

Thermo Q-Exactive 维修案例汇编

肖宏标

(智合科技(广州)有限公司, 广东 广州 510000)

摘要: 本文摘要了赛默飞世尔科技高分辨质谱仪 Q-Exactive 无法维持真空和 LTQ Orbitrap Elite HCD 校正无法通过的解决方案。

关键词: 高分辨质谱;液质联用仪;机械泵;氮气发生器

1 Thermo Q-Exactive 无法维持真空

1.1 故障现象

Q-Exactive 抽真空 5 分钟后 SourceTMP 控制器亮红灯, 约半小时后仪器自动关机, UHV TMP 控制器指示灯正常。

1.2 排查方向

- (1) 前级真空泄露
- (2) 前级泵(机械泵)异常
- (3) SourceTMP 或其控制器异常

1.3 排查过程

(1) 用 APCI 放电针堵住 Q-Exactive 离子传输管入口后抽真空, 抽真空正常, 这一步排除 SourceTMP 故障的可能。2 小时后, 开电子开关, 查看前级, $2.5\text{mbar} > 2\text{mbar}$, 偏高。烘烤 12h, 待真空读数稳定, 用氦气对 Q-Exactive 进行检漏。未发现漏点。

(2) 停机后检查各个接头, 重新如常抽真空, 半小时后仪器依然自动关机

(3) 使用真空计检测机械泵抽真空能力, 15pa , 符合机械泵厂家说明书的规定: 震气阀关闭的情况下低于 100pa 。

(4) 检查过程中发现机械泵油液面上下抖动明显, 明显异常。

(5) 更换机械泵后 Q-Exactive 真空正常, 调谐校正正常。

1.4 结论及总结

该故障为机械泵的抽真空能力不足所致。机械泵是按照抽速来划分的, 目前的机械泵测量工具通常测量的是抽真空后的结果, 并不能实际评价机械泵的抽真空速度这个关键性能。

2 Thermo LTQ Orbitrap Elite 校正项目 HCD 校正不能通过

2.1 故障现象

质谱的其他校正项目就能通过，但是无论正离子还是负离子 HCD 校正均无法通过

2.2 排查方向

- (1) 质谱信号强度及背景信号
- (2) HCD 碰撞气氮气的供应

2.3 排查过程

- (1) 查看校正液信号强度及背景信号均正常。
- (2) 分别开关 HCD 碰撞气，比较两者的真空差 ΔP ，偏小，说明进入 HCD 的氮气异常。调节 Orbitrap Elite 的碰撞气压力供应，直至 ΔP 在规定范围后，运行 HCD 校正均能顺利通过，但是此时压力表指示压力已超过建议的使用范围。
- (3) 判断为氮气发生器的氮气纯度不足导致在建议的压力范围内进入 HCD 的氮气“实际上的不足”所导致。
- (4) 考虑客户的实际使用情况，更改气路连接，HCD 使用压缩气瓶高纯氮（优于 99.999%），离子源继续用氮气发生器。

2.4 结论及总结

HCD 管路使用的是 Peeksil，管径很小且 Orbitrap 的 C-trap 和 HCD 均使用高电压，因此建议使用高纯氮气。使用氮气发生器给 HCD 及 C-trap 供气的情况下，要确保在高流量及高压下氮气输出的纯度，还要特别注意对其进行定期维护以确保氮气的质量。氮气纯度不足有可能造成管路堵塞，甚至 HCD、C-trap 内部放电造成不可逆损坏。