

EXPEC5210 型 LC-MS/MS

维护手册



杭州谱育科技发展有限公司

目录

一. 仪器维护	3
1.1 液相维护	3
1.1.1 超高压输液泵维护	3
1.1.2 自动进样器维护	19
1.1.3 标准空气针	24
1.1.4 各滴定板或小瓶对应的空气针	25
1.2 质谱维护	29
1.2.1 日常维护	29
1.2.2 更换机械泵油	30
1.2.3 离子源清洗	31
1.2.4 更换喷针	32
二. 仪器校准	34
2.1 校准液稀释配方	34
2.2 质量轴校准	35
2.2.1 调谐	35
2.2.2 质量轴校准	36
2.2.3 标准模式调谐	38

一. 仪器维护

1.1 液相维护

1.1.1 超高压输液泵维护

1.1.1.1.一般清洁

用含有异丙醇或水的湿布清洁：

- 泵的外部
- 泄漏箱和泄漏传感器。清洁传感器会触发泄漏信息。

定期用溶剂冲洗排水管以防止堵塞，确保溶剂和冷凝物得到处置。

1.1.1.2.基本维护

项目	程序	间隔
单向阀	更换所有4个单向阀（2个入口，2个出口）。	180升液体通过后
高压密封件	更换所有4个高压密封件。	通过60升液体或1年后
密封件清洗溶剂	更换溶剂	每周一次
配件和止回阀支架	使用扭矩扳手拧紧整个系统中的止回阀支架和管道配件。	正常运行2周后首次执行该程序，
	不锈钢部件通常需要用扳手转动六角螺母最多1-2个平面。不要过紧。 仅用手拧紧塑料入口配件。如有必要，使用延长器工具。	或运行100小时后。 然后在止回阀和密封清洗维护期间重复上述步骤。
活塞/阀筒	更换所有4个活塞和阀筒。	180升液体通过后。
溶剂过滤器	更换所有5个（入口）溶剂过滤器	每年一次
出口过滤器	更换出口过滤器。遵循程序。	每年一次

1.1.1.3.单向阀的更换



止回阀上的箭头指示流向。使用设定为8N·m的扭矩扳手！

不要拆卸止回阀，内部零件可能会脱落。

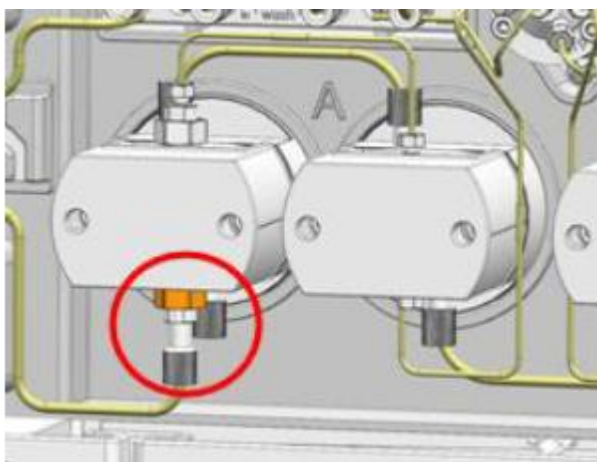


在此过程中不要关闭泵！

操作泵压头时要戴手套。

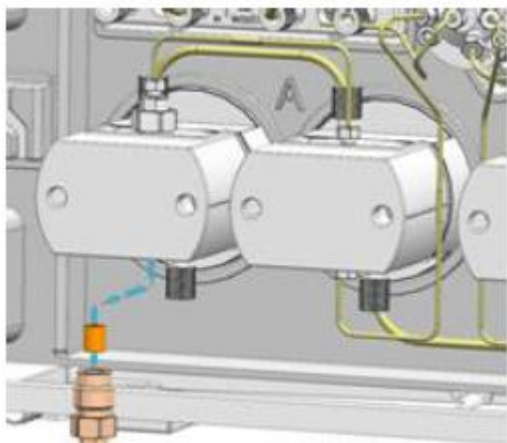
泵A和泵B都有一个进口和出口止回阀，位于主泵压头上。

按照以下步骤更换入口止回阀：



入口止回阀

1. 确保泵流量已经关闭，并且系统处于环境压力下。
2. 将溶剂瓶放在比泵低的位置，以防止溶剂虹吸。
3. 将入口止回阀外壳上的1/4-28公螺母拧松，并拆除入口管道。
4. 使用1/2"扳手拧下止回阀外壳，并将外壳从泵压头上拆下。
5. 从外壳上拆下旧的止回阀。

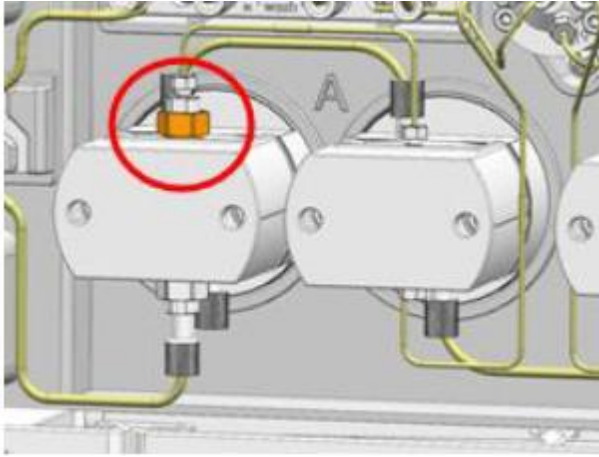


拆卸入口止回阀

6. 在外壳中插入一个新的止回阀。止回阀侧面的箭头必须朝上（流向）。
7. 将止回阀外壳安装回泵压头上。使用1/2"的扭矩扳手（设定为8Nm）将其拧紧。

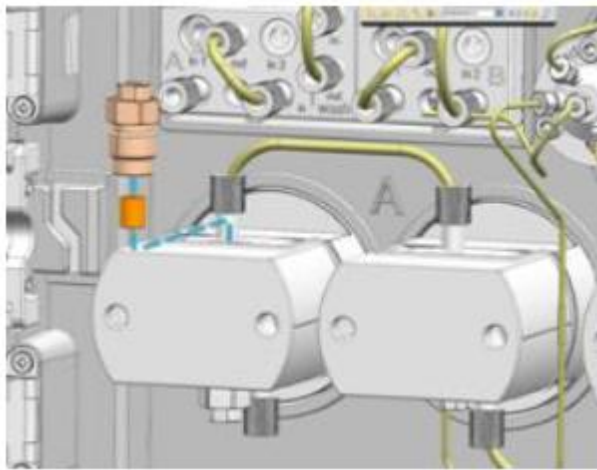
8. 重新安装入口管道。
9. 恢复运行前，灌注并清洗泵。

按照以下步骤更换出口止回阀：



出口止回阀

1. 确保泵流量已经关闭，并且系统处于环境压力下。
2. 将溶剂瓶放在比泵低的位置，以防止溶剂虹吸。
3. 使用1/4"扳手从输出止回阀外壳上松开公螺母，并拆下出口管道。
4. 使用1/2"扳手拧松止回阀外壳，并拆除泵压头上的外壳。
5. 从外壳上拆下旧的止回阀。



拆卸出口止回阀

6. 在外壳中插入一个新的止回阀。止回阀侧面的箭头必须朝上（流向）。
7. 将止回阀外壳安装回泵压头上。使用1/2"的扭矩扳手（设定为8Nm）将其拧紧。
8. 重新安装出口管道。
9. 恢复运行前，灌注并清洗泵。

1.1.1.4.密封件和柱塞杆的更换

建议您一次移除一个泵压头。务必使泵压头和管道回到原来的位置。



在此过程中不要关闭泵！

操作泵压头时要戴手套。

小心操作活塞！仅使用无绒布。

每次拆开一个新活塞的包装，并立即安装新活塞。

对于密封件维护，使用密封件更换工具

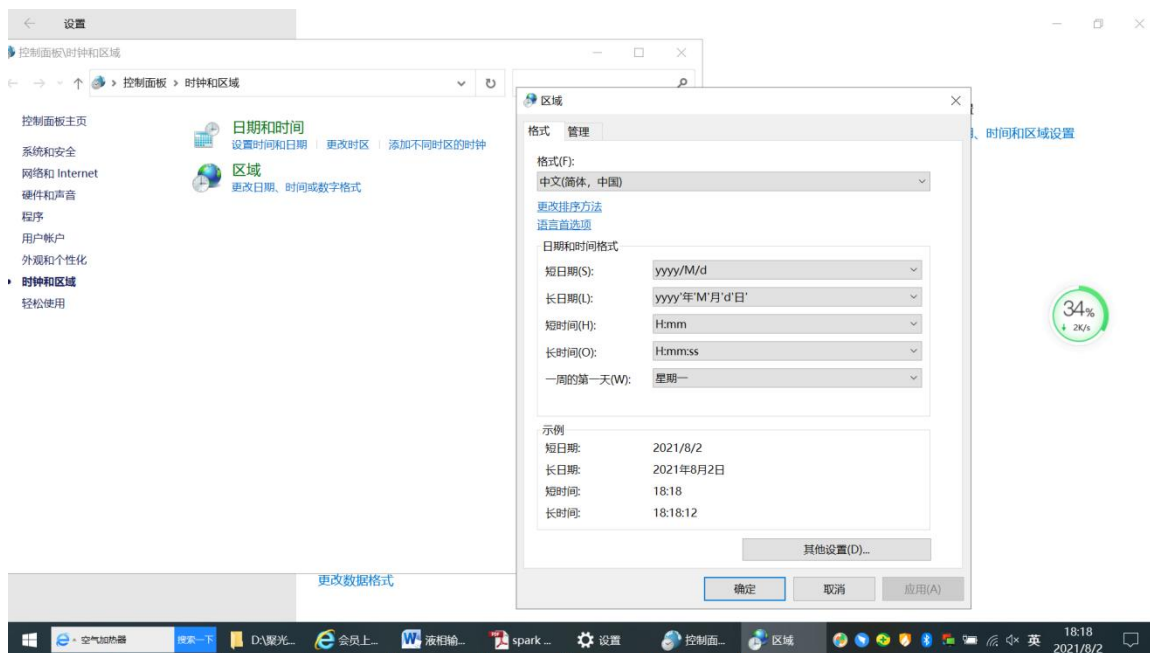
拆卸泵头

所需工具如下图：

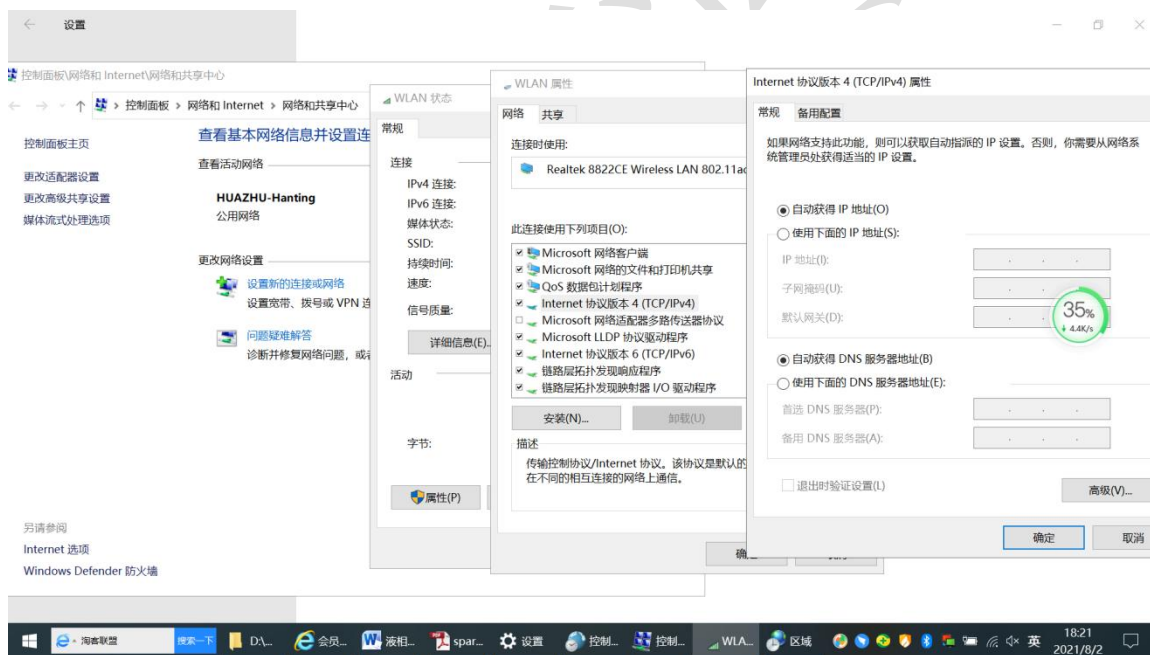


1 电脑与软件设置

步骤一：修改电脑语言为英语，点击设置-控制面板-时钟和区域-区域格式改为英语。如下图：

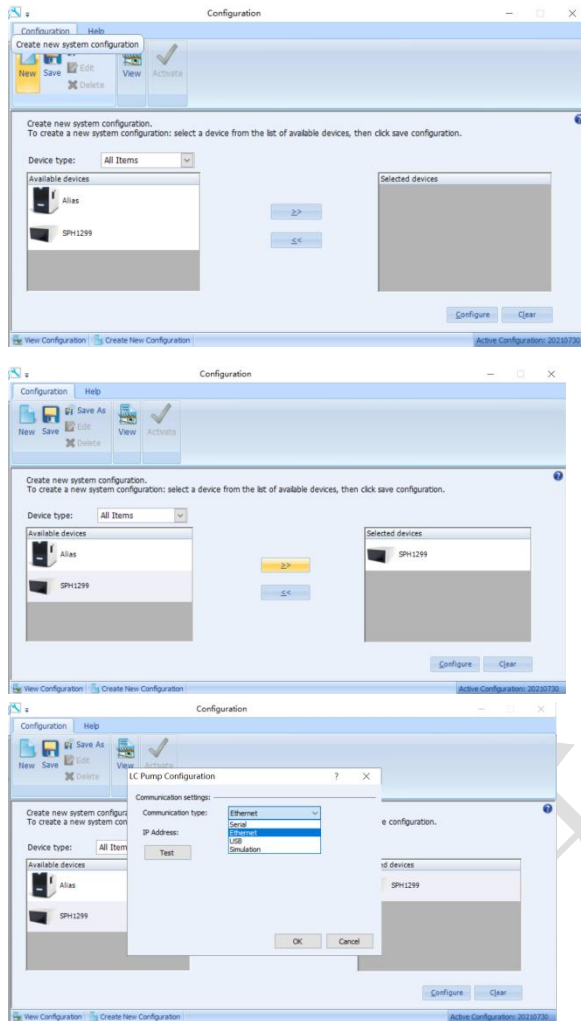


步骤二：设置网络连接为自动获取，控制面板-网络和 Internet-网络和共享中心，如下图设置：

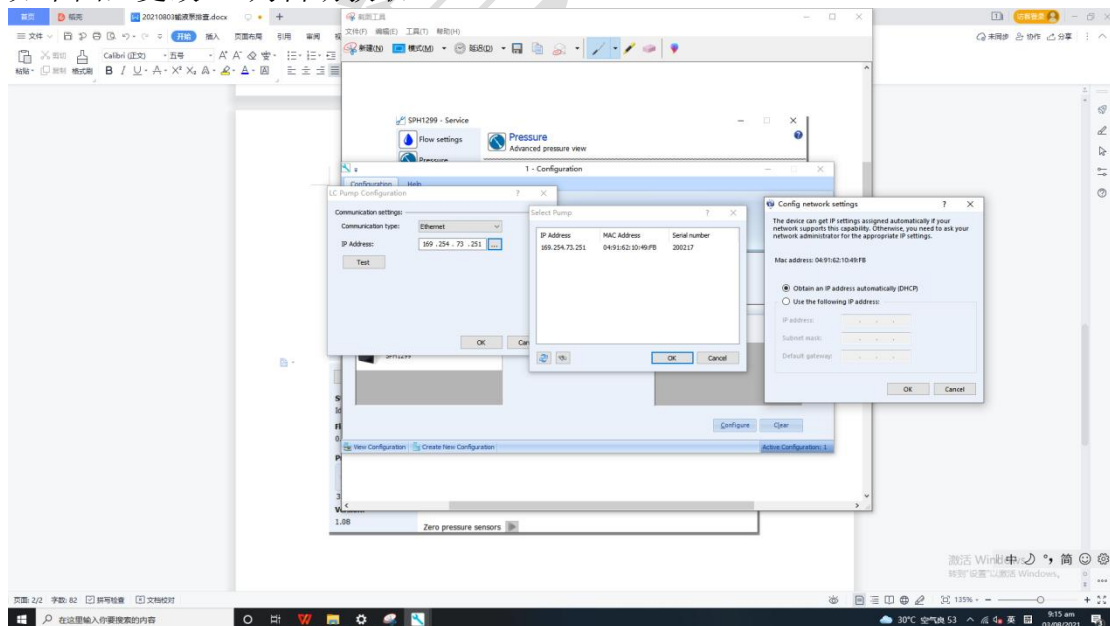


步骤三：安装液相控制软件，共三个。

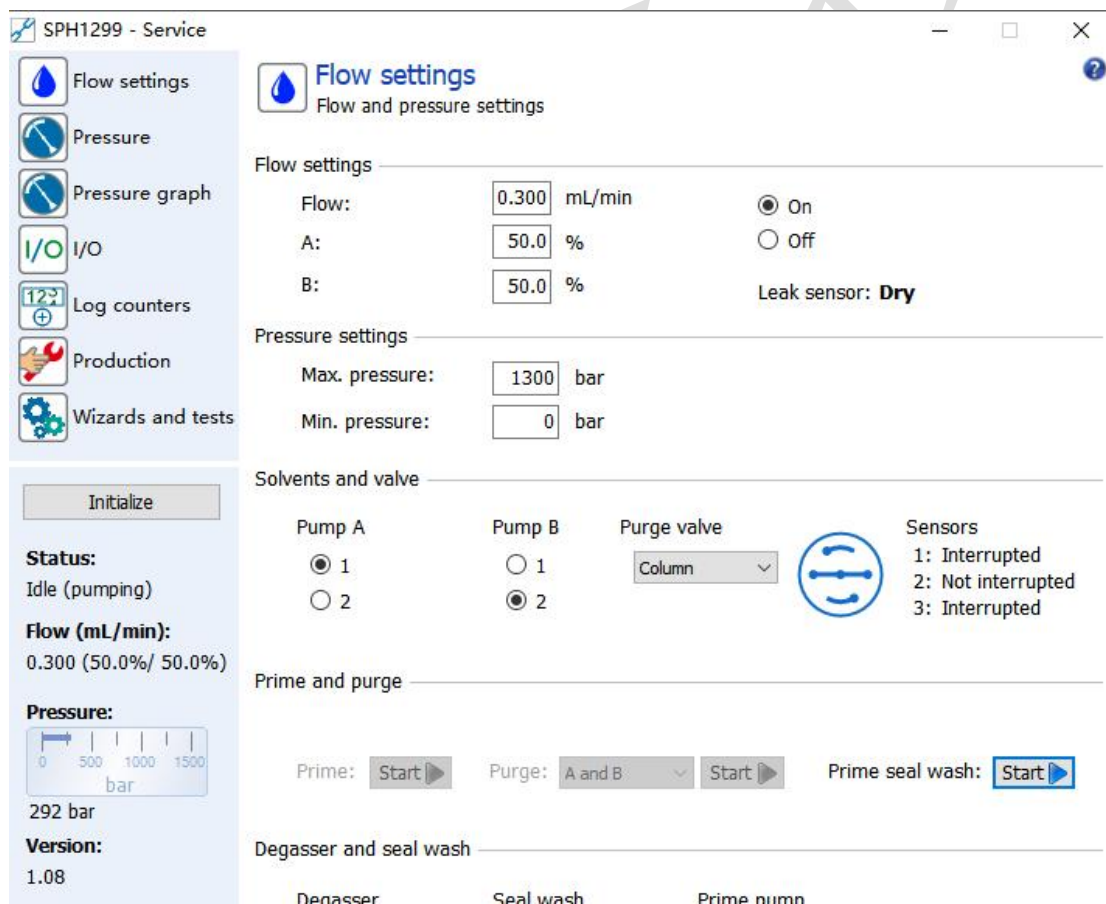
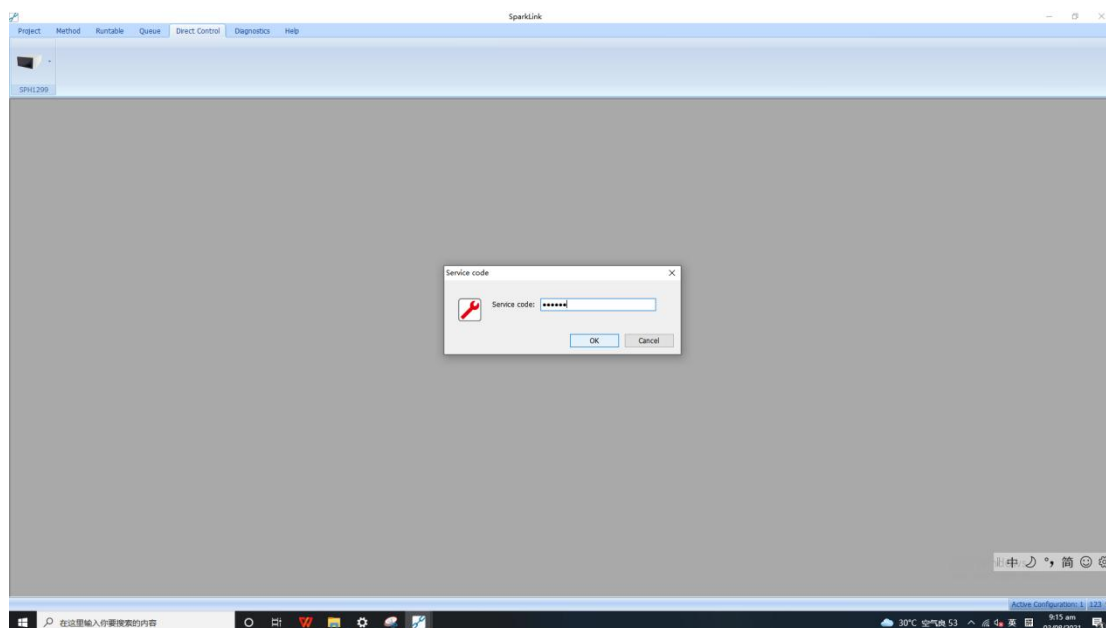
步骤四：双击液相 configuration，打开液相配置软件，点击 NEW，选中 SPH1299，按  选中，点击 configure  设置 IP；如下图，communication type 选择 Ethernet



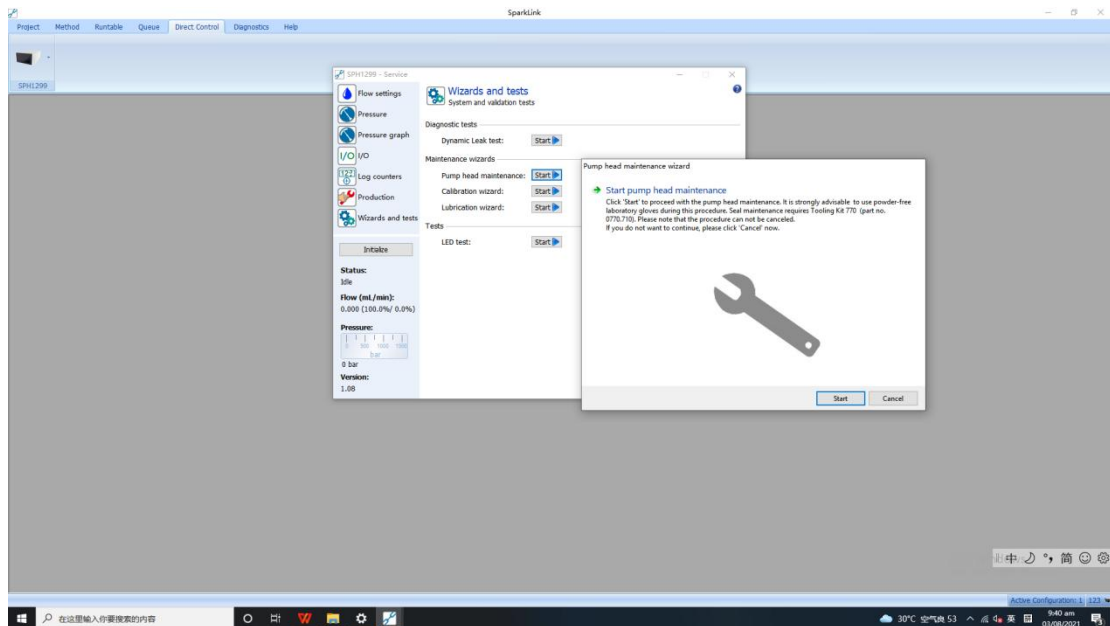
如下图，更改 IP 为自动获取。



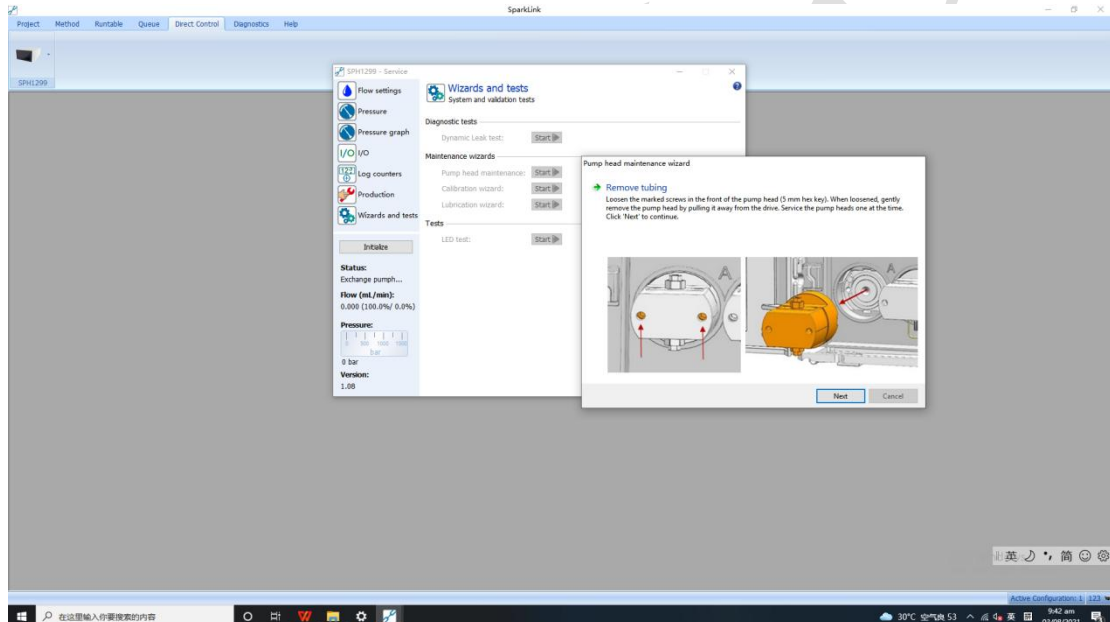
设置完成后，运行液相控制软件，，点击 Direct control，SPH1299 右侧小箭头，选择 service code，输入密码 101163 进入



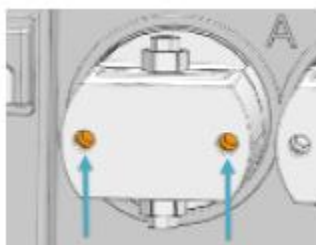
点击  Wizards and tests 进入维护界面。点击  Pump head maintenance 后的开始按钮，



一直点击 next 至如下状态后可开始拆卸泵头。



按照向导指示的步骤：当软件给出指示时，拧松泵压头前部两个主螺钉（5mm六角）。



松开2颗螺钉

5. 将泵压头从驱动装置上拉开，轻轻取下泵压头。

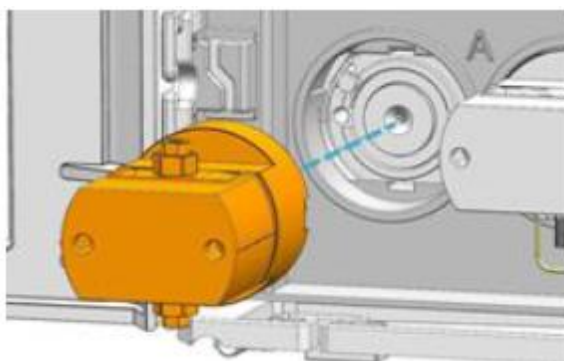


图21：从驱动器上拆下泵压头

6. 单击下一步。请注意，泵压头的背面装有一个磁力很强的磁铁。确保没有金属零件或碎片靠近磁铁：



图22：泵压头后部的磁铁

7. 单击下一步。将泵压头放在桌子上，如下所示：



图23：使用密封工具的储存管

8. 使用密封工具的储存管，取下一个盖子，向下推动磁环，以方便活塞的拆卸。
9. 单击“下一步”继续。
10. 小心地将活塞从泵压头上拆下。

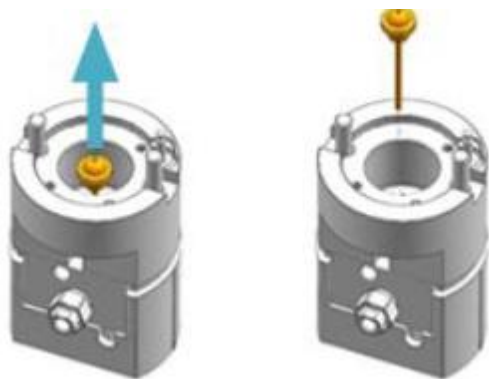


图24: 拆下活塞

11. 单击下一步。松开泵压头后部的螺钉（2.5mm六角）：



图25: 松开泵压头后部的螺钉

12. 小心地分开两部分。请注意，墨盒是一个松散部件。

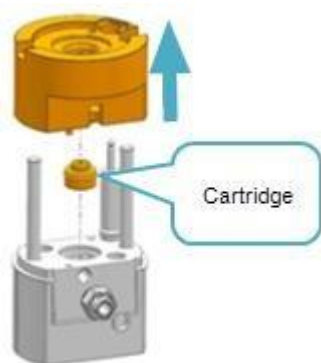


图26: 将两部分分开

13. 单击下一步。使用密封件拆卸工具拆卸泵压头中的高压密封件。顺时针转动工具密封。现在小心地拔出封条。已经拆下的封条不能重复使用！

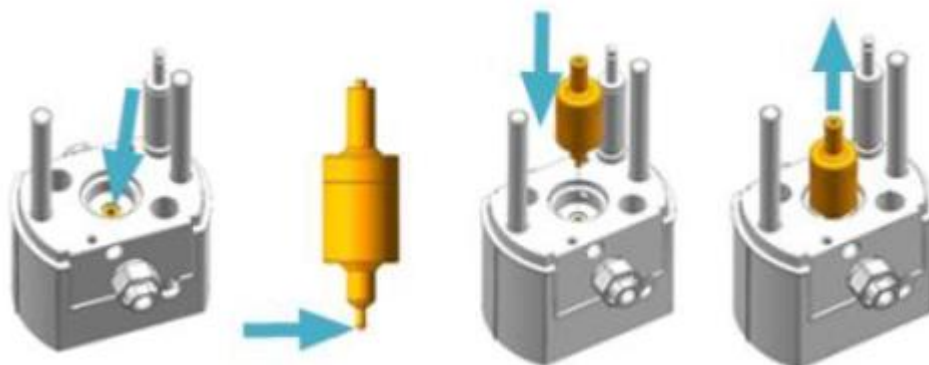


图27：拆除高压密封

14. 单击下一步。
15. 准备新的密封：将其放在工具的圆柱形侧面，用异丙醇湿润密封。确保弹簧朝上：

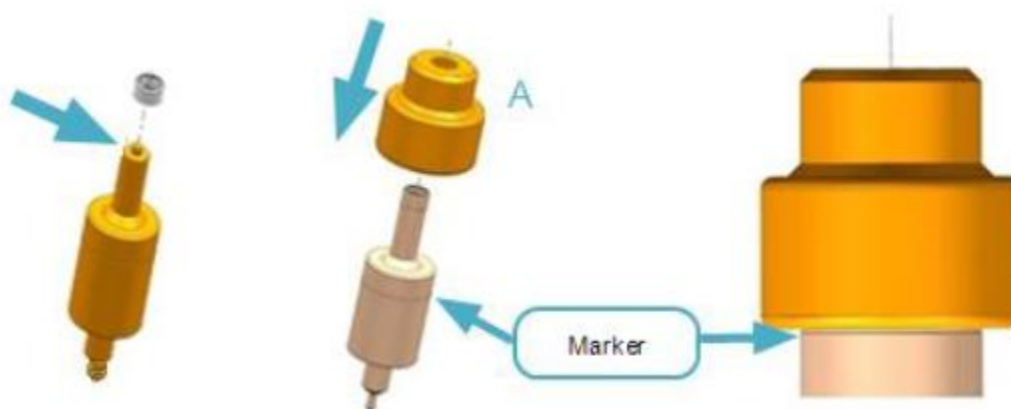


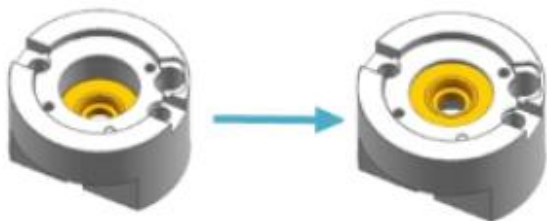
图28：准备新的密封

16. 小心地将定位环（A）推到工具上，直到工具上的标记刚好可见。
17. 单击“下一步”继续。
18. 将密封件安装工具放入泵压头，确保仅将定位环完全推到泵压头底部：



密封件安装工具

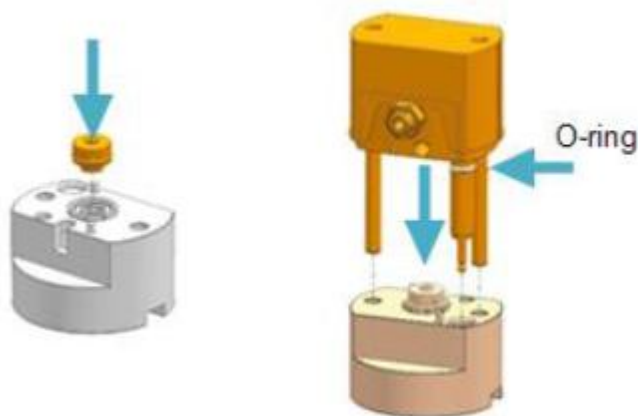
19. 通过将密封件更换工具向下推入定位环，将密封件推入泵压头，直至其触及底部。
20. 从泵压头上拆下定位环和工具。
21. 单击“下一步”继续。
22. 检查泵压头后部的活塞接口是否在其原始位置（即，磁铁靠在金属环上）：



检查活塞接口是否在原始位置

否则，将泵压头倒置，确保磁铁落回到金属环上。确保环形磁铁正确定位在金属环上，从外面可以看到磁铁和柱塞座。

23. 单击“下一步”继续。
24. 将新的活塞导向筒安装到泵压头的后部。



安装活塞导向筒

25. 用异丙醇润湿O形圈，然后小心地重新装入泵头。
26. 轻轻拧紧2颗螺钉（2.5mm六角扳手）。不要将螺钉拧得过紧。



拧紧螺钉

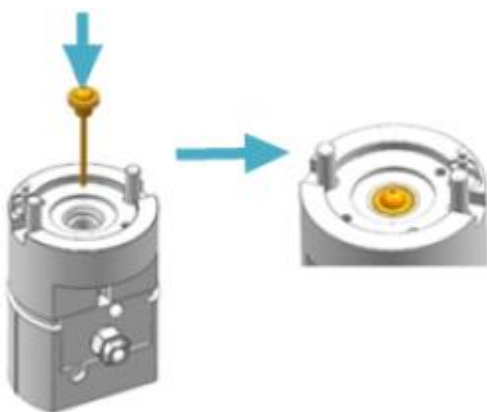
27. 单击“下一步”继续。

28. 用异丙醇浸湿的无绒布擦拭活塞，以清洁活塞。



避免活塞的透明部分与其他物体接触，包括皮肤和手套，以使其远离灰尘。务必将活塞放在干净的表面上，例如一块无绒布。

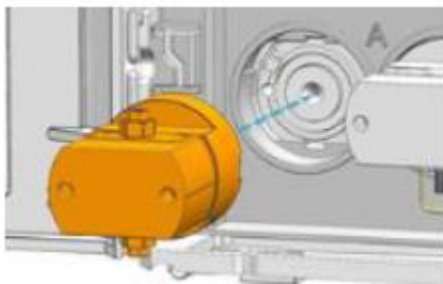
29. 小心地将活塞穿过磁铁推入密封件，直到活塞头位于磁铁环中：



将活塞推入密封件

30. 单击下一步。

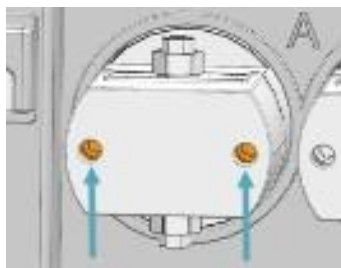
31. 将泵压头重新安装到泵中，并用扭矩扳手（8Nm）拧紧2个六角螺钉。



安装泵压头

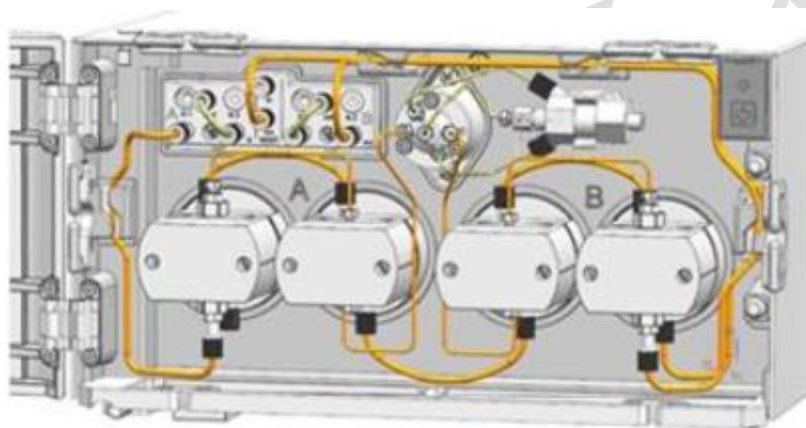


使用设定为8 Nm的5mm扭矩六角扳手拧紧2个六角螺钉。



拧紧六角螺钉

32. 单击“下一步”继续。
33. 如果您需要维修另一个泵压头，勾选下一个泵压头的方框。在这种情况下，请转到步骤2。
否则，继续下一步。
34. 重新连接管道：



重新连接管道

35. 检查泄漏传感器上是否有溢出的溶剂；继续之前，请清除干净溢出的溶剂。
36. 单击下一步。传感器开始初始化。在此过程中，压力传感器的偏移量自动归零。在此过程中，吹扫阀将切换几次。
37. 单击“完成”结束向导。
38. 用异丙醇灌注/吹扫泵，并在300-600巴（50%A/ 50%B）下以0.5-1 mL/分钟的速度运行10分钟。
39. 检查泵是否正常运行。（检查维护屏幕中压力选项卡上的压力）。
40. 为已更换的部件重置日志计数器视图中的日志计数器。



在以下情况下执行校准向导：

- 如果安装了新的泵压头。
- 当泵压头改变位置时（从通道A到通道B或相反）。

1.1.1.5 泵压头的更换

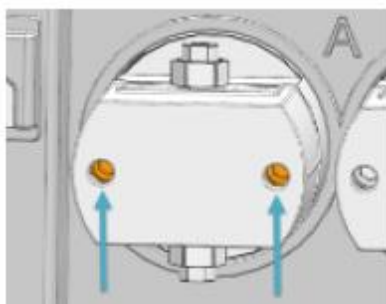
建议您一次移除一个泵压头。务必将管道恢复到原始位置。



在此过程中不要关闭泵！更换泵压头时要戴手套。

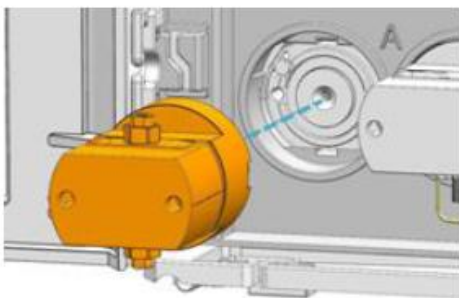
要更换泵压头，请执行以下步骤：

1. 确保泵流量已经停止，并且压力是环境压力。
2. 在维护>向导和测试选项卡中启动泵压头维护向导。请注意，此向导不能中止。
3. 断开泵压头管（高压、入口和密封件清洗）。单击下一步。
4. 松开泵压头前面的2个主螺钉（5mm六角）。



卸下两个主螺钉

5. 将泵压头从驱动装置上拉开，轻轻取下泵压头：



拆卸泵压头

6. 请注意，泵压头的背面装有一个磁力很强的磁铁。



图39：泵压头后部的磁铁

7. 单击下一步。反向执行安装新泵压头的步骤，并完成泵压头维护向导中的说明。

8. 安装泵压头，并用扭矩扳手（8Nm）拧紧2个六角螺钉。

1.1.1.6. 混合器和出口过滤器

该泵标配有一个 35 μ L 的混合器。但可选用 100 μ L 混合器。两个混合器都安装了一个 2 μ m 出口过滤器，以防止碎片堵塞混合器和流路的其余部分。



切勿试图拆卸混合器外壳！

小心处理混合器管道！如果您定期更换混合器，管道可能会因频繁弯曲而过早磨损。

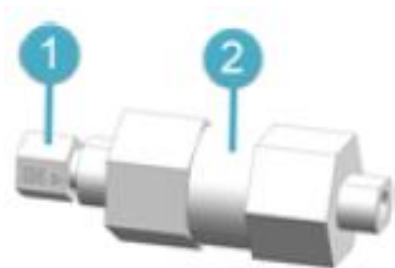
按照以下步骤更换混合器：

1. 确保泵流量已经停止，并且压力是环境压力。
2. 拆除混合器的接头。
3. 从泵前面的夹具中拉出混合器，用不同的/新的替换它。
4. 重新连接混合器。

2 μ m 的出口过滤器是混合器的一部分；它可以过滤来自流道上的磨损部件的污染物。

按照以下步骤更换出口过滤器：

1. 确保泵流量已经停止，并且压力是环境压力。
2. 拆除混合器接头。
3. 将搅拌器从泵前面的夹具中拉出。
4. 用两个5/16"扳手从混合器外壳（2）上拆下过滤器外壳（1）。



混合器

5. 将出口过滤器（3）从其外壳上拆下，并用新的更换。过滤器没有特定的流向。



出口过滤器

6. 用两个5/16"扳手拧紧过滤器外壳（1）和混合器外壳（2）。
7. 重新连接混合器，给系统加压。检查有无泄漏。

1.1.1.7 脱气机

脱气机需要的维护相对较少。在常规基础上：

- 检查系统中溶剂过滤器的状况，必要时进行更换。过滤器防止颗粒物质进入脱气机。
- 检查瓶子的所有入口溶剂管道，以及通向泵压头的管道。如果您看到变色或裂纹，请更换管道。
- 检查溶剂连接处是否有泄漏。如果发现泄漏，将接头再拧紧1/8圈。

如果泄漏仍然存在，断开泄漏接头并进行检查。如果螺母和套圈看起来状态良好，重新连接接头。

如果泄漏仍然存在，请更换螺母和套圈。

1.1.2 自动进样器维护

对于所有维护程序：

1. 打开 AS 510 的门。
2. 如果安装了冷却选件：通过向你所在的方向拉盖子，滑出冷却盖。此时，可以安装孔板了。
3. 同时按下 AS 510 顶部的两个按钮。

4. 通过向你所在的方向拉盖子，取下冷却盖。



任何维护程序都不需要断开AS 510与电源的连接。这样，仍可使用软件控制。使用服务管理器中的维护功能检查自动进样器各部分的运行情况。

1.1.2.1 清洁

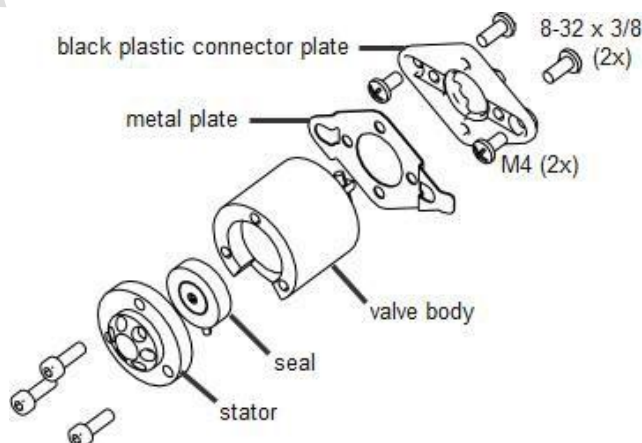
一般来说，AS 510 自动进样器只需要很少的维护。可以用湿布蘸异丙醇或水清洗外部。其他可能需要定期清洁的物品包括：

- **阀门泄漏仓：** 在进样阀下方安装一个专用泄漏仓，可以用湿布蘸异丙醇或水清洁。
- **样品盘：** 如果样品洒在样品盘上，用异丙醇或水清洗样品盘。
- **排液管：** 定期用溶剂冲洗排液管，以防止堵塞，并确保液体和冷凝物得到处理。

1.1.2.2 进样阀和转子密封件

AS 510 配有一个进样阀。更换转子密封件时，按照以下步骤操作：

1. 断开阀门上的所有管道。只有样品环（和中心端口的废液管，如果是 UHPLC）可以保留。
2. 拆下固定阀门定子的三颗螺钉。
3. 轻轻打开阀门，取出转子密封件。
4. 清洁和/或更换两颗销钉上的密封件。
5. 根据仪器标签的 1-2 方向重新将定子装回阀门上。
6. 重新安装并拧紧三颗螺钉。
7. 将所有管道重新连接到阀门上。
8. 在维护中，单击初始化以确保阀门处于进样位置。
9. 执行标准清洗程序（维护-初始清洗组框）。此时，可使用自动进样器了。



阀门分解图

如果需要更换整个阀门，请按照以下步骤操作：

1. 断开阀门上的所有管道。记住阀门轴的位置！
2. 松开两颗 M4 螺钉。此时，可以从自动进样器上拆下阀门组件。
3. 从黑色塑料连接板上拆下两颗 8-32 x 3/8 螺钉。
4. 用 M4 螺钉拆下黑色塑料连接板和金属板。
5. 打开新阀门包装。确保新阀门轴的位置与您在步骤 1 中拆下阀门的位置相同。必要时用手转动。
6. 将金属板放在阀体上。
7. 将带有两颗 M4 螺钉的黑色塑料连接板放在阀体上。
8. 用两个 8-32 x 3/8 螺钉将黑色塑料连接板固定到阀体上。金属板现在夹在阀体和黑色塑料连接板之间。两颗 M4 螺钉被金属板锁定在适当的位置，但尚未紧固。此时，阀门已组装完成。
9. 利用两颗 M14 螺钉将阀门组件固定到自动进样器上。
10. 将所有管道重新连接到阀门上（在 UHPLC 的情况下：从连接阀门中心端口的废液管道开始）。
11. 初始化自动进样器，确保阀门处于进样位置。
12. 执行标准清洗程序。

此时，自动进样器已就绪可以使用了。

1.1.2.3 进样环

高效液相色谱 AS 510 标准配置有 100 微升样品环，超高效液相色谱 AS 510 有 20 微升样品环。可以安装不同尺寸的样品环，但须注意，注射器和管道应正确组合，才可确保良好性能。

安装样品环时，请考虑以下因素：

- 连接进样阀端口 2 和 5 之间的回路
- 如果您安装了具有不同体积的进样环，请转到“配置设置”并调整“流路”组框中的设置。



请记住，最大进样量可根据以下公式计算：

全定量环：进样量=定量环体积

半定量环：最大进样量=环体积的 50%

微升吸样：最大进样量=（环体积-3 倍针体积）/2

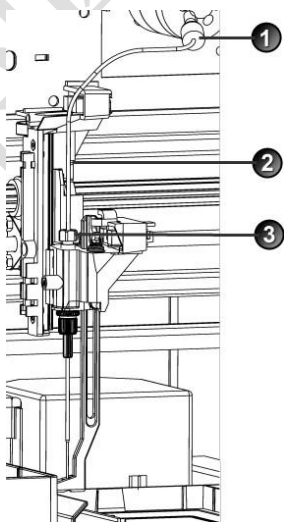
1.1.2.4 更换进样针

更换进样针时，按照以下步骤操作：

1. 开放维护（服务管理器）。
2. 单击针组框中的交换。针头移动到交换位置。
3. 松开针连接螺母（3 号）。
4. 松开连接管道（2 号）和进样阀端口 4 的螺母（1 号）。
5. 通过用管子将进样针从其配件中拉出，取下进样针。
6. 安装新的针头组件；确保针头周围有空气密封。
7. 用针头连接螺母拧紧针头组件。
8. 将针头连接管的另一端连接到进样阀的端口 4。切勿过度拧紧，否则可能会造成管道堵塞。
9. 单击维护中的**初始化**。进样针移回原位。
10. 通过在维护的初始清洗组框中单击**开始**，执行清洗程序清洗新针头。单击**停止**结束清洗程序。
11. 使用仪器/调整选项调整进样针-样品盘设置。



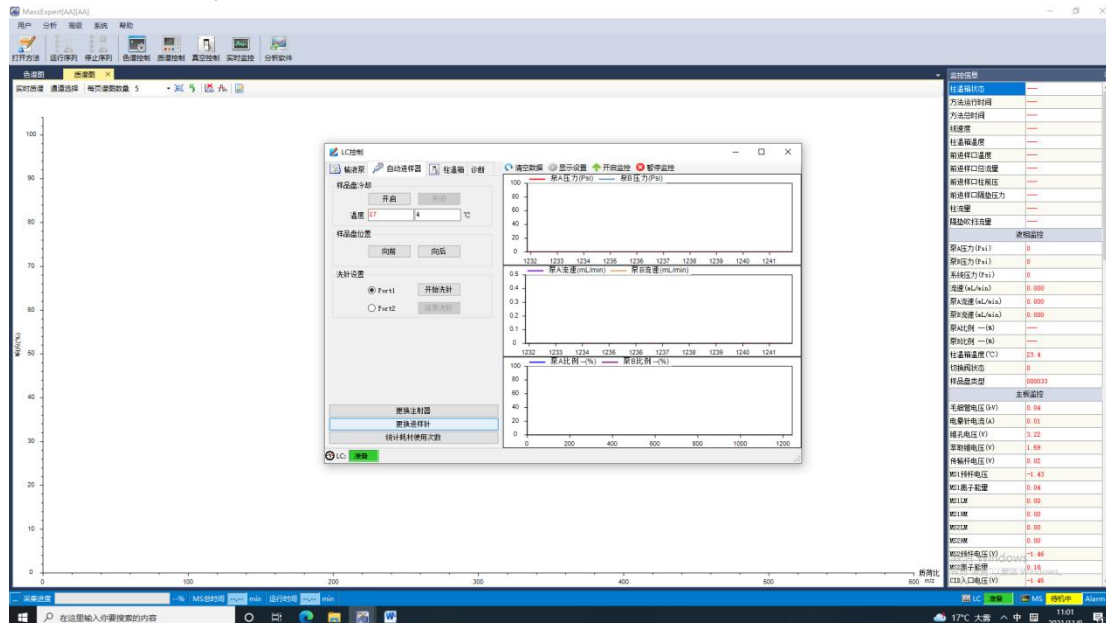
使用带有 12 个或 48 个样品瓶的样品盘时，确保针头高度设置大于 2 毫米，以防止针头接触样品瓶底部。



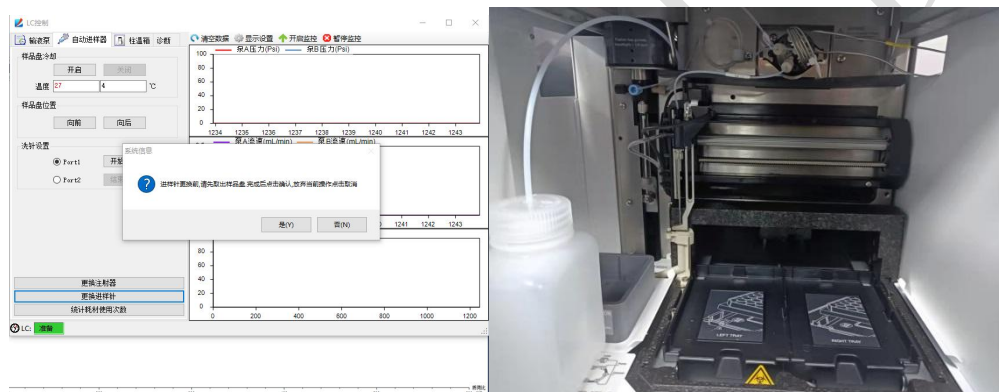
更换进样针

Massexpert 软件更换进样针

打开软件 Massexpert-色谱控制-自动进样器，点击下方更换进样针



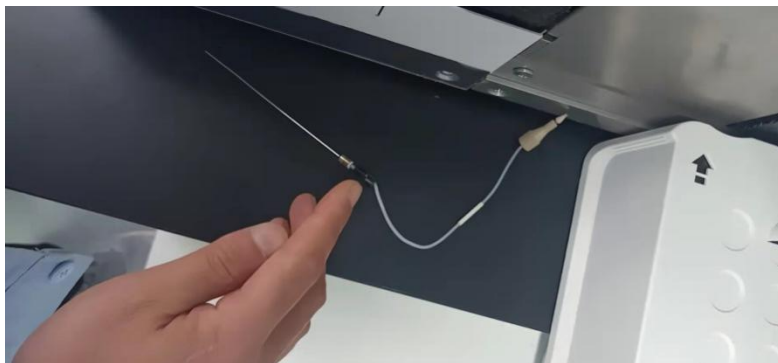
取出样品盘，防止换针时针顶到样品盘。取出样品盘后，点击是（Y）进行下一步。



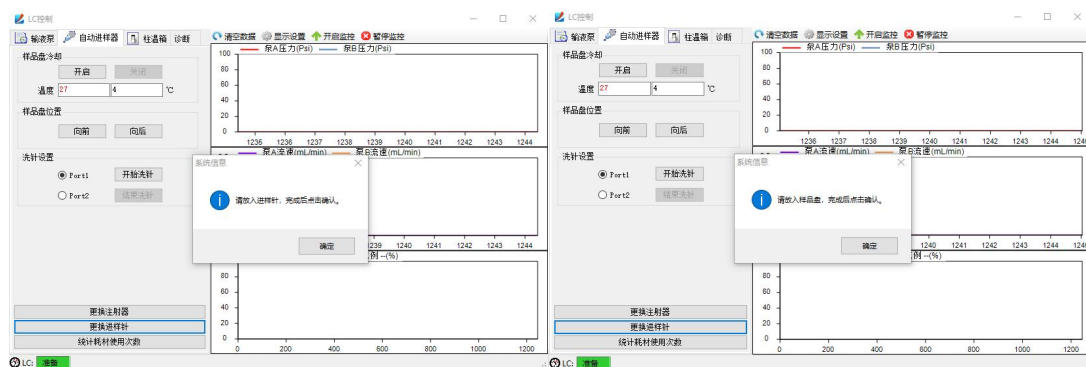
此时进样针会运行至仪器中间位置方便拆卸，拧松紧固的黑色螺钉和与六通阀连接的接头，将新针装好即可。

注：拆装接头时需小心，不要掉落进仪器。必要时可在进样器内铺无尘纸。





放入进样针，点击确认；放入样品盘，点击确认。如下图

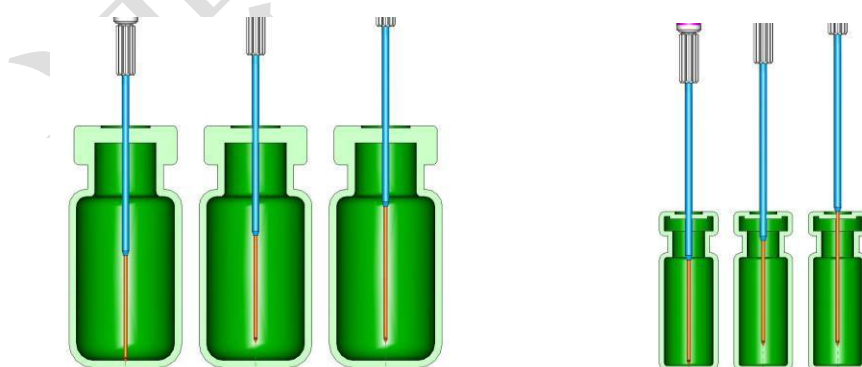


1.1.2.5 AS 510 空气针

AS 510 有六种空气针，长度不同（相差 6 毫米）。针对 AS 510 中不同孔板的高度，需采用相应的空气针。对于每个孔/瓶板，都有适合的空气针可用。除了空气针类型之间的 6 毫米长度差异之外，针座允许针高度有 6 毫米的额外变化。

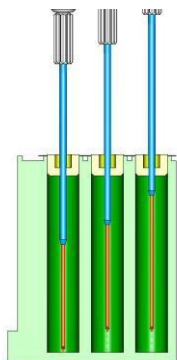
1.1.3 标准空气针

标准空气针是 62 毫米的针（编号：0045.505）。这种空气针适用于各种高低孔板。针的穿刺深度见下图：

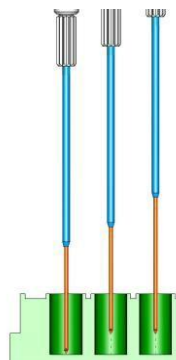


10毫升小瓶

2毫升小瓶



带盖垫的Greiner深槽



Greiner低槽

请注意，低孔板不应使用 **PASA™**管：由于采样针足以刺破密封影响真空，因此空气针的功能对于低孔板来说并不重要。

如果使用 10 毫升的小瓶，空气针会下降到小瓶中较远处。如果小瓶的填充量未超过 60%，可以像往常一样使用空气针。深槽也是如此。

如果需要偏离这些标准设置，请使用可选的针类型之一。

1.1.4 各滴定板或小瓶对应的空气针

为了确定适当的空气针，需要考虑以下尺寸：

- 滴定板高度（mm）：Ht
- 槽深（mm）：Dw
- 帽垫或密封的厚度（mm）：Cd
- 设定针高度（mm）：Nh
- 空气针尖穿过帽垫或密封件的距离（mm），最小为2毫米：Ac

以下情况必须属实：

Ht - Dw必须在2到6毫米之间

Ht - Dw介于2到6毫米之间时，可以计算进样针的伸出长度，即进样针尖端和空气针尖端之间的距离。具体计算如下：

伸出长度 = $Ht - Cd - Nh - Ac$

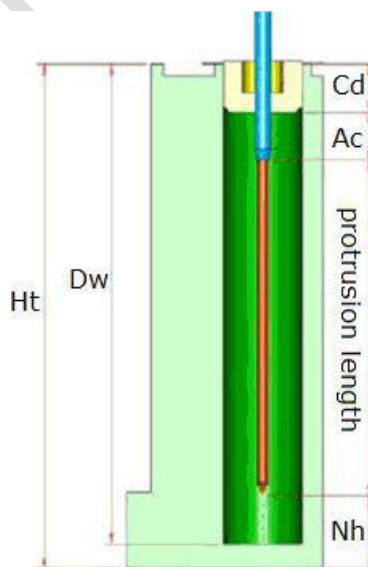
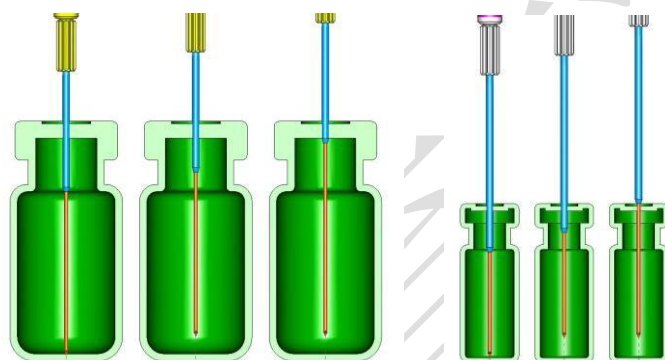


图49：计算伸出长度

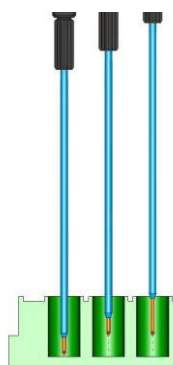
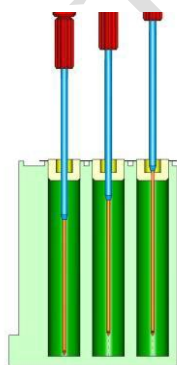
可以根据伸出长度选择最合适的空气针:

空气针类型	伸出长度	
	从	到
50 毫米, 黄色	34	40
56 毫米, 红色	28	34
62 毫米, 白色 (标准针)	22	28
68 毫米, 蓝色	16	22
74 毫米, 绿色	10	16
80 毫米黑色	四	10



10 毫升小瓶- 50 毫米空气针

2 毫升小瓶- 62 毫米空气针



Greiner深槽M53000, 带帽垫 - Greiner低槽- 80毫米空气针
56毫米空气针

示例

有一个装有微小帽垫的 Greiner 深槽 M53000；AS 510 具有标准的针高度设置。计算如下：

Ht = 41.4 毫米

Dw = 37.8 毫米

以下情况属实：

Cd = 3.8 毫米

$41.4 - 37.8 = 3.6$ （介于 2 和 6 毫米之间）

Nh = 6.0 毫米

伸出长度 = $41.4 - 3.8 - 6.0 - 2.0 = 29.6$

（标准）

Ac = 2.0 毫米

（最低）

需要 56 毫米的空气针。

使用滴定板密封时，确保针上没有胶水残留物。

空气针更换

更换空气针时，按照以下步骤操作：

1. 取下进样针（更换进样针）。
2. 拧开镀铬锁紧螺母，取下空气针。
3. 从调节螺母上拧下镀铬锁紧螺母。
4. 将高度调节螺母拧到镀铬锁紧螺母上（高度调节螺母的螺纹必须与锁紧螺母的下部齐平）。确保 O 形密封圈在锁紧螺母中。
5. 安装空气针。
6. 安装进样针。
7. 在服务管理器设定窗口中设置新针高度。如有必要，转至“调整”，调整进样针-样品盘设置。



如果使用带有 12 个或 48 个样品瓶的样品盘，请确保针头高度设置大于 2 毫米，以防止针头接触样品瓶底部。

8. 从维护开始进行初次清洗，冲洗针头。

1.1.2.6 注射器分配器

高效液相色谱 AS 510 采用标准配置，配有 500 μ L 注射器，超高效液相色谱 AS 510 配有 250 μ L 注射器，但也可以安装 2500 μ L 注射器用于制备型。

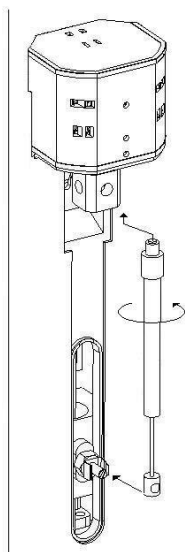


图 50：取出注射器

安装不同的注射器时，按照以下步骤操作：

1. 在维护中，单击注射器组框中的更换。
2. 取下注射器阀上的注射器，确保阀连接器的位置保持不变。
3. 断开注射器驱动装置上的柱塞。
4. 向新注射器中注入清洗溶剂，最好是异丙醇。确保注射器中的大部分气泡被清除。
5. 将已填充注射器的柱塞连接至注射器驱动装置，并连接注射器与注射器阀处的连接器。
6. 将注射器牢牢拧入连接器。
7. 在维护中，单击注射器组框中的主页。注射器移至主页，并且注射器内容物分配至注射器废物。
8. 如果注射器中仍有空气，请在维护中再次单击结束。注射器装有清洗溶剂。用 IPA。
9. 再次单击主页，将清洗溶剂分配到废物中。

如果注射器中仍有空气，重复步骤 8 和 9，并在清洗溶剂被分配到注射器废液中时轻轻敲击注射器。

执行标准清洗程序（维护：在初始清洗组框中单击开始/停止）。重新填充和冲洗所有连接到注射器阀门的管道。

1.1.2.7 注射器柱塞和柱塞头

更换柱塞或柱塞头时，按照以下步骤操作：

1. 在维护中，单击注射器组框中的更换。
2. 取出注射器。
3. 将柱塞滑出注射器的玻璃部分。
4. 用钳子：小心地取下顶端，确保不要损坏不锈钢柱塞。
5. 用异丙醇等类似物浸湿新柱塞头。
6. 将新柱塞头压在柱塞上。
7. 将柱塞插入注射器的玻璃部分。
8. 再次将注射器安装到自动进样器中。

1.2 质谱维护

1.2.1 日常维护

项目	操作步骤	间隔			
		每天	每周	每三月	需要时
检查各气路压力	离子源气0.6MPa；碰撞气0.1MPa；排气0.1MPa	√			
清洗离子源流路	50%甲醇0.2mL/min冲洗10-20min	√			
清洗离子源内腔体	50%甲醇无尘纸擦拭		√		
清洗挡板和采样锥外部	50%甲醇无尘纸擦拭，甲醇擦拭，氮气吹干		√		
检查机械泵油	油量，油质		√		
更换机械泵油	见详情			√	油量不足或油质变差
仪器除尘	关机，打开侧面和上面盖板，氮气吹扫电路板和风扇。			√	
更换空气滤网	拿出仪器下部空气滤网，清洗或更换。				过滤网堵塞
更换PEEK管	选取合适长度，切管器切割，保证切口平整				堵塞时
更换喷雾针	见详情				堵塞时
质量校准					每次开关机或响应明显降低时

清洗前端传输干，Q0，腔体内部。	50%甲醇无尘纸，清洗用大小棉签擦拭，甲醇擦拭，氮气吹干。需注意不要碰松电路				如需要，联系工程师
氮气发生器压缩机	每 8000 小时需要进行核心运动部件及密封件的更换				每8000h
氮气发生器滤芯和空滤	芯及空滤更换周期原则上为 12-18 个月，具体视使用环境（空气中灰尘含量多则时间需要适当提前）				
氮气纯度	每 3~4 年检测一次氮气纯度，如果纯度下降，则需要更换气体分离装置				

1.2.2 更换机械泵油

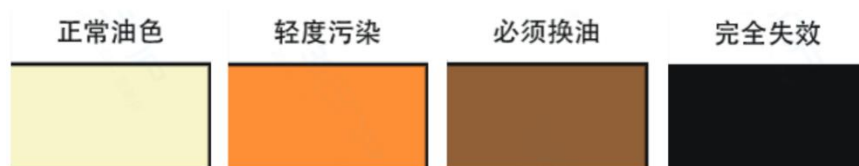
所需工具

- 8mm 内六角扳手
- 废油盛器
- 乳胶手套

简要步骤

- 以正常程序关机
- 打开排油孔螺栓，排净废油
- 拧上排油孔螺栓，打开加油孔螺栓，注入 100~200mL 新油。打开机械泵电源开关（时间不要超过 5 秒钟），重新打开排油孔螺栓，排出泵内残余泵油
- 拧上排油孔螺栓并上紧 - 打开加油孔螺栓，添加干净的真空泵油，油面位置约到“MAX” 80%处，拧上 加油孔盖子
- 以正常程序开机





1.2.3 离子源清洗

每 6 个月或者发现离子源观察窗上发现有污渍的时候，可将离子源整理从仪器上卸下，进行适当的清洗，以保证仪器性能正常，具体操作如下：

步骤 1：停止进样，点击“待机”按钮，将离子源两侧的把手向上掰至水平位置；

步骤 2：将离子源往外平移拉出，取下离子源，放置到桌面上；

步骤 3：使用 50%甲醇水溶液作为清洗液，用无尘纸蘸取清洗液，对离子源内部进行擦洗；

步骤 4：清洗完成后，将离子源重新安装回去。

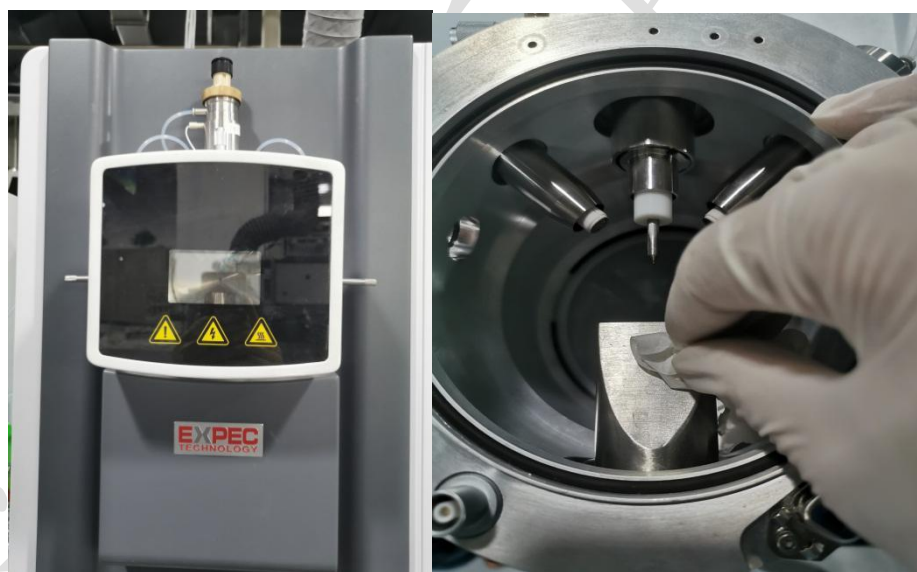
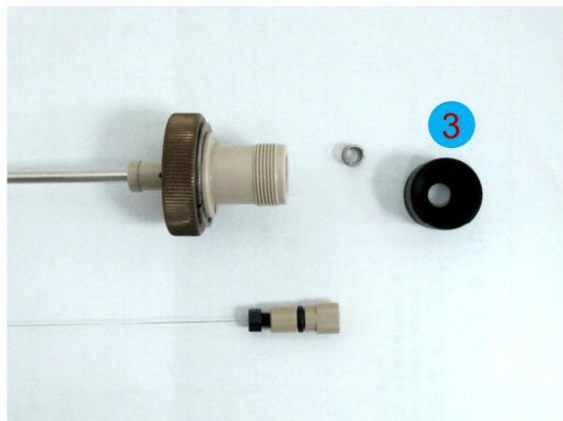
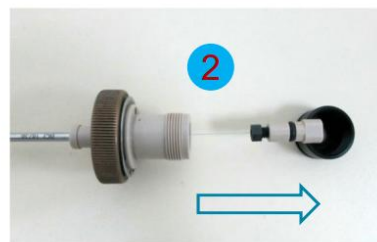
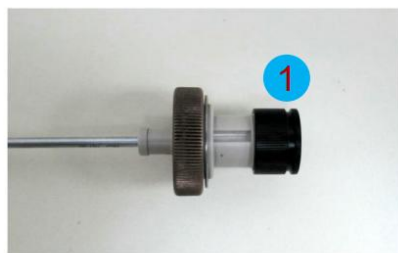


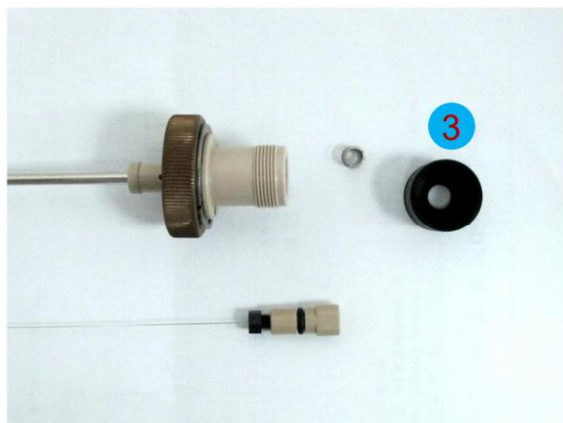
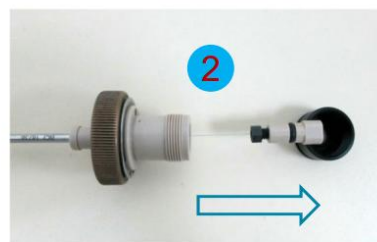
图 6- 1 离子源清洗

1.2.4 更换喷针





1. 旋松并取下黑色螺帽
2. 拔出喷针
3. 注意保护小弹簧



1. 旋松并取下黑色螺帽
2. 拔出喷针
3. 注意保护小弹簧

清洗喷头

清洗喷头



- 如图，用适当容器架起喷头
- 盛装适当体积的50%甲醇水溶液，使液面高度淹没喷头约3cm
- 超声波清洗5min
- 反向操作以上步骤，重新装配喷头



- 依次反向操作以上步骤
- 重新装配离子源，完成更换

二. 仪器校准

2.1 校准液稀释配方

碘化钠调谐液：

精密称取碘化钠固体 $50\text{mg} \pm 0.5$ ，置 50ml 容量瓶中，加 50%异丙醇水溶液，溶解并稀释至刻度，摇匀，浓度（ 1mg/ml ），作为贮备液， $2\sim 8^{\circ}\text{C}$ 冷藏，精密量取 1ml 贮备液至 10ml 容量瓶中，加 50%甲醇水溶液稀释至刻度，摇匀，既得碘化钠调谐液（ 0.1mg/ml ）， $2\sim 8^{\circ}\text{C}$ 冷藏。

利血平测试液

精密称取利血平固体 $10\text{mg} \pm 0.1$ ，至 100ml 容量瓶中，加甲醇溶解，并稀释至刻度，摇匀，既得 100ppm 利血平溶液，作为贮备液， $2\sim 8^{\circ}\text{C}$ 冷藏；再精密量取 1ml 至 100ml 容量瓶中，加甲醇稀释至刻度，摇匀，既得 1ppm 利血平溶液， $2\sim 8^{\circ}\text{C}$ 冷藏；再精密量取 1ml 至 100ml 量瓶中，加甲醇稀释至刻度，摇匀，既得 10ppb 利血平测试液， $2\sim 8^{\circ}\text{C}$ 冷藏。

氯霉素测试液

方法同利血平溶液配制

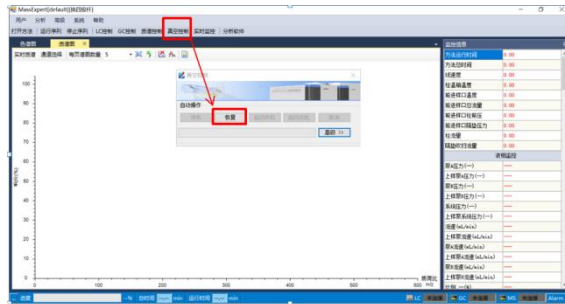
2.2 质量轴校准

2.2.1 调谐

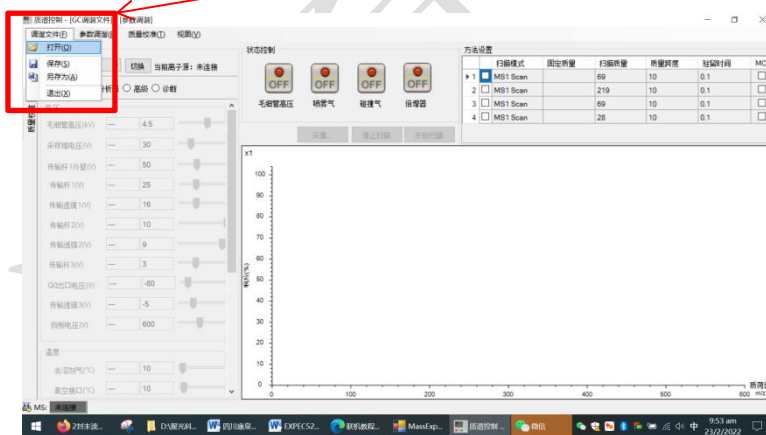
正常使用情况下每半年一次质量轴校正，或每次重新开机时及更换真空腔部件后，
则需重新调谐与质量轴校正

步骤如下

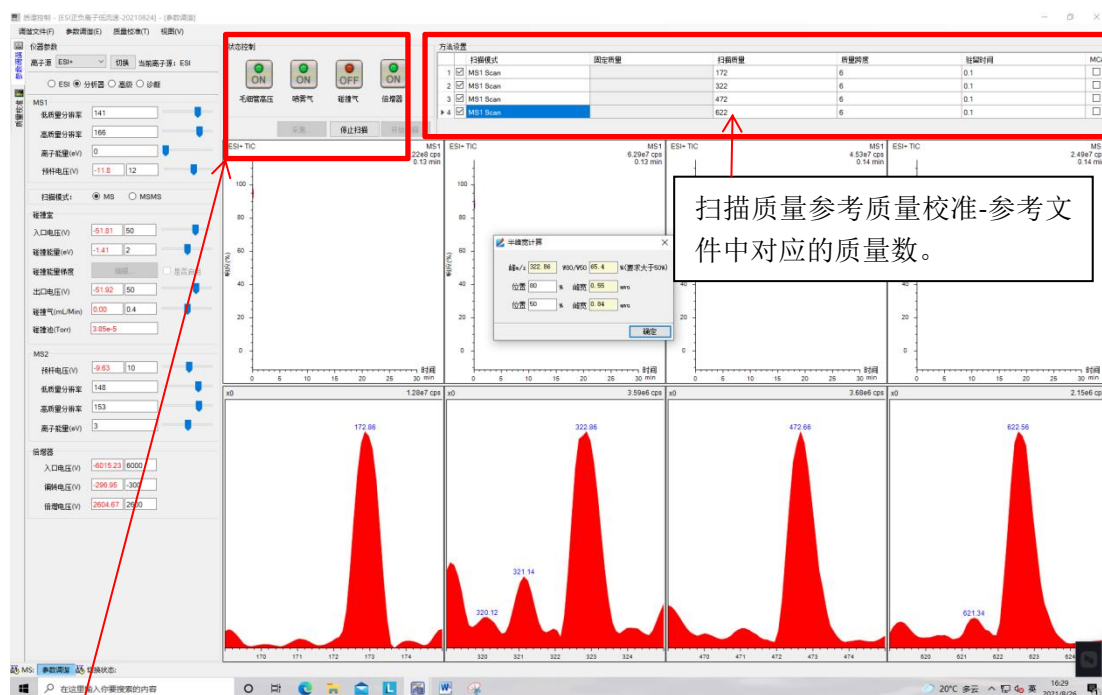
1. 打开操作软件，点击真空控制-恢复；



2. 点击质谱控制，调谐文件-打开，加载调谐参数。



方法设置如下图（正离子模式），确认所有参数正常加载。



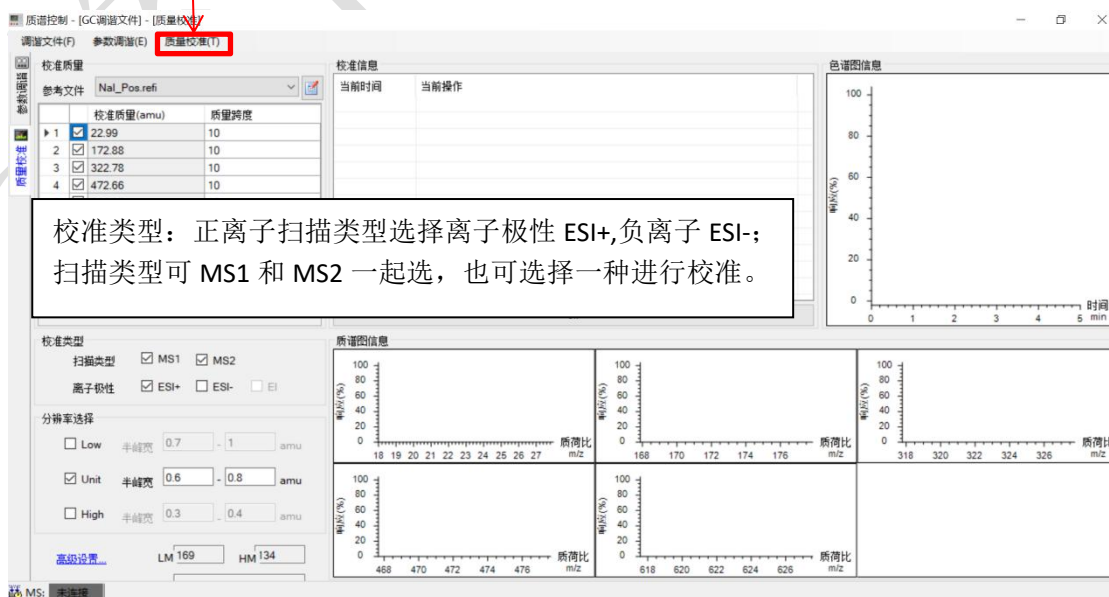
3. 注射泵进样

用注射泵进碘化钠溶液。设置流速为 $10 \mu\text{L}/\text{min}$ ，点击打开

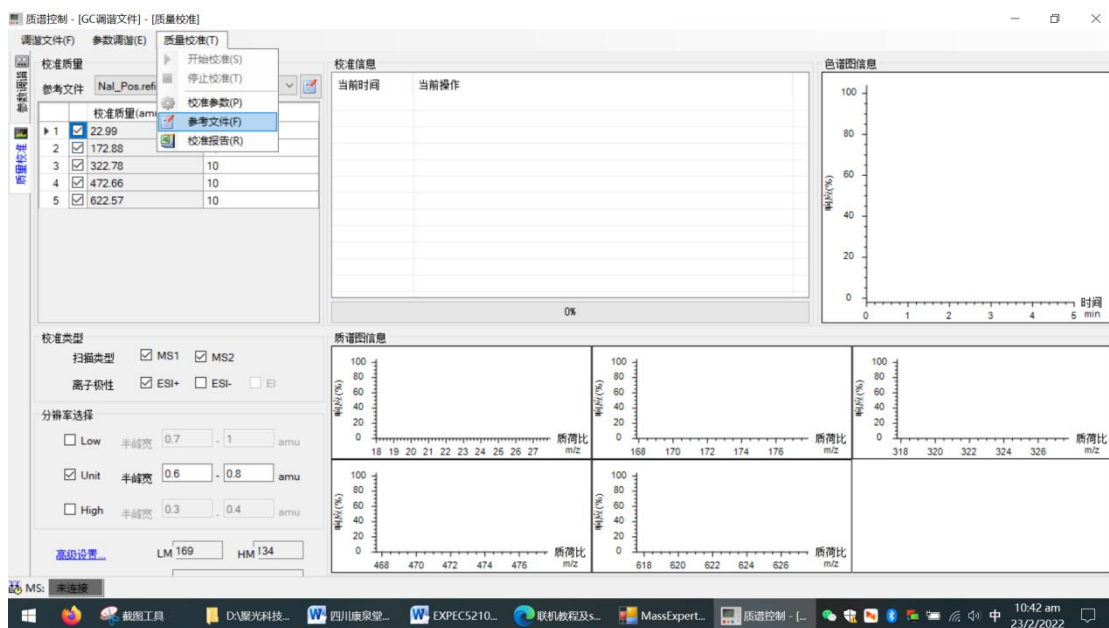
状态控制中的毛细管高压，喷雾气，倍增器；待喷雾稳定点击开始扫描。调谐参数使各质量数响应达到要求水平；MS1 调谐完成后切换 MS2 进行调谐；调谐时需查看 1000amu 是否有响应，不失谐。

2.2.2 质量轴校准

调谐完成后，点击质量校准，点击参考文件，选择所需文件，

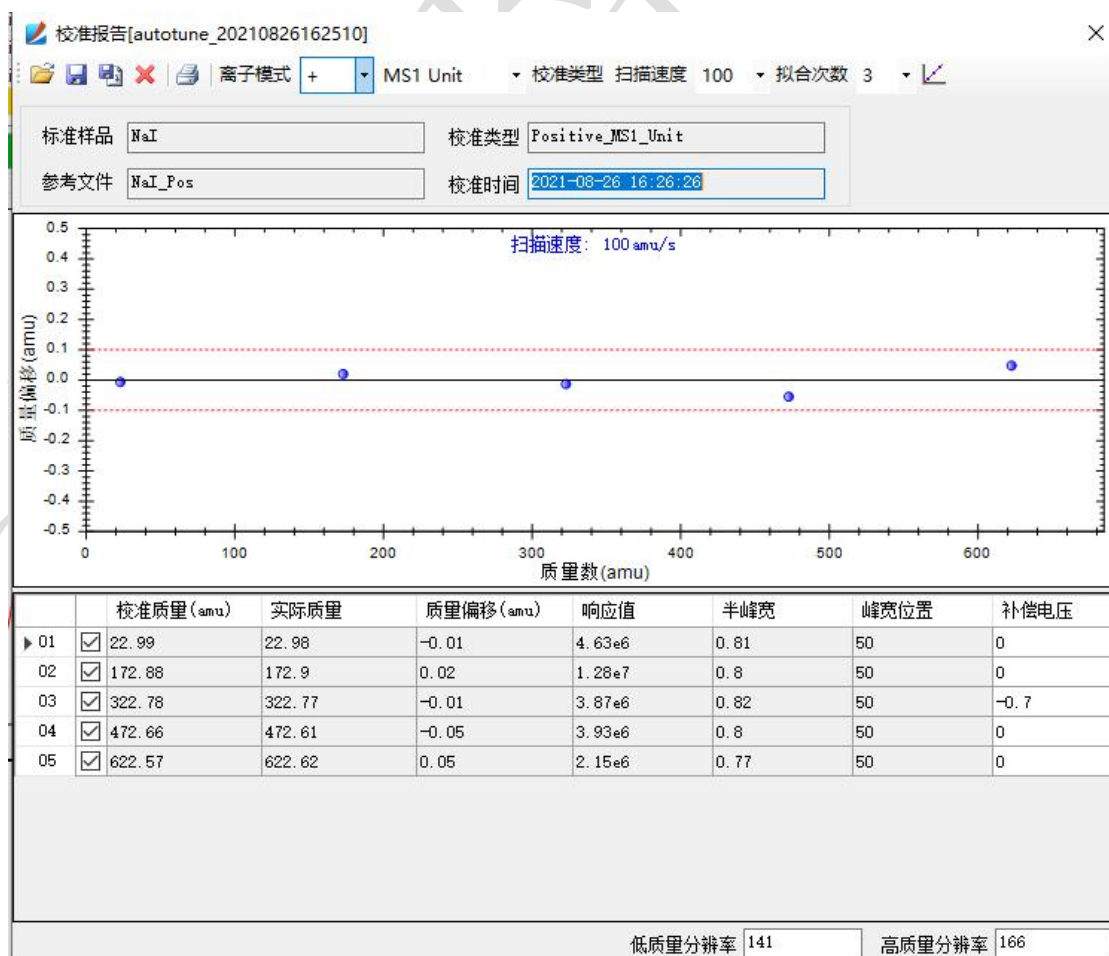


设置完成后点击质量校准-开始校准。



校准报告

校准完毕会生成校准报告，校正完成后完毕后，特征通道的分辨率在 0.6-0.8 之间，质量数偏移 0.1 以内。点击另存或保存。



4. 负离子模式调谐

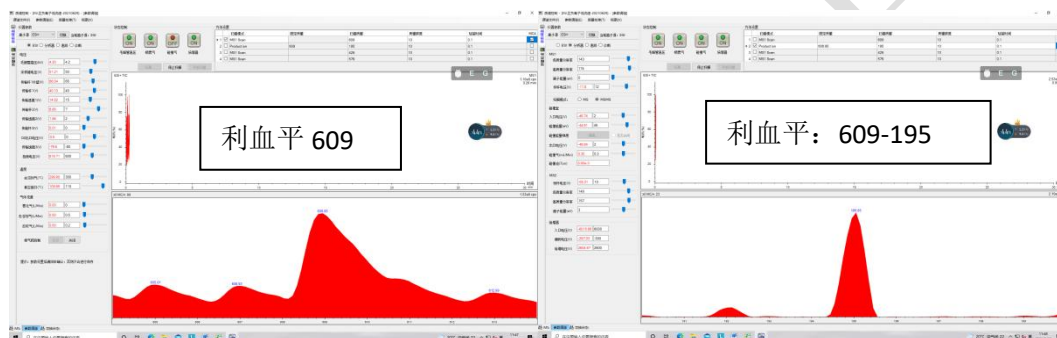
方法同正离子模式调谐，离子源需切换为 ESI⁻，校准质量也需负离子参考文件的质量数；负离子校准校准液可用 PPG 校准液。

2.2.3 标准模式调谐

用注射泵进样，吸取调谐液，设置流速为 10 μ L/min

A. 正离子为 10ppb 利血平甲醇溶液，注射泵进样，流速 10 μ L/min，609 特征通道脉冲 CPS>3E6；

B. 负离子为 10ppb 氯霉素甲醇溶液，注射泵进样，流速 10 μ L/min，321 特征通道脉冲 CPS>3E6；



➤ 碰撞模式调谐

用液相进样，设置流速为 0.3ml/min

A. 正离子为 10ppb 利血平甲醇溶液，注射泵进样，流速 10 μ L/min，195/609 amu >10 %

B. 负离子为 10ppb 氯霉素甲醇溶液，注射泵进样，流速 10 μ L/min，152/321 amu >10 %

➤ 信噪比、峰面积重复性：液相进样，1pg 利血平信噪比（RMS）>500；1pg 氯霉素信噪比（RMS）>500；

1pg 利血平连续进样 6 针，609-195 峰面积 RSD< 2%。