(19)中华人民共和国国家知识产权局

(12)发明专利申请

(10)申请公布号 CN 114242541 A
(43)申请公布日 2022.03.25

(21)申请号 202111524688.X

(22)申请日 2021.12.14

(71)申请人 厦门大学
地址 361000 福建省厦门市思明南路422号

(72)发明人 郑兰荪 吴迪 施再发 李云凯 林水潮

(74)专利代理机构 厦门市首创君合专利事务所有限公司 35204
代理人 张松亭 陈淑娴

(51)Int.Cl.
H01J 9/00(2006.01)
H01J 49/16(2006.01)

权利要求书1页 说明书3页 附图2页

(54)发明名称

一种纳升电喷雾喷针的制备方法

(57)摘要

本发明公开了一种纳升电喷雾喷针的制备方法，是采用拉伸装置，使待拉伸石英毛细管穿过螺旋形的金属加热丝内部，底端悬挂垂挂件，对金属加热丝加热使待拉伸石英毛细管熔融并在垂挂件重力作用下拉伸至内径为5～30μm，拉伸后尖端镀银得到尖端导电的纳升电喷雾喷针。本发明的制备方法装置构造简单，可针对制备不同内径的喷针调整位置，适用于不同内径的纳升电喷雾喷针的大批量生产，且制得的纳升电喷雾喷针内壁光滑，极大方便了实验的需要。

CN 114242541 A

1.一种纳升电喷雾喷针的制备方法,其特征在于,包括以下步骤:

1)采用一拉伸装置,所述拉伸装置包括固定支架、加热组件和垂挂件,所述加热组件包括加热电源、连接线和金属加热丝,连接线连接于加热电源和金属加热丝之间,金属加热丝缠绕成螺旋形并竖直装设于固定支架上;将内径为0.5～1.5mm、外径为1～2mm的待拉伸石英毛细管上端固定于固定支架上金属加热丝的上方,使待拉伸石英毛细管穿过螺旋形金属加热丝内部,垂挂件悬挂连接于待拉伸石英毛细管下端,垂挂件的重量为20～25g;

2)开启加热电源,使金属加热丝加热至待拉伸石英毛细管熔融并在垂挂件重力作用下拉伸至内径为5～30μm;

3)对拉伸后的石英毛细管的尖端镀银,得到纳升电喷雾喷针。

2.根据权利要求1所述的制备方法,其特征在于:所述金属加热丝的螺旋内径为4～5mm。

3.根据权利要求1所述的制备方法,其特征在于:所述加热电源可输出的电压范围为0-80V,可输出的电流范围为0-6A,功率范围为0-480W。

4.根据权利要求1所述的制备方法,其特征在于:所述金属加热丝为钨丝,直径为0.5～1.5mm。

5.根据权利要求1所述的制备方法,其特征在于:所述固定支架包括支撑台和两个固定夹,所述固定夹可上下调节高度的装设于支撑台上,其中一固定夹装设有用于夹持石英毛细管上端的鳄鱼夹,另一固定夹装设有用于夹持所述金属加热丝上、下两端的两个鳄鱼夹。

6.根据权利要求5所述的制备方法,其特征在于:步骤1)中,通过调整两个固定夹的距离改变拉伸后的石英毛细管的内径。

7.根据权利要求1所述的制备方法,其特征在于:步骤1)中,通过改变垂挂件的重量控制拉伸后的石英毛细管的内径。

8.根据权利要求1所述的制备方法,其特征在于:步骤3)中,通过银镜反应于拉伸后的石英毛细管表面镀银。

9.根据权利要求8所述的制备方法,其特征在于:将拉伸后的石英毛细管悬挂固定,使末端没入乙醛中,在附近滴加银氨溶液,于石英毛细管外壁上镀银。

10.根据权利要求1所述的制备方法,其特征在于:步骤2)中,使金属加热丝在1分钟内加热至1600℃以上,待石英毛细管熔化并被拉伸后关闭加热。

一种纳升电喷雾喷针的制备方法

技术领域

[0001] 本发明涉及质谱仪零部件的技术领域，尤其涉及一种纳升电喷雾喷针的制备方法。

背景技术

[0002] 金属团簇包含金属键、离子键、共价键、配位键等多种化学键。部分化学键键合作用弱，结构不稳定，电离时易解离，故需要一种电离能量低，电离过程温和的“软”电离方式。电喷雾源能够产生带多电荷的离子，大大降低了对质谱仪质量检测范围的要求，且结构简单，是检测金属团簇较为理想的离子源。纳升电喷雾源是基于传统电喷雾源发展出的一种新型的电喷雾方式。与传统电喷雾源相比，纳升电喷雾源喷针内径小，流速慢(<100nl/min)，液滴小(直径<200nm)，对样品分子的电离效率高，能有效提高仪器的检出限和灵敏度。

[0003] 纳升电喷雾喷针作为纳升电喷雾离子源的关键部件之一，要求内径小，且易导电，现有技术采用化学刻蚀方法制备，这种方法操作过程繁琐，且喷针内外壁不平滑，限制了其应用。

发明内容

[0004] 本发明的目的在于克服现有技术存在的不足，提供一种纳升电喷雾喷针的制备方法。

[0005] 为了实现以上目的，本发明的技术方案为：

[0006] 一种纳升电喷雾喷针的制备方法，包括以下步骤：

[0007] 1)采用一拉伸装置，所述拉伸装置包括固定支架、加热组件和垂挂件，所述加热组件包括加热电源、连接线和金属加热丝，连接线连接于加热电源和金属加热丝之间，金属加热丝缠绕成螺旋形并竖直装设于固定支架上；将内径为0.5～1.5mm、外径为1～2mm的待拉伸石英毛细管上端固定于固定支架上金属加热丝的上方，使待拉伸石英毛细管穿过螺旋形金属加热丝内部，垂挂件悬挂连接于待拉伸石英毛细管下端，垂挂件的重量为20～25g；

[0008] 2)开启加热电源，使金属加热丝加热至待拉伸石英毛细管熔融并在垂挂件重力作用下拉伸至内径为5～30μm；

[0009] 3)对拉伸后的石英毛细管的尖端镀银，得到纳升电喷雾喷针。

[0010] 可选的，所述金属加热丝的螺旋内径为4～5mm。

[0011] 可选的，所述加热电源可输出的电压范围为0-80V，可输出的电流范围为0-6A，功率范围为0-480W。

[0012] 可选的，所述金属加热丝为钨丝，直径为0.5～1.5mm。

[0013] 可选的，所述固定支架包括支撑台和两个固定夹，所述固定夹可上下调节高度的装设于支撑台上，其中一固定夹装设有用于夹持石英毛细管上端的鳄鱼夹，另一固定夹装设有用于夹持所述金属加热丝上、下两端的两个鳄鱼夹。

[0014] 可选的，步骤1)中，通过调整两个固定夹的距离改变拉伸后的石英毛细管的内径。

[0015] 可选的，步骤1)中，通过改变垂挂件的重量控制拉伸后的石英毛细管的内径。

[0016] 可选的，步骤3)中，通过银镜反应于拉伸后的石英毛细管表面镀银。

[0017] 可选的，将拉伸后的石英毛细管悬挂固定，使末端没入乙醛中，在附近滴加银氨溶液，于石英毛细管外壁上镀银。

[0018] 可选的，步骤2)中，使金属加热丝在1分钟内加热至1600℃以上，待石英毛细管熔化并被拉伸后关闭加热。

[0019] 本发明的有益效果为：

[0020] 1、拉伸装置构造简单，价格便宜，可针对制备不同内径的喷针调整位置，适用于不同内径的纳升电喷雾喷针的大批量生产；

[0021] 2、加热装置功率可调，满足加热需要；

[0022] 3、垂挂件可以任意更换重量，可以根据制备不同内径的喷针匹配不同质量的垂挂件，且制得的纳升电喷雾喷针内壁光滑，极大方便了实验的需要。

附图说明

[0023] 图1为实施例的拉伸装置的结构示意图；

[0024] 图2为镀银的原理示意图；

[0025] 图3为实施例1得到的纳升电喷雾喷针的电镜照片。

具体实施方式

[0026] 以下结合附图和具体实施例对本发明做进一步解释。

[0027] 一实施例的一种纳升电喷雾喷针的制备方法，采用如图1所示的拉伸装置，包括固定支架(包括支撑台1、第一固定夹2、第二固定夹3、第一鳄鱼夹4、第二鳄鱼夹5和第三鳄鱼夹6)、加热组件(包括加热电源7、连接线8和金属加热丝9)和垂挂件10。第一固定夹2和第二固定夹3可上下调节高度的装设于固定支架上，且第一固定夹2位于第二固定夹3上方。第一固定夹2上设有第一鳄鱼夹4，第二固定夹3上设有上下设置的第二鳄鱼夹5和第三鳄鱼夹6。金属加热丝9缠绕成螺旋形并竖直放置，第二鳄鱼夹5和第三鳄鱼夹6分别夹持金属加热丝9上下两端，金属加热丝9通过连接线8与加热电源7连接，第二鳄鱼夹5和第三鳄鱼夹6既用于固定也可用于导电。

[0028] 采用第一鳄鱼夹4夹持待拉伸的石英毛细管S上端，使石英毛细管悬于空中，穿过螺旋形的金属加热丝9内部(而不发生触碰)。以砝码作为垂挂件10，砝码通过细绳悬挂于待拉伸的石英毛细管下端，并处于自然悬垂状态。

[0029] 开启加热电源7，螺旋形的金属加热丝9通电并迅速升温加热至待拉伸毛细石英管熔融，在垂挂件10重力作用下拉伸，得到内径更小的石英毛细管。通过调整第一固定夹2和第二固定夹3的位置，可以制备得到不同内径的喷针，适用于不同内径纳升喷雾喷针的大量制备；垂挂件10的质量不同，石英毛细管受到的拉力也不同，拉伸得到的喷针内径也不相同，可以通过改变垂挂件10的质量可控地制备不同内径的喷针，且制得的纳升电喷雾喷针内壁光滑。

[0030] 加热电源可输出的电压范围为0-80V，可输出的电流范围为0-6A，功率范围为0-

480W。金属加热丝采用的材质为钨丝，外径为1mm，缠绕成的螺旋形的内径为4.5mm，打开加热电源开关后，可在一分钟内通电至红热并产生1600℃以上的高温，足以将毛细石英管融化。

[0031] 于拉伸后的石英毛细管表面的尖端进行镀银，即可得到纳升电喷雾喷针。镀银可以采用例如银镜反应，参考图2，将装有乙醛(CH_3CHO)的烧杯放于固定架下方，固定架上悬挂着一批制备得到的纳升电喷雾喷针，使喷针尖部2-4cm没过液面。随后向没过液面的喷针附近滴加银氨溶液($Ag(NH_3)OH$)，水浴加热发生如下化学反应

[0032] $CH_3CHO+2[Ag(NH_3)_2]OH\rightarrow CH_3COONH_4+2Ag\downarrow+3NH_3+H_2O$

[0033] 化合态银被还原，乙醛被氧化，银就会附着在纳升电喷雾喷针的外壁。

[0034] 实施例1

[0035] 采用图1的拉伸装置，待拉伸的石英毛细管外径1.2mm，内径1mm，长120mm。

[0036] 1、将第二固定夹上的两个鳄鱼夹夹住金属加热丝两端，鳄鱼夹另一端的导线与加热电源相连接；

[0037] 2、将第一固定夹上的一个鳄鱼夹夹住带拉伸的石英毛细管上端，使毛细管垂直向下并穿过金属加热丝；第一固定夹和第二固定夹的距离为3cm；

[0038] 3、在待拉的石英毛细管用细绳下端悬挂一拉伸砝码，砝码重量20g；

[0039] 4、打开加热电源开关，加热功率400W，加热时间30s，加热至石英毛细管熔化，砝码由于重力作用拉伸毛细管，并用陶瓷刀切得所需喷针；

[0040] 5、将拉伸后的石英毛细管悬挂在固定架上，使其尖端没入乙醛中，在毛细管附近滴加银氨溶液，于石英毛细管表面镀上银层，银氨反应可采用常规工艺参数，不加以赘述。

[0041] 得到的喷针的电镜照片如图3所示，其内径约为15μm左右，且内壁光滑，适于作为纳升电喷雾喷针的应用。

[0042] 上述实施例仅用来进一步说明本发明的一种纳升电喷雾喷针的制备方法，但本发明并不局限于实施例，凡是依据本发明的技术实质对以上实施例所作的任何简单修改、等同变化与修饰，均落入本发明技术方案的保护范围内。

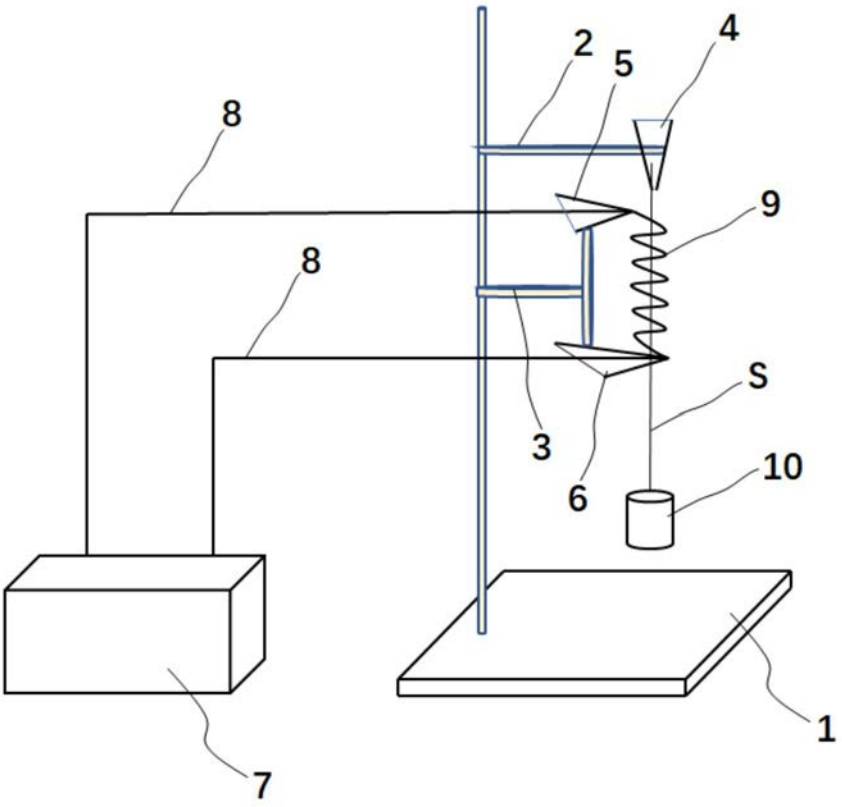


图1

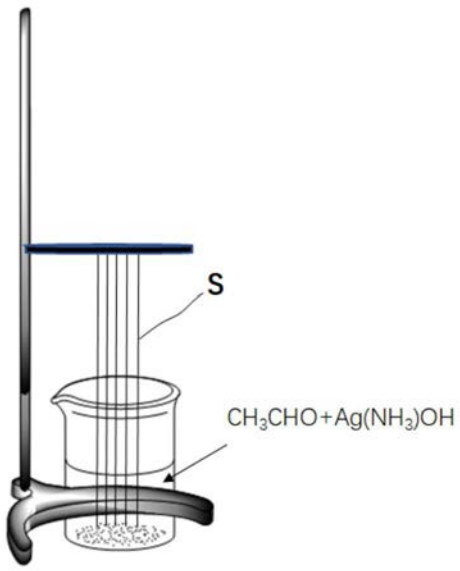


图2

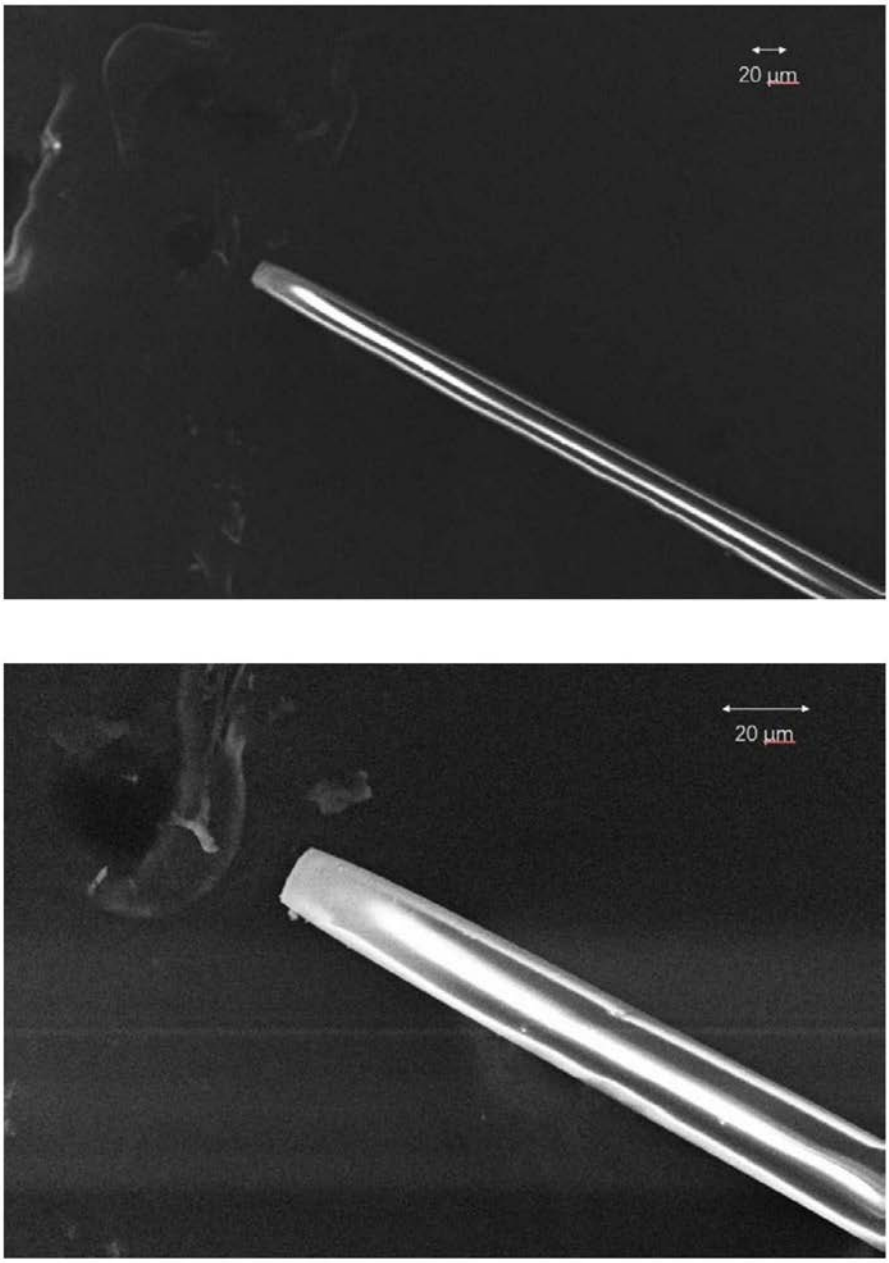


图3