

附件 4. 四极质谱实验方案

一、实验原理

离子在四极质谱计（四极杆）中四极场运动，其受到的电场力可以表示为：

$$F_x = -e \left(\frac{d\Phi}{dx} \right) = -e \frac{\Phi_0 x}{r_0^2}$$

结合牛顿第二定律：

$$F_x = ma_0 = m \left(\frac{d^2 x}{dt^2} \right) = -e \frac{\Phi_0 x}{r_0^2}$$

离子运动方程：

$$\left(\frac{d^2 x}{dt^2} \right) + \left(\frac{2eU}{mr_0^2} + \frac{2eV \cos \Omega t}{mr_0^2} \right) x = 0$$

早在 1860 年代，数学家 Emile Mathieu 就研究过这种类型的微分方程，这类方程就称为马修方程。

x 方向和 y 方向四极杆上加有反向直流和射频交流分量电压（势） $(U - V \cos \Omega t)$ 或 $-(U - V \cos \Omega t)$ ，使得一定质量电荷比的离子可稳定的通过四极杆质量过滤器（离子能够稳定地通过四极电场），而不会撞上或逸出四极杆，可将离子根据质量电荷比进行过滤分类，归纳成质谱。

二、实验仪器及设备

宜准 VQP01 真空平台

该装置是一台质谱图分析综合实验装置，可以完成四极质谱仪分析等多项实验项目。并且该装置有四个功能部分构成：

- （1）真空腔体：用于抽取真空，充入惰性气体，以便测试。
- （2）分子泵及其电源：可以抽取腔体内压强低于 10^{-3} Pa，以进行质谱实验。
- （3）空气（或氩气、氦气、氮气）的送气与调节系统，以及气压测量。
- （4）四极质谱仪：四极质谱计是一种分压力测量仪器，其线性上限一般为 10^{-2} Pa，通过数据线连接电脑，运用专门软件 VAccuRay3.0 进行实验操作。

三、实验内容与步骤

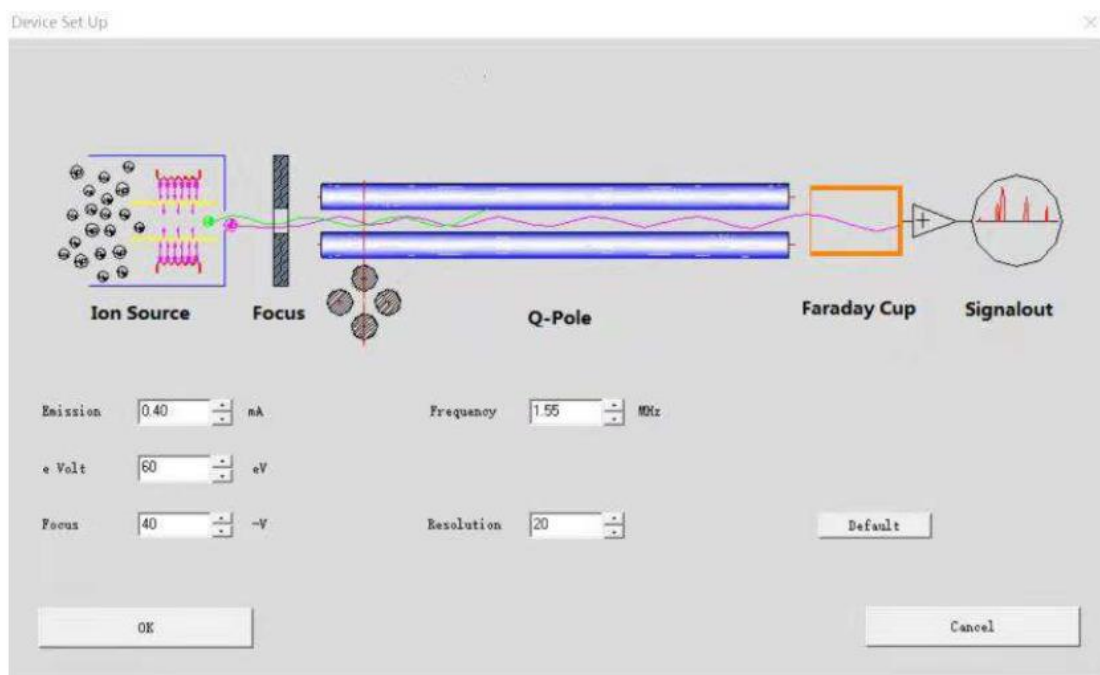
1、实验内容

（1）真空腔体抽取到 5.0×10^{-2} Pa 以下后运用四极质谱仪以及 VAccuRay3.0 软件进行实验，并记录实验数据（质谱）。

2、实验步骤

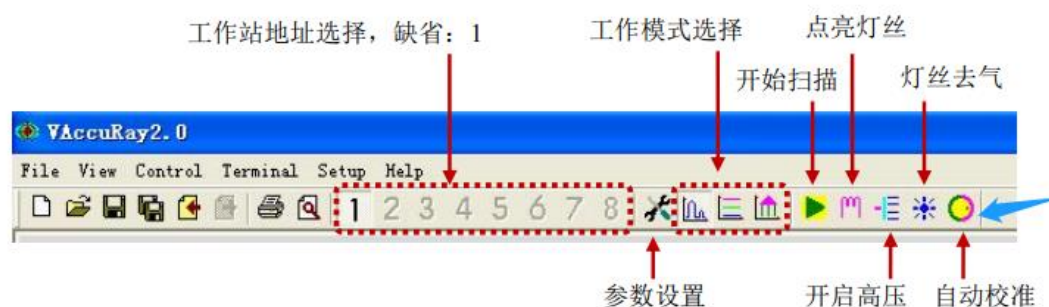
- （1）因该试验台为综合性试验台，实验前需检查真空腔体与电源之间的电路连接是否可靠；电压调节旋钮最小位置气体流量置。
- （2）检查高压电源开关以及分子泵是否处于断状态，检查四极质谱仪电源是否连接，数据线是否连接电脑。
- （3）检查真空腔体气密性，应急开关是否处于断状态。
- （4）打开电源总关。
- （5）开启机械泵，抽真空至 10Pa 以下，大约需要 10 分钟。
- （6）机械泵抽取压强至 10^{-2} Pa 以下后才能打开分子泵电源，等待以后才能打开分子泵电源，等待 5 秒钟后，按分钟按钮，按分子泵电源面板上的绿色按

- 钮，进行分运（此时转速会从 450 转降至 68 转左右进行自检，后开始从 68 转上升至 450 转）。
- (7) 观察真空计显示屏，待分子泵抽取 $5.0 \times 10^{-2} \text{Pa}$ 以下再打开四极质谱仪。
- (8) 继续抽取真空，待压强低于 10^{-3} 后，可通过气阀加入适量 He、Ne、Ar 等气体，便于通过软件观察各质谱图。（切记加入后压强勿超 $5.0 \times 10^{-2} \text{Pa}$ ，若超过该压强，则需继续抽气至低于才能通软件打开质谱仪灯丝，否则将严重损坏质谱仪灯丝）
- (9) 打开测试软件 VAccuRay3.0 进行实验。
- (10) 打开软件后点击右键，选择 Device setup, Device setup，出现以下界面：首次试验不用 改变任何参数，直接点击 OK。



（四极质谱仪用于测量混合气体组份中各成分的分压强。基本原理与过程包括：离子源将气体分子电离成离子或离子团，四极杆将离子根据质量电荷比进行过滤分类，电控单元测量每种质荷比的离子数量，归纳成质谱。）

- (11) 然后点击任务栏灯丝选项



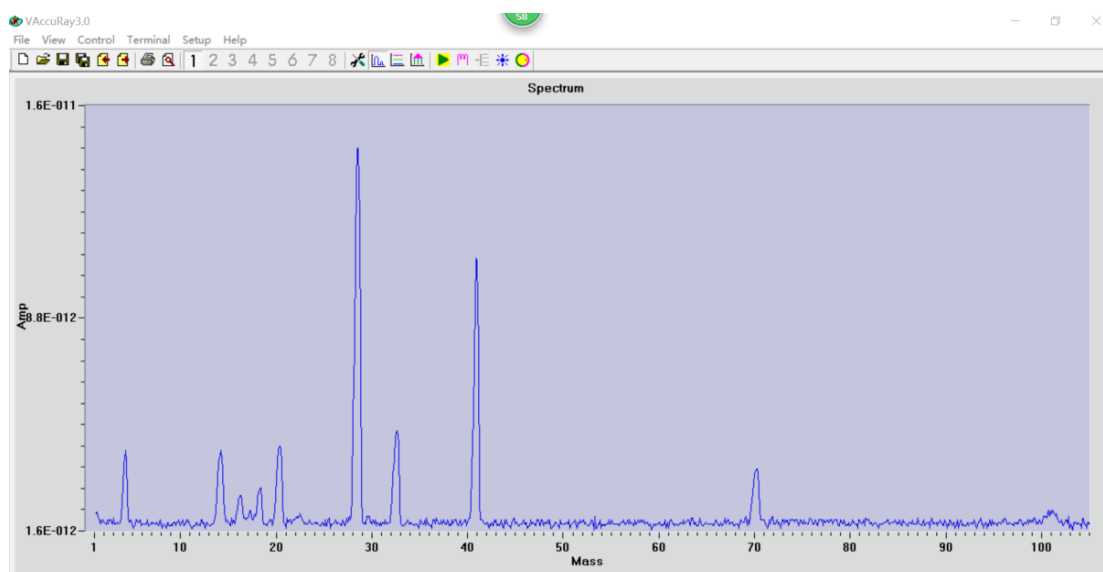
此时会出现“Be Sure pressure Less Than $5.0 \times 10^{-2} \text{Pa}$.”提示，观察真空计确定真空度低于该提示值是才能点击确定，否则将损坏四极质谱仪的灯丝，发生危险。

- (12) 点击确认后会出现 Spectrum 质谱图（注意 7 号机需要接着开启高压 CEM 按钮才会出现质谱图），此时即可通过各种粒子的相对分质量确定气体的波峰。
- (13) 右键，选择 Calculate Width，进行波峰计算，并记录相似数值。
- (14) 记录数据后返回质谱图界面，右键，选择 Device setup，改变参数 resolution 为 30、

- 40、50...100（此处以100为例），如下图
- (15) 点击 OK 后，重复 (10) (11) (12) (13) 步骤，并记录数据。
- (16) 之后可改变数据 Emission、e Volt、等参数进行上述 (10) (11) (12) (13) 步骤实验并记录数据，因实验步骤相同，此处可由任课教师任选两组参数改变数值进行实验
- (17) 实验结束后，先按分子泵电源面板处红色按钮，待转速降为 0 时，才能断开分子泵电源开关，断开分子泵电源开关后才能断开机机械泵开关，顺序切勿颠倒，否则将损坏分子泵，最后关闭总电源。
- (18) 整理数据，进行总结

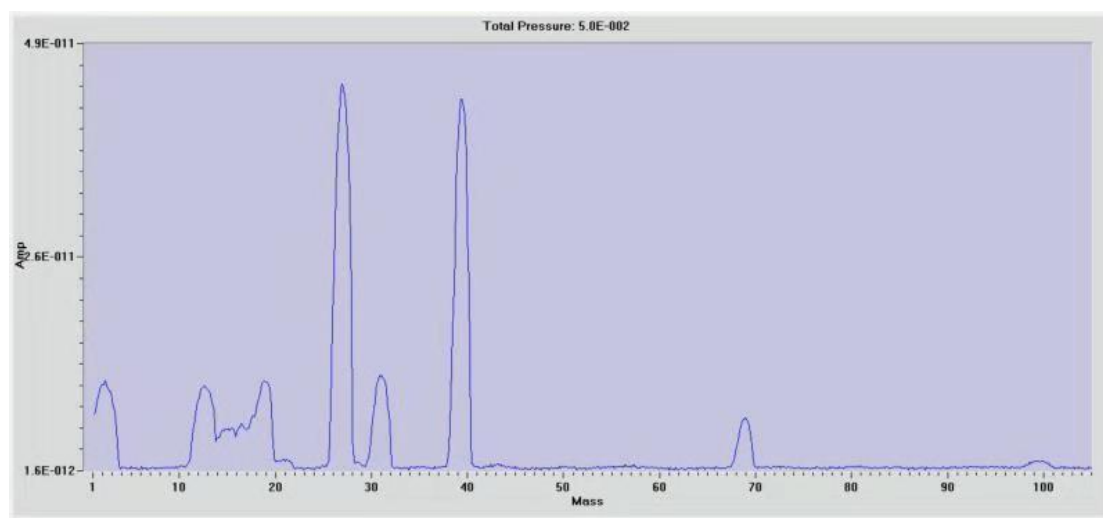
四、实验数据与分析

- (1) 首先保证原参数不变，测得 Spectrum 质谱图如下：



此时，因原参数选取比较合理，测得各种气体的波峰比较直观，波宽、波高也比较明显，则此时质谱仪的精确度以及灵敏度相对较好；从上图中可明显发现 He、Ne、Ar 等离子的波峰

- (2) 改变参数 Resolution 为 100，测得的质谱图如下：



此时，相较于 Resolution 为 20 时，各气体波峰宽度明显增加，有些波峰已经连接在一起，

此时四极质谱的灵敏度相对增加，而精确度下降

五、注意事项

- (1) 操作前请检查真空腔体是否密封，检查高压电源开关、分子泵电源开关是否断开，以及应急按钮是否断开；
- (2) 因高压电源受真空计控制，实验前请确认真空计是否通电；
- (3) 因高压危险，该实验请勿打开高压电源开关；
- (4) 实验中分子泵请先打开机械泵抽取压强到 10Pa 以下再打开分子泵电源，关闭时请先关闭分子泵红色按钮至转速降为 0 时再断开分子泵总电源开关；
- (5) 打开四极质谱仪开关时请保证压强在 $5.0\text{E}-2\text{Pa}$ 以下，进行软件操作，打开灯丝时请再次确认压强是否在 $5.0\text{E}-2\text{Pa}$ 以下，否则将损坏灯丝
- (6) 打开四极质谱仪过程中如需打开通气阀，请缓慢开启，并时刻观察真空计显示示数，切勿高于 $5.0\text{E}-2\text{Pa}$
- (7) 实验结束后关闭系统时，请先按分子泵电源面板处红色按钮，待转速降为 0 时，才能关闭分子泵电源开关，断开分子泵电源开关后才能断开机机械泵开关，**顺序切勿颠倒**，否则将损坏分子泵，关闭总电源（实验结束后应由任课老师指导关闭）。