



(12)发明专利申请

(10)申请公布号 CN 111180306 A

(43)申请公布日 2020.05.19

(21)申请号 202010094247.X

(22)申请日 2020.02.15

(71)申请人 中国科学院地球化学研究所
地址 550081 贵州省贵阳市观山湖区林城西路99号

(72)发明人 蒋子琦 郭海浩 尚林波 李琛
唐燕文 蓝廷广

(74)专利代理机构 贵阳易博皓专利代理事务所
(普通合伙) 52116

代理人 张浩宇

(51)Int.Cl.

H01J 49/04(2006.01)

G01N 27/62(2006.01)

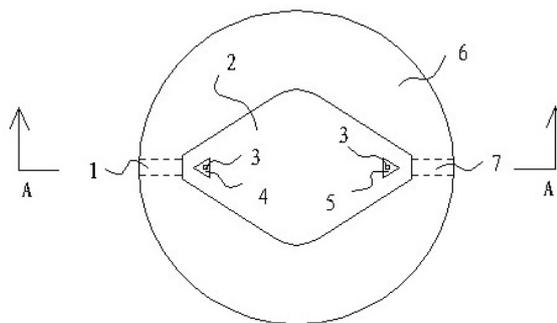
权利要求书1页 说明书5页 附图6页

(54)发明名称

一种用于激光剥蚀电感耦合等离子质谱仪的样品剥蚀池

(57)摘要

本发明公开了一种用于激光剥蚀电感耦合等离子质谱仪的样品剥蚀池,它包括圆柱体、左锥体和右锥体,所述圆柱体的上表面中间设有菱形凹槽,菱形凹槽的底部为与圆柱体固定连接的底板,在圆柱体的侧壁上设有对称的进气口和出气口,所述进气口和出气口均与菱形凹槽连通,左锥体位于菱形凹槽内进气口的出口端上,右锥体位于菱形凹槽内出气口的入口端上。将本申请的样品剥蚀池填充到现有的仪器公司自带的样品池中,用以减小现阶段所使用的剥蚀池的体积。能够解决目前所使用的剥蚀池存在的质谱信号响应缓慢、冲洗效率低下、位置效应显著的问题,同时,该方法实现途径简单,成本低廉,取得了很好的效果。



1. 一种用于激光剥蚀电感耦合等离子质谱仪的样品剥蚀池,其特征在于:它包括圆柱体(6)、左锥体(4)和右锥体(5),所述圆柱体(6)的上表面中间设有菱形凹槽(2),菱形凹槽(2)的底部为与圆柱体(6)固定连接的底板(8),在圆柱体(6)的侧壁上设有对称的进气口(1)和出气口(7),所述进气口(1)和出气口(7)均与菱形凹槽(2)连通,左锥体(4)位于菱形凹槽(2)内进气口(1)的出口端上,右锥体(5)位于菱形凹槽(2)内出气口(7)的入口端上。

2. 根据权利要求1所述的用于激光剥蚀电感耦合等离子质谱仪的样品剥蚀池,其特征在于:所述菱形凹槽(2)的长宽比为1.5~2。

3. 根据权利要求1所述的用于激光剥蚀电感耦合等离子质谱仪的样品剥蚀池,其特征在于:所述进气口(1)和出气口(7)位于菱形凹槽(2)的长轴上,进气口(1)和出气口(7)的直径相等且位于同一水平轴线上。

4. 根据权利要求1所述的用于激光剥蚀电感耦合等离子质谱仪的样品剥蚀池,其特征在于:所述左锥体(4)的锥顶指向进气口(1)的出口,左锥体(4)轴线与进气口(1)轴线重合,左锥体(4)通过支撑件(3)固定连接到底板(8)上。

5. 根据权利要求1所述的用于激光剥蚀电感耦合等离子质谱仪的样品剥蚀池,其特征在于:所述右锥体(5)的锥顶指向出气口(7)的进口,右锥体(5)轴线与出气口(7)轴线重合,右锥体(5)通过支撑件(3)固定连接到底板(8)上。

6. 根据权利要求1所述的用于激光剥蚀电感耦合等离子质谱仪的样品剥蚀池,其特征在于:所述左锥体(4)和右锥体(5)的直径与进气口(1)和出气口(7)的直径相等。

7. 根据权利要求1或6所述的用于激光剥蚀电感耦合等离子质谱仪的样品剥蚀池,其特征在于:所述左锥体(4)和右锥体(5)的高径比为1.5~2。

8. 根据权利要求7所述的用于激光剥蚀电感耦合等离子质谱仪的样品剥蚀池,其特征在于:所述左锥体(4)和右锥体(5)的高径比为1.75。

一种用于激光剥蚀电感耦合等离子质谱仪的样品剥蚀池

技术领域

[0001] 本发明涉及一种质谱仪,尤其涉及一种用于激光剥蚀电感耦合等离子质谱仪的样品剥蚀池,属于地球科学仪器分析技术领域。

背景技术

[0002] 激光和电感耦合等离子体质谱仪的联合使用,是最近几十年在地球科学仪器分析领域最重要的突破。在分析地质样品时具有微区(达到微米级)、原位和低检出限(可以分析元素含量在ppb级)的特点。主要用来分析岩石和矿物的主微量元素含量、寄主矿物中流体包裹体和熔体包裹体的元素含量以及各类矿物的定年。现在广泛使GeoLasPro 193nm准分子激光器对样品表面进行剥蚀,剥蚀深度大约在表面以下几十个微米,剥蚀产生的气溶胶利用电感耦合等离子体的载气将其带入到质谱仪中进行检测。

[0003] 目前所使用的是由仪器公司提供的剥蚀池,该剥蚀池体积相对较大,直径55mm,深度13.24mm,容积约31cm³。质谱仪的载气进气口和出气口在剥蚀池的两端。用计算流体动力学模拟软件CFD对其进行流速模拟如附图3-5显示,在进气口处流速非常快,而在两侧流速较慢。导致激光剥蚀后产生的气溶胶不能全额、快速的被载气带入质谱仪进行分析。并且同样由于载气在剥蚀池中流速的不同,对同样样品的分析具有显著的位置效应,即在样品池的不同部位测试,质谱获得的分析结果不同。由于气溶胶不能全额快速的被载气带入质谱仪,还会造成质谱仪的响应时间和冲洗时间变长,对分析结果和分析效率产生不利的影响。

发明内容

[0004] 本发明要解决的技术问题是:提供一种用于激光剥蚀电感耦合等离子质谱仪的样品剥蚀池,能够解决目前所使用的剥蚀池存在的质谱信号响应缓慢、冲洗效率低下、位置效应显著的问题,同时,该方法实现途径简单,成本低廉。

[0005] 本发明的技术方案为:一种用于激光剥蚀电感耦合等离子质谱仪的样品剥蚀池,它包括圆柱体、左锥体和右锥体,所述圆柱体的上表面中间设有菱形凹槽,菱形凹槽的底部为与圆柱体固定连接的底板,在圆柱体的侧壁上设有对称的进气口和出气口,所述进气口和出气口均与菱形凹槽连通,左锥体位于菱形凹槽内进气口的出口端上,右锥体位于菱形凹槽内出气口的入口端上。将本申请的样品剥蚀池填充到现有的仪器公司自带的样品池中,用以减小现阶段所使用的剥蚀池的体积。

[0006] 所述菱形凹槽的长宽比为1.5~2。

[0007] 所述进气口和出气口位于菱形凹槽的长轴上,进气口和出气口的直径相等且位于同一水平轴线上。

[0008] 所述左锥体的锥顶指向进气口的出口,左锥体轴线与进气口轴线重合,左锥体通过支撑件固定连接到底板上。

[0009] 所述右锥体的锥顶指向出气口的进口,右锥体轴线与出气口轴线重合,右锥体通过支撑件固定连接到底板上。

- [0010] 所述左锥体和右锥体的直径与进气口和出气口的直径相等。
- [0011] 所述左锥体和右锥体的高径比为1.5~2。
- [0012] 所述左锥体和右锥体的高径比为1.75。
- [0013] 本发明的有益效果是：与现有技术相比，采用本发明的技术方案，可以充分的利用现有仪器设备的剥蚀池，只在其中利用亚克力圆柱体填充件来减小样品池体积，最大限度的在原实验装置的基础上做出改进以节省成本，并且效果显著。本发明的关键之处在于剥蚀池使用了圆角菱形以及在进气口和出气口处使用锥体结构来对质谱仪载气流动方向进行改变，由气流模拟结果以及测试标准样品结果可以看出，气流在本发明剥蚀池中的流速很均一，能够把激光剥蚀下来的气溶胶，足额、高效的传输到质谱仪被检测，取得了很好的使用效果，且无论样品置于样品池的任何位置，检测结果一致性较好。

附图说明

- [0014] 图1为本发明结构示意图；
- [0015] 图2为本发明A-A剖视图；
- [0016] 图3为背景技术中的圆形样品池气流模拟图一（俯视图）；
- [0017] 图4为背景技术中的圆形样品池气流模拟图二（侧视图）；
- [0018] 图5为背景技术中的圆形样品池气流模拟图三（立体示意图）；
- [0019] 图6为本发明的菱形样品池（不设锥体）气流模拟图一（俯视图）；
- [0020] 图7为本发明的菱形样品池（不设锥体）气流模拟图二（侧视图）；
- [0021] 图8为本发明的菱形样品池（不设锥体）气流模拟图三（立体示意图）；
- [0022] 图9为本发明的菱形样品池气流模拟图一（俯视图）；
- [0023] 图10为本发明的菱形样品池气流模拟图二（侧视图）；
- [0024] 图11为本发明的菱形样品池气流模拟图三（立体示意图）；
- [0025] 图12为背景技术中的自带样品池所测NIST 610信号图；
- [0026] 图13为本发明的样品池所测NIST 610信号图。

具体实施方式

- [0027] 为使本发明的目的、技术方案和优点更加清楚，下面将参照本说明书附图对本发明作进一步的详细描述。
- [0028] 实施例1：如附图1~2所示，一种用于激光剥蚀电感耦合等离子质谱仪的样品剥蚀池，它包括圆柱体6、左锥体4和右锥体5，所述圆柱体6的上表面中间设有菱形凹槽2，菱形凹槽2的底部为与圆柱体6固定连接的底板8，在圆柱体6的侧壁上设有对称的进气口1和出气口7，所述进气口1和出气口7均与菱形凹槽2连通，左锥体4位于菱形凹槽2内进气口1的出口端上，右锥体5位于菱形凹槽2内出气口7的入口端上。将本申请的样品剥蚀池填充到现有的仪器公司自带的样品池中，用以减小现阶段所使用的剥蚀池的体积。
- [0029] 本圆柱体6采用亚克力材料制作，直径为55mm，厚度为13.24mm。与现有仪器公司自带的样品池尺寸吻合。
- [0030] 进一步的，在圆柱体6亚克力材料上面，开凿一个菱形凹槽2。
- [0031] 进一步的，菱形凹槽2的长宽比为1.5~2。最佳长宽比为1.77，这时的效果最好。

[0032] 进一步的,菱形凹槽2的凹槽深度为8mm,菱形凹槽2短轴长度25.4mm,长轴长度45mm。

[0033] 进一步的,进气口1和出气口7位于菱形凹槽2的长轴上,进气口1和出气口7的直径相等且位于同一水平轴线上。进气口1和出气口7的直径为2mm,高度为7.54mm,此高度为仪器公司自带样品池中进气口和出气口距离样品池底端的距离。用以连接现有仪器的进气口和出气口。

[0034] 进一步的,左锥体4的锥顶指向进气口1的出口,左锥体4轴线与进气口1轴线重合,左锥体4通过支撑件3固定连接到底板8上。

[0035] 进一步的,右锥体5的锥顶指向出气口7的进口,右锥体5轴线与出气口7轴线重合,右锥体5通过支撑件3固定连接到底板8上。

[0036] 进一步的,左锥体4的顶端距离进气口1的出口距离为2mm,右锥体5的锥顶距离出气口7的进口距离也为2mm。这时的效果为最佳效果。

[0037] 进一步的,左锥体4和右锥体5的直径与进气口1和出气口7的直径相等。

[0038] 进一步的,左锥体4和右锥体5的高径比为1.5~2。

[0039] 进一步的,左锥体4和右锥体5的高径比为1.75。从附图3-13的对比效果可以看到,这时的效果为最佳效果。

[0040] 具体实施方式:

[0041] 1.一个圆柱体6填充件,内部含有一个圆角菱形凹槽2。在进气口1和出气口7的内侧分别放置一个左锥体4右锥体5。

[0042] 2.把圆柱体6填充件放入到仪器公司自带的剥蚀池中,其中将圆角菱形进气口1和出气口7与自带剥蚀池的进气口出气口相对应并且对准。

[0043] 3.当质谱仪载气从进气口1流入本发明剥蚀池(菱形凹槽2)之后,气体流速模拟显示如附图9-11所示,在左锥体4后的各个部位气体流速都是一致的,腔体内部保持了很好的流体稳定性。

[0044] 4.对比仪器公司自带的剥蚀池,激光剥蚀等离子体质谱仪使用本发明的样品池,会提高质谱仪信号的相应速度。具体对比见表1,测试标准物质为国际标样品NIST 610。激光剥蚀条件为能量密度7J/cm²,频率10Hz,束斑直径32μm,质谱仪载气速度为400ml/min。所有的与时间相关的计时工作,由质谱仪给出的原始数据文件得到。

[0045] 表1:质谱仪的响应时间

[0046]

文件名	响应时间(单位:秒)
仪器自带剥蚀池	
20191212A19	4
20191212A20	5
20191212A21	4
20191212A22	5
本发明剥蚀池	
20191212A27	1
20191212A28	1
20191212A29	1

20191212A30	1
-------------	---

[0047] 5. 对比仪器公司自带的剥蚀池, 激光剥蚀等离子体质谱仪使用本发明的样品池, 会显著的降低冲洗时间。具体数据见表2, 实验条件与上述表1一致。

[0048] 表2: 样品池冲洗时间

文件名	冲洗时间 (单位: 秒)
仪器自带剥蚀池	
20191212A19	13
20191212A20	15

20191212A21	14
20191212A22	18
本发明样品池	
20191212A27	3
20191212A28	3
20191212A29	2
20191212A30	3

[0051] 6. 对比仪器公司自带的剥蚀池, 激光剥蚀等离子体质谱仪使用本发明的样品池, 质谱仪信号明显相对于自带剥蚀池平稳。实验条件与上述1一致。

[0052] 7. 沿着剥蚀池的气流中心线以及样品池的边缘放置4块NIST 610标准样品, 用来表征样品池的位置效应。仪器参数, 包括激光能量、频率、以及载气的流速都保持一致, 位置A在出气口约30mm, 位置B在剥蚀池中心, 位置C在出气口、位置D在距离中心线10mm出, 具体位置见图。测试结果见表3。

[0053] 表3: 仪器自带剥蚀池和本发明所使用剥蚀池不同位置测试结果对比表

位置	仪器自带样品池 (元素含量: ppm)		本发明样品池 (元素含量: ppm)		NIST 610 推荐值 (含量: pm)	
	Mo	La	Mo	La	Mo	La
					410	457
A	450.8	477.3	409.1	450		
B	452.6	430.6	413.4	453.8		
C	380.9	419.7	408.9	459.2		
D	401.7	472.9	413	454.3		
相对标准偏差	31.1	25.3	2.1	3.2		

[0055] 本发明可以充分的利用现有仪器设备的剥蚀池, 只在其中利用亚克力圆柱体填充件来减小样品池体积, 最大限度的在原实验装置的基础上做出改进以节省成本, 并且效果显著。本发明的关键之处在于剥蚀池使用了圆角菱形以及在进气口和出气口处使用锥体结构来对质谱仪载气流动方向进行改变, 由气流模拟结果以及测试标准样品结果可以看出, 气流在本发明剥蚀池中的流速很均一, 能够把激光剥蚀下来的气溶胶, 足额、高效的传输到质谱仪被检测, 取得了很好的使用效果。

[0056] 本发明未详述之处, 均为本技术领域技术人员的公知技术。最后说明的是, 以上实

施例仅用以说明本发明的技术方案而非限制,尽管参照较佳实施例对本发明进行了详细说明,本领域的普通技术人员应当理解,可以对本发明的技术方案进行修改或者等同替换,而不脱离本发明技术方案的宗旨和范围,其均应涵盖在本发明的权利要求范围当中。

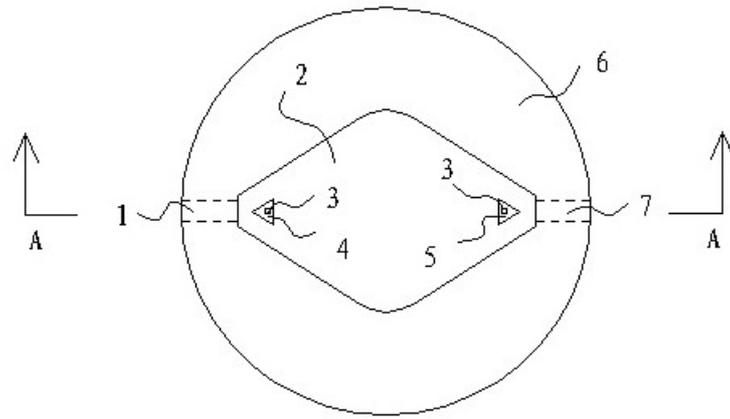


图 1

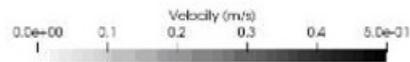


图 2

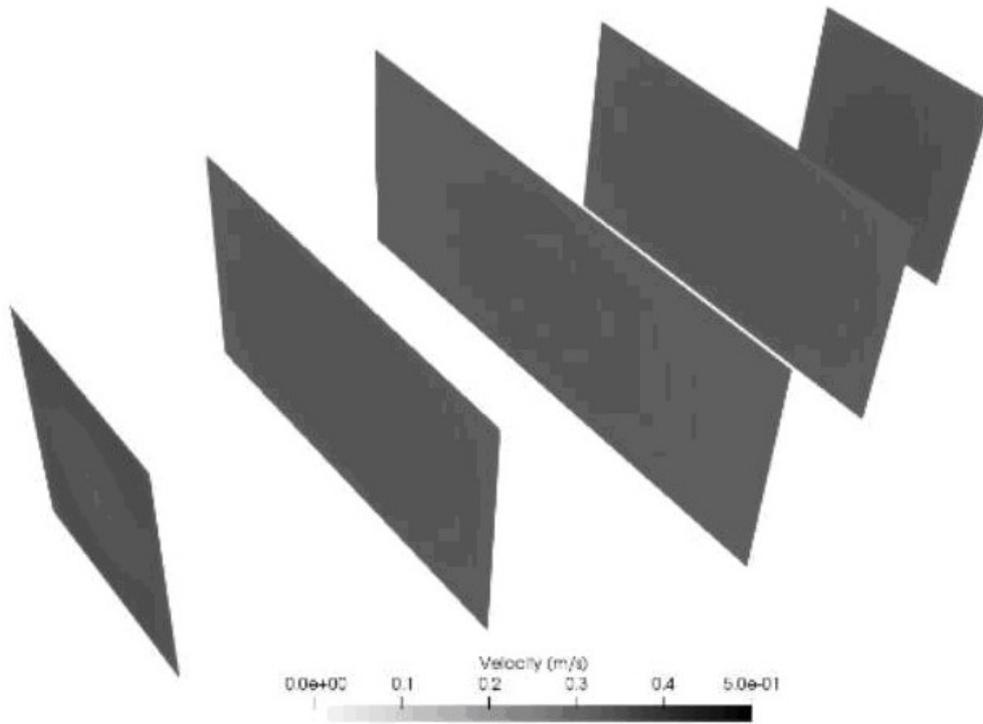


图 3

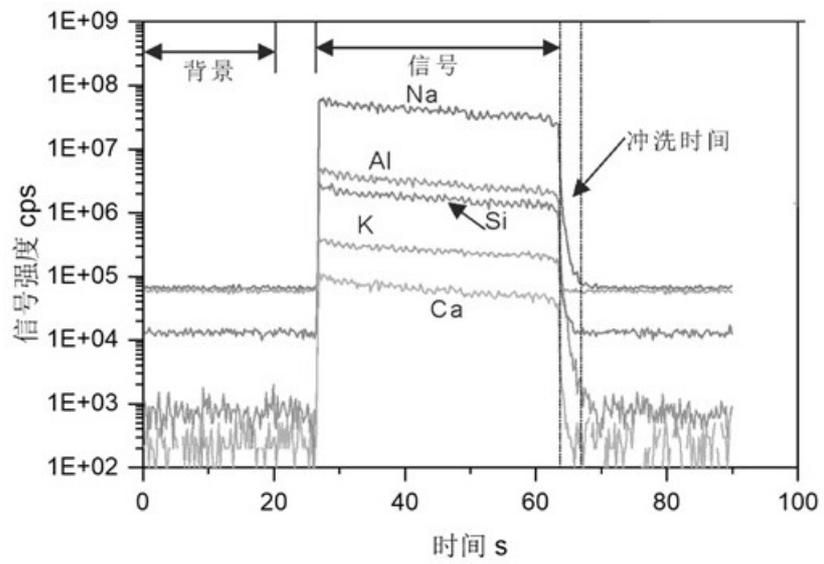


图 4

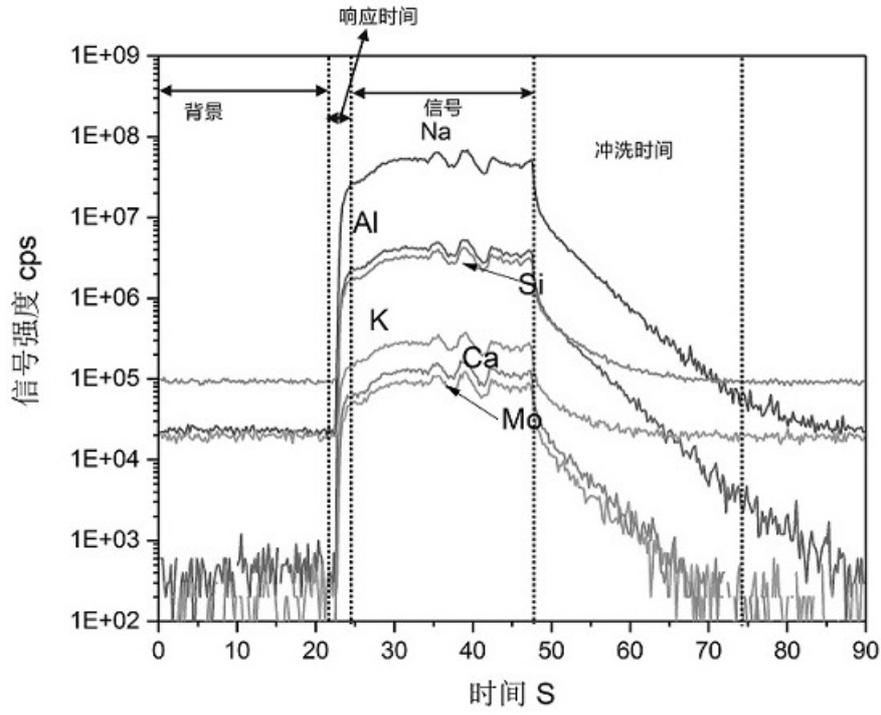


图 5

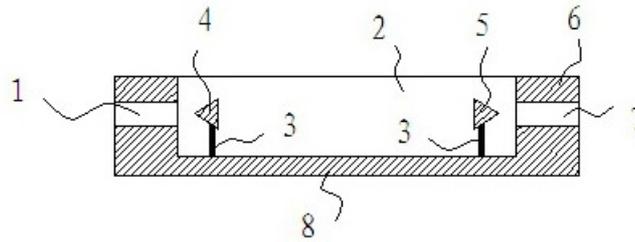


图 6

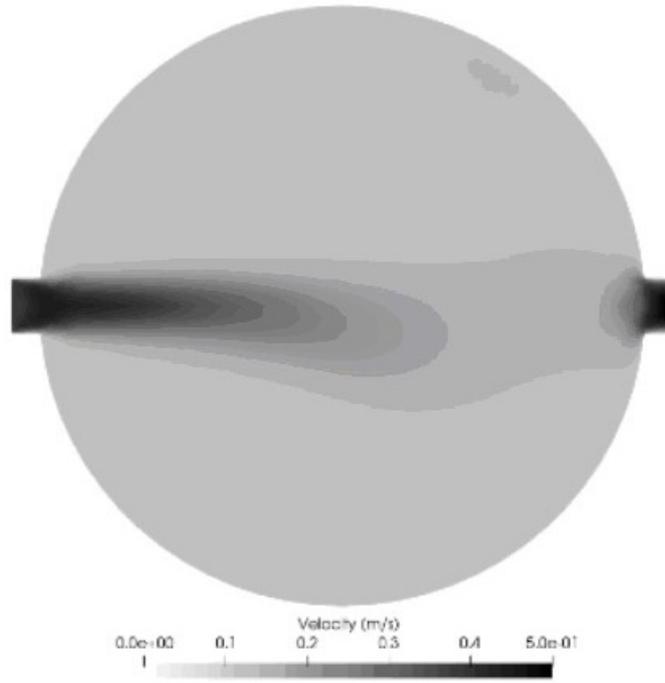


图 7

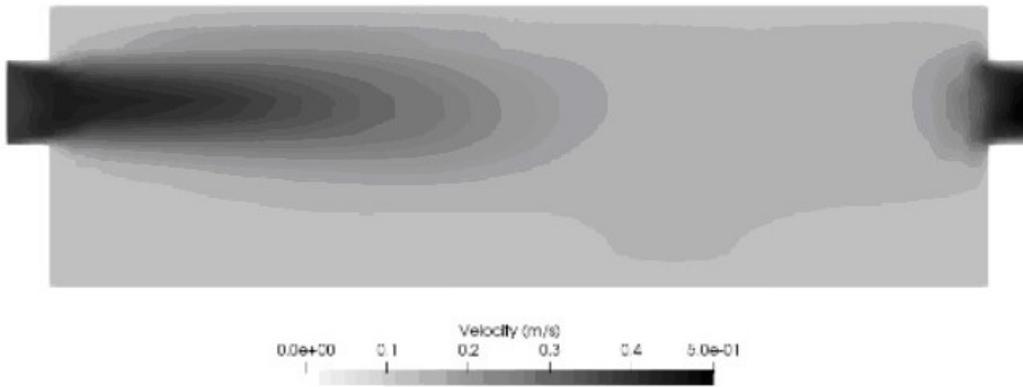


图 8

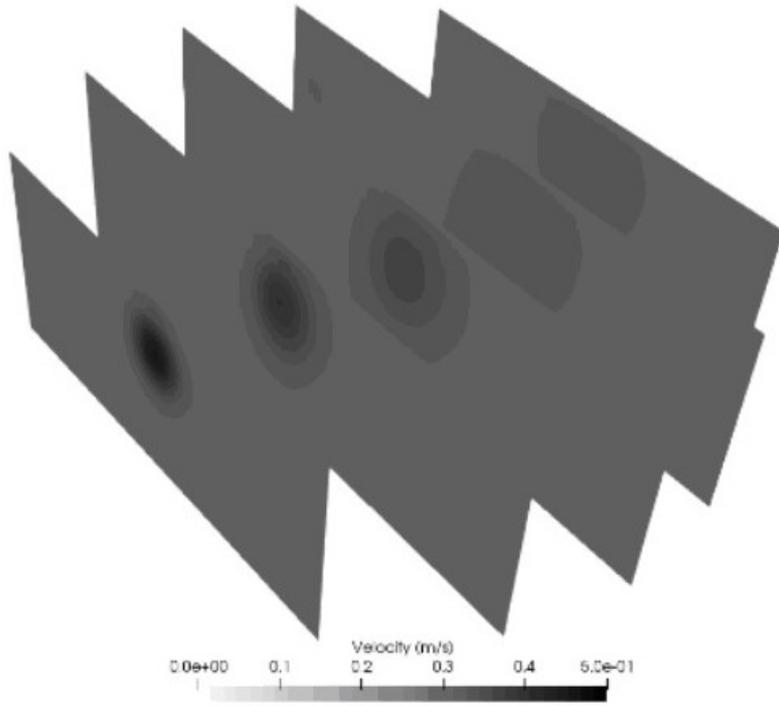


图 9

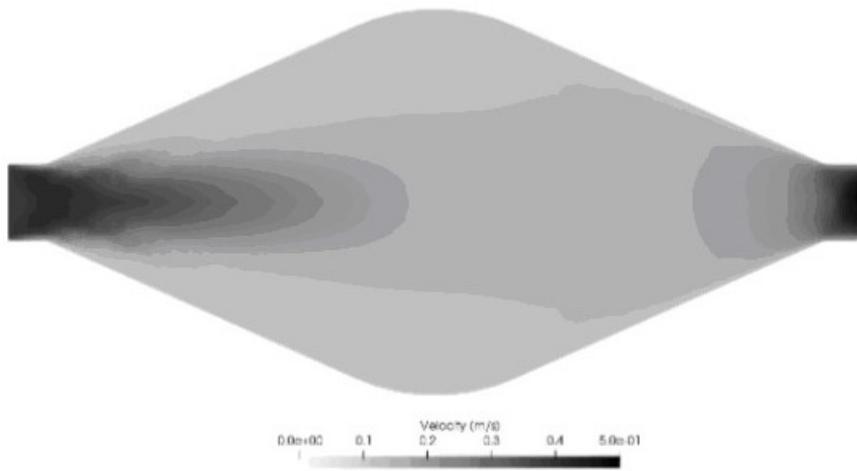


图 10

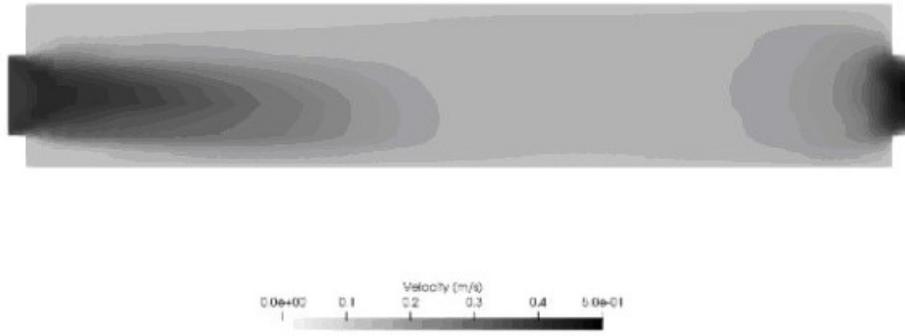


图 11

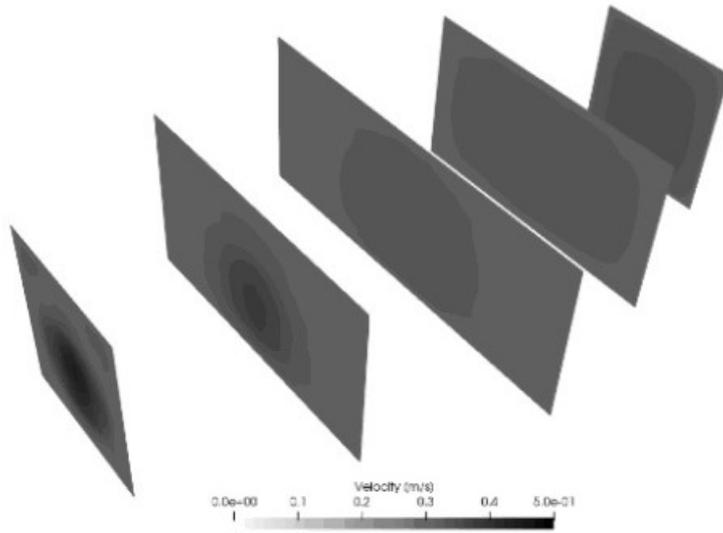


图 12

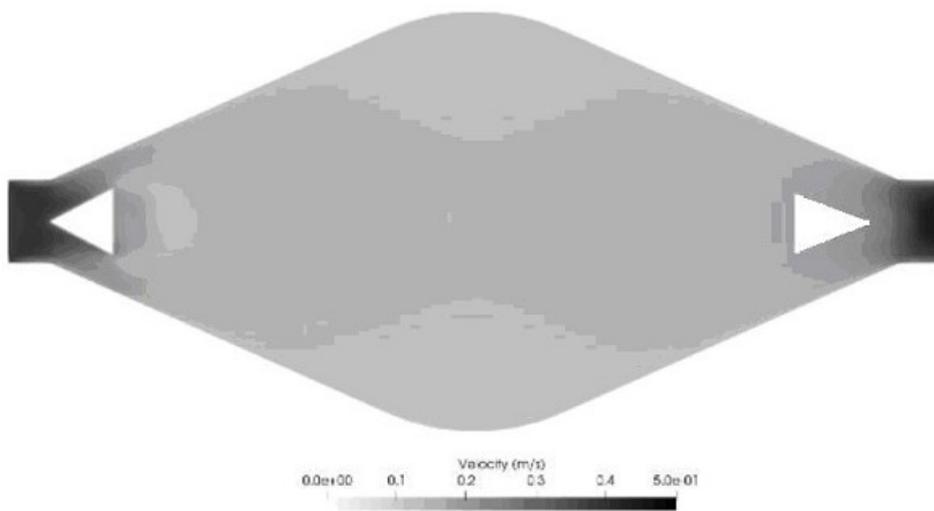


图 13