

ZhT-1302 型质谱仪的改装 与分析操作方法的改进

魏 秀 梅

(中国农业大学 北京 100094)

对 ZhT-1302 型质谱仪的真空系统和气化装置进行了改装, 并且在操作上由调节磁流控制进气量改为用真空表观察进样量, 从而使质谱仪的性能大大提高。本底 $M\ 28^+$ 由 20~ 30mV 降至 1.2~ 3mV, 样品测试速度增加 3 倍, 降低了测样成本, 提高了经济效益。

关键词: 质谱仪 真空系统 气化装置 进气量

质谱仪是利用电磁学原理使带电离子按照核质比进行分析, 从而测定分子质量或含量的分析仪器。它是利用扇形均匀横向磁场对带电离子实现不同质量离子分离、聚焦的离子光学式分析仪。

中国从 60 年代初就开始了质谱分析工作。到目前为止, 很多农业科研单位在应用 ^{15}N 示踪法对氮肥利用率、生物体内氮素代谢、土壤氮素平衡、生物固氮研究等方面取得了一定进展^[1]。特别是近几年来, 在环境保护、医学领域的理论研究中加强了对质谱分析的应用。为了提高质谱仪的测试精度, 更好地开展以上研究工作, 我们对 ZhT-1302 型质谱仪的部分部件进行了改装, 并在测量方法上进行了改进。

1. ZhT-1302 型质谱仪真空系统的改进 (钛泵代替汞泵)

保证分析系统良好的真空条件, 是质谱分析工作的基础。ZhT-1302 型质谱仪分析部分的高真空, 是靠汞泵加热产生汞蒸气, 再借助液氮冷阱使汞蒸气冷却、液化, 落回泵内将气体带走。此方法不仅费时(真空系统要达到 $666.61 \times 10^{-7}\text{Pa}$, 需启动 2~ 3h), 而且

耗电量大。在启动过程中还需不断补充价格昂贵的液氮。如果突然停水停电不能及时处理或者液氮量不够不能控制汞蒸气回流, 就会污染环境, 污染分析系统, 甚至危害工作人员身体健康, 造成严重事故。为了解决以上弊端, 我们改用江西 740 厂生产的钛离子溅射泵(以下简称钛泵)代替原来的汞泵。经多年使用, 证明钛泵具有相当大的优势。其优点是: (1) 容易启动, 操作方便, 极限高真空可达 $133.322 \times 10^{-8}\text{Pa}$; (2) 启动之后可以持续工作, 使分析系统长期保持高真空状态, 仪器的稳定性强, 且随时可以测样; (3) 抽速快, 分析样品的时间短, 成本低, 仪器本底小(表 1), 精度高; (4) 无污染, 无噪声, 无振动, 耗电量少; (5) 不需液氮。

表 1 汞泵和钛泵抽真空仪器本底值的比较(mV)

真空泵	M 28 ⁺	M 29 ⁺	M 32 ⁺	M 40 ⁺
汞泵	20~ 30	0.6~ 1.2	9~ 12	4.5~ 6.0
钛泵	1.2~ 3.0	0.1~ 0.2	1.2~ 2.1	0.6~ 1.2

2. ^{15}N 质谱分析气化装置的改进

众所周知, 在质谱分析过程中, 样品测

试结果的准确性和重现性与样品处理和气化过程关系密切。样品测试结果, 往往受样品交叉污染或仪器记忆效应的影响, 而出现较大误差。为了克服上述缺点, 我们在样品处理与高真空化装置上进行了一些改进, 并取得了一定效果。

(1) 增加玻璃阀门 在反应瓶前增装 1 个玻璃阀门, 防止更换样品过程中管道长时间暴露大气, 加快了抽速。同时, 更换样品时, 待样品冷冻后再开反应瓶前的玻璃阀门, 抽瓶中大气, 有效地防止了水气进入管道和离子源。

(2) 拆除进气管道的冷阱 由于反应瓶前的玻璃阀门能控制水气进入管道, 因此拆除了进气管道上的冷阱, 从而使操作简化,

同时节省了液氮。

(3) 安装加热器 在气化系统管道上绕 1 根 10m 长、电功率为 40W 的炉丝, 丝外加有强绝缘套。用炉丝加热, 管道温度很快升高, 可使剩余气体很快排除。由于缩短了样品分析时间, 克服了记忆效应, 因而提高了测试速度以及分析结果的准确度和重现性。

3. 改装后的测试效果

(1) 重现性 用自然丰度的硫铵溶液作为校正仪器的标准样品, 检测改装后仪器的性能。通过 10d 的参比标准测试, 得参比值为 $0.364\% \pm 0.0007$, CV 为 0.58% (表 2)。

此外, 用同一样品在相隔月余后重测, 检查仪器的重现性和稳定性, 测试结果误差很小(表 3)。由此可见, 装置改装后, 不但提

表 2 连续 10d 自然丰度硫铵¹⁵N 测定值(%)

样 品										平均 \bar{X}	平均 标准 偏差	变异 系数 (%)
1	2	3	4	5	6	7	8	9	10			
0.368	0.365	0.362	0.366	0.365	0.364	0.364	0.362	0.365	0.361	0.364	6.63×10^{-4}	0.58

表 3 不同丰度硫铵和植物样本重测的再现性

样 品	测试结果(%)		平均值 (%)	平均标准 偏差	变异 系数 (%)
	月前初测	月后重测			
植 物	1 3.487	3.468	3.478	9.5×10^{-3}	0.312
	2 2.634	2.657	2.646	0.0115	0.496
	3 2.442	2.437	2.440	2.5×10^{-3}	0.117
	4 4.707	4.748	4.728	0.0205	0.495
硫 铵	1 0.364	0.364	0.364	—	—
	2 0.970	0.969	0.970	1×10^{-3}	0.206
	3 10.993	11.080	11.307	0.0435	0.450

高了样品测定值的精度, 而且重现性好。

(2) 记忆效应 改装前, 每测两个样品之后, 必须将进气管道冷阱拆下, 用电吹风反复烘烤, 排除管道内的水气和附着的前样品

分子。但由于电吹风的热量不够, 烘烤 20min 仍难以排除记忆效应。而在改装之后, 仅用 1~ 2min 即可排除记忆效应。检测 4 个不同丰度的硫铵样品(其丰度值分别为: S₁ 0.364; S₂ 0.994; S₃ 5.459; S₄ 11.066), 不仅所用时间短, 而且结果的重复性好, 变异系数都小于 1% (表 4)。

4. 操作技术的改进

由磁流表调节观察进气量, 改用真空表直接观察进气量。过去, 氮气在送入离子源之前, 需调整磁流, 找出 M²⁸⁺ 的离子峰, 然后定好放大倍数再送气。记录仪上的笔头随进气量的增大向右滑动, 根据峰高的要求确定进气量。但每天调节磁流寻找 M²⁸⁺ 峰需要 2~ 3h, 有时因找的峰不对, 笔头无反应或反应很小, 造成进气量过大, 真空表满档。为了

表 4 改装后不同丰度硫铵样品的连续测试结果

项 目	样品 S ₁	样品 S ₂	样品 S ₃	样品 S ₄
样品丰度 (%)	0.361	0.994	5.459	11.066
抽余气时间 (min)	2	1	1	1
第 1 次测定丰度 (%)	0.364	1.003	5.468	11.136
第 2 次测定丰度 (%)	0.364	0.990	5.468	11.136
第 3 次测定丰度 (%)	0.365	1.002	5.414	11.040
平均丰度 (%)	0.364	0.998	5.450	11.104
平均标准偏差	3.332×10^{-4}	1.83×10^{-3}	0.0104	0.0319
变异系数	0.159	0.726	0.331	0.499

提高测试速度,改用真空表控制进气量。用真空表头指示进气量,反应及时、准确,不用调磁流便可直接进气,因而大大提高了测试速度。以前,用磁流调节法进气,每天测样达不

到 40 个,现改用真空表观察进气量,每天能分析近 60 个样品。

5. 结 语

十几年来质谱分析的操作实践和反复试验结果表明,对 ZhT-1302 型质谱仪真空系统及气化装置进行改装,并在操作技术上加以改进,不仅提高了仪器测试性能,而且操作简便,不需天天启动。由于样品分析速度加快,降低了测试成本,从而经济效应也随之得到提高。

参 考 文 献

1 邢光熹,曹亚澄.土壤,1978,(6):224~229
2 LF 哈密尔登,SG 西姆普松.分析化学计算.北京:化学工业出版社,1959.11~14
3 马育华.试验统计.北京:农业出版社,1982.53~64

(收稿日期:1997-07-18)

· 通讯 ·

广东一批核农老专家发挥余热再显身手

广东是我国核农、核生物技术研究开展较早发展较快的省份之一。仅广州地区就有 9 个单位,备有辐照装置或同位素实验室,进行核农科研和教学工作。广东省原子能农学会于 1980 年成立之初,就是直属省科协的一级学会,开展各项活动十分活跃。随着改革开放形势的迅速发展,广东的核农、核生物技术领域发生了巨大变化,不少科研工作从封闭型走向开放型,一批科技成果不断转化为生产力,取得了明显的社会效益和经济效益。

面对今天的成绩,我们不会忘记那些辛勤劳动了几十年的老专家、老教授们。他们为了取得科研成果,培养人才,开发应用,付出了一生中最宝贵的年华,作出了不可磨灭的贡献。现在,他们虽然年事已高,按照规定陆续离开了工作岗位,但大多身体健康,不仅富有经验,还有相当强的工作能力。这些离退休的老专家老教授,有的被本单位返聘继续起着骨干作用,有的被企业聘为技术顾问发挥指导作用,有的在高校授课培养研究生,有的从事跨行业的技术服务工作。他们老有所为,各展所长。这股余热,对国家、对集体、对个人都有不可估量的作用。

目前,全国核农离退休人员的队伍正在不断扩大。希望中国原子能农学会能够重视这支力量,建立一个全国性的核农老专家组织,更好地发挥他们的作用。

(广东省原子能农学会 邹伟民)

