

气相色谱-质谱联用仪调谐操作的注意事项

谯应召

(山东化工研究院, 山东 济南 250013)

摘要: 气相色谱-质谱联用仪进行数据采集之前, 需要对质谱部分工作状态进行调整和校准, 保证质谱仪能够正常和正确的工作, 对质谱仪的调整和校准操作称为调谐。此外通过对调谐结果报告的评价, 可以对质谱仪的工作状态作出判定, 以确认质谱仪是否存在污染或者故障, 以及是否需要对质谱仪进行维护。

关键词: 气相色谱-质谱联用仪;调谐

1 简介

使用气相色谱-质谱联用仪进行分析时, 进样分析之前的质谱调谐是至关重要的。常见情况下, 利用调谐标准品 (常见的调谐物质为全氟三丁胺, PFTBA) 的直接进样, 质谱仪系统自动进行调整和校准, 直至质谱仪的状态至良好的工作状态。

常见型号的气相色谱-质谱仪的质谱单元部分中会安装有装填 PFTBA 液体的石英容器, 平时用电磁阀开关将其密封。在调谐状态下色谱-质谱系统会开启电磁阀, 释放 PFTBA 样品的蒸汽持续挥发进入到质谱仪中。在此期间, 质谱仪的电气系统会不断调节施加在离子源、电子透镜和四级杆上的电压, 并检查质谱最终的输出质谱谱图, 直至输出信号符合调谐要求。

调谐过程中, 需要尽可能减少来自其他部件或者环境的干扰。例如色谱系统存在污染、色谱柱不良、严重漏气、真空度不良、载气不良, 都有可能导导致调谐的失败。

色谱工作者启动气相色谱-质谱联用仪之后, 需要操作仪器降低色谱柱、进样口、GC-MS 接口的温度, 色谱柱也需要事先老化良好, 避免将污染物引入 MS。

等待质谱仪充分抽取真空 (一般抽真空数小时) 之后, 首先检查质谱系统是否存在真空泄漏, 如果存在真空泄漏, 需要彻底解决之后再进行自动调谐。

以 Shimadzu 的气相色谱-质谱联用仪为例, 系统自动调谐完毕会得到如下图所示的调谐报告, 比较方便的可以直接读出调谐的评价结果——调谐结果是否符合程序的要求。

综合评价: 通过

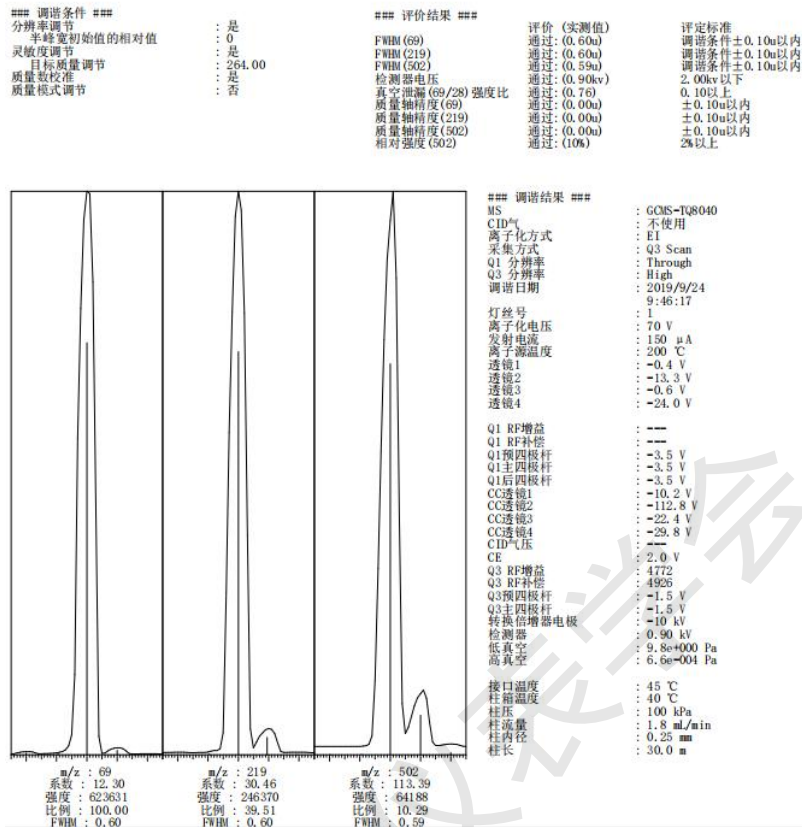


图1 调谐报告示例

调谐报告需要进一步进行分析和解读,某些参数和指标比较重要,需要特别注意。另外某些参数或指标相对要求较低。

1.1 质量轴准确度

质量轴准确度指的是调谐之后获得的质谱图中重要离子碎片的质量数值与理论值之间偏差。此偏差数值不可以超过 0.1u,否则会严重影响质谱分析的定性和定量。

1.2 质谱分辨率

系统采用 FWHM (质谱半峰宽) 的办法来考察质谱分辨率。自动调谐默认条件设定 FWHM 数值为 0.6,调谐结果中的 FWHM 数值必须介于 0.5-0.7 之间。

另外 m/z=502 和 503 两个质谱峰的分离情况非常重要,用来考察在使用 PFTBA 调谐情况下高质量数端的质谱分辨率。

1.3 质谱峰强度和检测器电压

如果质谱仪系统存在污染等不良问题,检测器电压一般会增大,此参数相对不太重要,是评价质谱仪是否需要维护的依据。

1.4 高端质量数强度

如果检测器性能下降，往往会观察到高端质量数质谱峰强度的下降。质谱图中的 $m/z=502$ 质谱峰强度的丰度值不可以低于 2%，否则进行高分子量样品检测时，容易出现灵敏度不足的问题。如果出现 $m/z=502$ 质谱峰强度低于 2% 的现象，一般存在质谱系统的污染或者电子倍增器的性能下降。

1.5 $m/z=28$ 质谱峰与 $m/z=69$ 质谱峰的强度比例

质谱系统通过检查此参数的数值，来判定系统是否存在真空漏气，此参数容易受到环境等因素的干扰（例如气源不良、系统污染、系统外接设备干扰等），需要具体问题具体分析，此参数的数值不必过分追究。

2 小结

概述气相色谱-质谱联用仪调谐操作的基本原理和注意事项。

中国仪器仪表表学