



(12)发明专利申请

(10)申请公布号 CN 108475615 A

(43)申请公布日 2018.08.31

(21)申请号 201580085406.7

(51)Int.Cl.

(22)申请日 2015.12.17

H01J 49/24(2006.01)

H01J 49/10(2006.01)

(85)PCT国际申请进入国家阶段日
2018.06.15

(86)PCT国际申请的申请数据
PCT/JP2015/085409 2015.12.17

(87)PCT国际申请的公布数据
W02017/104053 JA 2017.06.22

(71)申请人 株式会社岛津制作所
地址 日本京都府

(72)发明人 福井航

(74)专利代理机构 北京林达刘知识产权代理事
务所(普通合伙) 11277

代理人 刘新宇

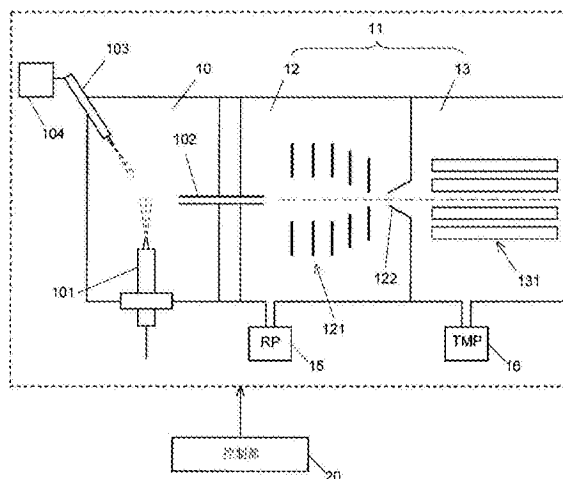
权利要求书1页 说明书5页 附图2页

(54)发明名称

离子分析装置

(57)摘要

一种离子分析装置的特征在于,具备:离子化室(10),其维持为大气压;分析室(11),其对在所述离子化室(10)中生成的离子进行分析;真空泵(15、16),其对所述分析室(11)的内部进行排气;毛细管(102),其将所述离子化室(10)与所述分析室(11)连通;流导变更单元(103、104),其变更所述毛细管(102)的流导;以及控制部(20),其在所述分析室(11)的真空度低于预先决定的真空度时,使所述流导变更单元(103、104)进行动作以减小所述毛细管(102)的流导。



1. 一种离子分析装置,其特征在于,具备:
 - a) 离子化室,其维持为大气压;
 - b) 分析室,其对在所述离子化室中生成的离子进行分析;
 - c) 真空泵,其对所述分析室的内部进行排气;
 - d) 毛细管,其将所述离子化室与所述分析室连通;
 - e) 流导变更单元,其变更所述毛细管的流导;以及
 - f) 控制部,其在所述分析室的真空度低于预先决定的真空度时,使所述流导变更单元进行动作以减小所述毛细管的流导。
2. 根据权利要求1所述的离子分析装置,其特征在于,
所述控制部在将所述分析室从大气压排气至规定的真空度的期间,使所述流导变更单元进行动作以减小所述毛细管的流导。
3. 根据权利要求1所述的离子分析装置,其特征在于,
所述流导变更单元是加热所述毛细管的加热机构。
4. 根据权利要求1所述的离子分析装置,其特征在于,
所述流导变更单元是向离子化室内供给加热气体的加热气体供给机构。

离子分析装置

技术领域

[0001] 本发明涉及一种具备在大气压下使用的离子化室和经由毛细管与该离子化室连通、且在真空下对在该离子化室中生成的离子进行分析的分析室的质谱分析装置等离子分析装置。

背景技术

[0002] 在质谱分析装置中使用的离子源被大致分为在大气压下将试样离子化的离子源(大气压离子源)和在真空下将试样离子化的离子源这两种。大气压离子源由于不需要对离子化室进行真空排气的工作且易于处理而被广泛使用。

[0003] 图1示出具有大气压离子源501的质谱分析装置的概要结构。该质谱分析装置具有处于大气压的离子化室50和经由毛细管502与该离子化室50连通且维持为真空的分析室51。分析室51具备利用旋转泵维持为低真空的第一中间真空室52、利用涡轮分子泵维持为高真空的第二中间真空室53以及质谱分析室54,具有朝向后级侧逐级地提高真空度的多级差动排气系统的结构(例如专利文献1)。

[0004] 专利文献1:日本特开2015-198014号公报

[0005] 专利文献2:日本特开2015-49077号公报

[0006] 专利文献3:日本专利第4816426号

发明内容

[0007] 发明要解决的问题

[0008] 在质谱分析装置启动时,分析室51向大气开放。因此,为了从该状态转变为能够进行质谱分析的状态,需要利用真空泵对分析室51内进行排气直到该分析室51内达到期望的真空度为止。与维持已达到期望的真空度的分析室51的真空度的动作时相比,对大气压状态的分析室51内进行排气的动作时给真空泵施加的负荷更大。而且,当排气动作的时间变长时,真空泵的寿命变短,更换或修缮所花费的成本增加。

[0009] 在此,列举具体的例子说明了质谱分析装置,但与质谱分析装置同样地,在具备具有大气压离子源的离子化室和经由毛细管与该离子化室连通且在真空下对在该离子化室中生成的离子进行分析的分析室的离子迁移率分析装置等离子分析装置中也同样是当负荷大的排气动作的时间变长时,真空泵的寿命变短,更换或修缮所花费的成本增加。

[0010] 本发明要解决的课题在于,在具备在大气压下使用的离子化室和经由毛细管与该离子化室连通、且在真空下对在该离子化室中生成的离子进行分析的分析室的离子分析装置中,减轻用于对所述分析室进行排气的真空泵的负荷。

[0011] 用于解决问题的方案

[0012] 为了解决上述课题而完成的本发明所涉及的离子分析装置的特征在于,具备:

[0013] a) 离子化室,其维持为大气压;

[0014] b) 分析室,其对在所述离子化室中生成的离子进行分析;

[0015] c) 真空泵,其对所分析室的内部进行排气;

[0016] d) 毛细管,其将所述离子化室与所述分析室连通;

[0017] e) 流导变更单元,其变更所述毛细管的流导;以及

[0018] f) 控制部,其在所述分析室的真空度低于预先决定的真空度时,使所述流导变更单元进行动作以减小所述毛细管的流导。

[0019] 本发明所涉及的离子分析装置具备:流导变更单元,其变更毛细管的流导;以及控制部,其在分析室的真空度低于预先决定的真空度时使流导变更单元进行动作。因而,例如能够在离子分析装置启动时利用该流导变更单元减小毛细管的流导(增大电阻)来减少从离子化室流入分析室的空气量,从而缩短真空泵的排气动作的时间以减轻负荷。

[0020] 所述流导变更单元能够基于以下想法来具体实现。

[0021] 当将毛细管的内径设为D(m)、将长度设为L(m)、将其入口端与出口端的压力差设为P(Pa)时,该毛细管的流导(粘性系数 η 的气体的易流动程度)C(m^3/s)能够用以下的Knudsen的近似式来表示。

[0022] [数1]

$$[0023] \quad C = \frac{\pi}{128} \frac{D^4}{\eta L} p \quad \dots(1)$$

[0024] 根据上式(1)可知,如果增大气体的粘性系数 η 则流导C变小。在空气的情况下,通过从20℃加热至300℃,能够将粘性系数 η 增大至1.6倍从而使流导减小约40%。

[0025] 因此,对于所述流导变更单元,例如能够使用加热所述毛细管的加热机构。由此,能够对在毛细管内流通的空气进行加热来减小流导。

[0026] 另一方面,在分析室内达到期望的真空度并进行离子的分析时,能够停止毛细管的加热来增大流导以提高试样的导入效率。

[0027] 另外,在所述离子分析装置具备将液体试样离子化的大气压离子源(ESI探针、APCI探针等)的情况下,也能够将如下的加热气体供给机构用作流导变更单元,该加热气体供给机构向离子化室内供给该大气压离子源一般具有的用于使溶剂分子从源自液体试样的带电液滴脱离的加热气体。通常,仅在将目标试样离子化时对带电液滴喷吹加热气体,但在本发明所涉及的离子分析装置的一个方式中,在启动时使用该加热气体。例如,当向离子化室内供给400℃的加热气体时,该加热气体在离子化室内多少被冷却(例如被冷却至300℃),但能够使粘性比常温气体的粘性大的气体从离子化室流入毛细管来减小流导。这样,能够活用现有的构成要素来变更流导。

[0028] 发明的效果

[0029] 通过使用本发明所涉及的离子分析装置,能够减轻对该离子分析装置的分析室内进行排气的真空泵的负荷。

附图说明

[0030] 图1是质谱分析装置的主要部分结构图。

[0031] 图2是本发明所涉及的质谱分析装置的一个实施例的接口部的主要部分结构图。

[0032] 图3是本发明所涉及的质谱分析装置的另一实施例的接口部的主要部分结构图。

[0033] 图4是表示毛细管的温度与第一中间真空室的真空度的相关性的曲线图。

具体实施方式

[0034] 以下,参照附图对作为本发明所涉及的离子分析装置的一个实施例的质谱分析装置进行说明。关于与参照图1说明的以往的质谱分析装置为相同的结构的分析室11的后级部,省略图示,在图2中示出作为本实施例的特征性部分的接口部(离子化室10和分析室11的前级部)的放大图,并且说明该接口部的动作。

[0035] 本实施例的质谱分析装置具有大致处于大气压的离子化室10和利用真空泵进行了真空排气的分析室11。分析室11由从靠近离子化室10的一侧起依次配置的第一中间真空室12、第二中间真空室13以及质谱分析室(未图示)构成,具有按该顺序逐级地提高真空度的多级差动排气系统的结构。

[0036] 利用旋转泵(RP)15对第一中间真空室12进行排气来使第一中间真空室12维持为低真空。在离子化室10中设置有作为将液体试样离子化的大气压离子源的ESI(电喷射离子化)探针101和加热气体输送管103。离子化室10与第一中间真空室12用小径的毛细管102连通。被导入到ESI探针101的液体试样在被赋予电荷的同时被雾化气体雾化而成为细微的带电液滴从而被喷雾到离子化室10中。被喷雾到离子化室10中的带电液滴由于处于大气压的离子化室10与处于低真空的第一中间真空室12的压力差而被抽吸到第一中间真空室12。加热气体输送管103将从加热气体源104输送的加热气体供给到离子化室10内,由此溶剂分子脱离从ESI探针101去向毛细管102的入口的带电液滴。

[0037] 第一中间真空室12与第二中间真空室13之间用顶部具有小孔的分离器22隔开。在第一中间真空室12和第二中间真空室13中分别设置有用于使离子会聚并向后级输送的离子导向器121、131。利用涡轮分子泵(TMP)16使第二中间真空室13和质谱分析室(未图示)维持为高真空。

[0038] 上述各部的动作由控制部20控制。以下,在本实施例中对由控制部20进行的控制中的特征性的启动时的控制进行说明。

[0039] 在质谱分析装置启动时,离子化室10和分析室11向大气开放。因而,为了成为能够进行质谱分析的状态,首先对分析室11内进行排气。分析室11的排气通过以下方式进行:利用连接于第一中间真空室12的旋转泵15将分析室11内排气至低真空,接着利用涡轮分子泵16将第二中间真空室13和质谱分析室排气至高真空。

[0040] 本实施例的质谱分析装置的控制部20与旋转泵15的启动并行地从加热气体源104输送加热至约400℃的非活性气体(例如氮气)并从加热气体输送管103向离子化室10内供给。被供给到离子化室10内的加热气体在离子化室10内多少被冷却(例如被冷却至300℃),但由于粘性比常温气体的粘性大的气体从离子化室10流入毛细管102而导致流导变小。此外,旋转泵15的启动与毛细管102的开始加热严格来说不需要同时进行,也可以多少存在时间差。

[0041] 当开始分析室11的排气时,分析室11与处于大气压的离子化室10之间产生压力差,空气通过毛细管102从离子化室10流入到第一中间真空室12。毛细管102的流导用以下的式(1)来表示。

[0042] [数1]

$$[0043] \quad C = \frac{\pi D^4}{128 \eta L} p \quad \dots (1)$$

[0044] 在本实施例的质谱分析装置中,与旋转泵15的启动并行地加热毛细管102,因此该毛细管102附近的空气和通过该毛细管102的空气也被加热。例如当空气从20℃被加热至300℃时,粘性系数 η 增加到1.6倍。根据上式(1)可知,流导减少至约0.63倍,通过毛细管102从离子化室10流入到第一中间真空室12的空气中的量减少。在本实施例的质谱分析装置中,像这样流入到第一中间真空室12的空气中的量减少,对分析室11进行排气的时间缩短,因此对旋转泵15施加的负荷减轻。

[0045] 另外,在利用旋转泵15使分析室11达到规定的真空度之后,利用涡轮分子泵16对第二中间真空室13和质谱分析室进行排气,但在此期间从离子化室10经由第一中间真空室12流入到第二中间真空室13的空气中的量也减少,因此利用涡轮分子泵16将第二中间真空室13和质谱分析室排气至规定的真空度(高真空)的时间缩短,涡轮分子泵16的负荷也减轻。

[0046] 这样,在本实施例的质谱分析装置中,分析室11的排气所涉及的旋转泵15和涡轮分子泵16的负荷减轻,因此能够使这些设备延长寿命,由此能够降低运行成本。另外,在本实施例的质谱分析装置中,在质谱分析装置启动时将以往在将液体试样离子化时使用的(即仅在实际分析试样时使用的)具有加热气体输送管103和加热气体源104的加热气体供给机构用作流导变更单元,因此不需要新追加特别的构成要素,能够廉价地构成。

[0047] 在上述实施例中,列举了具备在大气压下将液体试样离子化的ESI探针101的质谱分析装置作为例子,但具备APCI探针的质谱分析装置也能够与上述同样地构成。另外,在上述实施例中,列举了ESI探针101与加热气体供给机构分开地构成的情况作为例子,但加热气体输送管也可以配置在ESI探针101的外周来一体地构成(例如专利文献2)。

[0048] 另外,根据离子源的种类不同还存在不具有加热气体输送管103的情况。在该情况下,通过设置对毛细管102进行加热的加热机构能够获得上述同样的效果。当然,也可以在具有加热气体输送管103的结构的质量谱分析装置中导入上述加热机构。

[0049] 例如图3所示,加热机构能够由卷绕在毛细管102的外周的加热器106和向该加热器106供给电流的电源105构成。或者也能够使用专利文献3中记载的结构来加热毛细管。在这些结构中,优选构成为能够使用温度传感器测定毛细管102的温度。

[0050] 为了验证通过上述实施例的结构获得的效果,在图4中示出对毛细管102的温度与第一中间真空室12的真空度的相关性进行测定而得到的结果。图4是将毛细管102的温度为20℃的情况下的压力设为100(%)时的将各温度的第一中间真空室12的相对压力曲线图化而得到的图。根据图4可知,毛细管102的温度越高,第一真空室的压力越低(真空度越高)。

[0051] 上述实施例是一例,能够按照本发明的宗旨适当地变更。在上述实施例中对质谱分析装置进行了说明,但在使大气压的离子化室与真空的分析室连通地使用的离子迁移率分析装置等分析装置中也能够使用上述同样的结构。

[0052] 另外,在上述实施例中,说明了在质谱分析装置启动时加热毛细管102的例子(通过加热气体的流入使毛细管102的温度上升的例子,以及直接加热毛细管102的例子),但也可以在实际分析试样中在旋转泵15或涡轮分子泵16中产生故障而使排气能力下降的情况下(即,分析室11内的真空度低于规定的真空度的情况下)对毛细管102进行加热来使从离

子化室10流入到分析室11的空氣的量減少。由此,能夠防止分析室11的真空度急速地惡化,維持某種程度的真空度直到執行中的分析完成為止。

[0053] 另外,在上述實施例中,通過加熱毛细管102且減小空氣的粘性系數 η 來減小毛细管102的流導,但也能夠通過其它方法來減小毛细管102的流導。具體地說,例如能夠使用以可伸縮的方式構成的毛细管,在分析室11內的真空度低於規定的真空度的情況下(例如質譜分析裝置啟動時)增長毛细管102的長度L來減小流導。或者,也能够使用以能够变更内径的方式構成的毛细管102,在分析室11內的真空度低於規定的真空度的情況下減小毛细管102的内徑來減小流導。

[0054] 附图标記說明

[0055] 10:离子化室;101:ESI探針;102:毛细管;103:加熱氣體輸送管;104:加熱氣體源;105:電源;106:加熱器;107:溫度傳感器;11:分析室;12:第一中間真空室;121:离子導向器;13:第二中間真空室;131:离子導向器;15:旋轉泵;16:涡轮分子泵;20:控制部。

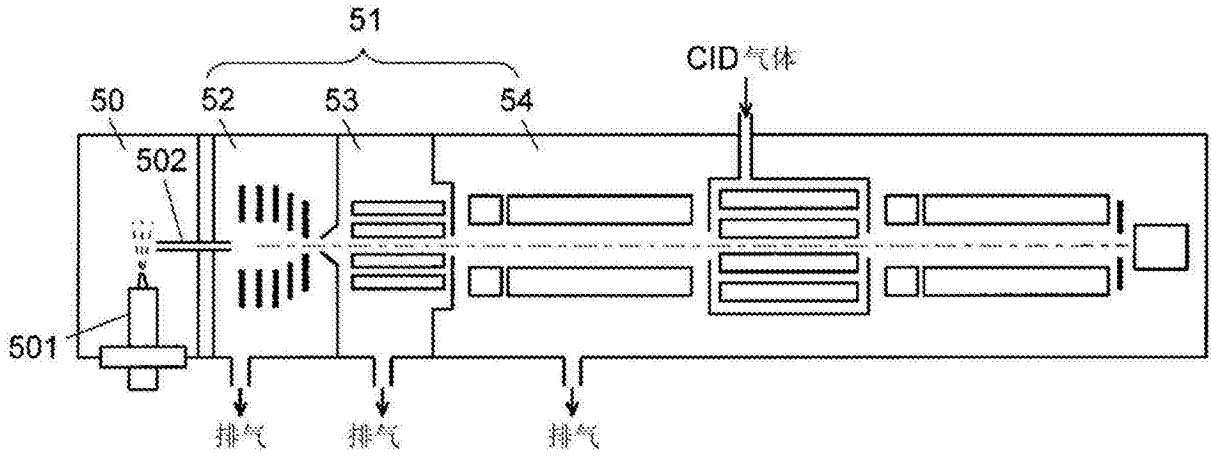


图1

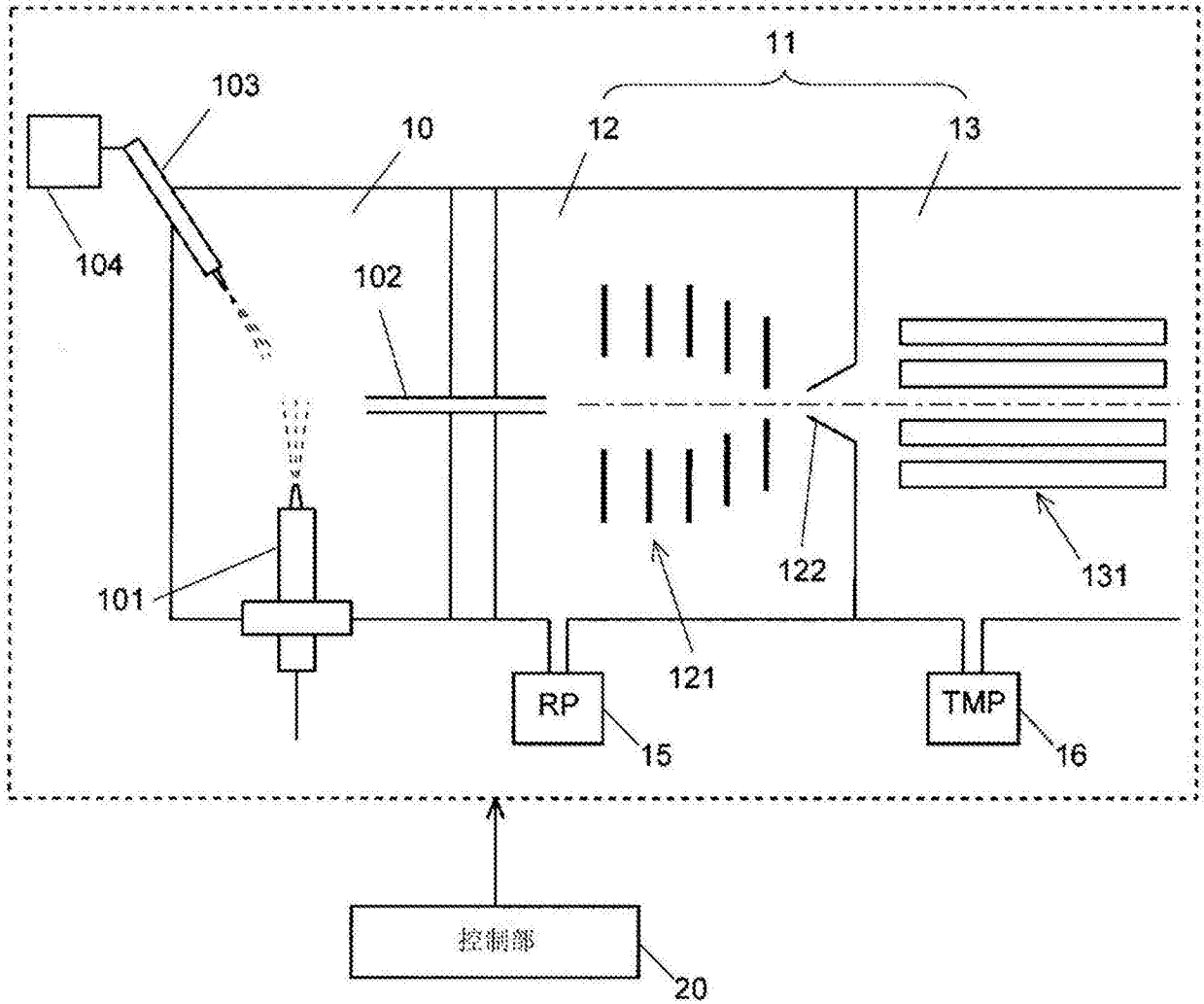


图2

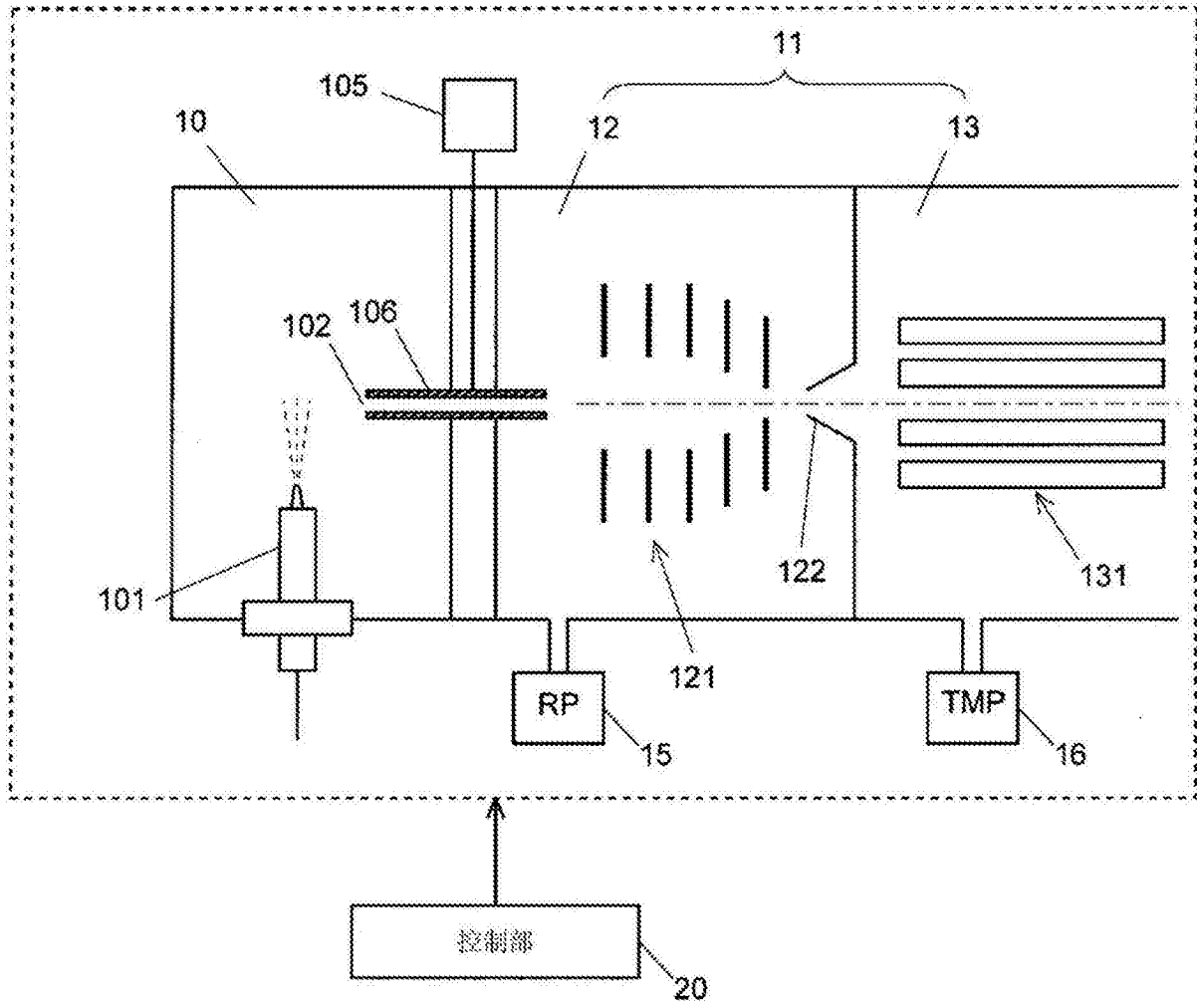


图3

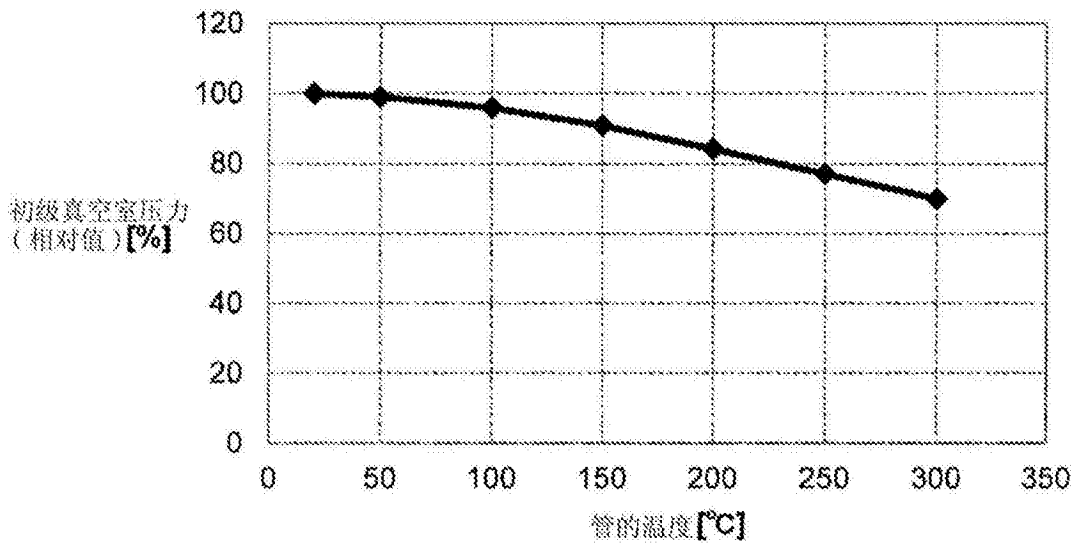


图4