

УДК 621.384.8

Ануфриев Г.С., Бронштейн А.М., Гудкова И.В., Ефис Ю.М., Иванов И.А., Клешков Е.М., Кобрин М.С., Мамырин Б.А., Рафальсон А.Э., Рутгайзер Ю.С., Соколов Б.Н., Семенов В.В.
Магнитный резонансный масс-спектрометр с системой управления и обработки информации
МИ9303// Научное приборостроение. Л.: Наука, 1987.

Описаны принцип действия и конструкция масс-спектрометра. Приведены основные технические характеристики. Рассмотрена область применения прибора. Библиогр. 7 назв.
Ил. 3.

Г.С.Ануфриев, М.А.Бронштейн, И.В.Гудкова, Ю.М.Ефис, И.А.Иванов, Е.М.Клешков, М.С.Кобрин, Б.А.Мамырин, А.Э.Рафальсон, Ю.С.Рутгайзер, Б.Н.Соколов, В.В.Семёнов

МАГНИТНЫЙ РЕЗОНАНСНЫЙ МАСС-СПЕКТРОМЕТР С СИСТЕМОЙ УПРАВЛЕНИЯ И ОБРАБОТКИ ИНФОРМАЦИИ МИ9303

Масс-спектрометр МИ9303 предназначен для исследовательских и аналитических работ в геохимии, космохимии, геологии, ядерной физике и других областях науки, целью которых является:

- изотопный анализ инертных газов при очень больших изотопных отношениях (до 10^{10});
- измерение изотопного состава малых количеств инертных и химически активных газов (водород, азот, окись углерода и др.) в присутствии мешающих компонентов, образующих мультиплеты масс с исследуемыми газами;
- анализ смесей указанных газов, в которых компоненты образуют мультиплеты масс;
- обнаружение и контроль микропримесей в смесях газов на малых уровнях вплоть до 10^{-9} от основного компонента смеси.

Масс-спектрометр МИ9303 является дальнейшим развитием промышленных магнитных резонансных масс-спектрометров [1-3] и отличается от предыдущей модели МИ9302 [3] более высокими техническими характеристиками, введением системы управления и обработки информации (СУОИ), системы экстракции газов из твердых образцов и применением усовершенствованных вакуумных и радиоэлектронных устройств. Введение СУОИ позволяет сократить время анализов и обработки информации с целью получения в приемлемый отрезок времени большого количества данных для изучения статистических закономерностей, характерных для геохимии и геологии [4], уменьшить ошибки результатов измерения. Введение в состав масс-спектрометра системы экстракции газов позволяет увеличить достоверность результатов исследований вследствие непосредственного впуска экстрагированных газов в масс-спектрометр.

Ионно-оптическая схема и режимы работы масс-спектрометра. Главной особенностью масс-спектрометра МИ9303 как магнитного резонансного прибора является большая величина дисперсии, которая предопределяет и разрешающую способность, и

абсолютную и изотопическую чувствительности (форму пика масс-спектра на очень низких уровнях). Дисперсия в масс-спектрометре, достигающая 90 мм на 1 % изменения массы ионов, позволяет получить высокую разрешающую способность при относительно широких щелях и невысоких требованиях к источнику ионов.

Масс-спектрометр МИ9303 – двухлучевой прибор, в котором применена ионно-оптическая схема с двумя последовательными ступенями разделения для ионов малораспространенного компонента анализируемой смеси газов и одной ступенью разделения для ионов основного компонента с одновременной регистрацией двух ионных пучков (рис.1.).

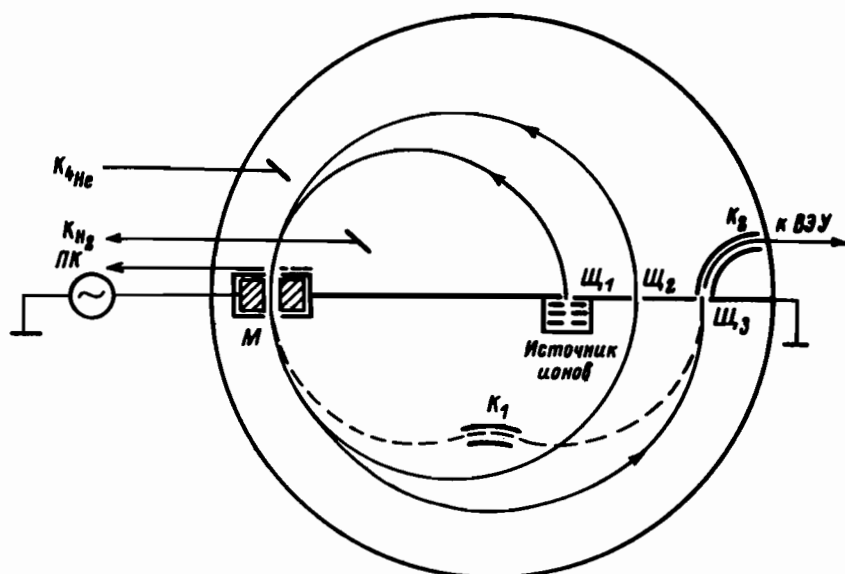


Рис.1. Схема масс-анализатора.

Щ_1 – выходная щель источника ионов; Щ_2 – щель дрейфа; Щ_3 – выходная щель анализатора; М – модулятор; К_1 – отклоняющий конденсатор; К_2 – выходной конденсатор; ПК – подвижный коллектор; К_{H_2} – коллектор ионов массового числа 2; $\text{К}_{4\text{He}}$ – коллектор ионов массового числа 4.

Первая ступень разделения ионов (общая для 1-го и 2-го пучков) представляет собой магнитный статический анализатор с углом отклонения 180° . Вторая ступень (для ионов 1-го пучка) – магнитный резонансный анализатор, в котором разделение ионов мультиплета масс происходит во время пролета ионами круговой траектории в однородном магнитном поле. Ионы одного массового числа, имеющие малую разность масс (а следовательно, и времен пролета), дважды проходят модулятор, питаемый ВЧ-генератором, и дважды получают добавочную энергию. Величина добавочной энергии сильно зависит от крутизны высокочастотного напряжения и разности фаз вхождения ионов в модулятор. Это обуславливает большую дисперсию прибора. Замкнутая круговая траектория ионов в магнитном поле обеспечивает 360° -ную пространственную и временную фокусировку ионов в модуляторе. Широкие щели и работа с большими токами ионизирующих электронов позволили получить высокую абсолютную чувствительность масс-спектрометра.

Двойное последовательное разделение ионов и высокая разрешающая способность

второй ступени для 1-го ионного пучка обеспечивают устранение наложения рассеянных ионов компонентов с большой концентрацией при анализе малораспространенных изотопов и микроколичеств веществ. Форма пика масс-спектра на выходе второй ступени такова, что вклад рассеянных ионов пика в соседний по массовому числу пик составляет менее 10^{-10} при соотношении пиков 10^8 . Наличие двух ступеней разделения ионов обусловило два режима разрешающей способности масс-спектрометра - высокой и низкой. В режиме высокой разрешающей способности возможна либо последовательная регистрация ионных лучей разных масс, либо одновременная регистрация одного луча (малораспространенного изотопа) в этом режиме и второго луча (изотопа высокой распространенности) в режиме низкой разрешающей способности.

В режиме низкой разрешающей способности оба луча разделяются только в первой ступени, луч меньшей интенсивности проходит обесточенный модулятор, отклоняющий конденсатор и попадает в приемник второй ступени (вторично-электронный умножитель), а луч большей интенсивности принимается на коллектор первой ступени [5].

Два режима разрешающей способности обеспечивают большую универсальность масс-спектрометра и позволяют проводить наряду со сложными и рутинные измерения.

В двухлучевом режиме масс-спектрометра возможен одновременный прием лучей ионов с относительной разностью масс от 30 до 4 %, что позволяет проводить в этом режиме изотопный анализ всех инертных газов от гелия до ксенона и водорода [6].

В зависимости от количества анализируемого газа в масс-спектрометре осуществляются три режима откачки и напуска проб: режим потока (откачка дифнасосом), квазистатический режим (избирательная откачка геттерным титановым насосом) и статический режим (полная отсечка камеры масс-анализатора от всех средств откачки) [7].

Система управления и обработки информации. В масс-спектрометре МИ9303 система управления и обработки информации (СУОИ) предназначена для автоматизации операций по управлению масс-спектрометром, отображению первичной информации и обработки результатов измерений. Наряду с этим оператор может управлять масс-спектрометром в ручном режиме.

В автоматическом режиме СУОИ осуществляет управление каналом питания электромагнита (развертки масс-спектров низкого и высокого разрешения, дискретная настройка на заданные пики масс-спектров), управление каналом питания модулятора (установка частоты генератора при настройке на пик масс-спектра высокого разрешения), включение и отключение ионного луча при измерениях нулевого уровня в каналах регистрации и при дискретной настройке на выбранные пики масс-спектров, съем информации и отображение текущих значений ионного тока, вторичную обработку информации, отображение первичной и вторичной информации на видеоконтрольном устройстве и устройстве графического отображения, документирование исходных данных опыта и результатов обработки на электрической пишущей машине, диаграмме потенциометра и ленточном перфораторе.

Конструкция масс-спектрометра. Внешний вид масс-спектрометра показан на рис.2. В стойке масс-анализатора размещены масс-анализатор, электромагнит, элементы вакуумной и гидравлической систем, блоки измерения давления, пульт управления, высокочастотный генератор (усилитель мощности), непосредственно соединенный с модулятором.

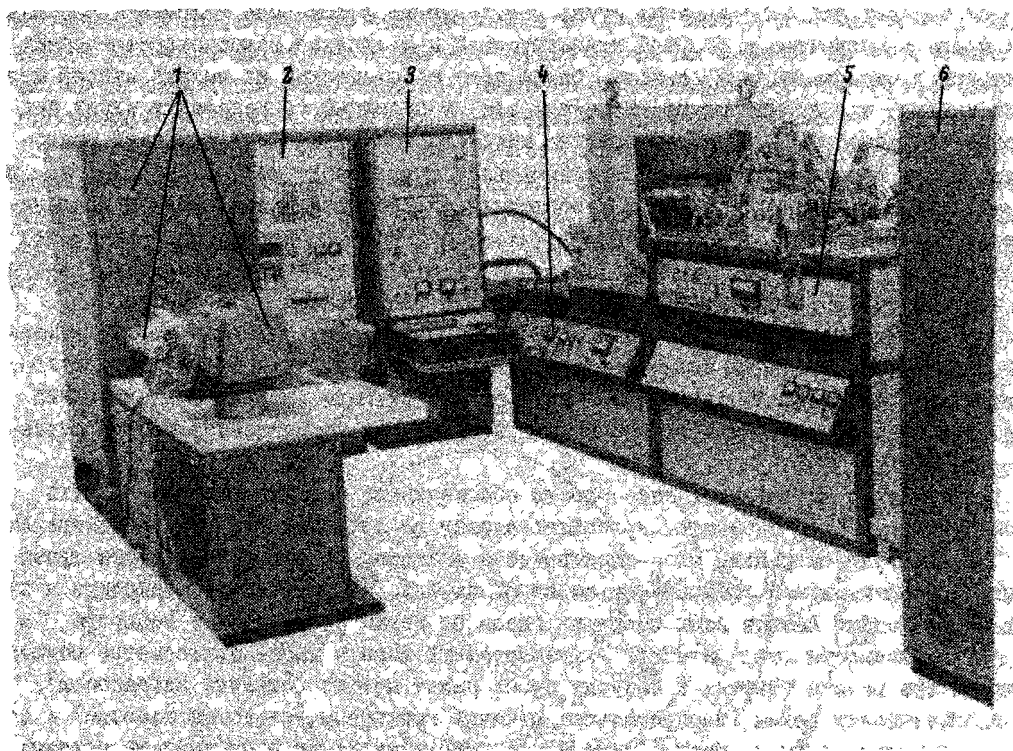


Рис.2. Внешний вид прибора

1 - система управления и обработки информации; 2 - стойка управления генератором; 3 - стойка управления и контроля; 4 - стойка масс-анализатора; 5 - стойка напуска и экстракции; 6 - стойка силового питания.

Стойка напуска и экстракции содержит двухкаскадную систему напуска градуировочных и анализируемых газовых смесей для работы в режиме потока, одноканальную систему напуска для работы в статическом и квазистатическом режимах откачки и напуска, систему приготовления градуировочной смеси, систему приготовления дозированного количества газа, систему экстракции газов из твердых образцов и систему хранения калибровочных смесей и чистых газов с известными изотопными отношениями. Максимальная температура нагрева реактора системы экстракции газов 1300°C . Система экстракции снабжена двумя камерами для титанового геттера, палладиевым фильтром и двумя камерами для активированного угля, посредством которых производит очистку и разделение на фракции экстрагированных инертных газов перед напуском их в масс-спектрометр.

Стойки управления и контроля и управления генератором содержат электронные блоки каналов питания ионно-оптической системы и электромагнита.

В стойке силового питания расположены мощные силовые блоки питания и элементы системы защиты масс-спектрометра.

СУОИ содержит микропроцессорную ЭМ "Электроника-60М", дополненную оперативной памятью 16 К слов, постоянной памятью программ 8 К слов и системными интерфейсами; электрофицированную пишущую машину "Консул-260"; перфоратор ПЛ-150М и считыватель FS -150I; функциональный дисплей; двухкоординатный самопишущий

потенциометр ЦДП4; телевизионный дисплей.

Основные характеристики масс-спектрометра. Технические и метрологические характеристики прибора, полученные в процессе межведомственных приемочных испытаний, представлены в таблице и на рис.3.

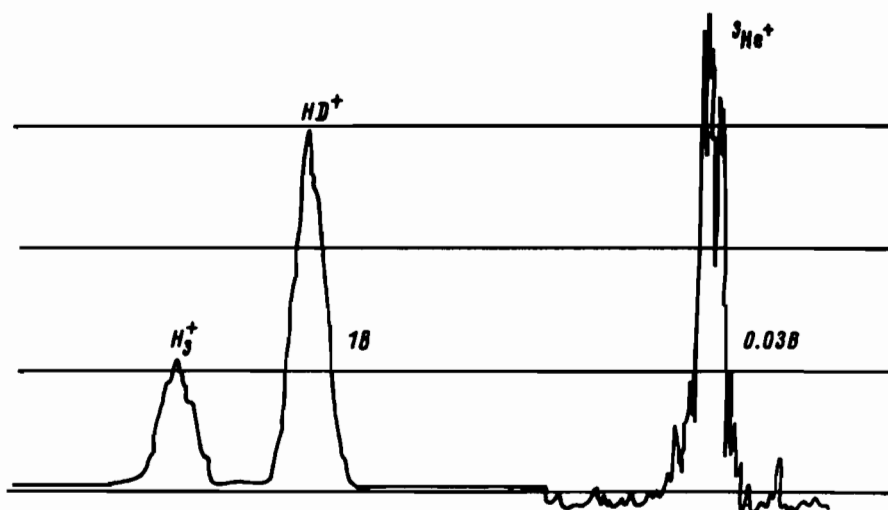


Рис.3. Масс-спектр $^3He-HD-H_3$ образца гелия с изотопным отношением $^3He/^4He = 2 \cdot 10^{-8}$.

Основные технические и метрологические характеристики масс-спектрометра МИ9303

Характеристика	Значение	Условия определения характеристики
Диапазон массовых чисел	2-140	При $U_{учк} = 1000$ В
Максимальная разрешающая способность на уровнях (не менее): 0.5 высоты пиков	30 000	Щели: источника 0.1 мм, модулятора 0.2 мм, диафрагмы дрейфа 2x2 мм По пикам $CO - N_2$
0.1 высоты пиков	15 000	
0.0001 высоты пиков	2000	По пику ^{40}Ar
Минимальное регистрируемое изотопное отношение $^3He/^4He$	$1 \cdot 10^{-9}$	По масс-спектру $^3He-HD-H_3$ напуск гелия с $^3He/^4He = 2 \cdot 10^{-8}$, щели по п.2
Абсолютный порог чувствительности по 3He в квазистатическом режиме напуска пробы, см ³	$4 \cdot 10^{-14}$	Давление напуска 4He $1.4 \cdot 10^{-5}$ Па. Парциальное давление напуска 3He $2.8 \cdot 10^{-13}$ Па. Объем камеры $2.5 \cdot 10^{-3}$ см ³
Среднее квадратическое отклонение результатов наблюдений при измерении изотопного отношения $^3He/^4He = 2 \cdot 10^{-8}$, %	2-5	Автоматический режим со счетчиком ионов, квазистатический режим напуска, двухлучевое измерение

Характеристика	Значение	Условия определения характеристики
Среднее квадратическое отклонение результатов наблюдений при измерении изотопного отношения $^{38}\text{Ar}/^{40}\text{Ar} = 6 \cdot 10^{-4}, \%$	1	Автоматический режим, напуск в режиме потока, одноструйное измерение

Приведенные выше характеристики свидетельствуют о том, что прибор значительно расширит возможности масс-спектрометрических методов, особенно при изотопных исследованиях инертных газов.

ЛИТЕРАТУРА

1. Ануфриев Г.С., Мамырин Б.А., Бронштейн А.М., Кleshков Е.М., Цымбаров М.Я. Результаты испытаний проектного образца магнитного резонансного масс-спектрометра // Тезисы III Всесоюз. симпозиума по применению стабильных изотопов в геохимии. М., 1970.
2. Мамырин Б.А., Ануфриев Г.С., Кleshков Е.М., Загулин В.А., Павлов В.П., Бронштейн А.М., Алексейчук Б.К., Цымбаров М.Я., Ефис Ю.М. Разработка экспериментального образца аналитического резонансного масс-спектрометра с высокой разрешающей способностью (типа МИ9301): Отчет ФТИ и СКБ АП АН СССР, № 46 НИР. Л., 1970.
3. Алексейчук Б.К., Ануфриев Г.С., Афонина Г.И., Бронштейн А.М., Ефис Ю.М., Загулин В.А., Кleshков Е.М., Мамырин Б.А., Ненарокова В.Т., Павлов В.П., Павленко В.А., Рафальсон А.Э. // ПТЭ. 1979. № 4. С.206.
4. Мамырин Б.А., Толстихин И.Н., Ануфриев Г.С., Каменский И.Л. // Геохимия. 1969. № 5. С.595.
5. Ануфриев Г.С., Мамырин Б.А. А.с. № 438431. // Б.И., 1974. № 29. С.17.
6. Ануфриев Г.С., Бронштейн А.М., Мамырин Б.А., Рафальсон А.Э. А.с. № 550877 // Бюл.ОИПОТЗ. 1978. № 9.
7. Ануфриев Г.С., Афонина Г.И., Мамырин Б.А., Ненарокова В.Т., Рафальсон А.Э. // ПТЭ. 1979. № 4. С.211.

М.Д.Александров, С.И.Баранов, С.В.Максимов, Н.А.Холин
РАСТРОВЫЙ ЭЛЕКТРОННЫЙ ОЖЕ-СПЕКТРОМЕТР

Современное развитие многих областей науки и техники основано на использовании физических и химических процессов, протекающих на поверхности твердых тел. Поэтому исследование этих процессов становится все более важной задачей. Одним из наиболее широко применяемых методов исследования поверхности, дающим разностороннюю информацию о ее состоянии, является электронная Оже-спектроскопия (ЭОС). Это объясняется такими достоинствами ЭОС, как высокая чувствительность, возможность качественного и количественного анализа состава поверхности, получение сведений о химической связи атомов на поверхности, получение данных о распределении элементов по поверхности и в объеме образца.