

ISQ EC 和 ISQ EM



操作手册

1R120591-0002 修订版 E • 2018 年 12 月



版权所有 © 2018 赛默飞世尔科技有限公司。保留所有权利。

原始操作手册

本手册修订版中的硬件说明适用于 ISQ EC 质谱仪。手册发行历史请参阅第 187 页。

商标

Acrobat、Adobe 和 Adobe Reader 是 Adobe Systems Incorporated 的商标。Microsoft 和 Windows 是 Microsoft Corporation 的商标。

所有其他商标均为赛默飞世尔科技及其子公司所有。

赛默飞世尔科技有限公司为购买产品的客户提供本文档, 供客户在操作产品时使用。本文档受版权保护,未经赛默飞世尔科技有限公司书面授权, 严禁复制本文档或其中任何部分。

本手册"按原样"提供。本手册未来修订版本的内容可能发生更改,恕不另行通知。

赛默飞世尔科技有限公司对本文档的完整性、准确性或无误性不做任何声明。赛默飞世 尔科技有限公司对因使用本文档而造成的任何错误、遗漏、损坏或损失不承担任何责任, 即使已正确遵守文档中的信息。

本文档不构成赛默飞世尔科技有限公司和购买方之间的任何销售合约。本文档不得以任何方 式管理或修改任何销售条款和条件。两份文档之间的所有冲突信息均以销售条款和条件为 准。

联系我们

有多种联系我们的方式:

订购信息

有关 HPLC 产品的订购信息或销售支持,请联系当地的 Thermo Fisher Scientific 销售组织。有关联系信息,请访问 http://www.thermofisher.com 联系我们。

技术协助

有关 HPLC 产品的技术支持,请联系当地的 Thermo Fisher Scientific 支持 组织。有关联系信息,请访问 http://www.thermofisher.com 联系我们。

制造商法定地址

Thermo Finnigan LLC, Thermo Fisher Scientific 的子部 355 River Oaks Parkway San Jose, California 95134 United States

目录

联系	我	(î)	2	
1使	用オ	上手册	9	
1	1	关于本手册		
1	.2	惯例		
		1.2.1	安全消息11	
		1.2.2	特别声明和信息注释11	
		1.2.3	印刷惯例12	
1	.3	参考文	5档13	
2 安:	全性	ŧ		
2.1 安全符号和信号词		安全符	F号和信号词16	
		2.1.1	本手册中的安全符号和信号词16	
		2.1.2	遵守本手册16	
		2.1.3	仪器上的安全符号17	
2	2.2	预期用]途	
2	2.3	安全注意事项		
		2.3.1	一般安全信息19	
		2.3.2	人员资格20	
		2.3.3	个人防护设备	
		2.3.4	电气安全注意事项	
		2.3.5	一般潜在危险	
2	2.4	溶剂和	□添加剂信息	
2	2.5	合规信	息	
3仪	器椆	既览…		
3	8.1	质谱仪	、工作原理	
3	3.2	LC/MS	或 IC/MS 分析概览	
3	8.3	软件操	操作	

4 打开1	包装…			
4.1	打开包装			
4.2	交付内容			
5 安装.				
5.1	安装安	安装安全指南		
5.2	安装质谱仪			
5.3	站点要求			
	5.3.1	工作台40		
	5.3.2	供电依据40		
	5.3.3	电源线41		
	5.3.4	冷凝45		
	5.3.5	运行条件45		
	5.3.6	通风46		
	5.3.7	氮气供应46		
5.4	打开仪器包装49			
5.5	设置碩	0.50		
	5.5.1	安装前级泵		
	5.5.2	安装油雾过滤器62		
	5.5.3	为前级泵加油72		
	5.5.4	安装溶剂收集瓶76		
	5.5.5	安装源外壳排水插件和吹扫锥77		
	5.5.6	在 ISQ EM 源外壳上切换 HESI 和 APCI 模式81		
	5.5.7	安装内部校准溶液83		
	5.5.8	将 IC 或 LC 连接到 MS 进样口85		
	5.5.9	冲洗校准溶液		
	5.5.10	将系统连接到计算机89		
5.6	硬件安装概述9			
5.7	启动系	系统		
6 操作.				
6.1	本章简	近介96		

6.2	操作安全指南	
6.3	MS 仪器概览	
6.4	在 Chro	omeleon 中配置 MS99
6.5	用户操	作111
	6.5.1	Chromeleon 用户界面111
6.6	运行您	的首个样本
	6.6.1	入门
	6.6.2	方法编辑器一源设置,简单视图118
	6.6.3	方法编辑器一源设置,高级视图120
	6.6.4	方法编辑器一扫描设置
	6.6.5	方法编辑器一组份模式124
	6.6.6	方法编辑器一扫描模式126
	6.6.7	方法开发128
	6.6.8	MS 仪器数据信号通道129
	6.6.9	自定义变量129
	6.6.10	Chromeleon 审计记录129
6.7	关闭 №	IS 仪器130
	6.7.1	短期待机130
	6.7.2	长期关机131
	6.7.3	通风质谱仪134
6.8	远程启	动线
	6.8.1	Vanquish HPLC-自动进样器135
	6.8.2	UltiMate 3000 136
	6.8.3	AS-AP 自动进样器136
	6.8.4	Integrion 自动进样器(无 AS-AP)136
7 维护禾	和维修	
7.1	维护和	维修简介138
7.2	维护和	维修安全指南
7.3	维护和	维修的一般规则140
7.4	常规和	预防性维护
	7.4.1	维护计划141

	7.4.2	预防性维护计划	142	
	7.4.3	清洁或净化仪器	142	
	7.4.4	更换 ISQ EC 和 ISQ EM 的 ESI 探针毛细管	143	
	7.4.5	更换 ISQ EM 的 APCI 探针毛细管	148	
	7.4.6	更换 APCI 针头	154	
	7.4.7	清洁前侧光学元件	155	
7.5	从系统	充架上拆除仪器	165	
7.6	更新质	〔谱仪固件		
8 故障	非除			
8.1	关于故障排除的一般信息			
8.2	自动调	自动调谐相关故障排除问题171		
8.3	气源泄	世漏故障排除	172	
9 规格				
9.1	物理规	见格	174	
10 附件	=、消精	毛品和替换部件	175	
10.1	一般信	息		
10.2	发货句	1		
10.3	本 本 本 十 二 一 一 一 一 一 一 一 一 一 一 一 一 一	- B件		
11 附牙	ξ			
11.1	合规信	息		
	11.1.1	合规性声明		
	11.1.2	WEEE 合规		
	11.1.3	FCC 合规性		
	11.1.4	法规合规		
	11.1.5	低电压安全合规		
	11.1.6	关于提升和搬运 Thermo Scientific 仪器的通知		
	11.1.7	关于正确使用 Thermo Scientific 仪器的通知		
	11.1.8	电磁传输敏感性通知		

11.1.9	手册发行历史	. 187
12 索引		188

1 使用本手册

本章介绍关于本手册的信息、手册中使用的惯例、以及除本手册外可以 使用的其他参考文档。

1.1 关于本手册

本手册介绍 Thermo Scientific[™] ISQ[™] EC 和 ISQ[™] EM 质谱仪的功能特征和 运行原理,以及安装、设置、启动、关机、操作、维护和故障排除说 明。

本手册采用可让用户快速找到感兴趣部分的设计。为充分了解您的检测 器,请详细阅读本手册。

本手册还包含正确遵守时可避免人身伤害、检测器损坏或数据丢失的安全消息、预防性说明和特别注意事项。

注意以下方面:

- 检测配置可能有差异;因此,并非所有描述都一定适合您的特定检测器。
- 如果某些细节仅适用于一个型号或变体,则会说明该型号或变体的 名称。
- 本手册中的图示仅用于基本理解。它们可能与检测器或组份的实际 型号有差异。但是,这不会影响描述。不提供任何根据本手册图示 提出的理赔。

1.2 惯例

本节介绍本手册通篇使用的惯例。

1.2.1 安全消息

本手册中的安全消息和注意事项说明如下:

- 适用于整个手册和本手册中所有流程的安全消息或注意事项说明总
 结于"安全"一章。
- 适用于整节或某节中多个流程的安全消息或注意事项说明见于适用 章节的开头位置。
- 仅适用于特定章节或流程的安全消息显示于适用章节或流程中。
 它们与主要内容不同。

安全消息开头通常有一个警报符号和/或警报词。警报词以大写字母和 粗体表示。

确保您理解并遵守本手册中的所有安全消息。

1.2.2 特别声明和信息注释

本手册中的特别声明和信息注释与正文显示不同。它们显示在方框中, 使用注释标签进行标识。标签文本使用大写字母,以粗体显示。

警告 表示不注意附加信息可能导致人身伤害。

注意 表示不注意附加信息可能导致结果错误或设备损坏。

提示强调一般信息或可使任务简单化或优化检测器性能的帮助信息。

1.2.3 印刷惯例

下列印刷惯例适用于本手册中的说明:

数据输入和输出

- 以下用粗体显示:
 - 您使用键盘输入或使用鼠标选择的输入内容
 - ◆ 您在屏幕上单击的按钮
 - ◆ 您使用键盘输入的命令
 - ◆ 名称,例如对话框、属性和参数的名称
- 为了表述简洁,长表达式和路径以压缩形式出现,例如:单击 Start > All Programs > Thermo Chromeleon 7 > Services Manager > Start Instrument Controller(开始 > 所有程序 > Thermo Chromeleon 7 > 服务管理器 > 启动仪器控制器)。

引用和消息

- 对其他文档的引用使用斜体。
- 屏幕上显示的消息用引号表示。

视角

特别重要的词汇

主要内容中特别重要的词汇使用斜体。

电子手册版本(PDF)

电子手册版本 (PDF) 包含大量链接, 您可以通过单击这些链接转到手册 内其他位置。这些链接包括:

- 目录项表格
- ◆ 索引项
- 交叉引用(蓝色文本),例如对章节和插图的引用

除非另有说明,否则本手册表述的*左侧和右侧*是从用户面对检测器正面 这一角度而言的。

1.3 参考文档

除本操作手册外,还有其他文档可供您参考。

硬件文档

其他硬件文档包括以下:

LC 或 IC 系统其他模块的操作手册

• 仪器安装验证操作说明

提示 这些手册的电子版本为 PDF(便携文档格式)文件。要打开并阅读 PDF 文件,需要 Adobe™ Reader™ 或 Adobe™ Acrobat™。

软件文档

其他软件文档包括以下:

 Chromeleon™ 7 帮助和文档 The Chromeleon 7 帮助提供了有关软件各个方面的广泛信息和全面 的参考资料。有关设备安装和配置的基本信息请见*安装指南*;有关 特定设备的具体信息请见*仪器配置管理器帮助*。在 Chromeleon 7 中,设备称为模块。

有关用户界面的主要元素和最重要工作流中的分步指导请见*快速入门指南*。

有关最重要工作流程的简要说明请见参考卡。

Chromeleon™ 6.8 帮助
 Chromeleon 6.8 帮助提供了软件各方面的全面信息,包括设备安装
 和配置。

提示 Chromeleon 帮助和文档为软件随附。

第三方文档

参考第三方组份和材料制造商提供的用户文档,例如安全数据表 (SDS)。

第三方文档包括气体供应的用户文档,如适用:

◆ 氮气生成器用户文档

2 安全性

本章提供与检测器指定用途相关的常规和具体安全信息和通知。

2.1 安全符号和信号词

2.1.1 本手册中的安全符号和信号词

本手册包含使用检测器时避免人身伤害的安全信息。本手册中的安全符号和信 号词包含以下内容:



要总是注意这些安全信息。完全理解信息并考虑所做事情后果后再 继续。



Λ

小心 表示如不加避免,可能导致轻伤或中度损伤的危险情况。

警告 表示如不加避免,可能导致重伤的危险情况。

2.1.2 遵守本手册

遵守以下内容:

- 安装或操作仪器前,仔细阅读本手册以熟悉仪器和本手册。
 本手册包含与用户安全以及仪器使用和保养相关的重要信息。
- ◆ 要总是将手册放在仪器附近以便参考。
- 保存本手册并将其交给后续用户。

阅读、理解并遵守本手册中的所有安全消息和注意事项说明。

2.1.3 仪器上的安全符号

表格中列出了仪器或仪器标签上的安全符号。遵守本手册中的安全通知 以避免操作员受伤或仪器损坏。

符号		说明
		表示潜在危险。参考本手册以避免人身伤害和/或避免设备损坏。
1	0	电源开
		电源关
~		表示交流电。
)	表示保护接地端子。
A		表示 <i>可能</i> 发生触电
	7	警示存在 <i>可能</i> 导致烫伤的高温表面。
	7	表示 <i>可能</i> 发生眼部伤害。
2		警示您仔细阅读仪器文档以确保您的安全和仪器的操作能力。 若不仔细阅读文档 <i>可能</i> 会有人身伤害的危险。
		表示如果不由两人或更多人抬起设备,则可能发生人身伤害。

2.2 预期用途

仪器适用于液相色谱 (LC) 和离子色谱 (IC) 质谱法 (MS) 应用。该系统仅可由有资质的人员在实验室环境中使用。

此仪器仅供实验室研究使用。不可用于诊断流程。

实验室实践

Thermo Fisher Scientific 建议使用 MS 系统的实验室遵守 LC-MS 和 IC-MS 分析的最佳实践。这其中包括:

- ◆ 使用合适的标准
- ◆ 定期执行校准
- ◆ 为系统使用的所有消耗品制定保存期限并遵守
- ◆ 根据实验室经过检验和验证的"实验室开发测试"方案运行系统

2.3 安全注意事项

2.3.1 一般安全信息

在检测器的所有安装、操作、故障排除、维护、关机和运输阶段、所有 用户都必须遵守本节中的常规安全信息和本手册中其他地方的所有特定 安全消息和注意事项说明。



🛕 如果不按照 Thermo Fisher Scientific 的规定使用仪器,有可能会影响 检测器的保护性能。遵守以下内容:

- 根据仪器的技术规格讲行操作。 •
- 仅可使用 Thermo Fisher Scientific 具体授权并认证可供检测器使 用的替换部件和其他组份、选件和外围设备。
- 仅执行本操作手册和检测器支持文档中说明的流程。按步骤遵守 所有所有说明并使用流程中推荐的工具。
- 仅在本手册中有说明时打开检测器外壳和其他组份。
- Thermo Fisher Scientific 对因不正确或不当使用检测器造成的任何 物质或其他损坏不负任何责任。如果对正确用途有疑问,请在进 行下一步操作之前联系 Thermo Fisher Scientific。

安全标准

本设备是安全 | 类仪器(随附保护接地端子)。设备是根据国际安全标 准进行制造和测试的。

2.3.2 人员资格

安装和/或操作检测器的人员的资格请遵守以下信息。

会装 安装

仅熟练的人员可以安装仪器并根据相关规定完成电气连接。Thermo Fisher Scientific 建议总是由经 Thermo Fisher Scientific 认证的维修人 员执行安装(为了表述简洁,以下称为 Thermo Fisher Scientific 维修 工程师)。

如果由 Thermo Fisher Scientific 维修工程师以外的人员安装和设置模块,则安装人员要负责保证模块和系统的安全。

一般操作

仪器设计为仅可由经过培训和认证的人员在实验室环境下操作。

所有用户都必须了解检测器及其使用的物质可能带来的危险。所有 用户都应遵守相关安全数据表 (SDS)。

2.3.3 个人防护设备

穿戴个人防护设备并遵守优秀实验室实践以避免受到危险物质的伤害。 合适的设备取决于危险性质。有关危险和所使用物质所需设备的建议, 请见供应商提供的材料处理和安全数据表。



附近要有洗眼设施和水槽。如果任何物质与您的皮肤或眼睛接触, 冲洗受影响的部位并寻求医疗帮助。 防护衣

为避免接触到化学品飞溅、有害液体或其他污染物,在 LC-MS 或 IC-MS 系统上或附近执行任何操作时一定要穿上合适的保护衣物,例如实验室工作服。有关如何正确处理特定物质以及具体危险的建议,请见所使用物质的安全数据表 (SDS)。

护目镜

为避免液体溅入眼睛,请使用合适的护目镜,例如带侧护板的防护眼 镜。如果有液体飞溅风险,佩戴护目镜。

手套

为避免在维护或维修时受到有害液体的伤害或人身伤害,请佩戴合适的 保护手套。

2.3.4 电气安全注意事项



警告— 触电或设备损坏

设备内部有高压,可能导致触电或设备损坏。

- 不要对电气或接地连接做任何更改。
- 如果怀疑有任何电气损坏,请断开电源线并联系 Thermo Fisher Scientific 技术支持请求帮助。
- 除非本手册有具体说明,否则不要打开外壳或拆除保护面板。
- 不要将储液罐直接放在设备上方。液体可能会泄漏到设备内并接 触到电气组份导致短路。储液罐要放在 HPLC 系统的溶剂架上。

2.3.5 一般潜在危险

使用仪器时注意以下一般潜在危险:

▲ 警告──危险物质

许多有机溶剂、流动相和样本对健康有害。确保您了解正在使用的 所有物质的毒性和感染属性。您可能不知道您正在使用的许多物质 的毒性和感染属性。如果您对任何物质有疑问,请将其作为含有潜 在有害物质处理。有关特定物质的正确处理方法、请参见制造商的 安全数据表 (SDS)。遵守优秀实验室实践 (GLP) 的指南。

- 确保您了解正在使用的所有物质的属性。避免暴露在有害物质 中。如果您对任何物质有疑问.请将其作为潜在有害物质处理。
- 根据危险按要求穿戴个人防护设备并遵守优秀实验室实践。
- 将物质的量减少到进行样本分析所需的最少量。
- 请勿在易燃环境中使用检测器。
- 避免累积有害物质。确保安装站点通风良好。
- 根据当地法规以环保安全的方式处理危险废物。使用规定的经批 准的废物处理程序。



生物危险材料,例如微生物、细胞培养、组织、体液和其他生物试 剂可能会传播传染病。为避免这些试剂造成传染:

- 假定所有生物物质都至少是有潜在传染性的。
- 根据危险按要求穿戴个人防护设备并遵守优秀实验室实践。
- 根据当地法规以环保安全的方式处理生物危险废物。使用规定的 经批准的废物处理程序。



▲ 警告─溶剂自燃

自燃点在 150°C 以下的溶剂可能会在接触高温表面(例如因色谱系 统泄漏)时自燃。避免使用这种溶剂。



▲ 警告──危险蒸汽

将 LC-MS 或 IC-MS 系统安装在通风良好的实验室中。如果流动相或 样本含有易挥发或易燃溶剂,请勿使其进入工作空间。如果流动相 或样本含有易挥发或易燃溶剂,要避免明火和火花。

- 废气可能含有危险烟雾。为避免废气累积,一定要使用通风橱或 其他通风设备吸收废气。维持通风良好的实验室。不要直接通风 到实验室内。
- 避免明火和火花。不要在有易燃气体或烟雾的环境中操作检测 器。



▲ 小心—PEEK 毛细管中危险物质泄露

LC 或 IC 系统中可能会使用 PEEK 制毛细管。膨胀或酸腐蚀可能会导 致 PEEK 毛细管开始泄漏或破裂。

- 部分化学品,例如氯仿 (CHCl₃)、二甲亚砜 (DMSO) 或四氢呋喃 (THF) 会导致 PEEK 膨胀。
- 硫酸和硝酸、或己烷、乙酸乙酯和甲醇的混合物等浓酸会腐蚀 PEEK。
- 使用简单的冲洗流程,膨胀或腐蚀将不算问题。
- 更多信息请见有关 PEEK 化学物质的技术文献。



流通池和毛细管中使用熔融石英。为避免人身伤害,处理熔融石英 管时一定要佩戴护目镜,例如将熔融石英管按一定长度切割。



小心——过敏反应

HPLC 系统中的部分毛细管由镍钴合金 MP35N[™] 制成。对镍/钴有过 敏的个体可能会因皮肤接触发生过敏反应。



小心一静电放电产生火花

经过毛细管的液体可能产生静电。绝缘毛细管和非导电溶剂(例如 纯乙腈)尤其会出现这种效果。静电放电可能产生火花,这可能会 导致火灾。避免在色谱系统附近产生静电。

2.4 溶剂和添加剂信息

为保护仪器的最佳功能,请遵守以下溶剂和添加剂使用建议:

- 仅使用与流路上所有部件兼容的溶剂和添加剂。
- 遵守本手册其他部分提供的具体建议。另请参考 LC 或 IC 系统所有 模块的操作手册。它们可能包含更多指南和信息。
- 本手册中的部分清洁程序需要使用甲醇。如果没有甲醇,或禁止在 清洁程序中使用,则替换为 LCMS 级乙醇。

2.5 合规信息

Thermo Fisher Scientific 对其产品进行了全面的测试和评估,以保证完全 符合相关国内和国际规定。如本手册中所述,设备在交付时即满足所有 相关电磁兼容性 (EMC) 和安全标准。有关详情,请参阅第 184 页的第 11.1 节。

对设备进行更改可能会使其中一种或多种 EMC 和安全标准的合规性失效。设备更改包括更换未经 Thermo Fisher Scientific 特别授权和认证的 部件或添加组份、选件或外围设备。为保证符合 EMC 和安全标准,替 换部件和额外组份、选件和外围设备必须从 Thermo Fisher Scientific 或 其授权代表之一处订购。

设备是以安全的状态从制造商站点发货的。



本章介绍质谱仪及主要组份。

3.1 质谱仪工作原理

ISQ EC 和 ISQ EM 质谱仪特别为与质谱法 (MS) 相结合的液相色谱 (LC) 或 离子色谱 (IC) 设计。这些技术可对有机分子进行灵敏度和选择性检测。 连接高性能液相色谱(HPLC 或 LC)或离子色谱 (IC) 和 MS 可为分离科学 家提供最强大的分析工具。LC 或 IC 和 MS 均已发展到可表征和检测有 机成分领域中两种最重要技术的程度。

质谱法是许多领域中使用的一种非常强大的分析技术,包括:

- 识别未知化合物
- 未知化合物定量
- 化学结构测定

MS 检测器的基本功能是测量离子的质荷比。使用的质量单位是道尔顿 (Da)。一道尔顿等于一个碳-12 原子质量的 1/12。这沿用了碳-12 原子严 格为 12 个原子质量单位 (amu) 的规范。MS 检测器不直接测量分子质 量,而是测量离子的质荷比。电荷是一个电子属性,所以只能以整数的 方式存在;即1、2、3等。这里使用的电荷单位 (z) 是电子(负)或质 子(正)上的电量。所以测量的质荷比可表示为 *m/z。*质量检测中遇到 的大部分离子都只有一个电荷。在这种情况下,质荷比通常称为离子的 "质量"。

3.2 LC/MS 或 IC/MS 分析概览

在典型 LC/MS 或 IC/MS 分析中,系统的液相色谱 (LC) 或离子色谱 (IC) 部 分将混合物分离为其化学成分。LC/IC 泵产生溶剂流(流动相),可在 高压下通过 LC/IC 色谱柱(含有固定相)。自动进样器定量吸取样本到 此溶剂流中。

随着溶剂流通过 LC/IC 色谱柱,样本分离为其化学成分。从色谱柱中洗 脱出样本成分的速率取决于它们对流动相和色谱柱固定填充颗粒的相对 亲合性。分离的化学成分从 LC/IC 色谱柱出来后,可进入质谱仪进行离 子化和分析。质谱仪分析离子化成分并确定各个质荷比 (*m/z*) 和相对强 度后,会向数据分析系统计算机发送一个数据流。如果系统中包含一个 注射泵和转换/进样阀,则还需要三步才能将样本注入质谱仪,如*表1* 中所述。

方法	说明
直接输注	将注射泵直接连接到质谱仪的大气压电离 (API) 源。
高流量输注	使用三通管将注射泵的流量与 LC 或 IC 泵的流量融合。
手动环路进样	将一个样本环路、一个针口接头和一个 LC/IC 泵连接到外部转换/ 进样阀。当您为样本环路注入样本后,切换转换/进样阀位置, 从而将样本环路的内容放到 LC 或 IC 泵生成的溶剂流路径中。

表1: 样本注入质谱仪的方法

ISQ EC 和 ISQ EM 单四极杆质谱仪包含一个大气压离子 (API) 源、离子光路、一个单级质量分析仪和一个离子检测系统。离子光路、质量分析仪、离子检测系统和部分 API 源封闭在真空歧管中。样本的离子化发生在 API 源中。样本离子化使用的具体方法又称离子化技术。离子光路将 API 源中产生的离子传输到质量分析仪以测定(API 源中产生的离子的)质荷比 (*m/z*)。应用到 API 源的电势极性决定了将正离子还是负离子传输到质量分析仪。您可设置质谱仪的数据采集方法以分析正或负离子,也可在一次运行中切换这些极性模式。关于 ISQ EC 和 ISQ EM 系统的概述请见图 1。



图1: ISQ EC 和 ISQ EM 系统图。

ISQ EC 和 ISQ EM 单四极杆质谱仪每个作为传统质谱仪运行,使用单级 质量分析。离子源离子化样本,离子光路使生成的离子通过真空系统传 输,离子产品的质量分析发生在四极杆组件中,然后将所得根据质量选 择的离子传输到离子检测系统。

3.3 软件操作

质谱仪的操作是基于装有 Chromeleon 软件的计算机进行设计的。 Chromeleon 软件提供了全面的仪器控制、数据采集和数据管理。

数据系统是质谱仪、自动进样器、LC 泵和注射泵的用户界面。关于 ISQ EC 和 ISQ EM 单四极质谱仪数据处理和仪器控制的更多信息请见 Chromeleon 帮助。每次离子载入质量分析仪至对离子进行质量分析的 过程都称为扫描。质谱仪使用完整扫描类型和/或选择的离子监控 (SIM) 扫描类型产生、碎片化和检测离子。不仅离子化、离子极性模式可以改 变,扫描模式与扫描类型也具备该种能力,大幅提高了仪器解决复杂分 析问题的灵活性。

Chromeleon 中的方法编辑器可以让用户通过结合完整扫描模式和 SIM 扫描模式建立多种扫描方式。 用户也可调用任一种或两种极性的扫 描。 简化的离子控件和简化的方法编辑器使仪器方法设置变得比以往 更加简单,而切换到手动控件的能力意味着希望独立控制各设备的用户 能够自由操作。 关于方法编辑器的更多信息请见 Chromeleon 数据系统 的帮助文件。 用户可设置完整扫描以获得整个质谱的完整图片,也可 设置 SIM 扫描监控是否存在特定离子。 应用源碰撞诱导解离 (sCID) 的 能力让用户能够减少加合物,或者通过系统离子光路中的分裂生成确认 离子。

4 打开包装

本章介绍打开系统包装的信息和交付内容。

4.1 打开包装

包装损坏,到货即损

检查运输包装是否有外部损坏,并在打开包装后检查仪器是否有运输损 坏的迹象。

如果您怀疑仪器在运输时受到损坏,请立即通知物流商和 Thermo Fisher Scientific。必须立即报告才能使运输险生效。

打开仪器包装



小心一重负载,大型设备

该仪器很沉重或庞大,单人难以安全搬运。至少需要两个人才能将 仪器从装运箱搬到实验台上。为避免人身伤害或损坏仪器,请遵守 以下指南:

- 仪器的物理搬运(包括提升或移动)需要两个人合作。
- 将仪器抬到系统架上或将其拆除时特别需要团队合作。
- 要抬起或移动仪器,请从侧面抓住仪器。不要使用前面板移动或 抬起仪器。这会损坏面板或仪器。

需要的工具

螺丝刀,Torx™ T20

执行以下步骤

- 1) 将运输容器放在地面上并将其打开。
- 2) 从运输容器中取出附件包,如图2中所示。
- 3) 从运输容器中取出纸箱内托盘。
- 4) 移除外部纸箱
- 5) 移除机械泵箱。
- 6) 移除质谱仪下方的泡沫。



图2:运输容器

- 4) 从侧面抓住质谱仪。缓慢小心地将检测器从运输容器中取出并放在 稳定表面上。
- 5) 将质谱仪运输到安装位置(如果未在安装位置上), 然后将其放到 系统架上。

提示 保留运输容器和所有包装材料。将检测器搬运到新位置或运输 时将需要这些物品。



▲ 小心──仪器损坏

打开仪器前必须移除固定四极杆歧管组件玻璃顶的泡沫运输插件。
4.2 交付内容

包装中包含以下物品:

- 质谱仪
- 附件包
 关于工具包内容的详情请见第 177 页的第 10.2 节发货包。
- 前级泵
- 操作手册

注意 交付内容仅限 ISC EC 或 ISQ EM 系统。 HPLC、IC 或其他附件的 交付清单请见相应手册。

5 安装

本章详细介绍安装位置的要求并说明如何设置、安装和配置质谱仪。

5.1 安装安全指南

注意以下安全指南:



2.3



5-2

小心—重负载,大型设备

该仪器很沉重或庞大,单人难以安全搬运。至少需要两个人才能将 仪器从装运箱搬到实验台上。为避免人身伤害或损坏仪器,请遵守 以下指南:

- 仪器的物理搬运(包括提升或移动)需要两个人合作。
- 将仪器抬到系统架上或将其拆除时特别需要团队合作。
- 要抬起或移动仪器,请从侧面抓住仪器。不要使用前面板移动或 抬起仪器。这会损坏面板或仪器。

小心—仪器损坏 使用前使用甲醇清洁切管器。否则管道可能被包装中的油脂污染。更多 信息请见第 177 页运输包。

5.2 安装质谱仪

质谱仪是由 Thermo Fisher Scientific 维修工程师或代表安装和设置的。 维修工程师要按规定检查安装是否正确以及检测器运行是否正常。工程 师还要演示基本操作和主要功能。

如果后来仪器被 Thermo Fisher Scientific 维修工程师以外的其他人员移动或重新安装,请执行以下步骤。

- 注意安全指南并遵守所有站点要求。
 安装仪器相关安全指南请见第 37 页的第 5.1 节。站点要求请见第 40 页的第 5.3 节。
- 2) 设置质谱仪硬件。请见第 50 页的第 5.5 节。
- 3) 设置流动接头。请见第 91 页的第 5.6 节。
- 4) 开启系统。请见第 93 页的第 5.7 节。 根据需要调整显示亮度和日期时间。
- 5) Chromeleon 软件中的安装(可选) 自检后屏幕显示 Main Menu(主菜单)时,在软件中设置检测器。 请见第 99 页的第 6.4 节。

提示 首次打开仪器前,先检查数据系统计算机上是否已安装色谱软件。 确认是否已正确配置网卡与质谱仪的通信。打开电源后会自动为 LC 或 IC 查找所需的 USB 驱动,然后 Windows™ 操作系统可以检测设备。

6) 推荐:

执行仪器安装验证。

在 Chromeleon 中,有一个向导可引导您完成验证过程:

 ◆ 在 Chromeleon7.2 Console 上:单击 Tools > Instrument
 Qualification > Installation Qualification (工具 > 仪器验证 > 安装 验证)。 按*仪器安装验证操作说明*中的说明操作。本手册提供了与所需材料 相关的信息和详细说明。

7) *推荐:* 执行操作验证。

验证包中包含验证所需的所有材料和详细说明。

5.3 站点要求

运行环境对确保检测器最高性能有重要意义。本节说明对安装站点的重 要要求。注意以下方面:

5.3.1 工作台

系统设计是要放在工作台上的。如果工作台上要放置整个质谱仪和可能 的其他仪器,则工作台必须要能承受所有设备和仪器包括溶剂的重量。

关于检测器的尺寸和重量,请见第173页的第9章规格。

准备一个高度适合的稳定工作台,以确保可以方便地接触到系统中各设 备的内部。工作台必须放在无震动的安全水平位置。工作台顶部必须干 燥、清洁且耐化学腐蚀。

侧面为供气连接和空气循环留出足够的空间。后侧留出至少 5 cm 空隙,右侧至少 5 cm 空隙。

确保随时可以接触到电源开关和电源线。

5.3.2 供电依据

设备电源有很宽的范围,可接受设备指定范围内的任意线路电压。

为避免电源波动,建议使用不间断电源(UPS)。

所有系统模块共同接地可避免导致不稳定的接地回路(例如高基线噪 音)。



小心一触电或设备损坏

- 将设备连接到高于或低于指定线路电压的电源会造成人身伤害或 设备损坏。因此,只能将设备连接到指定线路电压。
- 切勿将设备连接到与其他设备共享的电源插座(例如复式插座)。
- 不要使用有缺陷的复式插座或延长线,否则可能导致人身伤害或 设备损坏。
- 关闭设备电源后,只要未拔下电源线,设备就仍然带电。在设备 连接到电源的情况下进行修理工作可能导致人身伤害。因此,开 始在设备内部进行修理工作前一定要拔下电源线。如果您接到指 示拆除任何盖板或面板,在移除过程中切勿连接电源。

5.3.3 电源线

电源线的设计符合其使用国家的壁式插座要求。对于所有电源线,插入 设备上电源插座的一端都是相同的。电源线插入壁式插座的一端是不同 的。

ISQ EC 和 ISQ EM 仪器配备您所在地区要求的电源线类型。使用表 2 确 定您的地区的正确电源线。如果您需要更换电源线或购买其他线,您可 使用适用于您所在地区的任意品牌的电源线。

区域	Thermo Scientific 部件编号 C13 (用于计算机、监视器和自动 进样器)	Thermo Scientific 部件编号 C19 (用于 LC、IC、和 MS)
北美 120V		
北美 250V		
日本 125V		
瑞士 250V		
澳大利亚 250V		

区域	Thermo Scientific 部件编号 C13 (用于计算机、监视器和自动 进样器)	Thermo Scientific 部件编号 C19 (用于 LC、IC、和 MS)
中国 250V		
欧式 250V		
英国 250V		
丹麦 250V		
意大利 250V		
以色列 250V		



表2: 各地区电源线标识



警告—触电或设备损坏

- 切勿使用非 Thermo Fisher Scientific 为设备提供的电源线。
- 只能使用为您使用设备所在国家设计的电源线。
- 不要使用有缺陷的复式插座或延长线,否则可能导致人身伤害或 设备损坏。
- 切勿将电源线插入与其他设备共享的电源插座(例如复式插座)。
- 设备只能使用有保护接地的电源插座。
- 出现紧急情况时,必须随时可以接触电源线,断开设备与电线的 连接。



警告一触电或产品损坏

误用电源线可能会造成人身伤害或仪器损坏。只能使用 Thermo Fisher Scientific 提供的电源线并只能用于指定用途。切勿将其用于其 他用途,例如用于连接其他仪器。

5.3.4 冷凝

注意 设备中的冷凝现象会损坏电子元件。 因此,使用、运输或保存设备时,要避免或尽量减少会造成冷凝水在设 备中累积的条件。例如,避免环境条件的明显或迅速变化。 如果您怀疑有冷凝水,请先让设备预热到室温。这可能需要几小时的时 间。等待冷凝水完全消失再连接检测器电源线。

5.3.5 运行条件

运行仪器时,确保安装位置满足以下一般环境和运行条件:

温度

温度波动影响检测性能。避免温度有大幅变化和强烈气流的位置。 例如,不要把检测器放在阳光直射、近热或冷源或风道下。

湿度

运行环境的湿度对检测器性能有重要意义。在无冷凝的指定湿度范围内 运行检测器。

如果湿度过高,可能会有冷凝,从而损坏检测器内的电子组份。如果湿 度过低,静电可能累积并放电,缩短电子组份的寿命。

通风

确保安装位置通风良好以避免处理危险物质、挥发物或气体时造成的潜 在健康危险和安全风险。 振动

振动会影响仪器的性能。因此,安装位置不能有振动。避免将仪器放在 由其他仪器造成振动的位置。

5.3.6 通风



仪器排气可能产生威胁健康与安全的有害气体。避免气体累积。一 定要通过适当通风清除排气。确保安装站点通风良好。不要直接通 风到实验室内。

确保位置满足以下要求:

- 在气源和通风源附近操作仪器。
- 通风必须在大气压下,不能有真空或负气压。
- 将仪器安装到通风良好的实验室。废气源和前级泵都必须连接到合适的排气。将排气管引到通风橱或连接到其他通风设备。

5.3.7 氮气供应

注意一气体规格

供气的要求与规格对仪器性能有重大影响。遵守以下内容:

- 如果气压有变化或降到低于指定压力范围,会影响仪器性能。
- 向系统供应的气体中的非挥发性烃类,例如压缩机油,会对仪器
 造成永久性的损坏。
- 如果供应气体被颗粒(大小 ≥ 0.1 µm)、水蒸汽或其他非挥发 性物质污染,会影响性能甚至损坏仪器。
- 遵守本手册中关于供应气体的所有要求和规格,以避免损坏检测器。

确保位置满足以下要求:

确保气体供应已调节到指定气压范围内的稳定气压。
 (95 - 110 psig 或 655 - 760 kPa)

提示一对于达到或低于 65 psig 的鞘气设置, 90 - 100 psig (620 - 690 kPa) 的氮气供应压力足以满足需要。

提示—如果在最高源气体设置下操作 ISQ EC 和 ISQ EM, 建议使用 ≥ 100 psig (≥ 690 kPa) 的输入压力。

- ◆ 大部分应用推荐使用氮气(通常 ≥ 99% 氮纯度)。
 - ◆ 每个仪器都要求最高 30 L/min 氮气
 - ◆ 在待机模式下, 仪器消耗氮气~15 L/min。
 - ◆ 连接各仪器应使用 ¼ in. OD Teflon 管。 安装包中提供了 760 cm。

注意一不要使用 6 mm 管。 这会损坏接头。只能使用 ¼ in. OD Teflon 管。

- 如果将多个仪器连接到一个氮气管线,所有仪器都在使用最大通气 量时,确保每一台都在最小压力下工作。
- ◆ 系统应放在氮气源附近,因为气压会随管道长度增加而降低。
- 提供氮气的选件有(按方便性顺序):
 - 氮气发生器:这些是大型装置提供的,可能在远处,也可能在 系统使用点。和指定供应商一起协作通过氧气传感器测定输出 纯度。使用点系统需要每隔 3,000 小时进行压缩机维护。

- 设施规模杜瓦:这些是位于设施外部的大球体。它们是按需填充的。
- 便携杜瓦:这些是移动杜瓦。确定它们可以输出 100 psig。35 和 80 psig 型号无法提供足够的气压。它们无法在高流速时足够快 地蒸发氮气。需要以比您想象的速度更快地更换杜瓦瓶,特别 是没有使用很多气体时。在低消耗或无消耗时,杜瓦瓶仍会发 出氮气以避免压力过高。这个蒸发速度是环境温度的函数。 在我们的实验中,即使未使用,杜瓦瓶也会在 2-3 周内变空。

5.4 打开仪器包装

一定要取出电源模块和歧管之间的黑色泡沫件。该泡沫件用于在运输时 固定歧管的玻璃顶。按以下说明拆除运输泡沫:

- 1) 确保仪器已拔下插头。
- 2) 使用提供的工具包移除仪器顶部面板和左侧面板。
- 3) 拧下电源。
- 4) 提起电源模块,如图3所示。
- 5) 取下黑色泡沫件。
- 6) 将电源模块转回并使用螺丝固定。
- 7) 更换侧面和顶部面板。





图3: 电源模块和歧管泡沫件位置

5.5 设置硬件

本节说明如何设置硬件并介绍了与仪器接头和线缆相关的信息。

5.5.1 安装前级泵

图 4 所示外部机械泵在仪器附近且安静,只有 48 dB (A)。 泵尺寸为 470 mm(长)x 158 mm(宽)x 229 mm(高),重量 28 kg。 它应放在地面上或振动不会影响仪器性能的地方。





图4:前级泵

按图 5 所示检查前级泵电压设置。它显示此时泵被设定为操作电压 110 V。电压必须与 MS 仪器的供应电压一致。例如,如果 MS 仪器使用 110V,则前级泵电压也一定要设为 110V。

如果您使用 230 V,则必须取下两颗螺丝并翻转盖板使显示 230 V 的蓝 色标签在顶部。



警告一触电或产品损坏

泵电压必须与 MS 仪器的供应电压一致。电压不一致可能造成泵和/ 或仪器损坏。



图5: Edwards 前级泵电压设置

然后,检查确认泵被设置为高真空模式。系统侧的模式选择器旋钮应转 到最右侧(朝向小液滴)。

然后,安装油雾过滤器组件和回油包。

EMF 油雾过滤器用于分离和收集油封回转真空泵排出的油雾及气味。它 们是二级过滤系统,包含复合油雾过滤器和活性碳气味过滤器。废气进 入过滤器外壳后,通过二级滤芯,由复杂过滤器收集的油滴进入外壳底 部的收集仓。油随即通过回油包返回泵。

按照下面的步骤安装回油包。

1) 气镇适配器有两个部件:金属适配器和塑料适配器。首先,按以下 步骤组装金属气镇适配器。所有必要部件均随 Edwards 泵提供。

a. 添加较小的 O 形环,以使其在金属适配器上做径向密封。见图 6。



图6:为气镇适配器添加小O形环

b. 用戴手套的手指在 O 形环上涂抹少量 Apezion 真空润滑脂。 如果没有 Apezion 真空润滑脂,可改用一滴真空泵油。见图 7。



图 7:为金属气镇适配器上的小 0 形环抹油

c. 为金属适配器底座添加大 O 形环。见图 8。



图8: 将大0 形环装到金属气镇适配器上

将金属O形环装到黑色塑料适配器上,将黑色O形环装到金属适配器上。见图9。



图9:将金属O形环装到塑料气镇适配器上



3) 将黑色适配器拧回金属适配器。见图 10。

图10:将适配器装到一起



4) 通过下压和转动从前级泵顶部取下气镇旋钮。见图 11。

图11:取下气镇旋钮

注意一确保入口内的弹簧一直位于入口内。如果它在您取下盖板时弹出,将 其放回入口,然后再安装气镇适配器。

5) 找到气镇适配器上的销和前级泵进样口上的配对口。见图 12。



图 12: 找到配对的销和口

6) 使用配对口将适配器组件插入进样口。见图 13。



图 13:将适配器安装到进样口

7) 按下适配器并将其转到右侧以固定到进样口。见图 14。



图14:固定适配器

8)转动适配器,如图所示调整平片位置。其中一个平片应朝向泵上的 数字 II。现在适配器应已正确安装到进样口中。见图 15。



图15:正确安装的适配器

9) 将黄铜限流板衬套安装到油雾过滤器的黑色小软管中。见图 16。



图 16: 将黄铜限流板衬套安装到油雾过滤器软管中



10) 将衬套一直推入软管内。见图 17。

图17:正确安装的衬套



 使用随附固定装置将油雾过滤上的软管连接到适配器。将软管一直 向下推到适配器上。这会将限流板衬套推入软管。见图 18。

图 18: 将油雾过滤器软管连接到适配器



12) 拧紧夹钳,必要时使用工具。务必使夹钳与适配器顶部齐平。 见图 19。

图19:用工具拧紧夹钳



13) 将前级软管从质谱仪后部安装到前级泵上的进样口。见图 20。

图 20: 将前级软管安装到前级泵



14) 安装并拧紧夹钳以将前级软管固定到位。见图 21。

图 21: 安装排气软管的夹钳

注意——定要从 MS 仪器后侧将前级管连接到前级泵进样口,如图 41 所示。

提示—— 仪器可完全推到实验台后壁上。软管可弯到任意一侧。



警告一触电或产品损坏

泵电压必须与 MS 仪器的供应电压一致。电压不一致可能造成泵和/ 或仪器损坏



▲ 警告──仪器损坏

不要延长前级软管,否则会对真空歧管中的压力产生负面影响。

5.5.2 安装油雾过滤器

要安装油雾过滤器:

1) 从油雾过滤器上取下塞子。将金属 O 形环保持原位,见图 22。



图 22:从油雾过滤器上取下塞子

2) 安装紧贴型软管适配器。务必用手将它拧紧。见图 23。



图 23: 安装紧贴型软管适配器

3) 在泵的灰色排气口适配器上安装油雾过滤器适配器。 见图 24



图 24: 在灰色排气口适配器上安装油雾过滤器适配器



使用可调扳手拧紧泵上的灰色排气口适配器。必须将它拧紧,以防止漏油。见图 25。

图 25:拧紧灰色排气口适配器

注意一将油雾过滤器安装到已安装的灰色适配器内。切勿将灰色适 配器更换为 Edwards 泵随附的黑色适配器。

5) 将油雾过滤器置于适配器上。见图 26。



图 26: 将油雾过滤器安装到适配器上

注意一 油雾过滤器必须安装在与废气流相同的方向上,如下端外壳 上的箭头所示。

6) 使用附带夹钳将油雾过滤器固定到适配器上。安装油雾过滤器时请 勿松开灰色排气口适配器。见图 27。



图 27: 用夹钳固定油雾过滤器

7) 修剪软管去除多余的长度。软管不能过短以免扭结。它不应过长以 至延伸到油雾过滤器上的接头上方。朝向应大约水平,使软管中不 会集油。见图 28。



图 28: 切短软管

8) 将黑色小软管连接到油雾过滤器前部,以将它连接到泵排气口。首先,将夹钳滑动到软管上,然后将它连接到油雾过滤器。见图 29。



图 29: 将泵排气软管连接到油雾过滤器组件

9) 用工具拧紧夹钳。见图 30。



图 30: 拧紧油雾过滤器组件小软管夹钳

注意一安装油雾过滤器时请勿松开灰色排气口适配器。

- 10) 现在,将顶部排气适配器安装到油雾过滤器上。首先,拧下油雾过 滤器顶部的帽并将其丢弃。
- 11) 添加油雾过滤器顶部 O 形环。见图 31。



图 31: 安装油雾过滤器顶部 0 形环



12) 添加顶部适配器。见图 32。

图 32: 安装油雾过滤器顶部适配器



13) 安装并固定将顶部适配器和 O 形环连接到油雾过滤器的夹钳。 见图 33。

图 33: 用夹钳固定顶部适配器和 0 形环



14) 将排气软管夹钳和软管安装在适配器上。见图 34。

图 34:将软管夹钳和软管安装在顶部适配器上

15) 用螺母驱动器或扁平手柄螺丝刀固定夹钳。见图 35。



图 35: 用螺母驱动器拧紧夹钳
注意一在您布设通向房屋排气口的废气管线时。请勿令其松开或弯曲排气口适配器。

图 36 显示了正确安装的油雾过滤器的特写图,其中透明白色底部外壳 直接连接到泵排气歧管。一定要将随附气镇排油管套件从外壳底部装回 泵镇歧管。





图 36: 前级泵油雾过滤器组件和回油包

5.5.3 为前级泵加油

此部分包含为您的前级泵加油的说明。

1) 请仅使用与前级泵附带的 Edwards 泵油同类型的泵油。见图 37。



图 37: Edwards 前级泵油



2) 拧下油槽上的帽,并放在一旁。见图 38。

图 38: 拧下油槽帽



3) 向油槽添加泵油。将泵油添加到略微超过观察孔上的半满标记。见图 39。

图 39:为前级泵加油

4) 合上并拧紧油槽帽。见图 40。

注意一开启泵后,油位可能下降。如果油位降至观察孔上的半满标 记以下,为质谱仪通风并加油。



图40:合上并拧紧油槽帽

5) 泵的电源线应直接插入 MS 仪器后侧, 如图 41 中所示。



图41:仪器后侧

5.5.4 安装溶剂收集瓶

仪器还随附 4 L 溶剂收集瓶。此管可通过切割连接到仪器右前侧到瓶子 然后从瓶子到排气口。随附两个 90°弯接头以根据需要在台子边缘拐 弯。可根据需要将此管切到任意长度。见图 42。

溶剂收集瓶出口必须连接到适合的排气口。



溶剂气体中可能含有危险烟雾。维持通风良好的实验室。



溶剂收集瓶

图 42: 仪器溶剂收集瓶

5.5.5 安装源外壳排水插件和吹扫锥

仪器发货时源外壳排水插件和吹扫锥为卸载状态,这是为了避免敏感部 件在运输中受到损坏。打开电源前请按下面的分步指导操作。



佩戴手套和护眼设备以避免污染敏感部件。

- 1) 抓住左边缘的门打开前面板。
- 2) 提起仪器顶部舱口以提供足够的空间移除源外壳, 如 图 43 所示。





图 43: 移除源外壳

3) 在接地接头位置移除 PEEK 毛细管接头,如图 44 所示。



图 44: 在接地接头位置断开源的 PEEK 毛细管连接

4) 向上提源外壳右下和左下侧的两个凸轮杆。随着凸轮旋转,源外壳将脱离隔板并从两个金属导杆上滑下,如图46中所示。





图 45: 移除源外壳

5) 慢慢取下源外壳,如*图*46 所示,注意不要损坏 ESI 探头和毛细 管连接。



图 46: 移除源外壳

6) 将源外壳放在安全的位置并安装吹扫锥,如图47中所示。





图 47: 安装吹扫锥

- 7) 锥体应卡到位并与 Teflon 套圈形成密封。
- 8) 按相反顺序重新安装源外壳,如图 48 所示,特别注意要将源外 壳滑到金属导杆上。



图48: 重新安装源外壳



9) 重新将 PEEK 毛细管连接到接地接头上。见图 49。

图 49: 重新将 PEEK 管连接到接地接头上



▲ 警告——仪器损坏

为保证安全运行,金属接地接头一定要牢固固定在与离子源金属外 壳连接的接地夹上。重新安装探针接地时要保证拧紧翼形螺丝。 如果系统未正确接地,LC 或IC 可能会受到损坏。

5.5.6 在 ISQ EM 源外壳上切换 HESI 和 APCI 模式

在您的 ISQ EM 源外壳一侧有一个开关,这个开关必须与安装的探针 (HESI 或 APCI)对齐,系统才能正常工作。请按照此部分中的说明操 作,然后再开始分析。

 如果您想在 ISQ EM 上使用 HESI 探针,确保源外壳一侧的探针开 关转动到该侧。HESI 标签会清楚地显示。确保源外壳左侧的探 针开关朝上,这样针头才可调整到可正常分析样品的位置。见 图 50。



图 50:确保 ISQ EM 源外壳处于 HESI 模式

2) 如果您想使用 APCI 模式,确保源外壳一侧的探针开关朝上,这 样针头才可调整到可正常分析样品的位置。见图51。



图 51:确保 ISQ EM 源外壳处于 APCI 模式

提示─在拆卸 APCI 源外壳前,将 APCI 开关转至水平位置。 这会将 APCI 针头移至源外壳顶部更安全的位置以方便运输。

5.5.7 安装内部校准溶液

您的仪器在内部校准溶液位置上装有一个空瓶。您需要将其取下并更换 为带标签的版本,如图52所示。

提示──仪器自带两瓶校准溶液。每瓶含有超过 250 mL 液体,可在室 温下保持稳定最高一年。

提示一理想情况下,备用瓶应在4°C下保存。



图 52: 用于自动调谐的带标记的内部校准溶液



▲ 警告—仪器损坏

安装校准瓶时要穿戴保护性衣服、眼镜和手套。

- 1) 取下仪器前侧空瓶上的盖,注意不要损坏毛细管和气体线路。
- 2) 拧下一个有标签的校准液瓶并连接到仪器上的现有盖上, 如图 53 所 示。



图 53: 安装内部校准液的位置

提示─每个自动调谐试验都使用约 10mL 校准液。执行任何自动调谐 试验前一定要检查瓶中液位。

提示─如果任何液体溅到瓶子正下的排液区域,一定要清洁并干燥 液体泄漏传感器,如图 16 所示。

5.5.8 将 IC 或 LC 连接到 MS 进样口

本节介绍将 LC 或 IC 连接到 ISQ EC 进样口的说明。

图 54 显示了 MS 仪器的各种流路连接。MS 流路的说明请见表 3。



图 54: ISQ EC 和 ISQ EM MS 流路概览

字母	说明
А	仪器进样口
В	进样口到阀门
С	阀门到接地接头
D	接地接头到源(探针)
E	参考校准液到阀门

表3: MS 仪器流路

如果用户要从顶部舱口连接到 MS 仪器,则 LC 到 MS 进样口或仪器进样 口接头可旋转 90°朝上。使用仪器自带工具包拆除仪器左侧外部罩子 (朝向仪器)。然后取下左面板外侧上进样口正对侧的锁定螺丝(如果 朝向仪器)。取下固定螺丝后,即可自由地将进样口组件移到其他两个 孔。 进样口有一个固定孔和一个销,可根据应用需求方便地定位,如 图 55 中所示。





图 55: LC 到 MS 进样口

5.5.9 冲洗校准溶液

本节说明如何冲洗校准溶液。冲洗校准溶液前必须完成仪器连接并运行。

1) 在 Detector-More Options(**检测器-更多选项**)框中,使用下拉菜单 将阀门位置切换到 Load(**载入)**。见图 56。

Detector - More Options	– 🗆 X
More Options: Detector Instrument: DESKTOP-2	Vanquish ISQ Family 2PMSODN_1
Maintenance mode	Calibration gas valve
Enter Maintenance Mode	Six port valve position:
Exit Maintenance Mode	Calibration valve pre Load
Overall status: Off	Tum On Standby Mode
	Close

图 56:冲洗校准溶液

2) 选择"**校准阀门压力**"框。见图 57。

Detector - More Options	– 🗆 X
More Options: Detector	Vanquish ISQ Family 2PMSODN_1
Maintenance mode	Calibration gas valve
Enter Maintenance Mode	Six port valve position: Load ~
Exit Maintenance Mode	Calibration valve pressurization
Overall status: Off	Tum On Standby Mode
	Close

图 57:选择"校准阀门压力"框。

- 3) 观察液体进入透明排液管(隔板接头后)。
- 4) 让校准液冲洗约 30 秒。
- 5) 取消选择"校准阀门压力"框。见图 58。

Detector - More Options	- 🗆 X
More Options: Detector Instrument: DESKTOP-	Vanquish ISQ Family 2PMSODN_1
Maintenance mode	Calibration gas valve
Enter Maintenance Mode	Six port valve position: Load \checkmark
Exit Maintenance Mode	Calibration valve pressurization
Overall status: Off	Tum On Standby Mode
	Close

图 58: 禁用"校准阀门压力"

5.5.10 将系统连接到计算机

本节介绍如何将 LC-MS 或 IC-MS 系统的所有部件连接到计算机。

5.5.10.1 将 ISQ EC 和 EM 质谱仪连接到计算机

质谱仪需要本地 LAN 连接 10Base-T 连接。它随附线缆,可直接连接到 计算机。计算机后侧有两个 LAN 接头。将 10Base-T 线插入计算机网 卡,如 图 59 中所示红线。对于因特网和本地 IT 基础设施,请使用蓝线 表示的位置,如 图 59 所示。



图 59:将 ISQ EC MS 连接到计算机

5.5.10.2 将LC 或 IC 仪器连接到计算机

请按制造商推荐的方法将计算机连接到前端色谱仪器。关于预安装 软件的更多信息请见"打开包装"一章。

5.5.10.3 配置LAN

如果您和质谱仪一起购买了计算机,则网络设置已为您配置好。如果您 是独立购买的计算机,按第101页上的说明配置相应 LAN 上的 IPv4 设 置。

5.5.10.4 将流路系统连接到质谱仪

仪器随附多种 PEEK 毛细管以方便您连接前端色谱系统。不要绕过或改装 MS 仪器内部的 PEEK 毛细管。请连接内部基准进样系统和阀门到离子源。

5.6 硬件安装概述

本节分步介绍质谱仪的硬件安装流程。 各步骤详情请参考之前的章 节。

- 1) 将质谱仪放到实验台上 IC 或 LC 色谱仪器旁。
- 2) 为计算机工作站和监视器留出足够的空间。
- 3) 按本手册听站点要求章节操作,包括电源、通风和氮气相关说 明和规范。
- 穿戴适合的个人防护设备,包括实验室工作服、护目镜和手套。
- 5) 连接氮气供应线路。



▲ 小心—气体供应安全

对于发生器或源阀门,氮气供应线路不应该输送气体或发生器设置 为打开或者源阀门处于"打开"。误操作可能造成人身伤害。等待 供应线路稳定连接到仪器后再打开气体。

- 6) 安装前级泵。
- 7) 拆除连接到源外壳的毛细管。
- 8) 拆除 PEEK 毛细管和源外壳,如图44 和图45 所示。
- 9) 安装吹扫锥, 如图 47 所示。
- 10) 检查确认源排液套圈已正确安装,如图 48 所示。
- 11) 安装源外壳并重新连接毛细管。
- 12) 验证前级泵上的电压与实验室/建筑电源是否一致。
- 13) 将前级泵电源线连接到泵和 MS 仪器。
- 14) 验证 MS 仪器电源开关是否设置到"关"位置。

15) 将 MS 仪器电源线连接到壁式插座。

16) 打开 MS 仪器。

17) MS 仪器将自动打开前级泵,系统将开始实现标称真空。

提示——质谱仪通常需要一小时才能用于正常运行。尽量让系统过夜 以获得稳定的真空。

5.7 启动系统



电源开关位于仪器后侧右上角,如下面图 60 所示。开关在右上位置时仪器打开。MS 仪器在 110V 和 230V 之间可自动切换。不需要手动调整。

图 60: 电源开关位置

按*图 61* 所示检查前级泵电压设置。电压必须与 MS 仪器的供应电压一致。例如,如果 MS 仪器使用 110V,则前级泵电压也一定要设为 110V。



图 61: Edwards 前级泵电压设置

6 操作

本章介绍仪器控制元件,说明常规和关机操作。

6.1 本章简介

本章中的信息假定系统已完成初步设置。如果未完成,请参考第5章安 装中的说明,然后再继续(见第36页)。

关于使用 Chromeleon 软件控制仪器和自动分析样本的基本说明,请见 第 6.4 节。关于检测器控制和操作的说明请见 Chromeleon 帮助。

6.2 操作安全指南

操作检测器时,请注意以下安全指南:



🏠 遵守第 2.3 节安全注意事项中的所有警告消息和注意事项 (见第19页)。



▲ 小心—爆炸危险或检测器损坏

使用四氢呋喃 (THF) 时, 使用空气作为气体供应可能有爆炸危险。这 可能造成安全和健康风险并损坏检测器。四氢呋喃或其他高度易燃 溶剂一定要使用氮气。

注意 另外注意以下准则:

- 操作色谱系统时,一定要为泵设置压力上限。这可避免因泄漏或 泵空转导致的损坏。
- 如果检测器有泄漏迹象,请关闭泵流并立即修正。
- 打开检测器的泵流之前一定要验证检测器气流是否已打开。打开 气体前切勿将泵流引向检测器。
- 打开检测器气流和泵流时 先打开检测器气流,等待至少5分钟,然后才能打开泵流。
- 关闭泵流和检测器气流时 先关闭泵流,等待至少5分钟,然后才能关闭检测器气流。等待 时,排液泵会将所有剩余流动相作为废液排干,然后自动关闭。
- 遵守气体供应和通风相关要求。请见第 40 页第 5.3 节站点要求。
- 遵守操作规范。见规范 173。

6.3 MS 仪器概览

本节是 MS 仪器的简介。图 62 显示了 MS 仪器的各种流路连接。 MS 流路的介绍请见 表 4



图 62: ISQ EC 和 ISQ EM MS 流路概览

字母	说明
А	仪器进样口
В	进样口到阀门
С	阀门到接地接头
D	接地接头到源(探针)
E	参考校准液到阀门

表4: MS 仪器流路

6.4 在 Chromeleon 中配置 MS

您的 MS 仪器使用 Chromeleon 7.2 色谱数据系统 (CDS) 的第一个 MS 驱动程序。和其他 MS 仪器不同,直接控制 MS 不需要任何其他辅助软件。

配置MS

- 1) 请按下面介绍的步骤在 Chromeleon 7.2 中配置 MS。
- 2) MS 仪器应"打开",在真空下且供应氮气。
- 3) 打开 Chromeleon Service Manager(服务管理器)并选择"Configure Instruments"(配置仪器)选项。按记录的 Chromeleon 流程在 Chromeleon 7 中创建一个新仪器以添加 IC 或 LC 系统。
- 4) 配置前端 LC 或 IC 后,选择 "Add module to instrument" (添加模块到仪器),如图 63 中所示。
- 5) MS 可在一个或多个位置找到
 - 1) Thermo Scientific >Mass Spectrometry> ISQ LCMS Family(Thermo Scientific > 质谱仪 > ISQ LCMS 系列)
 - 2) Thermo Scientific >Mass Spectrometry> ISQ LCMS Family(Thermo Scientific > 质谱仪 > ISQ ICMS 系列)

Instrument Name: Vanquish Manufacturers: [Thermo Scientific	Modules:	
IC: Dionex ICS-3000 Systems IC: Dionex ICS-3000 Systems IC: Dionex ICS-5000 Systems IC: Dionex ICS-6000 Systems IC: Dionex Modules HPLC: Dionex UtiMate 3000 HPLC: Vanquish HPLC: Ownkotek Systems HPLC: Modules ESA Modules GC: Modules Extraction Modules Mess Spectrometry Generic ABI Aglient Bertfold	Mass Spectrometer	r
Dostmann	~	
	OK C	ancel

图 63: ISQ EC 或 ISQ EM 仪器模块位置

6) 如果您和质谱仪一起购买了计算机,则仪器会自动配置并显示一个 IP 地址。见图 64。

Vanquish ISQ Family Con	figuration		×
General Maintenance A	ssociate pump	info	
Device model: Device name:	ISQ EM		•
Remote start:	ActiveHigh		•
Hardware inject sync	hronization		
Split flow	Γ		100 %
✓ Fraction Collection			
Warn on source chan	ge		
Simulation mode			
Vacuum Pressure Units:	T	оп	•
Source Gas Pressure Un	its: pe	sig	•
Communication settings			
IP address: 192.16	8.1.234	E	dit
TCP port: 30			
ок с	ancel	Help	

图 64: ISQ MS Family Configuration (ISQ MS 系列配置) - General (常规)选项卡

- 7) 如果您是独立购买的计算机,按下面的说明配置相应 LAN 上的 IPv4 设置。
- 8) 打开计算机并让它完成启动流程。
- 9) 选择**开始 > 控制面板 > 网络和 Internet > 网络和共享中心**,打开"网络连 接"窗口。
- 10) 配置连接到质谱仪的网卡。

- a. 右击网卡并选择 Rename(重命名)以重命名此连接。将其重命名 为 ISQ EC 或 ISQ EM。
- b. 右击 ISQ EC 或 ISQ EM 连接并选择 Properties(属性)以设置 IP 地址。
- c. 通过选择相应框禁用除 **Internet Protocol (TCP/IP) Version 4**(Internet 协议 (TCP/IP) 版本 4)外的所有协议。
- 11) 在**通信设置**下,单击 IP 地址旁的**编辑**按钮。打开**局域网连接状态**窗口。 见图 65。

📮 Local Area Con	nection Status	×
General		
Connection		
IPv4 Connecti	vity:	No Internet access
IPv6 Connecti	vity:	No network access
Media State:		Enabled
Duration:		15 days 04:53:18
Speed:		100.0 Mbps
D <u>e</u> tails		
Activity		
	Sent —	Received
Bytes:	469,728,460	24,029,705,501
Properties	Disable	Diagnose

图 65: 局域网连接状态窗口

- 12) 单击属性打开局域网属性。
- 13) 在 Networking(网络)选项卡中找到 Local Area Connection Properties(局域网连接属性)窗口,右击 Internet Protocol Version 4 (TCP/IPv4) (Internet 协议版本 4 (TCP/IPv4))连接项或单击 Properties(属性)。见图66

Local Area Connection Properties	J
Networking Sharing	
Connect using:	
Broadcom NetXtreme Gigabit Ethemet	
Configure This connection uses the following items:	
Client for Microsoft Networks QoS Packet Scheduler File and Printer Sharing for Microsoft Networks File and Printer Sharing for Microsoft Networks File and Printer Sharing for Microsoft Networks File and Printer Scheduler Anternet Protocol Version 6 (TCP/IPv6) File Anternet Protocol Version 4 (TCP/IPv6) File Anternet Protocol Version 4 (TCP/IPv4) Antern	
Install Uninstall Properties	
Description Transmission Control Protocol/Internet Protocol. The default wide area network protocol that provides communication across diverse interconnected networks.	
OK Cancel	

图 66:选择网络连接

14) 配置 IP 地址和子网,如图 67 所示。

eneral	
You can get IP settings assigned autor this capability. Otherwise, you need to for the appropriate IP settings.	matically if your network supports o ask your network administrator
Obtain an IP address automatical	lly
Use the following IP address:	
IP address:	192.168.1.1
Subnet mask:	255.255.255.0
Default gateway:	
Obtain DNS server address autor	matically
 Use the following DNS server add 	dresses:
Preferred DNS server:	
Alternate DNS server:	• • •
Validate settings upon exit	Ad <u>v</u> anced

图 67: 配置 IP 地址和子网掩码

注意 如果使用提供的 USB-以太网适配器连接仪器,在使用安装了适配器的 USB 集线器传送大型数据文件的同时收集仪器数据可能偶尔引发通信问题。

15) 单击 **OK**(确定)并返回 Chromeleon 配置窗格上的 General(常规)选项 卡。 见图 68。

Vanquish ISQ Family Configuration $ imes$		
General Maintenance As	ssociate pump info	
Device model:	ISQ EM	
Device name:	ISQEM	
Remote start:	ActiveHigh 🗨	
✓ Hardware inject sync	hronization	
Split flow	100 %	
✓ Fraction Collection		
Warn on source chan	ge	
Simulation mode		
Vacuum Pressure Units:	Torr	
Source Gas Pressure Units: psig 💌		
Communication settings		
IP address: 192.16	8.1.234 Edit	
TCP port: 30		
ОК Са	ancel Help	

图 68: ISQ Family Configuration(ISQ 系列配置) - General (常规)选项卡

- 16) 将 **Device Model**(设备型号)设置为 ISQ EC 或 ISQ EM, 具体视您使用的仪 器而定。
- 17) **Device Name**(设备名称)是 Chromeleon 中用来识别 ISQ EC 或 ISQ EC MS 的 名称。在大多数情况下,您应该接受默认名称。如果您输入其他名称,可 能会重新链接电子面板上的控件,或编辑仪器方法中的名称。
- 18) 如果要将 MS 直接连接到自动进样器,选中 Hardware Inject Synchronization (硬件进样同步)。否则, ISQ EC 由 Chromeleon 软件控制。通常不使用此 模式。

重要—通常不应使用 Hardware Inject Synchronization (硬件进样同步) 请见 135, 了解关于远程启动线缆的其他信息。

- 19) 如果选择了 Hardware Inject Synchronization (硬件进样同步),将 Remote Start (远程启动)设置为 Active Low (低活跃)或 Active High (高活跃)。 选项应与自动进样器上的设置相同。
- 20) 要设置分流倍增器,选中 Split Flow(分流)。分流倍增器可在 1 100% 范 围内设置
- 21) 如果您想执行质谱导向馏分收集,请选中 Fraction Collection (馏分收集)。
- 22) 如果在 HESI 和 APCI 探针之间交换时您希望仪器提醒您为 APCI 放电管脚选 择正确的位置,选中 Warn on Source Change(源更改时发出警告)。
- 23) 通常不选择 Simulation Mode(模拟模式)框。选择"模拟模式"框时, 用户可在 Chromeleon 软件中工作且不与仪器交互或分析真实数据。模拟模 式通常用于培训目的。

重要─通常, Hardware Inject Synchronization(硬件进样同步)和 Simulation Mode(模拟模式)都不应该选择。

Vanquish ISQ EC Configuration		
General Maintenance	Associate pump info	
	Enable Days	
Foreline pump oil:	125	
Turbo pump oil/bearing	. 🔽 729	
Multiplier:	1000	
	Reset all	
ОК	Cancel Help	

24) 选择 Maintenance(维护)选项卡并验证所有启用项,均如图 69 所示。

图 69: ISQ EC 或 ISQ EM MS configuration - Maintenance 选项卡

使用 Maintenance(维护)选项卡设置前级泵油、涡轮泵油和轴承以及电子 倍增器的维护间隔。要查看这些项目的使用时间,打开 Chromeleon Console 并转到 ISQ EC (ISQ EM) > Wellness (ISQ EC (ISQ EM) > 状态)。见
Create He Edit View Tools	нер		
nstruments «	🕐 Launch eWorkflow 🔹 🥮 Smart Startup/Sl	uutdevn + 🙀 Release Control 😒 Monitor Baseline + 🚍 Concurnables + 🖂 «Autogenerated» + 🔩 🥹 🖉 +	
Flar 🛛	Home PumpModule SamplerModule	ColumnComp ISQEC Biter Audit Statup Queue	
The local Instrument Controller is running idle.			
to correctioner controle	Module Status Settings	Detector - Wellness	
PE-ASBRU 2	Deat Tribusted		
renormer 14	Aut get press	Wellness: Detector Vannuish ISO EC	
	Servero gen pri		
	Pietertion Time Foreine press	Instrumont: PE-ASBRU_2	
	Vacuum read		
	Module Connect On-line Plot	Detector Model: Varquash ISG	
	Cornect 21454735	Instances ID: 1510038	
	201010101	Vesors Seral Numbers	
	Mun Ontern	Controller Interface micro firmware: 19 Lana driver board: 10040209	
	16700000-	Controller Interface FPGA firmware: 64 Lane driver HV board: 18040305	
	Welness	PC communications firmware: 230 72 59 28 Pressure controller board: 16x310A9	
	Service	Presure cartaler firmware 18 Presure namfold board: 172/700CD Spectral plot could not be created.	
		Lens driver firmulare: 20 Vaporter board: 17/91700F No spectra selected.	
		RF ferware 9	
	Scanning/Tuning \$200000-	Indiverse divervesion. 1.00.46	
	Real Time Scan	Mantenance	
	Tuning -1000-	Active? Usage Time in Use min	
		Forestine pump oil: Yes 125 (days) 2.77 (days) (2.21) Pleaset Counter 10.00	
	Avdt Trail	Tubo pump: Yes 729 (steys) 2.77 (steys) (0.41.) Pieset Counter	
	Data Tara	Mutpler: Yes 1000 (days) 0.00 (days) (0.01.) Reset Counter	
	- 7/20/2017 9:31:06 AM -05:00		
	0 7000017 0.38 10 AM 05 00		
	1/20/2017 9.25.38 AM -05:00	Calibration Compound: 250.0 [ei] Available (0.0%, Used)	
	0 7/20/2017 9:25:34 AM -05:00		
	0 7/20/2017 9.25.32 AM -05.00		
	7/20/2017 9:25-28 AM -05:00	ISGEC Trying to context	
	7/20/2017 9.25.28 AM -05.00	ISGEC This driver does not have a valid final certification.	
	- 7/20/2017 9/25/27 AM -05/00	Initializing drow Vansish ISO EC	
1 Instruments			
	0 //20/2017 9/25/27 AM -05:00	i nemorisner zouziu, LL, Linviner - I nemorisner zouziu, LL, Linviner, version 1.0.0.46. Copyright ♥ Thermo-Hisber Scientific 2017, All rights reserved.	
Linea			
eWorkflows			

图 70:在 Chromeleon Console 中查看维护间隔

- 25) 完成设置维护间隔后单击 OK(确定)。
- 26) 选择 Associate Pump Info(关联泵信息)选项卡关联一个泵或更改泵类型。 见*图 71*。

Vanquish ISQ EC	Configuration 🛛 🔍
General Mainte	nance Associate pump info
Associate a	pump
Manufacturer:	HPLC:Vanquish
Model:	Vanquish Binary Pump 💌
Main Device	PumpModule
Pump Device	Pump
Note: The name (if applicable) m named them whe	s of the main device and pump device ust match exactly what you have en you configured the pumps.
OK	

图 71: MS 配置 - Associate Pump Info (关联泵信息) 选项卡

27) 如果要将泵与 MS 关联,选择 Associate a Pump(关联泵)框。如果未选择 此框,则必须在仪器方法编辑器中为各方法设置泵流。如果您尚未关联 泵,软件还会提示您先检查泵流再调节仪器。

28) 使用制造商和型号下拉菜单为系统上安装的泵选择正确的设置。见图72。

Image: Associate a pump Image: Associate a pump Manufacturer: HPLC:Vanquish Model: HPLC:Vanquish Dionex ICS-5000 IC:Dionex ICS-5000 IC:Dionex ICS-5000 IC:Dionex Integrated Solutions Pump Device IPUTTP IPUTTP Image: Pump Device	nquish Binary Pump Binary Pump Quatemary Pump
Manufacturer: HPLC:Vanquish Model: HPLC:Vanquish Dionex ICS-5000 IC:Dionex ICS-5000 IC:Dionex Modules Pump Device HPLC:Dionex UtiMate 3000 Pump Device Pump	nquish Binary Pump Binary Pump Quatemary Pump
Model: HPLC:Vanquish Dionex ICS-5000 IC:Dionex ICS-5000 IC:Dionex Modules Pump Device HPLC:Dionex UtilMate 3000 Promp	Binary Pump Binary Pump Quatemary Pump
Main Device Main Device Uclionex Integrated Solutions IC:Dionex Modules HPLC:Dionex UtiMate 3000 Pump Device Pump	Binary Pump Quatemary Pump
Pump Device HPLC:Dionex Utt/Mate 3000 Pump Device Put	
	p
Lote: The names of the main device and pump device if applicable) must match exactly what you have amed them when you configured the pumps	sin device and pump device exactly what you have figured the pumps.
(if applicable) must match exactly what you have named them when you configured the pumps.	igured the pumps.

图 72 : MS 配置 - 添加泵信息

29) 输入 Main Device(主设备)和 Pump Device(泵设备)名称。名称必须与 泵的一致。见图 73。

Vanquish ISQ EC Configuration
General Maintenance Associate pump info
I Associate a pump
Manufacturer: HPLC:Vanquish
Model: Vanquish Binary Pump
Main Device PumpModule
Pump Device Pump
Note: The names of the main device and pump device (if applicable) must match exactly what you have named them when you configured the pumps.
OK Cancel Help

图 73: MS 配置一输入设备名称

30) 选择 **OK**(确定)按钮, Chromeleon 将尝试发起与 MS 仪器的通信。成功后 会在仪器配置审计记录窗口中增加几个条目,如下面图 74 中所示。



图 74: MS 仪器审计记录信息

6.5 用户操作

运行模式自动开始样本分析并在气流关闭时自动打开气流。

6.5.1 Chromeleon 用户界面

在 Chromeleon 7.2 启动并与配置的系统连接后, Diagnostics 屏幕显示实时信息,并在系统默认电子面板上显示值。此电子面板称为 "ISQ EC"或 "ISQ EM"。如果没有电子面板,请按下面添加 MS 仪器电子面板下的说明操作。

6.5.1.1 Chromeleon 电子面板

您会看到与图 75 和图 76 中显示类似的用户界面,具体取决于 MS 是否已与 HPLC 或 IC 仪器连接。



图 75: HPLC MS 仪器面板



图 76: IC MS 仪器面板

参数	说明
状态窗口	显示系统是否已做好运行准备。仪器在采集模式下时,状态窗口 将显示"忙碌"
仪器连接	启用直接软件控制 MS 仪器。这可使用侧栏在"开"或"关"间 切换。
实时扫描	允许用户立即触发采集模式的功能。显示一个新窗口显示实时扫 描数据并可以调整仪器参数。
手动调谐	此模式供维修工程师设置仪器。切勿将此模式用于其他目的。
鞘气压力状态	显示用于去溶剂化/雾化的主要氮气压力。
吹扫气体压力 状态	来自吹扫锥的反向流路气体压力。用于较脏的样本基体和较复杂 的流动相组成
辅助气体压力 状态	喷雾针外侧周围的气流。可加热此气体以帮助去溶剂化
汽化器温度状 态	加热辅助气体以帮助去溶剂化
离子转移管温 度状态	加热离子转移管,将离子带到离子光路。用于进一步去溶剂化离 子
源电压状态	为离子化而应用到 ESI 毛细管的电压
源电流状态	源电压的电流
色谱图窗口	在采集模式下或自动批量序列中,此窗口会自动激活并显示实时 数据
前级压力状态	前级泵压力

表5: MS 仪器电子面板功能

表 5 列出了各种电子面板功能及其相应说明和功能。配置仪器并连接 到 Chromeleon 软件后,请记录前级压力状态。

提示一达到标称真空前不会对源施加仪器电压。

电子面板让用户可以选择 ESI 正或负自动调谐,且 ESI 仅诊断调谐或手动调谐。

重要一手动调谐仅供 Thermo Fisher Scientific 维修工程师使用。

系统将根据内部参考溶液(校准液)自动优化仪器并在 Chromeleon 审 计记录中提供结果,如表 6 中所示。

参数	启用直接软件控制 MS 仪器。这可使用侧栏在"开"或"关"间 切换。
调谐状态	显示调谐试验的整体状态
当前调谐任务 名称	显示当前正在执行的子任务名称
当前调谐任务 操作	显示正在执行的子任务的当前状态
ESI 正调谐	为操作的 ESI 正模式运行自动调谐
ESI 负调谐	为操作的 ESI 负模式运行自动调谐
ESI 仅诊断调谐	运行一系列硬件检查以确保 ISQ EC MS 按预期运行
手动调谐	允许用户对选择的分析仪组份更改调谐设置。

表6: 自动调谐电子面板功能说明

6.5.1.2 *实时扫描*



从电子面板中选择**实时扫描**选项后,会显示一个如 图 77 的新窗口, 仪器即做好进入采集模式的准备,且让用户能够修改特定的仪器设置。

图 77:实时扫描窗口

此功能用于为一种或一组分析物实时优化仪器。此功能设计用于将分析 物注射或直接输注到 MS 仪器。要进入采集模式,请选择实时扫描窗口 左上角的"播放"按钮。按下"Play"(播放)按钮后,系统将允许用 户实时修改仪器设置。关于实时扫描功能的列表请见表 7。

提示— 如果要分析除内部参考校准液之外的任何东西,一定不能选择 Use Calibrant(使用校准液)框。选择该框将启动校准液输入流程。

提示一必须先将扫描质量输入**质量表**才能开始实时扫描。

提示一按下播放按钮后,可实时更改仪器设置。

参数	说明
Play(播放)按钮	开始实时扫描
Stop(停止)按钮	结束实时扫描
实时数据显示	选择"播放"按钮后显示实时数据采集。显示 X <i>(m/z</i> 质量范 围)和 Y(相对信号强度)。
状态窗口	显示当前的源类型和仪器状态
扫描类型	用户可选择进行完整扫描和 SIM 工作模式。
Spectrum Type (谱图类型)	选择谱图类型:轮廓图或棒状图。.对于 SIM 方法,仅选择轮廓 图模式。
Polarity(极性)	选择探针极性
Use calibrant (使用校准液)	选择此框将启动内部阀门并开始将内部校准液输注到 MS 仪器
使用调谐值	用于为管镜输入自定义值
离子转移管温度	选择在退出锥体后为转移管应用的热量
汽化器温度	选择从歧管应用到 ESI 探针的热量以辅助去溶剂化
源电压	选择应用到 ESI 毛细管进行离子化的电压
Source CID voltage (源 CID 电压)	在源中应用到碰撞诱导解离的电压
Tube lens voltage (管镜电压)	选择应用到管镜的电压
Sheath gas pressure (鞘气压力)	选择用于去溶剂化/雾化的主要氮气压力。
Aux gas pressure (辅助气压力)	选择探针外歧管周围的气流

参数	说明
Sweep gas pressure (吹扫气体压力)	选择来自吹扫锥的反向流路气体压力
载入校准质量	为内部校准液自动提供预选择的完整扫描质量的按钮。
质量表	输入选择的质量和/或目标质量范围。实时数据显示将根据选择 自动更新

表7: 功能和描述的实时扫描列表

将目标分析物质量输入**质量表**将自动为给定的质量或目标质量范围更 新实时数据显示。

6.5.1.3 自动调谐流程

重要一必须安装并配置 ESI 源外壳,然后才能调谐 ISQ EM。无法在安装 了 APCI 离子源的情况下调谐仪器。

图 78 中显示的参考溶液输送系统包含一个在色谱系统和离子源之间垂 直悬挂的 6 通阀。 该阀门可自动切换流路来自色谱洗脱还是参考溶 液。



图 78:参考进样系统

要将参考溶液输送到离子源,先通过6通阀设置,加压使参考溶液充满 一个 500 μl标准环。 然后,将6通阀切回进样,使来自色谱系统的流 量将参考溶液推到离子源中。

重要一自动调谐流程中一定要将溶剂输送泵设置为 50 µL/min。

重要一首次运行自动调谐前,一定要使用校准液冲洗阀门和样本循环。 请遵守下面的分步说明。

- 1) 遵循本章到目前为止指示的所有步骤和第5.5节的步骤。
- 2) MS 仪器应与计算机连接、已在 Chromeleon 中配置、处于就绪状态 且氮气流已设置为**开**且有标称真空状态。
- 3) 将 LC 或 IC 储液罐注入标准 LC 或 IC 溶剂。示例溶剂有: 100% Fisher Scientific Water Optima LC/MS 级 (PN W6-4) 或 18.2 DI M Q 水类型 1。
- 4) 将泵设置为流速 50 µL/min。
- 5) 从 ISQ EC 仪器电子面板,选择实时扫描。
- 6) 选择使用校准液框并按播放按钮开始输注内部参考溶液。
- 7) 使用流动相冲洗系统 5 分钟。
- 8) 打开校准液。

提示一按下播放后几分钟液体应从阀门进入仪器废液流。

- 9) 按停止。阀门和进样循环即冲洗完成。
- 10) 退出实时扫描模式。小程序窗口关闭。
- 11) 按调谐按钮打开"调谐"窗口。选择正自动调谐。
- 12) 系统即开始自动调谐。完成后,调谐结果摘要显示在 Chromeleon 审 计记录中。

6.6 运行您的首个样本

此选项提供与在 ISQ EC 质谱仪上运行样本相关的信息。此 MS 仪器可与 Chromeleon 运行控制工作流程无缝结合。因此,仪器方法编辑器使用 与离子或液相色谱仪器其他模块和检测器相同的规则和逻辑。

MS 仪器正确连接到 Chromeleon 并由其控制后,用户即可创建仪器方法。在 Chromeleon 7.2 中选择创建一个新方法,然后按自动提示操作。 方法编辑器分为两部分,源设置(顶部)和扫描设置(底部)。每个部分都有不同的模式,具体取决于用户首选项和工作流程。

6.6.1 入门

ISQ EC 和 ISQ EM 仪器方法编辑器有简单和高级模式,

ISQ EC MS 仪器方法编辑器有三个主要元素:Source Parameters(源参数)窗格、Scans(扫描)窗格和 Fraction Collection Channels(馏分收集通道)窗格。见图 79。



图 79: ISQ EC 和 ISQ EM 方法编辑器

6.6.2 方法编辑器—源设置,简单视图

ISQ EC 和 ISQ EM 仪器方法编辑器有简单和高级源参数设置模式。在简 单模式中,所有相关源设置都是根据泵流速值自动计算的。如果前端泵 在仪器配置中已关联,则此值会自动生成。见第 6.4 节: 在 Chromeleon 中配置 MS。

如果泵未关联,用户必须手动输入泵流速值以计算所有需要的源值。这 些参数将计算输出到控制源功能各个方面的三个(对于 HESI 方法)或 四个(对于 APCI 方法)不同的滑块栏中。用户可悬停在各滑动条上以 查看应用的实际值。随着滑条上下移动,底层算法会根据默认设置计算 新迭代值。见表 8。

参数	说明
Use This Detector(使用此检测器)	选择该复选框可启用当前安装的检测 器。
Installed Probe Type(安装的探针类型)	指示安装的探针类型。对于 ISQ EC MS,唯一的选项是 HESI,对于 ISQ EM MS,选项有 HESI 和 APCI。
Method Source Type(方法源类型)	将此项设置为您要开发的方法的射线 源类型。此项不必是安装的射线源类 型,但您只能运行安装的射线源类型 的方法。
More Robustness - More Sensitivity (更稳定 - 更灵敏)	选择是需要更灵敏还是更稳定。
Less Volatile Mobile Phase - Highly Volatile Mobile Phase(弱挥发性流动相 - 强挥发 性流动相)	滑块用于选择流动相是挥发性的还是 非挥发性的
Thermally Stabile Analyte - Thermally Labile Analyte(热稳定分析物 - 热不稳定 性分析物)	滑块用于选择分析物是稳定的还是不 稳定的。
Total Pump Flow(总泵流量)	来自 LC 的液体流量 (mL/min)
Instrument Flow(仪器流量)	流向 MS 的流量占泵总流量的百分比。 可通过使用 Instrument Configuration (仪器配置)中的 Split Flow(分流) 参数更改此值。

表8: HESI 源参数: 简单视图

参数	说明
Use This Detector(使用此检测器)	选择该复选框可启用当前安装的检测 器。
Installed Probe Type(安装的探针类型)	指示安装的探针类型。对于 ISQ EC MS,唯一的选项是 HESI,对于 ISQ EM MS,选项有 HESI 和 APCI。
Method Source Type(方法源类型)	将此项设置为您要开发的方法的射线 源类型。此项不必是安装的射线源类 型,但您只能运行安装的射线源类型 的方法。
More Robustness - More Sensitivity (更稳定 - 更灵敏)	选择是需要更灵敏还是更稳定。
Less Volatile Mobile Phase - Highly Volatile Mobile Phase(弱挥发性流动相 - 强挥发 性流动相)	滑块用于选择流动相是挥发性的还是 非挥发性的
Thermally Stabile Analyte - Thermally Labile Analyte(热稳定分析物 - 热不稳定 性分析物)	滑块用于选择分析物是稳定的还是不 稳定的。
Ionic Analyte in Mobile Phase - Non-Ionic Analyte in Mobile Phase(在流动相中离子 化分析物 - 在流动相中非离子化分析物)	使用此滑块来指示是否在流动相中将 分析物离子化。
Total Pump Flow(总泵流量)	来自 LC 的液体流量 (mL/min)
Instrument Flow(仪器流量)	流向 MS 的流量占泵总流量的百分比。 可通过使用 Instrument Configuration (仪器配置)中的 Split Flow(分流) 参数更改此值。

表9: APCI 源参数: 简单视图

MS 仪器方法编辑器与下面的 图 80 类似。仅当在仪器配置中选择馏分 收集模式时,才会出现底部窗格。

addM Nac Deepr □ techte stocker □ techte □ techtechte □ techte □ techte □ techtechtechte □ te	l kode of
Son Nove Register United to Some CO Son Nove Register United To Some CO Some Register United To Some Register Unite	Mr. baselve pesk wdfr: 20 e Desired scere per pesk: 6
Transaction Construction Construction Theory Transaction Construction Theory Transaction Construction Theory Transaction Construction	

图 80: MS 仪器方法编辑器 - 源设置,简单视图

6.6.3 方法编辑器—源设置,高级视图

要通过微调优化源参数,用户可选择高级视图。这里可以使用简单模式 中的设定值。使用简单模式的默认设置可以方便地在高级模式中开始优 化。见图 81。

提示一在高级视图中进行调整之后,如果用户切回简单设置,则会选择最接近的滑块值。



图 81: MS 仪器方法编辑器 - 源设置,高级视图

高级源设置的其他功能请见下面的表 10。

参数	说明
Vaporizer temperature (汽化器温度)	应用到辅助气体以去溶剂化的热量。0 °C - 550 °C
离子转移管温度	在源位置应用到离子转移管以辅助去离子化和传输的热量。 150 °C - 400 °C
Sheath gas pressure (鞘气压力)	液体雾化的主要气流。0 psig - 80 psig
Aux gas pressure (辅助气压力)	辅助去溶剂化的辅助加热气体。0 psig - 15 psig
Sweep gas pressure (吹扫气体压力)	吹扫锥处的反向气流,用于提高稳定性。0 psig - 2 psig
Source voltage positive ions(源电压正离子)	正离子化的 HESI 毛细管电压。0 V - 8000 V
Source voltage negative ions(源电压负离子)	负离子化 -8000V - 0 V 的 HESI 毛细管电压

表 10: HESI 源参数: 高级视图

参数	说明
Vaporizer temperature (汽化器温度)	应用到辅助气体以去溶剂化的热量。0 °C - 550 °C
离子转移管温度	在源位置应用到离子转移管以辅助去离子化和传输的热量。 150 °C - 400 °C
Sheath gas pressure (鞘气压力)	液体雾化的主要气流。0 psig - 80 psig
Aux gas pressure (辅助气压力)	辅助去溶剂化的辅助加热气体。0 psig - 15 psig(建议范围:0 - 10 psig)
Sweep gas pressure (吹扫气体压力)	吹扫锥处的反向气流,用于提高稳定性。0 psig - 2 psig
Source current positive ions(源电流正离子)	正离子化的 APCI corona 放电针电流。0 μA - 50 μA(建议范 围:0 - 8 μA)
Source current negative ions(源电流负离子)	负离子化的 APCI corona 放电针电流。0 μA - 50 μA(建议范 围:0 - 8 μA)

表11: APCI 源参数: 高级视图

6.6.4 方法编辑器—扫描设置

基本模式扫描表设计为简化形式,易于方法创建。要进入完整扫描或选择的离子监控 (SIM) 扫描,只需输入目标质量,再输入优选极性。Scan Name (扫描名称)和 Source CID (源 CID)值可选(默认为 0.0 V)。扫 描和驻留时间是根据输入的采集速率自动计算的。输入所需的最小峰宽 值和每峰扫描数,即可计算以 Hz 为单位的采样率。如果最小峰宽值未 知,请调整值直到选择了所需速率。采样率应用到扫描表中输入的各扫 描行项目中。见图 82。

sturment Method Wizard - ISQEM (Vanguish ISQ Family): ISQEM-Mass Detector		
ISQEM Mass Detector for ISQEM (Vanquish ISQ Family).		
Installed probe type: HESI		
E Use this detector Method source type: HESI V @ Easy O Advanced		
Robust Nonvisiale mobile shawe Salele module Total Rumo Row: 0.200 mL Iven Indusament Row: 0.200 mL Iven Servative Videle module shawe Lable analyte		
Method type: Basic mode v Transfer scans		
Scans	Acquisition rate	
Scan Name Arsse List or Ion Polasty Voltage	Min. baseline peak width:	3.0 s
	Desired scans per peak:	6
	Acquisition rate:	2.0 Ha
Exercision Challensino Channeade		
Praction Collection Unamelies III Collection Collection Unamelies III Collection Collection Unamelies III Collection Coll		
Indire Suid river Indire ind		
< Back	Next > Cano	el Help

图 82: 方法编辑器一基本模式

方法编辑器基本模式设置的参数和说明请见表 12。

参数	说明
Scan name(扫描名称)	扫描的化合物的名称
质量列表或范围 (amu)	系统将扫描的质量。完整扫描模式:开始和结束质量用短划线 间隔。SIM 模式:单个质量或多个值用逗号分隔。
Ion Polarity(离子极性)	表示生成的是正还是负离子
Source CID voltage (源 CID 电压)	提高离子进入背景气体的速度以辅助去溶剂化。对于某些分析 物可提高灵敏度或减少噪音。范围: 0-100 V, 默认: 0 V(无 源 CID)
传输扫描	选择按钮以将基本模式下输入的扫描信息传输到扫描模式
表12:扫描参数:基	本模式

参数	说明
Name(名称)	馏分收集通道的名称
Scan Filter(扫描过滤器)	基于 Scans(扫描)窗格中输入的扫描信息
Target Mass (min) (最小靶值量)	在扫描范围内扫描的最小质量数
Target Mass (max) (最大靶值量)	在扫描范围内扫描的最大质量数

表13: 馏分收集通道参数: Basic Mode(基本模式)

6.6.5 方法编辑器—组份模式

组份模式与基本模式相比可提供高级功能,专为目标分析物已知的已定 义方法设计。表中输入的所有扫描都是与组份相应的 SIM 条目。此表可 导出到 Chromeleon Studio 中的相应处理方法中。也可将处理方法中的 组份表导入仪器方法扫描表,从而简化方法创建。 另外,用户也可根 据开始和结束时间定义采集时间。根据开始和结束时间,仪器将优化各 SIM 项的驻留时间以最大化离子检测性能。

右侧窗格中是高级选项。采集速率仍是由峰宽和所需每峰扫描数决定 的,但此值现在会计入表中相应的扫描/驻留时间。如果选择了完整扫 描复选框,则一次完整扫描将添加到方法中。组份模式的另一个功能是 驻留时间优先级功能,它使用一个倍数为特定组份分配或多或少的驻留 时间。选择高可按优先级倍数增加该离子的驻留时间。这可改善定量限 (LOQ)。如果 LOQ 较不重要,则将确认离子设置为正常。见图 83。

提示一减少重叠采集时间可以获得最佳性能。

ISQEM Mass Detector	
Installed probe type: APCI	
☑ Use this detector Method source type: HESI ✓ ○ Eary ④ Advanced	
Source settings	
Vaportzer temperature: 117 °C Sheath gas pressure: 28.8 psig	
Ion transfer tube temperature: 300 °C Aux gas pressure: 3.2 pag	
Source voltage positive ions: 3000 V Sweep gas pressure: 0.5 paig	
Source voltage negative ions: -2000 V	
Method type: Component mode v	
Scans	
실↓ 화· · · · · · · · · · · · · · · · · · ·	E Acquistion rate
Name Gast Time (nin) Fort Time (nin) Mass ton Polasty Source CID Tube Lens	Min. baseline peak width: 3.0 🜩 a
even dear mere even dear mere even even	Desired scans per peak: 6 +
	The summy
	Resulting total scan time: 0.500 s
	Shime 0.12
	0,413 s
	Lowest dwell time: 0,50000 s
	Fullscan
	V Use full scall with mass range 50-350
	Scan time: 0.083 o s Postive V
	Start time: 0.00 ♀ min End time: 20.13 ♀ min
	Source CID: 0.0 🜩 V
	✓ Use last tune tube lens voltage 50.0 ♀ V
	Acquisition options
	SIM scan width: 1.00 amu
	Allow dwell time prioritization High priority multiplier: 10
	Ordentor calo
	V Use last tune detector cain 3.00E+005
	,

图83: 方法编辑器一组份模式

方法编辑器基本模式设置的参数和说明请见表 14。

参数	说明				
Name(名称)	扫描说明,可能是扫	描的化合物名称			
开始时间 (min)	系统开始扫描的时间				
结束时间 (min)	系统停止扫描的时间				
质量	系统扫描的质量				
lon polarity (离子极性)	表示生成的是正还是知	负离子			
Spectrum type (谱图类型)	指示显示的谱图是轮/ 状图模式。	指示显示的谱图是轮廓图还是棒状图。对于 SIM 方法,仅选择棒 状图模式。			
Source CID voltage (源 CID 电压)	提高离子进入背景气 可提高灵敏度或减少 CID)	体的速度以辅助去溶剂化。对于某些分析物 噪音。范围:0-100 V,默认:0 V(无源			
Tube lens voltage (管镜电压)	离子转移管后对管镜应用的电压。0 V - 300 V。较高的值有利于 去溶剂化。较低的值可增加分裂。对于某些分析物可提高灵敏度 或减少噪音。 注意:正离子使用 0 到 300 V。负离子使用 0 到 -300 V。较高的质 量使用较高的值。如果 上次调谐 是输入的,则管镜将使用调谐文 件中保存的值运行。 Last Tune(上次调谐)是运行管镜的标准方 式。				
	最小基准峰宽	最小预期色谱图峰宽。必须是 0.1 — 60 s 的 正数			
Acquisition rate	所需的每峰扫描数	整个峰需要的扫描数。范围为1-20			
(采集速率)	Acquisition Rate (采集速率)	以 Hz 为单位的有效采集速率。根据 Min. Baseline Peak Width(最小基准峰宽)和 Desired Scans per Peak(所需的每峰扫描 数)自动计算。			
Time summary (时间总计)					
生成的总扫描时间	基准峰宽除整个峰需	要的点数。			
SIM 时间	列表中各化合物所有 SIM 扫描的总长度。等于总扫描时间,除非 方法还含有完整扫描事件				
	使用带质量范围的完 整扫描	设置是否将完整扫描添加到采集中			
	扫描时间	完整扫描事件所用的时间			
	开始时间	系统开始扫描的时间			
	源 CID	提高离子进入背景气体的速度以辅助去溶剂 化。对于某些分析物可提高灵敏度或减少噪 音。范围:0-100 V,默认:0 V(无源 CID)			
完整扫描	使用上次调谐管镜电 压	离子转移管后对管镜应用的电压。0V- 300 V。较高的值有利于去溶剂化。较低的 值可增加分裂。对于某些分析物可提高灵敏 度或减少噪音。 注意:正离子使用 0 到 300 V。 负离子使用 0 到 -300 V。较高的质量使用较高的值。如 果 Last Tune(上次调谐)是输入的,则管镜 将使用调谐文件中保存的值运行。 Last Tune(上次调谐)是运行管镜的标准方式。			

Fraction Collection	Name(名称)	馏分收集通道的名称
Channel Options (馏分收集通道选项)	Scan Filter(扫描过 滤器)	基于 Scans(扫描)窗格中输入的扫描信息
	Target Mass (min) (最小靶值量)	在扫描范围内扫描的最小质量数
	Target Mass (max) (最大靶值量)	在扫描范围内扫描的最大质量数
Acquisition Options	SIM Scan Widths (SIM 扫描宽度)	在 0.1 - 10 amu 范围内设置 SIM 扫描宽度。
(采集选项)	Allow Dwell Time Prioritization(允许 驻留时间优先化)	为选择的扫描增加驻留时间。各扫描的选择 为正常或高。
	高优先级倍数	如果使用高驻留时间优先化,则在这里设置 倍数值。

表14:扫描参数一组份模式

6.6.6 方法编辑器—扫描模式

扫描模式是进入扫描的最高级模式,让用户完全控制所有相关扫描设置。基本和组份模式的扫描可转移到扫描模式。采集时间是按顺序输入的,每个新时间项定义的是上一次扫描的结束时间和下一次扫描的开始时间。驻留或扫描时间可手动输入,因为它们完全由用户定义。与基本和扫描模式不同,SIM 宽也可由用户设置。 见图 84。



图84: 方法编辑器一扫描模式

参数	说明
Time (min)(时间 (min))	系统开始扫描的时间
Scan name(扫描名称)	扫描说明,可能是扫描的化合物名称
质量列表或范围 (amu)	系统将扫描的质量。完整扫描模式:开始和结束质量用短划线 间隔。SIM 模式:单个质量或多个值用逗号分隔。
Dwell or scan times (sec) (驻留或扫描时间 (sec))	SIM 模式:MS 扫描 SIM 离子质量的时间(单位为秒)。 完整扫描模式:决定每次扫描的时间。
SIM 宽 (amu)	设置 SIM 色谱柱宽度范围。0.1 - 10 amu
Ion polarity(离子极性)	表示生成的是正还是负离子
Spectrum Type (谱图类型)	指示谱图是轮廓图还是棒状图模式。对于 SIM 方法,仅选择棒 状图模式。
Source CID voltage (源 CID 电压)	提高离子进入背景气体的速度以辅助去溶剂化。对于某些分析 物可提高灵敏度或减少噪音。范围: 0-100 V, 默认: 0 V(无 源 CID)
Tube lens voltage (管镜电压)	离子转移管后对管镜应用的电压。0 V - 300 V。较高的值有利 于去溶剂化。较低的值可增加分裂。对于某些分析物可提高灵 敏度或减少噪音。 注意:正离子使用 0 到 300 V。 负离子使用 0 到 -300 V。较高 的质量使用较高的值。如果 Last Tune(上次调谐)是输入的, 则管镜将使用调谐文件中保存的值运行。 Last Tune(上次调 谐)是运行管镜的标准方式。

关于扫描模式设置的更多信息请参见表 15 和表 16。

表15: 扫描模式参数: Scans (扫描) 窗格

参数	说明
Time (min)(时间 (min))	MS 开始采集此特定扫描组的时间
总扫描时间 (sec)	各段所有扫描总计
色谱过滤峰宽 (sec)	设置峰宽与 HPLC 或 IC 峰宽一致
检测器增益	将检测器增益设置为之前的调谐文件之一或手动设置
	表16:扫描模式参数:组窗格

参数	说明		
Name(名称)	馏分收集通道的名称		
Scan Filter(扫描过滤器)	基于 Scans(扫描)窗格中输入的扫描信息		
Target Mass (min) (最小靶值量)	在扫描范围内扫描的最小质量数		
Target Mass (max) (最大靶值量)	在扫描范围内扫描的最大质量数		
丰17、扫描描式会粉、Fraction Collection Channels (卿八顺集语法)穷权			

6.6.7 方法开发

通常需要优化方法以提高灵敏度或改善定性检测。从新方法开始或转移 不同系统的方案时,一定要采取谨慎的方式获取合适的源和扫描参数。 需要考虑的因素:质荷比、极性、加合物形成、流动相组成、流动相流 速等。一定要验证检测的 m/z 和假定 [M+H]⁺或 [M-H]⁻离子,因为有许 多可能的加合物形成。极性是另一个要考虑的重要因素,因为部分分子 的化学性质喜欢质子化或去质子化,所以对于给定极性会有非常不同的 反应。

所有新方法,包括方法转移,都应从完整扫描开始以确认主要 m/z。因为 ISQ EC 和 ISQ EM 上的源与其他质谱仪不同,所以形成的加合物或群集可能会不同。一定要从高浓度开始以确信地检测和确认您的分析物,而不应从低浓度开始。对于快速分析,可将选配注射驱动泵与您的 MS 配对并直接输注或 T 接到流动相。输送样本时,可使用仪器电子面板上的实时扫描功能实时监控。这样可随时快速调整扫描和源设置,而不需要等待进样循环或色谱分析完成。请记住,随着完整扫描质量范围的提高,总离子数/色谱图 (TIC) 也会提高,导致基线更高。与扫描仪器的整个质量范围相比,先扫描较小的质量范围可获得更多参考信息。

部分方法需要最佳的灵敏度。有许多因素可以优化并且可以提高仪器灵 敏度。与完整扫描相比,选择性离子监测(SIM)可增加检测到的分析物 离子,从而提供最佳的性能。源设置可改善离子化和去溶剂化的效率。 这些参数取决于应用条件,这是因为溶剂化学性质和流速对性能有巨大 影响。仪器方法编辑器提供简单模式源设置,可根据流速提供不错的初 始默认值。然后可根据应用的具体情况调整这些值,例如高水性或高有 机物含量,样本矩阵,甚至分析物不稳定性。也可使用实时扫描功能优 化源参数以快速优化和提高方法开发速度。部分源设置是相互依赖的 (温度/辅助气体),应相互结合进行调整。与一次将各个源设置优化 到最大值相比,进行增量调整会更好。

6.6.8 MS 仪器数据信号通道

要实时监控数据采集,请转到仪器控制台并选择过滤选项卡。 Chromeleon ISQ EC 电子面板中最多可以选择八个可以选择和实时监控的 过滤信道。

6.6.9 自定义变量

ISQ EC 和 ISQ EM 支持自定义变量。变量在序列和方法上必须匹配。 请参阅 Chromeleon 帮助,了解有关在仪器方法中设置自定义变量的说明。

6.6.10 Chromeleon 审计记录

Chromeleon 审计记录将记录您的仪器配置中所有模块的大量信息事件。 如果出现错误或警告,请查看审计记录中的更多信息。

6.7 关闭 MS 仪器

如果一段时间不使用仪器,请根据本节中启用检测器待机的说明操作。

6.7.1 短期待机

如果几天不使用机器,让其保持与系统的连接并让系统保持开机。

要短时间中断仪器运行(短期关机),例如隔夜,请遵守检测器的以下 指南:

- 保持仪器与系统流路的连接。
- 关闭泵流量。
- 如果从色谱数据系统操作仪器,保持检测器与数据系统的连接。
 恢复运行时,让流量平衡并在继续之前验证其他系统模块的运行参数与
 设定的是否一致。

要设置 Smart Standby(智能待机)参数,转到 Chromatography Studio 并选择 Smart Standby(智能待机)。使用复选框设置 MS 的待机参数。 见图 85。

0 ° C II						7.	29RC_TextCases (Sequence) - Ovorwieon Orismatography Bude	- a x
Bomr								a .
A Cut 33	DESKTOP 2PMSF ·	2 0	"Is Stage -	Delete	New Command Rows	13	11	
Copy V	Check Method	LU Committed To	Conditional +		Can Exported All Stages	A Previous A Next	INF Crowd In	
3	Open instrument		Comment		Collapse All Stages		Conce aprenda	
Cloboard	Instant		ksed	Row	Vew	And	Method Transfer	
Instrument Metho	d	4K 54	nat Statup Smart Shuld	down Smet St	anday			
Curning								
			Pump					
(VH-P10-A)			Final flow		6,050 (nl/nm)			
SamplerMadule			SamplerModule		in Provident			
(WH-A10-A)			CohrmsCome	ia sanpia ntu	e compia			
ColumnComp			Walt bafare	setting the final	Ipump flow.			
A ISODA			IV ISOEM					
💔 (Venquish ISO Fami	50		Set vaportze	er temperature				
FractionCollector			Get ion trans	sfer tube tempe	enuter			
22 (/FC-3000)			Set aux gas (pressure				
🏹 System			C Set shearn p	as pressure				
Startup			FractionCollecte	or				
* Shundewn			Switch valve	te Drein				
Besic4PCL729RC								
ScanAPCI_729RC		_						
👔 Injustion List								
instrument Methy	od							
1 Data Processing								
A Non-Targeted M	IS Processing							
Report Designer								
Hosteric Repo	d							
UV Spectral Libr	rany							
			Show Advanced Setter	ngs Ret	set To Defaults			

图 85: Smart Standby (智能待机) 参数

6.7.2 长期关机

使用本节中的信息准备系统进行高级维护和修理。

关闭仪器

提示 关闭质谱仪会影响系统的运行。关闭 MS 时,要遵守其他系统模块的关机说明并采取必要措施(见模块的操作手册)。

按以下说明关机。

- 1) 使用合适且不含任何盐的纯溶剂(最小 LC/MS 级)冲洗系统。确保 彻底清除检测器中的残留样本成分、色谱柱中的杂质或缓冲液。
- 2) 冷却汽化器。
- 3) 关闭泵流后再关闭气流:
 - a) 关闭到检测器的泵流。等待至少 5 分钟。等待时, 检测器会将 剩余的流动相作为废液排干。
 - b) 关闭系统上的气流。
 - c) 等待系统压力降到零再继续。
 - d) 关闭系统的气体供应。
- 4) 使用主电源开关关闭系统。

设置Smart Shutdown (智能关机)参数

要设置 Smart Shutdown(智能关机)参数,转到 Chromatography Studio 并选择 Smart Shutdown(智能关机)。使用复选框设置 MS 的关机参数。见图 86。



图 86: Smart Shutdown (智能关机)参数

重启质谱仪

要重启质谱仪,遵循以下步骤:

- 1) 根据模块操作手册中的说明准备并重启系统中的其他模块。
- 2) 将检测器连接到系统流路之前先冲洗流路中的组份。
- 3) 验证是否已向 MS 供应气体。
- 4) 使用主电源开关打开仪器。
- 5) 开始分析前,让系统平衡并确定它已做好运行准备。

设置 Smart Start Up (智能启动)参数

要设置 Smart Start Up(智能启动)参数,转到 Chromatography Studio 并选择 Smart Start Up(智能启动)。使用复选框设置 MS 的启动参数。 见图 87。



图 87: Smart Start Up (智能启动) 参数

使用 Chromeleon Queue(队列)

您可以在 Queue(队列)中设置 ISQ EC 的运行后仪器状态。 在 Chromeleon Console 中,选择 **Queue**(队列)。在 **After Running the Queue** (运行队列后)下拉菜单中,选择您想对 MS 执行的操作。见图 88。



图 88:在 Chromeleon Queue (队列)中设置 MS 状态

6.7.3 通风质谱仪

按下面的流程为质谱仪通风。

- 1) 断开数据系统与 Chromeleon 软件中的仪器的连接。
- 2) 向下按仪器后侧的电源按钮到关闭位置以关闭质谱仪。见图 89。



图 89:关闭质谱仪

- 3) 等待5分钟。
- 4) 松开仪器前门内源外壳旁的通风阀旋钮。见图 90。



图 90: 通风质谱仪

6.8 远程启动线

远程启动线是结合硬件进样同步使用的。这使自动进样器或其他模块可 以发送硬件信号到 MS 以告诉它在运行开始时开始采集。硬件进样同步 是可选的,默认不使用。

MS 包含一个"LC/IC 启动"端口,可用于运行开始的硬件同步。



图 91: MS 上 "LC/IC 启动" 端口的视图

开始端口包含一个 6 针微型 DIN 连接器。这些针的用途请见 表 18。

针号	用途
1	未使用
2	未使用
3	接地
4	抑制就绪出
5	接地
6	远程启动入

表18: 连接针的正确用途

MS 默认极性是从低电平信号开始(拉到地面表示开始运行)。在仪器配置中,这可更改为高电平。必须配置自动进样器或其他模块才能使用相同的极性输出开始 信号。一定要将开始信号的持续时间设置为 2 s 左右。

6.8.1 Vanquish HPLC-自动进样器

- ◆ 远程启动线部件号: 1R76396-1060(灰线)
- ◆ 连接至
 - MS LC/IC 启动端口
 - Vanquish 自动进样器 Dig I/O1 端口

6.8.2 UltiMate 3000

- ◆ 远程启动线部件号: 1R76396-1061 (黑线)
- ◆ 连接至
 - MS LC/IC 启动端口
 - UltiMate AS 自动进样器 Digital I/O 4 端口

6.8.3 AS-AP 自动进样器

- ◆ 远程启动线部件号: 1R76396-1062(灰色光纤头)
- ◆ 连接远程启动线到 12 口 phoenix 连接器(PN 923686,部分 Ⅳ 随 机备件)
 - 接线: MS <-> AS-AP
 - 针 6 <-> 针 10 (RLY 4, 端口 NO)
 - 针 5 <-> 针 11 (RLY 4, 端口 COM)
- ◆ 连接至
 - MS LC/IC 启动端口
 - AS-AP RLY 端口

6.8.4 Integrion 自动进样器(无 AS-AP)

- ◆ 远程启动线部件号: 1R76396-1062(灰色光纤头)
- ◆ 连接远程启动线到 12 □ phoenix 连接器(PN 923686,部分 IC 随 机备件)
 - 接线: MS <-> Integrion
 - 针 6 <-> 针 3 (RLY 2, 端口 NO)
 - 针 5 <-> 针 2 (RLY 2, 端口 COM)
- ◆ 连接至
- MS LC/IC 启动端口
- Integrion RLY 端口



本章介绍用户可能执行的常规维护和维修流程。

7.1 维护和维修简介

本章介绍用户可能执行的常规维护、维修和修理流程。



A 其他维护或维修流程必须由 Thermo Fisher Scientific 认证的维修人员 执行(为方便起见,以下称 Thermo Fisher Scientific 维修人员)。

仪器采用方便维护和维修的设计。用户可从前面维修部件。除非另有说 明,否则维护流程都不需要您将质谱仪从系统中拆除。

7.2 维护和维修安全指南

在执行维护或维修流程时,请注意以下安全指南:

遵守第 19 页第 2.3 节安全注意事项中的所有警告信息和注意事项。



Ω

警告一高压

仪器内部有高压,可能导致触电。除非仪器已断开电源,否则不要 打开外壳或拆除保护面板。



警告—流动接头可能有危险物质漏出

流动和毛细管接头中可能有危害健康的物质。毛细管破裂、接头滑 出,或者未正确拧紧或毛细管接头打开时溶剂可能会溅出。

- 穿戴合适的保护设备并遵守良好的实验室实践。
- 开始维护或修理流程之前,使用合适的溶剂冲洗有害物质。



小心一溶剂喷溅

溶剂在高压下时会喷出。

- 打开流路之前先停止泵流。
- 等待系统压力降到零。
- 穿戴合适的防护设备。

注意一检测器气流和泵流

不正确地开始和停止检测器气流和泵流会损坏检测器。打开检测器 气流和泵流时先打开检测器气流,等待至少 5 分钟,然后才能打开 泵流。

7.3 维护和维修的一般规则

为成功完成维护和维修流程,请遵守以下规则和建议:

- 开始维护或维修流程之前,根据要求关闭仪器。
- 只能使用 Thermo Fisher Scientific 具体授权并认证可供检测器使用的 替换部件。订购信息请见第 179 页第 10.3 节。
- 有条不紊地遵守所有说明并使用推荐工具执行流程。
- 打开流路更换系统中的毛细管前,先关闭泵流并等待系统压力降到 零。
- 脏的组份会污染系统。污染会影响模块和整个系统的性能,甚至会 损坏模块和系统。因此:
 - 一定要穿戴合适的手套。
 - ◆ 总是将组份仅放置在清洁无尘的表面上。
 - ◆ 保持工具清洁。
 - ◆ 仅使用无绒布清洁。
- ◆ 断开毛细管时,使用塞子保护打开的流量接头。

7.4 常规和预防性维护

要维持仪器的最佳性能、系统的最长运行时间和准确的结果,就必须保 持仪器的良好状态并正确地进行维护。

7.4.1 维护计划

定期执行表格中的维护流程。表格中提供的频率只是建议。最佳维护频 率取决于多种因素,例如检测器使用的样本和溶剂类型和量。

频率	您应做什么
每天	检查接头是否有泄漏或堵塞迹象。
定期	检查接头是否有损坏,例如破裂、刻痕、切口或堵塞。
	检查确定检测器上的所有警告标签仍然存在且清晰可 读。如果不是,请联系 Thermo Fisher Scientific 更换。
	检查废液管。
	 检查废液管已正确连接到检测器右下侧排液口。
	•确定管路未堵塞且路由在废液口液面以下。
	•检查废液容器中的液体体积。根据需要清空容器。
	检查所有电气接头以确保它们已正确密封。
每年	让 Thermo Fisher Scientific 维修人员每年执行一次预防 性维护。
	维修间隔详情请见第 142 页的第 7.4.2 节。
	根据显示屏上的维修间隔每年更换气体过滤器。
	维修间隔详情请见第 142 页的第 7.4.2 节。

表19:维护频率

提示 质谱仪只是 IC-MS 或 LC-MS 系统中的一个组份。要保持最佳性能, 要对各个系统模块执行常规维护,例如泵、自动进样器等。

7.4.2 预防性维护计划

检测器的预防性维护功能提供与内部参数和维修间隔相关的信息。

如果某个日期到期,则它会显示红色。

7.4.3 清洁或净化仪器

清洁和净化必须由认证人员穿戴合适的个人防护设备执行。总是遵守国 家和当地法规。

注意 及时擦除溅到系统上的所有液体。如果在表面上暴露时间过长, 这些液体会造成仪器损坏。

净化

例如,在发生泄漏或溅洒时,或者维修或运输检测器前需要进行净化。 使用合适的清洁剂或消毒剂确保安全地处理检测器。

需要的部件

- ◆ 合适的清洁剂(或消毒剂)
- ◆ 纯净水
- ◆ 无绒布或湿巾



小心—含酒精清洁剂产生的爆炸性气体混合物

与空气接触时,含酒精清洁剂可能形成易燃和爆炸性气体。

- 仅在需要时使用此类清洁剂且只能在通风良好的房间使用。
- 清洁期间避免明火或接触过高温度。
- 清洁后将清洁的组份完全擦干。检测器彻底干燥之前切勿操作。
注意 遵守以下内容:

- 只能使用不损坏系统表面的清洁剂。
- 切勿使用尖锐工具或刷子清洁任何表面。
- 切勿使用喷雾进行清洁。
- 避免让清洁剂进入流路。
- 切勿使用过湿的布或湿巾进行清洁。请勿让任何液体进入检测器 功能组份。液体接触电子组份后会造成短路。

准备

关闭质谱仪电源并断开电源。

执行以下步骤

- 使用干净且干燥的无绒软布或湿巾将表面擦干净。根据需要使用温 水和合适的清洁剂溶剂沾湿布或湿巾。
- 2) 根据制造商的建议允许清洁试剂发生作用。
- 3) 使用纯净水擦拭清洁的表面,确保清除所有清洁剂残留。
- 4) 使用柔软的无绒布或湿布把表面擦干。

7.4.4 更换 ISQ EC 和 ISQ EM 的 ESI 探针毛细管

按本节的说明更换探针毛细管。



小心——眼睛损伤

更换探针时一定要佩戴眼睛防护设备以避免被源外壳中释放的氮气 伤害。



更换毛细管前先关闭探针温度并等待至少 5 分钟让其冷却,然后再 拆除毛细管。否则可能造成人身伤害。

注意 更换探针期间一定要穿手套以避免污染毛细管和 ESI 探针。

如果必须更换探针,请遵守下面的流程。

- 1) 遵守上面说明的以及本手册"安全"一节中的所有安全注意事 项。
- 2) 停止所有自动运行和批处理序列。
- 3) 冷却探针前先将气流关闭到待机状态。
- 4) 关闭探针温度并等待至少5分钟让探针冷却。
- 5) 在 Chromeleon 电子面板上验证探针温度。
- 6) 停止前端色谱系统的液体流量。
- 7) 打开 MS 仪器前门和顶舱门。
- 8) 断开从探针到接地接头的 PEEK 毛细管,如 图 100 所示。



 找到 ESI 探针的黑色塑料旋钮并慢慢逆时针旋转将其从源雾化室 外壳上取下,如图 100 所示。

图 92: 拆除 ESI 探针

提示 更换探针不需要拆下源雾化室外壳。

重要将 ESI 探针从源雾化室外壳上取下时,因为氮气泄漏到大气,所以 会听到声音。



10) 要从 ESI 探针上取下毛细管, 您需要向下按弹簧固定旋钮, 同时 逆时针旋转 PEEK 接头将探针毛细管取下, 如 图 100 所示。

图 93: 从 ESI 探针上取下毛细管

提示 旧探针为不锈钢制,之前使用期间会因高温条件而褪色。这是正常的。

- 11) 将旧探针放在一边并更换为仪器附件包中随附的新探针。
- 12) 更换时,一定要仔细将毛细管拧回 ESI 组件主体。
- 13) 用手拧紧探针,直到毛细管刚刚从探针上凸出,如图1图94所示。
- 14) 旋转 PEEK 接头调整凸出的深度,直到喷雾探针尖与源外壳上的 顶部井号标记对齐且针与第二个井号标记对齐。正确的调整图示 请见 图 94。



图 94: 源外壳上的毛细管对齐标记

15) 正确地调整长度后,转动探针顶部将针固定,使其与喷雾探针上 的弹簧中的方框对齐。见图 95。



图95:正确的针调整

16) 将毛细管上的销与源外壳中的槽对齐并将针拧到位。 见图 96。



图 96: 将喷雾探针上的销与源外壳对齐

17) 将探针拧到源外壳上并重新连接液体管路。

提示 电喷雾针和喷雾探针可能会有些差异。 从图上再转 ¹4 转也可能 是正确的,具体取决于探针本身的耐受情况。 如果光束不稳定,请尝 试两个方向。

7.4.5 更换 ISQ EM 的 APCI 探针毛细管

按本节的说明更换 APCI 探针毛细管。



小心——眼睛损伤

更换探针时一定要佩戴眼睛防护设备以避免被源外壳中释放的氮气 伤害。



小心—过热

更换毛细管前先关闭探针温度并等待至少 5 分钟让其冷却,然后再 拆除毛细管。否则可能造成人身伤害。

注意 更换探针期间一定要穿手套以避免污染毛细管和 ESI 探针。

如果必须更换探针,请遵守下面的流程。

- 1) 遵守上面说明的以及本手册"安全"一节中的所有安全注意事项。
- 2) 停止所有自动运行和批处理序列。
- 3) 冷却探针前先将气流关闭到待机状态。
- 4) 关闭探针温度并等待至少5分钟让探针冷却。
- 5) 在 Chromeleon 电子面板上验证探针温度。
- 6) 停止前端色谱系统的液体流量。
- 7) 打开 MS 仪器前门和顶舱门。
- 8) 断开从探针到接地接头的 PEEK 毛细管, 如 图 97 所示。



图 97: 在接地接头位置断开源的 PEEK 毛细管连接



9) 找到 APCI 探针的黑色塑料旋钮并慢慢逆时针旋转将其从源雾化 室外壳上取下,如图 98 所示。

图 98: 拆除 APCI 探针组件

提示 更换探针不需要拆下源雾化室外壳。

重要将 APCI 探针从源雾化室外壳上取下时,因为氮气泄漏到大气,所 以会听到声音。



10) 要从 APCI 探针组件上取下毛细管,用一个 3/8" 扳手松开 APCI 探 针顶部。见图 99。

图99: 松开APCI 探针上的螺母



11) 使用 3/16" 扳手松开螺母, 然后拧下 PEEK 接头。见图 101。

图 100:从APCI 探针上取下毛细管



12) 取下 PEEK 接头。见图 101。

图 101: 取下 PEEK 接头

13) 取下不锈钢螺母上的毛细管和透明金属箍。见图 102。



图 102: 取下透明金属箍和 PEEK 毛细管

14) 丢弃用过的石英管,并安装切割至探针长度的新石英管。

15) 添加透明金属箍并重新插入 PEEK 毛细管,直至其底部进入不锈 钢螺母。 16) 使用 3/16" 扳手拧紧 PEEK 接头。

17) 将毛细管重新插入 APCI 探针并用 3/8" 扳手拧紧。

18) 更换时,一定要仔细将毛细管拧回 APCI 组件主体。见



图 103: 将毛细管组件旋入 APCI 探针



19) 将 APCI 探针组件上的销与源外壳中的槽对齐并将探针拧到位。 见图 104。

图 104: 将 APCI 探针上的销与源外壳对齐

20) 将探针拧到源外壳上并重新连接液体管路。

7.4.6 更换 APCI 针头

遵循下列步骤更换 APCI 针头。

- 1) 遵循第 7.4.5 节中有关拆卸 APCI 探针的说明。
- 2) 确保 APCI 针头朝下以便能将其露出。见图 105。



图 105:确定 APCI 针头位置

3) 用戴手套的手将 APCI 针头拉出源外壳并安装新的针头。见图 106。



图 106:拆卸和重新安装 APCI 针头

4) 按照第 7.4.6775.5.5 节中的详细说明重新安装源外壳。

7.4.7 清洁前侧光学元件

按下面的流程拆除和清洁 ISQ EC 和 ISQ EM 质谱仪的前侧光学元件。

- 1) 关闭质谱仪电源。见第 6.7.2 节。
- 2) 卸载质谱仪真空。见第 6.7.3 节。
- 3) 让离子转移管冷却到安全温度。
- 4) 取下六个源外壳螺丝,如图107所示。



图 107: 取下源外壳螺丝

5) 使用 2.5 mm 六角扳手轻轻拧上三颗固定螺丝,如 图 108: 拧入 固定螺丝 所示。固定螺丝将把锥体从仪器中推出。



图108: 拧入固定螺丝



6) 锥体应向外移足够的距离以破坏内部密封。然后用手取出锥体和 前侧光学元件。见图 109:前侧光学元件视图,密封已破坏。

图 109:前侧光学元件视图,密封已破坏



7) 放在铝箔上或其他无菌表面上。见图 110。

图110:移除的光学元件视图



8) 移除离子转移管。见图 111: 移除离子转移管。

图111: 移除离子转移管

 9) 移除将 Q00/L0 组件固定到 PEEK 的三颗螺丝。然后移除 Q00/L0 组件。见图 112。



图112: 移除Q00/L0 组件



10) 将 L0 拆除工具(附件包自带)上的钉子插入 L0 上的两个孔中。 见图 113: L0 和拆除工具。

图 113: LO 和拆除工具

11) 使用工具转动 L0 直到矩形槽与铍铜指对齐。翻转 Q00/L0, L0 即 从组件上拆下。见图 114: L0 与组件分离。



图114:L0 与组件分离

12) 用您的拇指按在 Q00 锥形侧将其从固定架上移除。见图 115: 从 固定架上取下 Q00。这一步比较需要力气。不要让 Q00 掉落。



图115:从固定架上取下Q00

13) Q00 和 L0 现在即与固定架分离。 见图 116。



图116:Q00和L0

14) 使用小六角扳手将跳线之间的 PEEK 拧下。取下该部件。 见图 117。



图 117:拆除跳线之间的 PEEK 部件

15) 仔细拔下连接到截取锥和管镜的两根跳线。 见图 118: 拆除跳线。



图118: 拆除跳线

16) 通过刚拔出第一根跳线的孔按电销拆除截取锥。固定截取锥的 只有 Q00 及其电气连接,所以当您在上一步将线拔下后,现在 只需少量力气就可将其拆除。见图 119。



图119:拆除截取锥

17) 拆除固定管镜的三颗螺丝。 要拆除管镜,使用六角扳手之类的 工具通过拔出第二根跳线的孔按电销。 见图 120。



图 120:拆除管镜螺丝

18) 现在您已拆除所有光学元件,可进行清洁。见图 121:光学部件。



图 121: 光学部件

19) 要清洁光学部件:

- a. 用软牙刷和水和 Liquinox 擦拭光学元件。
- b. 在水和 Liquinox 中对光学元件进行超声处理 5 到 10 分钟。
- c. 使用 18 MΩ 或 Optima LCMS 级水冲洗光学元件。
- d. 使用 18 M Ω 或 Optima LCMS 级水对光学元件进行 5 到 10 分钟 的超声处理。
- e. 使用 Optima LCMS 级甲醇冲洗光学元件。
- f. 在 Optima LCMS 级甲醇中对光学元件进行超声处理。
- g. 使用氮气将光学元件吹干。
- h. 按与上面步骤相反的顺序装配光学元件并将其装回 MS。

7.5 从系统架上拆除仪器



小心—重负载,大型设备

该仪器很沉重或庞大,单人难以安全搬运。至少需要两个人才能将 仪器从装运箱搬到实验台上。为避免人身伤害或损坏仪器,请遵守 以下指南:

- 仪器的物理搬运(包括提升或移动)需要两个人合作。
- 将仪器抬到系统架上或将其拆除时特别需要团队合作。
- 要抬起或移动仪器,请从侧面抓住仪器。不要使用前面板移动或 抬起仪器。这会损坏面板或仪器。

注意 从架上取下检测器时一定不要拉扯到其他系统模块的任何试管、 毛细管或线。

执行以下步骤

- 1) 如果适用: 取下系统架上放在检测器上的所有模块。
- 2) 从系统架上取下质谱仪。
 以下步骤需要团队合作:
 - a) 从两侧取下质谱仪并将其轻轻抬起。
 - b) 从下方抓住质谱仪并将其从架子上取下。
 - c) 将质谱仪放到干净且稳定的表面上。

7.6 更新质谱仪固件

质谱仪发货时已为最新固件版本。

要更新仪器固件,您需要一个色谱数据系统,例如 Chromeleon 色谱管 理系统。以下更新说明指的是 Chromeleon 软件。

时间

例如,当发布增加新功能或解决之前版本中的问题的新固件版本时, 您可能需要更新仪器固件。

需要的项目

相应的固件版本/Chromeleon 维修版本

提示 发布新固件版本时,新版本将包含在下一次发布的 Chromeleon 维修版本中。安装 Chromeleon 维修版本时,新固件版本不会自动传输到 设备上。

准备

- ◆ 阅读固件和/或 Chromeleon 维修版本中提供的发行说明。
- ◆ 验证以下内容:
 - ◆ 仪器在 Chromeleon 中已连接。
 - ◆ 仪器 (Chromeleon 7) 或时基 (Chromeleon 6.8) 上所有包含质谱仪 的操作均已停止。仪器或时基均空闲。

检查仪器中当前安装的固件版本:

◆ 仪器 Main Menu(主菜单)上显示

- 或 -

在 Chromeleon 7 Instrument Configuration Manager 或
 Chromeleon 6.8 Server Configuration 程序中的 General (常规)
 选项卡页面上

执行以下步骤

- 1) 启动 Chromeleon 7 Instrument Configuration Manager 或 Chromeleon 6.8 Server Configuration 程序。
- 2) 从质谱仪配置对话框**常规**选项卡页面执行固件更新。详见 *Chromeleon 帮助*。

注意 固件降级或未完成的固件更新可能导致质谱仪丢失功能或故 障。

- 更新期间切勿中断 Chromeleon 软件和 MS 的通信。
- 更新开始时会显示一条消息说明检测器当前安装的固件版本和将从 Chromeleon 软件传输的固件版本。如果检测器上安装的固件是比 Chromeleon 新的版本,请取消下载。

固件更新可能需要几分钟的时间。

- ◆ 监控 Chromeleon Instrument Configuration Manager(或 Server Configuration 程序)的 Audit Trail(审计记录),以查看固件更新是 否成功。
- 如果固件更新失败,关闭设备并重新打开,然后重复固件更新。
- ◆ 如果固件更新重复失败,联系 Thermo Fisher Scientific 技术支持请求 帮助。
- 3) 固件更新成功后,可能需要重新认证仪器。详见发行说明。



本章将介绍仪器运行期间可能出现的故障排除问题。

8.1 关于故障排除的一般信息

下面的功能可帮助您识别和解决仪器运行期间产生的问题的根源。

如果您按这里的说明无法解决问题,或者如果您遇到本节未覆盖的问题,请联系 Thermo Fisher Scientific 技术支持请求帮助。详见本手册开 头的联系信息。

为方便识别设备,请在联系 Thermo Fisher Scientific 前准备好序列号和 技术名称。

仪器显示屏上的状态指示灯

仪器显示屏提供了仪器状态的概览。如果没有任何活动警告,则**状态**为 **正常**。

故障排除检查

如果仪器出现问题,执行故障排除检查有利于识别和隔离问题原因。

警告和错误代码

如果操作检测器期间发生问题,检测器上会显示一个警告或错误代码和 一条消息。这时可使用特定的软键功能。根据代码的严重性,运行中的 序列可能会继续也可能中止。

提示 如果您从色谱数据系统操作仪器,则问题也会报告到软件,软件 审计记录中也会显示一条消息。对于 Chromeleon 的情况,问题相关的 消息会显示在 Chromeleon 审计记录中。 运行问题

泄漏是潜在的安全问题。因此,如果泄漏传感器检测到泄漏,除显示警告代码和消息外还会有蜂鸣提醒您。按本手册上的说明找到并解决泄漏 根源。

关于可能发生并影响您的检测器性能的所有运行问题的信息,请见第6 章"运行"。

提示 如果质谱仪出现问题,**诊断**屏幕可提供有用的故障排除信息。 如果其他值有波动或超出范围,请联系技术支持。

8.2 自动调谐相关故障排除问题

使用下面的表 20 诊断和解决自动调谐相关问题。

症状	原因
自动调谐一开始便失败	色谱系统未设置为 50 μL/min。 如果色谱系统没有将校准液推到离子源的液体 流量,则自动调谐会失败。
自动调谐运行一段时间, 然后失败	色谱系统未设置为 50 μL/min。 如果过快地将校准液推到离子源,则循环会在 仪器重新装填之前用完。 如果推动过慢,则电喷雾会不稳定。
自动调谐运行一段时间, 然后失败	如果系统无法自动调谐并显示一条消息说喷雾稳定性检查失败,请检查液体接 头是否有泄漏。
自动调谐运行一段时间, 然后失败	电喷雾针调整不正确。调整电喷雾针。
自动调谐运行一段时间, 然后失败	从液体泵流出的流速不稳定。 特别是 AXP 泵需要高回压才能提供稳定的流量。 使用 AXP 泵时,应在泵和仪器之间安装回压回路,使泵以稳定的流速运行。
填充时参考溶液不从废液管流下	校准液耗尽。 更换校准液瓶。
填充时参考溶液不从废液管流下	瓶中的绿色 PEEK 管可能在液位以上。 调整管路位置使其靠近瓶子底部。 它不 应接触底部,否则它会带起颗粒并堵塞管路。
填充时参考溶液不从废液管流下	氮气未接入仪器
填充时参考溶液不从废液管流下 或流速过慢	透明塑料压力管线、绿色 PEEK 或校准液回路可能扭结。 或者,绿色 PEEK 管路 上的套管可能过紧。
填充时参考溶液不从废液管流下 或流速过慢	校准液瓶顶部的小孔可能堵塞。
填充时间后参考溶液未停止流动	瓶子未减压。 校准液输送系统阀门上的孔可能堵塞。 此阀门位于仪器内主电 源下的气体控制模块上。
填充时间后参考溶液未停止流动	废液线可能插入废液管下过深。 这会导致液体从瓶中虹吸。

表20: 自动调谐问题

提示 如果您按这里的说明无法解决问题,或者如果您遇到本节未覆盖的问题,请联系 Thermo Fisher Scientific 技术支持请求帮助。

8.3 气源泄漏故障排除

如果 ISQ EC 或 ISQ EM 存在气源泄漏问题,尝试拧紧雾化室销。

- 1) 按照第6.7节中的说明关机并对仪器通风。
- 2) 按照第5.5.5节中所述拆卸源外壳。
- 检查雾化室销是否拧紧。如果松动,使用 T10 螺丝刀按照图 122 所 示拧紧雾化室导销。



图122: 拧紧雾化室销

9 规格

本章介绍物理和性能规格,包括与检测器流路中使用的材料相关的信息。

9.1 物理规格

检测器的规格条件请见下面的表 21。

类型	规格
使用范围	仅室内使用
环境温度	15 - 35 ° C
环境湿度	20 - 80% 相对湿度(无冷凝)
污染度	2
电源要求	230 ± 10% 或 120 +6% -10% V AC; 50/60 Hz, 15A
过电压类别	П
发射声压级	<70 dB(A)
尺寸 (高 x 宽 x 深)	52 x 42 x 91 cm (20.5 x 16.5 x 36 in.)
重量	约 71 kg (156 lbs.)

表 21: ISQ EC 和 ISQ EM 质谱仪物理规格

10 附件、消耗品和替换部件

本章介绍检测器标配附件和可选附件。本章还会介绍与重新订购消耗品 和替换部件相关的信息。

10.1 一般信息

仪器只能使用 Thermo Fisher Scientific 具体授权并认证可供检测器使用 的备件和其他组份、选件和周边。

附件、消耗品和替换部件总是维持最新的技术标准。所以部件号可能发 生变化。除非另有说明,否则更新的部件将与其替代的部件兼容。

10.2 发货包

发货包包含表格中列出的项目。包中的内容可能变化并可能与本手册中 的介绍不同。关于包中内容的最新信息请见仪器发货时随附的包内容清 单。发货包中的部件清单请见表 22。

项目	部件编号	发货数量
废液瓶和管路包	1R120590-6205	1
废液瓶带支架	1R120590-6201	1
管路,源排放装置	1R76381-0050	10 ft.
管路,1/4 in,FEP(氮)	1R76433-0018	25 ft.
管路,前级泵排放装置	1R76505-0626	10 ft.
源排放装置 90°弯接头	1R78001-0026	1
线,计算机到仪器的网线 (15 ft.)	1R76396-0052	1
保险丝包	1R120458-0001	1
接地接头	1R76256-0090	1
棉签	A0301-0200	1包
PEEK 管路,红,1/16 外径,0.005 内径 (5 ft.)	1R76433-3006S	1
PEEK 管路,绿,1/16 外径,0.030 内径 (5 ft.)	1R76433-3007S	1
螺母,1/4 in,黄铜	1R4038-0004	2
套管, 1/4 in, 后, 黄铜	1R4039-0015	2
套管,1/4 in,前,黄铜	1R4039-0004	2
接头,手紧,1件	1R4034-0020	4
接头,手紧,2件	1R4034-0010	4
替换校准液盖和管路	1R120590-3002	1
线,Vanquish 远程启动	1R76396-1060	1
线,Ultimate 3000 远程启动	1R76396-1061	1
线,IC 和其他仪器远程启动	1R76396-1062	1
手套,洁净丁腈,大	1R23827-0009	6
手套,洁净丁腈,中	1R723827-0008	6
工具包	1R120590-6203	1
扳手,T10六角扳手		1
扳手,T20六角扳手		1
扳手, 2 mm 六角扳手		1
扳手, 2.5 mm 六角扳手		1
扳手,1/4-5/16开口		1
扳手, 3/8-7/16开口		1
扳手,1/2-9/16 开口		1
螺丝刀,T10		1
螺丝刀,T25		1

项目	部件编号	发货数量
螺丝刀,一字		1
切管器,1/16 PEEK		1
切管器,1/8 塑料		1
切管器,大软管		1
工具,离子转移管拆除		1
工具,镜头0拆除		1
离子转移管	1R120590-4502	1
电源线,前级泵到仪器	1R96000-98161	1
USB 3.0 到以太网适配器	1R76322-0401	1
喷雾针,HESI II	80000-60317	1
前级泵托盘	1R7800-0032	1
隔板,LC/IC 输入,PEEK	1R4035-0600	1
油雾过滤器(连接到回油包)	1R76505-0037	1
回油包(连接到油雾过滤器)	1R76505-0022	1
真空软管夹,NW25	1R76505-2002	2
O 形环带定心环,NW25	1R76505-2001	2
软管适配器, NW25 到 1 in	1R76505-5004	2
软管夹, 21-38 mm	1R4120-0003	2
吹扫锥	1R120590-2041	1
雾化室排放插件	1R120590-2144	1
ISQ EC/EM 手册 CD	1R120591-0010	1
仅限具有 HESI/APCI 离子源的 ISQ EM		
Corona APCI 针头	70005-98033	1
熔融硅胶毛细管, 150 µm x 88 mm	1R120590-3007	1

表22:发货包中包含的部件
10.3 替换部件

用户可订购并安装下表中的部件。关于安装表 23 中所列部件的信息请 见第 7 章维护和维修。

部件编号	说明
1R120590-4502	离子转移管(备件包含在安装工具包中)
	PEEK 管路和接头包
	接地接头(备件包含在安装工具包中)
	接头,手紧,1件
1R120590-6220	接头,手紧,2件
	PEEK 管路,绿,1/16 in OD × 0.03 in ID (5 ft)
	PEEK 管路,红,1/16 in OD × 0.003 in ID (5 ft)
	替换橡胶缝,仪器左上角
80000-60317	喷雾针,HESI II(备件包含在安装工具包中)
80000-60321	喷雾探针,HESI II
1R120590-0032	HESI 雾化室(完整组件)
1R120590-0024	HESI/APCI 雾化室组件(仅 ISQ EM)
80000-60165	喷雾探针,APCI(仅 ISQ EM)
1R76022-14633	替换电子倍增器(仅倍增器)
1R4035-0600	隔板,LC/IC 输入,PEEK
1R76256-0090	接地接头(备件包含在安装工具包中)
1R120590-6221	校准液阀门转子重建工具包
1R120590-3002	替换校准液盖和管路
1R76433-0060	校准液阀门采样器回路,500 μL
1R120590-6204	校准液, 250 mL

部件编号	说明
	ISQ EC 和 ISQ EM 工具包
	扳手, T10 六角扳手
	扳手, T20 六角扳手
	扳手, 2 mm 六角扳手
	扳手, 2.5 mm 六角扳手
	扳手,3/8 - 7/16 in. 开口
	扳手, 1/4 - 5/16 in. 开口
	扳手,1/2 - 9/16 in. 开口
1R120590-6203	螺丝刀, T10
	螺丝刀, T20
	螺丝刀,T25
	螺丝刀,一字
	切管器,1/16 PEEK
	切管器, 1/8 塑料
	切管器,大软管
	工具,离子转移管拆除
	工具,镜头0拆除
1R120554-0010	风扇过滤器,用于电子风扇(左侧)
1R76475-5002	风扇过滤器,用于分子涡轮泵风扇(右侧)
1R120590-6063	前下面板(带前 LED 板)
1R120590-6064	ISQ EC 前门
1R120590-6085	ISQ EM 前门
1R120590-0007	顶舱门
1R120590-0021	顶盖
1R120590-0022	右侧盖
1R120590-0023	左侧盖
1R3814-110	O 形环,通风阀
1R120590-6034	源排放装置带弹簧
1R120590-2041	吹扫锥

部件编号	说明
1R120590-2144	雾化室排放插件
	氮气过滤器重建工具包
	氮气减压阀
	氮气闷头配件,一键
45420500 6222	三通, ¼ in., 一键
1R120590-6223	管路, ¼ in., FEP
	螺母,¼ in.,黄铜
	套圈, ¼ in., 黑, 黄铜
	套圈,¼ in.,前,黄铜
1R120590-6205	废液瓶和管路包
	废液瓶带支架
10120500 (201	管路,源排放装置
1K120590-6201	管路, ¼ in., FEP(氮)
	管路,前级泵排放装置
1R78001-0026	源排放装置 90 °弯接头
	通信电缆包
	线,屏蔽 10 Base-T 交叉,15 ft.
	线,Vanquish 远程启动
1R120590-6226	线,Ultimate 3000 远程启动
	线, IC 或其他模块远程启动
	USB 3.0 到千兆以太网适配器
	线,网络跳线,15 in.
1R120590-6040	前锥体和 Q00 组件
1R120590-2071	管镜
1R120590-2215	石墨密封件
1R120590-6017	Q00 组件
1R120590-6041	前接收器组件带 Q0
1R120590-6312	线, Q0 跳线 1
1R120590-6313	线, Q0 跳线 2

部件编号	说明
1R120595-0640	板,挡板锥体
1R120590-2184	衬套,雾化室凸轮销,左
1R120590-2185	衬套,雾化室凸轮销,右
1R120590-2092	导销,雾化室
1R76412-0110	密封,Teflon 50 i.d.
1R76412-0111	密封,Teflon 77.65 i.d.
1R120590-6066	Q0 组件
1R120379-0001	离子检测器组件,带电子倍增器和导线
1R120590-2161	玻璃顶罩
1R120590-2178	截取锥
1R76505-0022	回油包(连接到油雾过滤器)
70005-98033	Corona APCI 针头(仅 ISQ EM)
1R120590-2809	APCI 针头切换旋钮(仅 ISQ EM)
1R120590-6207	APCI 套件(仅 ISQ EM)
1R120590-6208	APCI 备件包(仅 ISQ EM)
1R76505-0037	油雾过滤器(连接到回油包)
A0301-15101	真空泵油
1R76505-3010	前级泵
	前级泵连接包
	管路,泵到前级泵
	软管夹,21-38 mm
1R120590-6227	O 形环带定心环,NW16
	O 形环带定心环,NW25
	真空软管夹 NW25
	软管适配器,NW25 到 1 in.

表23:备件清单



本章介绍与合规相关的额外信息。

11.1 合规信息

11.1.1 合规性声明

CE 合规性声明

本设备满足 CE 标记的要求且符合相关要求。

RoHS 合规

本产品符合 RoHS(危险物质限制)指令:

- 欧洲 RoHS 指令
 电气和电子设备中限制使用特定危险物质的指令
 设备上的 CE 标记表示产品符合该指令。
- 中国 RoHS 规定
 电子信息产品污染控制管理措施

如果适用,则设备上可能有以下标志之一:



11.1.2 WEEE 合规

本产品必须符合欧盟报废电子电气设备 (WEEE) 指令 2002/96/EC。 它标有下面的符号:



图123: WEEE 符号

Thermo Fisher Scientific 已与各欧盟 (EU) 成员国中的一家或多家回收或 处理公司签约,应由这些公司处理或回收本产品。有关更多信息请联系 Thermo Fisher Scientific。

11.1.3 FCC 合规性

根据美国 FCC 规定第 15条,本设备经测试符合 A 类数字设备的限制。

这些限制的目的是在商业环境中运行设备时有合理的措施避免有害干扰。本设备会发生、使用并能辐射无线射频,如果未按说明安装和使用,可能对无线通信产生有害干扰。在住宅区运行本设备可能造成有害 干扰,这种情况下用户需要自费纠正干扰。

11.1.4 法规合规

Thermo Fisher Scientific 对其产品进行了全面的测试和评估,以保证完全符合相关国内和国际规定。在交付时即满足所有相关电磁相容性 (EMC)和 EMC EN 61326-1:2013 安全标准。安全 IEC 61010-1:2010, IEC 61010-2-010:2014, IEC 61010-2-081:2015。危险物质限制指令 (2011/65/EU)。

对系统进行更改可能会使其中一种或多种 EMC 和安全标准的合规性失效。系统更改包括更换未经 Thermo Fisher Scientific 特别授权和认证的零件或添加组份、选件或外围设备。为保证符合 EMC 和安全标准,替换部件和额外组份、选件和外围设备必须从 Thermo Fisher Scientific 或 其授权代表之一处订购。

11.1.5 低电压安全合规

本设备符合低电压指令 2014/35/EU 和和谐标准 EN 61010-1:2001。

11.1.6 关于提升和搬运 Thermo Scientific 仪器的通知

为了您的安全,以及根据国际规定,物理搬运本 Thermo Fisher Scientific 仪器时需要团队合作完成仪器的提升和/或移动。该仪器很沉重或庞 大,单人难以安全搬运。

11.1.7 关于正确使用 Thermo Scientific 仪器的通知

根据国际规定:未按 Thermo Fisher Scientific 指令方式使用本仪器会影 响仪器提供的保护。

11.1.8 电磁传输敏感性通知

仪器设计用于在可控的电磁环境中运行。切勿在仪器附近使用射频发射器,例如手机。制造地址请见仪器标签。

11.1.9 手册发行历史

修订	发行	封面
A	2017年8月	ISQ EC MS
В	2017年12月	ISQ EC MS
С	2018年10月	ISQ EC MS; ISQ EM MS
D	2018年12月	ISQ EC MS; ISQ EM MS



12 • 索引

CE 标记
F
FCC
R
RoHS 标记184
W
WEEE
供
扱つ46
信
信号词16
关
关机 短期130
长期131
净
净化142
前
前级泵50, 181
发
发货包177
吹
吹扫锥77, 79, 91, 112, 114, 115, 121, 122

С

〕木 ト・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・		
屮龂		
	故	
故障排除		
	显	
日二		

显示 状态屏幕169

	替
替换部件	
	校
校准液83, 84, 8	5, 87, 98, 113, 114, 115, 116, 171
栖 些(功能)	概
	油
油雾过滤器	51, 58, 65, 71
	法
法规合规	26
沃加刘信自	添
冰加川口心	25
	源
源外壳.77,78,79,91,134,	143, 146, 147, 148, 153, 155, 156
	溶
溶剂 信息	25
	电
电源线	21, 40, 41, 44, 75, 91, 92, 143
	短
短期关机	
去 了400	离
离丁尤路	
	站
站点要求 工作台	40 40

维

维修	
维护	
安全性	
维拉计划	 1/1
维护间\	
	轩
	不七
+r ++	
耗付	
	土而
	入212
+0.+0	
规格	
物理	
	Л
	设
设置	
 	50
	进
进程口	
进气口	
气源要求	46
	<u>بح</u>
	通
	通
通风	通 46
通风	通 46
通风	通 46 <i>エ</i>
通风	通 46 重
通风	通 46 重
通风	通 46 重 175
通风 重新订购	通 46 重 175
通风 重新订购	通 46 重 175
通风 重新订购	通 46 重 175 长
通风 重新订购	通 46 重 175 长
通风 重新订购 长期关机	通 重
通风 重新订购 长期关机 防护眼镜	通 重
通风 重新订购 长期关机 防护眼镜 防护衣	通 重
通风 重新订购 长期关机 防护眼镜 防护衣	通 重
通风 重新订购 长期关机 防护眼镜 防护衣	通 重
通风 重新订购 长期关机 防护眼镜 防护眼镜	通 重
通风 重新订购 长期关机 防护眼镜 防护眼镜	通 重
通风 重新订购 长期关机 防护眼镜 防护眼镜 防护衣 附件	通 重
通风 重新订购 长期关机 防护眼镜 防护衣 附件	通 重

预 预防性维护......142

www.thermofisher.com

Thermo Fisher Scientific Inc. 168 Third Avenue Waltham Massachusetts 02451 美国

