

# 气质联用仪不出峰？一波三折的维修案例

张艳丽，刘小丽，王丽娟，张斌

(鹤壁市产品质量检验检测中心，河南鹤壁 458000)

安捷伦气质联用仪 7000d，用来做农产品中农残检测，进样品后不出峰，本以为是一个简单的问题，谁知道维修起来并不容易，把维修过程分享给大家。

## 1 故障现象

气质联用仪 7000D，开机正常调谐正常，进了 8 个样品以后，基线噪音很高，不出峰。进 18 种混合标液，也不出峰。

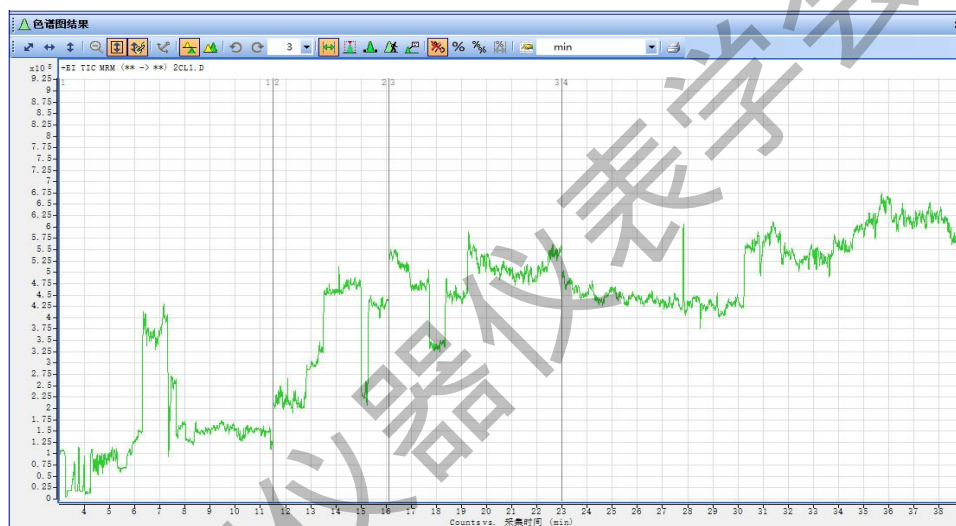


图 1 进样后不出峰

## 2 解决思路

不出峰的原因很多，排查思路大多从气路、进样口、色谱柱等排查，然后再查找离子源污染、硬件等原因。故障排查是先易后难，先从不用关机的部件查起，比如气路、进样口等，如果不行，就要关机重接色谱柱、清洗离子源等。

## 3 维修过程

### 3.1 检查气路

检查氮气、氦气钢瓶，检查脱水管脱氧管，均无异常。

### 3.2 检查进样针

取下进样针，清洗，无异常。

### 3.3 检查色谱柱

检查进样口色谱柱，尺寸与石墨垫均正常，关机放空，把接质谱端的色谱柱重新安装。

### 3.4 HED 异常

开机抽真空后调谐，调谐显示，HED 打开时的脉冲计数 10904，关闭时的脉冲计数 0。微信小程序咨询安捷伦工程师，初步判断为 HED 污染或损坏。

HED 的作用是把离子转换成电子，离子打上去，会激发出电子，如果是做正模式，HED 加的是-10KV 高压，如果是做负模式，HED 加的是正 10KV 高压。HED 污染后会显示脉冲计数增多，正常情况应该是 0 或个位数。

### 3.5 工程师上门维修，HED 清洗过程如下

①仪器放空关机后打开放空阀将真空腔完全放空，关闭高纯氮气，从黑色球阀处断开气路，仪器端用死堵堵住防止灰尘污染，另一端安上枪头，等 HED 清洗后，进行吹扫。

②在质谱仪端拧开后侧板对脚的两个固定螺栓，将后侧板与仪器的连接线全部移除，完全打开后侧板并将后侧板取下来，拆下电子倍增器，再卸下高能打拿极。

③用棉签沾异丙醇擦拭金属圆凹面和四周，包括 HED 的金属连接线，还要擦拭安装 HED 的腔体，擦拭电子倍增器外周金属表面和红色连接线，最后需用流动的异丙醇倒置冲洗 HED 凹面和电子倍增器圆孔。

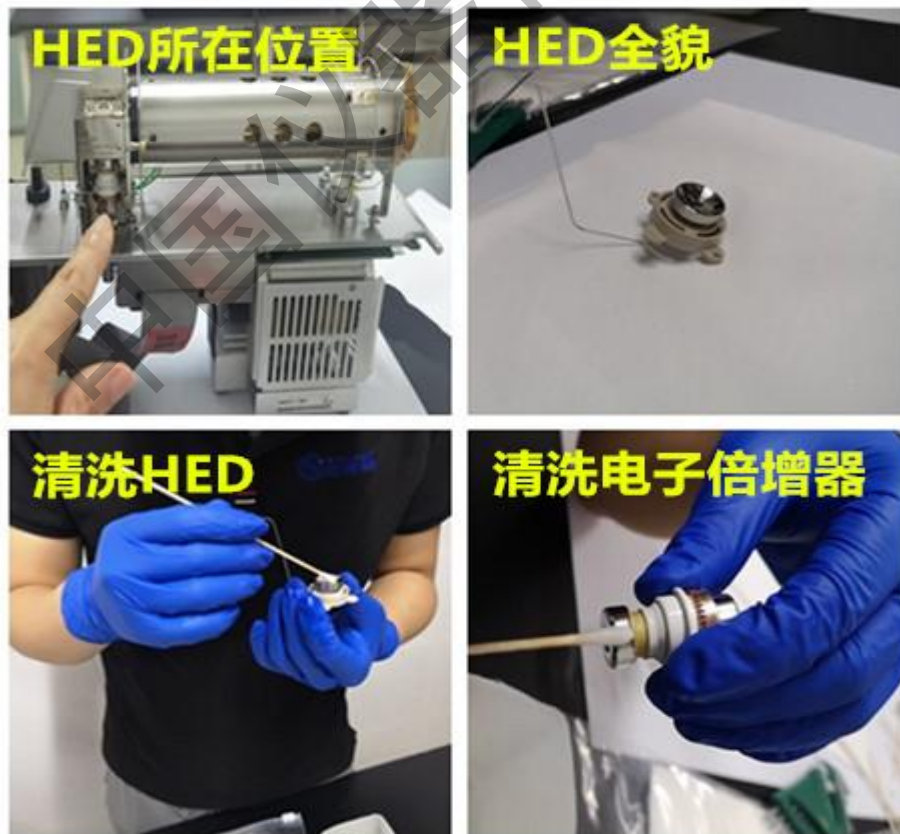


图 2 HED 清洗过程

④用氮气完全吹干 HED 和电子倍增器，安装时需棉签擦拭 HED 腔体使其完全干燥。

⑤开质谱仪抽真空，有严重漏气现象，整体取下后侧板，用无尘布沾异丙醇将腔体钢板上黑色橡胶印记擦拭干净，用干无尘布将黑色密封圈擦拭一遍。



图3 工程师维修 HED

⑥重新开机抽真空，待仪器真空状态稳定后调谐，HED 打开时的脉冲计数为 2，关闭时的脉冲计数 0,顺利通过。进 18 种混合标液，出峰正常。

**诊断信息**

清洗HED前

检测器暗电流检查: 基线 390, 阈值317, HED 打开时的脉冲计数 10904, HED 关闭时的脉冲计数 0

检测器暗电流检查: 基线水平或变化无法预估

空气/水检查: H2O 7.14% (<=20.00%), O2 1.11% (<=2.50%), N2 4.14% (<=10.00%)

**诊断信息**

清洗HED后

检测器暗电流检查: 基线 387, 阈值323, HED 打开时的脉冲计数 2, HED 关闭时的脉冲计数 0

空气/水检查: H2O 10.23% (<=20.00%), O2 0.90% (<=2.50%), N2 3.35% (<=10.00%)

图 4 清洗前后 HED 脉冲计数比较



图 5 清洗前后 HED 出峰情况比较

## 4 离子源污染

本以为问题到此就解决了，调谐时出现新问题，219 离子的丰度比低于 40%，其它离子的丰度比也较低，说明离子源污染了，需要清洗离子源。自己动手清洗离子源，但因为是第一次清洗离子源，出现的问题并不少。

### 4.1 拆卸离子源注意事项

①准备工具包，无尘布、铝粉、6 个小烧杯、清洗溶剂、棉签等。按照硬件说明书拆卸离子源，或观看拆卸视频。

②拆卸时一定要拍照片或拍视频,这样安装时会容易些。

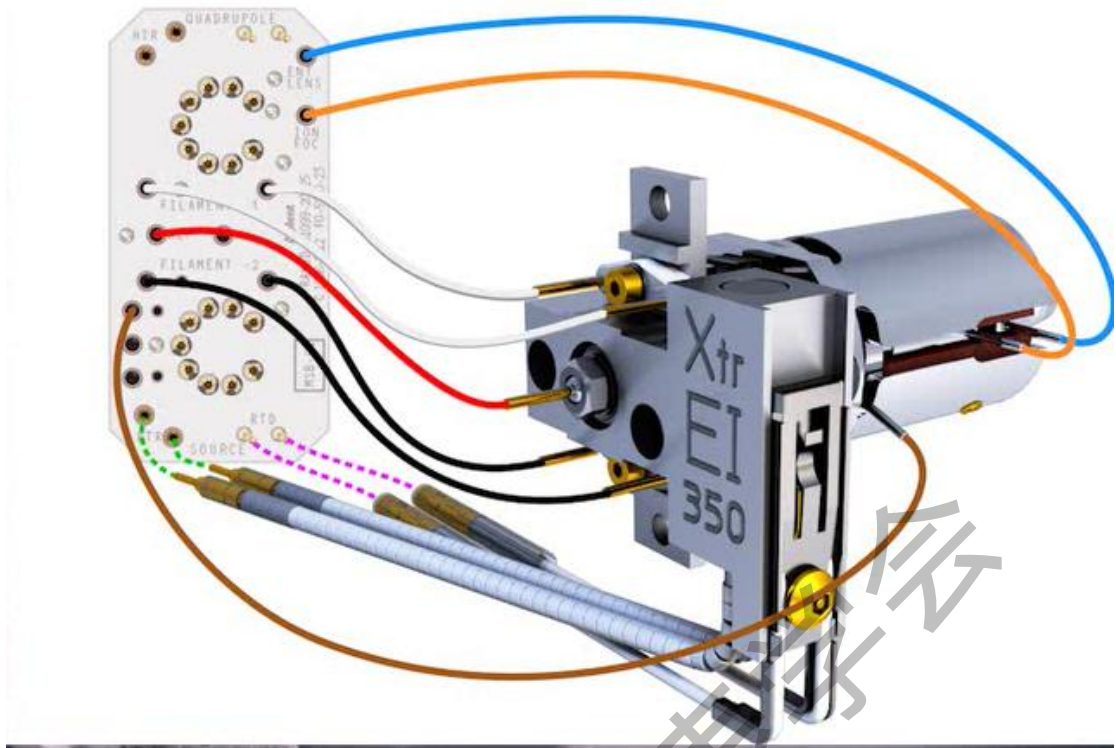


图6 离子源接线图

③重要的是所有陶瓷片、入口和离子聚焦镜绝缘体，离子加热块，所有的螺母和灯丝都应该放置在一张干净无尘布上，并且避免与任何溶剂接触。

④将金属元件分离开来有助于更加容易地清洗离子源。

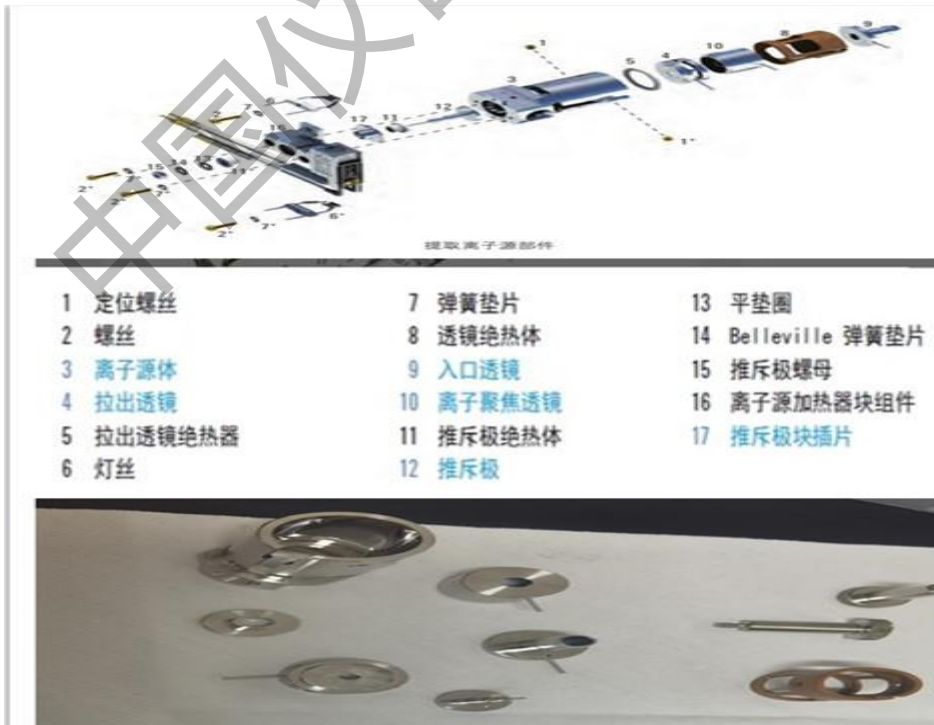


图7 离子源部件图

## 4.2 离子源安装注意事项

①透镜绝缘体使用时间长了，老化韧性差，只能用一个手拨开，万不可用两手掰，容易断裂。

②固定灯丝的螺丝上面是一个垫圈，固定推斥极螺丝上面是两个垫圈，大的在下面，小的在上面。（拆卸时大的垫圈可能会留在孔中，可以用镊子夹出来。）

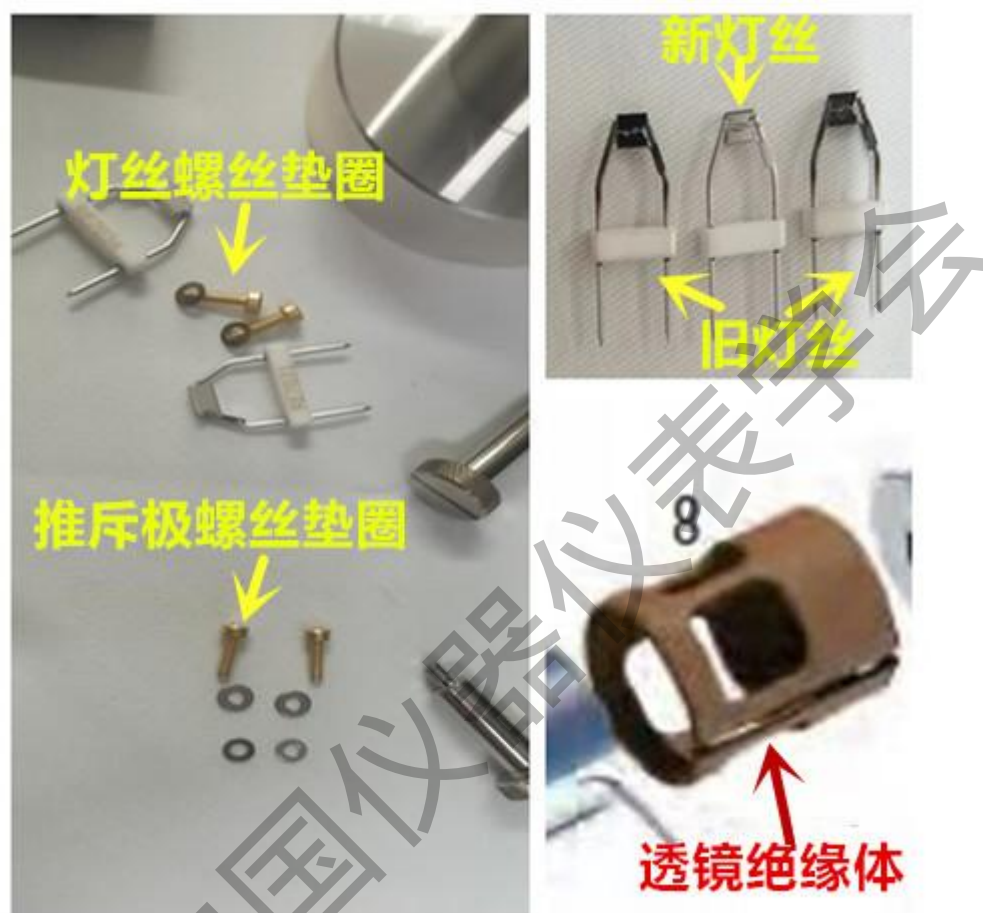


图8 垫圈、灯丝、透镜绝缘体

③安装离子源时，先检查线路，不要让连接线弯曲在离子源内腔内，影响离子源进入腔体。

④拉出透镜的针所在位置很重要，如果针的位置太靠近腔壁，连接线插不上，这时需要拆卸下来，拧松离子源体的黄色定位螺丝，可以调整拉出透镜针的位置。



图9 拉出透镜的位置

⑤侧门上的密封圈上只要沾了一点点肉眼无法察觉的毛发或绒线就会引起漏气。需要用无尘布将黑色O型圈擦拭一遍，再开机抽真空。

## 5 调谐报错

安上离子源后，抽真空过夜，进行空气、水检查，氮、氧、水都能通过。但调谐时报错，“检测到仪器故障 1.2 离子体驱动程序无法维持请求的电压”。咨询安捷伦工程师张哲与陈康康，认为是离子源漏电，需要重新拆开再安装。同时让检查质谱端的白色陶瓷管，是否安装好。

- ①将离子源拆卸，拆开后用甲醇、丙酮、正己烷等溶剂各清洗 2 遍。
- ②晾干后安装。
- ③将质谱端的白色陶瓷管取下来，上面有黑色的脏点，用绿色砂纸进行打磨，重新装回去。



图 10 故障提示与打磨白色陶瓷管、清洗离子源

### 5.1 灯丝 1 调谐不通过

重新开机抽真空，空气、水检查通过，灯丝 1 调谐不通过，因为灯丝 1 与灯丝 2 是新换上的，排除灯丝损坏的原因，换成灯丝 2 调谐可能通过，又换成灯丝 1，调谐通过了，咨询安家工程师，认为是软件有 BUG，要进行升级。



诊断信息

灯丝1第1次调谐

检测器暗电流检查: 基线 380, 阈值332, HED 打开时的脉冲计数 2, HED 关闭时的脉冲计数 0  
空气/水检查: H2O 8.22% (<=20.00%), O2 84.09% (<=2.50%), N2 313.40% (<=10.00%)

诊断信息

灯丝2调谐

检测器暗电流检查: 基线 380, 阈值336, HED 打开时的脉冲计数 4, HED 关闭时的脉冲计数 0  
空气/水检查: H2O 5.40% (<=20.00%), O2 0.70% (<=2.50%), N2 2.62% (<=10.00%)

诊断信息

灯丝1第2次调谐

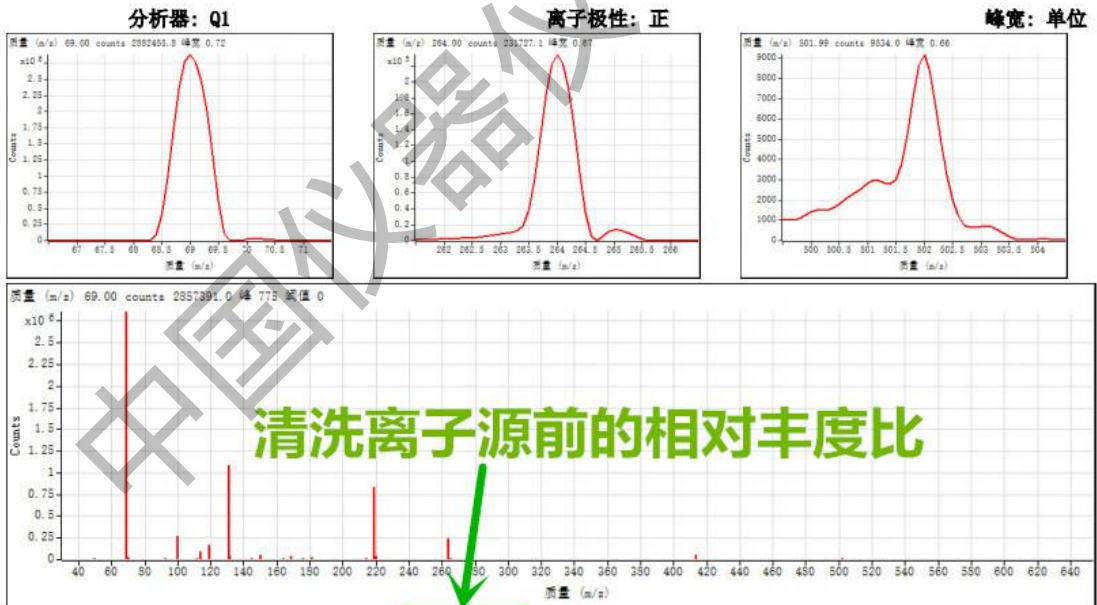
检测器暗电流检查: 基线 386, 阈值333, HED 打开时的脉冲计数 3, HED 关闭时的脉冲计数 0  
空气/水检查: H2O 5.21% (<=20.00%), O2 0.58% (<=2.50%), N2 2.17% (<=10.00%)

图 11 灯丝 1 与灯丝 2 的调谐比较

比较了清洗离子源的离子相对丰度比, 相对丰度比有大幅度提升, 见下图。进 18 种混标, 出峰正常, 峰尖锐, 峰高与峰面积增大不少, 仪器恢复正常。

三重四极杆 GC/MS 自动调谐 报告

仪器名称	GC-QQ / US1733U003	MS 型号	7000D
调谐日期和时间	2023/7/19 8:30:27	离子源	带有拉出透镜的 EI
调谐文件	D:\MassHunter\GCMS\1\7000\atunes.ejex.tune.xml		



仪器名称  
调谐日期和时间  
调谐文件

GC-QQ / US1733U003  
2023/8/2 8:46:42  
D:\MassHunter\GCMS\1\7000\tunes.eiex.tune.xml

MS 型号  
离子源

7000D  
带有拉出透镜的 EI

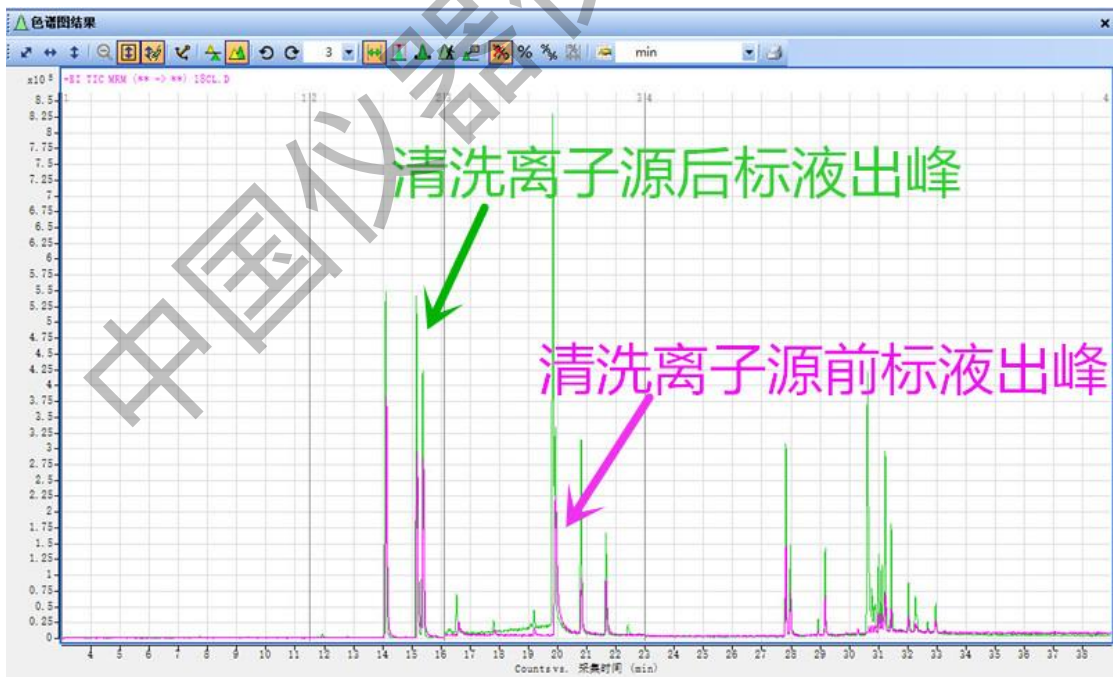
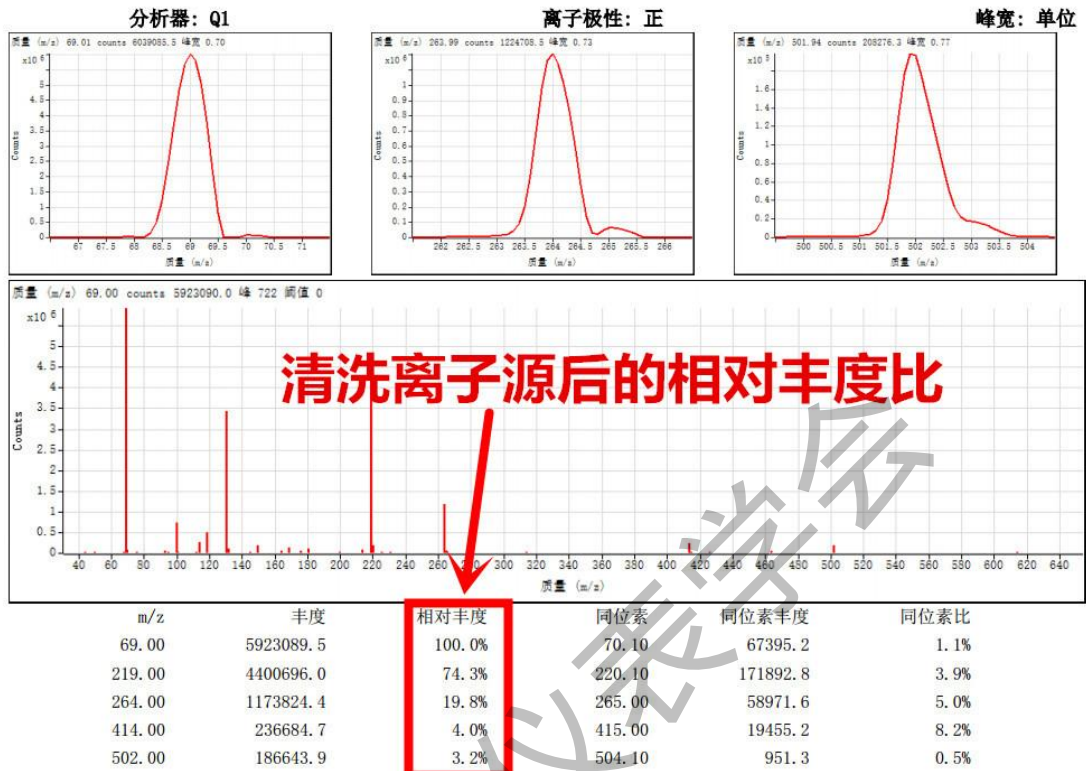


图 12 清洗离子源前后情况比较

## 6 总结

仪器进样后不出峰，是常出现的问题，但像这样 HED 与离子源同时污染的情况，还是

少见。我们自己动手清洗离子源，出现不少问题，走了很多弯路，通过工程师耐心解答，逐一得到解决。通过此次维修，提高了动手能力，提升了维修水平。



图 13 同事们拆卸离子源

仪器使用过程中会出现各种故障，在解决过程，一是要依赖信任工程师，他们经验丰富，给出的指导意见大多是正确的；二是动手拆卸时，要做大量工作，比如看厂家的拆卸视频或上论坛看网友们关于拆卸离子源的文章，还要拍照或视频，防止安装时多或少零部件，这点很重要。故障排除后一定要及时总结经验教训，形成文字或视频，下次再出现此类故障后，找到资料，会很快排除，这也是积累经验的重要途径。

感谢河南胜捷特仪器有限公司的李海龙工程师，上门维修清洗 HED 期间，耐心细心的解答我们提出的问题，并传授一些维修经验与技巧。

感谢安捷伦公司的张哲与陈康康工程师，通过微信小程序或微信，不厌其烦的回答我们提出的问题，远程指导我们进行离子源的拆卸与清洗，出现问题后及时回复，才让问题很快得到解决。

中国仪器仪表学会