

磁偏转小型质谱仪实验中钨带温度测量的新方法

罗胤（复旦大学 物理系，上海 200433）

摘要：本文主要介绍磁偏转小型质谱仪实验中对钨带温度测量的新方法，通过测量得出温度与钨带单位长度电功率、平均电阻率的普适关系，对质谱实验中的温度测定提供帮助。

关键词：小型质谱仪 温度测量 平均电阻率 单位长度电功率

一、引言

质谱仪是利用带电粒子在电磁场中的运动规律，实现按质荷比进行分离，从而探测物质的组分与含量的实验仪器。

本实验采用磁偏转小型质谱仪，使用表面电离型离子源。表面电离型离子源由一定尺寸的表面涂有样品的钨带和离子引出孔（出射缝）组成，当钨带温度足够高时，样品将分解，并以原子形式发射到空间，此时，金属表面被一定浓度的原子所包围，撞击到灼热金属表面的原子可以发生电离，并在加速电场的作用下进入质量分析器。在这个过程中，金属原子的电离效率可近似地表示为温度的函数，为了研究不同样品的分解温度、离子流发射温度以及电离效率与温度之间的关系，必须对实验过程中的钨带进行实时的温度测量。但是，在大多数的磁偏转小型质谱仪中并没有温度传感器，并且对涂有样品的钨带进行温度测量有一定的操作难度，故通常的做法是将一条没有涂样品的相同尺寸的钨带在一台可以进行温度测量的仪器中，加以相同大小的电流，对其温度进行测量。使用这种测量方法不仅需要进行更多的实验，并且要求使用相同尺寸的钨带，对实验带来了一定的难度。

二、实验原理与方法

表面电离型离子源的主要发热装置由两个金属引线柱和它们之间的钨带组成，引线柱和横截面积远大于钨带的横截面积，引线柱的电阻远小于钨带的电阻，由于引线柱与钨带是串联在一起的，由 $P = I^2 R$ 可知引线柱的发热量远小于钨带的发热量，下面的讨论基于两个基本假设：

假设 1：引线柱不发热，钨带是唯一的热源；

假设 2：忽略引线柱的电阻，实验中测到的电阻仅为钨带的电阻。

可以利用数学物理方程中的扩散方程计算整个体系的温度分布，但是这种方法较为烦琐，并且整个体系中有很多的未知量，同时扩散方程也只是一个理想化状态，故在下面的讨论过程中，并不采用解扩散方程的方法。

根据假设 1，钨带是唯一的热源，而钨带两端与不发热的导线柱相连，故当温度稳定后（即不随时间变化），钨带表面应该具有一个温度分布，设为 $T(x, P)$ ，式中自变量 x 是沿钨带表面的位移（设钨带中点处 $x = 0$ ）， P 为钨带的电功率。实验中利用热电偶测量钨带中点处的温度，即 $T(0, P)$ ，可以得到钨带的 $P-T$ 关系。

当钨带的温度达到稳定分布后，钨带的产热与整个体系的散热应该相等，钨带的产热功率可以近似认为是其电功率，整个体系的散热与钨带长度、体系真空度、仪器结构有关。故对于相同长度的钨带在相同的真空状态下，使用相同的仪器，应该满足相同的温度分布。使

用结构相似的仪器，在相同的真空状态下，使用不同长度的钼带，应该具有类似形式的 P-T 关系。

为简化计算，假设温度稳定后钼带的温度分布不随 x 改变而改变，即 $\partial T / \partial x = 0$ ，可以将 T 表示为仅用 P 作自变量的函数 $T(P)$ ：

$$T(x, P) = T(P) \quad (1)$$

为了计算不同长度的钼带的 $P-T$ 关系，引入假设 3：

假设 3：温度稳定后，钼带的温度与加在单位长度钼带上的电功率成普适关系。

设钼带长度为 L ，电功率为 P ，将单位长度上的电功率记为 P_L ，有

$$P_L = P / L \quad (2)$$

根据假设 3，可以写出钼带温度 T 与单位长度电功率 P_L 的关系 f_T

$$T = f_T(P_L) = f_T(P/L) \quad (3)$$

并且，函数 f_T 具有普适性。故在实际测量过程中，可以通过测量钼带的长度和钼带的电功率，

利用 f_T 计算钼带的温度。

同时，由于金属的电阻满足下式

$$R = \rho \frac{L}{S} \quad (4)$$

而电阻率会随温度的变化而变化，故(4)式可以写成

$$R(T) = \rho(T) \frac{L}{S} \quad (5)$$

由(5)可得

$$\rho(T) = R(T) \frac{S}{L} \quad (6)$$

由于金属电阻率 $\rho(T)$ 对同一种金属具有普适性，故可以通过对钼带电流和电压以及钼带温度的测量数据计算出钼带的电阻率，并拟合出 $\rho(T)$ 的普适公式 $f_\rho(T)$ ，在实际的实验过程中，通过对钼带电阻的测量，计算出电阻率，即可从下面的方程中解出温度 T 的值。

$$f_\rho(T) = \rho \quad (7)$$

下面简要介绍实验的过程与方法，在第三部分中列出了实验的结果，并进行了详细的分析。

(1) 在高真空状态下，使用热电偶对不同电流下的钼带温度进行测量，并记录钼带两端的电压值，通过拟合得到温度与单位长度电功率的普适关系 $f_T(P_L)$ ，和电阻率与温度的普适关系 $f_\rho(T)$ 。

(2) 在高真空状态下, 使用涂有样品的钼带, 测量在不同电流下的钼带电压的值, 分别利用(1)中得到的 $f_T(P_L)$ 和 $f_\rho(T)$ 计算钼带的温度, 并进行对比。

三、实验结果与讨论

1、高真空状态下钼带 $f_T(P_L)$ 和 $f_\rho(T)$ 函数的确定

在高真空状态下, 利用热电偶接触测量钼带的温度, 改变钼带的电流并使其维持恒定, 待其温度稳定后测量钼带两端的电压, 记录电流 I 、电压 U 以及温度 T 的值。

实验中为了防止由于钼带热形变导致钼带与热电偶不能紧密接触而产生温度测量的不精确, 在钼带的中央制作一个小的螺旋, 将热电偶置于螺旋中, 与钼带紧密接触, 接线柱间距为 12.90mm, 钼带螺旋直径为 2.00mm, 可以近似算出钼带的长度为 19.18mm ($=12.90+2.00*3.14$), 记 $L = 19.18\text{mm}$ 。利用电流 I 和电压 U 可以计算出钼带的电功率 $P = IU$, 单位长度钼带的电功率为 $P_L = P/L$ 。利用实验数据将高真空状态下的 P_L-T 曲线绘图, 如图 1 所示。并用函数 $y = a - b\ln(x + c)$ 对数据进行拟合, 实验数据与拟合曲线符合得很好 (相关系数为 0.99939)。将拟合曲线计为 $f_T(P_L)$, 有

$$f_T(P_L) = 1291 + 381.9\ln(P_L + 0.02941) \quad (8)$$

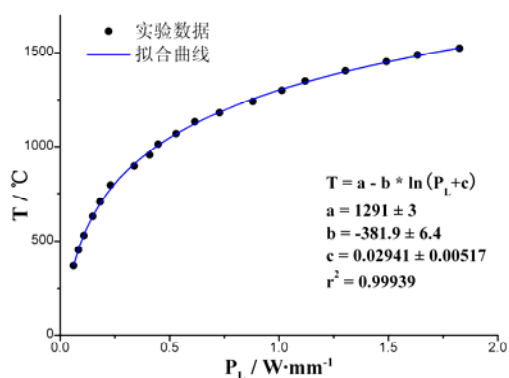


图 1. 高真空状态下单位长度钼带的电功率与钼带温度间的关系曲线

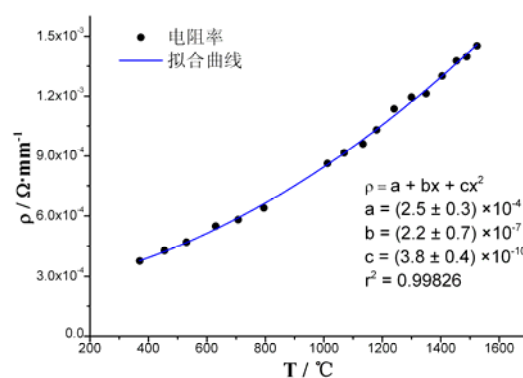


图 2. 高真空状态下钼带的电阻率与钼带温度间的关系曲线

钼带宽度为 1.04mm, 钼带宽度为 0.15mm, 钼带截面积为 $S = 0.156\text{mm}^2 (=1.04*0.15)$, 钼带长度为 $L = 19.18\text{mm}$, 钼带的电阻由 $R = U/I$ 计算得出, 利用公式(6)计算出钼带在不同温度下的电阻率, 并将 $\rho-T$ 曲线绘出, 如图 2 所示。利用函数 $y = a + bx + cx^2$ 对数据进行拟合, 实验数据与拟合曲线符合得很好 (相关系数为 0.99826)。将拟合曲线计为 $f_\rho(T)$, 有

$$f_\rho(T) = 2.5 \times 10^{-4} + 2.2 \times 10^{-7}T + 3.8 \times 10^{-10}T^2 \quad (9)$$

2、涂有样品的钼带的温度计算

(1) NaCl 样品

使用长度为 9.80mm，宽度为 1.30mm，厚度为 0.15mm 的钼带，在其表面涂上一层 NaCl 样品，进行质谱实验测量，得到不同电流 I 下的钼带两端电压 U 的值，功率 $P = UI$ ，电阻 $R = U/I$ ，利用(2)式计算单位长度钼带上的电功率 P_L ，利用(6)式计算钼带的平均电阻率 ρ ，将 P_L 代入公式(8)中计算出温度 T_1 ，将 ρ 代入方程(7)(9)中解出温度 T_2 ，将 T_1 和 P 的关系画出，如图 3 中的曲线 I 所示，将 T_2 和 P 的关系画出，如图 3 中的曲线 II 所示。

(2) KCl、NaCl 混合样品

使用长度为 9.80mm，宽度为 1.30mm，厚度为 0.15mm 的钼带，在其表面涂上一层 KCl 和 NaCl 的混合样品，进行质谱实验测量，利用与上面处理涂有 NaCl 样品的钼带的电压电流测量数据相同的方法对涂有 KCl 和 NaCl 混合样品的钼带的电压电流测量数据，得到钼带的温度 T_1 和 T_2 ，画出温度随功率变化的曲线，如图 4 中的曲线 I 和曲线 II 所示。

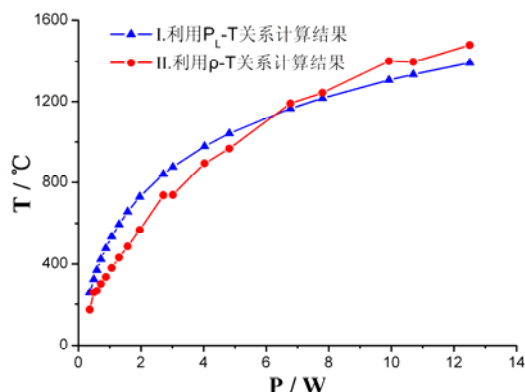
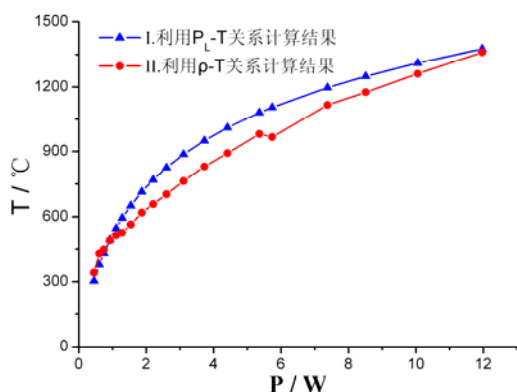


图 3. 利用 $f_T(P)$ 和 $f_\rho(T)$ 普适关系计算出涂有 NaCl 样品的钼带的温度 T 与电功率 P 的关系曲线

图 4. 利用 $f_T(P)$ 和 $f_\rho(T)$ 普适关系计算出涂有 KCl 和 NaCl 混合样品的钼带的温度 T 与电功率 P 的关系曲线

从图 3 和图 4 中可以看出，温度的计算值随着加在钼带上的电功率的增大而升高，曲线 I 是通过单位长度的功率与温度之间的普适关系计算得到的，曲线 II 是通过温度与电阻率的普适关系计算得到的，两种方法相互独立，但得到的结果差异不大（最大的温度相差仅 100°C，相对而言并不大）。并且在两次测量的结果中，曲线 II 上均出现了一次平台，即功率升高时，温度不变，在 NaCl 样品的测量结果中，这个平台出现在温度为 900°C 附近（如图 3 曲线 II 所示），在 NaCl 和 KCl 混合样品的测量结果，这个平台出现在温度为 700°C 附近。由于 NaCl 熔点是 800°C，KCl 熔点是 770°C，两次平台都出现在样品的熔点附近，这说明样品的熔融对温度计算有一定的影响：当样品熔融时，样品温度不变，即钼带温度不变，钼带的电阻率不变，故在曲线 II 中表现为平台；而熔化的过程需要吸热，故在熔化过程中增大功率，在曲线 I 中表现为温度升高，这与实际的物理过程是吻合的，故可以间接地证明前面提到的假设具有一定的合理性，并且同时也证明了利用普适函数 $f_T(P_L)$ 和 $f_\rho(T)$ 来计算温度是可行的。

四、结论

单位长度钼带的电功率与钼带温度之间存在普适关系 $f_T(P_L)$ ，钼带的平均电阻率与钼带

温度之间存在普适关系 $f_\rho(T)$ ，这两个普适关系主要与仪器的结构与材料有关，与钼带宽度及钼带长度的影响可以被忽略，故可以通过测量普适关系 $f_T(P_L)$ 和 $f_\rho(T)$ ，得到计算钼带温度的普适方法，在质谱实验过程中使用这种方法计算温度，可以不用考虑钼带宽度对温度的影响，仅对钼带的长度进行测量，实现利用质谱测量过程中钼带电压和电流的测量数据直接近似计算钼带的温度，与常规的温度测量方法相比，大大地简化了实验过程。

致谢：

感谢汪人甫、姚红英两位老师在实验过程中的指导与帮助。

参考文献：

《近代物理实验》，复旦大学物理系。