

Квадрупольный масс-спектрометр высокого класса для физических и физико-химических исследований. Галль Р. Н., Горьковой В. В., Денисов В. Ф., Кузьмин А. Ф., Мельничук Е. Я., Соколов Б. Н., Шевачева Э. А. — В кн.: Научное приборостроение. Теоретические и экспериментальные исследования. Л.: Наука, 1984, с. 87—92.

Описана конструкция и рассматриваются основные характеристики квадрупольного масс-спектрометра МС7302, предназначенного для научных исследований в области физики, химии, термодинамики, физической химии, химической физики, а также для технологического контроля. Прибор позволяет проводить анализ газов, паров веществ и осуществлять детектирование молекулярных пучков. Прибор не имеет вакуумной системы и предназначен для работы в составе установок потребителя. Масс-спектрометр МС7302 обеспечивает диапазон регистрируемых масс 1—500 а. е. м. за одну развертку, разрешающую способность на уровне 10% интенсивности пиков до $R_{0,1} = 5 \text{ М}$; чувствительность по азоту не меньше $3 \cdot 10^{-4} \text{ А/мм рт. ст.}$ ($2.3 \cdot 10^{-6} \text{ А/Па}$) при $R_{0,1} = \text{М}$ на массе 28, что соответствует парциальной чувствительности порядка $10^{-14} \text{ мм рт. ст.}$ Возможен режим «стояния на пике», причем уход с вершины пика не превышает нескольких сотых долей а. е. м. в час. Приводится ряд характерных масс-спектров при работе прибора в различных режимах. Лит. — 4 назв., ил. — 8.

КВАДРУПОЛЬНЫЙ МАСС-СПЕКТРОМЕТР ВЫСОКОГО КЛАССА ДЛЯ ФИЗИЧЕСКИХ И ФИЗИКО-ХИМИЧЕСКИХ ИССЛЕДОВАНИЙ

В последнее десятилетие квадрупольные масс-спектрометры получили широкое применение в разнообразных научных исследованиях и при решении многих прикладных задач. Широкий диапазон масс, достаточно высокая разрешающая способность, высокая чувствительность, быстродействие, компактность

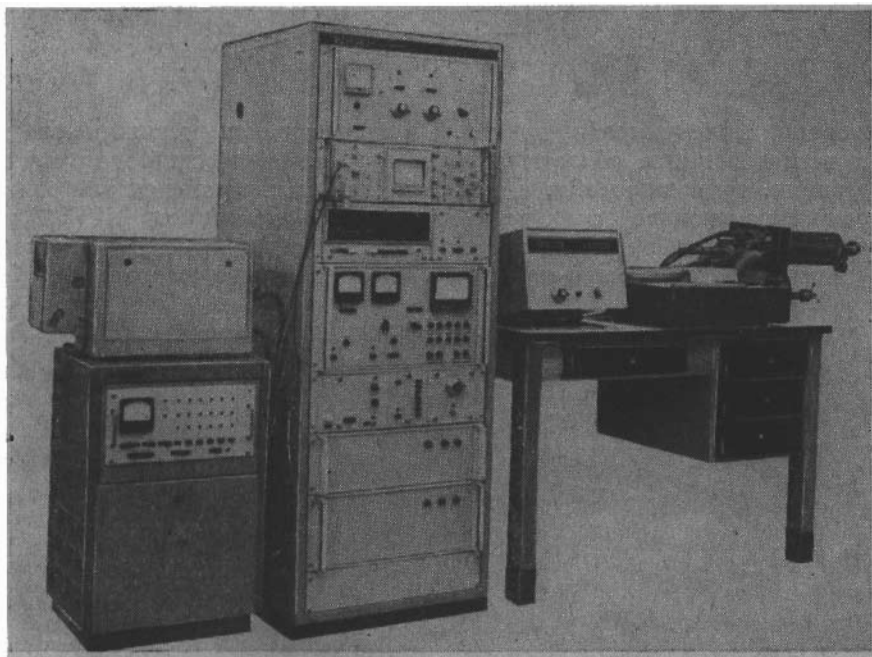


Рис. 1. Внешний вид масс-спектрометра MC7302.

анализатора, отсутствие магнита, допустимость работы при ухудшенном вакууме, удобство стыковки с ЭВМ и ряд других возможностей этого прибора оказываются весьма удобными для ряда исследований. Несмотря на два таких существенных недостатка, как дискриминация по массам и технологическая сложность изготовления анализатора, квадрупольные масс-спектрометры изготавливаются за рубежом в больших масштабах и успешно используются как анализаторы остаточных газов в установках высокого и сверхвысокого вакуума, как универсальные хроматографические детекторы, детекторы молекулярных пучков, детекторы вторичных ионных пучков при анализе поверхно-

стей твердых тел, детекторы микропримесей и субмикропримесей в экологических исследованиях [1].

Научно-техническое объединение АН СССР завершило разработку и передало в серийное производство квадрупольный масс-спектрометр МС7302 (рис. 1). Прибор позволяет проводить анализ газов, паров веществ и осуществлять

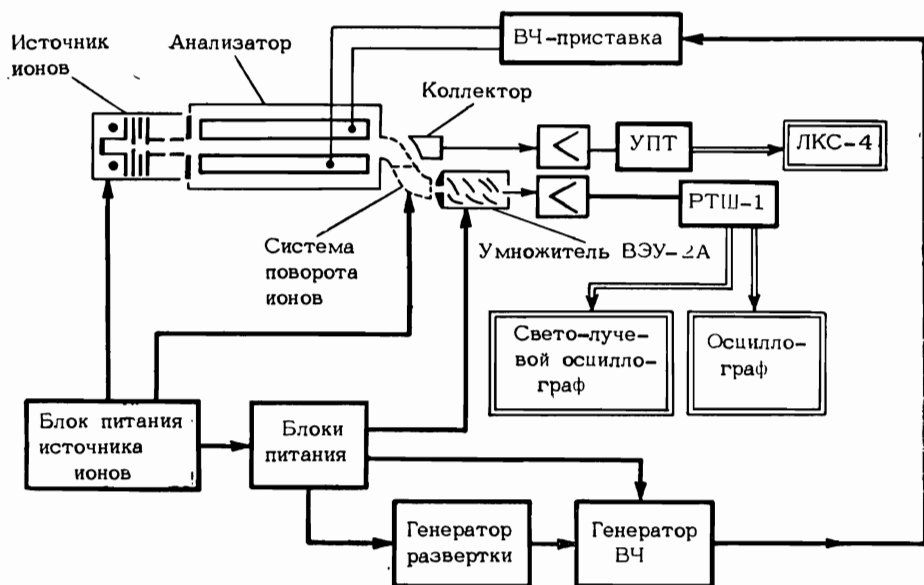


Рис. 2. Блок-схема масс-спектрометра МС7302.

детектирование молекулярных пучков. Он предназначен для широкого круга научных исследований в области физики, химии, физической химии и химической физики, термодинамики, а также может быть применен для контроля в современных технологических установках. Масс-спектрометр МС7302 разработан как базовый прибор, на основе которого будут вестись и уже ведутся разработки квадрупольных масс-спектрометров различного назначения.

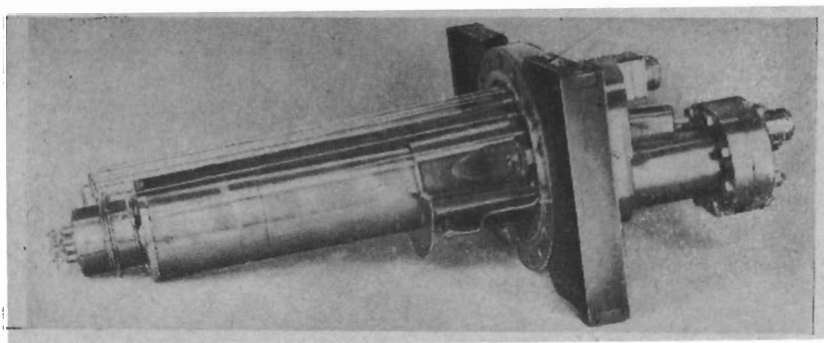


Рис. 3. Внешний вид узла масс-анализатора.

Блок-схема масс-спектрометра МС7302 представлена на рис. 2. Как следует из рисунка, прибор состоит из узла масс-анализатора, стойки питания и регистрации, высокочастотной приставки, широкополосного регистратора тока РТШ-1 и самоочищающего потенциометра ЛКС-4. Прибор обеспечивает следующие параметры. Диапазон масс 1—500 а. е. м., причем этот диапазон обеспечивается за одну развертку без каких-либо переключений, замены анализатора и т. п. Стандартным режимом работы является режим, когда разрешающая способность в любой точке диапазона равна массовому числу M регистрируемого иона. Предельная разрешающая способность может достигать $10 M$ на

уровне 50% высоты пиков и 5M на уровне 10% высоты пиков. Чувствительность прибора не меньше $3 \cdot 10^{-4}$ А/мм рт. ст. ($2.3 \cdot 10^{-6}$ А/Па) по азоту при разрешающей способности 28 на уровне 10% интенсивности пиков, что соответствует парциальной чувствительности 10^{-14} мм рт. ст. Скорость регистрации масс-спектров — до 1 мс на пик. Сходимость показаний по отношению пиков ^{82}Kr и ^{83}Kr в пределах 0.5% в час. При регистрации вершины пика в режиме

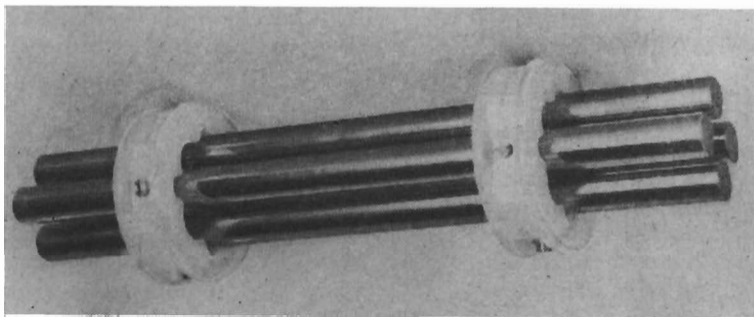


Рис. 4. Блок электродов масс-анализатора.

«стояния на пике» уход с вершины пика не более нескольких сотых долей массового числа в час, что позволяет уверенно регистрировать максимум тока выбранной массы в течение нескольких часов. Эффективность детектирования молекулярных пучков достигает величины порядка 10^{-3} .

Главной задачей при разработке прибора МС7302 являлось создание современного квадрупольного масс-спектрометра, узел масс-анализатора которого

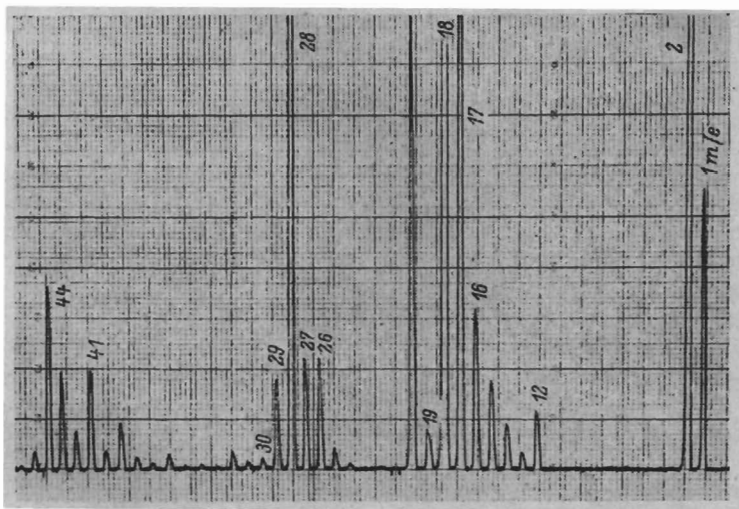


Рис. 5. Масс-спектр остаточного газа в интервале массовых чисел 1—44.

должен был удовлетворять требованию серийности. Как известно [2], в СКБ аналитического приборостроения АН СССР ранее был разработан квадрупольный масс-спектрометр МС7301, который по параметрам и уровню автоматизации находился на уровне лучших зарубежных аналогов. Опыт разработки узла его масс-анализатора показал, что вопросам технологичности этого узла должно быть уделено особое внимание. С учетом этого опыта была разработана новая конструкция узла масс-анализатора (рис. 3), которая применена в приборе МС7302. Найден ряд новых решений, некоторые из них [3] упрощают изготовление и сборку прецизионной квадрупольной структуры электродов, формирующей поле с гиперболическим распределением потенциала.

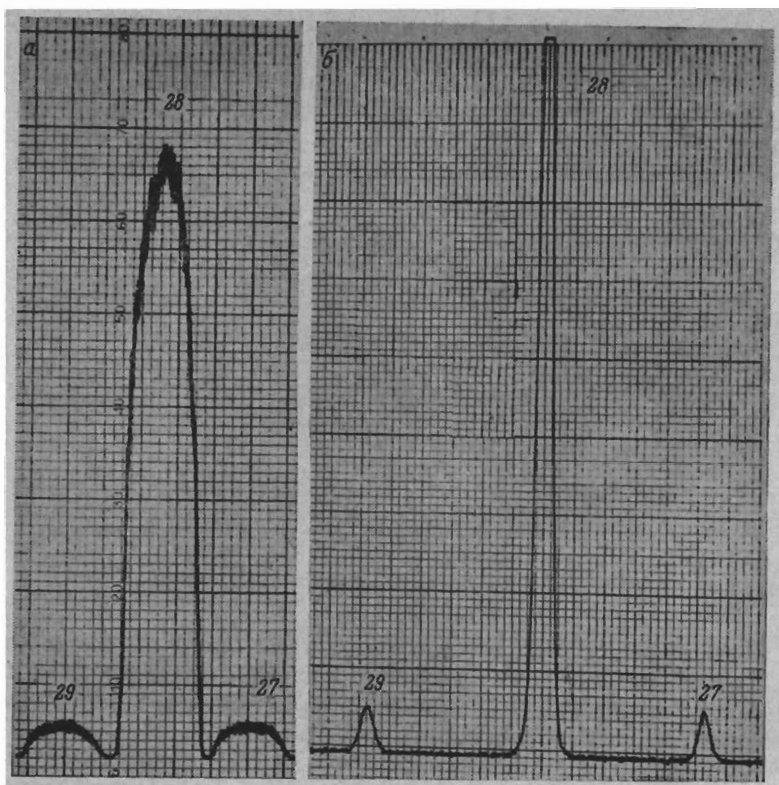


Рис. 6. Типичная форма пиков масс-спектра остаточного газа в области массовых чисел 27—29 при разрешающей способности $R_{0,1} = M$ (а) и $R_{0,1} = 5M$ (б) на уровне 10% интенсивности пиков.

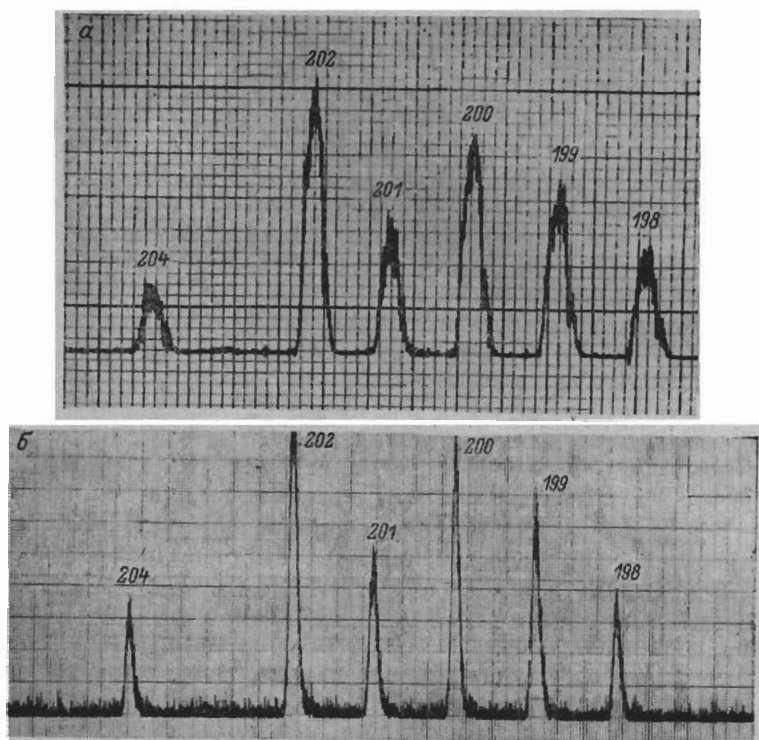


Рис. 7. Масс-спектр изотопов ртути в области массовых чисел 198—204 при разрешающей способности $R_{0,1} = 2.5 M$ (а) и $R_{0,1} = 5 M$ (б) на уровне 10% интенсивности пиков, записанный при давлении $6.7 \cdot 10^{-6}$ Па ($5 \cdot 10^{-6}$ мм рт. ст.).

Электроды, формирующие рабочее поле анализатора (рис. 4), выполнены из специального молибденового сплава, допуск обработки — в пределах 12-го класса по чистоте поверхности и 1 мкм — по геометрии; изоляционные шайбы выполнены из алунда, линейная точность изготовления по определяющим размерам составляет 1 мкм, угловая — 5". Система приемников ионов позволяет одновременно устанавливать цилиндр Фарадея, умножитель ВЭУ-2А (при необходимости и ВЭУ-6), что дает возможность измерять ионные токи при динамическом диапазоне 10^{12} без нарушения вакуума и замены приемников ионов. При этом диаметр уплотняющего ножа фланца анализатора составляет всего 125 мм. Ручки, установленные на фланце, обеспечивают удобство монтажа и демонтажа узла анализатора в вакуумные установки потребителя. Молекулярный пучок может вводиться в источник ионов либо вдоль оси анализатора, либо перпендикулярно этой оси.

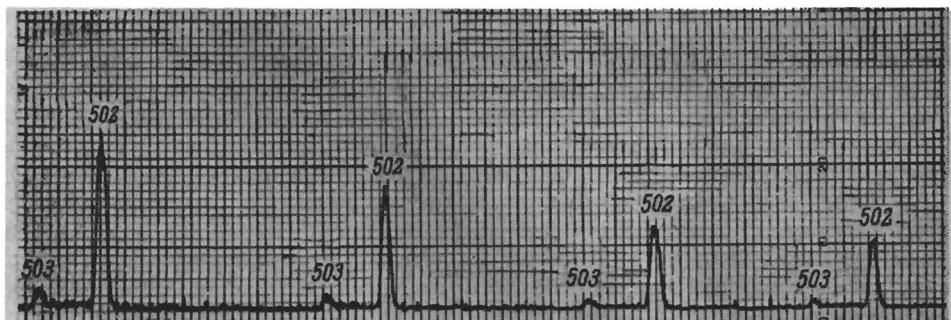


Рис. 8. Масс-спектры перфтортрибутиламина в области массовых чисел 502—503 в режиме предельной разрешающей способности масс-спектрометра МС7302.

Высокие характеристики масс-спектрометра МС7302 обеспечиваются наличием в этом приборе как высококачественного узла масс-анализатора, так и прецизионного высокочастотного генератора [4], обеспечивающего уровни стабильности напряжений, прикладываемых к электродам анализатора, порядка 10^{-4} — 10^{-6} . Высокочастотная приставка, в которой скомпонован мощный высокочастотный колебательный контур (частота — 1.6 МГц, напряжение в амплитуде до 4 кВ), позволяет удалять узел анализатора от стойки питания до 3.5 м.

В качестве примера возможностей прибора приводится ряд его характерных масс-спектров. На рис. 5 показан остаточный масс-спектр в области легких масс. На рис. 6 показана типичная форма пиков азота в условиях низкого ($R_{0.1}=M$) и повышенного разрешения ($R_{0.1}=5M$). Типичный вид остаточного масс-спектра ртути при разрешающей способности примерно 400 и 1000 на уровне 10% интенсивности пиков представлен на рис. 7. Возможности прибора в области массового числа 500 характеризуются серией из четырех масс-спектров перфтортрибутиламина, представленных на рис. 8. Эти масс-спектры иллюстрируют наиболее трудно достижимый параметр прибора — его предельную разрешающую способность в области тяжелых масс. Из рисунка следует, что предельная разрешающая способность масс-спектрометра МС7302 в области массового числа 500 на уровне 10% интенсивности пиков равна 4 M , т. е. 2000, а на уровне 50% — более 7 M , т. е. более 3500.

ЛИТЕРАТУРА

1. Dawson P. H. Quadrupole mass spectrometry and its applications. Amsterdam—Oxford—New York, 1976.
2. Галль Р. Н., Кузьмин А. Ф., Раков Ю. Н., Павленко В. А. — В кн.: Кинетическая масс-спектрометрия и ее аналитические применения. М., 1979, с. 62.

3. А. с. 868885 (СССР). Устройство для крепления электродов квадрупольного масс-анализатора / М. А. Бережковский, Р. Н. Галль, А. Ф. Кузьмин, В. Н. Махов, В. А. Павленко. — Оpubл. в Б. И., 1981, № 36.
4. А. с. 917237 (СССР). Устройство питания квадрупольного масс-анализатора / Р. Н. Галль, А. Ф. Кузьмин, А. С. Мелешкин, Е. Я. Мельничук, О. Н. Яковлев. — Оpubл. в Б. И., 1982, № 12.