

# 测定气体激光管分压强的简便质谱分析法

**Abstract:** A new method of mass spectrum quantitative analysis is presented. To compare with the conventional quantitative analysis, it is simpler and easier and its analytical accuracy is higher. This method has found its first application in gas laser technology and better results have been obtained.

## 一、关于分压强测定

### (1) 定量修正系数

图1代表一种气体的谱峰,  $I_{N_2}^+$ 、 $I_{O_2}^+$ 、 $I_{Ar}^+$ ... 等即为特征峰, 只有用定量修正系数对其进行修正后, 才能求出试样中  $N_2$ 、 $O_2$ 、 $Ar$ ... 的分压强分析值。常规的修正系数是质谱计的绝对灵敏度  $S(S_n = I_n^+/P_n)$  或相对灵敏度  $\beta(\beta_n = S_n/S_{N_2})$ ,  $S$  的校准必须用到复杂的真空计量手段<sup>[1]</sup>。而本定量修正系数——“综合相对灵敏度系数  $\alpha$ ”则无需校准  $S$  值, 因而简便易行。各种气体的  $\alpha$  值, 在数值上等于等量 ( $Q = PV$ ) 的其它气体  $n$  和  $N_2$  气所显示的“特征峰”毫米峰高之比:

$$\alpha_n = \frac{I_n^+}{I_{N_2}^+} \quad (1)$$

等量气体 ( $Q_n = P_n V_n$ ,  $Q_{N_2} = P_{N_2} V_{N_2}$ ,  $Q_n = Q_{N_2}$ ) 是在配气台上配得,  $P$  为所配气体压力, 由 U 形计读出,  $V$  是配气瓶容积。

$\alpha$  值与整个质谱分析系统 (包括质谱计) 的构成及固有特性有关, 在特定工作状态下,  $\alpha$  为常数。不同系统  $\alpha$  值不同。表 1 即为所测得的 11 种气体的  $\alpha$  值。

### (2) 对“特征峰”的定量修正

“特征峰”  $I_1^+$ 、 $I_2^+$ 、...、 $I_n^+$  除以对应的  $\alpha_1$ 、 $\alpha_2$ 、...、 $\alpha_n$  后的等效  $N_2$  峰是气体 1、2... $n$  分压强的表征:

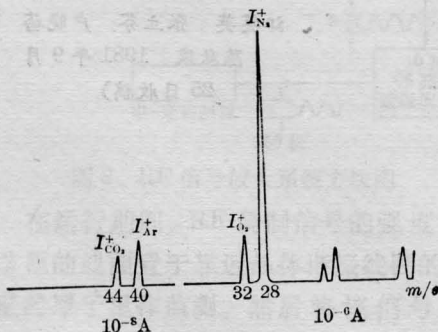


图 1

表 1

气 体	$N_2$	$H_2$	$He$	$Ne$	$CO$	$O_2$
$\alpha(I_n^+/I_{N_2}^+)$	1	1.464	0.343	0.289	0.767	0.686

气 体	$Ar$	$CO_2$	$Kr$	$Xe$	$H_2O$
$\alpha(I_n^+/I_{N_2}^+)$	0.987	0.7258	0.38	0.0758	0.192

$$I_1^+/\alpha_1 : I_2^+/\alpha_2 : \dots : I_n^+/\alpha_n = P_1 : P_2 : \dots : P_n \quad (2)$$

该式是定量解析的本质所在, 是分压强计算的基础。

### (3) “混合峰”的解析

质荷比相同的“特征峰”将互相重叠构成“混合峰”, 比如  $m/e = 28$  质量峰往往为“混合峰”:

$$I_{28}^+ = I_{N_2}^+ + I_{CO}^+ \quad (3)$$

用“离子谱图象系数”  $B$  值 ( $B_n = \frac{I_{n,m}^+}{I_n^+}$ ,  $I_{n,m}^+$  为“特征峰”  $I_n^+$  之“伴随峰”,  $m$  为“伴随峰”所对应的质荷比)

来解析式(3):

$$\text{因为} \quad I_{N_2}^+ = \frac{I_{N_2,14}^+}{B_{N_2}}$$

$$\text{所以} \quad I_{CO}^+ = I_{28}^+ - I_{N_2}^+ = I_{28}^+ - \frac{I_{N_2,14}^+}{B_{N_2}}$$

表 2 为所测得的有关气体的  $B$  值。

### (4) 质谱分析系统的“特定工作状态”

分析中系统工作状态主要是主排气泵阀门流导, 质谱管灯丝放射电流, 离子源各极电压必须同一。质谱分析器的聚焦特性 (或称分辨力-恒峰宽特性) 必须同一, 这就必须使  $Xe$  气的二次电离  $m/e \approx 67$  质量峰高对于  $Xe$  气的“特征峰”  $I_{Xe,129}^+$  之比 (用  $H$  表示) 同一 (即以  $Xe$  气来标定聚焦特性)。

### (5) 分压强计算方法

a) 确定“特征峰”峰高毫米数 (包括解析“混合峰”):  $I_1^+$ 、 $I_2^+$ 、 $I_3^+$ 、...、 $I_n^+$ 。

b) 求“特征峰”之“等效  $N_2$  峰”, 并求其和:

$$I_{1 \cdot N_2}^+ = I_1^+/\alpha_1; \quad I_{2 \cdot N_2}^+ = I_2^+/\alpha_2 \dots I_{n \cdot N_2}^+ = \frac{I_n^+}{\alpha_n}$$

$$\Sigma I^+ = I_{1 \cdot N_2}^+ + I_{2 \cdot N_2}^+ + I_{3 \cdot N_2}^+ + \dots + I_{n \cdot N_2}^+$$

表 2

气体 $m/e$	2	12	14	16	17	18	20	22	28	32	40	44
H <sub>2</sub> O	0.031			0.039	0.263	1						
Ne							1	0.0918				
N <sub>2</sub>			0.083						1			
CO		0.0784		0.0328					1			
O <sub>2</sub>				0.181						1		
Ar							0.0401				1	
CO <sub>2</sub>		0.0725		0.175					0.218			1

表 3

组分气体	已知(配比)含量 $A$	分析值 $x$	绝对误差 $A-x$	相对误差 $\delta = \Delta x/A \times 100\%$
H <sub>2</sub>	1.006%	0.725%	0.281	27.93%
He	62.08%	60.33%	1.75	2.82%
N <sub>2</sub>	16.78%	16.28%	0.5	2.98%
O <sub>2</sub>	2.35%	3.39%	1.04	44.26%
CO <sub>2</sub>	16.78%	18.04%	1.26	7.51%
Xe	1.006%	0.864%	0.142	14.12%
CO	0	0.38%*		

表 4

组分气体	20 分	100 小时	180 小时	230 小时	330 小时	350 小时	380 小时	390 小时
H <sub>2</sub>	0.122	0.238	0.324	0.629	0.869	0.289	0.578	0.405
He	60.55	60.95	59.47	62.49	63.54	62.76	62.33	62.44
N <sub>2</sub>	16.68	14.76	13.85	13.95	15.196	14.24	14.85	14.87
O <sub>2</sub>	3.27	1.44	1.08	1.25	1.47	1.51	1.85	1.85
CO <sub>2</sub>	16.76	12.74	12.26	10.34	11.58	11.43	11.73	11.75
Xe	0.741	0.937	1.199	0.85	0.51	0.57	0.669	0.67
CO	1.87	8.91	11.86	10.54	6.83	6.97	7.99	8.00%
即时功率(瓦)	13.6	10.5	11.6	9.8	12	10.5	11.2	10.5
组分气体	450 小时	500 小时	550 小时	610 小时	680 小时	750 小时	820 小时	950 小时
H <sub>2</sub>	0.068	0	0	0.485	0	0.147	0	0.2
He	64.27	64.4	64.35	62.62	62.99	64.17	62.54	62.95
N <sub>2</sub>	14.87	15.04	14.52	14.95	15.34	15.81	14.87	15.61
O <sub>2</sub>	1.199	1.4	1.29	1.43	1.64	1.05	1.65	1.64
CO <sub>2</sub>	9.61	10.66	10.34	10.39	10.23	9.65	11.39	9.22
Xe	0.586	0.48	0.61	0.62	0.56	0.545	0.748	0.54
CO	9.39	8.62	8.87	8.97	9.05	8.65	8.00	9.84
即时功率(瓦)	9.2	11	10.5	11	10.3	9	11.5	9

注: 表中各数字皆为百分含量%。

\* 该管在上质谱分析台之前, 已点燃一定时间, 故产生少量(0.38%)CO。

c) 对“等效 N<sub>2</sub> 峰”进行定量分配, 得到各组分气体分压强(或百分含量):

$$P_1 = P_{总} / \Sigma I^+ \times I_{1, N_2}^+ \text{ 或 } Q_1 = I_{1, N_2}^+ / \Sigma I^+ \times 100\%$$

$$P_2 = P_{总} / \Sigma I^+ \times I_{2, N_2}^+ \text{ 或 } Q_2 = I_{2, N_2}^+ / \Sigma I^+ \times 100\%$$

⋮ ⋮

$$P_n = P_{总} / \Sigma I^+ \times I_{n, N_2}^+ \text{ 或 } Q_n = I_{n, N_2}^+ / \Sigma I^+ \times 100\%$$

式中  $P_{总}$  为被分析试样的已知总压力。

## 二、应用实例

下面是对 600 毫米腔长、银电极封离型 CO<sub>2</sub> 激光试验管动态定量分析的结果。

1) 寿命起始时刻(未出光)的静态分析结果列于表 3。

2) 寿命过程中各有关时刻的分析结果列于表 4, 并绘成图 2 曲线。

从图 2 可见功率变化与 CO<sub>2</sub> 分压值变化趋势一致; CO<sub>2</sub> 与 CO 在 A'、B'、D' 相交后又分开是因为向管补充了 N<sub>2</sub>、O<sub>2</sub> 混合气体, 这时 O<sub>2</sub> 含量随之增加; 未发现  $m/e=30.46$  处出现 N<sub>2</sub> 的氧化物。

李春华同志参加了本实验, 激光实验室同志给予协助, 于广陵、毛福明同志给予帮助, 在此一并致谢。

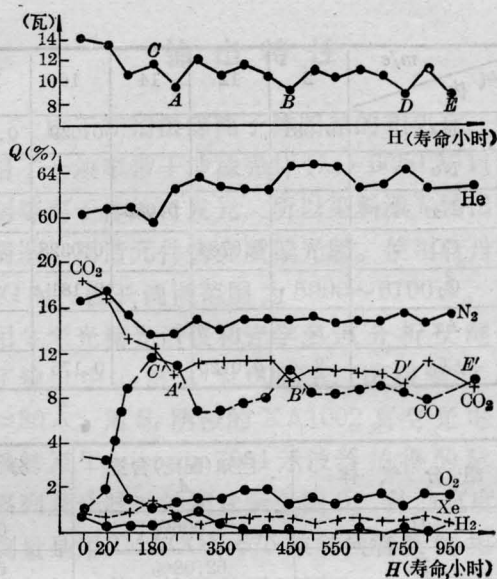


图 2

## 参 考 文 献

[1] *Vacuum*, 1966, 16, No. 2, 69.

(国营南京电子管厂 黄理胜 1981年6月29日收稿)

# 半封离型 500 瓦 CO<sub>2</sub> 激光器的设计和工艺

**Abstract:** Results on a partly sealed-off CO<sub>2</sub> laser different from the traditional structure are given. Output power of about 71 W for one meter of discharge length has been obtained.

我们研制了一台半封离型 CO<sub>2</sub> 气体激光器, 每米有效放电长度的功率可达 71 瓦。现将其设计、工艺等简介如下。

激光器系统横截面示于图 1。电极 5 与放电管 1 由过渡玻璃 10 焊接联接, 经放电隔离弹簧管 6 与贮气室 7 相通, 置于木质托座 11 上, 放电管 1 则由上下左右均可调节的支架支撑, 两者均紧固于槽钢 9 的平面上。

每段放电管与水冷套的构成形式示于图 2。塑料水冷套 3 与铝合金头螺纹联接, 密封“O”橡胶圈 6 置于 4 内侧槽内, 由铝质压紧环 5 与 4 螺纹联接压缩“O”形圈 6, 使其紧贴于放电管壁 2 上, 达到不漏水目的。

动态调节装配式窗口结构示于图 3。

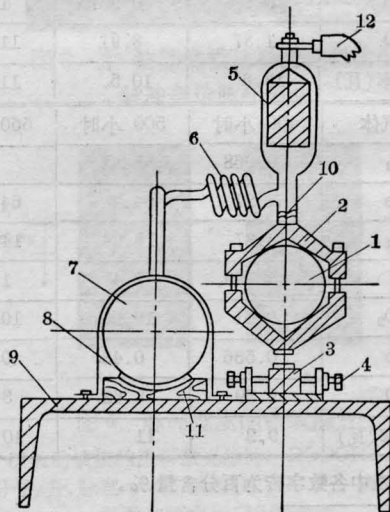


图 1