

气相色谱-质谱联用仪进行真空泄漏检查时需要注意的问题

譙应召

(青岛科技大学, 山东 济南 250014)

摘要: 以 Shimadzu 气相色谱-质谱联用仪为例, 简述质谱仪在进行真空泄漏检查时需要注意的问题。

关键词: 气相色谱-质谱联用仪;真空泄漏;检查

1 检查方法

色谱工作者需要特别重视气相色谱-质谱联用仪启动之后的泄漏检查。质谱部分的泄漏会影响真空, 而真空对于气相色谱-质谱分析而言至关重要。

不良的真空会使质谱系统内待测离子的平均自由程缩短, 从而导致分析灵敏度的降低甚至造成待测物质不能出峰。从仪器的角度来说, 真空不良可能会导致硬件污染和寿命缩短(包括真空规、灯丝、电子透镜、质量分析器、电子倍增器等各个部件); 也可能致使质谱仪不能完成正确的调谐。

气相色谱-质谱联用仪开机抽取真空稳定数小时之后, 对于 MS 部分是否泄漏的判定, 也是 GCMS 工作者最容易遇到的问题。一般采用水、空气、PFTBA 各物质的 MS 峰强度对应关系来判定系统是否泄漏, 各个仪器厂家有自己不同的判定依据。

死记硬背判定“真空泄漏的判定标准或者依据”对于色谱工作者来说是不可取的, 关键的是对原理的把握。暂时以 Shimadzu 的 GCMS-QP2020 为例来说明这个问题。

质谱仪是工作在“真空”之下的, 所谓的漏气即指外界有空气进入到 MS 系统之中, 那么必然会在 GCMS 工作站上观测到强度较大的氧气、氮气(或者氩气、二氧化碳)信号, 问题的关键是如何定义“强度较大”的信号。

此外 MS 部分处于不断供给载气的状态下, 载气(包括色谱柱)的质量也会对漏气判定带来影响。如果载气中含有微量氮气、甚至空气杂质, 都会导致真空泄漏检查的操作失败。

如图 1 所示, 色谱工作者开启灯丝后, 在 GCMS 工作站的调谐窗口(监视组为水、空气)可以观测到水、氮气、氧气的质谱峰。

按 Shimadzu 公司的判定依据 1, $m/z=28$ (氮气) 的质谱峰强度大于 $m/z=18$ (水) 质谱峰强度的 2 倍, 即可能存在泄漏。

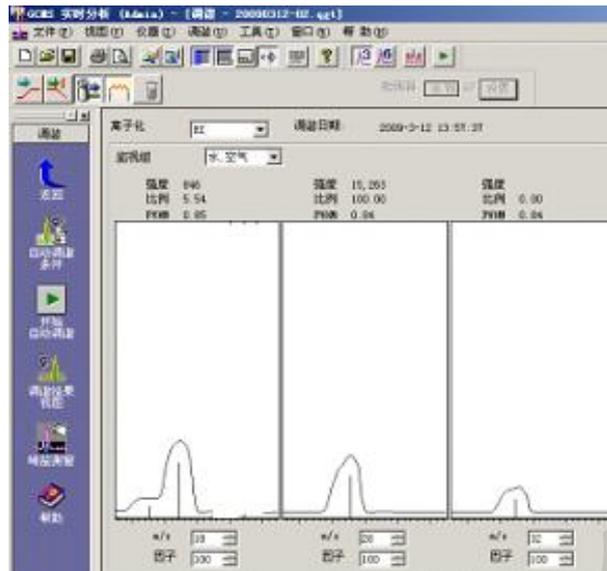


图 1 判定依据 1

当判定依据 1 不满足时，需要再考察判定依据 2，即氮气和 PFTBA 的质谱强度关系。按 Shimadzu 公司的判定依据 2， $m/z=28$ （氮气）的质谱峰强度大于 $m/z=69$ （水）质谱峰强度的 2 倍，即可能存在泄漏。

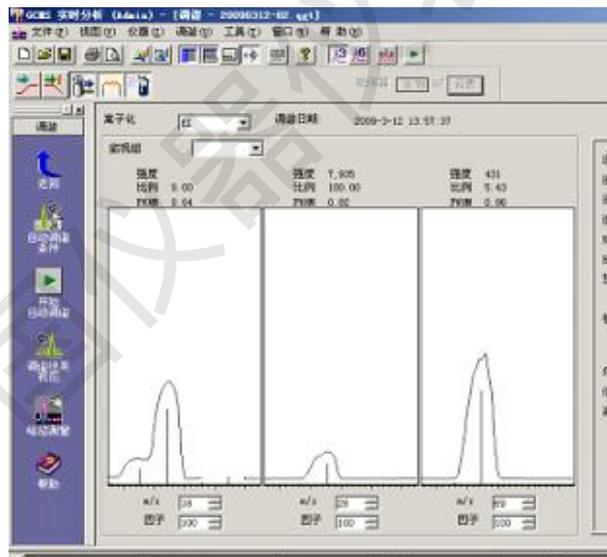


图 2 判定依据 2

当两条依据均不能满足时，即氮气信号的强度大于水和 PFTBA 信号强度的两倍时，系统可能存在真空泄漏。

但实际工作中，色谱工作站需要特别注意 MS 真空泄漏检查中的下列常见问题：

1.1 氮气峰的绝对强度

考察各个质谱峰强度的相互关系之前，需要注意的是氮气的绝对强度数值。如果氮气质谱峰的绝对强度数值较小，如图 1 中的强度数值只有 10000 左右，就基本可以判定质谱仪不

存在真空泄漏。

1.2 氮气峰和氧气峰的相对强度关系

根据原理，如果 GCMS 存在泄漏，必然会同时观测到较强的氧气和氮气信号（强度比例接近 1:4）。如果只观测到较强的氮气峰信号，而氧气信号的绝对强度值极低，那么质谱仪肯定不存在真空泄漏。

需要考虑较强的氮气信号是否来自载气或者气路，尤其是气路上的净化器。质量不良的氮气中可能存在微量氮气，仪器系统的气路中安装的气体净化器中可能积存有一定量的氮气，均会干扰真空泄漏检查的判定。

1.3 水峰的强度

水峰的强度与仪器工作环境有关系，在考察水峰与氮气峰强度关系时，需要予以考虑。

仪器长时间开机和维护之后再次开机之后（尤其是维护时，环境湿度较大），水峰强度差异可能会很大。如果环境空气中湿度较大，那么再次开机之后执行真空检漏，就会观察到强度较大的水峰信号，反之如果环境湿度较低，水峰信号强度会较低。

1.4 载气

如果载气质量较差，含有氮气、氩气、氦气等杂质，会对真空泄漏检查带来干扰。尤其是载气中含有微量空气，就更难以判定系统是否真正存在真空泄漏。

可以考虑使用提高进样口压力（即升高色谱柱流量的方法）的办法来考察载气中是否存在干扰性杂质。当进样口压力提高，如果伴随有氮气或氧气峰强度增加现象，即可以认为载气不良的可能性较大。

1.5 吹扫不足

怀疑漏气时，将进样口流量设定为较大数值，吹扫若干秒，如果观测到氮气氧气峰的降低，可能原因是开机时间较短，对管路吹扫不足，系统管路中尚存有微量空气。

2 小结

气相色谱-质谱联用仪的真空泄漏检查工作中，对于原理的把握更加重要。