



(12) 发明专利

(10) 授权公告号 CN 111223746 B

(45) 授权公告日 2021.02.09

(21) 申请号 201811426678.0

(22) 申请日 2018.11.27

(65) 同一申请的已公布的文献号
申请公布号 CN 111223746 A

(43) 申请公布日 2020.06.02

(73) 专利权人 中国科学院大连化学物理研究所
地址 116023 辽宁省大连市沙河口区中山
路457-41号

(72) 发明人 花磊 李函蔚 陈平 李海洋

(74) 专利代理机构 沈阳科苑专利商标代理有限公司 21002

代理人 马驰

(51) Int. Cl.

H01J 49/06 (2006.01)

H01J 49/26 (2006.01)

(56) 对比文件

EP 1763062 A2, 2007.03.14

WO 2015104573 A1, 2015.07.16

CN 207868162 U, 2018.09.14

CN 101075546 A, 2007.11.21

CN 106571285 A, 2017.04.19

CN 108091544 A, 2018.05.29

CN 206541795 U, 2017.10.03

EP 2626888 A1, 2013.08.14

王卫国等. 有机污染物的在线测量新技术和新应用.《高效、优质、低耗、安全、环保——第6届中国在线分析仪器应用及发展国际论坛暨展览会论文集》.2013,

审查员 孙金岭

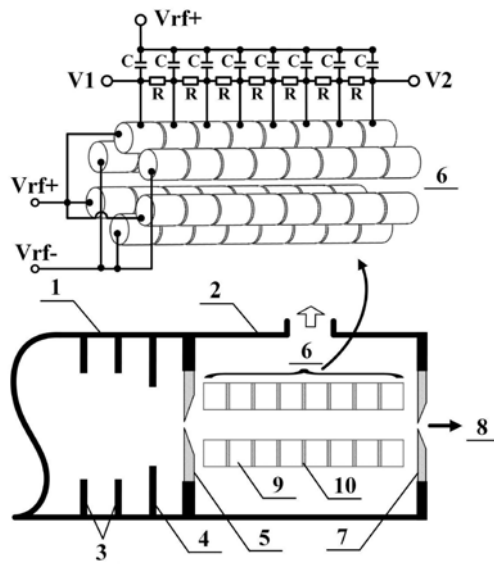
权利要求书1页 说明书4页 附图3页

(54) 发明名称

一种离子迁移谱-质谱联用的离子传输接口

(57) 摘要

本发明涉及质谱分析仪器,具体的说是一种离子迁移谱-质谱联用的离子传输接口,包括位于间隔的腔体壁左右二侧的密闭离子迁移谱腔体和密闭多极杆腔体;于多极杆腔体内部设置有分段多极杆;分段多极杆包括4根、6根或8根形状和尺寸相同、相互间隔、以质谱进样电极的离子通孔的轴线为中心轴沿圆周等距分布、平行设置的金属圆杆,每根金属圆杆均由2块或3块以上同轴设置的圆柱形多极杆分段电极和1块或2块以上同轴设置的分段电极隔垫依次相互交替间隔构成。本发明的离子迁移谱-质谱联用离子传输接口使经离子迁移谱分离后的离子团在传输过程中保持原有的时间和空间上的分离,进而实现离子迁移谱-质谱的高效联用和离子的高效传输。



1. 一种离子迁移谱-质谱联用的离子传输接口,包括位于间隔的相邻的密闭离子迁移谱腔体(1)和密闭多极杆腔体(2);于离子迁移谱腔体(1)内部从左至右依次设置有离子迁移区电极(3)和聚焦电极(4);于多极杆腔体(2)内部设置有分段多极杆(6);于多极杆腔体(2)上侧壁上开设有真空接口,其特征在于:

离子迁移区电极(3)为1块或2块以上相互间隔、平行设置的板式结构电极,其中心部位设置有同轴的离子通孔;聚焦电极(4)为中心带有离子通孔的板式结构,且聚焦电极(4)的中心离子通孔内径小于离子迁移区电极(3)的中心离子通孔内径;

于离子迁移谱腔体(1)和多极杆腔体(2)的腔体壁上开设有通孔,通孔内设置有与其内壁面密闭连接的质谱进样电极(5),且质谱进样电极(5)位于远离离子迁移区电极(3)的聚焦电极(4)一侧;质谱进样电极(5)为中心带有离子通孔的板式结构或环状结构;离子迁移区电极(3)、聚焦电极(4)和质谱进样电极(5)相互间隔、通孔同轴、平行设置;

于离子迁移区电极(3)的最右侧一块电极、聚焦电极(4)和质谱进样电极(5)上依次加载不同的电压,在离子迁移区电极(3)、聚焦电极(4)和质谱进样电极(5)之间的中心通孔处形成电场强度逐渐增强的非均匀离子聚焦电场;

分段多极杆(6)包括4根、6根或8根形状和尺寸相同、相互间隔、以质谱进样电极的离子通孔的轴线为中心轴沿圆周等距分布、平行设置的金属圆杆,每根金属圆杆均由2块或3块以上同轴设置的圆柱形多极杆分段电极(9)和1块或2块以上同轴设置的分段电极隔垫(10)依次相互交替间隔构成;多极杆分段电极(9)和分段电极隔垫(10)相互同轴、平行设置;

4根、6根或8根分段多极杆(6)的左端面处于同一平面上,右端面处于同一平面上,4根、6根或8根分段多极杆(6)围成一圆筒形,左侧端面为入口端、右侧端面为出口端;

于分段多极杆(6)所有相邻的金属圆杆上分别施加相位差 180° 的 V_{rf+} 、 V_{rf-} 射频电压,同一金属圆杆的所有多极杆分段电极(9)上的射频电压相同;于径向上处于同一平面的所有金属圆杆的多极杆分段电极(9)上施加相同的直流电压,在轴向上相邻多极杆分段电极(9)之间通过串联电阻分压,使分段多极杆(6)从入口端到出口端每段电极上的直流电压从 V_1 逐步降低到 V_2 ,在分段多极杆(6)中心区域形成轴向静电场;

分段多极杆(6)的入口端靠近质谱进样电极(5)设置;于分段多极杆(6)的出口端一侧的多极杆腔体(2)壁上设置有多极杆出口电极(7),多极杆出口电极(7)为中心带有离子通孔的板式结构;质谱进样电极(5)、分段多极杆(6)端面和多极杆出口电极(7)相互间隔、平行设置;质谱进样电极(5)通孔、多极杆出口电极(7)通孔和分段多极杆(6)围成的圆筒同轴。

2. 根据权利要求1所述的一种离子迁移谱-质谱联用的离子传输接口,其特征在于:

多极杆腔体(2)通过多极杆出口电极(7)上的中心通孔与质谱仪的质量分析器(8)相连;质量分析器(8)为飞行时间质量分析器、四极杆质量分析器、离子阱质量分析器或磁式质量分析器。

3. 根据权利要求1所述的一种离子迁移谱-质谱联用的离子传输接口,其特征在于:

分段电极隔垫(10)为绝缘材料制成,使分段多极杆(6)的同一金属圆杆上相邻的多极杆分段电极(9)相互绝缘。

一种离子迁移谱-质谱联用的离子传输接口

技术领域

[0001] 本发明涉及质谱分析仪器,特别涉及离子迁移谱-质谱联用仪器,具体的说是一种离子迁移谱-质谱联用的离子传输接口。

背景技术

[0002] 质谱(Mass Spectrometry,MS)分析是一种通过测量物质离子的质荷比(质量-电荷比)获取物质的分子质量信息,以实现物质分子的化学组成进行定性和定量分析的方法。MS分析的普适性好,分辨率和灵敏度高,定性能力强,而且分析速度快,是分析测试领域中应用最为广泛的一种分析方法。然而,在含有同分异构体的复杂混合物体系中,由于同分异构体具有相同的元素组成、不同的空间结构,其分子质量完全相同,单纯依靠MS技术难以进行准确区分。离子迁移谱(Ion Mobility Spectrometry,IMS)是一种根据不同物质带电离子在较高气压下气相电场中离子迁移率的差异,实现物质化学组成分离分析的技术。由于离子迁移率与物质分子的空间结构相关,因此,IMS可用于分辨分子质量相同但空间结构不同的同分异构体。将具有物质分子空间结构分辨能力的IMS与能够精确测量物质分子质量的MS相结合,可实现复杂混合物快速分析。

[0003] IMS分析需要工作在较高的气压下,使气相离子同时受到电场和背景气体分子碰撞的共同作用,以产生离子迁移率的差异;而MS分析则需要高真空的环境中利用电场/磁场控制离子的飞行,避免离子与背景气体分子之间发生碰撞。当IMS与MS联用时,离子需要从高压的IMS迁移管向高真空的MS质量分析器中进行传输,在传输过程中,离子通过多级差分真空的接口时会与背景气体分子之前发生剧烈的碰撞,使离子产生能量发散和空间发散,将极大影响离子的传输效率。目前,通常采用射频(Radio Frequency,RF)多极杆作为高压环境下的离子与质谱高真空环境之间的离子传输接口,对离子束产生“冷却”和径向汇聚的效果。然而,在传统RF多极杆中,每根极杆都是由整段的金属长杆构成,在多极杆中心轴线处无轴向传输电场。离子在多极杆内部RF电场作用下与背景气体分子间碰撞“冷却”和径向汇聚的同时,其轴向飞行速度减慢,轴向的时间和空间分散增大,致使原本经IMS分离的离子团在多极杆内部发生严重的交叠,会造成后端MS检测和分辨的困难。

[0004] 基于此,本发明采用了分段式RF多极杆作为IMS与MS的联用接口,通过在分段式RF多极杆上施加不同的RF和直流电压,于原有RF电场的基础上叠加轴向静电场,借助所施加的轴向静电场加快离子的轴向飞行速度,使相同条件下入射的离子团在多极杆出口处仍能保持原有时间和空间上的分离,并保证较高的离子传输效率。

发明内容

[0005] 本发明的目的在于提供一种离子迁移谱-质谱联用的离子传输接口,使经离子迁移谱分离后的离子团在传输过程中保持原有的时间和空间上的分离,实现离子迁移谱-质谱的高效联用和离子的高效传输。

[0006] 为实现上述目的,本发明采用的技术方案为:

[0007] 本发明的一种离子迁移谱-质谱联用的离子传输接口,包括位于间隔的腔体壁左右二侧的密闭离子迁移谱腔体和密闭多极杆腔体;于离子迁移谱腔体内部从左至右依次设置有离子迁移区电极和聚焦电极;于多极杆腔体内部设置有分段多极杆;于多极杆腔体上侧壁上开设有真空接口;

[0008] 离子迁移区电极为1块或2块以上相互间隔、平行设置的板式结构电极,其中心部位设置有同轴的离子通孔;聚焦电极为中心带有离子通孔的板式结构,且聚焦电极的中心离子通孔内径小于离子迁移区电极的中心离子通孔内径;

[0009] 于离子迁移谱腔体和多极杆腔体间隔的腔体壁上开设有通孔,通孔内设置有与其内壁面密闭连接的质谱进样电极,且质谱进样电极位于远离离子迁移区电极的聚焦电极一侧;质谱进样电极为中心带有离子通孔的板式结构或环状结构;离子迁移区电极、聚焦电极和质谱进样电极相互间隔、通孔同轴、平行设置;

[0010] 于离子迁移区电极的最右侧一块电极、聚焦电极和质谱进样电极上依次加载不同的电压,在离子迁移区电极、聚焦电极和质谱进样电极之间的中心通孔处形成电场强度逐渐增强的非均匀离子聚焦电场;

[0011] 分段多极杆包括4根、6根或8根形状和尺寸相同、相互间隔、以质谱进样电极的离子通孔的轴线为中心轴沿圆周等距分布、平行设置的金属圆杆,每根金属圆杆均由2块或3块以上同轴设置的圆柱形多极杆分段电极和1块或2块以上同轴设置的分段电极隔垫依次相互交替间隔构成;多极杆分段电极和分段电极隔垫相互同轴、平行设置;

[0012] 4根、6根或8根分段多极杆的左端面处于同一平面上,右端面处于同一平面上,4根、6根或8根分段多极杆围成一圆筒形,左侧端面为入口端、右侧端面为出口端;

[0013] 于分段多极杆所有相邻的金属圆杆上分别施加相位差 180° 的 V_{rf+} 、 V_{rf-} 射频电压,同一金属圆杆的所有多极杆分段电极上的射频电压相同;于径向上处于同一平面的所有金属圆杆的多极杆分段电极上施加相同的直流电压,在轴向上相邻多极杆分段电极之间通过串联电阻分压,使分段多极杆从入口端到出口端每段电极上的直流电压从 V_1 逐步降低到 V_2 ,在分段多极杆中心区域形成轴向静电场;

[0014] 分段多极杆的入口端靠近质谱进样电极设置;于分段多极杆的出口端一侧的多极杆腔体壁上设置有多极杆出口电极,多极杆出口电极为中心带有离子通孔的板式结构;质谱进样电极、分段多极杆端面和出口电极相互间隔、平行设置;质谱进样电极通孔、多极杆出口电极通孔和分段多极杆围成的圆筒同轴。

[0015] 多极杆腔体通过多极杆出口电极上的中心通孔与质谱仪的质量分析器相连;质量分析器为飞行时间质量分析器、四极杆质量分析器、离子阱质量分析器或磁式质量分析器。

[0016] 分段电极隔垫为绝缘材料制成,使分段多极杆的同一金属圆杆上相邻的多极杆分段电极相互绝缘。

[0017] 本发明的离子迁移-质谱联用离子传输接口通过在离子迁移区电极与质谱进样电极之间设置聚焦电极,使聚焦电极的中心离子通孔内径小于离子迁移区电极的中心离子通孔内径,并在离子迁移区出口电极、聚焦电极和质谱进样电极上加载不同的直流电压,形成电场强度逐渐增强的非均匀离子聚焦电场,从而提高离子从IMS经质谱进样电极中心小孔进入MS的离子传输效率。通过将分段式结构的多极杆作为IMS与MS的联用接口,于径向上处于同一平面的所有金属圆杆的多极杆分段电极上施加相同的直流电压,并使轴向上相邻多

极杆分段电极之间的直流电压不同,在分段多极杆中心轴向上形成静电场,从而借助所施加的轴向静电场加快离子的轴向飞行速度,使相同条件下入射的离子团在多极杆出口处仍能保持原有时间和空间上的分离,并保证较高的离子传输效率。

附图说明

[0018] 图1为本发明的离子迁移谱-质谱联用离子传输接口的结构及工作原理示意图。

[0019] 图2为本发明的一种分段多极杆由4根金属圆杆组成的离子迁移谱-质谱联用离子传输接口的结构及工作原理示意图。

[0020] 图3为本发明实施例1中离子飞行轨迹的SIMION模拟图。

具体实施方式

[0021] 请参阅图1,为本发明的结构及工作原理示意图。本发明的一种离子迁移谱-质谱联用的离子传输接口,包括位于间隔的腔体壁左右二侧的密闭离子迁移谱腔体1和密闭多极杆腔体2;于离子迁移谱腔体1内部从左至右依次设置有离子迁移区电极3和聚焦电极4;于多极杆腔体2内部设置有分段多极杆6;于多极杆腔体2上侧壁上开设有真空接口;

[0022] 离子迁移区电极3为1块或2块以上相互间隔、平行设置的板式结构电极,其中心部位设置有同轴的离子通孔;聚焦电极4为中心带有离子通孔的板式结构,且聚焦电极4的中心离子通孔内径小于离子迁移区电极3的中心离子通孔内径;

[0023] 于离子迁移谱腔体1和多极杆腔体2间隔的腔体壁上开设有通孔,通孔内设置有与其内壁面密闭连接的质谱进样电极5,且质谱进样电极5位于远离离子迁移区电极3的聚焦电极4一侧;质谱进样电极5为中心带有离子通孔的板式结构或环状结构;离子迁移区电极3、聚焦电极4和质谱进样电极5相互间隔、通孔同轴、平行设置;

[0024] 分段多极杆6包括4根、6根或8根形状和尺寸相同、相互间隔、以质谱进样电极的离子通孔的轴线为中心轴沿圆周等距分布、平行设置的金属圆杆,每根金属圆杆均由2块或3块以上同轴设置的圆柱形多极杆分段电极9和1块或2块以上同轴设置的分段电极隔垫10依次相互交替间隔构成;多极杆分段电极9和分段电极隔垫10相互同轴、平行设置;

[0025] 4根、6根或8根分段多极杆6的左端面处于同一平面上,右端面处于同一平面上,4根、6根或8根分段多极杆6围成一圆筒形,左侧端面为入口端、右侧端面为出口端;

[0026] 分段多极杆6的入口端靠近质谱进样电极5设置;于分段多极杆6的出口端一侧的多极杆腔体2壁上设置有多极杆出口电极7,多极杆出口电极7为中心带有离子通孔的板式结构;质谱进样电极5、分段多极杆6端面和多极杆出口电极7相互间隔、平行设置;质谱进样电极5通孔、多极杆出口电极7通孔和分段多极杆6围成的圆筒同轴。

[0027] 多极杆腔体2通过多极杆出口电极7上的中心通孔与质谱仪的质量分析器8相连;质量分析器8为飞行时间质量分析器、四极杆质量分析器、离子阱质量分析器或磁式质量分析器。

[0028] 分段电极隔垫10为绝缘材料制成,使分段多极杆6的同一金属圆杆上相邻的多极杆分段电极9相互绝缘。

[0029] 应用时,于离子迁移区电极3的最右侧一块电极、聚焦电极4和质谱进样电极5上依次加载不同的电压,在离子迁移区电极3、聚焦电极4和质谱进样电极5之间的中心通孔处形

成电场强度逐渐增强的非均匀离子聚焦电场。IMS中不同的离子按照离子迁移率不同得到分离,并在离子迁移区电极3、聚焦电极4和质谱进样电极5之间中心通孔处非均匀离子聚焦电场的作用下,产生汇聚,依次经质谱进样电极5的中心小孔进入多极杆腔体2。于分段多极杆6所有相邻的金属圆杆上分别施加相位差 180° 的 V_{rf+} 、 V_{rf-} 射频电压,同一金属圆杆的所有多极杆分段电极9上的射频电压相同;于径向上处于同一平面的所有金属圆杆的多极杆分段电极9上施加相同的直流电压,在轴向上相邻多极杆分段电极9之间通过串联电阻分压,使分段多极杆6从入口端到出口端每段电极上的直流电压从 V_1 逐步降低到 V_2 ,在分段多极杆6中心区域形成轴向静电场。进入分段多极杆6内部的离子,一方面,在射频电场的作用下,与背景气体分子之间不断碰撞降低能量发散,产生“冷却”效果,同时向分段多极杆6轴线汇聚;另一方面,受到轴向静电场的加速作用,离子整体沿轴线的飞行速度加快,大大减少其在分段多极杆6内部的停留时间和轴向的空间发散,能够在保证较高的离子传输效率的同时,仍能保持原有时间和空间上的分离。

[0030] 实施例1

[0031] 本发明的其中一种分段多极杆由4根金属圆杆组成的离子迁移谱-质谱联用离子传输接口,见图2所示。分段多极杆的每根金属圆杆由8块同轴设置的圆柱形多极杆分段电极和7块同轴设置的分段电极隔垫依次相互交替间隔构成。针对本发明所述的离子迁移谱-质谱联用离子传输接口性能的考查,使用SIMION软件对离子在传统非分段式四极杆和分段式四极杆中的飞行轨迹进行了模拟。初始离子定义:在传统非分段式四极杆和分段式四极杆的入口端分别定义了三个相同的、轴向空间上相互分离的离子片。四极杆电压定义:于传统非分段式四极杆的相邻金属圆杆上分别施加相位 180° 的 V_{rf+} 、 V_{rf-} 射频电压;于分段式四极杆所有相邻的金属圆杆上分别施加相位差 180° 的 V_{rf+} 、 V_{rf-} 射频电压,同一金属圆杆的所有四极杆分段电极上的射频电压相同,同时于分段式四极杆径向上处于同一平面的所有金属圆杆的多极杆分段电极上施加相同的直流电压,分段式四极杆从入口端到出口端每段电极上的直流电压依次降低。离子飞行轨迹的模拟结果对比如图3所示,可见,传统非分段式四极杆由于没有轴向电压,离子在碰撞“冷却”和沿轴线汇聚的同时,轴向空间分散增大,由于其轴向飞行速度减慢,轴向的时间和空间分散增大,致使原本经IMS分离的离子团在四极杆内部发生严重的交叠。在分段式四极杆中,由于离子受到轴向静电场的加速作用,离子整体沿轴线的飞行速度加快,大大减少其在四极杆内部的停留时间和轴向的空间发散,能够保持原有时间和空间上的分离。

[0032] 以上所述仅是本发明的较佳实施方式,凡依本发明专利申请范围所述的构思、构造及原理所做的变化或修饰,均包括在本发明专利申请范围内。

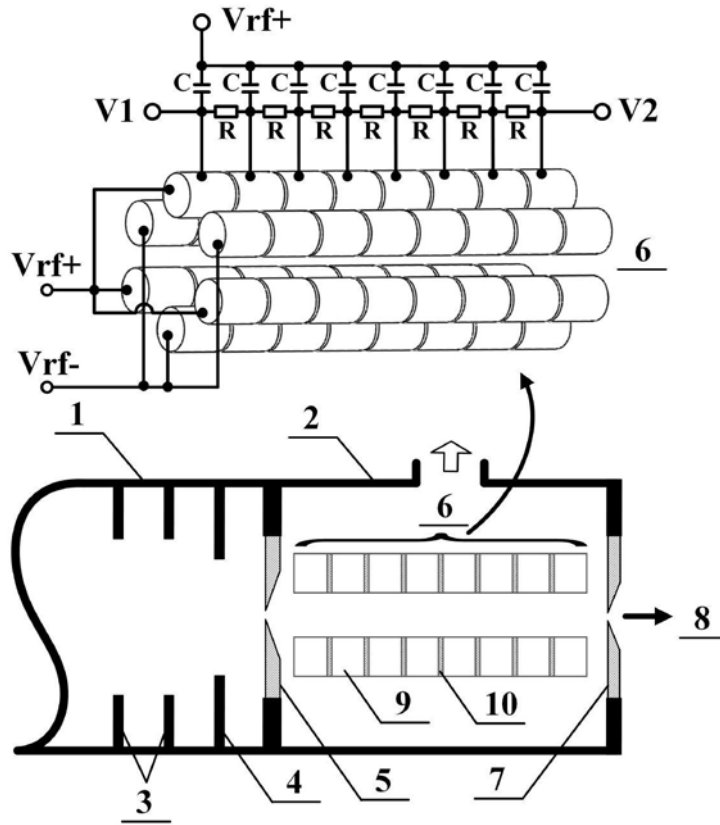


图1

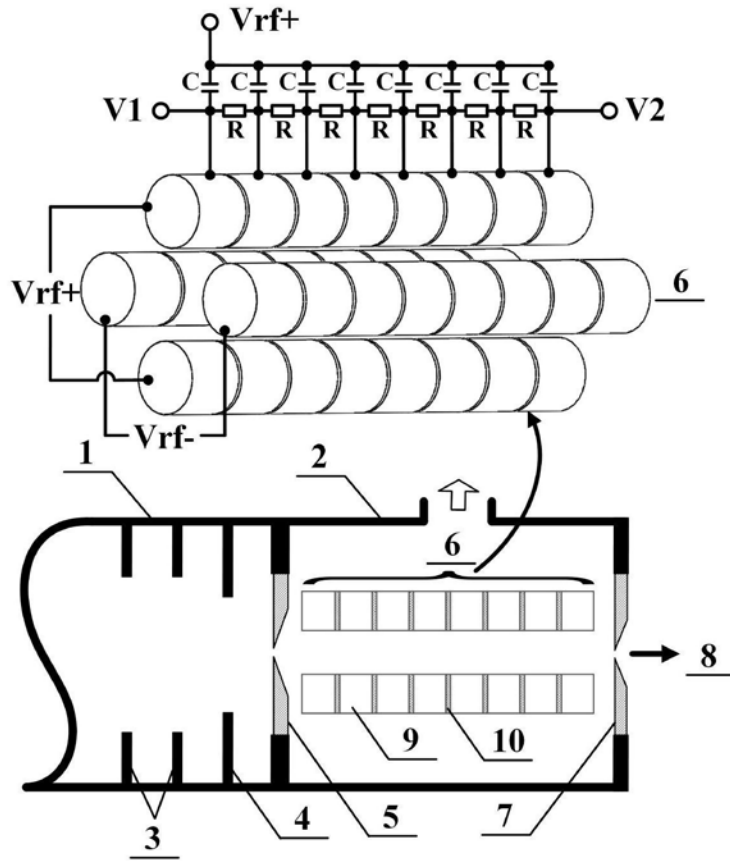


图2

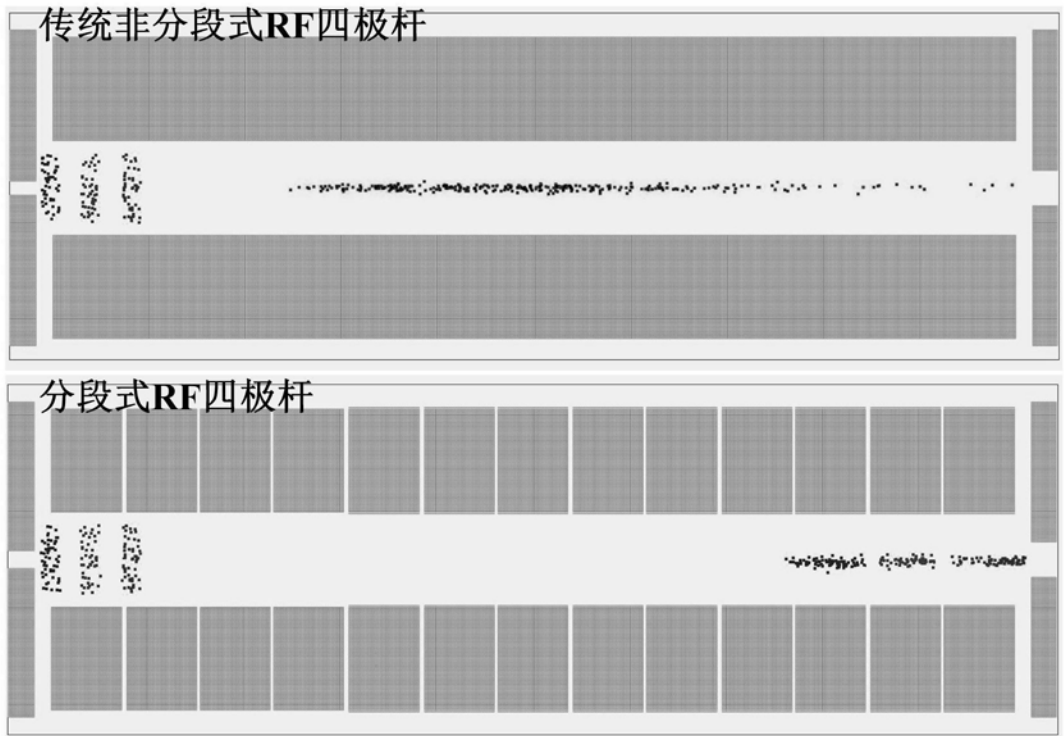


图3