



Answers for Science.
Knowledge for Life.™

寻求科学的答案
探索生命的奥秘



三重四极杆/QTRAP®仪器常见故障排除以及日常维护

龙志敏

常见故障排查

联机问题

质谱没信号

信号降低

重现性降低

日常使用与维护

常见故障排查

1. 联机问题

1) Analyst 软件死机。

原因：可能是鼠标点击过快；通讯出错；

故障排查：

a) 去激活hardware，关闭软件。

如不能正常去激活hardware，关闭软件，则需在任务管理器中强制关闭软件。

（不能正常去激活的原因可能是：仪器没有standby, 或者是T键没点起来）

b) 找到电脑桌面上的service软件，点击打开，找到Analyst service，然后双击restart。

c) 正常打开Analyst软件，正常激活hardware.

如果双击hardware configuration 没弹出正常的硬件配置窗口，而是弹出一个窗口提示正在寻找硬件，而且长时间没有变化，则需关闭软件，重启电脑。

如果重启电脑还出现以上错误，则需重启质谱。

常见故障排查

2) HPLC 联机问题

a) LC/MS无法激活。

在Analyst 软件中，激活mass only 配置，如不能激活，则重启软件，如不能，则重启电脑，如还不行，则重启质谱。

如能激活质谱，而LC/MS的配置不能激活，则为HPLC 的联机问题，检查HPLC 各模块是否开启。重启HPLC 个模块，待自检程序完成后，重新激活LC/MS 配置。

如重启液相之后，还不能激活液相，则查看LC/MS配置，查看IP地址，或者自己重新新建一个LC/MS配置。

b) 换流动相，打开purge阀，purge流动相之后，无法平衡流动相，液相不泵液。

软件去激活，重新激活LC/MS即可。

c) DAD与质谱不同步

调低DAD的采集频率。

d) LC/MS能激活，但无法运行batch

查看你的液相方法，方法是否选择LC Sync. 如为Waters液相，则需尽量避免单独打开液相控制软件

常见故障排查

3) 质谱联机问题

- a) 如能正常激活，观察analyst软件右下角， 仪器状态栏是否显示为绿色。如果为红色，双击图标，观察出现的错误信息。看看喷雾电压是否正常，看看仪器右侧fault灯是否闪红灯。如果是喷雾电压出错，则需重新安装ESI probe，以排查接触不良，如重新安装也不能解决问题，则重启质谱。检查exhaust 排废弃管路是否堵塞，重新整理管路
- b) 如能正常激活，观察analyst软件右下角， 仪器状态栏是否显示为黄色，且无法在tune模式下，点下T，仪器提示instrument is busy。则需查看气路供应是否充足，各气路压力是否调节正确。Gas1/gas2 100psi(0.7Mpa); curtain gas 60psi(0.4MPa); exhaust gas60 psi(0.4MPa)。

常见故障排查

2. 质谱没有信号

在和工程师联系之前，首先确定出现此现象的时间，是正在工作时突然出现，还是一段时间没用仪器，再开机后出现的，在此之前，动了仪器哪些部位，是某些扫描方式没有信号还是都没有信号。(堵塞、通讯、硬件损坏)

a) **管路有否堵塞**，一节一节拆开测试，看通否，喷雾是否均匀，进样管及spray tube堵塞：

用Syringe推：直线喷出——没有堵塞

若堵，取下用50水/50甲醇超声清洗

超声仍无效,更换进样管及spray tube

b) **Orifice 堵塞**。Q1 SCAN 方式,真空度通常在 $0.7-1.2 \times 10^{-5}$ torr 之间，每日记录仪器的真空度，有利于故障的排除。真空度过好可能是Orifice 堵塞, 过差则可能是漏气或真空泵有问题

50水/50甲醇清洗orifice外部

不能解决问题时再清洗orifice内部

c) **看有无本底信号**，电噪声有无,如有,则可能是离子源或软件问题，重启软件或质谱

d) **如MRM无信号**，先看Q1,Q3有无，若Q1,Q3有，则通常是Analyst参数设置问题，若无，则继续

3. 信号降低

a) 质谱的原因造成信号降低

1) 首先按照无信号处理方法检查，排查管路， orifice堵住。

2) 进PPG调谐液。我们平时在做project前，或者每隔一段时间，都需要进PPG调谐液，并详细做好记录，来确认仪器状态。（方法保持一致）

如果本次PPG调谐，在分辨率，质量准确度都满足要求的情况下，与最近一次调谐比较，在intensity上，响应值差个1倍以上，可以调节下针的位置，以及GS1的大小，看是否和上次一样，还是更好。

3) 调节CEM电压

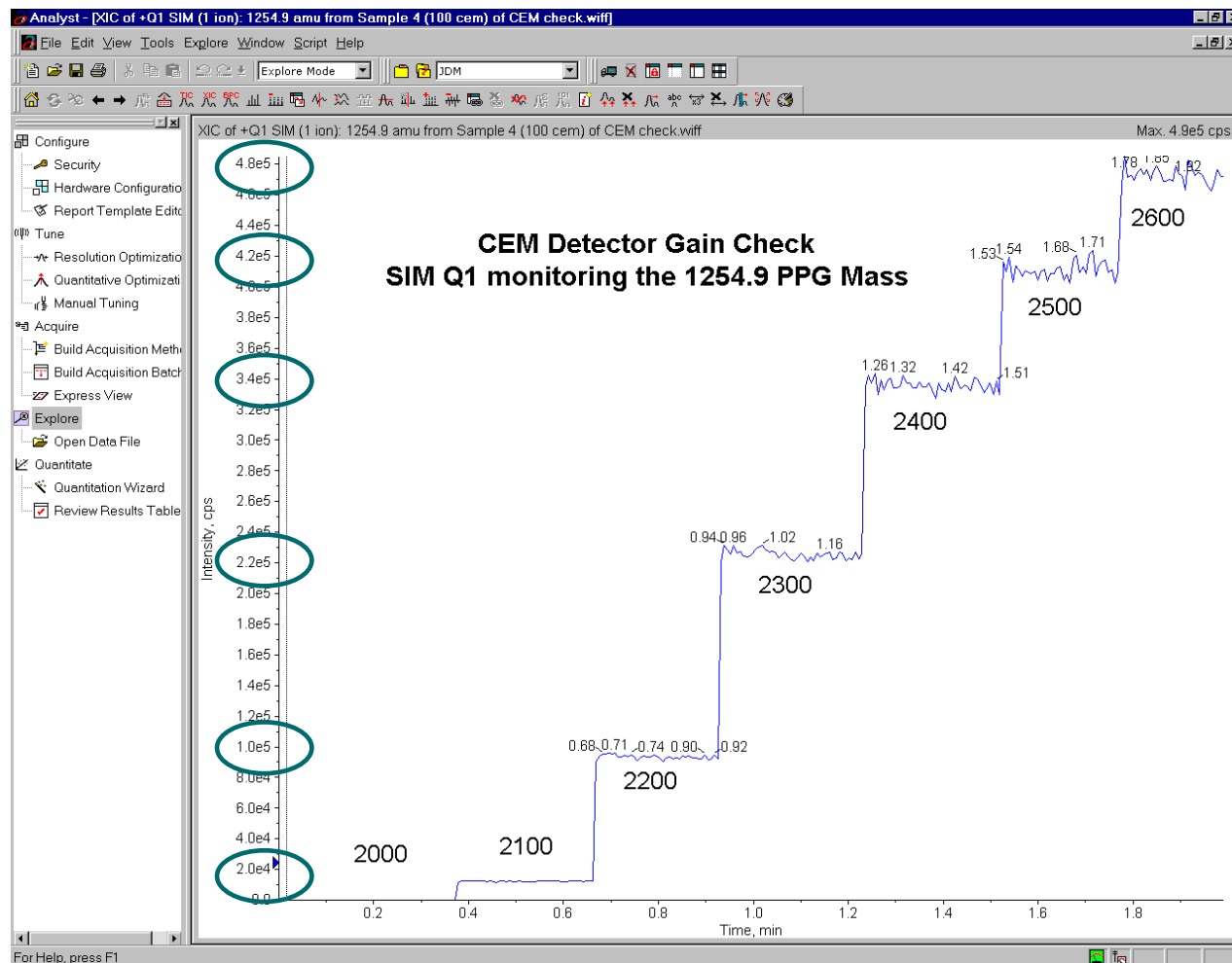
4) 如果以上没有改善，则需清洗离子源， orifice

5) 如果以上没有改善，则需泄真空，清洗Qject, Q0, Skimmer.

常见故障排查

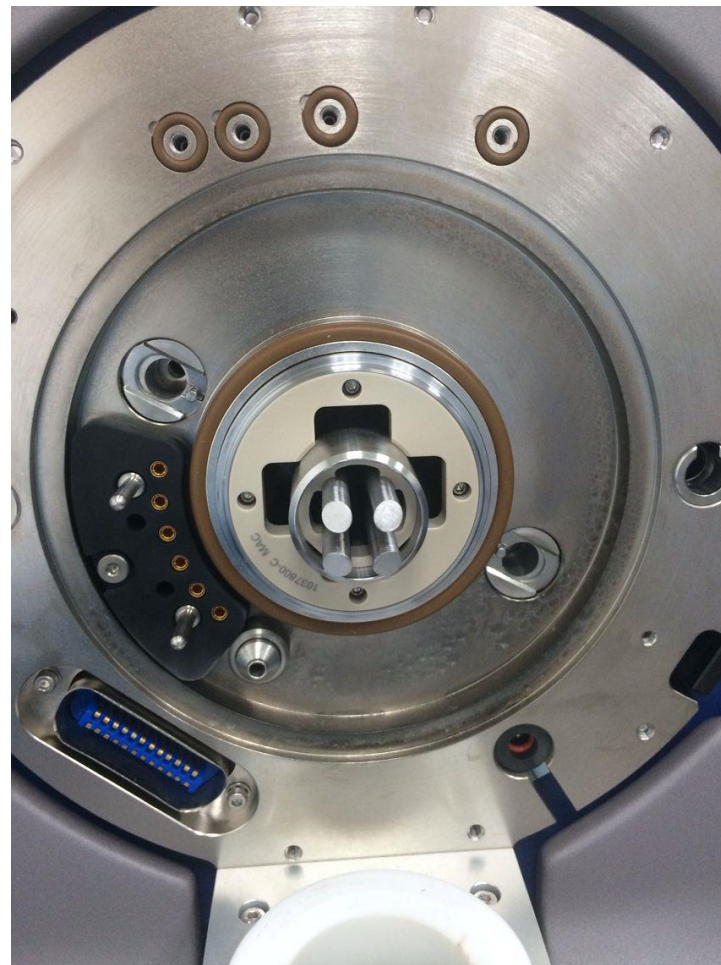
检测器电压的调节

如果检测器电压增加100V, 信号至少增加20~30%.则需要增加检测器电压,右图情况下:用2500v



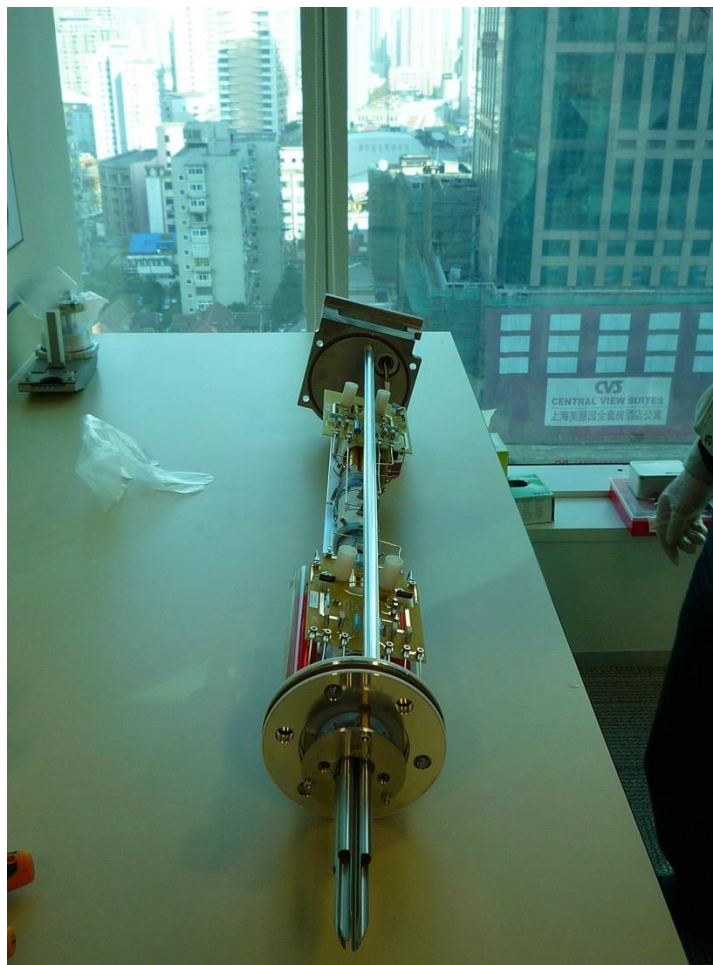
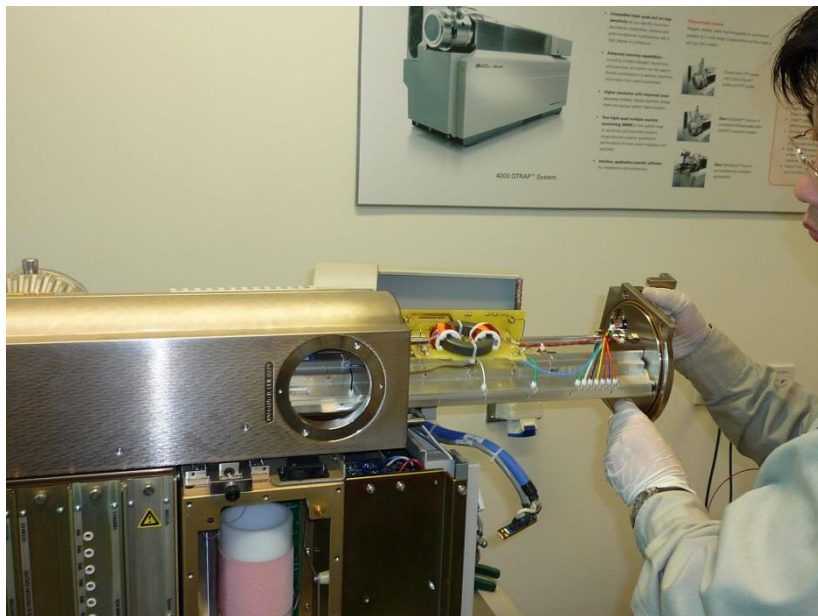
常见故障排查

清洗Qject, Q0 (4500,5500)

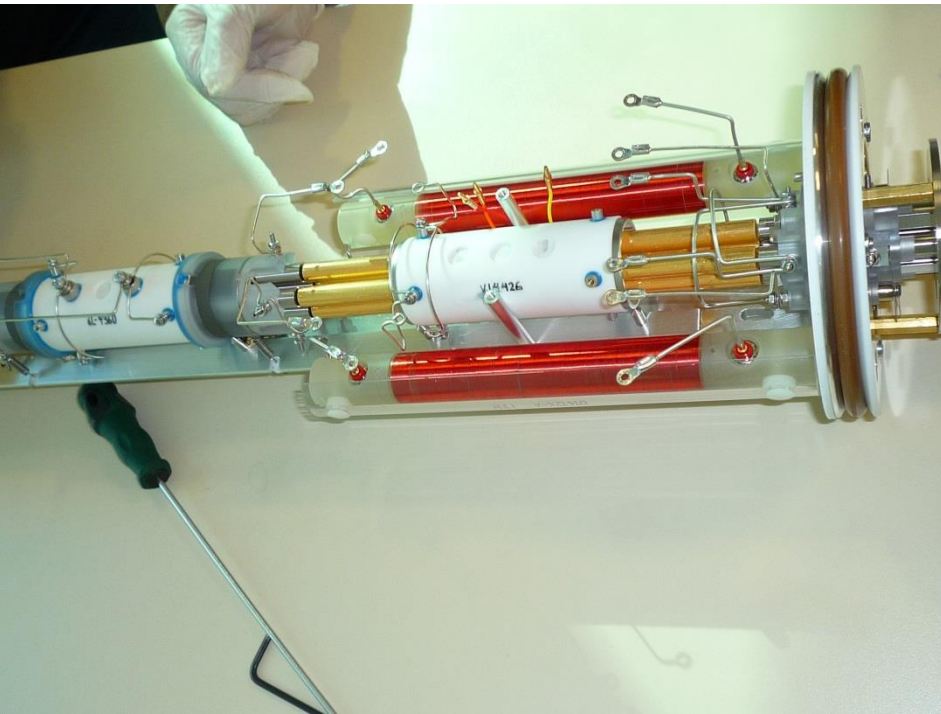


常见故障排查

5) 如果PPG Q1或者Q3扫描正常，但是MRM时灵敏度还是低，则有可能是Q1抓取离子效率变低，或者是Q2脏，这时就需要清洗Q1或者Q2。需要联系维修工程师。



常见故障排查



常见故障排查

b) 液相的原因造成信号降低

1) 如果MS正常，再不接柱子FIA自动进样，看FIA有无峰，若无，则可能是自动进样器问题。

自动进样针可能会出现堵塞的情况，可以编一个进样量为50ul的方法，进样10次。小瓶体积加到150ml，观察液面是否下降500ul，排除自动进样器吸样的问题。

2) 若FIA正常，则再继续接上色谱柱采样，判断是色谱柱问题还是流动相问题。

3) 样品本身的问题，如样品没有完全溶解，浓度不够，所用溶剂与流动相不匹配等。

4) 样品存贮时间过长，保存条件不好，分解或吸附了。

5) 放在自动进样器中的样品小瓶内套管底部有气泡，没取到样品，或针头位置太高，而样品液面太低。

6) 前处理步骤中，标准品、内标样品是否加进，提取过程中有无遗洒。

常见故障排查

4. 重现性差

1) 参考前面各步骤

2) 气帘气(Curtain Gas)太低, 会有周期性降低现象。

调高气帘气, 在重复进样6针

3) 采样时间(Dwell Time)太长, 每个色谱峰采样点太少, 至少十几点, 采样时间太短则噪声太高, 信噪比不好。

根据LLOQ的色谱峰的峰宽, 来计算dwell time

4) 新色谱柱没有充分平衡, 旧色谱柱老化, 重新清洗活化, 或更换。

5) 离子对的选择有问题, 如M+Na做为母离子不稳定, 子离子若为脱水峰亦不太好。

6) 源温度太高, 样品分解。

一些结构不稳定的化合物容易受热分解, 或者发生源内裂解。在Q3全扫描时, 如果发现比较明显的特征性的碎片峰, 则说明该化合物比较容易裂解或者分解, 则在优化MRM方法时, 注意GS2的温度不要太高, 或者接上3通优化源参数。

常见故障排查

- 7) 加样前与标准液分别平行做处理，观察有无区别，若标准品溶液无问题，而样品重复性差，则问题可能出在基质的干扰或前处理方法不当。
- 8) 某些样品正离子改为负离子,干扰少，重复性会好些。
- 9) 样品管中吸附，尤其低浓度,不成线性,如氨基糖甙,可适当加些甲酸或乙酸。
- 10) 残留， 更换洗针液。
- 11) 溶解样品一定要用流动相，如果不同，例如甲醇溶液，流动相是乙腈/水，出峰乱，稀释时残存甲醇都会有影响。
- 12) 放在自动进样器中的样品小瓶内套管底部有气泡，没取到样品，或针头位置太高，而样品液面太低。
- 13) 梯度洗脱后平衡时间不够，或脏东西没洗干净，累积使得重复性差，应彻底冲洗柱子。

日常维护

日常维护

内容与周期

维护项目	每日	每周	三个月	需要时
检查各路气体压力或液氮量	X			
清洗离子源流路	X			
清洗离子源内腔体		X		
清洗Curtain Plate, Orifice外部		X		
检查机械泵油量		X		
更换机械泵油			X	
清洗机械泵滤网			X	
仪器除尘				每半年
PPG质量校正				每次开关机时
更换空气过滤网				过滤网堵塞时
更换PEEK管				发现堵塞时
更换喷雾针				发现堵塞时
清洗interface ,Q0, orifice内部				如有需要, 联系工程师

使用中应避免的事

- 盐
 - 干扰离子化并成簇，使质谱图变得复杂
- 强碱或季铵
 - 如三乙胺，在正离子模式下引起信号抑制
- 强酸
 - 如磺酸、硫酸和三氟乙酸 可能在负离子模式下引起信号抑制
- 非挥发性添加剂或缓冲液
 - 如磷酸盐导致加合物的产生，且污染物离子源
- 非挥发离子对试剂
 - 如十二烷基硫酸钠 (**SDS**)引起严重的离子抑制，且污染物离子源
- 尽量少用滤头过滤



寻求科学的答案，探索生命的奥秘

Answers for Science.
Knowledge for Life.™

