

# SZ—001型高灵敏度小型四极质谱计的研制

(南京分析仪器研究所质谱室, 黄卓濂执笔)

〔摘要〕 本文介绍了SZ-001型高灵敏度小型四极质谱计的结构和性能。仪器除灵敏度高外, 还具有分辨本领高, 扫描速度快以及可以进行50米以上远距离控制等特点。

## 一、质 谱 管

质谱管是仪器的关键部件, 它由离子源、分析器及离子接收器所组成, 组装在用无氧铜垫圈密封的CF50不锈钢法兰上, 结构紧凑, 真空性能良好。图1为本仪器的质谱管和供电测量系统示意图。

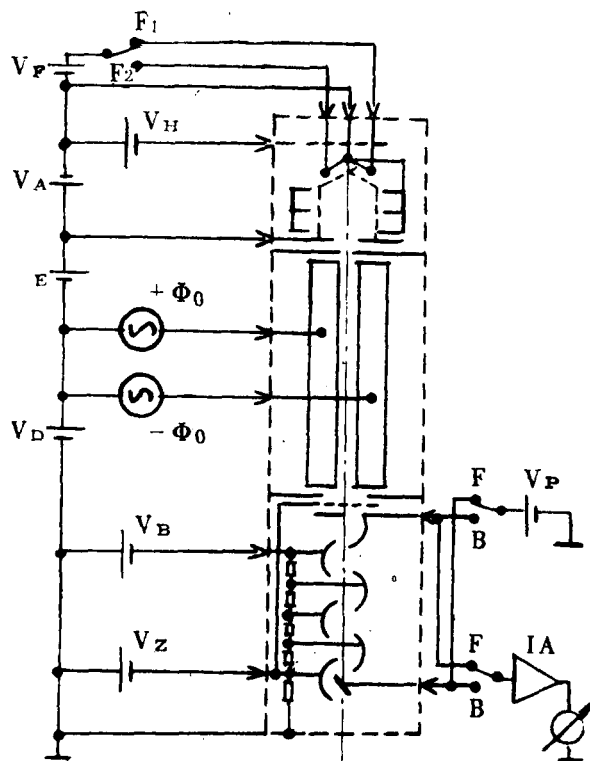


图1 SZ-001型四极质谱计质谱管工作电路原理图

1984年4月20日收

**高灵敏度的离子源** SZ-001型四极质谱计采用双灯丝斜向振荡型离子源。电子加速极顶端是 $110^\circ$ 夹角的倒V形平面栅网，下部为圆柱形栅网，灯丝顶部有一平面栅网状的电子反射极，样品的离化主要在加速极内。由于这种离子源的特殊结构和精密装配，形成了一种新型的工作模式，即利用电子空间电荷对离子的辅助聚焦作用，使离子源具有较好的发射特性。离子源的电场模拟实验表明，在离子源工作时，加速极内形成一个具有一定形状的电子束。在这种电子空间电荷的作用下，可以对离子产生向中心轴线的会聚作用，压缩了离子在出口处的径向发散，形成一束截面小且接近于平行的离子束流。由于上述聚焦效果，使仪器具有较高的灵敏度。以氮作为测量气体，测出法拉第筒的接收灵敏度高达 $2 \times 10^{-3}$ 安/托。

图2是离子能量的分布曲线。大部份离子的能量为5—8电子伏特。由于离子能量低，在四极分析场中经历的高频周期数 $n$ 增多<sup>(1)</sup>，以及四极杆装配的高精度等，使这种小型仪器

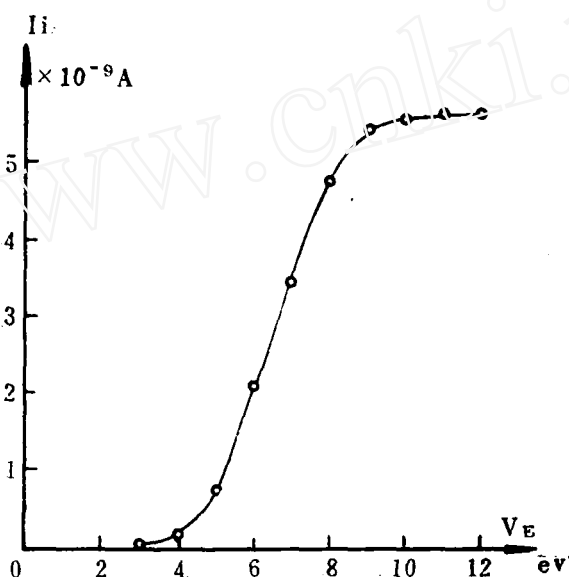


图2 离子的能量分布曲线

也获得了较高的分辨本领，分辨本领最佳为402。

由于离子束窄和能量低，它们通过四极分析场的稳定三角形的顶点的变化范围缩小<sup>(2)</sup>，因此所得峰形也较好，两侧陡直，拖尾小，使丰度灵敏度有较大的提高。在充氮实验中，氮峰形对邻峰的贡献约为10ppm，因此本仪器可用于超微量气体分析。

**小型分析器** 为了保证仪器具有紧凑的结构和良好的超高真空性能，尽可能减小电极表面的吸放气，分析器极杆的直径为6.5毫米，长100毫米，由不锈钢精密加工而成。场轴半径 $r_0 = 2.8$ 毫米，装配时保证了离子源出口膜孔与场中心的准直度。

**离子流接收方式** 本仪器配备两种离子流接收器—法拉第筒和二次电子倍增器。在高灵敏度和快速分析时，可选用倍增器接收，而在高压强测量分析时，可用法拉第筒接收，扩大了质谱计测量的压强动态范围。电子倍增器的倍增级为14级，其直径为18毫米，长65毫米。法拉第接收极是与电子倍增器装在一起，在倍增器接收时，法拉第接收极可屏蔽离子源X射线对倍增器的直接照射，降低了噪声，使其极限可检分压强小于 $5 \times 10^{-14}$ 托。法拉第筒接收时，极限可检分压强小于 $5 \times 10^{-12}$ 托。图3是用倍增器测量最小可测分压强的质谱图，

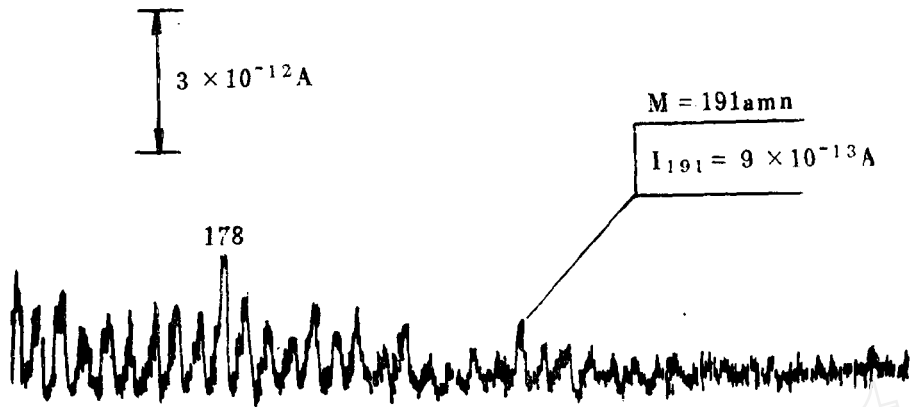


图3 倍增器测量最小检测分压强的谱图

被测气体质量数191, 离子流强度约  $9 \times 10^{-13}$  安, 总压强为  $2.6 \times 10^{-7}$  托, 总离子流为  $4.5 \times 10^{-6}$  安, 可以推算出质量数为191的分压强约为  $5 \times 10^{-14}$  托。

## 二、供电测量系统

SZ-001型四极质谱计的供电测量系统是由离子源供电电源、高频电源、离子检测器电源和离子流放大器、对数变换及滤波器、笔尖式记录仪以及9英寸屏幕显示器等所组成。为了发挥四极质谱计快速分析的特点, 仪器设计了特殊扫描控制电路, 最快扫速可达0.1毫秒/原子质量单位。在质量扫描速度变化时, 为了使 $U/V$ 保持恒值, 本仪器采用了自动频率补偿装置, 减小了高频损耗, 加快了扫描, 在分辨本领一定的情况下, 扫描速度从1—3毫秒/原子质量单位增加到0.1毫秒/原子质量单位时, 氮峰高的变化小于10%。

四极质谱计已在原子能等领域中推广使用, 实现远距离控制是十分必要的。仪器采用了有效的抗干扰电路, 抑制了电网工频干扰和各种电器设备的干扰效应。为了避免远距离电缆传送产生的能量损耗和芯线之间的干扰效应, 增强仪器的稳定性, 把高频电源功率级和离子源灯丝发射电路同装在前置机箱内, 同时对分辨本领的微调也进行远距离控制, 本仪器可以进行50米以上远距离控制, 可用于原子能等领域。

仪器除了有一般的离子流线性放大电路外, 还设置了离子流信号电压三个量级(10毫伏至10伏)的对数变换器, 可以把主要成分中的痕量杂质同时清晰地显示出来。仪器的滤波电路可有效地控制信号频带, 提高质谱峰的清晰度。仪器配备9英寸屏幕谱峰显示器, 可用于连续长时间观察峰形。观察到有必要记录的质谱图, 可以采用记录仪或用外配照相机或光点示波器记录。为了适应快速显示的要求, 在确保其偏转灵敏度的前提下, 拓宽了磁偏转显象管的频带, 使显示器能满足1毫秒/原子质量单位的扫速要求。仪器还设置了四位数字电压表, 以检测质谱管的所有电参数和质谱峰的质量数, 对质谱峰可进行准确的数字质量定标。

## 三、性能指标

### 1. 质量范围和分辨本领

分二段: 第一段( $M_1$ 档) 1~50 原子质量单位, 分辨本领  $R \geq 50$  (对 $^{40}\text{Ar}^+$ , 5% $\text{H}$ );

第二段 ( $M_2$  档) 2~200原子质量单位, 分辨本领  $R \geq 200$  (对  $^{132}\text{Xe}^+$ , 5% H)。

2. 灵敏度  $S$ 。(对  $\text{N}_2$ , 5% H,  $\Delta M = 1$ )

$S_F \geq 1 \times 10^{-3}$  安/托, 法拉第筒接收;

$S_B \geq 10$  安/托, 倍增器接收。

3. 最小可检分压强  $P_{\min}$

$P_{F\min} \leq 5 \times 10^{-12}$  托, 法拉第筒接收;

$P_{B\min} \leq 5 \times 10^{-14}$  托, 倍增器接收。

4. 最高线性工作压强  $P_{\max} \geq 2 \times 10^{-4}$  托。

5. 峰值稳定度  $\delta \leq \pm 2\%$ , 法拉第筒接收。

6. 扫描速度

0.1、0.3、1、3、10、30、100、300毫秒/原子质量单位和1、3、10秒/原子质量单位, 共11档。

SZ-001型四极质谱计是一种具有一定特色的质谱仪器, 于1983年9月通过设计定型鉴定, 并已批量生产。

### 参 考 文 献

1. U. Von Zahn, Diplomarbeit, University of Bonn, (1956)
2. P. K. Gush, Abha Jain, R. Nagarajan, J. Mass Spectr. and Ion Phys., 18, 1 (1975)

## A Small Size High Sensitivity Quadrupole Mass Spectrometer Type SZ-001

(Mass Spectrometer Department of Nanjing Analytical Instrument Institute; Penner: Huang Zhuolian)

Received 20, April 1984

### Abstract

The structure and performance of a type SZ-001 small size high sensitivity quadrupole mass spectrometer are described. The instrument has high resolution, specification of fast speed scan and remote-control ability over 50 m distance.