_Mix.qmf** dall'elenco **Method**.
 11. Fare clic su **Finish**.
Viene visualizzata la Results Table.
-

Suggerimento! Per aggiungere o rimuovere campioni nella Results Table, fare clic su **Tools > Results Table > Add/Remove Samples..**

12. Rivedere il tipo di campione, la concentrazione effettiva, l'integrazione dei picchi, le curve di calibrazione, il riquadro delle statistiche, il metric plot per lo standard interno e le altre informazioni correlate alla quantificazione dei dati.
 13. Salvare la Results Table.
-

Nota: si consiglia all'utente di non modificare i nomi dei file di dati (.wiff) se una Results Table contiene campioni provenienti da quel file.

Suggerimento! È possibile creare rapporti correttamente formattati da una Results Table utilizzando il software Reporter. Si consiglia all'utente di convalidare i risultati se utilizza un modello Reporter contenente una query. Fare riferimento alla sezione: [Software Reporter](#).

Creazione di una query standard (opzionale)

Gli utenti esperti possono creare una query e una standard query in numerosi modi. Di seguito un esempio. Per ulteriori informazioni sulla creazione di query, fare riferimento al documento: *Guida*.

Si consiglia all'utente di convalidare tutte le query usate per analizzare i dati in una **Results Table**.

1. Sulla barra di navigazione, in **Quantitate**, fare doppio clic su **Quantitation Wizard**.
Viene visualizzata la pagina Create Quantitation Set - Select Samples.
 2. Selezionare i campioni da usare come parte del set di quantificazione.
 3. Fare clic su **Next**.
Viene visualizzata la pagina Select Settings & Query.
 4. Nella sezione **Default Query**, selezionare **Create New Standard Query**.
 5. Immettere un nome per la query.
-

Figura 14-1: Pagina Create Quantitation Set — Select Settings & Query

Settings to Use:

Default Query

None

Select Existing:

Query: Execute Query as Standard Query

Create New Standard Query

Name:

< Back Next > Finish Cancel Help

6. Fare clic su **Next**.

Figura 14-2: Pagina Create Quantitation Set — Create Default Query

Maximum Allowed Accuracy Variation for QCs (%)

Concentration	Max. Variation
4.000000	
40.000000	
400.000000	
4000.000000	
12000.000000	

Maximum Allowed Accuracy Variation for Standards (%)

Concentration	Max. Variation
0.120000	
0.240000	
0.490000	
0.980000	
1.950000	
3.910000	
7.810000	
15.630000	
31.250000	
62.500000	
125.000000	

Query By Name

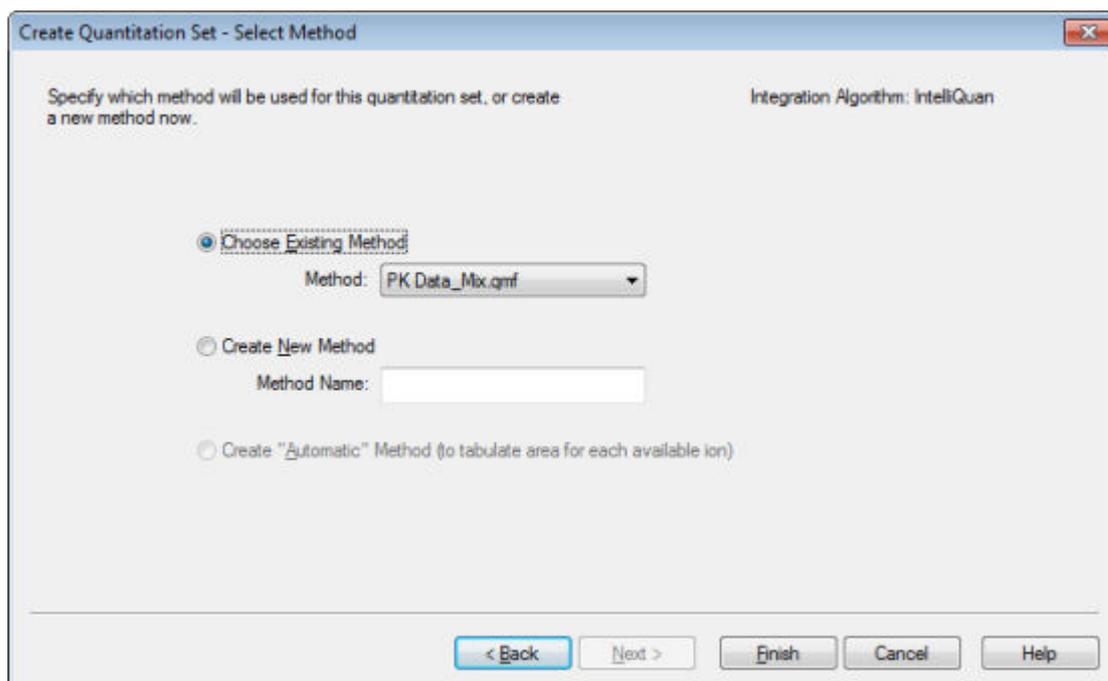
< Back Next > Finish Cancel Help

7. Nella tabella **Maximum Allowed Accuracy Variation for QCs (%)** nella colonna **Max. Variation**, digitare la percentuale massima consentita di variazione per ciascun QC,

ad esempio 5 è $\pm 5\%$, nella stessa riga della concentrazione corrispondente. Se le concentrazioni non sono state specificate durante l'acquisizione, non vengono mostrate. In questo caso, scriverle nella colonna **Concentration**.

- Nella tabella **Maximum Allowed Accuracy Variation for Standards (%)**, nella colonna **Max. Variation**, digitare la percentuale massima consentita di variazione per ogni standard, ad esempio 10 è $\pm 10\%$, nella stessa riga della concentrazione corrispondente. Se le concentrazioni non sono state specificate durante l'acquisizione, non vengono mostrate. Immettere le concentrazioni nella colonna **Concentration**.
- Fare clic su **Next**.

Figura 14-3: Pagina Create Quantitation Set — Select Method



- Selezionare o creare un metodo.
- Fare clic su **Finish**.
La query è applicata come una standard query. I risultati della query sono mostrati come una voce Pass o Fail nella colonna **Standard Query Status** della Results Table.

Suggerimento! Per tornare alla vista completa, fare clic con il pulsante destro del mouse, quindi fare clic su **Full**.

Definizione della disposizione delle Tabelle dei risultati

Sono disponibili videate predefinite della Tabella dei risultati.

Fare clic con il pulsante destro nella Tabella dei risultati, quindi fare clic su una delle seguenti opzioni:

- Per visualizzare la disposizione Full, fare clic su **Full**.

Vengono visualizzati tutti gli analiti.

- Per visualizzare la disposizione Summary, fare clic su **Summary** e poi su un nome campo.
- Per visualizzare la disposizione Analyte, fare clic su **Analyte** e quindi fare clic su un singolo analita se ne esiste più di uno.
- Per visualizzare la disposizione Analyte Group, fare clic su **Analyte Group** e quindi fare clic su un gruppo di analiti.

Suggerimento! Un nuovo gruppo analiti deve essere dapprima creato. A tale scopo, fare clic con il pulsante destro nella Tabella dei risultati, quindi fare clic su **Analyte Group > New**.

Suggerimento! Per ritornare alla videata completa, fare clic con il tasto destro su **Full**.

La tabella appare con la disposizione selezionata.

Ordinamento dei dati nelle Tabella dei risultati

I dati in una tabella dei risultati possono essere ordinati nei modi seguenti:

- Ordinare rapidamente la tabella in una-tre colonne, utilizzando i pulsanti Sort. Questo criterio di ordinamento non può essere salvato.
- Creare un ordinamento specifico per la tabella per salvare il criterio di ordinamento insieme alla tabella corrente. Ordinamenti specifici alla tabella consentono all'utente di ordinare la tabella corrente su una o tre colonne e salvare il criterio da utilizzare con la tabella in questione.
- Utilizzare un ordinamento preimpostato precedentemente creato. Gli utenti possono creare e salvare un ordine e quindi applicarlo successivamente a una tabella dei risultati.

Suggerimento! Per salvare un ordinamento o qualunque altra impostazione tabella, fare clic con il pulsante destro sulla tabella, quindi fare clic su **Table Settings > Export To New Table Settings**. L'ordinamento e gli altri parametri possono essere utilizzati nel progetto corrente. Per utilizzare le impostazioni tabella in un altro progetto, copiarle in quest'ultimo. Fare clic su **Tools > Project > Copy Data**. Un nuovo progetto dovrà essere creato e selezionato per essere utilizzato.

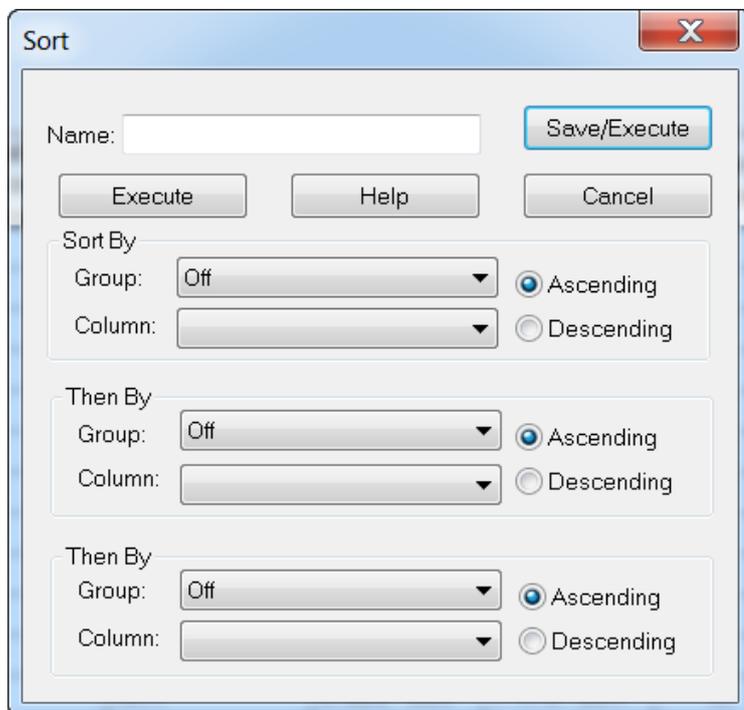
Ordinamento di una Tabella dei risultati

1. Selezionare fino a tre colonne nella tabella dei risultati seguendo l'ordine in cui devono essere ordinate.
2. Compire una delle seguenti operazioni:
 - Per ordinare in senso ascendente, fare clic sul **A-Z**.
 - Per ordinare in senso discendente, fare clic su **Z-A**.

Ordinamento di una Tabella dei risultati e salvataggio dei criteri di ordinamento

1. Fare clic con il pulsante destro nella Tabella dei risultati, quindi fare clic su **Sort > New**.

Figura 14-4: Finestra di dialogo Sort

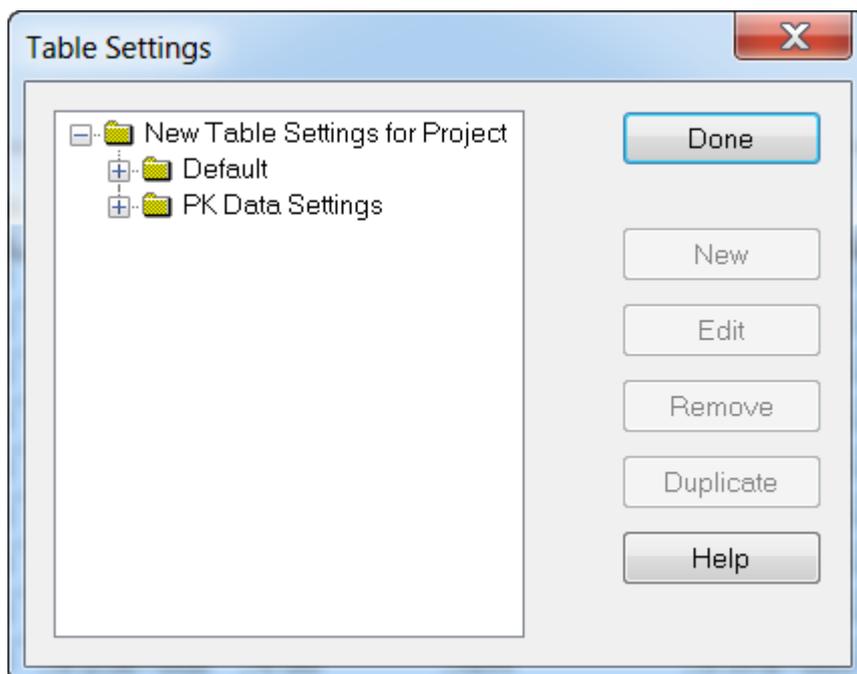


2. Nel campo **Name**, digitare il nome del nuovo ordinamento.
3. Per ogni regola di ordinamento, nelle sezioni **Sort By** e **Then By**, eseguire le seguenti operazioni:
 - Nell'elenco **Group**, selezionare il tipo di gruppo in base al quale ordinare.
 - Nell'elenco **Column**, selezionare la colonna in base alla quale ordinare.
 - Selezionare il senso di ordinamento: **Ascending** o **Descending**.
4. Compiere una delle seguenti operazioni:
 - Per eseguire l'ordinamento, salvare i criteri di ordinamento, chiudere la finestra di dialogo **Sort** e fare clic su **Save/Execute**.
 - Per eseguire l'ordinamento e chiudere la finestra di dialogo **Sort** senza salvare i criteri di ordinamento, fare clic su **Execute**.

Salvataggio dei criteri di ordinamento di default per le future Tabella dei risultati

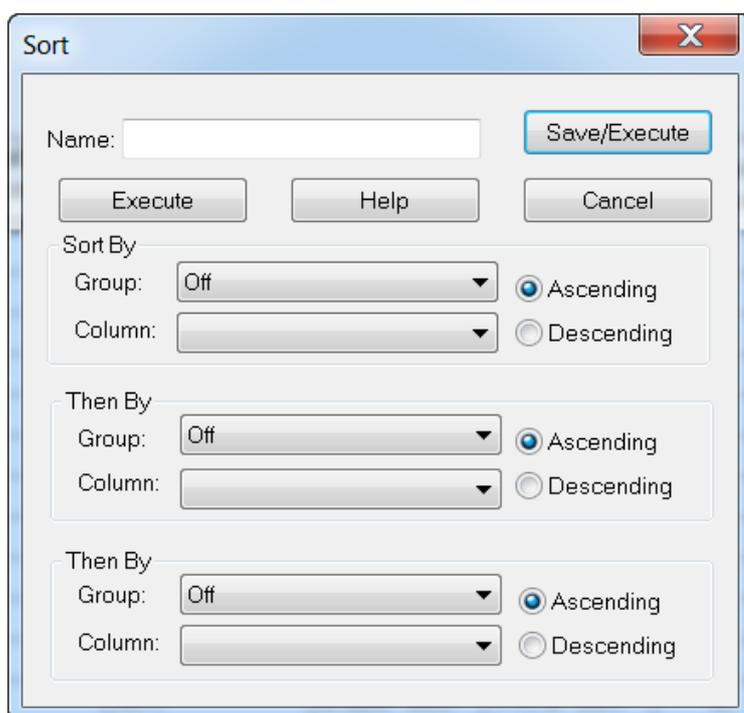
1. Fare clic su **Tools > Settings > New Quantitation Results Table Settings**.

Figura 14-5: Finestra di dialogo Table Setting



2. Espandere la cartella **Table Settings** e fare doppio clic sulla cartella **Default**.
3. Dalla cartella espansa **Default**, selezionare la cartella **Sorts** e fare clic su **New**.

Figura 14-6: Finestra di dialogo Sort



4. Nel campo **Name**, digitare il nome del nuovo ordinamento.
5. Per ogni regola di ordinamento, nelle sezioni **Sort By** e **Then By**, eseguire le seguenti operazioni:
 - Nell'elenco **Group**, selezionare il tipo di gruppo in base al quale ordinare.
 - Nell'elenco **Column**, selezionare la colonna in base alla quale ordinare.
 - Selezionare il senso di ordinamento: **Ascending** o **Descending**.
6. Per salvare i criteri e chiudere la finestra di dialogo **Sort**, fare clic su **OK**.
7. Per chiudere la finestra di dialogo **Table Settings**, fare clic su **Done**.

Ordinamento di una Tabella dei risultati in base a criteri di ordinamento preimpostati

- Fare clic con il pulsante destro nella Tabella dei risultati, fare clic su **Sort** e selezionare il nome dell'ordinamento.

Revisione e integrazione manuale dei picchi

Utilizzare la revisione dei picchi per passare in rassegna i picchi identificati dal software, per poi ridefinire il picco o i punti di inizio e fine ove richiesto.

Dopo aver identificato gli analiti e gli standard interni che il software dovrà trovare, il software localizzerà i picchi nel campione. Quando il software identifica un picco, mostra i cromatogrammi per ogni analita e ogni standard interno nella pagina Create Quantitation Method: Define Integration dello Standard Wizard o nella scheda Integration del Full Method Editor. L'utente può confermare i picchi che sono stati trovati o cambiare il metodo di quantificazione per definire i picchi con più precisione. Si consiglia agli utenti di revisionare manualmente tutti i risultati di integrazione.

Per informazioni sull'uso del menu di scelta rapida Peak Review, fare riferimento alla sezione: [Revisione dei picchi](#).

Verifica dei picchi

Durante la revisione dei picchi, l'utente potrebbe voler vedere un picco nella sua interezza o esaminare i valori della linea di base per determinare se il software ha definito con precisione i punti di inizio e fine del picco. Utilizzare la funzione zoom automatico per fare ambedue le cose.

Per aiutare il software a localizzare un picco, definire i punti di inizio e fine del picco e dello sfondo manualmente. Questi cambiamenti saranno applicati solo a quel determinato picco, a meno che non sia aggiornato il metodo generale.

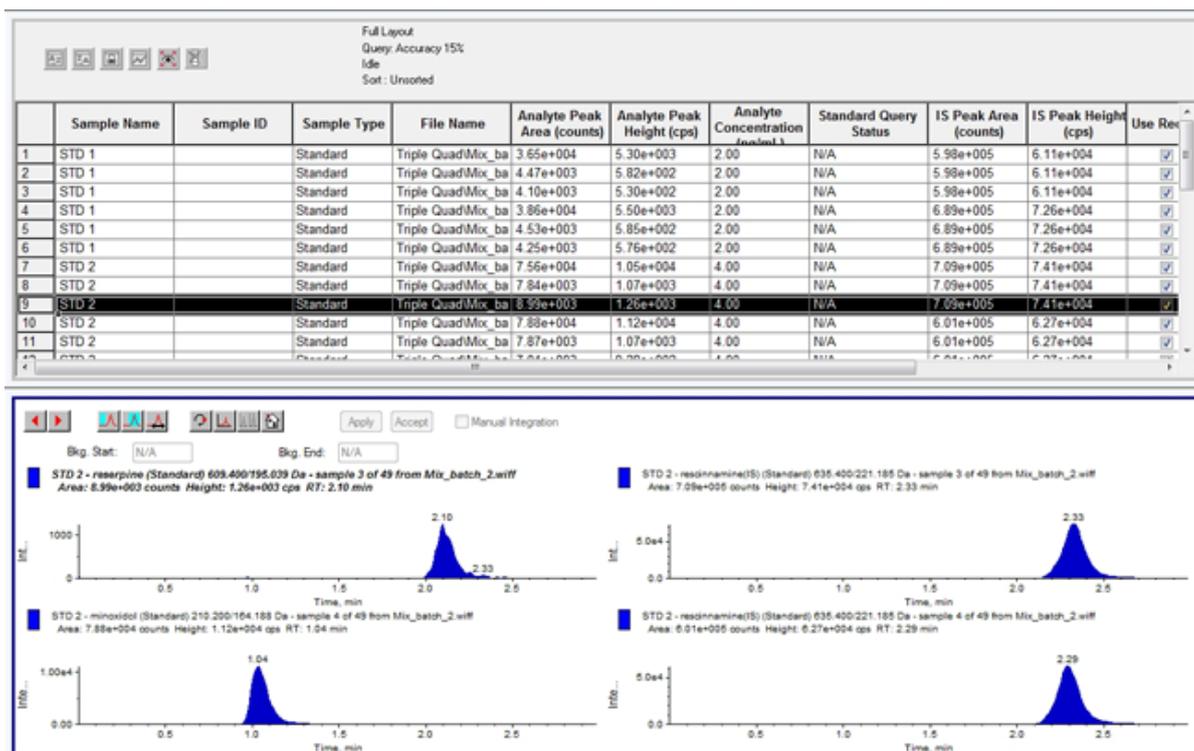
Nota: si consiglia di convalidare i risultati integrati manualmente.

Istruzioni Operative - Analisi ed elaborazione di dati quantitativi

Suggerimento! Per verificare un singolo picco, fare clic con il pulsante destro del mouse su un punto della curva, quindi fare clic su **Show Peak**. Il software apre la finestra Peak Review con il picco selezionato.

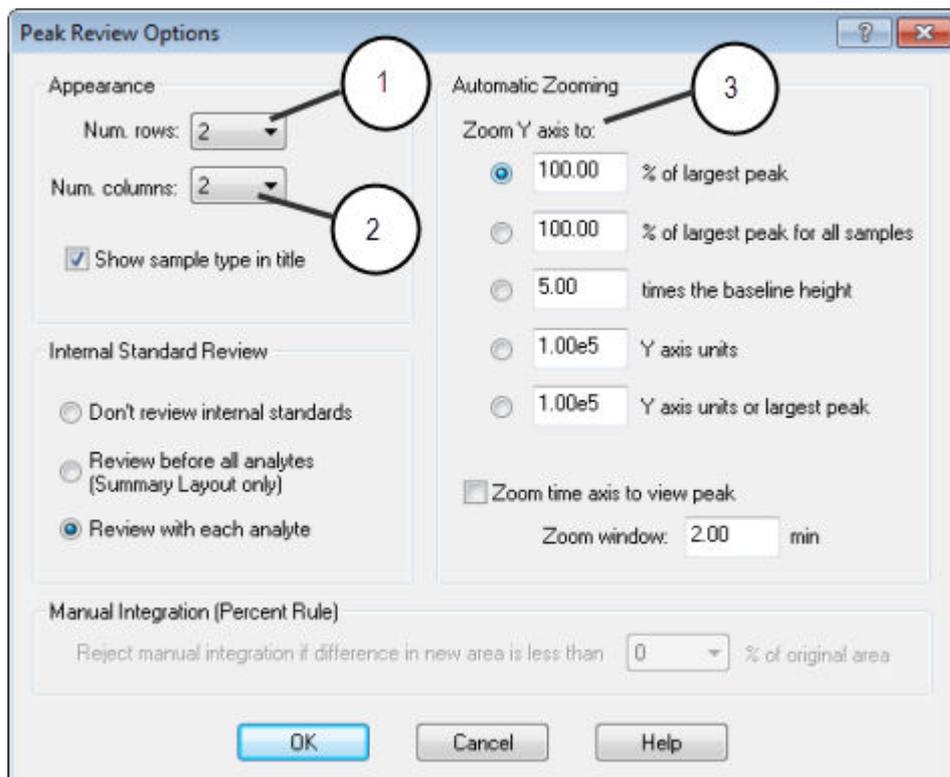
1. Fare clic con il pulsante destro del mouse nella Results Table, quindi fare clic su **Analyte**.
2. Selezionare un analita.
3. Fare clic su **Tools > Peak Review > Pane**.
Sotto la Results Table vengono mostrati solo i picchi elencati nella Results Table.

Figura 14-7: Peak Review



4. Fare clic con il pulsante destro nel riquadro, quindi fare clic su **Options**.
Viene visualizzata la finestra di dialogo Peak Review Options.
5. Nella sezione **Appearance**, impostare **Num. rows** su **1** e **Num. columns** su **2**.
6. Nella sezione **Automatic Zooming**, fare clic su **Zoom Y axis to: 100% of largest peak** per mostrare l'intero picco.

Figura 14-8: Finestra di dialogo Peak Review Options

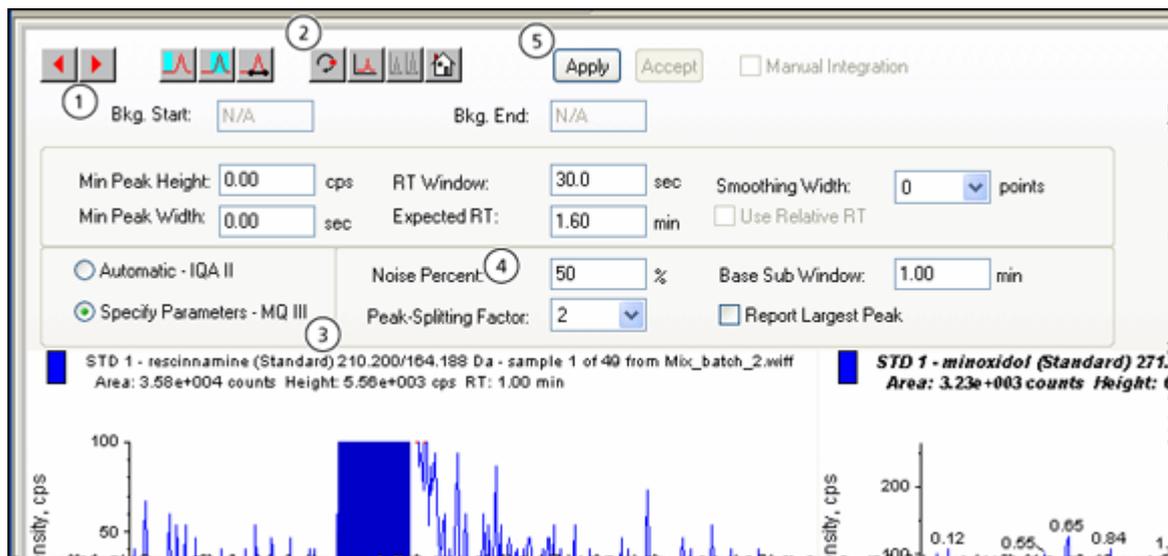


Elemento	Definizione
1	Numero di righe
2	Numero di colonne
3	Zoom Y-axis to 100% of largest peak per mostrare l'intero picco

7. Fare clic su **OK**.
8. Per spostarsi tra i picchi, fare clic sulla freccia rivolta a destra. Fare riferimento alla figura: [Figura 14-9](#).
9. Andare alla seconda iniezione dello standard 3.
In questo esempio, il picco può essere integrato più vicino alla linea di base selezionando l'opzione **Specify Parameters**.

Suggerimento! Per spostarsi su un determinato picco nel riquadro Peak Review, selezionare la riga corrispondente nella Results Table.

Figura 14-9: Riquadro Peak Review



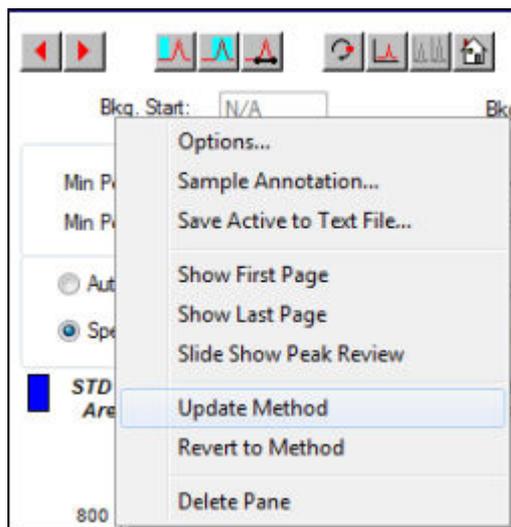
Elemento	Definizione
1	Frecce: fare clic per muoversi tra i picchi.
2	Show or Hide Parameters : fare clic per mostrare i parametri di integrazione.
3	Integration parameters: fare clic per modificare i parametri.
4	Noise Percentage : digitare una percentuale di rumore.
5	Apply : fare clic per integrare i parametri.

10. Fare clic su **Show or Hide Parameters** due volte.
11. Fare clic su **Specify Parameters - MQ III**.
12. Modificare il valore **Noise Percent**.
13. Fare clic su **Apply**.
Il picco è integrato più vicino alla linea di base.
14. Se questa modifica non migliora l'integrazione dei picchi, allora regolare il parametro **Noise Percent** fino a trovare il valore ottimale.

Nota: L'opzione **Update Method** aggiorna solo i valori dell'algorithmo per quell'analita specifico (o standard interno) e non tutti gli analiti.

15. Per aggiornare gli algoritmi per tutti i picchi, fare clic con il pulsante destro del mouse sul riquadro, quindi fare clic su **Update Method**.

Figura 14-10: Update Method



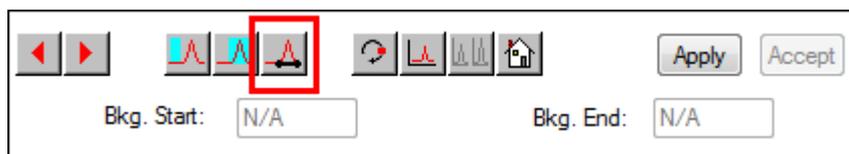
Integrazione manuale dei picchi

L'integrazione manuale dei picchi dovrebbe essere svolta per ultima, per limitare la variabilità da persona a persona. Integrare i picchi manualmente solo se non sono stati trovati tutti i picchi dopo la regolazione e l'aggiornamento dei parametri dell'algoritmo. Si consiglia agli utenti di convalidare i risultati per determinare se l'integrazione manuale è accettabile per applicazioni specifiche.

Nota: I picchi che sono stati integrati manualmente, o dove l'algoritmo è stato modificato solo per quel determinato picco, sono identificati nella colonna **Record Modified** (Record modificato) della Results Table (Tabella risultati), così come i picchi, il cui parametro dell'algoritmo è stato modificato per un campione, che non vengono applicati all'intero gruppo degli analiti.

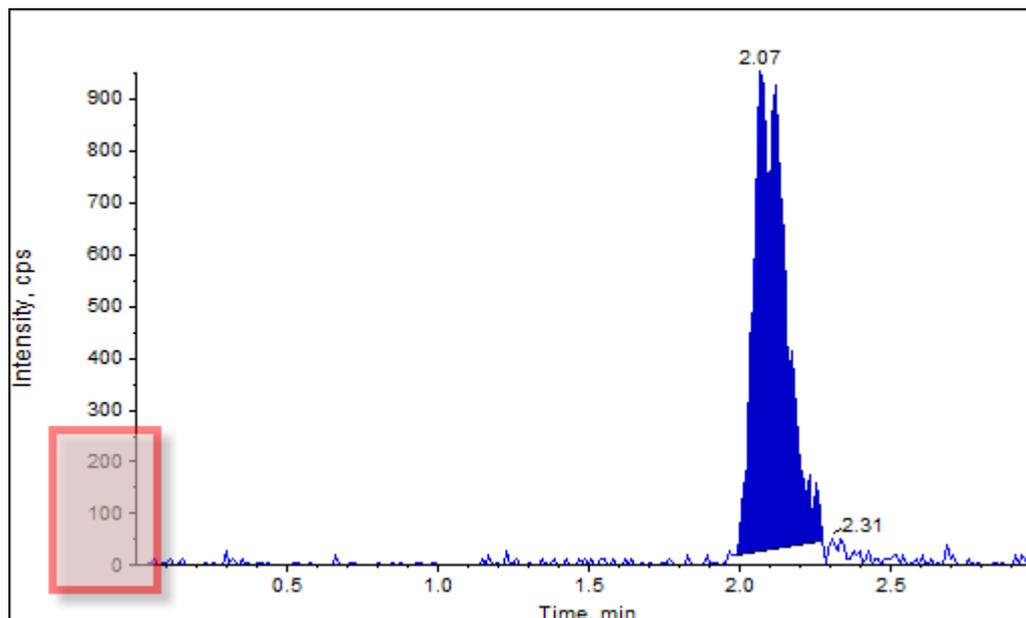
1. Nel riquadro **Peak Review**, fare clic su **Manual Integration Mode**.

Figura 14-11: Riquadro Peak Review: modalità Manual Integration



2. Ingrandisce sull'area più bassa (10%) del picco.

Figura 14-12: Riquadro Peak Review: ingrandimento di un picco



3. Spostare il mirino nel punto di inizio del picco, quindi trascinare il mirino fino alla fine del picco da definire.
Il software oscura l'area delimitata dalla base e dai lati del picco. I parametri del picco sono di colore grigio perché non sono più applicabili in quanto il picco è stato tracciato a mano.
4. Eseguire una delle seguenti operazioni:
 - Per rendere permanente questa modifica, fare clic su **Accept**.
 - Per annullare le modifiche, deselezionare la casella di controllo **Manual Integration**.

Suggerimento! Se un picco era corretto nella sua forma originale, fare clic con il pulsante destro del mouse sul picco, quindi fare clic su **Revert to Method**.

Curve di calibrazione

Usare le curve di calibrazione per trovare la concentrazione calcolata dei campioni, inclusi i campioni QC (controllo qualità). I campioni QC o controllo qualità sono aggiunti a un lotto per valutare la qualità dei dati e la precisione degli standard nel lotto. I campioni QC hanno concentrazioni di analita note, ma sono elaborati come sconosciuti, in modo tale che le concentrazioni misurate possano essere comparate con il valore reale.

La curva di calibrazione viene generata tracciando la concentrazione dello standard rispetto alla relativa area o altezza. Se si usa uno standard interno, verrà tracciato il rapporto tra la concentrazione di uno standard o quella di uno standard interno rispetto al rapporto tra l'altezza o l'area del picco dello standard rispetto all'altezza o l'area del picco dello standard interno. Il rapporto dell'area o dell'altezza di un campione è successivamente applicato a questa curva per determinare la concentrazione del campione, come mostrato nella

Results Table. Sarà generata un'equazione di regressione per questa curva di calibrazione, secondo la regressione specificata. L'equazione di regressione è usata per calcolare la concentrazione dei campioni sconosciuti.

La regressione lineare è raccomandata per la curva di calibrazione.

Si raccomanda all'utente di non riportare valori quantitativi esterni all'intervallo di concentrazione coperto dalla curva di taratura.

Per informazioni sull'uso del menu di scelta rapida Calibration Curve , fare riferimento alla sezione: [Calibration Curve](#).

Visualizzazione delle curve di calibrazione

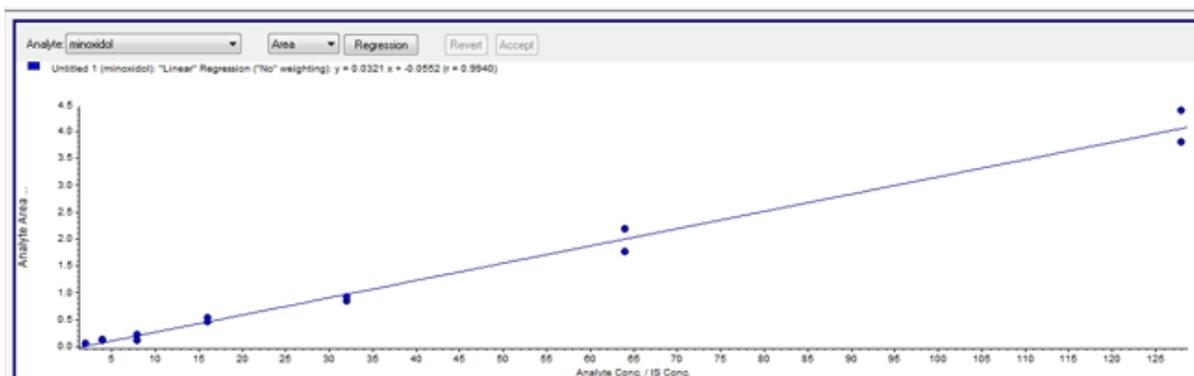
L'utente può visualizzare la curva di calibrazione e modificare le opzioni di regressione in una Results Table aperta. Se vi sono due o più Results Table aperte, le curve di calibrazione possono essere sovrapposte. Per sovrapporre le curve, accertarsi che il metodo usato per creare le tabelle sia lo stesso.

Tracciare una curva di calibrazione per vedere la curva usata per la regressione. La colonna **Calculated Concentration** nella Results Table riflette eventuali modifiche risultati dall'adattabilità della curva i punti dello standard.

Nota: quest'opzione è disponibile solo quando una Results Table è aperta.

1. Aprire una Results Table.
2. Fare clic su **Tools > Calibration > Pane**.
Si aprirà il riquadro Calibration Curve che contiene la curva di calibrazione.

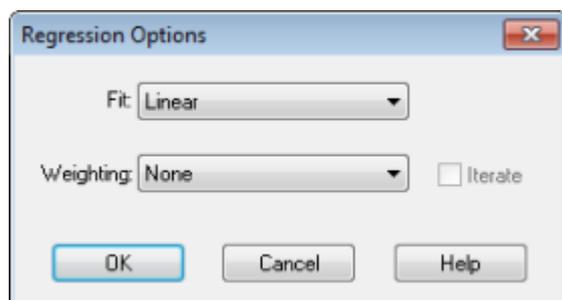
Figura 14-13: Calibration Curve



3. Se si è in presenza di più di un analita, allora effettuare i seguenti passi per visualizzare la curva di calibrazione per un altro analita:
 - a. Dall'elenco **Analyte**, selezionare un analita.
 - b. Se necessario, dall'elenco successivo selezionare **Area** o **Height**.
4. Per modificare le opzioni di regressione per la curva di calibrazione, fare quanto segue:

- a. Fare clic su **Regression**.

Figura 14-14: Finestra di dialogo Regression Options



- b. Selezionare **Linear** nell'elenco **Fit**.
- c. Selezionare **1 / x** nell'elenco **Weighting**.
- d. Fare clic su **OK**.

Si aprirà la curva di calibrazione. L'utente può verificare i singoli picchi della curva o escludere punti dalla curva per produrre una curva migliore.

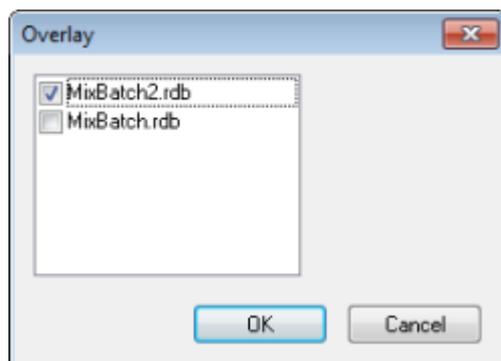
5. Se necessario, ripetere questi passi per creare una curva più appropriata.
6. Per salvare le modifiche, fare clic su **Accept**.

Sovrapposizione delle curve di calibrazione

Suggerimento! Per esaminare più approfonditamente la curva di una tabella, fare clic con il pulsante destro del mouse sulla curva, quindi fare clic su **Active Plot**. Selezionare la curva da tracciare in primo piano.

1. Con due o più Results Table aperte, visualizzare una curva di calibrazione per una delle tabelle.
2. Fare clic con il pulsante destro del mouse sulla curva di calibrazione, quindi fare clic su **Overlay**.

Figura 14-15: Finestra di dialogo Overlay



3. Selezionare le tabelle da sovrapporre alla curva corrente.
4. Fare clic su **OK**.
Il software traccia le curve per ogni tabella selezionata nello stesso grafico.

Statistiche del campione

Utilizzare la finestra Statistics per visualizzare le statistiche per i campioni, in genere per gli standard e i controlli di qualità (QC). I dati per ogni lotto disponibile nella Results Table si aprono in forma tabulare nella griglia e viene mostrata una riga di dati per la concentrazione di ciascuno standard o QC.

Si raccomanda di includere le statistiche del lotto nei rapporti per essere certi della validità dei risultati.

Visualizzazione delle statistiche per standard e QC

Quando è aperta più di una Results Table, le informazioni statistiche sugli standard e i QC per lotti aggiuntivi possono essere mostrate nella finestra Statistics. Ciò facilita il confronto dei risultati tra i lotti e l'identificazione delle tendenze negli standard o nei QC.

1. Aprire una Results Table.
2. Fare clic su **Tools > Statistics**.
3. Selezionare **Concentration** dall'elenco **Statistics Metric**.
4. Selezionare un analita nel campo **Analyte Name**.
5. Selezionare **Standard** nel campo **Sample Type**.
Vengono visualizzati i risultati.
6. Esaminare le colonne **%CV** e **Accuracy**.
La colonna **%CV** mostra il coefficiente di varianza tra le misurazioni di un singolo parametro, ad esempio l'area. La colonna **Accuracy** mostra la vicinanza del punto tracciato rispetto al valore interpolato.
7. Se necessario, selezionare la casella di controllo **Display Low/High values** ed esaminare i valori **High**, **Low** e **Mean** per ogni riga della griglia. Ogni riga rappresenta gli standard che hanno gli stessi livelli di concentrazione.
8. Selezionare un altro analita.
I risultati sono riportati per ogni singolo analita.
9. Per verificare le variazioni QC (Quality Control) agli stessi livelli di concentrazione, selezionare **QC** nel campo **Sample Type**.

Metric Plot

Un metric plot visualizza graficamente i dati in una colonna della tabella dei risultati, tracciati rispetto all'asse X o Y oppure i dati di due colonne tracciati gli uni rispetto agli altri. Questa sezione descrive come generare e lavorare con i Metric Plot.

Sono inclusi anche alcuni Metric Plot predefiniti.

- Int_Std_Response (per localizzare il campione che pone problemi)
- Analyte_Area versus Height (per verificare il comportamento cromatografico)
- PK profile (conc. rispetto al punto tempo, da eseguire dopo la query Sample)

Generazione di Metric Plot

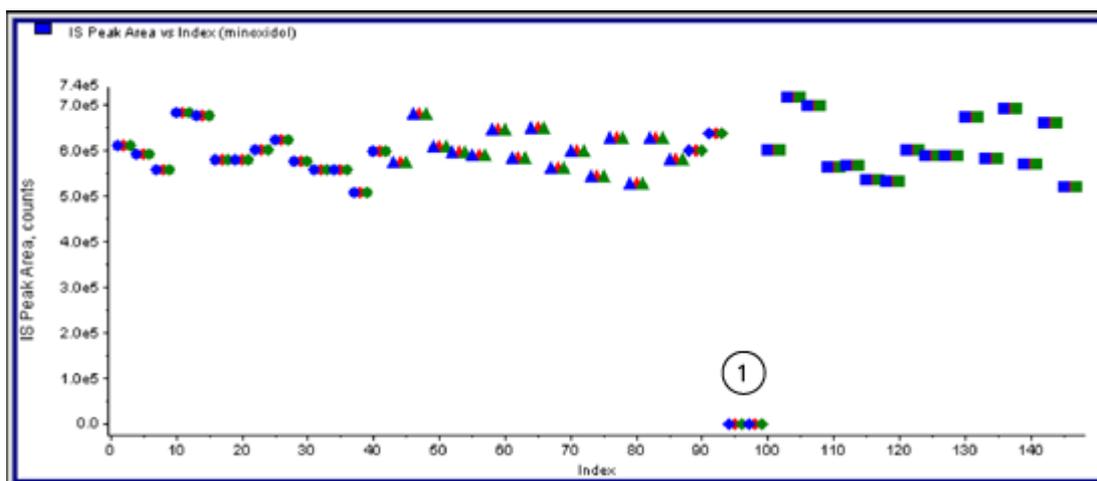
È possibile utilizzare i Metric Plot per tracciare una determinata colonna (ad esempio, Peak Area, Accuracy o Calculated Concentration) di una Results Table. È inoltre possibile tracciare due campi della Results Table, l'uno rispetto all'altro, quindi utilizzare il diagramma per studiare i punti che non rientrano nel range normale. I Metric Plot sono spesso utilizzati con le query. Per ulteriori informazioni sulle query, fare riferimento al documento: *Guida*.

Generare i Metric Plot nei modi seguenti:

- Utilizzare il pulsante Plot per tracciare una o più colonne della Results Table corrente, senza salvare i criteri di plotting.
- Creare un tracciato specifico per la tabella per salvare i criteri di plotting insieme alla tabella corrente.
- Creare un tracciato globale per salvare i criteri di plotting da utilizzare con Results Table future.

Non è possibile generare QC, sconosciuti, bianchi, doppi bianchi o solventi sulla curva di calibrazione, ma è possibile generare i metric plot corrispondenti.

Figura 14-16: Esempio di Metric Plot



Elemento	Descrizione
1	Vuoti doppi

Generazione di un Metric Temporary Plot

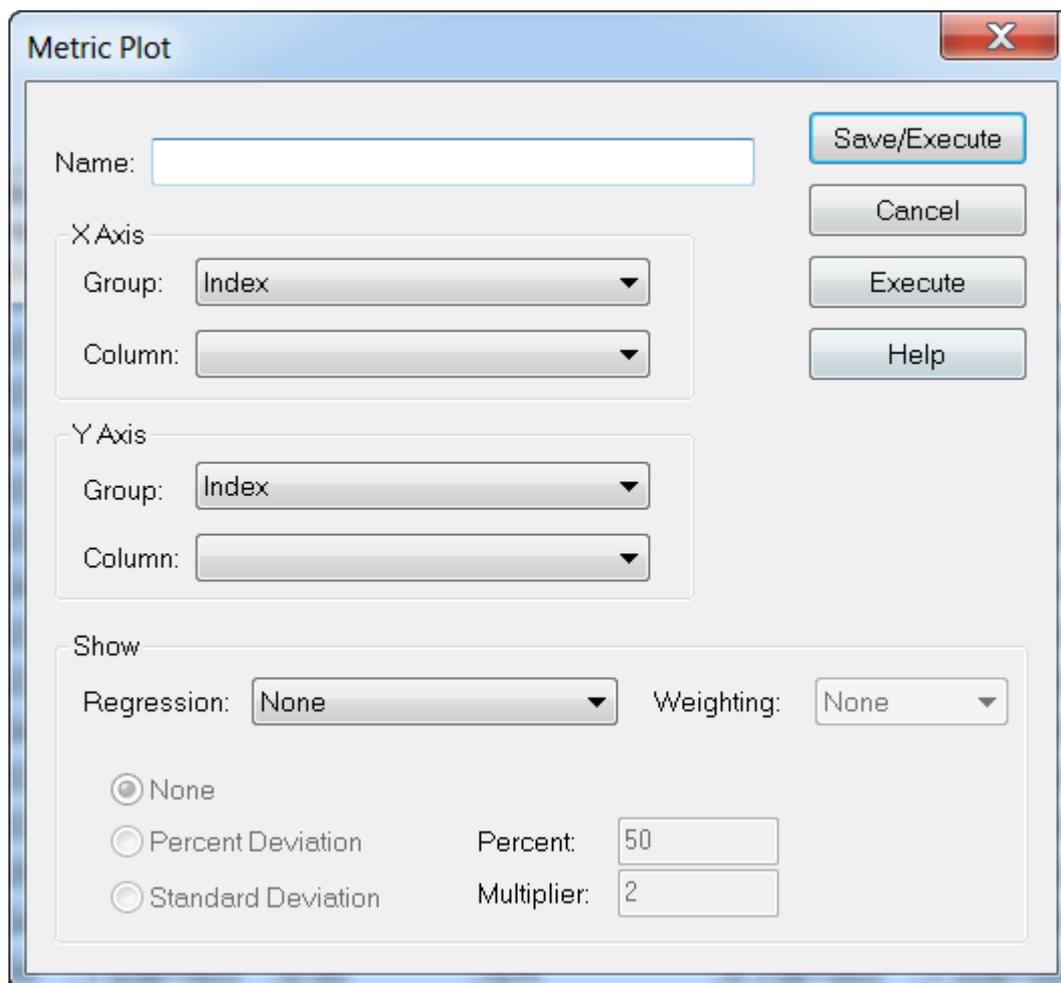
1. Con una Tabella dei risultati aperta, compiere una delle seguenti operazioni:

- Per tracciare i dati sull'asse Y con l'asse X come indice, fare clic sull'intestazione della colonna dei dati da tracciare.
 - Per tracciare i dati dalla prima colonna selezionata sull'asse X e dalla seconda colonna selezionata sull'asse Y, selezionare due colonne premendo il tasto **Ctrl** mentre si fa clic sulle intestazioni colonna.
2. Sopra la Tabella dei risultati, fare clic sull'icona **Metric Plot by Selection**. Fare riferimento alla [Tabella D-9](#).
Si apre il Metric Plot.
 3. Fare clic con il pulsante destro nel riquadro del tracciato, quindi fare clic su **Data Legend** per visualizzare una spiegazione dei colori utilizzati dal tracciato.
 4. Fare clic con il pulsante destro nel riquadro del tracciato, quindi fare clic su **Point Legend** per visualizzare una spiegazione dei simboli utilizzati dal tracciato.

Generazione di un Metric Plot e salvataggio dei criteri di plotting

1. Aprire la Tabella dei risultati appropriata.
2. Fare clic con il pulsante destro nella Tabella dei risultati, quindi fare clic su **Metric Plot > New**.

Figura 14-17: Finestra di dialogo Metric Plot



3. Nel campo **Name**, digitare il nome dei nuovi criteri di plotting.
4. Nella sezione **X-Axis**, nell'elenco **Group**, per tracciare un campo sull'asse Y, utilizzando l'asse X come indice, selezionare **Index** e lasciare vuoto l'elenco **Column**.
5. Per tracciare due colonne l'una rispetto all'altra, nella sezione **Y-axis**, nell'elenco **Group**, selezionare **Internal Standard** quindi, nell'elenco **Column**, selezionare **IS Peak Area**.
6. Se necessario, nell'elenco **Regression**, selezionare il tipo di regressione da utilizzare, quindi selezionare le impostazioni di regressione opportune.
7. Per generare il Plot e salvare i criteri di plotting, fare clic su **Save/Execute**.
Si apre il Metric Plot. Per ulteriori informazioni, fare riferimento alla [Figura 14-16](#).
8. Fare clic con il pulsante destro nel riquadro del tracciato, quindi fare clic su **Data Legend** per visualizzare una spiegazione dei colori utilizzati dal tracciato.
9. Fare clic con il pulsante destro nel riquadro del tracciato, quindi fare clic su **Point Legend** per visualizzare una spiegazione dei simboli utilizzati dal tracciato.

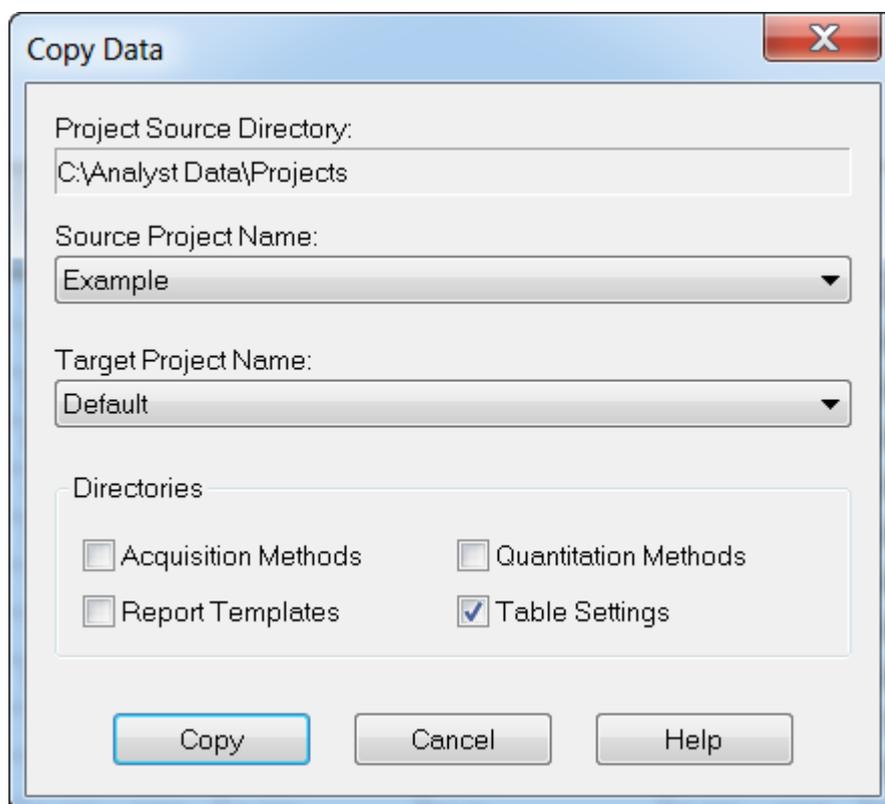
Queste impostazioni di criteri sono ora disponibili per i successivi tracciati di questa Tabella dei risultati nel menu di scelta rapida (clic col tasto destro) della Tabella dei risultati. Gli utenti possono anche modificare i criteri di plotting.

10. Per visualizzare il campione all'origine del problema, cercare di tracciare la concentrazione dello sconosciuto rispetto al tempo oppure tracciare l'area dello standard interno rispetto all'indice.

Salvataggio dei criteri di plotting di default per future Tabelle dei risultati

1. Fare clic con il pulsante destro nella Tabella dei risultati, quindi fare clic su **Table Settings > Export To New Table Settings**.
Questa operazione esporterà le impostazioni tabella dal file rdb, affinché possano essere utilizzate in altri cicli di quantificazione all'interno del progetto.
2. Per esportare le impostazioni tabella ad un altro progetto, fare clic su **Tools > Project > Copy Data**.

Figura 14-18: Finestra di dialogo Copy Data



Il software Reporter amplia la funzionalità di reporting disponibile nel software Analyst MD.

ATTENZIONE: Potenziali risultati errati. Per evitare i risultati errati:

- **Convalidare tutte le query di Reporter prima di utilizzarle.**
 - **Convalidare i risultati se si utilizza un modello Reporter modificato o che contiene una query.**
 - **Assicurarsi di completare la convalida sui modelli Reporter.**
-

Il software Reporter può essere utilizzato per creare rapporti personalizzati con Microsoft Word e Excel (2013, 2016 o Office 365). Il software Reporter presenta le seguenti caratteristiche:

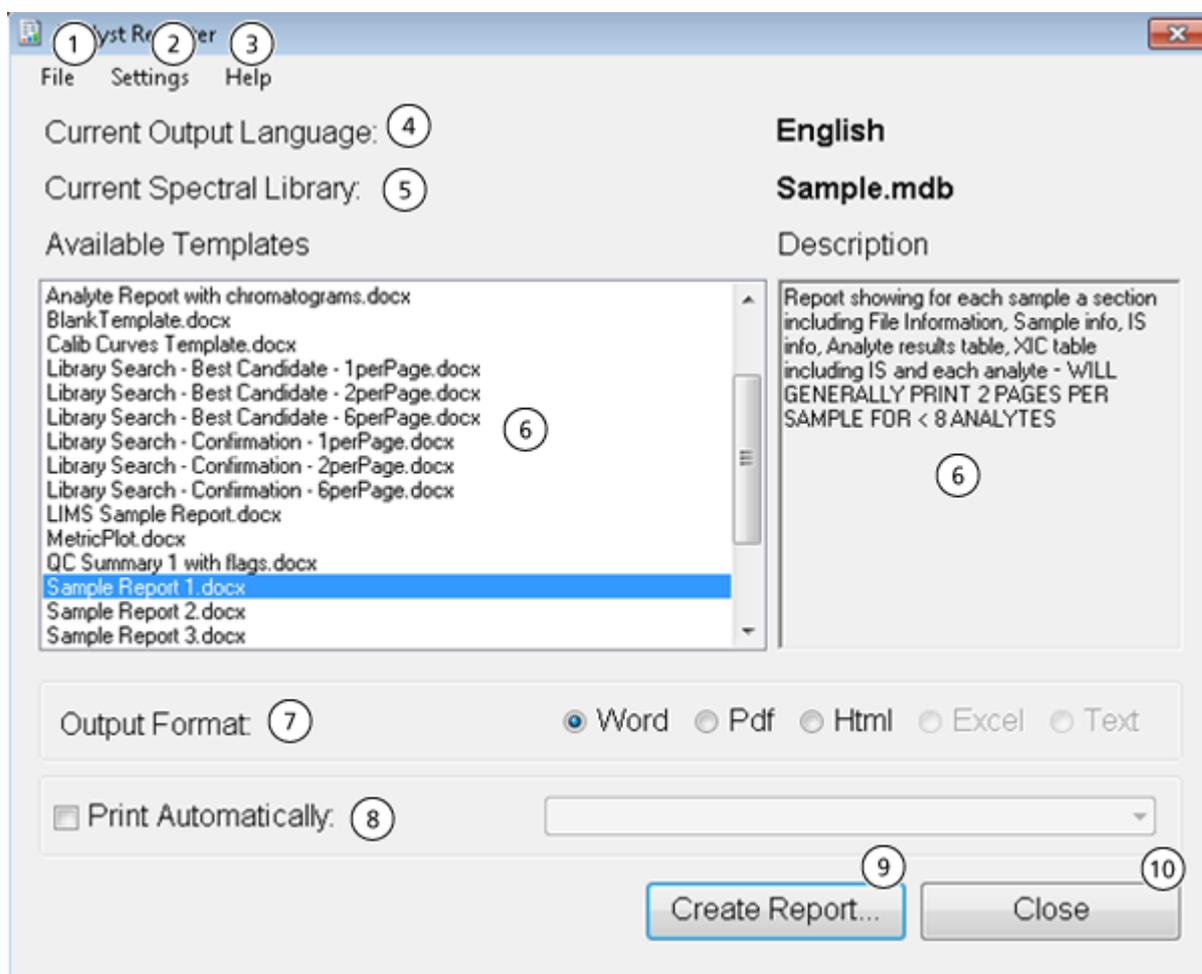
- Fornisce una serie di rapporti che utilizzano i dati disponibili in una Results Table, nelle finestre di informazioni file e di revisione quantitativa dei picchi.
- Fornisce una varietà di rapporti che presentano i risultati della ricerca nella libreria MS/MS. L'utente può configurare il software Reporter in modo da eseguire la ricerca in qualsiasi libreria spettrale MS/MS che utilizza il formato software Analyst MD (mdb).
- Utilizza modelli Microsoft Word per fornire le informazioni di formato necessarie per generare i rapporti. Questi modelli possono essere creati o modificati per fornire formati di report personalizzati. Per informazioni sulla creazione o la modifica di Report Template Editor, fare riferimento al documento: *Guida*.
- Contiene un modello iniziale vuoto che può essere utilizzato nell'ambiente di modifica del software Reporter per progettare i modelli di rapporti per soddisfare la maggior parte dei requisiti di reporting.
- Stampa automaticamente, esporta in formato Adobe Portable Document Format (pdf) ed invia i risultati tramite e-mail.
- Genera report da applicazioni software personalizzate che utilizzano le librerie di programmazione del software Analyst MD.

Il software Reporter può essere così utilizzato:

- Nel software Analyst MD per generare manualmente un report o un set di report.
- Tramite applicazioni che non usano il software Analyst MD.

Interfaccia utente Analyst Reporter

Figura 15-1: Analyst Reporter



Elemento	Opzione	Descrizione
1	File > Exit	Esce dal programma e rilascia tutte le risorse.

Elemento	Opzione	Descrizione
2	Settings > Select Output Language	Imposta il dizionario della lingua che verrà utilizzata per sostituire i tag di lingua all'interno di un modello di rapporto. I modelli che contengono i tag di lingua possono essere utilizzati per generare rapporti in qualsiasi lingua. I tag di lingua sono sostituiti con testo ricavato da un tag corrispondente nel file dizionario della lingua selezionata. Questi file di dizionario sono contenuti nella cartella: C:\Program Files\AB SCIEX\AnalystReporter\Resources\Languages nei sistemi operativi Windows 7 a 32 bit o C:\Program Files (x86)\AB SCIEX\AnalystReporter\Resources\Languages nei sistemi operativi Windows 7 a 64 bit o Windows 10 a 64 bit.
2	Settings > Select Library	Sfogliare una libreria spettrale. Questa libreria verrà utilizzata per la comparazione e il punteggio dei dati MS/MS provenienti dalle Results Table contenenti dati ricavati da tipi di scansione MS/MS attivati con acquisizione dipendente da informazione (IDA).
2	Settings > Select Template Folder	Imposta la cartella dalla quale verranno letti i modelli disponibili. Per tornare alla cartella di modelli predefinita, selezionare l'opzione Default .
3	Help > About	Mostra le informazioni sulla versione del software Reporter attualmente installata.
4	Current Output Language	Visualizza il dizionario della lingua attualmente selezionata, utilizzato per sostituire i tag di lingua all'interno di un modello di rapporto. Per selezionare un dizionario di lingua, fare clic su Settings > Select Output Language .
5	Current Spectral Library	Visualizza la libreria spettrale attualmente selezionata. Per selezionare una libreria spettrale, fare clic su Settings > Select Library .
6	Available Templates e Description	Visualizza un elenco di modelli di rapporti disponibili. Selezionare un modello per mostrare una descrizione del modello. Per cambiare la cartella da cui vengono letti i modelli disponibili, selezionare Settings > Select Template Folder > Browse..

Elemento	Opzione	Descrizione
7	Output Format	<p>Mostra i formati di uscita che sono supportati dal software Reporter. Possono essere selezionati solo formati compatibili con il modello di rapporto selezionato.</p> <ul style="list-style-type: none"> • Word: viene prodotto un documento di Microsoft Word (docx). Questo documento può essere visualizzato con Microsoft Word 2010 e versioni successive. • PDF: un report creato direttamente in formato PDF. • HTML: Microsoft Word è utilizzato per generare un file HTML. I file immagine associati sono memorizzati in una cartella con lo stesso nome del file HTML. • Excel: viene prodotto un file di solo testo (csv). I modelli di rapporti che contengono valori separati da virgole possono essere aperti in Microsoft Excel, e ciascun valore verrà visualizzato in una cella separata. Solo i modelli che sono stati specificatamente contrassegnati come testo compatibile possono essere utilizzati per questo formato di output. • Text: viene prodotto un file di solo testo (txt). Solo i modelli che sono stati specificatamente contrassegnati come testo compatibile possono essere utilizzati per questo formato di output.
8	Print Automatically	Una volta creato, il rapporto viene stampato con la stampante selezionata. Selezionare qualsiasi stampante disponibile.
9	Create Report	Crea il rapporto nel formato di output selezionato, utilizzando il modello di rapporto selezionato.
10	Close	Esce dal programma e rilascia tutte le risorse.

Generazione di rapporti

Il software Reporter estrae dati numerici dalla Results Table e campioni ed informazioni grafiche dal file .wiff.

1. Aprire una **Results Table**.
2. In **Companion Software**, fare doppio clic su **Reporter**. Viene visualizzato **Analyst Reporter**.
3. Nel campo **Available Templates**, selezionare il modello di rapporto applicabile.
4. Fare clic sul formato di output **PDF**.

L'opzione Word è preselezionata e il rapporto viene automaticamente salvato nella cartella Results del progetto corrente. Se il formato di output PDF non è selezionato, il rapporto viene creato e aperto in Word o stampato nel formato selezionato, ma il rapporto non viene salvato. In questo modo, l'utente modifica il rapporto in Word prima di salvare il rapporto originale.

5. Facoltativo per un flusso di lavoro di ricerca di libreria (qualitativa) quando si utilizza una Results Table contenente dati provenienti da scansioni MS/MS attivate con acquisizione dipendente da informazione (IDA): fare clic su **Settings > Select Library**, navigare nel database della libreria MS/MS applicabile (formato mdb) e quindi fare clic su **Open**.
6. (Facoltativo) Selezionare la casella di controllo **Print Automatically** per stampare automaticamente i rapporti su una stampante preselezionata.
Viene utilizzata la stampante predefinita impostata in Windows, a meno che non sia stata selezionata un'altra stampante diversa. Il software Reporter mantiene la stampante selezionata tra le operazioni. Se la stampante è impostata su un driver di stampa PDF, il software Reporter genera automaticamente le versioni dei file PDF dei rapporti creati.
7. Fare clic su **Create Report**.
Quando il software apre il modello e lo compila con i dati della Results Table, la schermata mostra diversi indicatori di avanzamento. Alcuni report richiedono pochi secondi per essere generati, mentre altri possono impiegare più tempo. Un gruppo di dati consistente, con molte transizioni MRM o un numero elevato di grafici, può generare report di parecchie centinaia di pagine, che richiedono alcune ore.

Informazioni su assistenza e manutenzione - Spettrometro di massa

16

Pulire il sistema ed effettuare la manutenzione con regolarità per ottenere prestazioni ottimali.



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



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

Programma di manutenzione consigliato

Le tabelle riportate di seguito contengono un programma consigliato per la pulizia e la manutenzione del sistema.

Suggerimento! Eseguire le attività di manutenzione regolarmente per assicurarsi che il sistema funzioni in modo ottimale.

- Eseguire prove periodiche di tenuta del gas e ispezioni di manutenzione generale per verificare il funzionamento sicuro del sistema.
- Pulire il sistema con regolarità per mantenerlo in buone condizioni di funzionamento.
- Durante la manutenzione del sistema, esaminare attentamente le parti del sistema di erogazione del gas esterno, compreso il tubo collegato all'apparecchiatura, per confermare che la condizione sia soddisfacente. Sostituire eventuali tubi fessurati, schiacciati o compressi.

Per determinare con quale frequenza pulire o eseguire la manutenzione sullo spettrometro di massa e sulla sorgente di ionizzazione, considerare i fattori seguenti. Questi fattori possono causare cambiamenti nelle prestazioni dello spettrometro di massa, che indicano la necessità di un intervento di manutenzione.

- Composti testati

Informazioni su assistenza e manutenzione - Spettrometro di massa

- Pulizia dei campioni e metodi di preparazione dei campioni
- Quantità di tempo per cui la sonda è esposta al campione
- Tempo di attività generale del sistema

Per informazioni sulla frequenza di tuning, fare riferimento alla sezione: [Soluzioni e ioni per la calibrazione](#).

Per ordinare i materiali di consumo e per i requisiti di manutenzione e assistenza di base, contattare un addetto alla manutenzione qualificato (QMP) o fare riferimento al documento: *Guida ai componenti e alle attrezzature*. Contattare un responsabile dell'assistenza tecnica (FSE) SCIEX per tutte le altre esigenze di assistenza e manutenzione.

Tabella 16-1: Operazioni di manutenzione dello spettrometro di massa

Componente	Frequenza	Attività	Per maggiori informazioni
Sistema	Giornaliera	Verificare la presenza di perdite	Fare riferimento alla sezione: Precauzioni chimiche .
Curtain plate	Giornaliera	Pulire	Fare riferimento alla sezione: Pulizia del curtain plate .
Olio pompa per vuoto	Settimanale	Ispezionare il livello	Fare riferimento alla sezione: Ispezione del livello dell'olio della pompa per vuoto primaria . Contattare l'addetto alla manutenzione qualificato (QMP) o il responsabile dell'assistenza tecnica (FSE) locale per aggiungere olio, se necessario.
Olio pompa per vuoto	Ogni 2 anni o secondo necessità	Sostituire	Contattare l'addetto alla manutenzione qualificato (QMP) o il responsabile dell'assistenza tecnica (FSE) locale.
Olio pompa per vuoto	Secondo necessità	Rabboccare	Contattare l'addetto alla manutenzione qualificato (QMP) o il responsabile dell'assistenza tecnica (FSE).
Separatore di vuoto (parte frontale)	Secondo necessità	Pulire	Fare riferimento alla sezione: Pulizia della parte esterna del separatore di vuoto .
Separatore di vuoto (parte frontale e retro)	Secondo necessità	Pulire	Contattare l'addetto alla manutenzione qualificato (QMP) o il responsabile dell'assistenza tecnica (FSE) locale.

Tabella 16-1: Operazioni di manutenzione dello spettrometro di massa (continua)

Componente	Frequenza	Attività	Per maggiori informazioni
Filtro aria spettrometro di massa	Secondo necessità	Sostituire	Contattare l'addetto alla manutenzione qualificato (QMP) o il responsabile dell'assistenza tecnica (FSE) locale.
IonDrive QJet e lente IQ0	Secondo necessità	Pulire	Contattare l'addetto alla manutenzione qualificato (QMP) o il responsabile dell'assistenza tecnica (FSE) locale.
Set barre Q0 e lente IQ1	Secondo necessità	Pulire	Contattare l'addetto alla manutenzione qualificato (QMP) o il responsabile dell'assistenza tecnica (FSE) locale.
Superfici dello strumento	Secondo necessità	Pulire	Fare riferimento alla sezione: Pulizia delle superfici .
Contenitore di raccolta scarichi della sorgente	Secondo necessità	Svuotare	Fare riferimento alla sezione: Svuotamento del contenitore di raccolta scarichi della sorgente .
Riscaldatore di interfaccia	Secondo necessità	Sostituire	Contattare l'addetto alla manutenzione qualificato (QMP) o il responsabile dell'assistenza tecnica (FSE) locale.

Tabella 16-2: Operazioni di manutenzione della sorgente di ionizzazione

Componente	Frequenza	Attività	Per maggiori informazioni
Sonde TurbolonSpray e APCI	Secondo necessità	Esaminare e sostituire	Fare riferimento alle sezioni: Rimozione della sonda e Installazione della sonda .
Elettrodi per le sonde TurbolonSpray e APCI	Secondo necessità	Esaminare e sostituire	Fare riferimento alla sezione: Sostituzione dell'elettrodo .
Ago di scarica a corona	Secondo necessità	Sostituire	Fare riferimento alla sezione: Sostituzione dell'ago di scarica a corona .
Riscaldatore turbo	Secondo necessità	Sostituire	Contattare l'addetto alla manutenzione qualificato (QMP) o il responsabile dell'assistenza tecnica (FSE) locale.

Tabella 16-2: Operazioni di manutenzione della sorgente di ionizzazione (continua)

Componente	Frequenza	Attività	Per maggiori informazioni
Tubo del campione	Secondo necessità	Sostituire	Fare riferimento alla sezione: Collegamento del tubo della sorgente di ionizzazione.

Per le attività "Secondo necessità", seguire queste linee guida:

- Pulire le superfici dello spettrometro di massa dopo un'eventuale fuoriuscita di sostanze o quando diventano sporche.
- Svuotare il contenitore di raccolta scarichi della sorgente prima che si riempia.
- Se la sensibilità del sistema diminuisce, pulire il separatore di vuoto, la guida ionica IonDrive QJet e la regione del Q0.

Suggerimento! Pulire la regione del Q0 regolarmente per ridurre al minimo l'impatto della carica, una notevole perdita di sensibilità degli ioni di interesse in un breve periodo di tempo, sui quadrupoli e sulle lenti. Contattare il personale qualificato addetto alla manutenzione (QMP) o un responsabile dell'assistenza tecnica (FSE).

- Aggiungere l'olio della pompa per vuoto quando il livello scende sotto il minimo.
- Ispezionare periodicamente i collegamenti dei tubi di scarico per assicurarsi che siano integri e che eventuali scarichi vengano rimossi dal laboratorio del cliente.

Pulizia delle superfici

Pulire le superfici esterne dello spettrometro di massa dopo una fuoriuscita di sostanze, o quando diventano sporche.

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

1. Pulire le superfici esterne con un panno morbido inumidito con acqua calda e sapone.
2. Pulire le superfici esterne con un panno morbido inumidito con acqua per rimuovere eventuali residui di sapone.

Svuotamento del contenitore di raccolta scarichi della sorgente



AVVERTENZA! Pericolo di superfici calde. Lasciar raffreddare la sorgente di ionizzazione IonDrive Turbo V per almeno 90 minuti prima di iniziare qualsiasi procedura di manutenzione. Alcune superfici della sorgente di ionizzazione e dell'interfaccia di vuoto raggiungono temperature considerevoli durante il funzionamento.



AVVERTENZA! Pericolo di contaminazione da radiazioni ionizzanti, rischio biologico o pericolo di esposizione ad agenti chimici tossici. Depositare i materiali pericolosi in contenitori per rifiuti opportunamente etichettati e smaltirli secondo le normative locali.



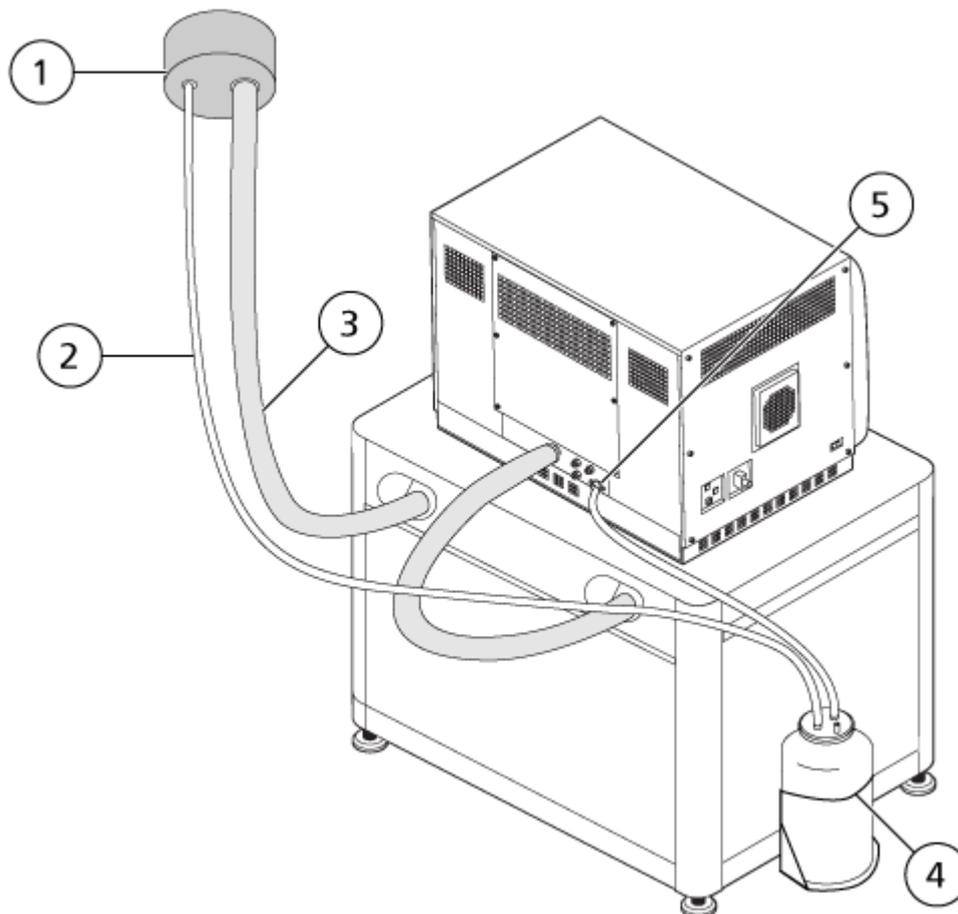
AVVERTENZA! Pericolo di contaminazione da radiazioni ionizzanti, rischio biologico o pericolo di esposizione ad agenti chimici tossici. Assicurarsi che la ventilazione dei gas di scarico avvenga mediante una cappa aspirante apposita da laboratorio o attraverso un sistema di scarico; assicurarsi inoltre che il tubo di ventilazione sia fissato con morsetti. Verificare che il laboratorio abbia un ricambio di aria appropriato per il lavoro eseguito.

Nota: assicurarsi che non vi siano piegature, curve o torsioni nella linea di scarico della sorgente.

Ispezionare regolarmente il contenitore di raccolta scarichi della sorgente e svuotarlo prima che si riempia. Ispezionare anche il contenitore e il raccordo per verificare l'eventuale presenza di perdite, e serrare i collegamenti o sostituire i componenti, se necessario. Per svuotare il contenitore seguire le fasi riportate in questa procedura.

1. Rimuovere la sorgente di ionizzazione.
2. Allentare le fascette che collegano i tubi al tappo del contenitore di raccolta scarichi della sorgente.

Figura 16-1: Contenitore di raccolta scarichi della sorgente



Elemento	Descrizione
1	Collegamento alla bocca di aspirazione
2	Tubo di raccolta scarichi della sorgente: diametro interno 2,5 cm (1,0 pollici)
3	Tubo di scarico della pompa per vuoto: diametro interno 3,2 cm (1,25 pollici)
4	Contenitore di raccolta scarichi della sorgente Verificare che il contenitore sia fissato bene al fine di evitare fuoriuscite.
5	Collegamento della raccolta scarichi della sorgente allo spettrometro di massa: diametro interno 1,6 cm (0,625 pollici)

Nota: I collegamenti dei tubi di scarico dalla sorgente al contenitore di raccolta, allo spettrometro di massa e all'impianto di ventilazione del laboratorio sono fissati con fascette.

3. Sollevare il contenitore di raccolta ed estrarlo dal supporto.
4. Scollegare i tubi dal tappo.
5. Rimuovere il tappo del contenitore di raccolta.
6. Svuotare il contenitore di raccolta, quindi smaltire i residui conformemente alle procedure di laboratorio e alle normative locali in materia di rifiuti.
7. Applicare il tappo sul contenitore, quindi inserire il contenitore nel supporto.
8. Collegare i tubi al tappo, quindi fissarli saldamente con le fascette.

Pulizia della parte frontale

La seguente avvertenza si applica a tutte le procedure di questa sezione:



AVVERTENZA! Pericolo di superfici calde. Lasciar raffreddare la sorgente di ionizzazione IonDrive Turbo V per almeno 90 minuti prima di iniziare qualsiasi procedura di manutenzione. Alcune superfici della sorgente di ionizzazione e dell'interfaccia di vuoto raggiungono temperature considerevoli durante il funzionamento.

Pulire la parte frontale dello spettrometro di massa usando il metodo di pulizia ordinaria, allo scopo di:

- Minimizzare i tempi di fermo macchina non in programma.
- Mantenere una sensibilità ottimale.
- Evitare le operazioni di pulizia più impegnative, in quanto richiedono l'intervento del servizio assistenza.

Quando ha luogo una contaminazione, per prima cosa eseguire una pulizia ordinaria. Pulire fino alla parte esterna del separatore di vuoto (incluso). Se la pulizia ordinaria non risolve i problemi di sensibilità, potrebbe essere necessaria una pulizia completa. Contattare l'addetto alla manutenzione qualificato (QMP) o il responsabile dell'assistenza tecnica (FSE) locale.

Questa sezione fornisce le istruzioni per eseguire una pulizia ordinaria senza rompere il vuoto.

Nota: seguire tutte le normative locali in vigore. Per le linee guida sulla salute e la sicurezza, fare riferimento alla sezione: [Precauzioni chimiche](#).

Sintomi della contaminazione

Il sistema potrebbe essere contaminato qualora si osservi uno dei seguenti casi:

- Perdita significativa di sensibilità
- Aumento del rumore di fondo
- Ulteriori picchi che non fanno parte del campione in metodi di scansione completa o di indagine

Se si presentano questi problemi, pulire la parte frontale dello spettrometro di massa.

Materiali richiesti (Non forniti)

Nota: per informazioni e domande riguardanti l'ordine di materiali di consumo, fare riferimento alla *Guida ai componenti e all'apparecchiatura della famiglia di strumenti MD*. Per ulteriori informazioni contattare il responsabile dell'assistenza tecnica (FSE) locale o visitare il sito sciex.com.

- Guanti senza polvere, consigliati in neoprene o nitrile
- Occhiali di sicurezza
- Camice da laboratorio
- Acqua dolce di grado LC-MS. L'acqua aperta da tempo può contenere contaminanti che possono ulteriormente contaminare lo spettrometro di massa.
- Metanolo per LC-MS, alcool isopropilico (2-propanolo) o acetonitrile.
- Soluzione detergente. Usare una tra le seguenti:
 - 100% metanolo
 - 100% isopropanolo
 - Soluzione acqua/acetonitrile 1:1, preparata al momento
 - Soluzione acqua/acetonitrile 1:1 con 0,1% di acido acetico, preparata al momento
- Becher di vetro pulito da 1 L o 500 mL per preparare le soluzioni di pulizia
- Becher da 1 L per raccogliere il solvente usato
- Contenitore per rifiuti organici
- Panni che non lasciano residui. Fare riferimento alla sezione: [Strumenti e materiali disponibili dal produttore](#).
- (Opzionale) Tamponi in poliestere (poly)

Strumenti e materiali disponibili dal produttore

Nota: Per i codici, fare riferimento al documento: *Guida ai componenti e alle attrezzature*.

- Tampone piccolo in poliestere, coesionato termicamente. Disponibile anche nel kit di pulizia.
- Panno che non lascia residui (11 x 21 cm, 4,3 x 8,3 pollici). Disponibile anche nel kit di pulizia.
- Kit per la pulizia. Contiene il tampone piccolo in poliestere, i panni che non lasciano residui, lo strumento di pulizia del Q0, il pennello per la pulizia della guida ionica IonDrive QJet rastremato, il pennello per la pulizia del Q0 e Alconox.

Buone pratiche per la pulizia



AVVERTENZA! Pericolo di superfici calde. Lasciar raffreddare la sorgente di ionizzazione IonDrive Turbo V per almeno 90 minuti prima di iniziare qualsiasi procedura di manutenzione. Alcune superfici della sorgente di ionizzazione e dell'interfaccia di vuoto raggiungono temperature considerevoli durante il funzionamento.



AVVERTENZA! Pericolo di esposizione ad agenti chimici tossici. Consultare le schede tecniche di sicurezza delle sostanze chimiche e seguire tutte le procedure di sicurezza raccomandate mentre si maneggiano, conservano e smaltiscono prodotti chimici.



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



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

- Attendere che la sorgente di ionizzazione si raffreddi prima di rimuoverla.
- Per le procedure di pulizia indossare sempre guanti puliti e privi di polvere, sono consigliati quelli in nitrile o neoprene.
- Dopo aver pulito i componenti dello spettrometro di massa e prima di rimontarli, indossare un nuovo paio di guanti puliti.
- Non usare strumenti e materiali di pulizia diversi da quelli specificati in questa procedura.
- Se possibile, preparare le soluzioni detergenti subito prima della pulizia.
- Preparare e conservare tutte le soluzioni organiche e le soluzioni contenenti materiale organico solo in contenitori di vetro pulitissimi. Non usare mai bottiglie in plastica. I contaminanti possono percolare da queste bottiglie e contaminare ulteriormente lo spettrometro di massa.
- Per evitare di contaminare la soluzione detergente, versare la soluzione sul panno o sul tampone.
- Fare entrare in contatto solo la parte centrale del panno con la superficie dello spettrometro di massa. I bordi potrebbero perdere delle fibre.

Suggerimento! Avvolgere il panno intorno a un tampone in poliestere coesionato termicamente.

Figura 16-2: Esempio: avvolgimento del panno



- Per evitare la contaminazione incrociata, gettare il panno o il tampone dopo che ha toccato la superficie una volta sola.
- Se richiesto, eseguire più pulizie, utilizzando più panni per le parti più grandi dell'interfaccia di vuoto, come il curtain plate.
- Inumidire il panno o il tampone solo leggermente quando si applicano acqua o detersivi. L'acqua, più spesso dei solventi organici, potrebbe causare il deterioramento del panno, con conseguente rilascio di residui sullo spettrometro di massa.
- Non passare il panno attraverso la fenditura. Pulire attorno alla fenditura al fine di evitare che le fibre del panno entrino nello spettrometro di massa.
- Non inserire il pennello nella fenditura sul curtain plate o sul separatore di vuoto.

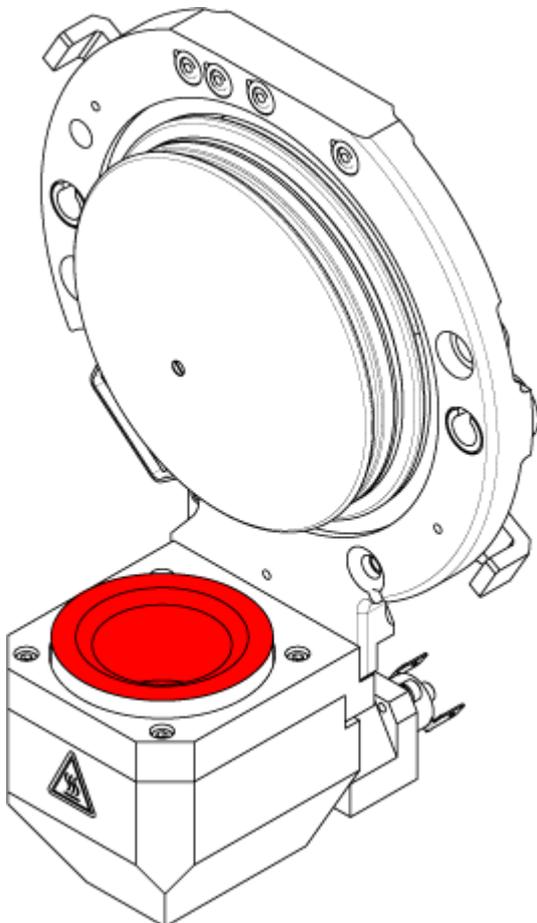
Preparazione dello spettrometro di massa



AVVERTENZA! Pericolo di superfici calde. Lasciar raffreddare la sorgente di ionizzazione IonDrive Turbo V per almeno 90 minuti prima di iniziare qualsiasi procedura di manutenzione. Alcune superfici della sorgente di ionizzazione e dell'interfaccia di vuoto raggiungono temperature considerevoli durante il funzionamento.

ATTENZIONE: Rischio di danni al sistema. Non fare cadere nulla nello scarico della sorgente quando viene rimossa.

Figura 16-3: Sfiato della sorgente sull'interfaccia di vuoto



1. Disattivare il profilo hardware. Fare riferimento al documento: *Guida per l'utente del software*.
2. Rimuovere la sorgente di ionizzazione. Fare riferimento alla sezione: [Rimozione della sorgente di ionizzazione](#).

Quando la sorgente di ionizzazione non è in uso, conservarla, proteggerla dai danni e mantenere l'integrità di funzionamento.

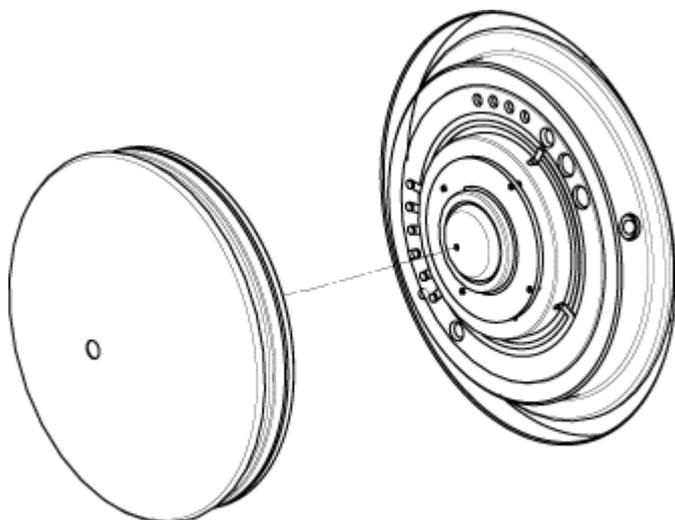
Pulizia del curtain plate

ATTENZIONE: Rischio di danni al sistema. Non appoggiare il curtain plate o il separatore di vuoto dalla parte della punta della fenditura. Assicurarsi che il lato conico del curtain plate sia rivolto verso l'alto.

ATTENZIONE: Rischio di danni al sistema. Per evitare di danneggiarla, non inserire fili o pennelli metallici nella fenditura sul curtain plate, sul separatore di vuoto o sul riscaldatore di interfaccia.

1. Rimuovere il curtain plate dall'interfaccia di vuoto e appoggiarlo su una superficie stabile e pulita, con il lato conico rivolto verso l'alto.

Figura 16-4: Rimozione del curtain plate



Il curtain plate è tenuto fermo da tre ganci a sfera montati sul separatore di vuoto.

Suggerimento! Se il curtain plate non si sgancia immediatamente dal separatore di vuoto, ruotare leggermente il curtain plate, meno di 90 gradi, per sbloccare i fermi a molla a sfera.

2. Pulire i due lati del curtain plate usando un panno antipelo inumidito con acqua di grado LC-MS.

Nota: usare più panni, secondo necessità.

3. Ripetere il passaggio 2 usando la soluzione di pulizia.
4. Pulire la fenditura con un panno inumidito o un tampone in poliestere piccolo.
5. Attendere finché il curtain plate non è asciutto.
6. Verificare l'eventuale presenza di macchie di solvente o fibre sul curtain plate, rimuovendole completamente con un panno antipelo pulito e leggermente inumidito.

Nota: La presenza di una pellicola o di macchie indica la contaminazione del solvente.

Pulizia della parte esterna del separatore di vuoto

ATTENZIONE: Rischio di danni al sistema. Quando si pulisce la superficie del separatore di vuoto, non rimuovere il sistema di riscaldamento dell'interfaccia. La frequente rimozione del sistema di riscaldamento dell'interfaccia può danneggiarlo. La pulizia della superficie del sistema di riscaldamento dell'interfaccia è adeguata per la pulizia di routine.

ATTENZIONE: Rischio di danni al sistema. Per evitare di danneggiarla, non inserire fili o pennelli metallici nella fenditura sul curtain plate, sul separatore di vuoto o sul riscaldatore di interfaccia.

1. Inumidire un panno antipelo con acqua di grado LC-MS, quindi pulire la parte esterna del separatore di vuoto, compreso il riscaldatore dell'interfaccia.
 2. Ripetere il passaggio 1 usando la soluzione di pulizia.
 3. Attendere finché il separatore di vuoto non è asciutto.
 4. Verificare l'eventuale presenza di macchie di solvente o fibre sul separatore di vuoto, rimuovendole completamente con un panno antipelo pulito e leggermente inumidito.
-

Nota: La presenza di una pellicola o di macchie indica la contaminazione del solvente.

Rimessa in funzione dello spettrometro di massa

1. Installare il curtain plate.
2. Installare la sorgente di ionizzazione sullo spettrometro di massa. Fare riferimento a [Installazione della sorgente di ionizzazione sullo spettrometro di massa](#).
Serrare la sorgente di ionizzazione ruotando i fermi verso il basso nella posizione di bloccaggio.
3. Se lo spettrometro di massa è collegato al sistema LC, ripristinare tutti i collegamenti con il sistema LC.
4. Attivare il profilo hardware. Fare riferimento al documento: *Guida per l'utente del software*.

Stoccaggio e manipolazione



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

Se lo spettrometro di massa deve essere stoccato per un lungo periodo o deve essere preparato per la spedizione, contattare un responsabile dell'assistenza tecnica (FSE) SCIEX per informazioni sullo smantellamento. Per scollegare l'alimentazione dallo spettrometro di massa, rimuovere il connettore di alimentazione dalla presa di corrente alternata.

Nota: La sorgente di ionizzazione e lo spettrometro di massa devono essere trasportati e conservati a una temperatura compresa tra $-30\text{ }^{\circ}\text{C}$ e $+60\text{ }^{\circ}\text{C}$ (tra $-22\text{ }^{\circ}\text{F}$ e $140\text{ }^{\circ}\text{F}$) e l'umidità relativa non deve superare il 99%, senza condensa. Conservare il sistema a un'altitudine che non superi i 2.000 m (6.562 piedi) sul livello del mare.

Ispezione del livello dell'olio della pompa per vuoto primaria

Controllare il livello dell'olio della pompa per vuoto primaria per assicurarsi che sia superiore al minimo.

Se il livello dell'olio è al di sotto del livello minimo, contattare il personale qualificato addetto alla manutenzione (QMP) o un responsabile dell'assistenza tecnica (FSE) SCIEX.

Assistenza e manutenzione - Sorgente di ionizzazione

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



AVVERTENZA! Pericolo di superfici calde. Lasciar raffreddare la sorgente di ionizzazione IonDrive Turbo V per almeno 90 minuti prima di iniziare qualsiasi procedura di manutenzione. Alcune superfici della sorgente di ionizzazione e dell'interfaccia di vuoto raggiungono temperature considerevoli durante il funzionamento.



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



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



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



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



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

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

Questa sezione descrive le procedure di manutenzione generale della sorgente di ionizzazione. Per determinare con quale frequenza pulire o eseguire la manutenzione sulla sorgente di ionizzazione, tenere presente:

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

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

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

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

Materiali richiesti

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

IonDrive Turbo V

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

Figura 16-5: Superfici calde: modalità ESI (rosso = molto caldo, grigio = caldo, blu = maneggiare con cautela)

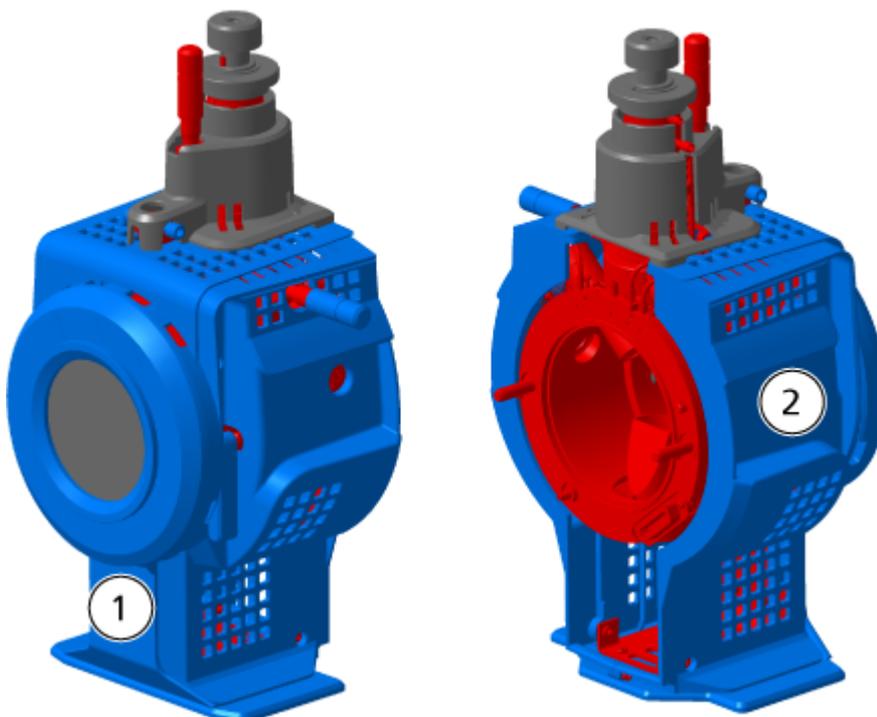
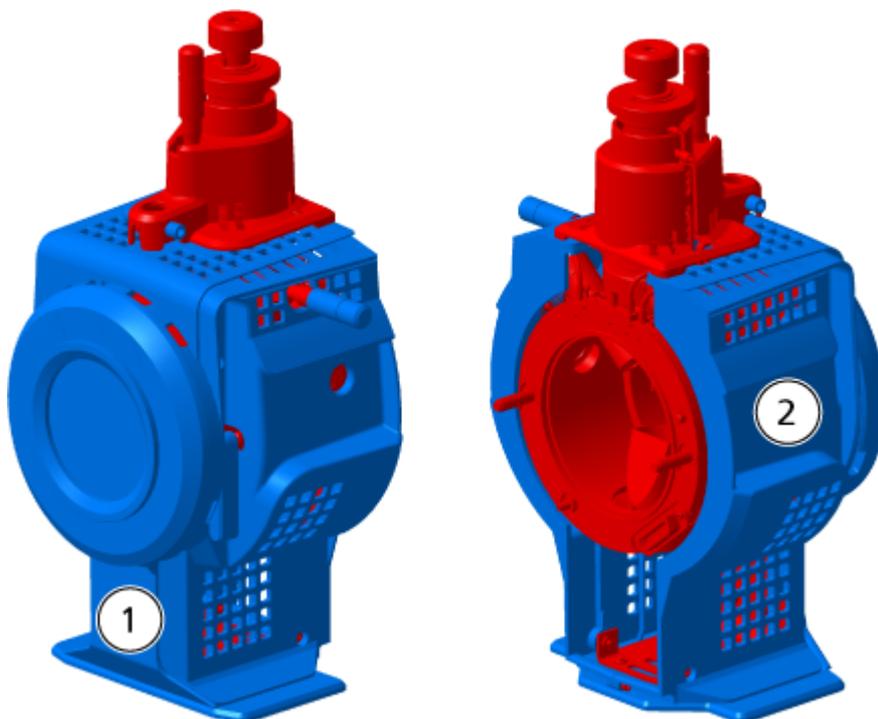


Figura 16-6: Superfici calde: modalità APCI (rosso = molto caldo, blu = maneggiare con cautela)



Elemento	Descrizione
1	Parte anteriore
2	Parte posteriore

Rimozione della sorgente di ionizzazione

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

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

1. Arrestare le scansioni in corso.
2. Disattivare il flusso del campione.
3. Impostare il valore di **Temperature** della sorgente di ionizzazione a 0, se i riscaldatori sono in uso.

Informazioni su assistenza e manutenzione - Spettrometro di massa

4. Attendere almeno 90 minuti per permettere alla sorgente di ionizzazione di raffreddarsi.
5. Scollegare il tubo del campione dalla giunzione di messa a terra.
6. Sbloccare la sorgente di ionizzazione girando i due fermi di sicurezza verso la posizione ore 12.
7. Staccare delicatamente la sorgente di ionizzazione dall'interfaccia di vuoto.

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

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

Pulizia delle superfici



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

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

Procedure preliminari

- | |
|--|
| <ul style="list-style-type: none">• Rimozione della sorgente di ionizzazione |
|--|

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

Pulizia della delle sonde

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

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

Rimozione della sonda



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

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

Procedure preliminari

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

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

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

Sostituzione dell'elettrodo



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



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

Procedure preliminari

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

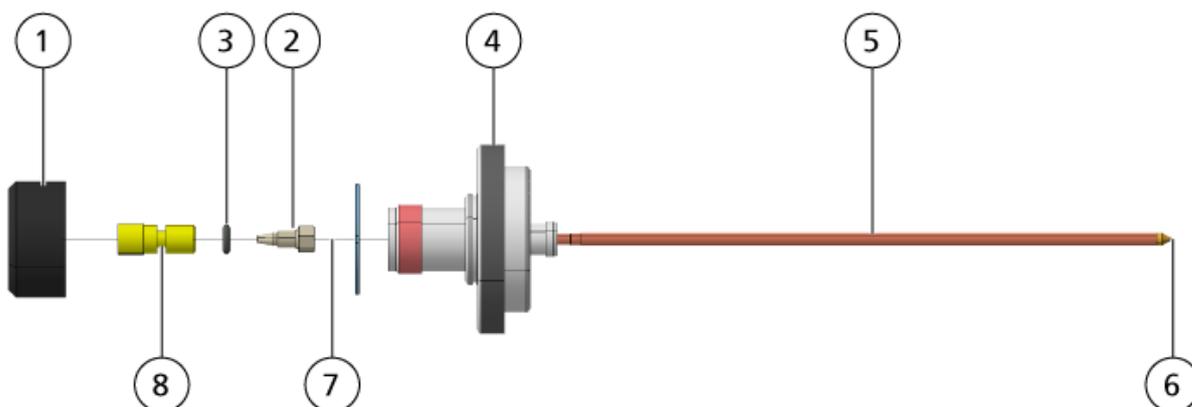
La sonda contiene un elettrodo. Sostituire l'elettrodo quando si nota un calo delle prestazioni.

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

Questa procedura è applicabile ad entrambe le sonde.

1. Rimuovere il dado di regolazione dell'elettrodo, quindi rimuovere l'elettrodo.
2. Tenere ferma la sonda con la punta rivolta verso il basso, in modo che la molla rimanga all'interno della sonda, installare un raccordo per campione nella giunzione in PEEK e avvitare a fondo.

Figura 16-7: Sonda, vista esplosa



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

3. Estrarre la giunzione in PEEK e l'elettrodo tubolare ad esso collegato dalla sonda.
4. Rimuovere il raccordo per campione dalla giunzione in PEEK.
5. Usare la chiave aperta da 1/4" per rimuovere il dado di fissaggio che mantiene l'elettrodo tubolare nel raccordo in PEEK.
6. Rimuovere l'elettrodo tubolare dal dado di fissaggio.
7. Inserire il nuovo elettrodo tubolare nel dado di fissaggio e poi nella giunzione in PEEK. Assicurarsi che il tubo dell'elettrodo sia inserito il più possibile nella giunzione in PEEK. Se resta dello spazio vuoto tra l'elettrodo tubolare e la sua sede all'interno della giunzione, potrebbe generarsi un volume morto.

8. Serrare il dado di fissaggio.
Non spanare o stringere troppo il dado di fissaggio poiché il tubo potrebbe perdere.
9. Assicurarsi che la molla sia ancora all'interno della sonda e poi serrare il dado di fissaggio dell'elettrodo.
10. Allineare l'elettrodo tubolare con l'apertura presente nel tubo del nebulizzatore e inserire nella sonda la giunzione in PEEK e l'elettrodo tubolare a essa collegato. Fare attenzione a non piegare l'elettrodo tubolare.
11. Installare e serrare il dado di regolazione dell'elettrodo.
12. Installare la sonda. Fare riferimento alla sezione: [Installazione della sonda](#).
13. Installare la sorgente di ionizzazione sullo spettrometro di massa. Fare riferimento alla sezione: [Installazione della sorgente di ionizzazione](#).
14. Collegare il tubo del campione. Fare riferimento alla sezione: [Collegamento del tubo della sorgente di ionizzazione](#).
15. Regolare l'estensione della punta dell'elettrodo. Fare riferimento alla sezione: [Ottimizzazione della posizione della sonda TurbolonSpray](#) o [Ottimizzazione della posizione della sonda APCI](#).

Sostituzione dell'ago di scarica a corona



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



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

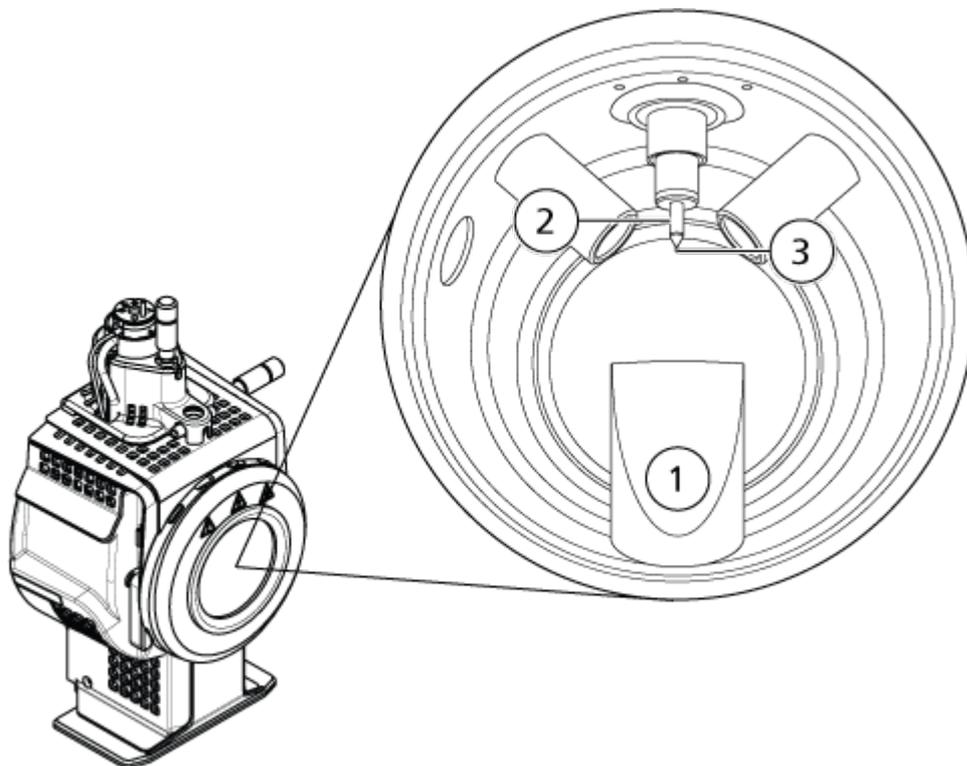
Procedure preliminari

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

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

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

Figura 16-8: Ago di scarica a corona



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

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

Sostituzione del tubo del campionamento



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

Procedure preliminari

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

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

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

Risoluzione dei problemi dello spettrometro di massa

17

Questa sezione contiene informazioni sulla risoluzione dei problemi di base del sistema. Alcune attività in laboratorio devono essere eseguite solo dall'addetto alla manutenzione qualificato (QMP), con formazione SCIEX. Per la risoluzione di problemi avanzati, contattare un responsabile dell'assistenza tecnica (FSE) SCIEX.

Tabella 17-1: Problemi del sistema

Problema	Probabile causa	Azioni correttive
La guida di ionizzazione IonDrive QJet è molto sporca o si sporca di frequente.	La velocità di flusso del gas per l'interfaccia Curtain Gas è troppo bassa.	Verificare l'impostazione del gas per l'interfaccia Curtain Gas e aumentarla, se applicabile.
Si è verificato un guasto di sistema perché la pressione di vuoto è troppo alta.	<ol style="list-style-type: none">1. il livello dell'olio è troppo basso.2. C'è una perdita.3. È installato il separatore di vuoto sbagliato.	<ol style="list-style-type: none">1. ispezionare il livello dell'olio nella pompa per vuoto, quindi contattare il responsabile dell'assistenza tecnica o l'addetto alla manutenzione qualificato locale per aggiungere olio. Fare riferimento alla sezione: Ispezione del livello dell'olio della pompa per vuoto primaria.2. Eseguire un'ispezione e riparare le perdite.3. Montare il separatore di vuoto corretto.

Tabella 17-1: Problemi del sistema (continua)

Problema	Probabile causa	Azioni correttive
Si è verificato un guasto di sistema perché la temperatura del modulo di eccitazione QPS è troppo alta.	<ol style="list-style-type: none"> 1. Il filtro aria dello spettrometro di massa è bloccato. 2. La temperatura ambiente è troppo elevata. 	<ol style="list-style-type: none"> 1. Contattare il personale qualificato addetto alla manutenzione (QMP) o un responsabile dell'assistenza tecnica (FSE). 2. Per le specifiche relative alla temperatura ambiente, fare riferimento al documento: <i>Guida alla pianificazione del sito</i> per il sistema.
Il software di controllo segnala che lo spettrometro di massa si trova nello stato Fault a causa della sorgente di ionizzazione.	<ol style="list-style-type: none"> 1. La sonda non è installata. 2. La sonda non è collegata correttamente. 	<p>Confermare il guasto nel pannello di stato della pagina dettagli dell'apparecchio.</p> <ol style="list-style-type: none"> 1. Installare la sonda. Fare riferimento alla sezione: Installazione della sonda. 2. Rimuovere e installare la sonda. Serrare saldamente l'anello di ritenzione. Fare riferimento alle sezioni: Rimozione della sonda e Installazione della sonda.
Il software di controllo indica che si sta utilizzando la sonda APCI, ma è installata la sonda TurbolonSpray.	Il fusibile F3 è bruciato.	Contattare un responsabile dell'assistenza tecnica (FSE).
La nebulizzazione non è uniforme.	L'elettrodo è bloccato.	Pulire o sostituire l'elettrodo. Fare riferimento alla sezione: Sostituzione dell'elettrodo .

Risoluzione dei problemi dello spettrometro di massa

Tabella 17-1: Problemi del sistema (continua)

Problema	Probabile causa	Azioni correttive
Il riscaldatore dell'interfaccia non è pronto.	Il riscaldatore dell'interfaccia è guasto.	Contattare il personale qualificato addetto alla manutenzione (QMP) o un responsabile dell'assistenza tecnica (FSE).
La risoluzione dello spettrometro di massa è scarsa.	Lo spettrometro di massa non è regolato.	Utilizzare la procedura guidata Instrument Optimization per ottimizzare lo spettrometro di massa. Fare riferimento ai documenti: <i>Guida per l'utente del software</i> o la <i>Guida</i> .

Tabella 17-1: Problemi del sistema (continua)

Problema	Probabile causa	Azioni correttive
<p>Le prestazioni dello spettrometro di massa sono diminuite.</p>	<ol style="list-style-type: none"> 1. Le condizioni della sorgente di ionizzazione non sono ottimizzate. 2. Il campione non era preparato a dovere o era degradato. 3. Perdite negli attacchi di entrata del campione. 	<ol style="list-style-type: none"> 1. Ottimizzare le condizioni della sorgente di ionizzazione. Fare riferimento alla sezione: Ottimizzazione della posizione della sonda TurbolonSpray o Ottimizzazione della posizione della sonda APCI. 2. Verificare che il campione sia stato preparato correttamente. 3. Verificare che i raccordi siano del tipo e delle dimensioni corrette e assicurarsi che siano serrati. Non serrare eccessivamente i raccordi. Sostituire i raccordi se le perdite non si fermano. 4. Installare e ottimizzare una sorgente di ionizzazione alternativa. 5. Se il problema persiste, contattare un responsabile dell'assistenza tecnica (FSE).
<p>Scariche ad arco o scintille.</p>	<p>La posizione dell'ago di scarica a corona non è corretta.</p>	<p>Se la sonda TurbolonSpray è in uso, rivolgere l'ago di scarica a corona verso il curtain plate, lontano dal flusso di gas del riscaldatore. Fare riferimento alla sezione: Regolazione della posizione dell'ago di scarica a corona.</p>

Risoluzione dei problemi dello spettrometro di massa

Tabella 17-2: Problemi di sensibilità

Probabile causa	Azioni correttive
La sensibilità è ridotta	
I parametri della sorgente di ionizzazione non sono ottimizzati.	Ottimizzare i parametri della sorgente di ionizzazione.
Lo spettrometro di massa non è ottimizzato.	Utilizzare la procedura guidata Instrument Optimization per ottimizzare lo spettrometro di massa.
Il curtain plate è sporco.	Pulire il curtain plate. Fare riferimento alla sezione: Pulizia del curtain plate .
Il separatore di vuoto è sporco.	Fare riferimento alla sezione: Pulizia della parte esterna del separatore di vuoto o contattare l'addetto alla manutenzione qualificato (QMP) o il responsabile dell'assistenza tecnica (FSE) locale.
La guida ionica IonDrive QJet o la lente IQ0 è sporca.	Pulire la guida ionica IonDrive QJet e la lente IQ0. Contattare il personale qualificato addetto alla manutenzione (QMP) o un responsabile dell'assistenza tecnica (FSE).
La regione Q0 è sporca.	Eseguire il test della contaminazione della regione Q0. Contattare il personale qualificato addetto alla manutenzione (QMP) o un responsabile dell'assistenza tecnica (FSE).
La siringa o la linea del campione hanno una fuoriuscita.	Verificare che la siringa o la linea del campione non presentino perdite ed eventualmente ripararle. Verificare che tutti i raccordi siano del tipo e delle dimensioni corrette.
Il campione si è degradato oppure ha una concentrazione bassa.	Verificare la concentrazione del campione. Utilizzare un campione fresco.
La sonda non è installata correttamente.	Rimuovere e installare la sonda.
La sorgente di ionizzazione non è installata correttamente o è difettosa.	Rimuovere e installare la sorgente di ionizzazione, verificando che i fermi siano serrati correttamente. Se il problema non si risolve in questo modo, installare e ottimizzare una sorgente di ionizzazione alternativa.
Manca almeno un O-ring sull'interfaccia di vuoto.	Se gli O-ring sono sulla sorgente di ionizzazione, installarli sull'interfaccia di vuoto. Se mancano, montarli.

Tabella 17-2: Problemi di sensibilità (continua)

Probabile causa	Azioni correttive
Il sistema LC o le connessioni presentano un problema.	Individuare e risolvere il problema del sistema LC.
Il Declustering Potential (DP) non è ottimizzato.	Ottimizzare il DP.
L'elettrodo è sporco o ostruito.	Sostituire l'elettrodo. Fare riferimento alla sezione: Sostituzione dell'elettrodo .
Assenza o instabilità del segnale	
Il tubo è ostruito.	Sostituire il tubo del campionamento. Fare riferimento alla sezione: Collegamento del tubo della sorgente di ionizzazione .

Tabella 17-3: Problemi di rumore di fondo

Probabile causa	Azioni correttive
La Temperature (TEM) , la tensione IonSpray (IS) o la velocità del flusso di gas del riscaldatore (GS2) è troppo elevato.	Ottimizzare i parametri della sorgente di ionizzazione. Fare riferimento alla sezione: Ottimizzazione della sonda TurbolonSpray o Ottimizzazione della sonda APCI .
La siringa o la linea del campione sono sporchi.	Pulire o sostituire la siringa o la linea del flusso del campione.
Il curtain plate è sporco.	Pulire il curtain plate. Fare riferimento alla sezione: Pulizia del curtain plate .
Il separatore di vuoto è sporco.	Pulire la parte frontale del separatore di vuoto. Fare riferimento alla sezione: Pulizia della parte esterna del separatore di vuoto .
La guida ionica IonDrive QJet o la lente IQ0 è sporca.	Eseguire una pulizia completa dei componenti della parte frontale dello spettrometro di massa. Contattare il personale qualificato addetto alla manutenzione (QMP) o un responsabile dell'assistenza tecnica (FSE).
La regione del Q0 è sporca.	Pulire la regione del Q0. Contattare l'addetto alla manutenzione qualificato (QMP) o il responsabile dell'assistenza tecnica (FSE).
La fase mobile è contaminata.	Sostituire la fase mobile.

Tabella 17-3: Problemi di rumore di fondo (continua)

Probabile causa	Azioni correttive
La sorgente di ionizzazione è contaminata.	<p>Pulire o sostituire i componenti della sorgente di ionizzazione, quindi condizionare la sorgente e la parte frontale:</p> <ol style="list-style-type: none"><li data-bbox="842 495 1426 600">1. Spostare la sonda nella posizione più lontana dalla fenditura verticalmente e orizzontalmente.<li data-bbox="842 618 1426 689">2. (Software Analyst MD) Assicurarsi che il riscaldatore dell'interfaccia sia acceso.<li data-bbox="842 707 1426 813">3. Infondere o iniettare una soluzione di metanolo/acqua 50:50 con una velocità di flusso della pompa di 1 mL/min.<li data-bbox="842 831 1426 981">4. Nel software di controllo, impostare la temperatura su 650, il gas 1 della sorgente di ionizzazione su 60 e il gas 2 della sorgente di ionizzazione su 60.<li data-bbox="842 999 1426 1070">5. Impostare la velocità di flusso del gas per l'interfaccia Curtain Gas su 45 o 50.<li data-bbox="842 1088 1426 1193">6. Lasciare in funzione per almeno 2 ore o, preferibilmente, per tutta la notte, per ottenere i risultati migliori.

Per le vendite, l'assistenza tecnica o la manutenzione, contattare un Responsabile dell'Assistenza Tecnica (FSE) o visitare il sito Web SCIEX all'indirizzo sciex.com per le informazioni di contatto.

Parametri dei sistemi Citrine

A

I sistemi Citrine utilizzano la sorgente di ionizzazione IonDrive Turbo V

Il primo numero sotto ogni tipo di scansione è il valore preimpostato. L'intervallo di numeri è la gamma accessibile per ciascun parametro.

Tabella A-1: Parametri dei sistemi Citrine

ID parametro	ID accesso	Polarità positiva			Polarità negativa		
		Q1	Q3	MS/MS	Q1	Q3	MS/MS
CUR	CUR	20	20	20	20	20	20
		Da 20 a 55	Da 20 a 55	Da 20 a 55	Da 20 a 55	Da 20 a 55	Da 20 a 55
CAD ^{3 4}	CAD	0	6	Med.	0	6	Med.
		N/A	N/A	Basso, Medio, Alto	N/A	N/A	Basso, Medio, Alto
CAD ^{5 6}	CAD	0	6	9	0	6	9
		N/A	N/A	Da 0 a 12	N/A	N/A	Da 0 a 12

³ Sistema Citrine QTRAP MS/MS, Low Mass (LM)

⁴ Sistema Citrine QTRAP MS/MS, High Mass (HM)

⁵ Sistema Citrine Triple Quad MS/MS, Low Mass (LM)

⁶ Sistema Citrine Triple Quad MS/MS, High Mass (HM)

Parametri dei sistemi Citrine

Tabella A-1: Parametri dei sistemi Citrine (continua)

ID parametro	ID accesso	Polarità positiva			Polarità negativa		
		Q1	Q3	MS/MS	Q1	Q3	MS/MS
IS	IS	5500 Da 0 a 5500	5500 Da 0 a 5500	5500 Da 0 a 5500	-4500 Da -4500 a 0	-4500 Da -4500 a 0	-4500 Da -4500 a 0
NC ⁷	NC	3 Da 0 a 5	3 Da 0 a 5	3 Da 0 a 5	-3 Da -5 a 0	-3 Da -5 a 0	-3 Da -5 a 0
TEM	TEM	0 Da 0 a 750	0 Da 0 a 750	0 Da 0 a 750	0 Da 0 a 750	0 Da 0 a 750	0 Da 0 a 750
OR (DP = OR)	DP	100 Da 0 a 300	100 Da 0 a 300	100 Da 0 a 300	-100 Da -300 a 0	-100 Da -300 a 0	-100 Da -300 a 0
Q0 (EP = -Q0)	EP	10 Da 2 a 15	10 Da 2 a 15	10 Da 2 a 15	-10 Da -15 a -2	-10 Da -15 a -2	-10 Da -15 a -2
IQ1 (IQ1 = Q0 + offset)	IQ1	Q0 + (-0.5) Da -0.1 a -2	Q0 + (-0.5) Da -0.1 a -2	Q0 + (-0.5) Da -0.1 a -2	Q0 + 0.5 Da 0.1 a 2	Q0 + 0.5 Da 0.1 a 2	Q0 + 0.5 Da 0.1 a 2

⁷ Sonda APCI

Tabella A-1: Parametri dei sistemi Citrine (continua)

ID parametro	ID accesso	Polarità positiva			Polarità negativa		
		Q1	Q3	MS/MS	Q1	Q3	MS/MS
ST (ST = Q0 + offset)	ST	Q0 + (-8) Da -12 a -5	Q0 + (-8) Da -12 a -5	Q0 + (-8) Da -12 a -5	Q0 + 8 Da 5 a 12	Q0 + 8 Da 5 a 12	Q0 + 8 Da 5 a 12
RO1 (IE1 = Q0 - RO1)	IE1	1 Da 0 a 3	N/A	1 Da 0 a 3	-1 Da -3 a 0	N/A	-1 Da -3 a 0
IQ2 (IQ2 = Q0 + offset)	IQ2	Q0 + (-10) Da -30 a -8	Q0 + (-10) Da -30 a -8	Q0 + (-10) Da -30 a -8	Q0 + 10 Da 8 a 30	Q0 + 10 Da 8 a 30	Q0 + 10 Da 8 a 30
RO2	RO2	-20 N/A	-20 N/A	N/A	20 N/A	20 N/A	N/A
RO2 (CE = Q0 - RO2)	CE	N/A	N/A	30 Da 5 a 180	N/A	N/A	-30 Da -180 a -5
ST3 (ST3 = RO2 + offset)	ST3	RO2 - 10 Da -30 a -5	N/A	N/A	RO2 + 10 Da 5 a 30	N/A	N/A

Parametri dei sistemi Citrine

Tabella A-1: Parametri dei sistemi Citrine (continua)

ID parametro	ID accesso	Polarità positiva			Polarità negativa		
		Q1	Q3	MS/MS	Q1	Q3	MS/MS
ST3 (CXP = RO2 - ST3)	CXP	N/A	15 Da 0 a 55	15 Da 0 a 55	N/A	-15 Da -55 a 0	-15 Da -55 a 0
RO3	RO3	-50 N/A	N/A	N/A	50 N/A	N/A	N/A
RO3 (IE3 = RO2 - RO3)	IE3	N/A	1 Da 0 a 5	1 Da 0 a 5	N/A	-1 Da -5 a 0	-1 Da -5 a 0
CEM	CEM	1700 Da 0 a 3300					
GS1	GS1	20 Da 0 a 90					
GS2	GS2	0 Da 0 a 90					

Tabella A-2: Parametri dei sistemi Citrine solo per i tipi di scansione LIT

ID parametro	ID accesso	Polarità positiva	Polarità negativa
CAD	CAD	Alto Basso, Medio, Alto	Alto Basso, Medio, Alto
AF2 ⁸	AF2	0,1 Da 0 a 1	0,1 Da 0 a 1
AF3	AF3	Dipendente da massa-velocità Da 0 a 10	Dipendente da massa-velocità Da 0 a 10
EXB	EXB	Dipendente da massa-velocità Da -165 a 0	Dipendente da massa-velocità Da 0 a 165
CES	CES	0 Da 0 a 50	0 Da 0 a 50
ROS (Q0 - ROS)	CE	10 Da 5 a 180	-10 Da -5 a -180

⁸ Solo MS/MS/MS

Parametri e voltaggi della sorgente **B**

Parametri della sonda TurbolonSpray

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

Tabella B-1: Ottimizzazione dei parametri per la sonda TurbolonSpray

Parametri	Valori tipici			Gamma di esercizio
	Basso	Medio	Alto	
Velocità di flusso LC	Da 5 µl/min a 50 µl/min	200 µL/min	1.000 µL/min	Da 5 µL/min a 3.000 µL/min
Gas sorgente di ionizzazione 1 (gas di nebulizzazione)	Da 20 psi a 40 psi	Da 40 psi a 60 psi	Da 40 psi a 60 psi	Da 0 psi a 90 psi
Gas sorgente di ionizzazione 2 (gas ausiliario)	0 psi	50 psi	50 psi	Da 0 psi a 90 psi
IonSpray Voltage	5.500 V	5.500 V	5.500 V	5.500 V
Gas per l'interfaccia Curtain Gas	30 psi	30 psi	30 psi	Da 20 a 50 psi
Temperatura sorgente di ionizzazione ⁹	Temperatura ambiente a 200 °C	Da 200 a 650 °C	Da 400 a 750 °C	Fino a 750 °C

⁹ I valori di temperatura ottimali dipendono dal composto e dalla composizione della fase mobile. Un contenuto maggiormente acquoso richiede una temperatura più elevata. Zero (0) indica che non è applicata alcuna temperatura.

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

Parametri	Valori tipici			Gamma di esercizio
	Basso	Medio	Alto	
Potenziale di declustering (DP) ¹⁰	Positivo: 70 V Negativo: -70 V	Positivo: 70 V Negativo: -70 V	Positivo: 100 V Negativo: -100 V	Positivo: da 0 v a V Negativo: da V a 0 V
Impostazione micrometro orizzontale sonda	Da 3 a 8	Da 3 a 8	Da 3 a 8	Da 0 a 10

Parametri della sonda APCI

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

Parametro	Valore tipico	Gamma di esercizio
flusso LC velocità	1.000 µL/min	Da 200 µL/min a 3.000 µL/min
Gas sorgente di ionizzazione 1 (gas di nebulizzazione)	30 psi	Da 0 psi a 90 psi
Gas per l'interfaccia Curtain Gas	30 psi	Da 20 a 50 psi
Temperatura sorgente di ionizzazione ¹¹	400 °C	Da 100 a 750 °C
Corrente di nebulizzazione	Positivo: 3 µA Negativo: -3 µA	Positivo: da 0 mA a 5 µA Negativo: da -5 mA a 0 µA
Potenziale di declustering (DP)	Positivo: 60 V Negativo: -60 V	Positiva: da 0 V a 300 V Negativo: da -300 V a 0 V
Impostazione micrometro verticale sonda	5	Scala da 0 a 13

¹⁰ I valori DP dipendono dal composto.

¹¹ Il valore della temperatura dipende dal composto.

Posizione della sonda

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

Composizione dei solventi

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

I solventi comunemente impiegati sono:

- Acetonitrile
- Metanolo
- Propanolo
- Acqua

I modificatori comunemente impiegati sono:

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

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

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

Soluzioni e ioni per la calibrazione

C

ATTENZIONE: Possibile risultato errato. Non utilizzare soluzioni scadute o soluzioni non conservate alla temperatura di conservazione indicata.

Tabella C-1: Frequenza ottimizzazione

Calibrazione			Ottimizzazione risoluzione	
Tipo scansione	Frequenza	Manuale/Auto	Frequenza	Manuale/Auto
Q1 e Q3	Da 3 a 6 mesi	Entrambi	Da 3 a 6 mesi	Entrambi
LIT	Ogni 2 settimane; secondo necessità	Entrambi	Da 3 a 6 mesi	Solo Auto

Tabella C-2: Suggested Tuning Solutions for the Citrine Series of Instruments

Sistema	Q1 e Q3		LIT
	Positiva	Negativa	Positiva e Negativa
Citrine Triple Quad MS/MS system	POS PPG, 2e-7 M	NEG PPG, 3e-5 M	N/A
Citrine QTRAP MS/MS system	POS PPG, 2e-7 M	NEG PPG, 3e-5 M	ES Tuning Solution (1:100 dilution)

Soluzioni e ioni per la calibrazione

Tabella C-3: Q1 and Q3 Scans for Citrine Series Systems

Polarità	Masse							
Massa bassa								
Positiva	59,05	175,133	500,38	616,464	906,673	1080,799	1196,883	N/A
Negativa	44,998	585,385	933,636	1223,845	N/A	N/A	N/A	N/A
Massa alta								
Positiva	59,05	175,133	500,38	616,464	906,673	1254,925	1545,134	1952,427
Negativa	44,998	411,259	585,385	933,636	1223,845	1572,097	1863,306	1979,389

Tabella C-4: LIT Scans for the Citrine QTRAP LC-MS/MS System

Polarità	Masse				
Massa bassa					
Positiva	118,087	322,049	622,029	922,01	N/A
Negativa	112,985	431,982	601,978	N/A	N/A
Massa alta					
Positiva	118,087	322,049	622,029	922,01	1.521,972
Negativa	112,987	431,982	601,978	1033,988	1633,949

Icone della barra degli strumenti

D

Per icone aggiuntive della barra degli strumenti, fare riferimento alla *Guida avanzata per l'utente*.

Tabella D-1: Icone della barra degli strumenti

Icona	Nome	Descrizione
	New Subproject	Crea un sottoprogetto. I sottoprogetti possono essere creati in un secondo momento dell'elaborazione, a condizione che il progetto sia stato creato in origine con i sottoprogetti.
	Copy Subproject	Copia una cartella di sottoprogetto. Si può copiare un sottoprogetto solo da un altro progetto che ha sottoprogetti già salvati. Se la stessa cartella esiste sia al livello del progetto, sia al livello del sottoprogetto, il software userà la cartella al livello del progetto.

Tabella D-2: Icone Acquisition Method Editor

Icona	Nome	Descrizione
	Mass Spec	Mostra la scheda MS nell'editor Acquisition Method (Metodo di acquisizione).
	Period	Aggiunge un esperimento, un IDA Criteria Level o elimina il periodo.
	Autosampler	Apri la scheda Autosampler Properties (Proprietà autocampionatore).
	Syringe Pump	Apri la scheda Syringe Pump Properties (Proprietà pompa siringa).
	Column Oven	Apri la scheda Column Oven Properties (Proprietà forno colonna).
	Valve	Apri la scheda Valve Properties (Proprietà valvola).
	DAD	Apri DAD Method Editor (Editor metodo DAD). Fare riferimento alla sezione: Visualizzazione dei dati DAD .
	ADC	Apri la scheda ADC Properties (Proprietà ADC). Fare riferimento alla sezione: Visualizzazione dei dati ADC .

Icone della barra degli strumenti

Tabella D-3: Icone Modalità Acquire

Icona	Nome	Descrizione
	View Queue	Mostra la coda dei campioni.
	Instrument Queue	Visualizza il terminale di uno strumento remoto.
	Status for Remote Instrument	Visualizza lo stato di uno strumento remoto.
	Start Sample	Avvia il campione nella coda.
	Stop Sample	Ferma il campione nella coda.
	Abort Sample	Arresta l'acquisizione di un determinato campione durante l'esecuzione.
	Stop Queue	Ferma la coda prima che abbia terminato di elaborare tutti i campioni.
	Equilibrate	Seleziona il metodo da usare per equilibrare i dispositivi. Questo metodo dovrebbe essere lo stesso metodo usato per il primo campione in coda.
	Standby	Mette lo strumento in stato Standby .
	Ready	Mette lo strumento in stato Ready .
	Reserve Instrument for Tuning	Prepara lo spettrometro di massa per il tuning e la calibrazione.
	IDA Method Wizard	Avvia IDA Method Wizard .

Icona	Nome	Descrizione
	Calibrate from spectrum	Apri la finestra di dialogo Mass Calibration Option e utilizza lo spettro attivo per calibrare lo spettrometro di massa.
	Manual Tune	Apri il Manual Tune Editor.
	Compound Optimization	Ottimizza il composto usando l'infusione di FIA.

Icona	Nome	Descrizione
	Instrument Optimization	Verifica le prestazioni dello strumento, regola la calibrazione di massa o le impostazioni dello spettrometro di massa.
	View Queue	Mostra la coda dei campioni.
	Instrument Queue	Visualizza uno strumento remoto.
	Status for Remote Instrument	Visualizza lo stato di uno strumento remoto.
	Reserve Instrument for Tuning	Prepara lo strumento per il tuning e la calibrazione.
	IDA Method Wizard	Avvia IDA Method Wizard.

Tabella D-4: Guida rapida di riferimento: cromatogrammi e spettro

Icona	Nome	Descrizione
	Open Data File	Apri i file.
	Show Next Sample	Passa al campione successivo.
	Show Previous Sample	Passa al campione precedente.
	Go To Sample	Apri la finestra di dialogo Select Sample.
	List Data	Visualizza i dati nelle tabelle.
	Show TIC	Genera un TIC da uno spettro.
	Extract Using Dialog	Estrae gli ioni secondo la massa selezionata.
	Show Base Peak Chromatogram	Genera un BPC.
	Show Spectrum	Genera uno spettro da un TIC.
	Copy Graph to new Window	Copia il grafico attivo in una nuova finestra.

Icone della barra degli strumenti

Tabella D-4: Guida rapida di riferimento: cromatogrammi e spettro (continua)

Icona	Nome	Descrizione
	Baseline Subtract	Apri la finestra di dialogo Baseline Subtract.
	Threshold	Regola la soglia.
	Noise Filter	Mostra la finestra di dialogo Noise Filter Options, che può essere usata per definire la larghezza minima di un picco. I segnali al di sotto di questa larghezza minima saranno considerati come rumore.
	Show ADC	Mostra i dati ADC.
	Show Auxiliary Traces	Apri la finestra di dialogo Select Auxiliary Trace Channel
	Show File Info	Mostra le condizioni dell'esperimento usate per raccogliere i dati.
	Add arrows	Aggiunge delle frecce all'asse x del grafico attivo.
	Remove all arrows	Rimuove le frecce dall'asse x del grafico attivo.
	Offset Graph	Compensa le piccole differenze nel tempo in cui i dati ADC e i dati dello spettrometro di massa sono stati registrati. Questo è utile quando si sovrappongono i grafici per il confronto.
	Force Peak Labels	Etichetta tutti i picchi.
	Expand Selection By	Imposta il fattore di espansione di una porzione di un grafico per la visualizzazione in dettaglio.
	Clear ranges	Riporta la selezione espansa alla vista normale.
	Set Selection	Definisce i punti iniziali e finali di una selezione. Questa funzione offre la selezione più accurata possibile selezionando la regione con il cursore.
	Normalize To Max	Scala un grafico alla dimensione massima, affinché il picco più intenso venga dimensionato su scala integrale, che sia visibile o meno.
	Show History	Mostra un riepilogo delle operazioni di elaborazione dei dati eseguite per un determinato file, come smoothing, sottrazione, calibrazione e filtraggio del rumore.

Tabella D-4: Guida rapida di riferimento: cromatogrammi e spettro (continua)

Icona	Nome	Descrizione
	Open Compound Database	Aprire il database dei composti.
	Set Threshold	Regola la soglia.
	Show Contour Plot	Mostra i dati selezionati in forma di spettro o di XIC. In aggiunta, per i dati acquisiti da un DAD, un diagramma a contorni può mostrare i dati raccolti in forma di spettro DAD o di XWC.
	Show DAD TWC	Genera un TWC dello spettro DAD.
	Show DAD Spectrum	Genera uno spettro DAD.
	Extract Wavelength	Estrae fino a tre range di lunghezza d'onda da uno spettro DAD per generare lo XWC.

Tabella D-5: Riferimento rapido barra degli strumenti Explore: sovrapposizione grafici

Icona	Nome	Descrizione
	Home Graph	Riporta il grafico alla sua scala originale.
	Overlay	Sovrappone i grafici.
	Cycle Overlays	Cicla tra i grafici sovrapposti.
	Sum Overlays	Aggiunge grafici insieme.

Tabella D-6: Riferimento rapido barra degli strumenti Explore: strumento Fragment Interpretation

Icona	Nome	Descrizione
	Show Fragment Interpretation Tool	Aprire lo strumento Fragment Interpretation., il quale calcola i frammenti della scissione di singoli legami non ciclici a partire da un file .mol

Tabella D-7: Icone di navigazione sulla toolbar Explore

Icona	Nome	Funzione
	Open File	Aprire i file.

Icone della barra degli strumenti

Tabella D-7: Icone di navigazione sulla toolbar Explore (continua)

Icona	Nome	Funzione
	Show Next Sample	Passa al campione successivo.
	Show Previous Sample	Passa al campione precedente.
	GoTo Sample	Apri la finestra di dialogo Select Sample.
	List Data	Visualizza i dati nelle tabelle.
	Show TIC	Genera un TIC da uno spettro.
	Extract Using Dialog	Fare clic per estrarre gli ioni selezionando le masse.
	Show Base Peak Chromatogram	Genera un BPC.
	Show Spectrum	Genera uno spettro da un TIC.
	Copy Graph to new Window	Copia il grafico attivo in una nuova finestra.
	Baseline Subtract	Apri la finestra di dialogo Baseline Subtract.
	Threshold	Regola la soglia.
	Noise Filter	Apri la finestra di dialogo Noise Filter Options che definisce la larghezza minima di un picco. I segnali al di sotto di questa larghezza minima saranno considerati come rumore.
	Show ADC	Mostra i dati ADC.
	Show Auxiliary Traces	Apri la finestra di dialogo Select Auxiliary Trace Channel
	Show File Info	Mostra le condizioni dell'esperimento usate per raccogliere i dati.
	Add arrows	Aggiunge delle frecce all'asse x del grafico attivo.
	Remove all arrows	Rimuove le frecce dall'asse x del grafico attivo.

Tabella D-7: Icone di navigazione sulla toolbar Explore (continua)

Icona	Nome	Funzione
	Offset Graph	Compensa le piccole differenze nel tempo in cui i dati ADC e i dati dello spettrometro di massa sono stati registrati. Questo è utile quando si sovrappongono i grafici per il confronto.
	Force Peak Labels	Etichetta tutti i picchi.
	Expand Selection By	Imposta il fattore di espansione di una porzione di un grafico per la visualizzazione in dettaglio.
	Clear ranges	Riporta la selezione espansa alla vista normale.
	Set Selection	Definisce i punti iniziali e finali di una selezione. Offre una selezione più accurata rispetto a quella fatta evidenziando la regione con il cursore.
	Normalize to Max	Scala un grafico al massimo, in modo che la sua dimensione sia stabilita in base a quella del picco più intenso, che questo sia visibile o meno.
	Show History	Mostra un riepilogo delle operazioni di elaborazione dei dati eseguite per un determinato file, come smoothing, sottrazione, calibrazione e filtraggio del rumore.
	Open Compound Database	Aprire il database dei composti.
	Set Threshold	Regola la soglia.
	Show Contour Plot	Mostra i dati selezionati in forma di spettro o di XIC. Inoltre, per i dati acquisiti da un DAD, un diagramma a contorni può visualizzare i dati raccolti in forma di spettro DAD o di XWC.
	Show DAD TWC	Genera un TWC del DAD.
	Show DAD Spectrum	Genera uno spettro DAD.
	Extract Wavelength	Estrae fino a tre range di lunghezza d'onda da uno spettro DAD per generare lo XWC.

Icone della barra degli strumenti

Tabella D-8: Scheda Integration e icone di Quantitation Wizard

Icona	Nome	Descrizione
	Set parameters from Background Region	Utilizza il picco selezionato.
	Select Peak	Utilizza lo sfondo selezionato.
	Manual Integration Mode	Integrazione manuale dei picchi.
	Show or Hide Parameters	Mostra o nasconde i parametri di rilevamento picchi.
	Show Active Graph	Mostra solo il cromatogramma dell'analita.
	Show Both Analyte and IS	Mostra l'analita e cromatogramma ad esso associato. Disponibile solo quando esiste uno standard interno associato.
	Use Default View for Graph	Ritorna alla visualizzazione preimpostata (visualizzazione di tutti i dati) se, ad esempio, l'utente ha eseguito lo zoom avanti su un cromatogramma.

Tabella D-9: Icone della Results Table

Icona	Nome	Descrizione
	Sort Ascending by Selection	Ordina la colonna selezionata in ordine crescente.
	Sort Descending by Selection	Ordina la colonna selezionata in ordine decrescente.
	Lock Or Unlock Column	Blocca o sblocca la colonna selezionata. Una colonna bloccata non può essere spostata.
	Metric Plot By Selection	Crea un metric plot dalla colonna selezionata.
	Show all Samples	Mostra tutti i campioni nella Results Table.
	Delete Formula Column	Cancella le colonne Formula.

Tabella D-9: Icone della Results Table (continua)

Icona	Nome	Descrizione
	Report Generator	Apri il software Reporter.

Tabella D-10: Riferimento rapido icone: modalità Quantitate

Icona	Nome	Descrizione
	Add/Remove Samples	Aggiunge o rimuove campioni dalla Results Table (Tabella risultati).
	Export as Text	Salva la Results Table come file di testo.
	Modify Method	Apri un file wiff.
	Peak Review - Pane	Apri i picchi in un riquadro.
	Peak Review - Window	Apri i picchi in una finestra.
	Calibration - Pane	Apri la curva di calibrazione in un riquadro.
	Calibration - Window	Apri la curva di calibrazione in una finestra.
	Show First Peak	Mostra il primo picco nel riquadro o nella finestra.
	Show Last Peak	Mostra l'ultimo picco nel riquadro o nella finestra.
	Show Audit Trail	Mostra l'audit trail per la Results Table.
	Clear Audit Trail	Cancella l'audit trail per la Results Table. Questa funzione non è disponibile.
	Statistics	Apri la finestra Statistics.
	Report Generator	Apri il software Reporter.

Tabella D-11: Icone Modalità Acquire

Icona	Nome	Funzione
	Start Sample	Fare clic per lanciare il campione nella coda.

Icone della barra degli strumenti

Tabella D-11: Icone Modalità Acquire (continua)

Icona	Nome	Funzione
	Stop Sample	Fare clic per arrestare il campione nella coda.
	Equilibrate	Fare clic per selezionare un metodo da utilizzare per equilibrare lo spettrometro di massa, che includa la sorgente ionica, la colonna LC (se utilizzata) e qualunque periferica. Questo metodo dovrebbe essere lo stesso metodo usato per il primo campione in coda.

Principi teorici di funzionamento – Sorgente di ionizzazione

E

Modalità di ionizzazione elettrospray

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

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

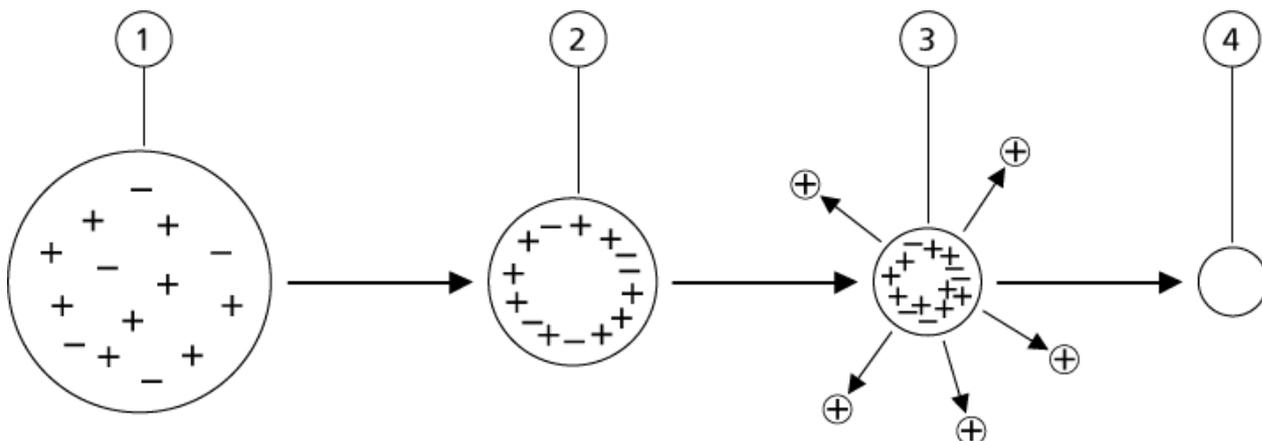
L'interazione della **IonSpray Voltage** e dei riscaldatori turbo aiuta a concentrare il flusso e aumenta la velocità di evaporazione delle goccioline, con un conseguente aumento del segnale ionico. Il gas riscaldato aumenta l'efficienza dell'evaporazione degli ioni, con conseguente maggiore sensibilità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

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

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

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

Figura E-1: Evaporazione ioni



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

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

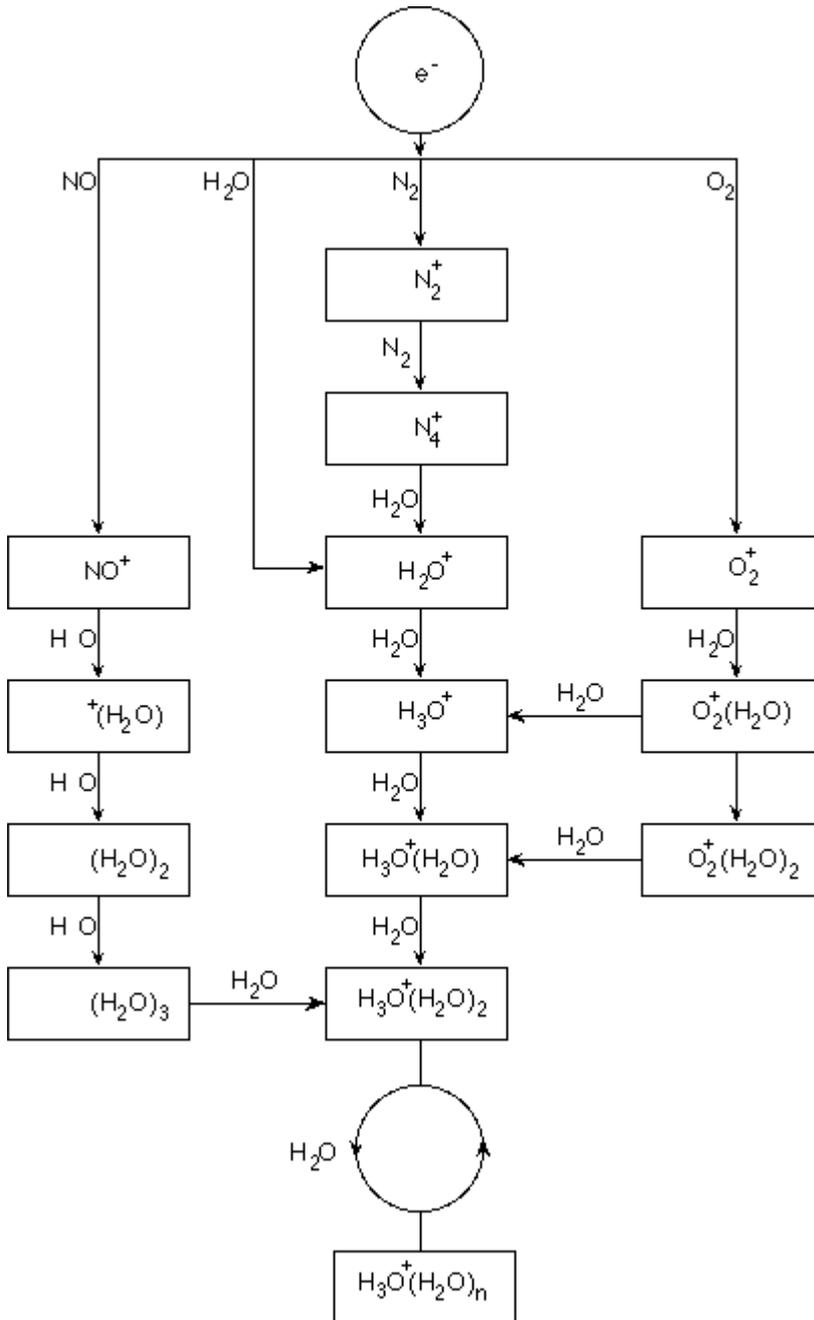
Dato che le energie di solvatazione di buona parte delle molecole organiche sono sconosciute, le sensibilità di ogni dato ione organico all'evaporazione ionica sono difficili da prevedere. L'importanza dell'energia di solvatazione è evidente, in quanto i surfactanti che si concentrano sulla superficie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

Modalità APCI

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

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

Figura E-2: Diagramma di flusso reazione APCI



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

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

Principi teorici di funzionamento – Sorgente di ionizzazione

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

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

Figura E-3: Ionizzazione chimica a pressione atmosferica

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

x = molecole solvente; M = molecole campione

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

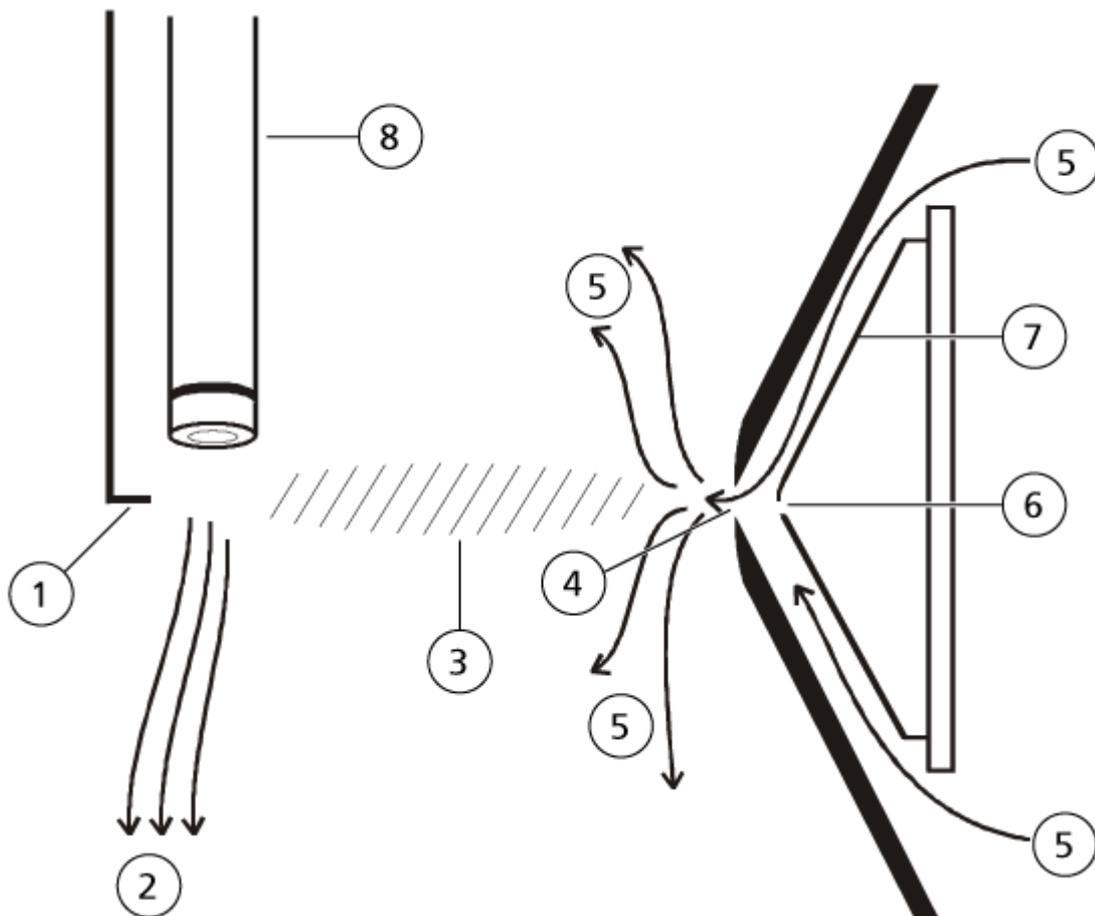
Per applicazioni in fase inversa, gli ioni reagenti sono costituiti da molecole di solvente protonate in polarità positiva e ioni di ossigeno solvatati in polarità negativa. In condizioni termodinamiche favorevoli, l'aggiunta di modificatori cambia la composizione dello ione reagente. Ad esempio, l'aggiunta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

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

Regione di ionizzazione APCI

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

Figura E-4: Regione di ionizzazione APCI



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

Principi teorici di funzionamento – Sorgente di ionizzazione

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

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

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

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

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

Ottimizzazione manuale del composto

F

L'utente deve controllare manualmente l'autocampionatore e la valvola di iniezione, perché questi dispositivi non possono essere controllati tramite il sistema mentre si trova in modalità Tune and Calibrate.

Prerequisiti

- Lo spettrometro di massa è sintonizzato e calibrato.
- Le condizioni di una separazione LC devono essere note.
- Tutti i dispositivi periferici necessari, inclusa la pompa a siringa, se necessario, e i componenti LC sono nel profilo hardware.

Materiali richiesti

Per mettere a punto i parametri dello strumento per un particolare composto, sono consigliate le seguenti soluzioni. La miscela dei quattro composti viene usata per illustrare le fasi della procedura. L'utente deve applicare la stessa procedura utilizzando i composti appropriati per il test desiderato.

- Fase mobile 1:1 acetonitrile:acqua + 2 mM acetato di ammonio + 0,1% acido formico.
- Pompa LC e Autocampionatore.
- Fiale autocampionatore.
- Miscela a quattro composti (50 ng/mL) costituita da reserpina, minoxidil, tolbutammide e rescinnamina. La soluzione può essere utilizzata per infusione e analisi a iniezione di flusso (FIA). La concentrazione dipende dal sistema. Utilizzare una soluzione al 49,9% di acetonitrile con 50% di acqua deionizzata e 0,1% di acido formico come diluente. Altri composti possono essere sostituiti a condizione che il relativo peso molecolare sia noto e il composto possa essere ionizzato dalla sorgente di ionizzazione.

Tabella F-1: Composti e valori m/z

Composto	Valore m/z
Minoxidil	210.2
Tolbutammide	271.1
Reserpina	609.3

Tabella F-1: Composti e valori *m/z* (continua)

Composto	Valore <i>m/z</i>
Rescinnamina	635.3

Informazioni sull'ottimizzazione manuale dei composti

L'ottimizzazione manuale dei composti viene utilizzata per ottimizzare i parametri dipendenti dal composto e dalla sorgente di ionizzazione per l'analita. Quando l'utente esegue l'ottimizzazione manuale di un analita, si crea un metodo di acquisizione MS in modalità Tune and Calibrate. A seconda del metodo di introduzione del campione scelto, aggiungere un metodo LC al metodo di acquisizione in modo da poter utilizzare l'infusione o la LC.

L'ottimizzazione eseguita per fornire il segnale più elevato non sempre fornisce i rapporti segnale-rumore più elevati. Il rumore può essere ridimensionato con il segnale per alcuni parametri e deve essere verificato durante l'ottimizzazione se l'obiettivo è ottimizzare il rapporto segnale-rumore.

Quando si ottimizzano i parametri dipendenti dalla sorgente di ionizzazione, introdurre il campione a velocità di flusso che verranno utilizzate durante l'analisi del campione, utilizzando l'analisi mediante iniezione in flusso (FIA) o l'infusione con raccordo a T come metodo di introduzione del campione. Il parametro gas CAD è l'unico dipendente dal composto che viene mostrato nella scheda Source/Gas e che può essere ottimizzato con facilità durante l'infusione dell'analita.

Ottimizzare la posizione della sorgente di ionizzazione prima di ottimizzare i parametri dipendenti dalla sorgente di ionizzazione. Fare riferimento alla sezione: [Ottimizzazione della sorgente di ionizzazione](#).

Informazioni sui tipi di scansione

Per questo esempio, utilizzare i tipi di scansione Q1 MS, Q1 MI, Product Ion e MRM. Il tipo di scansione Q1 MS è utilizzato per confermare la presenza di composti di interesse. Il tipo di scansione Q1 MI è utilizzato per ottimizzare MS o le tensioni della cella di pre-collisione. Il tipo di scansione Product Ion è utilizzato per determinare gli ioni prodotto di ciascun composto. Il tipo di scansione MRM utilizzato per ottimizzare l'energia di collisione (CE) e il potenziale in uscita dalla cella di collisione (CXP) per ciascuno ione prodotto o frammento. I metodi creati in questa esercitazione possono essere utilizzati per analisi quantitative o qualitative.

Ottimizzazione manuale di un analita

Dopo aver creato il metodo di acquisizione, è possibile ottimizzare i parametri dipendenti dal composto mediante la funzione **Edit Ramp** o modificando manualmente i parametri in Tune Method Editor. I parametri dipendenti dalla sorgente di ionizzazione possono essere

ottimizzati solo regolando manualmente i parametri nel Tune Method Editor. A seconda del tipo di scansione utilizzato, possono essere ottimizzati diversi parametri.

Seguire le procedure nell'ordine indicato:

1. [Conferma della presenza di composti](#)
2. [Ottimizzazione dei parametri specifici per MS](#)
3. [Determinazione degli ioni prodotto per l'ottimizzazione](#)
4. [Ottimizzazione del potenziale in uscita dalla cella di collisione per ogni ione prodotto](#)

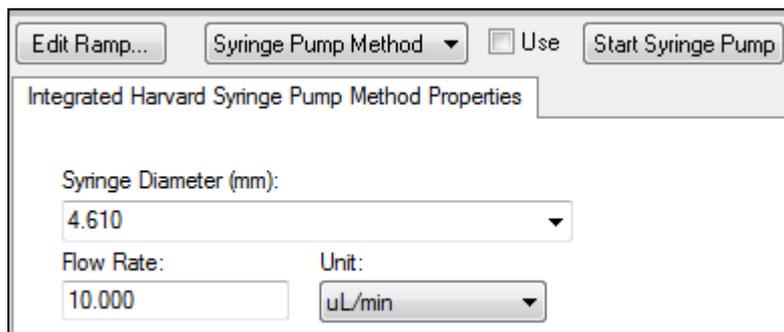
Conferma della presenza di composti

1. Creare un progetto.
2. Attivare il profilo hardware.
3. Preparare il campione:
 - a. Aspirare il composto in soluzione nella siringa e rimuovere l'aria dalla siringa.
 - b. Usare il tubo con lo speciale adattamento per collegare la siringa allo spettrometro di massa.
 - c. Installare la siringa nella pompa a siringa integrata.
4. Infondere il composto in soluzione ad una velocità da 5 $\mu\text{L}/\text{min}$ a 10 $\mu\text{L}/\text{min}$.
5. Sulla barra di navigazione, in **Tune and Calibrate**, fare doppio clic su **Manual Tuning**.
6. Nel campo elenco dei metodi, fare clic su **Syringe Pump Method**.
7. Nella scheda Syringe Pump Method Properties, digitare i valori dei parametri mostrati nella seguente tabella.

Tabella F-2: Scheda Syringe Pump Method Properties

Parametro	Valore
Syringe Diameter	Dipende dalla siringa; da 4.610 mm se si utilizza una siringa da 1.0 mL
Flow Rate	10
Unit	$\mu\text{L}/\text{min}$

Figura F-1: Scheda Syringe Pump Method Properties



8. Fare clic su **Start Syringe Pump**.
9. Selezionare **MS Method** dall'elenco dei metodi.
10. Nella scheda MS, digitare i valori dei parametri mostrati nella seguente tabella.

Tabella F-3: Scheda MS

Parametro	Valore
Scan type	Q1 MS (Q1)
Start (Da)	200
Stop (Da)	700
Scan rate (Da/s)	200
Duration (min)	3

11. Fare clic su **Start**.
12. Attendere finché non vengono mostrati un TIC uniforme sulla sinistra e i picchi sulla destra, quindi fare clic su **Stop**.
13. Selezionare la casella di controllo **MCA**.
14. Digitare 10 nel campo **Cycles**.
15. Fare clic su **Start**.
Quando le dieci scansioni sono completate, le masse dei quattro composti vengono visualizzate come ioni.

Suggerimento! Se il pannello del cromatogramma ionico precedente o previsto è nascosto, selezionare la finestra da visualizzare dal menu **Window**.

Nota: le intensità degli ioni del composto possono mostrare grandi variazioni. Per facilitare lo spostamento verso una soluzione con concentrazione inferiore o superiore secondo necessità durante l'ottimizzazione, preparare diversi livelli di concentrazione prima di iniziare l'ottimizzazione.

16. Fare clic con il pulsante destro nel riquadro spettrale in basso a destra, quindi fare clic su **Open File**.
17. Trovare i composti di interesse e annotare i valori m/z per i picchi più alti. Questi valori devono essere compresi tra 0,1 Da e 0,2 Da del valore m/z previsto. Nella procedura successiva, usare i valori m/z .

Ottimizzazione dei parametri specifici per MS

Il DP è la differenza tra l'orifizio e la terra. Più alta è la differenza di potenziale, maggiore è la quantità di declustering.

Il parametro DP ha un effetto significativo sul segnale dell'analita. I valori DP tipici sono compresi tra 20 V e 150 V. Se il valore DP è troppo basso, risulteranno un'intensità di ioni inferiore e potenziali interferenze dai cluster. Se il valore DP è troppo alto, può verificarsi la frammentazione dell'analita nella sorgente. In generale, il DP deve essere impostato al valore che fornisce la massima intensità.

Il parametro EP controlla il potenziale in entrata che guida e focalizza gli ioni attraverso la regione Q0 ad alta pressione. È generalmente impostato a 10 V per gli ioni positivi e a -10 V per gli ioni negativi. L'EP ha un effetto minore sull'ottimizzazione del composto e può essere lasciato a valori predefiniti in quanto non influenza i limiti di rilevamento degli analiti.

1. Tornare a Tune Method Editor e modificare il metodo sul tipo di scansione **Q1 Multiple Ions (Q1 MI)**.
2. Nella tabella della massa, immettere i valori dei parametri appropriati. Fare riferimento alla tabella riportata di seguito.

Tabella F-4: Parametri della tabella masse – Q1 Multiple Ions (Q1 MI)

Composto	Massa Q1	Tempo
Reserpina	609.3	1
Minoxidil	210.2	1
Tolbutammide	271.1	1
Rescinnamina	635.3	1

Iniziare con la reserpina per un caso semplice. Ripetere l'ottimizzazione manuale per i composti rimanenti.

3. Fare clic su **Edit Ramp**.
4. Selezionare **Declustering Potential (DP)** nella finestra di dialogo Ramp Parameter Settings.

Nota: Iniziare con il parametro DP, quindi ottimizzare gli altri parametri nell'ordine in cui vengono mostrati nella finestra di dialogo. Se non si rispetta l'ordine, i parametri possono non essere ottimizzati correttamente.

5. Digitare i valori **Start**, **Stop** e **Step** richiesti.

Ottimizzazione manuale del composto

Suggerimento! I valori esistenti sono ottimi punti di partenza. Utilizzare la funzione **Edit Ramp** per modificare questi valori ai fini di una maggiore efficienza.

6. Fare clic su **OK**.
7. Fare clic su **Start**.
8. Fare clic con il pulsante destro del mouse nel riquadro XIC in basso a destra, quindi fare clic su **Open File** per ottimizzare la vista XIC.
9. Monitorare gli XIC.

Nota: il valore che fornisce il segnale migliore per secondo per lo ione di interesse è il valore ottimale.

10. Annotare il valore ottimale per lo ione di interesse.
11. Spostare il cursore nella tabella della massa, fare clic con il pulsante destro del mouse, quindi aggiungere il parametro appena ottimizzato. Viene aggiunta una colonna alla tabella.
12. Aggiungere il valore ottimizzato nella riga corrispondente.
13. Ripetere questi passaggi per ciascuna massa nel metodo di acquisizione fino a quando non si ottiene un elenco dei valori ottimali per tutte le masse.
14. Ripetere questi passaggi per ottimizzare gli altri parametri specifici del MS.

Tabella F-5: Parametri specifici per MS

Parametro	Commento
DP	Impostare il DP al valore che fornisce la massima intensità.
EP	Questo parametro si ottimizza raramente perché ha un effetto minore.
CEP	Selezionare il valore CEP con l'intensità più elevata.

Determinazione degli ioni prodotto per l'ottimizzazione

L'energia di collisione (CE) controlla la quantità di energia che gli ioni precursori ricevono quando sono accelerati nella cella di collisione.

Eseguire questa procedura, un composto alla volta, utilizzando i valori ottimizzati specifici per MS, ottenuti in precedenza. Gli ioni prodotto forniscono la massa del Q3 delle transizioni MRM.

In questo esempio, viene utilizzato il composto reserpina.

1. In Tune Method Editor, chiudere i riquadri XIC.
2. Fare clic su **Product Ion (MS2)** nel campo **Scan type**.
3. Nella scheda Compound, digitare il valore ottimale annotato nella sezione: [Ottimizzazione dei parametri specifici per MS](#).

- Nella scheda MS, nel campo **Product Of**, digitare 609, 4.
Questo valore è l'assegnazione della massa per reserpina annotato nella sezione: [Conferma della presenza di composti](#).
- Assicurarsi che la casella di controllo **Center / Width** non sia selezionata.
- Nella tabella della massa, digitare i valori **Start**, **Stop** e **Time** appropriati. Fare riferimento alla tabella: [Tabella F-6](#).

Tabella F-6: Parametri della tabella masse (scansione ione prodotto)

Campo	Valore
Start (Da)	100
Stop (Da)	650
Time (sec)	2

- Fare clic su **Edit Ramp**.
Viene visualizzata la finestra di dialogo Ramp Parameter Settings.
- Selezionare **Collision Energy**, quindi digitare i valori **Start**, **Stop** e **Step** necessari.

Nota: I valori esistenti sono ottimi punti di partenza. Utilizzare la funzione **Edit Ramp** per modificare questi valori ai fini di una maggiore efficienza.

- Fare clic su **OK**.
- Selezionare la casella di controllo **MCA**.
- Fare clic su **Start**.
- Fare clic con il pulsante destro del mouse nel riquadro XIC in basso a destra, quindi fare clic su **Open File**.
- Selezionare gli ioni prodotto con l'intensità maggiore e annotare il valore *m/z* dello ione prodotto al primo decimale, ad esempio 195.1.
Si consiglia di ottimizzare due o tre ioni prodotto per ciascun composto. È possibile utilizzare ulteriori transizioni per conferma oppure per evitare di dover riottimizzare un composto in caso di interferenza.

Nota: assicurarsi che i picchi più alti selezionati per l'ottimizzazione non rappresentino una perdita comune dallo ione precursore, come l'acqua o l'anidride carbonica. Assicurarsi inoltre che lo ione prodotto non sia troppo basso in massa o potrebbero verificarsi interferenze per tale transizione nei campioni reali o nei cluster della fase mobile durante l'analisi in colonna.

- Ripetere questa procedura per i composti rimanenti.

Ottimizzazione del potenziale in uscita dalla cella di collisione per ogni ione prodotto

1. In Tune Method Editor, chiudere i riquadri XIC.
2. Aprire il metodo salvato in precedenza.
3. Nella tabella della massa, verificare i valori m/z di Q1 e Q3 per il compost.
4. Fare clic sulla scheda **Compound** e immettere i valori DP e CE ottimali annotati nella sezione: [Ottimizzazione dei parametri specifici per MS](#).
5. Fare clic su **Edit Ramp**.
6. Selezionare **Collision Cell Exit Potential (CXP)** nella finestra di dialogo Ramp Parameter Settings.
7. Digitare i valori **Start**, **Stop** e **Step** richiesti.

Suggerimento! I valori esistenti sono ottimi punti di partenza. Utilizzare la funzione **Edit Ramp** per modificare questi valori ai fini di una maggiore efficienza.

8. Fare clic su **OK**.
9. Fare clic su **Start**.
10. Fare clic con il tasto destro nel riquadro XIC in basso a destra, quindi fare clic su **Open File**.
11. Annotare il valore ottimale per lo ione di interesse.
Il valore che fornisce il segnale migliore è il valore ottimale.
12. Nella tabella della massa, fare clic con il tasto destro e selezionare il parametro appena ottimizzato.
In tal modo si aggiunge una colonna alla tabella.
13. Ripetere se sono stati monitorati altri ioni prodotto.
14. Aggiungere i valori ottimizzati nella riga corrispondente.
15. Salvare il metodo.
16. Ripetere questa procedura per tutti gli altri composti ottimizzati in precedenza.

Ottimizzazione manuale della sorgente ionica e dei parametri del gas

Le impostazioni della sorgente di ionizzazione e del gas devono essere configurate correttamente per impedire la contaminazione dello spettrometro di massa e per garantire che i composti di interesse vengano immessi in modo ottimale nella fase gassosa come ioni.

Nota: le impostazioni ottimali della sorgente di ionizzazione e dei gas sono correlate alla composizione del solvente e alla velocità di flusso.

Le impostazioni per la sorgente di ionizzazione e per il gas devono essere regolate quando le condizioni LC cambiano significativamente.

Per ottimizzare i parametri della sorgente di ionizzazione e del gas, impostare una pompa a siringa con i composti di interesse e collegare il tubo del campione con un raccordo a T al dispositivo LC. Il controllo della pompa LC può essere eseguito manualmente o mediante il software.

Un altro modo per ottimizzare manualmente le impostazioni per la sorgente di ionizzazione e per il gas è quello di usare l'autocampionatore per iniettare manualmente il composto di interesse, mentre si variano manualmente i parametri in Manual tuning per trovare le impostazioni ottimali.

Preparazione della sorgente di ionizzazione

1. Impostare il micrometro orizzontale alla 5.
2. Impostare il micrometro verticale sulla sorgente di ionizzazione a seconda della velocità di flusso.

Utilizzare i parametri nella tabella seguente.

Tabella F-7: Parametri verticali della sorgente di ionizzazione Turbo V

Velocità di flusso	Parametri verticali iniziali
Da 1 µL/min a 20 µL/min	10
Da 20 µL/min a 250 µL/min	5
Da 250 µL/min a 500 µL/min	2
500 + µL/min	0

A seconda di come viene eseguita l'ottimizzazione, può essere necessario configurare un profilo hardware con le pompe LC.

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

Ottimizzazione dei parametri della sorgente di ionizzazione

I parametri della sorgente di ionizzazione sono ottimizzati per ottenere il migliore rapporto segnale/rumore per il composto di interesse. La velocità di flusso del gas per l'interfaccia Curtain Gas è ottimizzata all'impostazione più elevata senza perdere sensibilità. Fare riferimento alla sezione: [Ottimizzazione della sorgente di ionizzazione](#).

Utilizzare la seguente procedura per ottimizzare il parametro **Curtain Gas (CUR)**. La funzione principale di questo parametro è impedire la contaminazione delle ottiche ioniche. Il parametro CUR deve essere sempre mantenuto al livello più alto possibile senza perdere sensibilità. Il valore dipende dal tipo di spettrometro di massa e di sorgente di ionizzazione.

Non impostare il parametro sotto il valore iniziale.

1. Sulla barra di navigazione, in **Tune and Calibrate**, fare doppio clic su **Manual Tuning**.

Ottimizzazione manuale del composto

2. Fare clic su **File > Open**.
3. Nell'elenco **Files**, fare clic sul metodo di acquisizione utilizzato per ottimizzare il parametro del composto, quindi fare clic su **OK**.
Il metodo si apre nel Tune Method Editor.
4. Aprire la scheda Source/Gas.
5. Utilizzando la guida per la sorgente di ionizzazione e il flusso di gas, impostare tutti i parametri della sorgente di ionizzazione e gas in modo che siano appropriati per la velocità di flusso.
6. Impostare il tempo di esecuzione affinché sia sufficientemente lungo per poter regolare molti parametri. Un tempo di partenza consigliato è 15 minuti.
7. Fare clic su **Start**.
I dati sono mostrati nei riquadri sotto il Tune Method Editor.
8. Annotare il segnale del picco di interesse.
9. Nel campo **Curtain Gas (CUR)**, aumentare il valore di cinque.
10. Continuare ad aumentare il valore **Curtain Gas (CUR)** fino a trovare il valore più alto senza perdere sensibilità.
Come con la maggior parte dei parametri Source/Gas, se due valori forniscono lo stesso risultato, occorre utilizzare il valore più alto.
11. Ripetere questa procedura per gli altri parametri Source/Gas.
Quando si esegue l'ottimizzazione per questi parametri, cercare il valore che fornisce il valore segnale/rumore più alto.

Parametri avanzati

I seguenti parametri devono essere ottimizzati solo da un operatore esperto.

Ottimizzazione di AF2

Il parametro AF2 controlla la frammentazione del secondo ione precursore in una scansione MS3. La quantità di energia di eccitazione utilizzata dipende dal composto e dalla quantità di frammentazione desiderata.

1. Per le modalità ioni positivi e ioni negativi, aumentare **AF2** come segue: Da 70 mV a 300 mV, con un valore **Step** di 10 mV. Il range consentito è compreso tra 0 mV e 1000 mV.
2. Selezionare il valore di AF2 che fornisce la migliore quantità di frammentazione.

Informazioni sull'estensione dell'energia di collisione (CES)

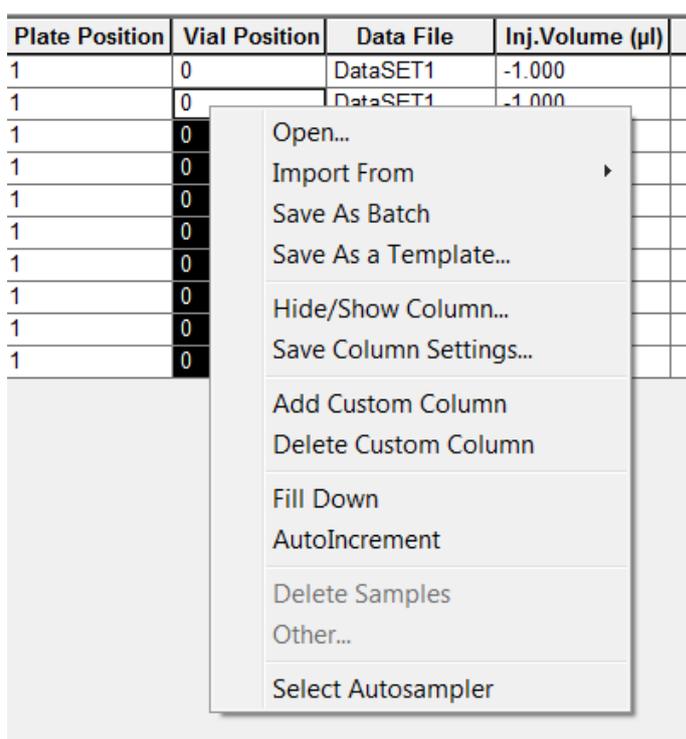
Una funzione unica dello spettrometro di massa QTRAP è la capacità di eseguire esperimenti AutoFrag (Frammentazione automatica). È possibile ottenere uno spettro composito riempiendo la trappola ionica lineare con gli ioni derivati da tre energie di collisione distinte, eliminando così la necessità di ottimizzare l'energia di collisione.

Nei parametri dipendenti dai composti negli esperimenti Enhanced Product Ion (EPI) e MS3, il campo CES consente agli utenti di specificare la differenza nelle energie di collisione che verranno applicate nell'esperimento. Ad esempio, se si utilizza un valore CE di 30 e un valore CES di 15, si utilizzeranno le energie di collisione di 15, 30 e 45.

Batch Editor

Fare clic con il pulsante destro del mouse nella tabella Batch Editor per accedere alle opzioni.

Figura G-1: Batch: menu di scelta rapida



Menu	Funzione
Open	(Apri)Apri un file di lotto.
Import From	(Importa da)Importa un lotto da un file.
Save As Batch	(Salva come lotto)Salva il lotto con un nome diverso.
Save As a Template	(Salva come modello)Salva il lotto come modello.
Hide/Show Column	(Nascondi/Mostra colonna)Nasconde o mostra una colonna.

Menu	Funzione
Save Column Settings	(Salva impostazioni colonna)Salva le impostazioni colonna del lotto.
Add Custom Column	(Aggiungi colonna personalizzata)Aggiunge una colonna personalizzata.
Delete Custom Column	(Elimina colonna personalizzata)Elimina una colonna personalizzata.
Fill Down	(Riempi)Copia gli stessi dati nelle celle selezionate.
AutoIncrement	(Incrementa automaticamente)Incrementa automaticamente i dati nelle celle selezionate.
Delete Samples	(Elimina campioni)Elimina la riga selezionata.
Select Autosampler	(Seleziona autocampionatore)Seleziona un autocampionatore.

Stati della coda e stato del dispositivo

Queue Manager mostra lo stato della coda, del lotto e del campione. Possono essere visualizzate informazioni più dettagliate su un determinato campione nella coda.

Suggerimento! Fare clic su **View Queue** () per visualizzare la coda.

Per informazioni sull'uso del menu di scelta rapida Queue, fare riferimento alla sezione: [Coda](#).

Stati della coda

Lo stato corrente della coda è indicato nel gruppo Queue Server.

Figura G-2: Indicatore del Queue Server che mostra la modalità Normal

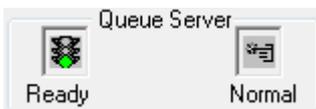


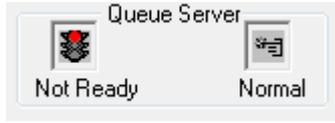
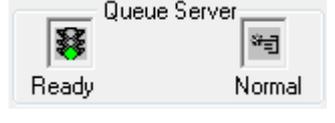
Figura G-3: Indicatore del Queue Server che mostra la modalità Tune



La prima icona mostra lo stato della coda. La seconda icona indica se la coda è in modalità Tune (per la sintonizzazione) o Normal (per l'esecuzione dei campioni). Per le descrizioni delle icone e degli stati della coda, fare riferimento alla tabella: [Tabella G-1](#).

Menu di scelta rapida

Tabella G-1: Stati della coda

Icone	Stato	Definizione
	Not Ready	Il profilo hardware viene disattivato e la coda non accetta l'invio di altri campioni.
	Stand By	Il profilo hardware è stato attivato, ma tutti i dispositivi sono inattivi. Le pompe non girano e l'erogazione dei gas è sospesa.
	Warming Up	Lo spettrometro di massa e i dispositivi sono in fase di equilibratura, le colonne si stanno condizionando, l'ago dell'autocampionatore viene lavato e i forni per colonna stanno raggiungendo la temperatura impostata. La durata di equilibratura è selezionata dall'operatore. Da questo stato, il sistema potrà passare allo stato Ready .
	Ready	Il sistema è pronto ad elaborare i campioni, i dispositivi sono stati equilibrati e sono pronti per l'esecuzione. In questo stato la coda può ricevere campioni e sarà messa in esecuzione dopo che i campioni saranno stati inviati.
	Waiting	Il sistema inizierà automaticamente l'acquisizione quando si invierà il campione successivo.
	PreRun	Il metodo è in fase di scaricamento su ciascun dispositivo e l'equilibratura dei dispositivi è in corso. Questo stato sarà attivato prima dell'acquisizione di ciascun campione in un lotto.
	Acquiring	Il metodo è in esecuzione e sta avvenendo l'acquisizione dei dati.
	Paused	Il sistema è stato messo in pausa durante l'acquisizione.

Visualizzazione delle icone di stato dello strumento e dei dispositivi

Le icone che rappresentano lo spettrometro di massa e ciascun dispositivo nella configurazione hardware attiva appaiono sulla barra di stato, nell'angolo inferiore destro

della finestra. L'utente può visualizzare lo stato dettagliato di una pompa LC per assicurarsi che la pressione della pompa LC sia appropriata o visualizzare lo stato dettagliato dello spettrometro di massa per monitorare la temperatura della sorgente di ionizzazione.

Nota: per ogni stato il colore di fondo può essere rosso. Lo sfondo rosso significa che il dispositivo ha riscontrato un errore mentre era in quello stato.

Sulla barra di stato, fare doppio clic sull'icona del dispositivo o dello spettrometro di massa. Viene visualizzata la finestra di dialogo Instrument Status.

Tabella G-2: Icone di stato dello strumento e dei dispositivi

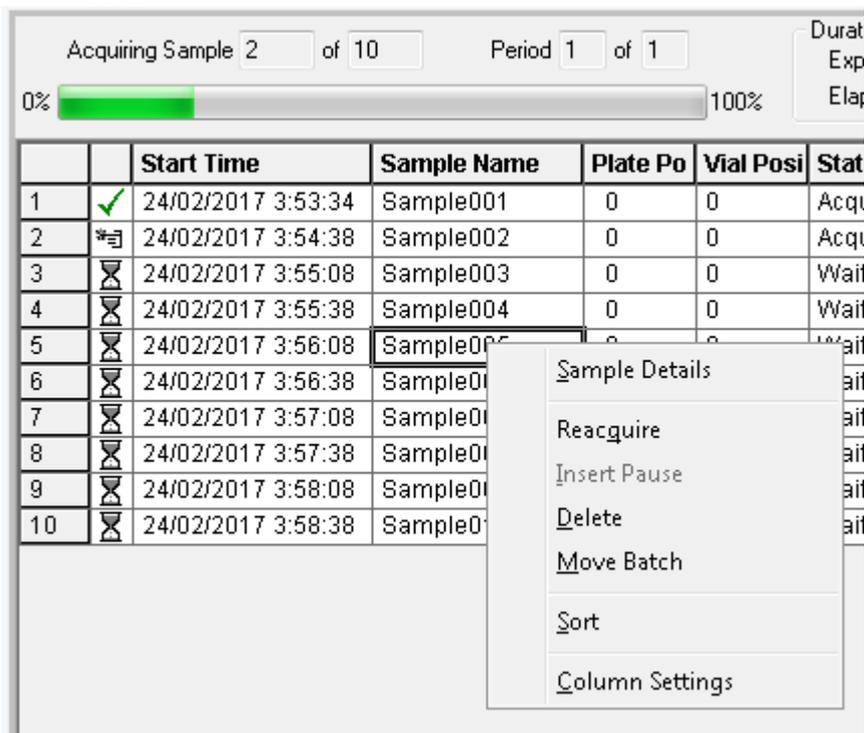
Stato	Icona	Colore di fondo	Descrizione
Inattivo		Verde o giallo	Il dispositivo non è in funzione. Se il colore di sfondo è giallo, il dispositivo dovrebbe essere equilibrato prima di essere pronto all'esecuzione. Se il colore di sfondo è verde, il dispositivo è pronto per l'esecuzione.
Equilibratura		Verde o giallo	Il dispositivo si sta equilibrando.
In attesa		Verde	Il dispositivo è in attesa di un comando dal software o da un altro dispositivo, oppure di un'azione da parte dell'operatore.
Analisi in corso		Verde	Il dispositivo sta eseguendo un lotto.
In corso di interruzione		Verde	Il dispositivo sta annullando un'operazione.
Download in corso		Verde	È in corso il trasferimento di un metodo al dispositivo.
Pronto		Verde	Il dispositivo non è in esecuzione, ma è pronto all'esecuzione.
Errore		Rosso	Il dispositivo ha riscontrato un errore che deve essere scoperto e corretto.

Coda

Fare clic con il pulsante destro del mouse nella tabella Queue per accedere alle opzioni.

Menu di scelta rapida

Figura G-4: Menu di scelta rapida di Queue Manager



Menu	Funzione
Sample Details	(Dettagli campione) Apre la finestra di dialogo Sample Details.
Reacquire	(Riacquisisce) Acquisisce di nuovo un campione.
Insert Pause	(Inserisci pausa) Inserisce una pausa, in secondi, tra due campioni. Funzione non disponibile in questa versione del software.
Delete	(Elimina) Elimina il lotto o i campioni selezionati.
Move Batch	(Sposta lotto) Sposta il lotto nella coda.
Sort	(Ordina) Ordina in base alla colonna preselezionata.
Column Settings	(Impostazioni colonna) Modifica le impostazioni colonna.

Menu del pulsante destro per i riquadri del Contour Plot

Menu	Funzione
Show DAD Spectrum	Apre un nuovo riquadro con lo spettro DAD.

Menu	Funzione
Extract Wavelengths (Use Range)	Estrae fino a tre range di lunghezza d'onda da uno spettro DAD per mostrare lo XWC.
Extract Wavelengths (Use Maximum)	Estrae range di lunghezze d'onde utilizzando le lunghezze d'onda massime.
Zoom to selection	Ingrandimenti sull'area selezionata.
Add User Text	Aggiunge una casella di testo nella posizione del cursore.
Undo Zoom	Riportare il grafico alla sua scala originale.
Delete Pane	Cancella il riquadro selezionato.
Show Cross-Hair	Visualizza il reticolo di mira (nm/min).

Menu di scelta rapida del riquadro Show File Information

Tabella G-3: Menu di scelta rapida del riquadro Show File Information

Menu	Funzione
Copy	(Copia)Copia i dati selezionati.
Paste	(Incolla)Incolla i dati.
Select All	(Seleziona tutto)Seleziona tutti i dati nel riquadro.
Save To File	(Salva su file)Salva i dati come file rtf.
Font	(Font)Cambia il font.
Save Acquisition Method	(Salva metodo di acquisizione)Salva il metodo di acquisizione come file dam.
Save Acquisition Method to CompoundDB	(Salva metodo di acquisizione in CompoundDB)Apre la finestra di dialogo Specify Compound Information. Selezionare gli ID e i pesi molecolari da salvare nel database dei composti.
Delete Pane	(Elimina riquadro)Elimina il riquadro selezionato.

Riquadri degli spettri

Tabella G-4: Riquadri spettro: menu di scelta rapida

Menu	Funzione
List Data	Elenca i punti dei dati ed integra i cromatogrammi.
Show TIC	Genera un nuovo riquadro contenente il TIC.
Extract Ions (Use Range)	Estrae un determinato ione o un set di ioni da un riquadro selezionato e genera un nuovo riquadro contenente un cromatogramma per gli ioni specificati.
Extract Ions (Use Maximum)	Estrae gli ioni usando il picco più intenso in un'area selezionata.
Save to Text File	Genera un file di testo a partire dal riquadro, che può essere aperto in Excel o con altri programmi.
Save Explore History	Salva le informazioni sulle modifiche ai parametri di elaborazione, detti anche opzioni di elaborazione, che sono state definite durante l'elaborazione di un file wiff in modalità Explore. La cronologia di elaborazione è archiviata in un file con estensione EPH (Explore Processing History).
Add Caption	Aggiunge una didascalia alla posizione del cursore nel riquadro.
Add User Text	Aggiunge una casella di testo nella posizione del cursore nel riquadro.
Show Last Scan	Mostra la scansione precedente alla selezione.
Select Peaks For Label	In questa finestra di dialogo si possono selezionare i parametri per ridurre l'etichettatura dei picchi.
Delete Pane	Cancella il riquadro selezionato.
Add a Record	Aggiunge un record e i dati relativi al composto, inclusi gli spettri, nella libreria. È necessario uno spettro attivo per eseguire questa attività.
Search Library	Lancia una ricerca nella libreria senza restrizioni o con le restrizioni salvate in precedenza.
Set Search Constraints	Esegue una ricerca nella libreria usando i criteri specificati nella finestra di dialogo Search Constraints.

Riquadri del cromatogramma

Tabella G-5: Menu pulsante destro per i riquadri cromatogramma

Menu	Funzione
List Data	Elenca i punti dei dati ed integra i picchi trovati nei cromatogrammi.
Show Spectrum	Genera un nuovo riquadro contenente lo spettro.
Show Contour Plot	Mostra un tracciato con codifica colori di un set di dati, dove il colore rappresenta l'intensità dei dati in quel punto. Sono supportate solo alcune modalità MS.
Extract Ions	Estrae un determinato ione o un set di ioni da un riquadro selezionato e genera un nuovo riquadro contenente un cromatogramma per gli ioni specificati.
Show Base Peak Chromatogram	Genera un nuovo riquadro contenente un cromatogramma dei picchi di base.
Show ADC Data	Genera un nuovo riquadro contenente il tracciato dei dati ADC, se sono stati acquisiti.
Show Auxiliary Traces	Apri la finestra di dialogo Select Auxiliary Trace Channel.
Show UV Detector Data	Genera un nuovo riquadro contenente il tracciato dei dati UV, se sono stati acquisiti.
Save to Text File	Genera un file di testo contenente i dati in un riquadro che può essere aperto in Microsoft Excel o altri programmi.
Save Explore History	Salva le informazioni sulle modifiche ai parametri di elaborazione, detti anche opzioni di elaborazione, che sono state definite durante l'elaborazione di un file wiff in modalità Explore. La cronologia di elaborazione è archiviata in un file con estensione EPH (Explore Processing History).
Add Caption	Aggiunge una didascalia alla posizione del cursore nel riquadro.
Add User Text	Aggiunge una casella di testo alla posizione del cursore nel riquadro.
Set Subtract Range	Imposta il range di sottrazione nel riquadro.
Clear Subtract Range	Cancella il range di sottrazione nel riquadro.
Subtract Range Locked	Blocca o sblocca i range di sottrazione. Se i range di sottrazione non sono bloccati, ogni range di sottrazione può essere spostato in maniera indipendente. I range di sottrazione sono preimpostati come bloccati.
Delete Pane	Cancella il riquadro selezionato.

Results Table

Fare clic con il pulsante destro del mouse sulla Results Table per accedere alle opzioni mostrate nella seguente tabella.

Tabella G-6: Menu di scelta rapida Results Table

Menu	Funzione
Full	(Completo) Mostra tutte le colonne.
Summary	(Riassunto) Mostra colonne specifiche.
Analyte	(Analita) Mostra un analita specifico.
Analyte Group	(Gruppo analiti) Crea un gruppo di analiti.
Sample Type	(Tipo di campione) Mostra campioni di un tipo specifico o tutti i campioni.
Add Formula Column	(Aggiungi colonna formula) Aggiunge una colonna formula. Si raccomanda all'utente di convalidare i risultati se si utilizza una colonna di formule.
Table Settings	(Impostazioni tabella) Modifica o seleziona un'impostazione tabella.
Query	(Query) Crea o seleziona una query. Si consiglia all'utente di convalidare tutte le query usate per analizzare i dati in una Results Table.
Sort	(Ordina) Crea un ordinamento o ordina in base all'indice.
Metric Plot	(Metric Plot) Crea un metric plot.
Delete Pane	(Elimina riquadro) Elimina il riquadro attivo.
Fill Down	(Riempi) Copia gli stessi dati nelle celle selezionate.
Add Custom Column	(Aggiungi colonna personalizzata) Aggiunge una colonna personalizzata.
Delete Custom Column	(Elimina colonna personalizzata) Elimina la colonna personalizzata selezionata.

Revisione dei picchi

Fare clic con il pulsante destro del mouse nel riquadro o nella finestra **Peak Review** per accedere alle opzioni mostrate in [Tabella G-7](#).

Tabella G-7: Menu di scelta rapida Peak Review

Menu	Funzione
Options	(Opzioni) Apre la finestra di dialogo Peak Review Options.
Sample Annotation	(Annotazione campione) Apre la finestra di dialogo Sample Annotation.
Save Active to Text File	(Salva attivo su file di testo) Salva il picco selezionato come file di testo.
Show First Page	(Mostra prima pagina) Va al primo campione.
Show Last Page	(Mostra ultima pagina) Va all'ultimo campione.
Slide Show Peak Review	(Immagini sequenziali revisione dei picchi) Apre le immagini sequenziali.
Update Method	(Aggiorna metodo) Aggiorna l'algoritmo per tutti i picchi.
Revert to Method	(Torna al metodo) Seleziona un picco ridefinito in base al metodo di quantificazione corrente.
Delete Pane	(Elimina riquadro) Elimina il riquadro attivo.

Calibration Curve

Fare clic con il pulsante destro del mouse nella finestra Calibration o nella tabella del riquadro per accedere alle opzioni mostrate nella seguente tabella.

Tabella G-8: Menu di scelta rapida Calibration Curve

Menu	Funzione
Exclude (Include)	(Escludi (Includi)) Fare clic con il pulsante destro del mouse su un punto, quindi fare clic su Exclude per escludere il punto dalla curva. Fare clic con il pulsante destro del mouse su un punto, quindi fare clic su Include per includere il punto.
Exclude All Analytes (Include All Analytes)	(Escludi tutti gli analiti (Includi tutti gli analiti)) Fare clic con il pulsante destro del mouse su un punto, quindi fare clic su Exclude All Analytes per escludere tutti gli analiti dalla curva. Fare clic con il pulsante destro del mouse, quindi fare clic su Include All Analytes per includere i punti.
Show Peak	(Mostra picco) Rivede un singolo picco.
Overlay	(Sovrapponi) Sovrappone due grafici.
Active Plot	(Tracciato attivo) Determina il tracciato attivo.
Legend	(Legenda) Mostra la legenda del grafico.

Menu di scelta rapida

Tabella G-8: Menu di scelta rapida Calibration Curve (continua)

Menu	Funzione
Log Scale X Axis*	(Asse X scala logaritmica) Usa una scala logaritmica per l'asse X.
Log Scale Y Axis*	(Asse Y scala logaritmica) Usa una scala logaritmica per l'asse Y.
Delete Pane	(Elimina riquadro)Elimina il riquadro attivo.
Home Graph	(Grafico originale) Scala il grafico alle dimensioni originali
*Una scala logaritmica dispone i punti dati in una vista più gestibile, in modo che l'effetto di tutti i punti possa essere monitorato contemporaneamente. Per questa vista, selezionare Log Scale Y Axis versus Log Scale X e non la scala logaritmica su un solo asse.	

Glossario dei simboli

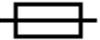
H

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

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

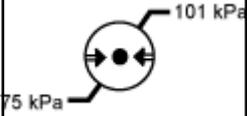
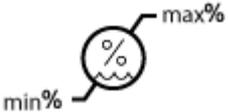
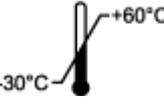
Glossario dei simboli

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

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

Glossario dei simboli

Simbolo	Descrizione
	Tenere in posizione verticale.
	Rischio di lacerazione/taglio
	Pericolo di radiazione laser
	Pericolo di sollevamento
	Pericolo magnetico
	Produttore
	Rischio derivante da parti in movimento
	Pericolo pacemaker. Accesso vietato alle persone con pacemaker.
	Pericolo di schiacciamento
	Pericolo di gas sotto pressione
	Messa a terra (protezione)
	Pericolo di perforazione

Simbolo	Descrizione
	Pericolo di esposizione ad agenti chimici reattivi.
	Numero di serie
	Pericolo di esposizione ad agenti chimici tossici
	Trasportare e conservare il sistema in un intervallo compreso tra 66 kPa e 103 kPa.
	Trasportare e conservare il sistema in un intervallo compreso tra 75 kPa e 101 kPa.
	Trasportare e conservare il sistema nel rispetto dei livelli minimo (min) e massimo (max) specificati per l'umidità relativa, senza condensa.
	Trasportare e conservare il sistema a una temperatura compresa tra -30 °C e +45 °C.
	Trasportare e conservare il sistema a una temperatura compresa tra -30 °C e +60 °C.
	Collegamento USB 2.0
	Collegamento USB 3.0
	Pericolo da radiazione ultravioletta
	United Kingdom Conformity Assessment Mark
VA	Volt Ampere (potenza)

Glossario dei simboli

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

Glossario delle avvertenze



Nota: Se una o più delle etichette usate per identificare un componente si stacca, contattare un responsabile dell'assistenza tecnica (FSE, Field Service Employee).

Etichetta	Traduzione (se applicabile)
EN61326—1, EN61326—2-6, CLASS A, GROUP 1, ISM-IVD EQUIPMENT	EN61326—1, EN61326—2-6, CLASS A, GROUP 1, ISM-IVD EQUIPMENT
IMPACT INDICATOR SENSITIVE PRODUCT WARNING	INDICATORE DI IMPATTO AVVISO PRODOTTO SENSIBILE Nota: Se l'indicatore scatta significa che il contenitore è stato fatto cadere o è stato trattato in modo inappropriato. Riportare il problema sulla Bolla di Consegna, quindi controllare se ci sono stati danni. Ogni reclamo relativo a danni da urti deve essere messo per iscritto.
IMPORTANT! RECORD ANY VISIBLE CRATE DAMAGE INCLUDING TRIPPED "IMPACT INDICATOR" OR "TILT INDICATOR" ON THE WAYBILL BEFORE ACCEPTING SHIPMENT AND NOTIFY YOUR LOCAL AB SCIEX CUSTOMER SUPPORT ENGINEER IMMEDIATELY. DO NOT UNCRATE. CONTACT YOUR LOCAL CUSTOMER SUPPORT ENGINEER FOR UNCRATING AND INSTALLATION.	IMPORTANTE! ANNOTARE EVENTUALI DANNI VISIBILI ALLA CASSA INCLUSI EVENTUALMENTE "INDICATORE DI IMPATTO" O "INDICATORE DI INCLINAZIONE" SCATTATI SULLA LETTERA DI VETTURA PRIMA DI ACCETTARE LA SPEDIZIONE ED INFORMARE IMMEDIATAMENTE IL RESPONSABILE DELL'ASSISTENZA CLIENTI AB SCIEX DI ZONA. NON DISIMBALLARE. CONTATTARE IL RESPONSABILE DELL'ASSISTENZA CLIENTI DI ZONA PER IL DISIMBALLAGGIO E L'INSTALLAZIONE.
MINIMUM OF SIX PERSONS REQUIRED TO SAFELY LIFT THIS EQUIPMENT	PER SOLLEVARE QUESTA APPARECCHIATURA IN SICUREZZA È RICHIESTO UN MINIMO DI SEI PERSONE Nota: Fare riferimento alle istruzioni per l'uso.

Glossario delle avvertenze

Etichetta	Traduzione (se applicabile)
TIP & TELL	Indicatore di inclinazione <hr/> Nota: segnala se il contenitore è stato inclinato o trattato in modo inappropriato. Riportare il problema sulla Bolla di Consegna e controllare se ci sono stati danni. Ogni reclamo relativo al rovesciamento deve essere messo per iscritto. <hr/>
TiltWatch PLUS ShockWatch	Indicatore di inclinazione <hr/> Nota: segnala se il contenitore è stato inclinato o trattato in modo inappropriato. Riportare il problema sulla Bolla di Consegna e controllare se ci sono stati danni. Ogni reclamo relativo al rovesciamento deve essere messo per iscritto. <hr/>
WARNING: DO NOT OPERATE WITHOUT FIRST ENSURING BOTTLE CAP IS SECURED.	AVVERTENZA: NON AZIONARE SENZA AVER VERIFICATO CHE IL TAPPO DEL FLACONE SIA BEN CHIUSO. <hr/> Nota: questa avvertenza è affissa sul contenitore di raccolta dei liquidi di scarico della sorgente. <hr/>
WARNING: NO USER SERVICEABLE PARTS INSIDE. REFER SERVICING TO QUALIFIED PERSONNEL.	AVVERTENZA: NON CONTIENE PARTI RIPARABILI DALL'UTENTE. AFFIDARE LA RIPARAZIONE AL PERSONALE QUALIFICATO. <hr/> Nota: Fare riferimento alle istruzioni per l'uso. <hr/>

Contatti

Formazione dei clienti

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

Centro di istruzione online

- [SCIEX Now Learning Hub](#)

Assistenza SCIEX

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

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

Sicurezza informatica

Per le ultime indicazioni sulla sicurezza informatica per i prodotti SCIEX, visitare il sito sciex.com/productsecurity.

Documentazione

Questa versione sostituisce tutte le versioni precedenti del documento.

Per visualizzare il documento in formato elettronico, è necessario che sia installato Adobe Acrobat Reader. Per scaricare la versione più recente, visitare il sito Web <https://get.adobe.com/reader>.

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

Per reperire la documentazione del prodotto hardware, fare riferimento al DVD *Customer Reference* fornito con il sistema o il componente.

Contatti

Nota: per richiedere una versione stampata gratuita del presente documento, contattare sciex.com/contact-us.
