



(12) 发明专利

(10) 授权公告号 CN 101405829 B

(45) 授权公告日 2010.06.02

(21) 申请号 200780010022.4

(22) 申请日 2007.02.08

(30) 优先权数据

11/354,410 2006.02.15 US

(85) PCT申请进入国家阶段日

2008.09.22

(86) PCT申请的申请数据

PCT/US2007/003379 2007.02.08

(87) PCT申请的公布数据

W02007/097919 EN 2007.08.30

(73) 专利权人 凡利安股份有限公司

地址 美国加利福尼亚州

(72) 发明人 J·D·杰斯特 J·迪普

P·威廉姆斯 C·W·帕金斯

(74) 专利代理机构 上海专利商标事务所有限公

司 31100

代理人 钱慰民

(51) Int. Cl.

H01J 49/14 (2006.01)

(56) 对比文件

JP 2001-174437 A, 2001.06.29, 全文.

US 5600136 A, 1997.02.04, 全文.

CN 1146553 A, 1997.04.02, 全文.

CN 2549462 Y, 2003.05.07, 全文.

审查员 王海涛

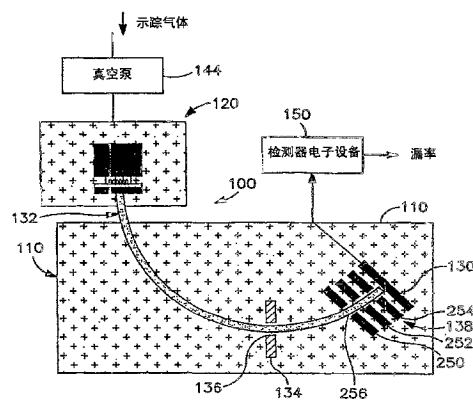
权利要求书 1 页 说明书 7 页 附图 6 页

(54) 发明名称

抑制非期望离子的用于示踪气体检漏的质谱仪

(57) 摘要

提供了用于示踪气体检漏的质谱仪以及用于操作质谱仪的方法。质谱仪包括使诸如氦之类的示踪气体离子化的离子源、偏转这些离子的磁铁以及检测这些偏转离子的检测器。离子源包括诸如灯丝之类的电子源。该方法包括在相对于电离室的足以使示踪气体离子化但不足以形成诸如三电荷碳之类的非期望离子的电子加速电势下操作电子源。



1. 一种操作质谱仪的方法,所述质谱仪包括使氦离子化的离子源、偏转所述氦离子的磁铁以及检测所述偏转的氦离子的检测器,所述离子源包括灯丝,所述方法包括:

在相对于电离室的足以使所述氦离子化但不足以形成三电荷碳离子的电子加速电势下操作所述灯丝,包括操作所述灯丝以在所述电离室内产生动能为 25 到 92 电子伏特的电子。

2. 根据权利要求 1 所述的方法,其特征在于,包括在相对于所述电离室的范围为 -25 到 -92 伏特的电压下使所述灯丝电偏置。

3. 根据权利要求 1 所述的方法,其特征在于,包括操作所述灯丝以在所述电离室内产生能量低于使三电荷碳离子化的能量的电子。

4. 根据权利要求 1 所述的方法,其特征在于,还包括从所述离子源提取所述氦离子,在磁场中偏转所述提取的氦离子,并且检测所述偏转的氦离子。

5. 一种质谱仪,包括:

包括电子源的离子源;

电源,所述电源在相对于电离室的足以产生氦离子但不足以产生三电荷碳离子的电压下操作所述电子源,其中所述电源被配置为操作所述电子源以在所述电离室内产生动能为 25 到 92 电子伏特的电子;

偏转所述氦离子的磁铁;以及

检测所述偏转的氦离子的检测器。

6. 根据权利要求 5 所述的质谱仪,其特征在于,所述电源被配置为在相对于所述电离室的范围为 -25 到 -92 伏特的电压下操作所述电子源。

7. 根据权利要求 5 所述的质谱仪,其特征在于,所述电源被配置为操作所述电子源以在所述电离室内产生能量低于使三电荷碳离子化的能量的电子。

8. 根据权利要求 5 所述的质谱仪,其特征在于,所述电子源包括至少一个灯丝,并且所述电源向所述灯丝提供电压。

抑制非期望离子的用于示踪气体检漏的质谱仪

[0001] 相关申请的交叉引用

[0002] 本申请涉及题为“用于示踪气体检漏的高灵敏度无缝离子源质谱仪 (HIGHSENSITIVITY SLITLESS ION SOURCE MASS SPECTROMETER FOR TRACEGAS LEAK DETECTION)”的共同待审批的美国专利申请,该专利申请共同转让给本公开的受让人并且与本申请一起于 2006 年 2 月 15 日提交。

发明领域

[0003] 本发明涉及用于检漏应用的质谱仪,尤其涉及通过抑制可干扰测量的非期望离子的形成而使灵敏度增强的质谱仪。

[0004] 发明背景

[0005] 氦质谱仪检漏是公知的检漏技术。氦用作示踪气体,它穿过密封试样中的最小的漏孔。然后将氦引入检漏仪器并且测量。氦的量与漏率相对应。该仪器的重要组成部分是检测并且测量氦的质谱仪。进入的气体被离子化并且由质谱仪进行质量分析,以便将氦成分分离出并且随后对其进行测量。在一个方法中,试样的内部与检漏器的测试端口相耦合。氦被喷射在试样的外部,通过漏孔被引入并且由检漏器测量。

[0006] 由于环境法令、提高生产率的需要、技术向新领域的扩展或者各种其它原因,工业上经常需要非常低的漏率。在氦质谱仪中漏率非常低的离子流的数量级为毫微微安培。利用现有技术的检漏质谱仪,难以具有足够的稳定性在检漏器中提供清晰的漏率信号来检测这一极小的信号。信噪比和随着时间流逝的信号稳定性因此对于高灵敏度检漏是关键。

[0007] 质谱仪根据质荷比将气体试样分离,因而可以在检测器处分析这些气体。目前,在检漏行业中最常用的示踪气体是氦,其在质量标度上呈现质量数为 4(质量数为 4、电荷数是 1 的氦)。很多年来,本底变化的未知源妨碍了对小的氦检漏信号的精确测量。

[0008] 因此,需要改进用于示踪气体检漏的质谱仪和方法。

[0009] 发明概述

[0010] 根据本发明的第一方面,提供了一种操作质谱仪的方法,该质谱仪包括将示踪气体离子化的离子源、偏转这些离子的磁铁以及检测这些偏转离子的检测器,其中该离子源包括电子源。该方法包括使电子源在相对于电离室的足以离子化示踪气体但不足以形成非期望离子的电子加速电势下工作。

[0011] 根据本发明的第二方面,提供了一种操作质谱仪的方法,该质谱仪包括将氦气离子化的离子源、偏转氦离子的磁铁以及检测偏转氦离子的检测器,其中该离子源包括灯丝。该方法包括使灯丝在相对于电离室的足以离子化氦气但不足以形成三电荷碳的电子加速电势下工作。

[0012] 根据本发明的第三方面,质谱仪包括包含电子源的离子源、使电子源在相对于电离室的足以产生氦离子但不足以产生三电荷碳的电压下工作的电源、偏转氦离子的磁铁以及检测偏转氦离子的检测器。

[0013] 附图简述

[0014] 为了更好地理解本发明,将参照附图,这些附图通过引用结合于此,在附图中:

[0015] 图 1 是本发明的适于结合的逆流检漏器的示意性框图;

[0016] 图 2 是根据本发明一个实施方式的质谱仪的简化示意侧视图;

[0017] 图 3 是图 2 的质谱仪的简化示意端视图;

[0018] 图 4 是离子源沿图 3 的线 4-4 的局部横截面视图;

[0019] 图 5 是示出图 2 的质谱仪的电源的框图;

[0020] 图 6 是因变于时间的检测器信号输出的曲线图,示出在没有氦的情况下不稳定的 C^{3+} 本底信号;以及

[0021] 图 7 是因变于离子源中电子动能的检测器信号的曲线图。

[0022] 发明详述

[0023] 在图 1 中示意性地示出适于实现本发明的各实施方式的检漏器。测试端口 30 通过逆流阀 32 和 34 与预抽真空泵 36 相耦合。检漏器也包括高真空泵 40。测试端口 30 通过中级阀 42 和 44 与高真空泵 40 上的中级端口 46 相耦合,其中该中级端口 46 位于高真空泵 40 的前级管路 48 和入口 50 之间。前级管路阀 52 将预抽真空泵 36 与高真空泵 40 的前级管路 48 相耦合。高真空泵 40 的入口 50 与质谱仪 60 的入口相耦合。检漏器还包括:均与测试端口 30 相耦合的测试端口热电偶 62 和排气阀 64,通过校准泄漏阀 68 与高真空泵 40 的中级端口 46 相耦合的校准漏孔 66,以及与预抽真空泵 36 相耦合的镇流阀 70。

[0024] 在操作中,预抽真空泵 36 最初通过关闭前级管路阀 52 和排气阀 64 并且打开逆流阀 32 和 34 将测试端口 30 和试样(或者检漏探针)抽空。当测试端口 30 处的压强达到与高真空泵 40 的前级管路压强相一致的水平时,打开前级管路阀 52,从而将测试端口 30 向高真空泵 40 的前级管路 48 暴露。引入氦示踪气体使其穿过测试端口 30 并且反向扩散穿过高真空泵 40 到达质谱仪 60。预抽真空泵 36 继续降低测试端口 30 中的压强直至该压强与高真空泵 40 中的中级压强相一致。此时,关闭逆流阀 32 和 34 并且打开中级阀 42 和 44,从而将测试端口 30 向高真空泵 40 的中级端口 46 暴露。引入氦示踪气体使其穿过测试端口 30 并且反向扩散穿过高真空泵 40 的上部到达质谱仪 60,从而因更短的反向路径而允许更多气体扩散。因为高真空泵 40 针对样本中较重的气体具有低得多的反向扩散速率,所以它阻止了来自质谱仪 60 的这些气体,从而有效地分离示踪气体,该示踪气体扩散穿过高真空泵 40 到达质谱仪 60 并且被测量。

[0025] 如以上所指出地,多年来,本底变化的未知源妨碍了对小的氦检漏器信号的精确测量。现在该本底信号已被标识为三电荷碳 (C^{3+}),其在质谱仪输出中也呈现质荷比为 4(质量数是 12、电荷数是 3 的碳)。本发明解决了这一问题。真空系统内的残留气体通常包含碳氢化合物种类以及 CO,这些种类可被分解并且离子化而直接产生 C^{3+} 。另外,残留气体种类吸附在离子源内的表面上,在那里它们可以被电离电子束撞击并且化学分裂而产生固体碳沉积,其在扩展操作之后作为源内的“焦斑”可见。后来对这些碳沉积的电子撞击可以释放易挥发的含碳种类使其回到气相而被电子束离子化,从而这些沉积构成 C^{3+} 离子的实质无限源。归因于在质谱仪中形成三电荷碳的复杂过程, C^{3+} 本底的量可以随着时间随机变化,从而导致检漏器校准的明显偏移或者不稳定的漏率信号。不可能在工作中的质谱仪中识别质荷比为 4 的信号的什么部分来自实际的氦示踪气体而什么部分来自 C^{3+} 本底,因为 He^+ (单电荷氦)和 C^{3+} 之间的质量分数差非常小而不能在为了以较大狭缝和非常高的离子传输操

作而牺牲质量分辨本领的检漏质谱仪中分辨。

[0026] 在本文中描述的质谱仪的结构,连同专用的工作电压,在没有来自 C^{3+} 离子干扰的情况下允许高的氦灵敏度。当在专用电压下的操作将 C^{3+} 离子排除在系统之外时质谱仪的几何形状提供高氦信号。然后可以直接读取该氦信号而不考虑归因于 C^{3+} 本底的不稳定或者不正确的测量的因素。

[0027] 生成 C^{3+} 离子的可能性随灯丝或者其它电子源进入离子源室的电子的动能而变化。灯丝和离子源室之间的电压差很大程度上决定了该电子动能。如下所述,灯丝或者其它电子源在足以使诸如氦气之类的示踪气体离子化但又不足以形成诸如三电荷碳之类的非期望离子的电压差下工作。因而,非期望离子不干扰测量。

[0028] 在图 2-5 中示出根据本发明一个实施方式的质谱仪 100。质谱仪 100 对应于图 1 中的质谱仪 60。质谱仪 100 包括通常为偶极磁体的主磁铁 110、离子源 120 以及离子检测器 130。主磁铁 110 包括以一定距离间隔开的极片 112 和 114(图 3),两极片限定了间隙 116。离子源 120 位于间隙 116 外部从而不在极片 112 和 114 之间。离子检测器 130 安置在极片 112 和 114 之间的间隙 116 内以截取由离子源 120 产生的选定种类的离子。由离子源 120 产生的离子进入主磁铁 110 的极片 112 和 114 之间的间隙 116,并且被间隙 116 内的磁场偏转。该偏转随离子的质荷比、离子能量和磁场而变化。诸如氦离子之类的选定种类的离子沿离子轨道 132 前进,而其它离子种类沿不同的轨道。离子检测器 130 位于极片 112 和 114 之间的间隙 116 中,并且安置在选定离子种类的自然聚焦点。

[0029] 质谱仪 100 还可以包括具有狭缝 136 的准直仪 134 和离子光学透镜 138。准直仪 134 允许沿离子轨道 132 前进的离子穿过狭缝 136 到达离子检测器 130,并且阻止沿其它轨道前进的离子。离子光学透镜 138 在接近离子源电势的高正电势下工作,并且起阻止除氦之外的散射离子种类到达离子检测器的作用。这一作用源于这样的事实,即经过与中性气体原子或者与室壁的散射碰撞、该碰撞改变其轨道而足以使其到达狭缝 136 的非氦离子在这些碰撞中丧失了能量从而不能克服由离子光学透镜 138 施加的势垒。离子光学透镜 138 还用来使沿离子轨道前进的离子聚焦到离子检测器 130 上。

[0030] 真空壳 140 包围真空室 142,其包括离子源 120 与主磁铁 110 的极片 112 和 114 之间的间隙 116 的一部分。真空泵 144 具有与真空壳 140 相连接的入口。真空泵 144 使真空室 142 保持通常在 10^{-5} 托数量级上的适当压强以使质谱仪 100 工作。真空泵 144 通常是涡轮分子真空泵、扩散泵或者其它分子泵,并且与图 1 中所示的高真空泵 40 相对应。如在检漏器技术中所知,诸如氦气之类的示踪气体反向扩散穿过真空泵 144 的全部或者一部分到达质谱仪 100 并且被测量。这一配置被称为逆流检漏器配置。在逆流配置中,从真空室 142 抽出更重的气体,而较轻的气体反向扩散穿过真空泵 144 到达质谱仪 100。应当理解,本发明并不限于在逆流检漏器中使用。

[0031] 沿轨道 132 前进的离子由离子检测器 130 检测并且被转换成电信号。该电信号被提供给检测器电子设备 150。检测器电子设备 150 将离子检测器信号放大并且提供表示漏率的输出。

[0032] 如在图 3 中所最佳地示出地,离子源 120 包括灯丝 170 和 172、提取电极 174、参考电极 176 以及反射极 180,所有这些都位于真空壳 140 内。离子源 120 还包括位于真空壳 140 外部的源磁铁 190。源磁铁 190 包括位于真空室 142 的相对两侧的以一定距离间隔开

的极片 192 和 194。应当理解,作为替换,由源磁铁提供的磁场可以由从主磁铁 110 延伸出的边缘场提供。

[0033] 灯丝 170 和 172 可以各自采取螺旋线圈的形式,并且可以由灯丝支架 196 支撑。在一个实施方式中,每个灯丝 170 和 172 由涂有氧化钽的直径为 0.006 英寸的钨丝制成。每个灯丝线圈可以长 3 毫米并且直径为 0.25 毫米。优选地,每次给一个灯丝通电以延长离子源寿命。

[0034] 提取电极 174 可设置有细长的提取狭缝 200,并且参考电极 176 可设置有细长的参考狭缝 202。用作离子光学透镜的细长狭缝 200 和 202 排成直线并且提供用于沿离子轨道 132 从离子源 120 提取离子的路径。在图 4 中,示出主磁铁 110 的极片 112 和 114 的内表面。如进一步示出地,长尺寸的提取狭缝 200 与极片 112 和 114 的内表面相垂直。提取狭缝 200 的长度 204 足够使离子束的宽度充满极片 112 和 114 之间的间隙 116,其中间隙 116 的宽度被限定为真空室 142 中极片 112 和 114 之间的间距。提取狭缝 200 和参考狭缝 202 之间的加速电场穿过提取狭缝并且使电场在杯状凹处 210 成形以有效提取和聚焦恰好在提取狭缝之上形成的氦离子。因为离子源位于主磁铁的外部,所以提取狭缝的长度与现有技术中的质谱仪相比可以相对较长。在一个实施方式中,提取狭缝 200 的长度 204 是 8 毫米,提取狭缝 200 的宽度是 3 毫米,并且间隙 116 的尺寸是 10 毫米。参考狭缝 202 的尺寸也被选取以保证束的宽度充满间隙。这些配置保证所期望的示踪气体种类的相对较高的离子流。

[0035] 信号损失的可能源头是离子束在提取狭缝长度方向上的发散,这归因于提取狭缝 200 和参考狭缝 202 两者末端附近的穿透场的总聚焦/散焦效应。在一些实施方式中,因为外部离子源,可以使提取狭缝长度等于或者大于间隙 116 的宽度。然后,所传送的离子是那些在提取狭缝的中心部分形成的离子,并且这些离子被大致直线地传送到检测器。也有一些发散归因于穿过参考狭缝的加速场,但是也可将这一狭缝制成等于或者长于间隙 116 的宽度,使得中心部分的离子实质上不发散。为了增大提取狭缝和/或参考狭缝的长度,有必要或者值得增大离子源的整体大小。

[0036] 如图 3 和图 4 所进一步示出地,提取电极 174 设置有分别邻近灯丝 170 和 172 的削边 206 和 208。削边 206 和 208 使邻近灯丝 170 和 172 的电场成形以增强电子向电离区域内的传输。

[0037] 如图 3 所示,参考电极 176 安置在提取电极 174 和主磁铁 110 之间。反射电极 180 位于提取电极 174 之上并且与其间隔开。反射电极 180 包括提供期望电场分布的杯状凹部 210。作为替换,反射电极 180 可以保持在与提取电极 174 相同的电势,并且可以接触提取电极 174 或者和提取电极 174 一起作为单一部件制造。

[0038] 源磁铁 190 的极片 192 和 194 可以具有面对真空室 142 的通常平行、以一定距离间隔开的表面,并且在灯丝 170 和 172、提取电极 174 和反射电极 180 的区域内产生磁场 212。如图 3 所示,主磁铁 110 的边缘磁场使磁场 212 向上变形。由此引起的磁场分布使由灯丝 170 和 172 发射的电子围绕该磁场线的方向螺旋移动至电离区域 220。电离区域 220 位于提取狭缝 200 之上(图 3)。灯丝 170、172 和电离区域 220 之间的区域内的电场和磁场使电离电子向电离区域 220 加速。在电离区域 220 中,气体分子被来自灯丝 170、172 的电子电离,穿过提取狭缝 200 从离子源 120 提取出并且穿过参考狭缝 202 加速。

[0039] 离子源 120 位于主磁铁 110 的外部,使得提取狭缝 200 的长度 204 不受主磁铁 110 的极片 112 和 114 的限制。可以选择提取狭缝 200 的尺寸以传输高离子流。如图 2 所示,束流光学在沿穿过参考狭缝 202 的通道经过 135° 的偏转之后生成焦点。质谱仪 100 包括根据质荷比分离离子的主磁铁 100 以及包括极片 192 和 194 的源磁铁 190,其中极片 192 和 194 位于离子源 120 中的灯丝 170 和 172 的相对两侧。如图 3 所示,这两块磁铁足够近以致它们在强度和场形上相互影响。在一个实施方式中,主磁铁 110 在极心具有 1.7 千高斯的场强,而源磁铁 190 在极心具有 600 高斯的场强。

[0040] 离子源 120 的磁场和电场被设计成使得磁通线至少在电离区域 220 内与恒定电势的表面(电等势面)大体一致并且平行。因为由灯丝 170 和 172 产生的电离电子束被约束为沿磁场线,所以这些离子在一约略恒定的电势体中产生。结果,离子束具有很小的能量散度并且很有效率地从离子源 120 传输到离子检测器 130,从而提供高灵敏度。

[0041] 磁铁 110 和 190 相对于离子源 120、离子检测器 130 以及相互之间的位置被选择成用于有效地形成和传输离子。主磁铁 110 和源磁铁 190 相互靠得很近。延伸超出主磁铁 110 的间隙 116 的边缘场使源磁铁 190 的磁场变形,否则源磁铁 190 的磁场是均匀的。

[0042] 电等势面的线由离子源 120 中元件的形状和间距限定,这些元件包括反射电极 180、提取电极 174、参考电极 176 和这些电极中的开口(狭缝)以及邻近的真空室壁。这些元件的尺寸和间距被控制成形成“杯口向下”的电场形状,该电场形状使源中产生的离子向提取狭缝 200 聚焦以更有效率地提取。

[0043] 反射电极 180 和提取电极 174 的相对较厚的壁形成比灯丝直径稍宽的通道,电子可以无损失地流过该通道,但是从带负电荷的灯丝穿过该通道的电场受到限制。这限制了离子从电离区域 220 泄漏到处于电子云的负电势下的灯丝 170 和 172,从而保证源中产生的高百分率的离子实际上从源传送到离子检测器 130 以获得高灵敏度。

[0044] 离子源元件被设计成使得提取电极 174、反射电极 180 和参考电极 176 的电场产生形成“虚拟”离子光学轮廓线而非物理入口狭缝的电场。物理入口狭缝和物理狭缝的不可避免的束损失得以消除,使得离子束传送非常高。参考电极 176 中的狭缝仅仅起限制离子束的角发散的作用,而并不作为入口狭缝和离子光学轮廓。

[0045] 物理入口狭缝的消除允许灵敏度或者分辨率损失最低的质谱仪的小型化。质谱仪的分辨能力可被定义为离子束半径 R 与图像宽度和出口狭缝宽度两者总和 S_{ex} 之比。对于具有形成系统离子光学轮廓的宽度为 S_e 的物理入口狭缝的常规质谱仪设计,其图像宽度为 $(S_e + R\alpha^2)$ 。出口狭缝宽度被设置为等于或者稍大于图像宽度以便传送所有到达的离子,从而使得分辨能力 RP 为:

$$[0046] \quad RP = R / (S_e + R\alpha^2)$$

[0047] 因为本发明中离子光学轮廓是宽度可忽略的线,而不是由宽离子束照亮的狭缝,所以在离子焦点处的图像宽度是 $R\alpha^2$ 而不是 $(S_e + R\alpha^2)$ 。因而,分辨能力为:

$$[0048] \quad RP = R / (2R\alpha^2) = 1 / (2\alpha^2)$$

[0049] 因此,只要离子光学轮廓的宽度可以被忽略,分辨能力就与离子束轨道的半径无关。利用这一设计,如果需要减小离子束半径 R 以便实现紧凑的设备,那么只要离子束发散 α 保持恒定分辨能力就保持恒定。图像宽度成比例地减小到离子束半径,并且出口狭缝宽度可以减小相当的量以与图像宽度匹配并且在传送离子源射出的所有离子时保持恒定的

质量分辨能力。相反,在常规质谱仪中,为了在减小半径的同时保持恒定的质量分辨能力,入口狭缝宽度必须成比例地减小,从而减小穿过该狭缝传送的离子的百分率并且减小设备的灵敏度。

[0050] 质谱仪可以包括如图 5 所示的电源。灯丝电流源 230 向灯丝 170 和 172 提供灯丝电流以使其加热。如上所述,每次可以使一个灯丝通电。灯丝电压源 232 向灯丝 170 和 172 提供偏压。提取电压源 234 向提取电极 174 提供偏压。反射电压源 236 向反射电极 180 提供偏压。参考电极 126 通常接地。

[0051] 将电压施加到灯丝 170 和 172、反射电极 180、提取电极 174 和参考电极 176 以提供用于上述工作的电场。在氦为示踪气体的一个实施方式中,反射电极 180 偏压 200 到 280 伏特,提取电极 174 偏压 200 到 280 伏特并且参考电极 176 接地(0 伏特)。另外,灯丝 170 和 172 偏压 100 到 210 伏特以提供用于电离示踪气体的高能电子。在一个具体的示例中,反射电极 180 和提取电极 174 额定偏压 250 伏特,灯丝 170 和 172 额定偏压 160 伏特并且参考电极 176 接地。以上电压均相对于接地给定。应当理解,给出这些数值仅仅是作为示例而并不限制本发明的范围。

[0052] 如图 2 所示,离子光学透镜 138 可以包括电极 250、252 和 254,其各自具有孔 256 以允许离子从其中通过到达离子检测器 130。电极 250、252 和 254 构成将离子向离子检测器 130 聚焦的单透镜,施加到电极 252 的电势起抑制被散射进轨道的非氦种类的离子的作用,否则这些轨道会允许这些离子到达检测器。在一个实施方式中,电极 250、252 和 254 分别偏压 0 伏特、180 伏特和 0 伏特。

[0053] 在一个实施方式中,包括离子检测器 130 和检测器电子设备 150 的检测器组合装置可被设计成用于对宽频带并且具有高信噪比的离子电流进行高灵敏度测量。离子检测器 130 可以是与静电计等级运算放大器的倒相输入相连接的法拉第板。沿离子轨道 132 穿过透镜 138 的离子撞击在法拉第板上并且在该板中产生非常小的电流。放大器被配置为具有带宽限制电容器的倒相跨导放大器。反馈电阻器可以处于所提供的增益在 1×10^9 和 1×10^{13} 之间的选定量程内。电容器被选择成允许检测器的指定瞬态响应,但是拒绝频率比期望瞬态响应高的噪声。为了进一步降低 $1/f$ 噪声,放大器由珀耳帖或者热电冷却器冷却。冷却器是最大 ΔT 为 94°C 的两级类型。冷却器的冷端与静电计放大器相接合,而其热端与检测器结构柱相接合。这一热配置中静电计放大器的超低温降低了输入偏压和补偿电流,从而在质谱仪主体处于其最高工作温度时将 $1/f$ 噪声分量降低到针对这一设备它们可实现的最低水平。这保证在最坏情况周围热状态下来自检测器的可能的最小噪声。

[0054] 以上在描述本发明的各实施方式时给出了参数的各种数值,包括但不限于压力级、材料、尺寸、电压和场强。应当理解,给出这些数值仅仅是作为示例而并不是限制。

[0055] 图 6 示出在没有氦的情况下因变于时间的质荷比为 4 的检测器输出信号的曲线图。该不稳定的信号是由于来自 C^{3+} 离子的干扰。

[0056] 图 7 示出在检漏器系统中的因变于电子动能的质谱仪信号的曲线图,其中该检漏器系统被示为密封的并且用 99.99999% 的纯氦从入口净化以确保没有氦气从空气中穿过真空泵回流。当电子动能达到约 92eV(电子伏特)时,尽管没有氦存在,但是质荷比为 4 的基线信号开始变得不稳定。这是 C^{3+} 离子在质谱仪离子源中开始形成的点,这可以在质谱仪检测器中观察到。

[0057] 使离子源在 C^{3+} 离子化阈值之下工作允许对氦漏率进行非常灵敏并且非常稳定的测量。由于离子源中的空间电荷限制以及质谱仪的无效率,这在现有技术设备中是不可能的。由就在灯丝表面外的低能电子引起的空间电荷限制了可从灯丝引出的最大电子电流。由电离室内的电子束引起的空间电荷可以捕获形成后的 He^+ 离子,并且因此降低将 He^+ 离子提取并且传输到检测器的效率,这限制了可用于产生离子的最大电子电流。用于检漏的现有技术质谱仪在通常为 100 伏特或者更高的高灯丝电压下工作,以确保足够数量的电子到达电离室以便产生足够数量的氦离子从而允许测量小的漏率,例如 $1E-10$ 或者更小。在现有技术检漏器中,在低灯丝偏压下工作不能使氦足够离子化从而不能获得实用的、高灵敏度的检漏质谱仪。与关于 C^{3+} 离子的发现相结合,本文中描述的离子源几何形状使得质谱仪在电离室和灯丝之间 25 到 92 伏特的差额电压下工作,其中该差额电压在碳的电离阈值之下但在氦的电离阈值之上,因而利用稳定并且精确的漏率测量实现了高灵敏度。图 2-5 的实施方式中的电离室由反射电极 180 和提取电极 174 限定。

[0058] 总之,质谱仪的离子源工作使得电离电子具有足以电离示踪气体但不足以形成非期望离子的能量,其中示踪气体通常为氦气,非期望离子在这一情况下是 C^{3+} 离子。在本文描述的示例中,离子源中的灯丝在相对于电离室的范围为 -25 到 -92 伏特的电子加速电势下偏置,以便提供具有比形成 C^{3+} 离子的电离能量小但足以形成 He^+ 离子的能量的电离电子。电子加速电势由灯丝 170、172 和电离室之间的电势差限定。为了建立电子加速电势,灯丝 170、172 相对于反射电极 180 和提取电极 174 负偏置。

[0059] 应当理解,本发明的各实施方式可用于不同的检漏器体系结构和不同的质谱仪结构以实现利用稳定并且精确的漏率测量的高灵敏度。因而,本发明并不限于图 1 的检漏器体系结构或者图 2-5 的质谱仪结构。然而,优选的实施方式是将本发明与图 2-5 的高灵敏度质谱仪相结合,以便从由对电离电子电流的空间电荷限制产生的受限电离效率和由低电子动能产生的降低电离效率获得可能最高 He^+ 信号。

[0060] 经过对本发明至少一个实施方式的若干方面进行描述,应当认识到,各种改变、更改和改进对本领域技术人员来说是容易进行的。这类改变、更改和改进旨在成为本公开的一部分,并且旨在在本发明的精神和范围之内。因此,以上描述和附图仅作为示例。

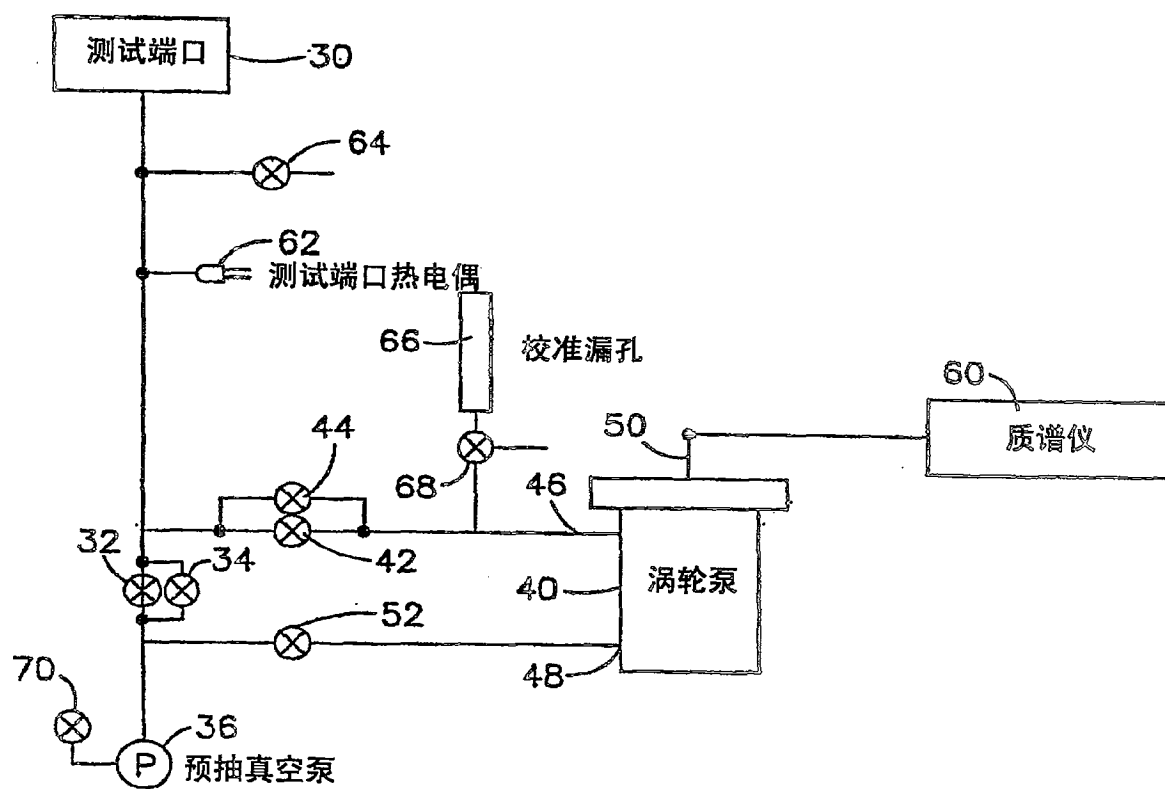


图 1

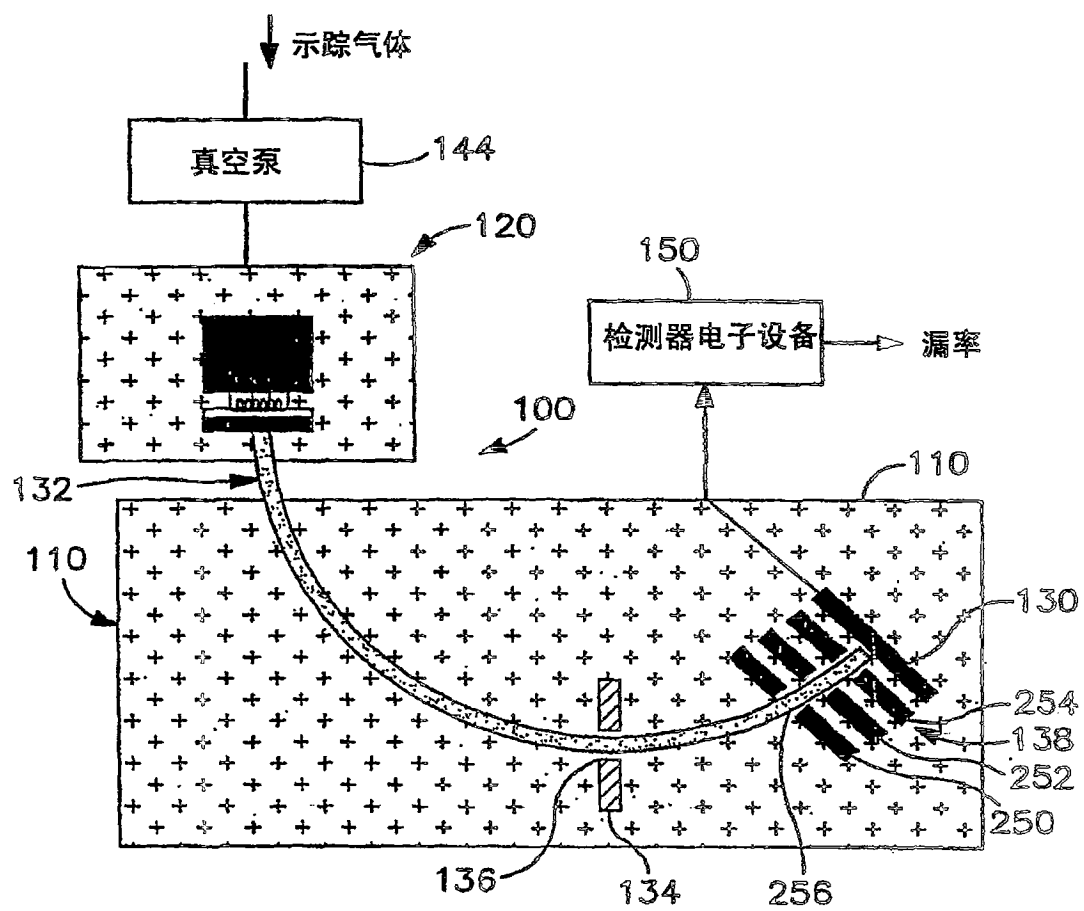


图 2

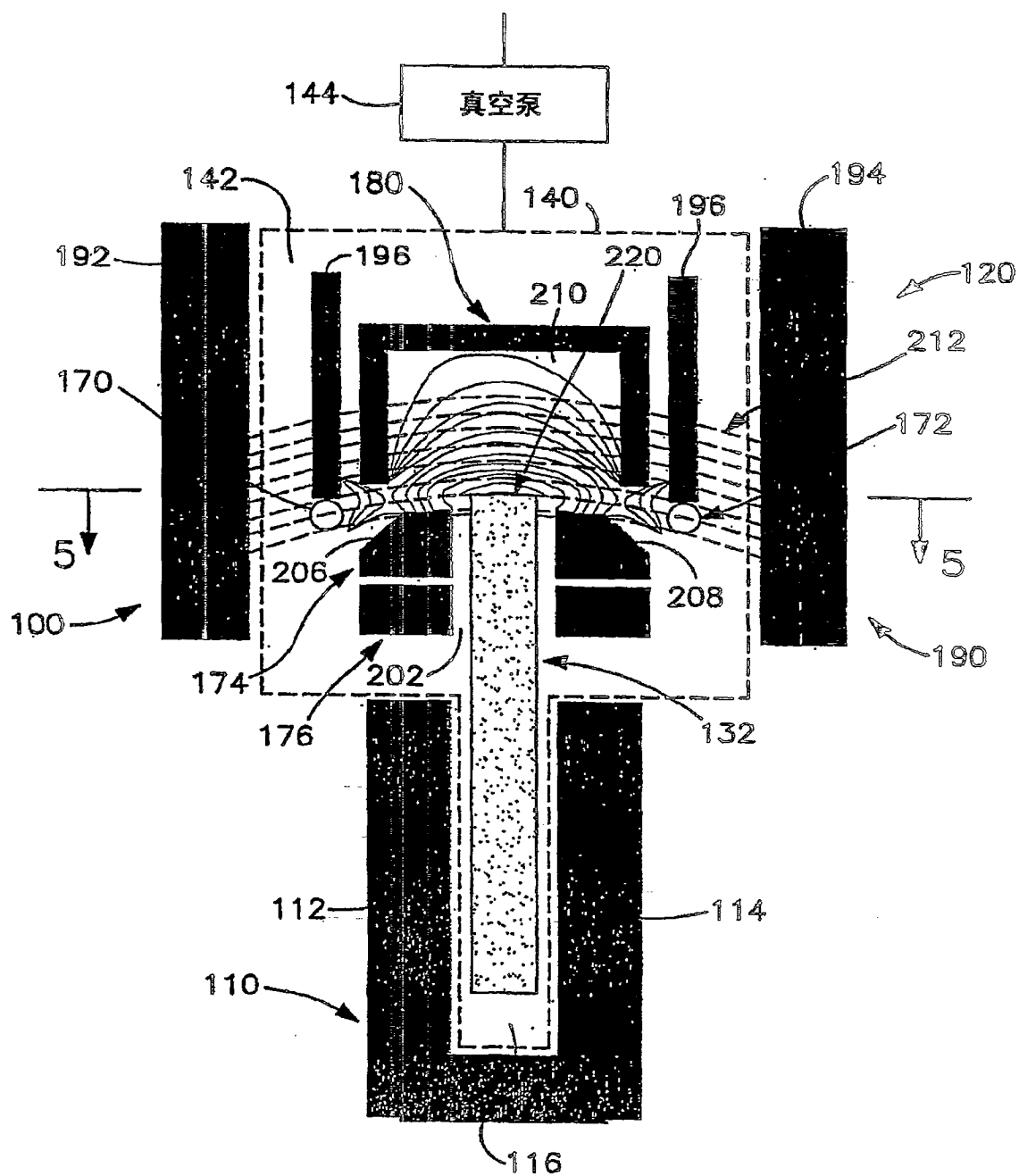


图 3

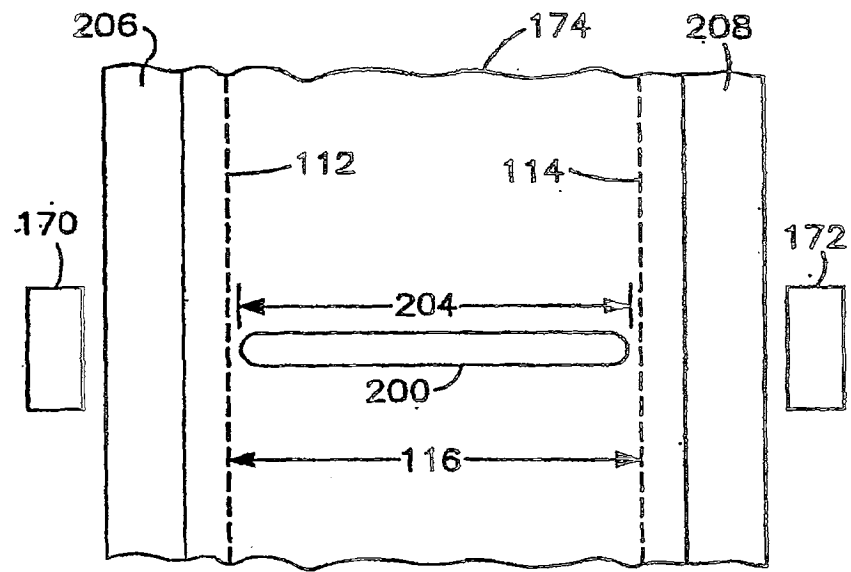


图 4

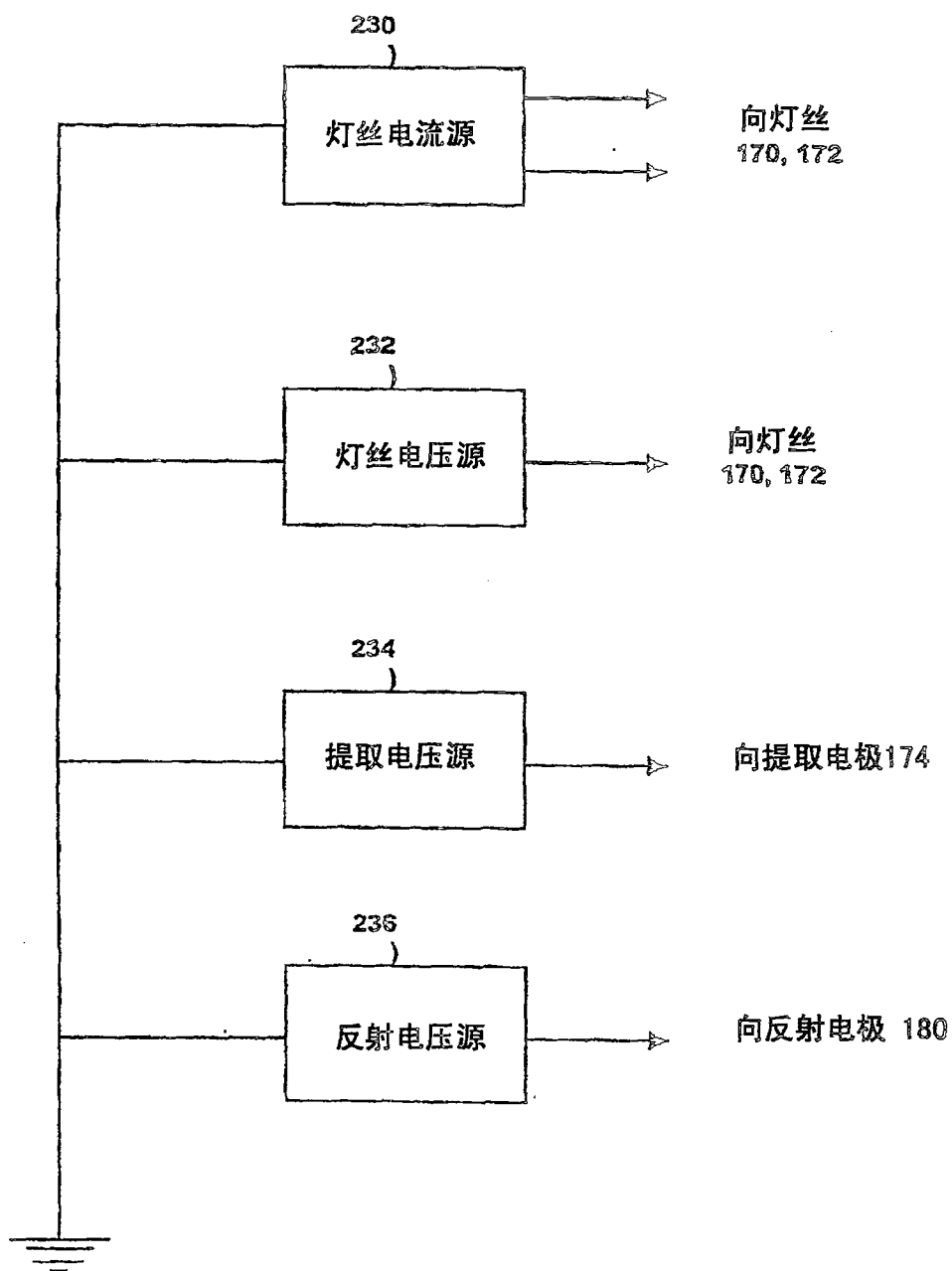


图 5

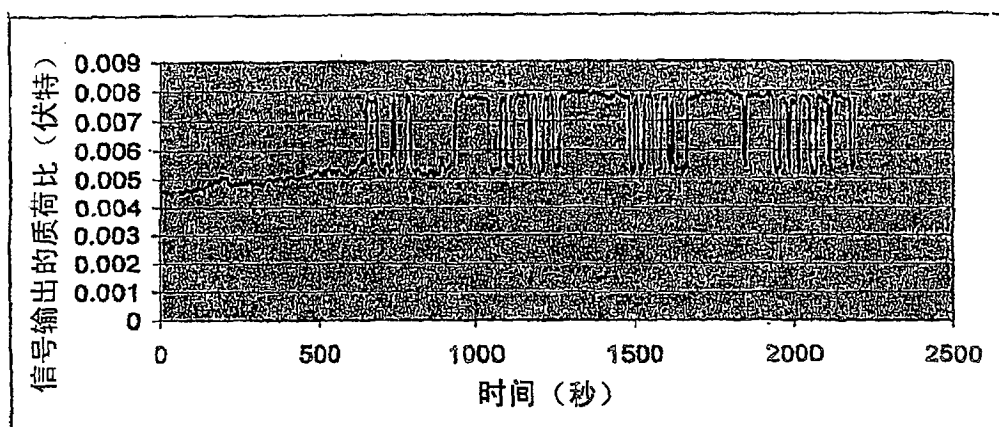


图 6

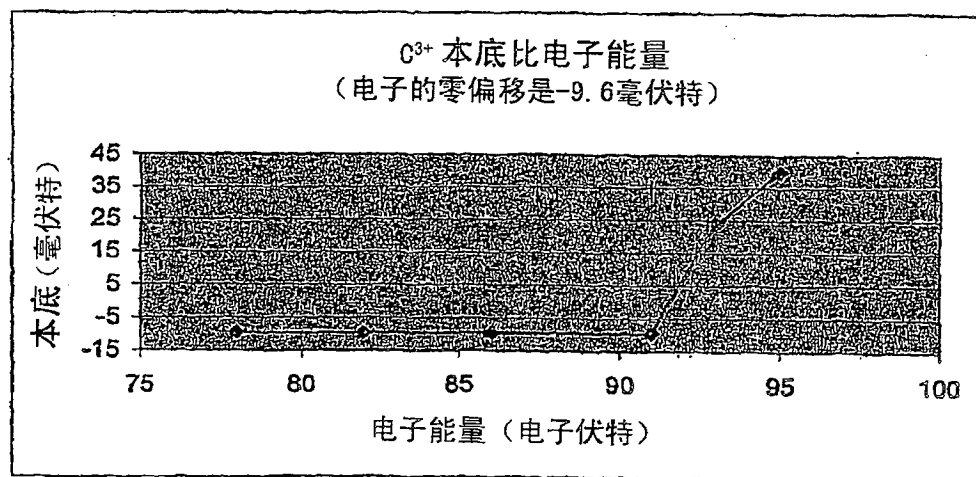


图 7