

УДК 621.384.8

Андреев А.К., Воронин Б.М., Житников Д.Е., Иванов И.А., Иванов А.П., Кобрин М.С., Рафальсон А.Э., Рутгайзер Ю.С., Соколов Б.Н., Филатов А.Н., Фуксман Б.Е. Масс-спектрометр MX1320 с испарителем для исследования процессов испарения труднолетучих веществ// Научное приборостроение. Л.: Наука, 1987.

Описаны принцип действия и конструкция масс-спектрометра MX1320; приведены основные технические характеристики и рассмотрена область применения прибора. Библиогр. 3 назв. Ил.7. Табл.1.

А.К.Андреев, Б.М.Воронин, Д.Е.Житников, И.А.Иванов, А.П.Иванов, М.С.Кобрин, А.Э.Рафальсон, Ю.С.Рутгайзер, Б.Н.Соколов, А.Н.Филатов, Б.Е.Фуксман

МАСС-СПЕКТРОМЕТР МХТЗ20 С ИСПАРИТЕЛЕМ ДЛЯ ИССЛЕДОВАНИЯ ПРОЦЕССОВ ИСПАРЕНИЯ ТРУДНОЛЕТУЧИХ ВЕЩЕСТВ

В СКБ аналитического приборостроения АН СССР в период 1965–1968 гг. были разработаны масс-спектрометры [1, 2], предназначенные для изучения процессов испарения труднолетучих веществ.

С усложнением задач высокотемпературной химии, в частности с необходимостью исследований многокомпонентных соединений, с повышением требований к чувствительности и разрешающей способности приборов, необходимостью автоматизации измерений, а также замены устаревшей элементной базы потребовалась разработка современного

массо-спектрометра для высокотемпературных исследований.

В 1983 г. СКБ аналитического приборостроения АН СССР при участии Института физической химии АН СССР, Института высоких температур АН СССР и Ленинградского государственного университета им.А.А.Жданова разработало масс-спектрометр МХ1320 [3] с испарителями и другим необходимым оборудованием для исследования процессов испарения труднотлетучих веществ. Межведомственные испытания прибора подтвердили его весьма высокие технические характеристики.

Общий вид масс-спектрометра показан на рис.1. Собственно масс-спектрометр

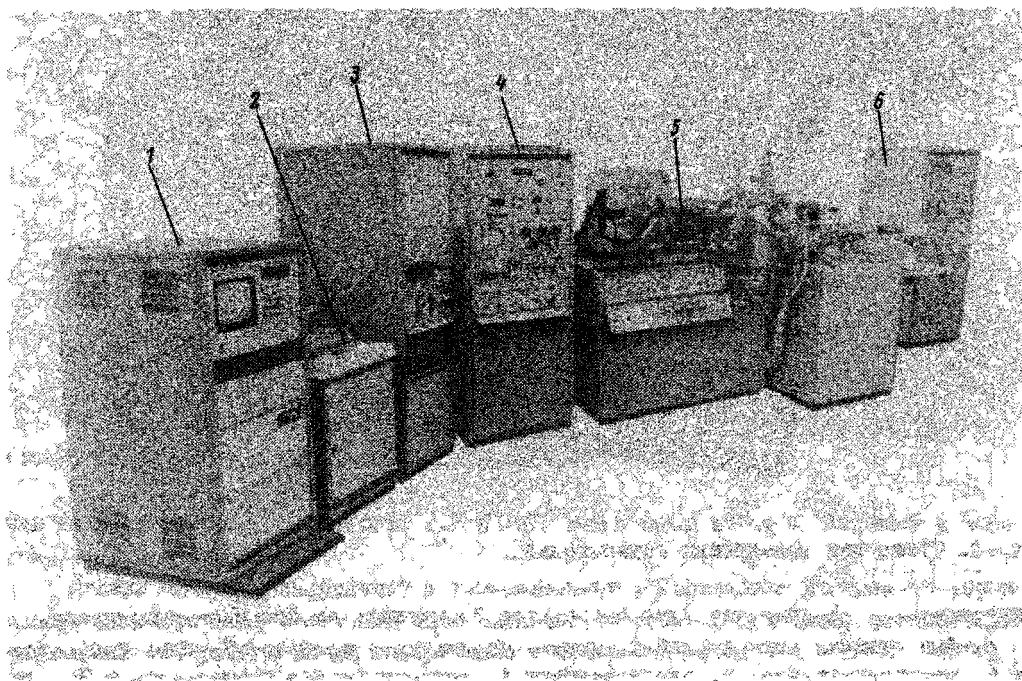


Рис.1. Масс-спектрометр МХ1320 с высокотемпературным испарителем.

состоит из аналитической части 5, стойки питания испарителей 6, стойки измерительной 3 и стойки управления и контроля 4. Прибор оснащен системой управления и обработки информации (СУОИ), выполненной на базе микроЭВМ "Электроника 60" и состоящей из двух стоек: стойки управления и обработки информации 1 и стойки ввода-вывода информации 2.

Кроме того, в состав прибора входит стенд для тренировки испарителей, показанный на рис.2. Стенд состоит из стойки откачки испарителей 1, камеры для тренировки испарителей 2 и стойки питания испарителей 3. Для измерения температуры эффузионной камеры высокотемпературного испарителя ИВТ-3 масс-спектрометр оснащен оптическим пирометром типа ЛОП-72.

В аналитической части осуществляются основные физические процессы, определяющие действие масс-спектрометра: нагрев пробы, образование паров исследуемого вещества, ионизация молекул пара, разделение ионов по массам, регистрация масс-

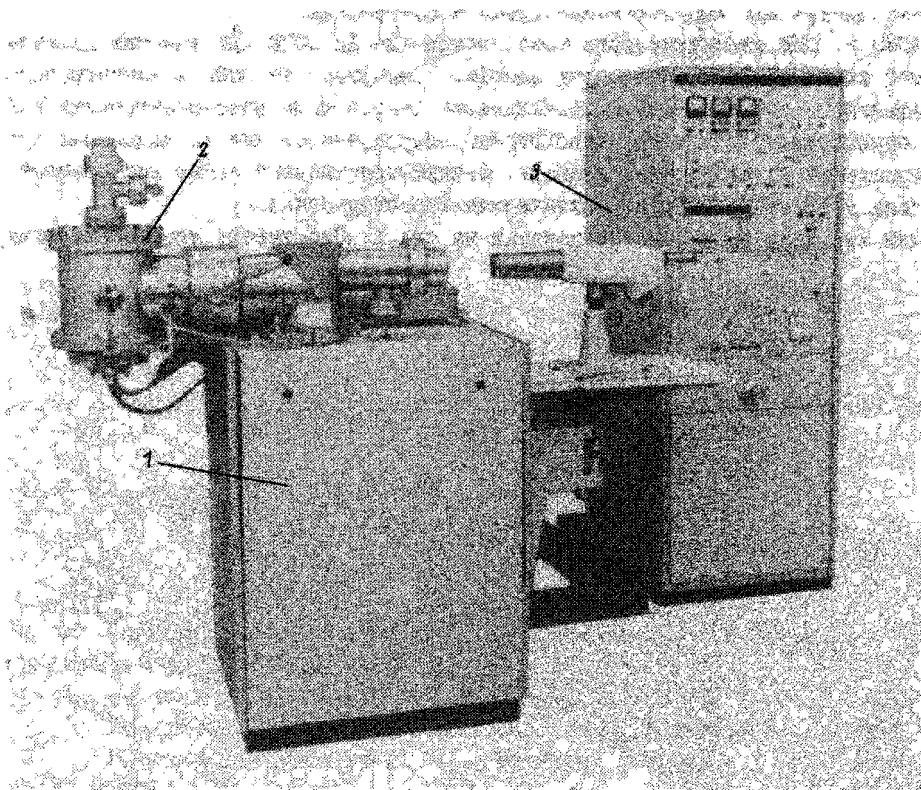


Рис.2. Стенд для тренировки испарителей.

спектров. В аналитическую часть (рис.3) входят: стойка масс-анализатора 2, стойка откачки испарителей 8, ионно-образующее устройство 7, блок фокусировки 6, энергосанализатор 5, электромагнит 4, приемник ионов с умножителем 3, электронные блоки I и ряд вспомогательных узлов. В ионно-образующем устройстве размещены: источник ионов ИЭ-28, сменный испаритель (либо низкотемпературный - ИИТ-3, либо высокотемпературный - ИВТ-3), водяная рубашка, заслонка-модулятор молекулярного пучка, смотровые окна. Взаимная ориентация этих элементов и соответственно молекулярного и ионного пучков аналогична таковой в приборах МХИЗОВ и МСИЗОИ [1, 2] .

В состав источника ионов ИЭ-28 входит испаритель ИИТ-2, расположенный аксиально по отношению к оси ионного пучка (т.е. перпендикулярно по отношению к оси молекулярных пучков испарителей ИИТ-3 и ИВТ-3). Испарители ИИТ-3 и ИВТ-3 могут быть собраны в процессе эксплуатации в нескольких вариантах: с одинарной и двойной эффузионными камерами, с напуском газов, с разными типами ячеек эффузионных камер. Нагрев эффузионной камеры испарителя ИИТ-3 производится радиационной печью, измерение температуры - с помощью платина-платинородиевой термпары. Нагрев эффузионной камеры испарителя ИВТ-3 осуществляется электронной бомбардировкой, измерение температуры - оптическим пирометром. Предусмотрена также возможность контроля температуры с помощью термпары, установленной на экране вблизи эффузионной камеры. Откачка испарителей производится паромасля-

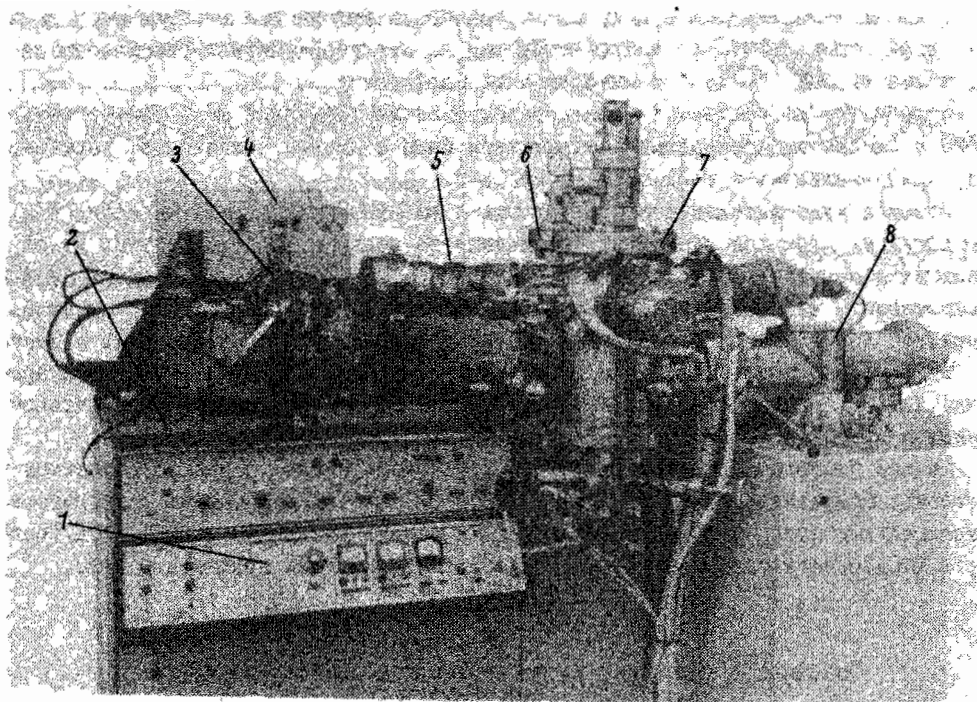


Рис.3. Аналитическая часть масс-спектрометра.

ным насосом ННМ-0.7 (мощность $0.7 \text{ м}^3/\text{с}$), снабженным азотной ловушкой и высоковакуумным затвором.

Стойки питания испарителей и измерительная обеспечивают программно-управляемое регулирование и стабилизацию температуры эффузионных камер испарителей, управление системой откачки испарителей и измерение давления.

Стойка управления и контроля служит для питания источника ионов, блока фокусировки, энергоанализатора, электромагнита, умножителя, индикации массовых чисел и регистрации ионных токов.

Система управления и обработки информации снабжена комплектом рабочих программ, обеспечивающих:

- регулирование с различными скоростями и стабилизацию температур ячеек ИНТ-2 и ИВТ-3;

- регулирование с различными скоростями и стабилизацию мощности нагрева ячеек ИВТ-3;

- развертку и регистрацию масс-спектров (полную или в заданных пределах);
- автоматическое снятие зависимости ионного тока от времени (при постоянной температуре);

- автоматическое снятие зависимости ионного тока от температуры (при дискретно меняющейся температуре);

- автоматическое снятие зависимости ионного тока от температуры (при плавно меняющейся температуре);

- автоматическое снятие зависимости ионного тока от ионизирующего напряжения;

- автоматическое снятие зависимости ионного тока от отклоняющего напряжения.

Графики зависимостей и результаты обработки информации отображаются на экране графического дисплея, документируются на двухкоординатном графопостроителе, печатаются на ЭПМ "Консул" и выводятся на перфоленту.

В процессе лабораторных и междуведомственных испытаний масс-спектрометра МХ1320 с высокотемпературными испарителями были получены технические характеристики, представленные в таблице и на рис.4-7.

Высокая чувствительность в сочетании с высокой разрешающей способностью, автоматизация процесса измерений, оснащенность большим набором сменных узлов и вспомогательных устройств, отсутствие в мировом приборостроении прямого аналога разработанного масс-спектрометра ставят его в ряд лучших мировых масс-спектрометров для всесторонних исследований процессов испарения труднолетучих веществ.

Масс-спектрометр МХ1320 с испарителями найдет применение в высокотемпературной химии, технике и технологии огнеупоров, ракетной, ядерной, космической техники и других областях народного хозяйства.

Авторы благодарны М.П.Глазунову за постановку задачи разработки прибора и обсуждение полученных результатов, Г.А.Семенову за большую помощь в разработке функциональных алгоритмов программ математического обеспечения СУОИ, Л.Н.Горихову и Ю.С.Ходееву за постоянную помощь и консультации в процессе работы.

Основные технические характеристики масс-спектрометра
МХ1320 с испарителями

Характеристика	Значение	Условие проведения измерений
Максимальная разрешающая способность	10 000	На уровне 10 % высоты пиков
Диапазон массовых чисел	1-1000	
Чувствительность по серебру, А/Па	$5 \cdot 10^{-13}$	При разрешающей способности 1000
Погрешность индикатора массовых чисел, а.е.м.	± 0.4	
Диапазон регулирования температуры эффузионных камер испарителей, °С: ИНТ-1 ИНТ-3	200-1100 100-1300	В ручном и автоматическом режимах управления
Максимальная разность температур ячеек двойной эффузионной камеры испарителя ИНТ-3, °С	600 ± 50	При средней температуре ячеек 1000 °С
Неустойчивость термоЭДС термопар испарителей ИНТ-2, ИНТ-3, мкВ (°С)	$\pm 5 (\pm 0.5)$	При температуре ячеек 1000 °С в течение 2 час в автоматическом режиме
Диапазон скоростей автоматического регулирования температуры эффузионной камеры испарителя ИНТ-3, °С/с	0.1-5.0	В автоматическом режиме
Диапазон регулирования температуры эффузионной камеры испарителя ИНТ-3, °С	900-2700	В ручном и автоматическом режимах управления
Неустойчивость температуры эффузионной камеры испарителя ИНТ-3, °С	± 6	При температуре 2000 °С в течение 30 мин в автоматическом режиме
Превышение интенсивности пиков фона над интенсивностью отчетливо регистрируемых пиков серебра	10-100	В режиме модуляции молекулярного пучка

Характеристика	Значение	Условие проведения измерений
Диапазон скоростей линейной раз- вертки ионизирующего напряжения, В/с	0.01-5	В режиме автоматической записи ионизационных кривых
Диапазон регулирования напряжения пластин отклоняющего конденсатора (пластины Барри), В	-50+50	
Измеренное значение теплоты субли- мации серебра, ккал/г·атом	64.45	В диапазоне температур 770-950 °С

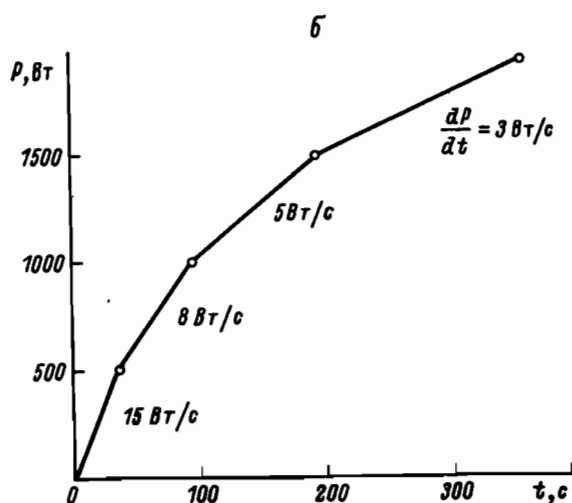
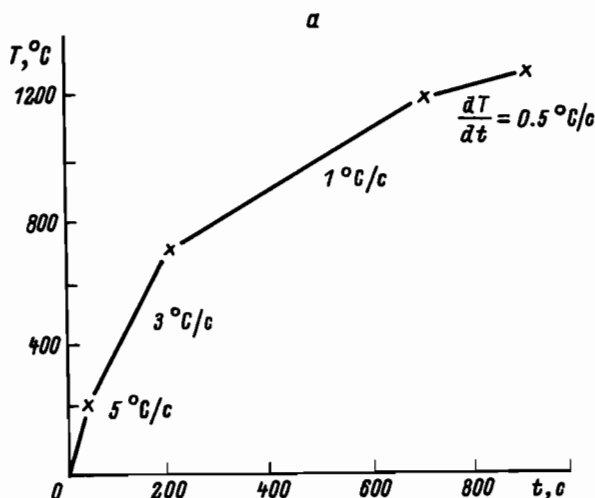


Рис.4. Графическое отображение автоматического регулирования температуры испарителя ИИТ-3 (а) и мощности нагрева испарителя ИИТ-3 (б) в соответствии с заданными режимами.

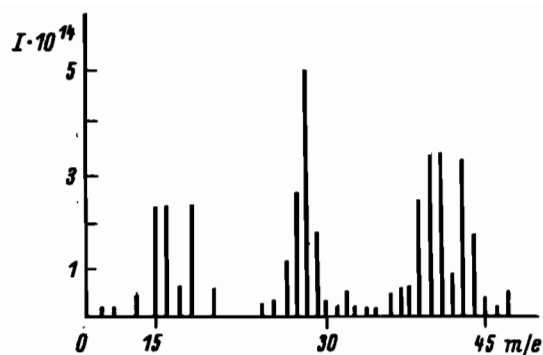


Рис.5. Остаточный масс-спектр в диапазоне массовых чисел 10-45.

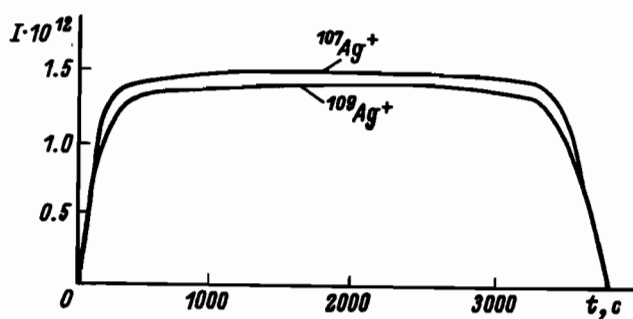


Рис.6. Зависимость ионного тока серебра от времени при постоянной температуре ($T = 1000^{\circ}\text{C}$).

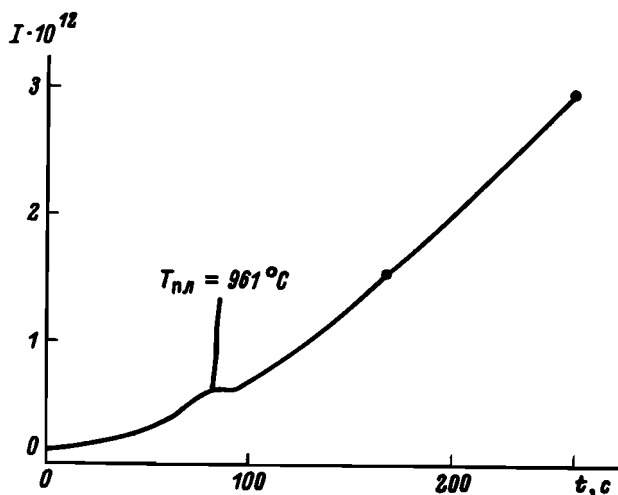


Рис.7. Зависимость ионного тока серебра $^{107}\text{Ag}^+$ от времени при плавном изменении температуры ($0.3^\circ\text{C}/\text{с}$) в диапазоне $940\text{--}1040^\circ\text{C}$.

ЛИТЕРАТУРА

1. Рутгайзер Ю.С., Шерешевский А.М., Семенов Г.А.// Энергия. 1969. Вып.13. С.39.
2. Масс-спектрометр МС1301: Описание и инструкция по монтажу и эксплуатации. СКБ АП АН СССР, 1968.
3. Масс-спектрометр МХ1320 с высокотемпературным испарителем: Руководство по эксплуатации. СКБ АП НТО АН СССР. 1983.

В.В.Гусаров, С.Г.Егоров, В.И.Еремеев, В.А.Батюк

ПРИБОР ДЛЯ ИЗМЕРЕНИЯ СТЕПЕНИ ПОЛЯРИЗАЦИИ СЛАБЫХ СВЕТОВЫХ ПОТОКОВ

Прибор предназначен для измерения всех параметров Стокса световых потоков слабой, средней и сильной интенсивности, а также интенсивности, меняющейся во времени, в диапазоне длин волн от 0.35 до 0.85 мкм.

Принцип действия прибора заключается в том, что исследуемый световой по-