



(12) 发明专利

(10) 授权公告号 CN 110828279 B

(45) 授权公告日 2021.02.26

(21) 申请号 201911117643.3

G01N 27/62 (2021.01)

(22) 申请日 2019.11.15

(56) 对比文件

(65) 同一申请的已公布的文献号

WO 2007086831 A2, 2007.08.02

申请公布号 CN 110828279 A

CN 107818908 A, 2018.03.20

US 2009134322 A1, 2009.05.28

(43) 申请公布日 2020.02.21

程沙沙等. 差分离子迁移谱和迁移时间离子迁移谱联用技术检测化学战剂模拟物. 《分析化学》. 2014, 第42卷(第9期), 第1264~1269页.

(73) 专利权人 中国科学院大连化学物理研究所

Andrew G. Anderson等. DMS-IMS2, GC-DMS, DMS-MS: DMS Hybrid Devices Combining Orthogonal Principles of Separation for Challenging Applications. 《Proc. of SPIE》. 2008, 第69540H-1至69540H-12页.

地址 116023 辽宁省大连市沙河口区中山路457-41号

(72) 发明人 陈创 厉梅 陈红 肖瑶 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 郑伟健

审查员 程健

(51) Int. Cl.

H01J 49/02 (2006.01)

H01J 49/26 (2006.01)

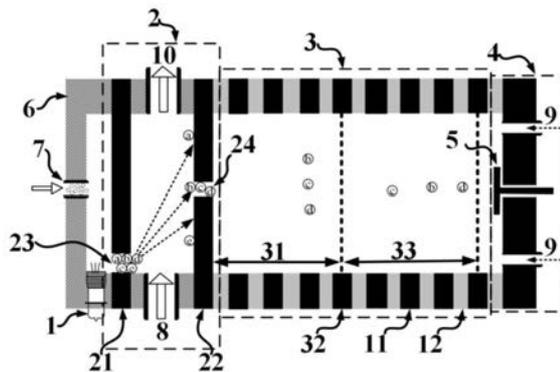
权利要求书2页 说明书4页 附图1页

(54) 发明名称

一种二维分离离子迁移管

(57) 摘要

本发明公开一种基于差分迁移率离子迁移谱和迁移时间离子迁移谱二维正交联用离子迁移管。其特征在于，差分迁移率离子分离通道与迁移时间离子分离通道采用串联连接方式，实现目标离子的高分辨二维分离；差分迁移率离子分离通道由双平行分离极板构成，与迁移时间离子分离通道相垂直，差分迁移率离子分离通道的离子出口位于迁移时间离子分离通道的轴线上，实现离子的高效传输；差分迁移率离子分离通道、迁移时间离子分离通道中各电极通过分压电阻链与同一供电电源相连接，电源的输出电压以方波形式周期性变化，方波占空比50%，实现离子迁移管内正负离子全景式检测。该离子迁移管结构简单、现场适用性强，可以准确识别复杂基质中目标物，并节省样品使用量。



1. 一种二维分离离子迁移管,包括自左至右依次设置的离子源(1)、差分迁移率离子分离通道(2)、迁移时间离子分离通道(3)和离子接收极(4);其特征在于:

迁移时间离子分离通道(3)为环状电极(11)和环状绝缘体(12)同轴交替叠合构成的中空筒体,迁移时间离子分离通道(3)内设置离子门(32),离子门与迁移时间离子分离通道(3)同轴,离子门(32)将迁移时间离子分离通道(3)分为离子缓冲区(31)和离子迁移区(33);离子接收极(4)含有可接收离子的法拉第盘(5),离子接收极(4)与迁移时间离子分离通道(3)的右端经环状绝缘体(11)绝缘密封连接,于离子接收极(4)上开设沿轴向的通孔,作为漂气入口(9);离子接收极(4)、法拉第盘(5)、迁移时间离子分离通道(3)保持同轴;

于迁移时间离子分离通道(3)的左侧设置绝缘筒体(6),绝缘筒体(6)为左端密闭、右端开口的圆柱形筒体,绝缘筒体右端与迁移时间离子分离通道(3)左端经环状绝缘体(11)绝缘密封连接;于绝缘筒体(6)左侧内底面沿筒体轴线开设有通孔,作为载气入口(7);于绝缘筒体(6)靠近左端的侧壁上设有离子源(1),离子源开口指向筒体内部,与筒体内部相通;

于绝缘筒体(6)内部设有二个相互间隔、平行放置的第一分离电极(21)和第二分离电极(22),圆板状第一分离电极(21)和第二分离电极(22)的板体表面与绝缘筒体(6)轴线相垂直,第一分离电极(21)和第二分离电极(22)的外缘与绝缘筒体(6)内壁面密闭连接,第一分离电极(21)位于离子源(1)和第二分离电极(22)之间;于绝缘筒体(6)的侧壁上开设二个位于同一径向平面内、沿圆周均布的通孔作为吹扫气入口(8)和出气口(10),吹扫气入口(8)和出气口(10)所在径向平面位于第一分离电极(21)和第二分离电极(22)所在径向平面之间;第一分离电极靠近径向边缘位置开设有通孔,作为离子入口(23),第二分离电极轴线位置开设有通孔,作为离子出口(24);离子入口(23)靠近吹扫气入口(8),离子源(1)、离子入口(23)、吹扫气入口(8)、出气口(10)、离子出口(24)位于同一轴向平面内;

第一分离电极(21)、离子入口(23)、吹扫气入口(8)、出气口(10)、第二分离电极(22)、离子出口(24)构成差分迁移率离子分离通道(2);

第一分离电极(21)和离子接收极(4)分别与第一电压和大地相连接,第二分离电极及迁移时间离子分离通道(3)的各电极经分压电阻链与第一分离电极(21)和离子接收极(4)相连接;第一电压为周期可调、占空比为50%的方波电压,方波电压高低电平的极性相反、电压绝对值相同;

一路吹扫气经吹扫气入口(8)引入差分迁移率离子分离通道(2),经出气口(10)流出差分迁移率离子分离通道(2),吹扫气以某一设定流速步长从低流速向高流速进行周期性流速扫描;吹扫气流速步长的维持时间为第一方波电压周期的整数倍;所述离子门(32)为三平行栅离子门,平行栅极为能够透过离子的金属网栅或金属线栅。

2. 一种权利要求1所述离子迁移管的应用,其特征在于:载有待测样品的载气经载气入口(7)进入内部电场方向周期性切换的离子迁移管内,被离子源(1)电离生成正、负样品离子,正、负样品离子被载气载带首先进入差分迁移率离子分离通道(2)内,在其中气流场的作用下,样品离子被分离并引入离子缓冲区(31)内;离子缓冲区(31)内的离子通过脉冲开启的离子门(32)进入离子迁移区(33)内,在其中分离电场驱动下先后到达法拉第盘(5),并被转化成电流强度对时间的正、负离子谱图信息输出;

在上述过程进行的同时,一路漂气从离子接收极(4)上设置的漂气入口(9)进入迁移时间离子分离通道(3)内部并沿着与离子飞行方向相反的方向流动,最终与载气、吹扫气一起

从差分迁移率离子分离通道的出气口(10)流出离子迁移管。

## 一种二维分离离子迁移管

### 技术领域

[0001] 本发明公开一种二维分离离子迁移管,具体地说,是一种利用差分迁移率离子迁移谱和迁移时间离子迁移谱的串联结合实现二维分离,同时利用快速电极性切换实现正负离子同测的离子迁移管技术。

### 背景技术

[0002] 离子迁移谱(IMS)是20世纪70年代初出现的一种气相离子分离检测技术。相比质谱技术,IMS的离子分辨能力比较弱。但是,IMS具有高灵敏、大气压下工作、仪器便携等优点。目前,IMS除了在炸药、毒品现场筛查等国家、公共安全领域中发挥着主流技术的作用外,其与气相色谱、液相色谱的联用在环境污染、食品安全、生物医药研究领域的现场快速检测中也发挥着越来越重要的作用。

[0003] IMS根据离子迁移率分离方式可分为迁移时间离子迁移谱(DTIMS)、非对称场离子迁移谱(DMS/FAIMS)、差分迁移率离子迁移谱(DMA)、呼吸式离子迁移谱(AIMS)等等。其中,DTIMS利用均匀直流弱电场( $E/N < 4Td$ , $E$ 表示电场强度、 $N$ 表示气体的分子数密度)中不同离子通过相同距离所需时间的差异进行离子分离分析,是应用最广泛的IMS技术。相对于质谱、色谱等,IMS技术分辨能力普遍较低,例如,DTIMS通常在40~50之间,DMS在10~20之间,DMA在10~20之间。单一的IMS技术,通常难以满足现场快速检测复杂样品对分辨能力的需求。因此,构建基于IMS技术的二维甚至三维联用系统,保持仪器对现场检测适应性的同时获得高分辨能力和峰容量,是IMS技术研究的一个重要方向。

[0004] DMA是一种利用相互垂直的电场和气流场中离子空间偏移量的差别实现离子分离技术,具有体积小,结构简单等特点。早期用于气溶胶等颗粒物粒径的检测,在环境监测、生物质谱等领域需求的推动下,DMA在近年来被尝试用于生物大分子和气体小分子检测。2013年,Pomareda等人(Analyst,2013,138,3512)采用DMA对丙酮和甲苯等物质进行了检测,并基于多变量数据处理进行定量和定性分析,研究发现DMA具有检测速度快、功耗低等优点,但是其分辨能力无法满足复杂基质中污染物成分分析。

[0005] Thomson(US7858927)采用DMA与质谱联用,实现物质成分谱图的二维识别,其中DMA工作于常压下,而质谱工作于真空下,二者联用需要设计复杂的真空接口装置,并且质谱仪体积较高,难于用于现场复杂环境下污染物的检测。李山等人(CN107818908)基于DMA与DMS构建了一种二维分离系统,但需要设计复杂的离子引出接口,将DMA中的离子引入到DMS中。另外,DMA与DMS本身分辨能力均较低,联用后系统分辨能力提高有限。

[0006] DMA与DTIMS均使用均匀直流弱电场进行离子分离,这为它们之间的联用提供了便利条件。本发明公开一种基于DMA和DTIMS的二维分离离子迁移管,用于对复杂基质中目标物进行正负离子全景式检测和高分辨二维分离,提高离子迁移谱仪现场应用性能。

### 发明内容:

[0007] 本发明的目的是构建一种可同时检测正负离子的二维离子迁移率分离分析系统,

一方面获得高的峰容量和分辨能力,另一方面,获得目标物的全景离子信息,从而实现复杂基质中目标物的准确识别。

[0008] 为了实现上述目的,本发明采用的技术方案为:

[0009] 一种二维分离离子迁移管,包括自左至右依次设置的离子源、差分迁移率离子分离通道、迁移时间离子分离通道和离子接收极;

[0010] 迁移时间离子分离通道为环状电极和环状绝缘体同轴交替叠合构成的中空筒体,迁移时间离子分离通道内设置离子门,离子门与迁移时间离子分离通道同轴,离子门将迁移时间离子分离通道分为离子缓冲区和离子迁移区;离子接收极含有可接收离子的法拉第盘,离子接收极与迁移时间离子分离通道的右端经环状绝缘体绝缘密封连接,于离子接收极上开设沿轴向的通孔,作为漂气入口;离子接收极、法拉第盘、迁移时间离子分离通道保持同轴;

[0011] 于迁移时间离子分离通道的左侧设置绝缘筒体,绝缘筒体为左端密闭、右端开口的圆柱形筒体,绝缘筒体右端与迁移时间离子分离通道左端经环状绝缘体绝缘密封连接;于绝缘筒体左侧内底面沿筒体轴线开设有通孔,作为载气入口;于绝缘筒体靠近左端的侧壁上设有离子源,离子源开口指向筒体内部,与筒体内部相连通;

[0012] 于绝缘筒体内部设有二个相互间隔、平行放置的第一分离电极和第二分离电极,圆板状第一分离电极和第二分离电极的板体表面与绝缘筒体轴线相垂直,第一分离电极和第二分离电极的外缘与绝缘筒体内壁面密闭连接,第一分离电极位于离子源和第二分离电极之间;于绝缘筒体的侧壁上开设二个位于同一径向平面内、沿圆周均布的通孔作为吹扫气入口和出气口,吹扫气入口和出气口所在径向平面位于第一分离电极和第二分离电极所在径向平面之间;第一分离电极靠近径向边缘位置开设有通孔,作为离子入口,第二分离电极轴线位置开设有通孔,作为离子出口;离子入口靠近吹扫气入口,离子源、离子入口、吹扫气入口、出气口、离子出口位于同一轴向平面内;

[0013] 第一分离电极、离子入口、吹扫气入口、出气口、第二分离电极、离子出口构成差分迁移率离子分离通道;

[0014] 第一分离电极和离子接收极分别与第一电压和大地相连接,第二分离电极及迁移时间离子分离通道的各电极经分压电阻链与第一分离电极和离子接收极相连接;第一电压为周期可调、占空比为50%的方波电压,方波电压高低电平的极性相反、电压绝对值相同。

[0015] 一路吹扫气经吹扫气入口引入差分迁移率离子分离通道,经出气口流出差分迁移率离子分离通道,吹扫气以某一设定流速步长从低流速向高流速进行周期性流速扫描;吹扫气流速步长的维持时间为第一方波电压周期的整数倍。

[0016] 所述离子源为能够产生离子的任意离子源。

[0017] 所述离子门为三平行栅离子门,平行栅极为能够透过离子的金属网栅或金属线栅。

[0018] 所述离子迁移管的应用,其特征在于:载有待测样品的载气经载气入口进入内部电场方向周期性切换的离子迁移管内,被离子源电离生成正、负样品离子,正、负样品离子被载气载带首先进入差分迁移率离子分离通道内,在其中气流场的作用下,样品离子被分离并引入离子缓冲区内;离子缓冲区内离子通过脉冲开启的离子门进入离子迁移区内,在其中分离电场驱动下先后到达法拉第盘,并被转化成电流强度对时间的正、负离子谱

图信息输出；

[0019] 在上述过程进行的同时，一路漂气从离子接收极上设置的漂气入口进入迁移时间离子分离通道内部并沿着与离子飞行方向相反的方向流动，最终与载气、吹扫气一起从差分迁移率离子分离通道的出气口流出离子迁移管。

[0020] 所述的气体为包括 $O_2$ 、 $N_2$ 、 $CO_2$ 、 $H_2$ 、Ar等气体在内的任一气体或者二种以上气体混合物。

[0021] 本发明的优点是：

[0022] 本发明离子迁移管技术，将差分迁移率离子迁移谱和迁移时间离子迁移谱这两种具有正交性的离子迁移率分离技术结合起来，构建了二维分离分析方法，提高系统的峰容量和分辨能力；同时，结合两种技术均使用低强度直流电场进行分离分析的特点，通过电源极性快速切换实现正负离子同时检测，获得待测样品全景离子信息，提高目标物识别准确度并节省样品使用量。

[0023] 下面结合附图对本发明作进一步详细的说明：

#### 附图说明：

[0024] 图1、一种基于非对称场离子迁移谱和迁移时间离子迁移谱联用的离子迁移管结构示意图；其中：(1) VUV光电离源、(2) 差分迁移率离子分离通道、(3) 迁移时间离子分离通道、(4) 离子接收极、(5) 法拉第盘、(6) 四氟筒体、(7) 载气入口、(8) 吹扫气入口、(9) 漂气入口、(10) 出气口、(11) 不锈钢环、(12) 四氟环、(21) 第一分离电极、(22) 第二分离电极、(23) 离子入口、(24) 离子出口、(31) 离子缓冲区、(32) 三平行栅离子门、(33) 离子迁移区。

[0025] 图2、迁移时间离子分离通道上所施加第一电压的波形；其中， $V(+)$  和 $V(-)$  的电压绝对值相同， $V(+)$  在5000~10000V间调节， $V(-)$  在-5000~-10000V间调节，第一方波电压的周期为10ms。

[0026] 图3、三平行栅离子门的结构示意图及门控制电压波形；通过调节 $t_1$ 和 $t_2$ 的时间差即可以调节离子门开门时间 $w_g$ ，离子门工作周期为5ms。

#### 具体实施方式：

[0027] 实施例1

[0028] 一种基于非对称场离子迁移谱和迁移时间离子迁移谱二维正交联用的离子迁移管，其结构如图1所示。离子迁移管包括自左至右依次设置的VUV光电离源(1)、非对称场离子分离通道(2)、迁移时间离子分离通道(3)和离子接收极(4)；

[0029] 迁移时间离子分离通道(3)由外径40mm、厚度1mm、内径30mm的不锈钢环(11)和外径40mm、厚度4mm、内径30mm四氟环(12)同轴交替叠合构成，总长度为87mm；迁移时间离子分离通道(3)的左端与外分离电极(21)的右端经四氟环(12)绝缘密封连接；三平行栅离子门(32)由三片外径40mm、厚度50 $\mu$ m的不锈钢栅网和两片外径40mm、内径30mm、厚度1mm的四氟环同轴交替叠合构成，如图3中所示；离子门(32)将迁移时间离子分离通道(3)分为长度为15mm的离子缓冲区(31)和长度为70mm的离子迁移区(33)；

[0030] 离子接收极(4)外径为40mm、厚度10mm，内部嵌合有直径为8mm的法拉第盘(5)，离子接收极(4)与迁移时间离子分离通道(3)右端经四氟环(12)绝缘密封连接，离子接收极

(4)、法拉第盘(5)与迁移时间离子分离通道(3)同轴;于离子接收极(4)上沿轴向开设直径为1mm的通孔,作为漂气入口(9);

[0031] 迁移时间离子分离通道(3)的左端放置长度20mm、外径40mm、内径30mm的四氟筒体(6),四氟筒体(6)左端密闭、右端开口;于四氟筒体(6)左侧内底面沿筒体轴线开设有直径1mm的通孔,作为载气入口(7);四氟筒体(6)靠近左端的侧壁上设有VUV光电离源(1),离子源开口指向筒体内部,与筒体内部相连通;

[0032] 四氟筒体(6)内部设有直径30mm、厚度1mm的第一分离电极(21)和直径30mm、厚度1mm的第二分离电极(22),两个电极间距2mm且相互平行;四氟筒体(6)侧壁上开设二个位于同一径向平面内、沿圆周均布、直径1.5mm的通孔作为吹扫气入口(8)和出气口(10);第一分离电极(21)靠近径向边缘位置开设有直径1mm的离子入口(23),第二分离电极(22)轴线位置开设有直径1mm的离子出口(24);离子源(1)、离子入口(23)、吹扫气入口(8)、出气口(10)、离子出口(24)位于同一轴向平面内;

[0033] 第一分离电极(21)和离子接收极(4)分别与周期为10ms的第一方波电压和大地相连接,第二分离电极及迁移时间离子分离通道(3)的各电极经分压电阻链(1M $\Omega$ 电阻首尾串联构成)与第一分离电极(21)和离子接收极(4)相连接,在差分迁移率离子分离通道(2)和迁移时间离子分离通道(3)内形成极性周期变化的均匀迁移电场;第一方波电压的波形如图2中所示;

[0034] 一路吹扫气经吹扫气入口(8)引入差分迁移率离子分离通道(2)内,经出气口(10)流出,吹扫气以50mL/min流速步长从0mL/min至2000mL/min进行周期性流速扫描;吹扫气流速步长的维持时间为20ms。

[0035] 该离子迁移管工作时,载有待测样品的载气(洁净空气)经载气入口(7)进入离子迁移管内,首先被VUV光电离源(1)电离生成正、负样品离子;样品离子被载气载带经离子入口(23)进入差分迁移率离子分离通道(2)内,在相互垂直的直流电场和气流场的作用下被分离,然后经离子出口(24)进入离子缓冲区(31)内;离子缓冲区(31)内的样品离子通过脉冲开启的三平行栅离子门(32)进入离子迁移区(33)内,在其中分离电场驱动下被分离并被法拉第盘(5)接收转化成电流强度对时间的正、负离子谱图信息输出。

[0036] 在上述过程进行的同时,一路漂气(洁净空气)从离子接收极(4)上设置的漂气入口(9)进入迁移时间离子分离通道(3)内部并沿着与离子飞行方向相反的方向流动,最终与载气、吹扫气(洁净空气)一起从出气口(10)流出离子迁移管。

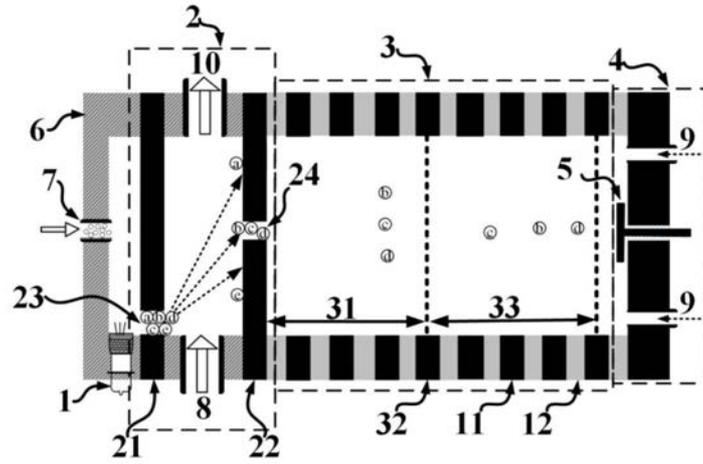


图1

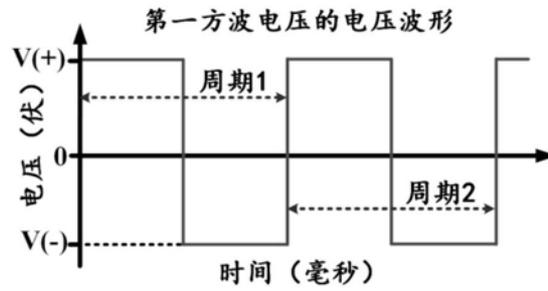


图2

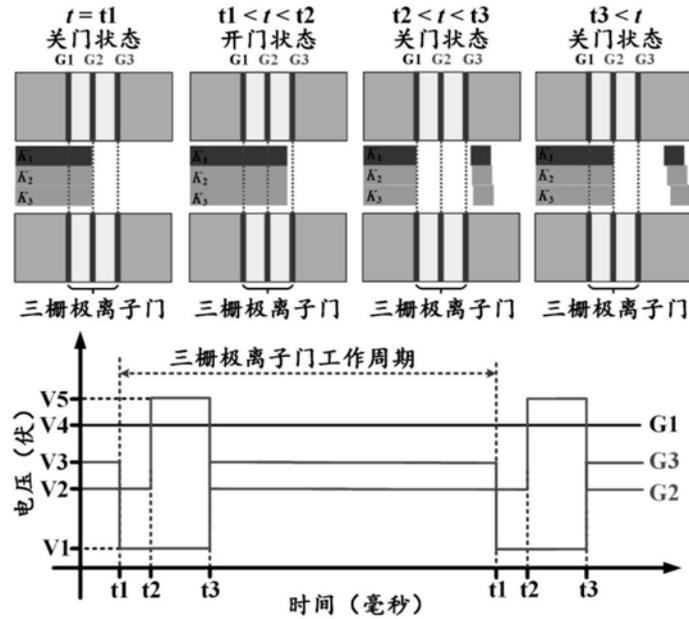


图3