



(12)发明专利

(10)授权公告号 CN 106124608 B

(45)授权公告日 2019.05.31

(21)申请号 201610525692.0

(22)申请日 2016.07.05

(65)同一申请的已公布的文献号  
申请公布号 CN 106124608 A

(43)申请公布日 2016.11.16

(73)专利权人 东南大学  
地址 210096 江苏省南京市玄武区四牌楼2号

(72)发明人 肖梅 朱为 张晓兵

(74)专利代理机构 南京苏高专利商标事务所  
(普通合伙) 32204

代理人 柏尚春

(51)Int.Cl.

G01N 27/64(2006.01)

G01N 27/62(2006.01)

(56)对比文件

CN 203660994 U,2014.06.18,说明书第0002-0027段.

CN 204613137 U,2015.09.02,说明书第0011-0034段、附图1-3.

审查员 张佳宁

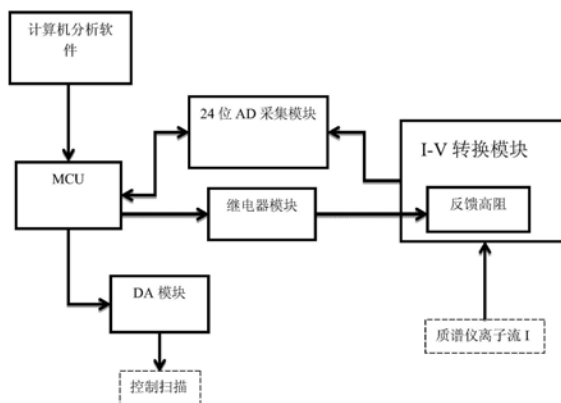
权利要求书1页 说明书3页 附图2页

(54)发明名称

一种利用四极质谱仪对微量气体中微量杂质快速分析方法

(57)摘要

本发明公开了一种利用四极质谱仪对微量气体中微量杂质快速分析方法,微电流放大和采集电路采用两个相差三个量级阻值的高阻档位,每个档位下设定不同的增益,两个相差三个量级阻值的高阻中,较大阻值的高阻针对微小信号的放大,较小阻值的高阻针对大信号的放大,中间大小的信号可以选择设置不同档位中的增益进行分析。本发明对四极质谱仪电子倍增器输出的离子流,通过计算机控制微电流放大电路中放大器高阻的自动切换实现分段扫描,通过软件实现在不同高阻下采用不同扫描速度,最终可实现快速扫描与痕量灵敏度的兼顾的一种质谱数据处理方法,该方法配合上高精度的四极质谱管就能获取快速扫描下的PPM级甚至更高的痕量灵敏度。



1. 一种利用四极质谱仪对微量气体中微量杂质快速分析方法,其特征在于:微电流放大和采集电路采用两个相差三个量级阻值的高阻档位,每个档位下设定不同的增益,两个相差三个量级阻值的高阻中,较大阻值的高阻针对微小信号的放大,较小阻值的高阻针对大信号的放大,中间大小的信号可以选择设置不同档位中的增益进行分析,微小信号为PPM级以下杂质,大信号为100PPM级以上杂质;在对一幅谱图的扫描控制中,分段设定扫描速度,实现大高阻下慢扫、低高阻下快扫的工作模式。

2. 如权利要求1所述的利用四极质谱仪对微量气体中微量杂质快速分析方法,其特征在于:两个阻值相差三个量级的高阻分别为 $10^8 \Omega$ 和 $10^5 \Omega$ 。

3. 如权利要求1所述的利用四极质谱仪对微量气体中微量杂质快速分析方法,其特征在于:采用I-V转换法将质谱微电流转换成电压信号,然后调整到24位高精度模数转换器的量程范围,模数转换器受微处理器控制,采样数据被微处理器采集存储,并通过USB传输给计算机系统进行分析处理;同时微处理器控制数模转换器和继电器模块,分别实现扫描控制和高阻切换。

## 一种利用四极质谱仪对微量气体中微量杂质快速分析方法

### 技术领域

[0001] 本发明涉及一种利用四极质谱仪对微量气体中微量杂质快速分析方法,属于分析领域。

### 背景技术

[0002] 四极质谱仪由于分辨能力强、灵敏度高、响应速度快等特点在气体成分的分析领域里得到广泛应用,如超纯气体中杂质的分析、真空电子器件中残余气体成分的分析、真空系统检漏分析等。四极质谱仪由四极质谱管、质谱电源和微电流放大的数据采集系统与计算机控制系统组成。其中四极质谱管包含离子源、四极杆组件和电子倍增器。其中离子源是将气体成分电离成离子,符合条件的离子通过四极杆形成的四极场被电子倍增器获取,经过电子倍增器放大转换将离子流转换成电子流,后通过微电流放大电路的进一步放大,经过计算机数据采集处理,形成质谱图。

[0003] 四极质谱仪器使用中能得到的浓度灵敏度不仅仅受到四极质谱仪本身结构的影响,数据放大、采集与分析方法同样非常重要。四极质谱仪能获取的灵敏度和分析速度即扫描速度之间是一对矛盾的关系,即扫描速度越快,峰型越差、灵敏度越差。因此通常四极质谱仪为了获取一定质量的峰形、一定灵敏度的质谱峰,其扫描速度是受到限制的,虽然理论上其扫描速度的极限是受到离子在四极场中渡越时间的限制,可以到0.2ms一个质量数的量级,但是在对微小峰如ppm级甚至更低浓度的检测时由于大峰的拖尾和噪声的影响,四极质谱仪必须要慢速扫描,一般都要到秒量级甚至更长,如一般在分析超纯气体中杂质含量的时候,每个质量数通常秒以上的扫描速度来获取高的灵敏度。

[0004] 但是这种分析方法,对于总气体量很少的分析样品来说是行不通的。因为通常,为了抑制四极质谱仪真空系统的本底真空,分析系统处于动态真空的条件中,这就是被分析的样品一旦取样进入四极质谱系统后,气体在分析的同时也迅速地被真空泵抽走。要获得足够的分析灵敏度,就要求被分析对象的量必须足够多,能承受长时间的消耗。但当被分析对象的总气体量很少甚至为微量时,一方面由于消耗会要求分析速度加快,另一方面其中的微量杂质成分的分析又要求分析速度要慢,这两者之间是矛盾的。如何实现快速分析中的慢扫描是本发明要解决的质谱分析问题。

### 发明内容

[0005] 为了解决现有技术微气体量样品中微量杂质气体成分分析过程中的分析速度与痕量灵敏度相矛盾的技术难题,本发明提供一种利用四极质谱仪对微量气体中微量杂质快速分析方法。

[0006] 为解决上述技术问题,本发明所采用的技术方案如下:

[0007] 一种利用四极质谱仪对微量气体中微量杂质快速分析方法,微电流放大和采集电路采用两个相差三个量级阻值的高阻档位,每个档位下设定不同的增益,两个相差三个量级阻值的高阻中,较大阻值的高阻针对微小信号的放大,较小阻值的高阻针对大信号的放

大,中间大小的信号可以选择设置不同档位中的增益进行分析,微小信号为PPM级以下杂质,大信号为100PPM级以上杂质。

[0008] 作为本申请的一种优选方案,两个阻值相差三个量级的高阻分别为 $10^8 \Omega$ 和 $10^5 \Omega$ ;阻值的具体大小要看电四极质谱仪电子倍增器的增益,电子倍增器的增益高,阻值就可以整体选小。

[0009] 上述利用四极质谱仪对微量气体中微量杂质快速分析方法,采用I-V转换法将质谱微电流转换成电压信号,然后调整到24位高精度模数转换器的量程范围,模数转换器受微处理器控制,采样数据被微处理器采集存储,并通过USB传输给计算机系统进行分析处理;同时微处理器控制数模转换器和继电器模块,分别实现扫描控制和高阻切换。

[0010] 相应的单片机采集软件和计算机分析软件在硬件的基础上,按照制定的一套通信协议进行交互,实现自动切换高阻的工作模式;在大信号处采用低高阻放大,小信号处采用大高阻放大。配合不同高阻值的转换,软件设置不同的扫描速度。大信号、低高阻,响应时间常数RC小,其扫描速度可以设定快速扫描,同时噪声由于是低高阻也相应下降;小信号、大高阻,响应时间常数RC大,其扫描速度设定慢。这样在扫描一幅谱图中,可以兼顾大小信号的分析,与此同时整幅谱图的时间就减少很多,实现对微量气体中微量杂质的快速高灵敏度的质谱分析。

[0011] 在扫描控制中,可以分段设定扫描速度,实现大高阻下慢扫、低高阻下快扫的工作模式。

[0012] 本发明未提及的技术均参照现有技术。

[0013] 本发明针对微气体量样品中微量杂质气体成分分析过程中的分析速度与痕量灵敏度相矛盾的技术难题,提出对四极质谱仪电子倍增器输出的离子流,通过计算机控制微电流放大电路中放大器高阻的切换,实现在不同高阻下、采用不同扫描速度的质谱数据处理方法,实现快速扫描与痕量灵敏度的获取,该方法配合上高精度的四极质谱仪就能获取快速扫描下的PPM级甚至更高的痕量灵敏度。

## 附图说明

[0014] 图1为微量杂质气体成分分析系统;

[0015] 图2为计算机软件功能架构;

[0016] 图3为单片机软件的功能架构。

## 具体实施方式

[0017] 为了更好地理解本发明,下面结合实施例进一步阐明本发明的内容,但本发明的内容不仅仅局限于下面的实施例。

[0018] 一种利用四极质谱仪对微量气体中微量杂质快速分析方法,微电流放大和采集电路采用两个相差三个量级阻值的高阻,两个相差三个量级阻值的高阻中,较大阻值的高阻针对微小信号的放大,较小阻值的高阻针对大信号的放大,微小信号为PPM级以下杂质,大信号为100PPM级以上杂质;两个阻值相差三个量级的高阻可以分别为 $10^8 \Omega$ 和 $10^5 \Omega$ ;采用I-V转换法将质谱微电流转换成电压信号,然后调整到24位高精度模数转换器的量程范围,模数转换器受微处理器控制,采样数据被微处理器采集存储,并通过USB传输给计算机系统进

行分析处理;同时微处理器控制数模转换器和继电器模块,分别实现扫描控制和高阻切换;在扫描控制中,分段设定扫描速度,实现大高阻下慢扫、低高阻下快扫的工作模式。

[0019] 本发明的系统总体设计方案如图1所示。根据图1所示的系统总体设计方案,开发相应的质谱仪采集软件的功能要求,开发的具体方法为本领域常规方法,该计算机软件系统主要包括:通信驱动模块、主界面控制模块、协议解析模块、信号处理模块和文件操作模块这五个模块。计算机软件的功能架构总结,如图2所示。其中MCU微处理器主要完成与计算机系统的通信,通过控制模数转换器ADC进行质谱数据的采集,及控制继电器和数模转换器,实现高阻切换和扫描控制。单片机软件的功能架构总结如图3所示。

[0020] 当一幅谱图进行分段扫描时,每段可单独设置合适的高阻、增益、扫速,以实现不同量级信号的测量显示。目前一档高阻在系统中能实现4个量级的质谱信号检测,配合相差3个量级阻值的高阻,即可在一幅质谱图中呈现6个量级及以上的质谱信号,目前反馈高阻设置成两档,为 $10^8 \Omega$ 档和 $10^5 \Omega$ 档;增益可以设置成六档,为1、3、10、30、100、300倍档,实现对质谱信号的放大,拓宽测量量程。

[0021] 反馈高阻、增益、扫速等核心参数在计算机端上位机进行配置,通过USB下发给MCU,实现扫描时控制继电器,在不同扫描段切换相应高阻,以检测匹配的质谱信号。本发明针对微气体量样品中微量杂质气体成分分析过程中的分析速度与痕量灵敏度相矛盾的技术难题,提出对四极质谱仪电子倍增器输出的离子流,通过计算机控制微电流放大电路中放大器高阻的切换,实现在不同高阻下、采用不同扫描速度的质谱数据处理方法,实现快速扫描与痕量灵敏度的获取,该方法配合上高精度的四极质谱仪就能获取快速扫描下的PPM级甚至更高的痕量灵敏度。

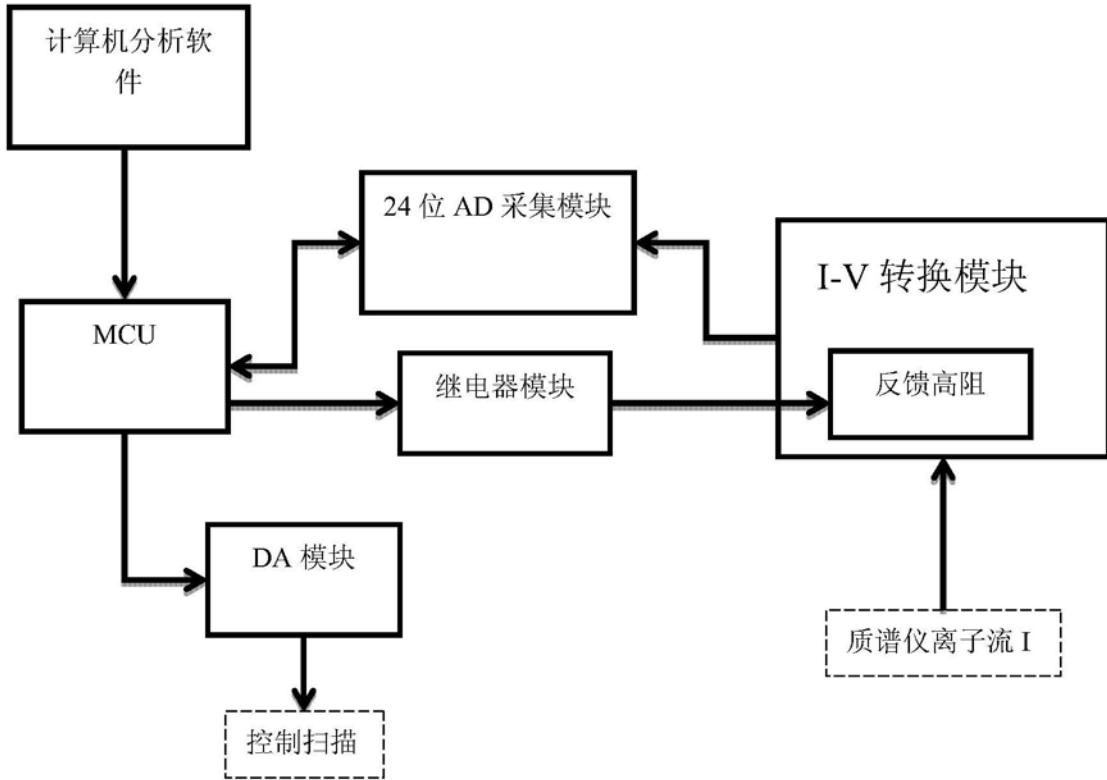


图1

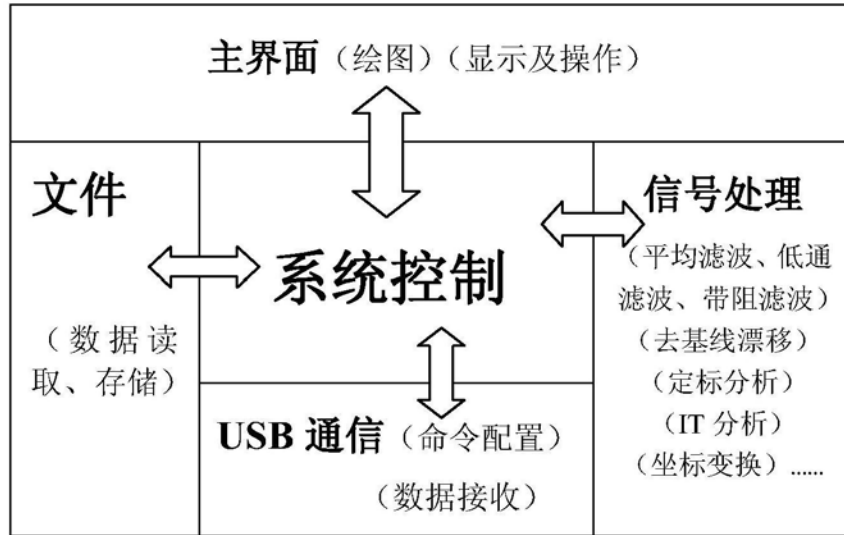


图2

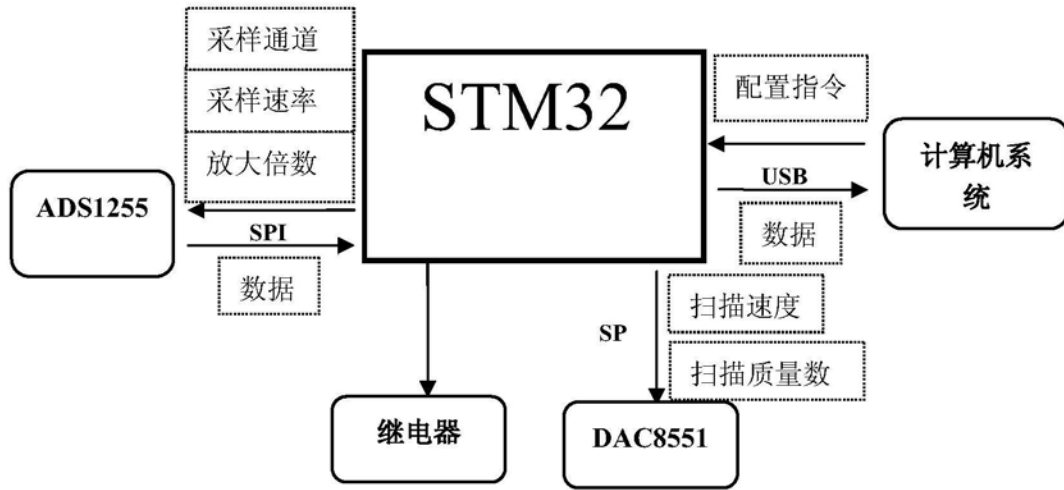


图3