

液质联用仪不喷雾？无法进样？

张艳丽

(鹤壁市农产品检验检测中心, 河南 鹤壁 458030)

摘要: 本文针对液质联用仪不喷雾、无法进样等故障, 从喷雾针、气流、加热温度等 3 个方面来排查, 分析了液质联用仪的原理、电喷雾离子化原理、正负离子电路板原理等, 详细介绍了排查故障的思路, 提出解决办法。

关键词: 液质联用仪;不喷雾;无法进样

Is the liquid mass spectrometer spray free? Can't inject?

Zhang Yanli

(Hebi agricultural products inspection and testing center, Henan University, Hebi 458030)

Abstract: Abstract: in view of the failure of the liquid mass spectrometry (LC-MS) in spray and sample injection, this paper analyzes the principle of the LC-MS, the principle of electro spray ionization, the principle of positive and negative ion circuit board, etc. from the three aspects of spray needle, gas flow and heating temperature, and introduces the ideas of troubleshooting in detail and proposes solutions.

Key words: liquid mass spectrometry, no spray, no sample injection

液质联用仪 AB SCIEX 4500, 用来检测农产品中农残, 常用的标准是《食品安全国家标准 植物源性食品中 331 种农药及其代谢物残留量的测定 液相色谱—质谱联用法》GB23200.121-2021。近期出现进样品, 喷雾针不喷雾, 成液滴状滴下, 进样停止, 仪器质谱灯灭, 仪器报警。

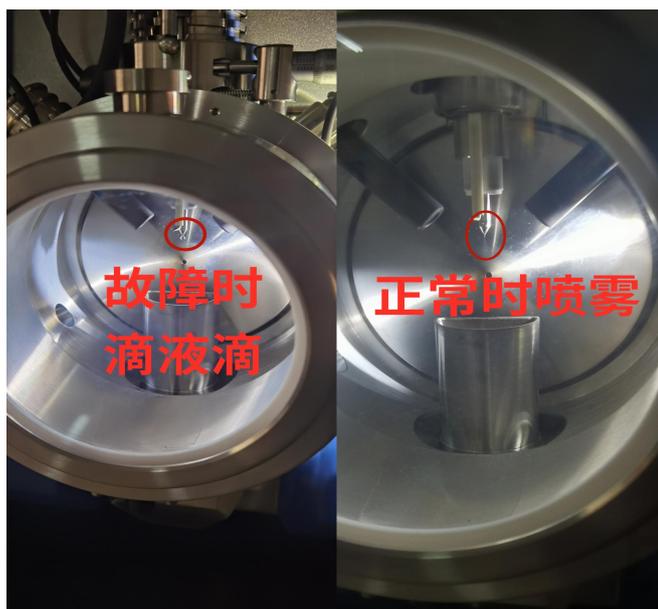


图1 故障现象

1 仪器条件

1.1 仪器

AB Sciex4500 高效液相色谱-串联质谱仪（配有电喷雾电离（ESI）源，美国 AB SCIEX 公司）。

1.2 色谱条件

色谱柱：Altantis T3 柱（50mm×2.1mm，3.0um）；柱温：40°C；流动相：A 相为水（含 0.01%甲酸（v/v）和 1mM/L 甲酸铵），B 相为纯甲醇。

梯度洗脱程序：0~2.0min, 90%A；5.0~12min, 5%A；12.1~13min, 90%A；流速：0.4mL/min；进样量：1μL。

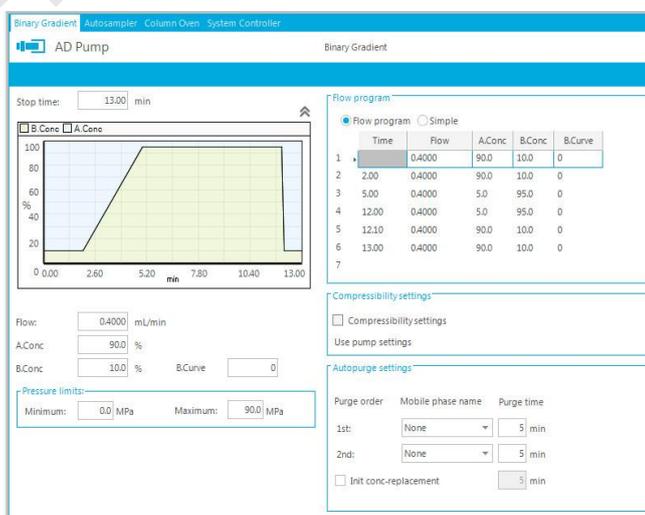


图2 流动相梯度

1.3 质谱条件

离子源：ESI；扫描方式：正负离子同时扫描。

正离子扫描；扫描方式：多反应监测（MRM）模式；电喷雾电压：5500V；雾化气压力：50psi；气帘气压力：30psi；辅助加热气：60psi；离子源温度：400°C；碰撞气压力：9psi。

负离子模式，扫描方式：多反应监测（MRM）模式；电喷雾电压：-4500V；雾化气压力：70psi；气帘气压力：30psi；辅助加热气：70psi；离子源温度：620°C；碰撞气压力：9psi。

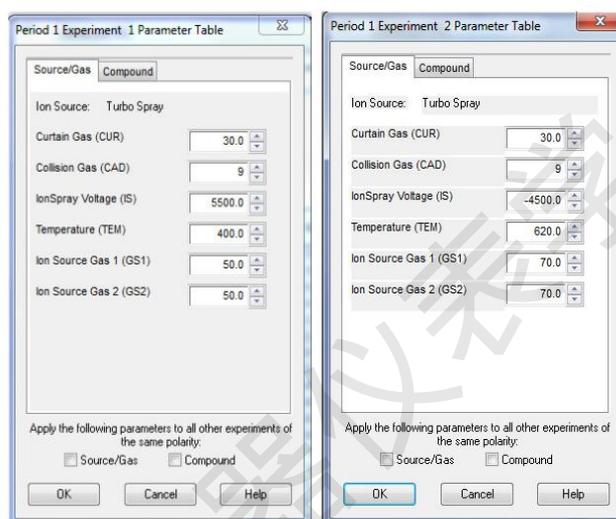


图3 质谱条件

2 排查思路

根据 ESI 原理来维修。ESI 是在高静电梯度（约 4kV/cm）下，使样品溶液发生静电喷雾，在干燥气流中（近于大气压），形成带电雾滴，随着溶剂的蒸发，通过离子蒸发等机制，生成气态离子，以进行质谱分析的过程。

故障是无法形成喷雾，那么从以下三个方面来排查，一是喷雾针是否堵塞；二是是否有干燥气流；三是是否有加热温度。

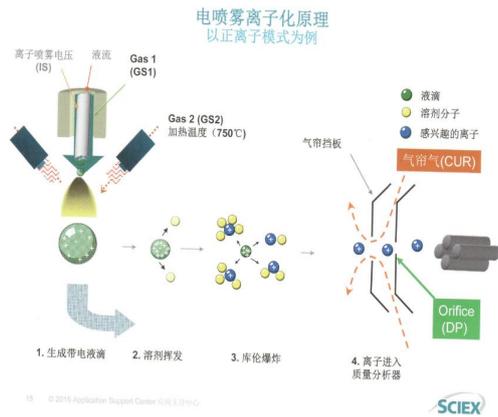


图 4 电喷雾离子化原理（以正离子模式为例）

2.1 检查喷雾针

卸下喷雾针，没有发现异常，清洗喷头，重新安装。故障依旧。



图 5 清洗喷头

2.2 检查气流

将仪器的前面板打开，可以看到 GAS1 喷雾气、GAS2 辅助加热气，将两个气管接在 GAS1、GAS2 上，引到仪器外面，装上面板，装上离子源，平衡仪器，可以看到两个气管有气体出来，说明气流没有问题。

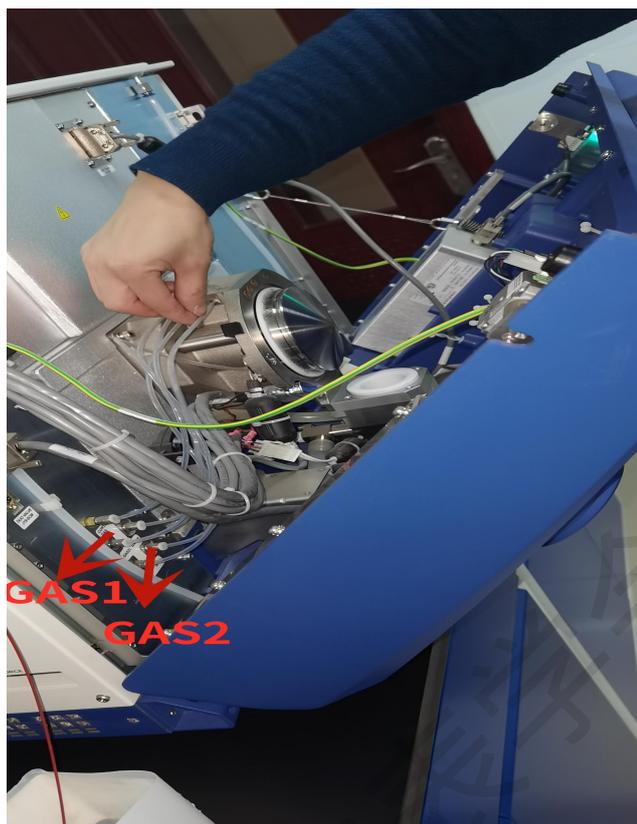


图 6 接出 GAS1、GAS2 气路

2.3 检查加热温度

1) 调用正离子方法

调用方法，平衡仪器 1min，温度 Temperature(TEM)温度为 35°C，不升温，会是温控板坏了吗？调用只用正离子模式的方法，发现温度可以升到 300°C，还能正常喷雾，能正常进样品，出峰也正常。

2) 调用负离子方法

把正常使用的正离子方法中，Polarty 中 Postive 正离子模式改为 Negative 负离子模式，其它不变，调用该方法，温度不升温，喷针出液滴，故障重现。

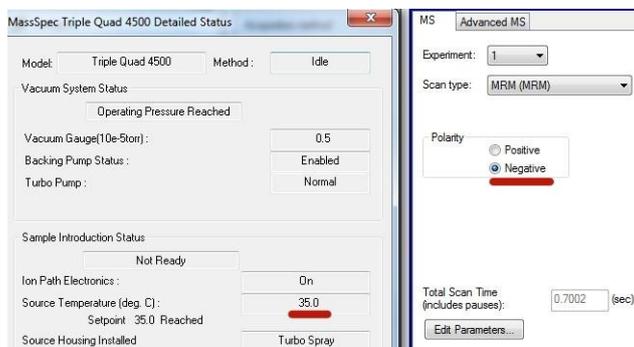


图 7 温度不升温

3 维修过程

通过以上排查，判断喷针、气流、温度等没有问题，是负高压出现问题，负离子模式时没有电压，不能升温。

与厂家联系后，工程师上门更换 ASSY HVPS MODULE 电路板，调谐后，用正负离子模式混采的方法进样品，一切正常。



图 8 维修更换电路板

4 总结

仪器出现故障后，维修思路很重要，要根据仪器原理与结构进行排查，会很快找到故障原因。正负离子混采的一个方法中，正负离子的电压值、温度、气流等参数最好一致，仪器频繁在多个不同参数来回切换，容易损坏电路板。

感谢河南胜捷特仪器有限公司周华亮工程师，带着我对液质联用仪进行各种排查，让我学到正确的排查思路，得到准确的故障原因，便于我与 AB 公司的工程师进行顺利沟通。

最后感谢周华亮工程师与 AB 公司的齐小诚工程师，你们让我看到了仪器人精益求精、为客户用心服务的精神。