

SPIMS2000 在线挥发性有机物质谱仪操作规程

1.1 规程说明

为了更好的使用 SPIMS2000 在线挥发性有机物质谱仪以及规范今后的操作流程，特编制此操作规程。

1.2 适用范围

- (1) 适用于 SPIMS2000 在线挥发性有机物质谱仪的基本操作及数据采集。
- (2) 适用于 SPIMS2000 在线挥发性有机物质谱仪的日常维护。

1.3 方法原理

在线挥发性有机物质谱仪采用 PDMS 膜进样，通过 VUV 紫外灯对气体分子进行电离，利用飞行时间质谱原理进行化学成分的分子量鉴定。如图 1 所示。

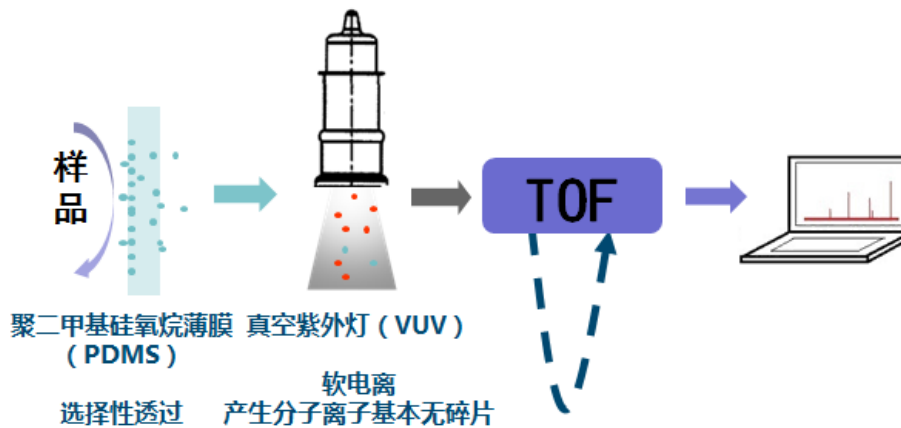


图 1 SPI-MS 仪器工作原理示意图

1.4 校准条件

1.4.1 正常工作条件

仪器在下列条件下应能正常工作：

- (1) 环境温度：5℃ ~ 35℃；
- (2) 相对湿度：≤ 80%；
- (3) 供电电源：电压 AC220 V (±10%)，电源频率 50 Hz (±10%)；
- (4) 大气压力：86 kPa ~ 106 kPa；
- (5) 附近无强电磁场，无剧烈震动，无腐蚀性气体。

1.4.2 真空要求

仪器真空度（全程规）： $<5 \times 10^{-3} \text{Pa}$;

1.4.3 标准器具及物品配置

- (1) 性能技术指标符合要求的在线挥发性有机物质谱仪。
- (2) 进样管路包含以下内容：
 - ① 1/8 特氟龙管;
 - ② 1/4 特氟龙管;
 - ③ 金属过滤器（SS-4F-7，世伟洛克）;
 - ④ 1/4 转 1/8 转接头;
 - ⑤ 保温棉;
- (3) 仪器校准系统包含以下内容：
 - ① 经过认证的标气（57 组分 PAMS 标气、41 组分 TO14 标气、9 组分有机硫标气）。
 - ② 氮气（纯度优于 99.9999%），
 - ③ 气体校准仪;

1.5 操作项目及具体操作步骤

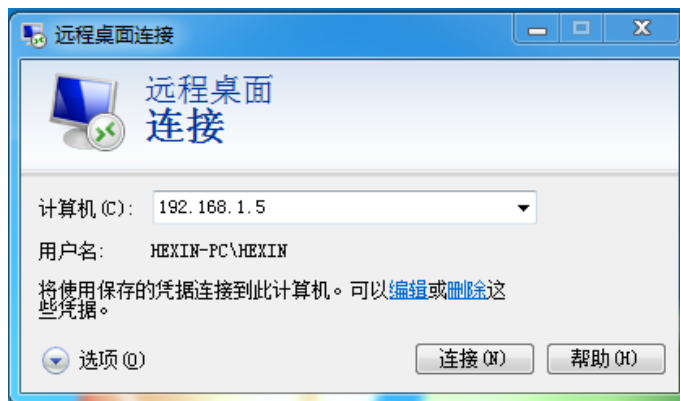
1.5.1 开机前准备工作

开机前需做好以下准备工作：

- (1) 确认前级泵排气口无异物堵塞;
- (2) 检查真空管路中各个连接处的紧固与密封情况;
- (3) 检查所有的连接点（包括泵的电源线、通信线、分析器各路供电等）是否有效连接;

1.5.2 开机

- (1) 远程桌面连接“远程 SPIMS2000，然后打开“挥发性有机物数据分析系统”



- (2) 真空系统开启

- ① 启动仪器背面左下角的电源总开关，此时仪器机箱散热风扇开始工作；
- ② 打开工控机，右键单击以 user 身份运行 SPI-MS 挥发性有机物数据分析系统软件，然后对 SPI-MS 仪器进行通讯设置；
- ③ 设置完毕后，点击电控菜单栏，在下拉菜单中选择【打开真空系统】，



则仪器会自动打开真空规，当前级真空达到 500Pa 以下时开启分子泵，此时，在软件左侧的运行参数窗口可看到分子泵状态显示为“加速”，分子泵满转（约 60000r/min）后，分子泵状态显示为“满转”；

分子泵状态	满转
分子泵转速(转/分)	60017 r/min
分子泵功率(W)	55.0 W
分子泵电流(A)	1.7 A
分子泵温度(°C)	40.000 °C

分子泵开启后若真空规读数小于 $5 \times 10^{-3} \text{ Pa}$ ，可进行下一步操作。需要注意的是，当仪器长时间停机或者破真空后，重新开机时，抽真空时间不得少于 6 小时，才能进行下一步操作。

(3) 质量分析器开启

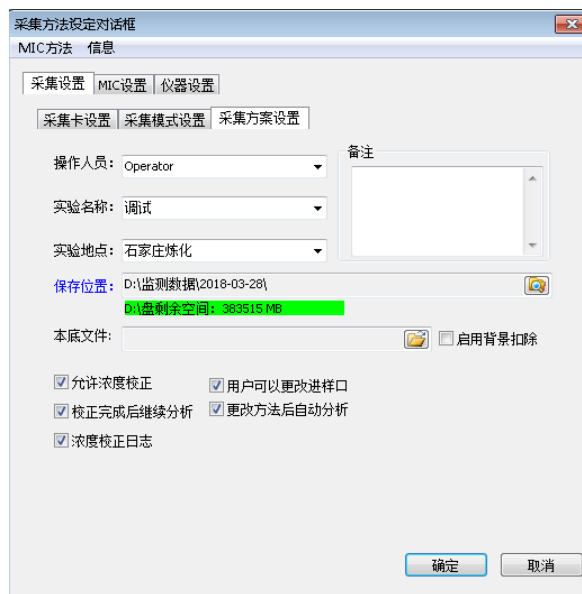
- ① 确保真空规读数在 $5 \times 10^{-3} \text{ Pa}$ 以下，方可开启分析系统。
- ② 在 SPI-MS 软件的快捷工具栏上点击【打开分析系统】，



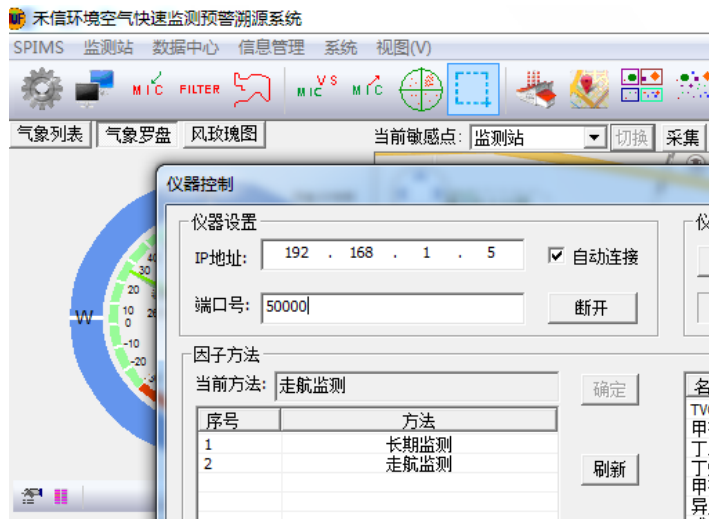
系统会依次开启中低压、—正、负脉冲—高压—采样泵；可通过软件左侧的运行参数查看分析器电压情况，其中，MCP 电压采用的是程序升压模式，电压会逐渐升高至设定值；

1.5.3 数据采集

- (1) 编辑方法。软件默认有标准方法，也可结合实际情况对方法进行编辑，添加或删除 MIC 因子，设置实验名称，数据保存路径等。



- (2) 走航开启:，点击登录(用户名密码为默认值)；点击左上角“SPIMS” →“仪器控制” → 选择采集方法“走航监测”→点击“设置”，完成后关闭对话框；

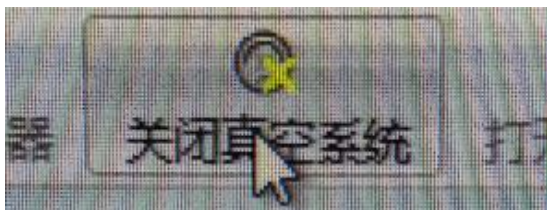


(3) 选择采集点位“监测站”，点击“切换”→点击“采集”；仪器即可进行正常采样，数据正常传输。

(4) 采样结束后，点击“停止”按钮即停止数据采集。

1.5.4 关机

(1) 关闭质量分析器，并在运行参数窗口确认是否**所有质量分析器电压均已降到 0**，才能进行下一步；在电控菜单栏下，点击“关闭真空系统”，则分子泵开始减速，可在软件左侧运行窗口查看分子泵的转速，**当分子泵转速降到 0**，才能进行下一步；



(2) 关闭电脑，关闭仪器背面的总开关，将仪器总电源线拔下收好，整个仪器关机完成。

注意：如没特殊情况（断电、仪器维护或清洁），仪器的真空系统保持开启状态，即无需进行步骤“关闭真空系统”操作。

1.5.5 系统维护

(1) 进样系统的维护

SPI-MS 仪器的进样系统包括进样管路，过滤器，膜装置和采样泵三部分：

1) 进样管路维护

- a) 当发现管路有明显的折痕，破裂时，应更换进样管；
- b) 当管路长时间使用，明显泛黄时，应更换进样管；
- c) 当样品中含颗粒物较多时，应每次进样后给进样管路进行反吹干净。

2) 过滤器维护

- a) 过滤器使用一段时间后会堵塞，所以过滤器应定期清洗或反吹。连续监测时，每周应至少对过滤器反吹一次，每月应至少对过滤器进行超声清洗一次，若现场烟尘较大，则应加大清洗频率。
- b) 不同样品连续交替进样时，应每个样品之间对过滤器进行反吹一次。有条件时可每天将过滤器进行多次超声清洗。

3) 膜装置

- a) 膜装置是消耗品，具有一定的寿命，需要定期更换。一般来说，膜装置使用6~12个月就会出现真空无法满足实验条件的情况，需联系厂家进行膜装置的更换。
- b) 当膜受污染严重时，可用氮气进行反吹，直至膜上的残留物质完全去除（质谱峰降至基线以下），当残留难以去除时，可通过膜加热的方式，加快膜上残留物质的去除。
- c) 若通过氮气反吹的方式无法将残留去除，可将膜装置拆开，用酒精清洗；

4) 采样泵

采样泵属于消耗品，使用一段时间后会抽速衰减的情况，依据仪器使用情况，可每月进行一次流量测定，当采样泵流量衰减至标准值的80%时，则需联系厂家更换新的采样泵。

(2) 仪器校准

1) 质量校正

① 质量偏移范围：小于 ± 0.5 amu。

② 校正周期

- a) 分析器电压改变时需进行质量校正；
- b) 每天采样前检查质量偏移情况，若偏移范围大于 ± 0.5 amu，需进行质量校正。

③ 质量偏移检查

每天采样前，先采集1min的空气样品，分别查看20张质谱图的质量偏移情况。其中，以 $^{28}\text{N}_2^+$ 为统计对象。如果质量数偏移理论值 ± 0.5 amu，需进行质量校正。

④ 质量校正

校正后，需查看校正后的离子峰偏移情况，若仍达不到要求，需再次校正。

2) 浓度校准

① 校准周期

- a) 每月 1 次；
- b) 停机较长一段时间或发生较大位置移动，再次投入使用前；
- c) 影响线性的维护（如改变分析器电压等）后；
- d) 表现出严重的不准确时。

② 在线校准

在执行在线校准前，先将校准方法编辑好。校准方法准备好后，将经过认证的标准气体和载气（高纯氮气）连接到稀释仪上，稀释仪标气出口连接到 SPI-MS 仪器，打开质量分析器，开始浓度的在线校准。校准前应查看确认真空是否满足实验条件（ $<5 \times 10^{-3} \text{Pa}$ ），若真空不满足实验条件，则应放弃校准，并查找原因。

在线校准进样系统的连接如图 2 所示。

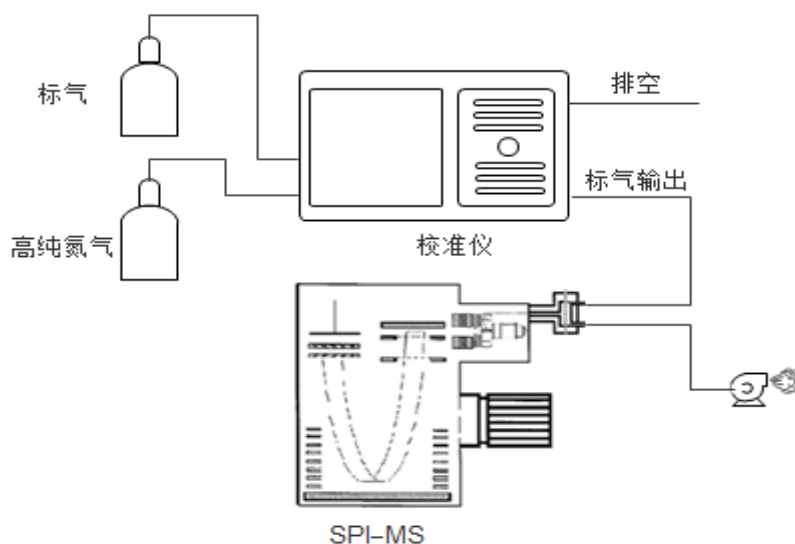


图 2 在线校准进样系统连接图

③ 离线校准

进行离线校准时，预先配置好一定浓度梯度的标准气体于气袋中备用。确认真空满足实验条件后，由低浓度到高浓度依次进样，注意应等上一个样品的质谱峰下降至基线以下才能进下一个样品。所有样品数据采集完成后，停止数据采集，关闭质量分析器，进行离线校准。

注意，气袋每次使用前应确保气袋完好不漏气，并通氮气清洗干净。离线校准进样系统的连接如图 3 所示。

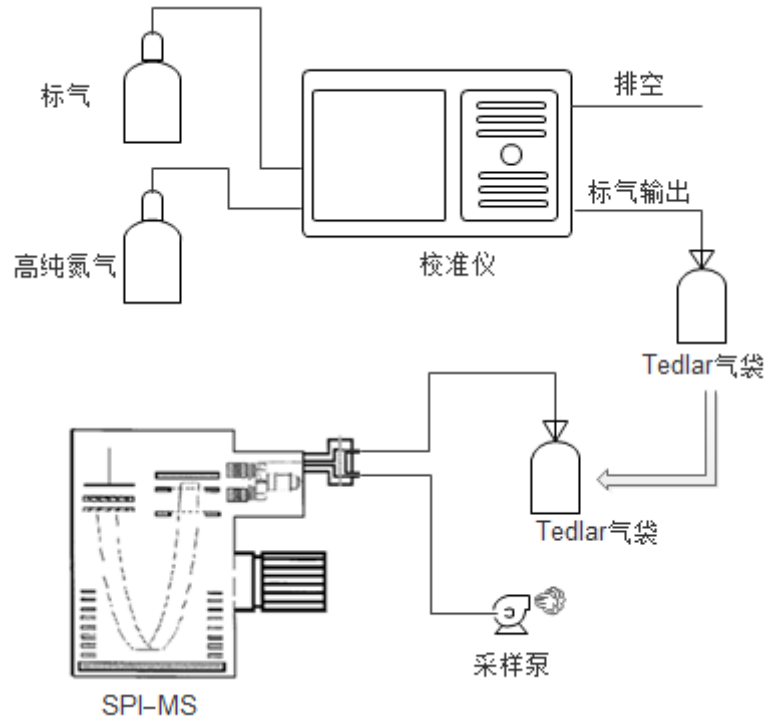


图 3 离线校准进样系统连接示意图

3) 校准数据的保存

校准文件要保存在特定文件夹，并在该文件夹里建一个文档用以注明浓度校准数据采集的时间、操作人员、质量分析器电压、温湿度、天气状况等条件，以备日后查看并调用数据。