

影响气相色谱仪-质谱联用仪灯丝寿命的因素

谯应召

(青岛科技大学, 山东 济南 250014)

摘要: 气相色谱质谱联用仪 EI 离子源灯丝的基本工作原理, 和影响灯丝寿命的主要因素色谱工作者在使用气相色谱——质谱联用仪的 EI (电子轰击) 电离源进行分析工作时, 经常会遇到灯丝寿命较短的问题, 往往难以达到厂家标称的寿命。

关键词: 气相色谱仪-质谱联用仪;灯丝寿命

1 原因分析

造成灯丝寿命较短的主要原因是什么, 想要解决这个问题, 首先要掌握灯丝的工作原理。在电子轰击电离源 (EI) 模式下, 灯丝以恒电流方式工作, 如图 1 所示:

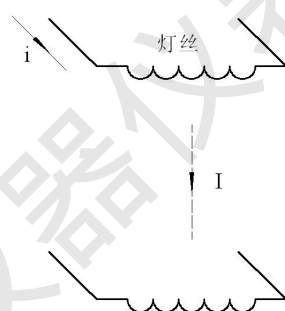


图 1 EI 离子源灯丝工作原理

图 1 中上方的为发射灯丝, 下方为接收灯丝, 在 EI 工作模式下, 气相色谱-质谱联用仪的电气系统提供给发射灯丝较大的工作电流 i , 发射灯丝在电流作用下温度升高并发射出电子 (某些型号的 GCMS, 我们可以观察到灯丝温度升高之后的发光现象), 在电场——磁场的的作用下, 电子连续向接收灯丝运动, 产生灯丝发射电流 I 。

分析工作过程中, GCMS 电气系统控制电流 I 值固定不变, 当 I 值由于各种原因发生减小时, 系统会自动增大灯丝的供给电流 i , 使得灯丝发射电流 I 值恢复到设定值。

提高发射灯丝供给电流 i , 会获得更高的灯丝发射电流 I , 也会导致更高的灯丝温度。发射灯丝的工作温度越高, 消耗越快, 发射灯丝的寿命就会越短。

灯丝发射电流存在空间内的物理或者化学的阻碍因素, 都会导致灯丝发射电流 I 的减小, 如图 2 所示。

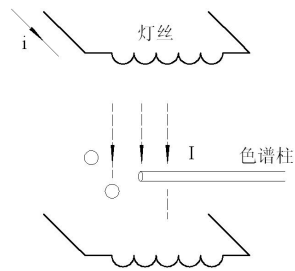


图2 使灯丝发射电流减小的因素

常见的导致灯丝发射电流 I 减小的来源有：

1 安装位置

灯丝的物理安装位置不良，色谱柱伸入 MS 检测器长度过大。此时发射电子束收到色谱柱的阻挡，不能完全抵达接收灯丝。

2 污染

离子源和色谱系统的污染物质，会消耗灯丝发射电流。

3 色谱柱不良

色谱柱流出的污染物，会消耗灯丝发射电流。

4 载气不良

载气中含有较多杂质，不良的氦气中经常可以检测到氩气、氖气、氙气等杂质），消耗灯丝发射电流

5 分析方法

分析方法中设定了过短的溶剂切除时间。样品中的轻溶剂流过检测器时，会大量消耗灯丝发射电流，此时应该关闭灯丝，此操作称为溶剂切除时间。

分析方法中使用了较大的灯丝电流。灯丝电流越大，分析灵敏度越高。在满足分析要求的情况下，应该尽可能使用较低的灯丝电流。

质谱时间程序不良，当样品中的高含量组分流过检测器时，没有及时地关闭灯丝。这种情况下会造成灯丝的消耗。

6 样品问题

样品量过大（较大的进样量不仅会损伤灯丝，还会损伤 MS 后端的检测器）；

2 小结

GCMS 分析时，需要严格控制分析环境和分析条件。

除了使用高质量载气，老化良好的色谱柱，还可以考虑使用 MS 程序的方法，以延长灯

丝的寿命。

中国仪器仪表学会