

# 质谱仪压差法进样装置的高精度 微小流量控制解决方案

## High-Precision Micro-Flow Control Solution for Pressure Difference Sampling Device of Mass Spectrometer

摘要：针对目前国内外各种质谱仪压差法进样装置无法准确控制进气流量，且无相应配套产品的问题，本文提出了相应的解决方案和配套部件。解决方案主要解决了制作更小流量毛细管和毛细管进气端真空压力精密控制问题，微流量毛细管的真空漏率可在 $-8$ 至 $-3\text{Pa}\cdot\text{m}^3/\text{s}$ 范围内定制，毛细管进样端的真空压力可在 $10\text{Pa}\sim 133\text{kPa}$ 范围内采用电动针阀调节控制，控制精度优于 $\pm 1\%$ ，此解决方案的最大特点是具有很强的灵活性和适用性可满足不同的应用场合。

### 1. 问题的提出

质谱仪进样常用的一种方法是采用毛细管，毛细管进样端连接待测环境中，毛细管出样端连接高真空状态下的质谱仪，利用毛细管两端的压力差将被测气体注入质谱仪而又不破坏质谱仪的高真空度，同时还要保证进样气体的流量以产生足够的离子数量而不影响质谱仪的灵敏度。另外，为实现精确监测与控制，需要质谱仪能够对不同的样品进行分析，但对于毛细管进样方式来说，其进样量会受到样品在毛细管流导的影响，因此当测试环境压力或待测组分发生变化时，进样流速会发生改变，从而影响了仪器的定量效果。由此可见，现有各种质谱仪的气体进样需要解决的是毛细管流量的可调节和控制问题，关键是要解决以下两个问题：

(1) 制造孔径更小的毛细管以减少流导，或制造进气流量更小的泄漏阀。

(2) 实现毛细管进样端的真空压力精密调节和控制，为毛细管提供可调节和可恒定控制的压力差，通过不同的进样气体压差来精密控制毛细管的进样气体流量。

为了解决质谱仪进样装置中毛细管的进气流量精密调节和控制问题，特别是解决微流量泄漏阀和压差精密控制问题，本文提出了一种可行的解决方案。

### 2. 解决方案

解决方案所涉及的质谱仪气体进样装置结构如图1所示，整个进样装置主要由低漏率毛细管和真空压力控制装置两部分组成，其中毛细管提供超低流量的进气通道，真空压力控制装置则在毛细管的进样端提供真空压力 $P_1$ 的精密恒定控制，由于 $P_1$ 压力远大于质谱仪真空度 $P_2$ ，由此在毛细管进样端形成可调的压差 $(P_1 - P_2)$ ，通过控制不同的压差可实现质谱仪进气流量的精密调节和控制。

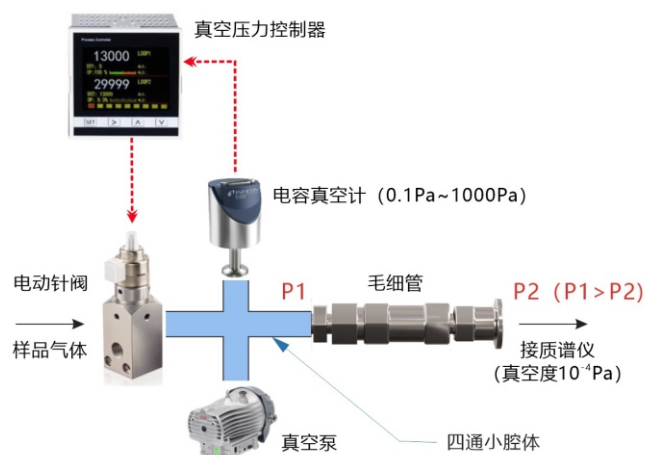


图1 压差法质谱仪气体进样装置结构示意图

解决方案中的关键技术之一是制作低漏率的毛细管（或泄漏阀），可以根据需要设计和定制相应漏率的毛细管，漏率范围为 $1 \times 10^{-8} \text{Pa} \cdot \text{m}^3/\text{s} \sim 1 \times 10^{-3} \text{Pa} \cdot \text{m}^3/\text{s}$ （1个大气压下），由此，通过所确定的漏率可准确知道毛细管的最大流量。另外，毛细管的接口形式同样可以根据需要进行定制以满足不同气体发生器和质谱仪的接口。

解决方案中的另一个关键技术是真空压力的精密控制，其目的是调节和控制毛细管进样端的真空压力，真空压力的调节范围为 $10 \text{Pa} \sim 133 \text{kPa}$ （绝对压力），由此形成可任意设定和精密恒定控制的压力差，控制流入质谱仪进样气体的精密气体流量。

图1所示是一个典型的进样端真空压力控制装置结构，主要由四通管件、电容真空计、电动针阀、真空压力控制器和真空泵组成，但在实际应用中还需根据不同要求明确以下配置：

（1）四通管件的作用是为毛细管进气端提供一个真空压力可控的小腔室，同时提供真空计、进气端、真空泵和质谱仪的连接口。

（2）四通管件内的真空压力控制范围为 $10 \text{Pa} \sim 133 \text{kPa}$ ，基本包括了负压和正压范围。如果进行如此宽量程范围的真空压力控制，则需要至少两只不同量程的电容真空计，如 $10 \text{Torr}$ 和 $1000 \text{Torr}$ ，由此可实现宽量程范围的真空度测量，测量精度可以达到读数的 $\pm 0.25\%$ 。

（3）图1所示的控制装置中只显示了四通管件进气端处的NCNV系列电动针阀，通过开启真空泵和调节此NCNV系列电动针阀的开度可实现 $10 \text{Pa} \sim 1 \text{kPa}$ 范围内的真空度精密控制。而在 $1 \text{kPa} \sim 133 \text{kPa}$ 真空压力范围内则需要真空泵前增加一个NCNV系列电动针阀，通过调节此电动针阀开度可实现上述低真空范围内精密控制，但同时要保持进气电动针阀为某一固定开度。

（4）图1所示的控制装置配备了一个VPC2021系列双通道真空压力控制，可同时连接两只真空计和两只电动针阀，由此可组成进气和排气流量的PID自动控制回路。同时控制器具有24位AD、16位DA和0.01%最小输出百分比，可有效保证真空压力控制精度优于读数的 $\pm 1\%$ 。

### 3. 总结

本解决方案彻底解决了质谱仪压差法气体进样的精密控制问题，并具有以下特点：

（1）质谱仪压差法是典型的气体进样控制方法，但并未见到成熟的解决方案和具体配套产品，本文解决方案可以很好实现产品化。

（2）本解决方案具有很强的灵活性和适用性，通过设计制作不同漏率的泄漏阀，或者采用不同漏率泄漏阀的并联结构，可组成灵活的进样装置和适用于不同的具体测量应用。

（3）真空压力控制装置可进行负压和微正压范围内的精密调节和控制，可以满足不同产气装置与质谱仪的连接。

（4）本解决方案的重要特点之一是真空压力的高精度控制，由此可实现压差的精密控制，从而实现质谱仪进样气体流量的准确控制，更有效的保证了质谱仪的测量灵敏度。