

**УДК 621.384.8 : 669**

**Масс-спектрометр «Масс-рефлектор ФТИАН» для контроля металлургических процессов. Б а т ю к В. А., Г р о с с Я. Г., И в а н о в М. А., М а м ы р и н Б. А., У в а р о в А. А. — В кн.: Научное приборостроение. Теоретические и экспериментальные исследования. Л.: Наука, 1984, с. 114—118.**

**Приведено описание конструкции и принципа действия масс-рефлектора ФТИАН, предназначенного для контроля конверторных процессов цветной и черной металлургии. Изложены данные эксплуатации системы в промышленных условиях. Лит. — 4 назв., ил. — 3.**

## МАСС-СПЕКТРОМЕТР «МАСС-РЕФЛЕКТРОН ФТИАН» ДЛЯ КОНТРОЛЯ МЕТАЛЛУРГИЧЕСКИХ ПРОЦЕССОВ

В цветной и черной металлургии чрезвычайно важной задачей является определение состава жидкой фазы металла в конвертере в любой момент времени плавки. В большинстве случаев на практике эта задача решается с помощью экспресс-анализа отобранных проб, что значительно усложняет процесс плавки и не дает достаточно достоверных данных о составе расплава.

Из теории конверторного процесса хорошо известно, что о составе расплава можно судить по отходящим во время плавки газам [1—3]. Существующие быстродействующие автоматические газоанализаторы (различного принципа действия) позволяют анализировать только одну-две компоненты. Они имеют большие погрешности при анализе газов в цветной металлургии, малый динамический диапазон и низкую надежность работы.

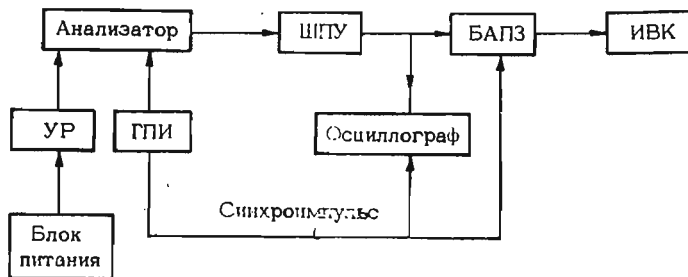


Рис. 1. Блок-схема масс-рефлектрона ФТИАН.

В наибольшей степени требованиям анализа многокомпонентного газа с малой инерционностью и высокой точностью отвечает масс-спектрометрический метод контроля, причем в качестве масс-спектрометра целесообразно использовать масс-рефлектор [4], обладающий всеми достоинствами времяпролетных масс-спектрометров: быстродействием, простой индикацией всего масс-спектра, большим диапазоном массовых чисел регистрируемых компонент, возможностью регистрации большого количества компонент, несложностью перестройки на анализ газа, состоящего из других компонент, и в то же время позволяющий получать при небольших размерах аналитической системы достаточно высокую разрешающую способность.

В 1981 г. СКБ ФТИ им. А. Ф. Иоффе совместно с сектором масс-спектрометрии ФТИ им. А. Ф. Иоффе АН СССР разработало и изготовило масс-рефлектор ФТИАН, представляющий собой автоматический газоанализатор дискретного действия (время анализа 1 с), предназначенный для одновременного измерения концентраций 10 компонент в анализируемой среде в конверторном производстве.

В работе масс-рефлектрона ФТИАН, как и обычного времяпролетного масс-спектрометра, используется тот факт, что время пролета фиксированного расстояния ионами, имеющими одну и ту же кинетическую энергию, зависит от

отношения  $m/z$ , где  $m$  — масса иона,  $z$  — заряд иона. В отличие от времяпролетных спектрометров обычной схемы в масс-рефлектроне ФТИАН для уменьшения влияния разброса ионов по скоростям осуществляется их отражение однородным электрическим полем. Это позволило существенно сократить расстояние, которое пролетают ионы, и тем самым уменьшить габариты аналитической системы при сохранении необходимой разрешающей способности.

Масс-рефлектрон ФТИАН включает в себя (рис. 1) анализатор, вакуумную систему, систему напуска исследуемого и калибровочного газа, блок питания, генератор прямоугольных импульсов ГПИ, широкополосный усилитель ШПУ, распределительное устройство УР, осциллограф, импульсно-аналоговые преобразователи БАПЗ, измерительно-вычислительный комплекс ИВК. Анализатор состоит из откачиваемой камеры, внутри которой на одной оси расположены источник ионов, отражатель ионов и детектор. Напряжения на электроды

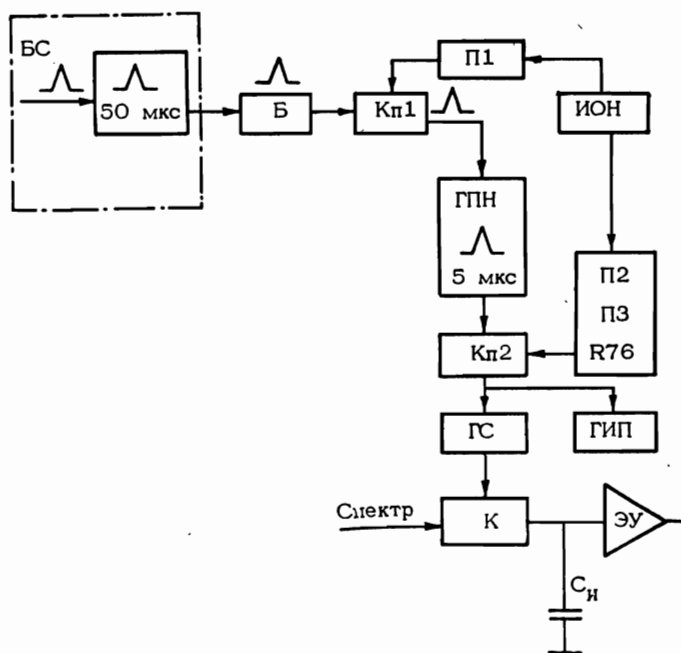


Рис. 2. Структурная схема импульсно-аналогового преобразователя.

анализатора и катод источника ионов подаются от блока питания через распределительное устройство. Образовавшиеся в результате «электронного удара» ионы ускоряются однородным электрическим полем, образованным подачей импульсного положительного напряжения от ГПИ на «выталкивающий» электрод ионного ускорителя и далее двигаются в камере анализатора, попадая сначала в отражатель ионов, а из него — в детектор (вторично-электронный умножитель ВЭУ-1А или микроканальные пластины). Время от начала ускорения ионов до попадания их в детектор, как уже было отмечено выше, зависит от отношения  $m/z$ . На выходе детектора ионам, имеющим одно и то же значение  $m/z$ , будет соответствовать импульс тока, амплитуда которого пропорциональна количеству этих ионов. Импульсы токов, в свою очередь, усиливаются ШПУ и поступают на осциллограф для индикации спектра и вход импульсно-аналогового преобразователя БАПЗ. Спектрометрическая линейка БАПЗ из 10 модулей осуществляет преобразование импульсной информации масс-спектра.

На структурной схеме (рис. 2) представлен один канал блока аналоговых преобразований БАПЗ с узлами задержки. Схема работает следующим образом. Импульс синхронизации поступает на вход блока синхронизации БС, который вырабатывает пилообразное напряжение амплитудой 10 В, длительностью прямого хода 50 мкс и импульс для запуска осциллографа с плавно регулируемой задержкой в диапазоне 0–50 мкс относительно импульса синхронизации. Пилообразное напряжение поступает на вход каждого блока

*БАПЗ*, который состоит из буферного повторителя *Б*, двух компараторов *Kn1* и *Kn2*, генератора пилообразного напряжения *ГПН*, генератора строб-импульса *ГС*, генератора импульса подсветки луча осциллографа *ГИП*, ключа *К*, интегратора *И*, источника опорного напряжения *ИОН*, переключателей с набором резисторов *П1*, *П2*, *П3*. Пилообразное напряжение через буферный повторитель поступает на один из входов *Kn1*. На другой вход *Kn1* поступает постоянное напряжение с переключателя *П1*. Это напряжение можно изменять ступенями через *1 В*.

В момент сравнения пилообразного напряжения и постоянного напряжения вырабатывается перепад напряжения в уровнях ТТЛ, которым запускается *ГПН*. Таким образом, запуск *ГПН* происходит с задержкой относительно импульса синхронизации, регулируемой дискретно через 5 мкс от 0 до 45 мкс. *ГПН* вырабатывает пилообразное напряжение амплитудой 10 В, длительностью прямого хода 5 мкс, которое поступает на один из входов *Kn2*. На другой вход *Kn2* поступает постоянное напряжение с *П2*, *П3* и *Р76*.

Схема сравнения на *Kn2* работает аналогично *Kn1*. Импульсом, выработанным *Kn2*, запускается *ГС* и *ГИП*. *ГС* представляет собой одновибратор, собранный на быстродействующих ТТЛ элементах. Длительность строб-импульса 100 мс. Схема *ГИП* аналогична *ГС*. Связь *ГС* с ключом — трансформаторная. Ключ выполнен на быстродействующих транзисторах КТ371А. Исследуемый пик масс-спектра, пропущенный ключом *К*, поступает на интегратор *И*, который состоит из интегрирующего конденсатора *С* и электрометрического усилителя *ЭУ*.

Настройка строб-импульса на пик производится переключателями *П1*, *П2*, *П3* (ступенями через 40 мс) и потенциометром *Р76* (плавно от 0 до 100 мс).

Сигналы с выхода *БАПЗ*, амплитуды которых пропорциональны парциальным давлениям соответствующих компонент, поступают на *ИВК*, с помощью которого осуществляется оцифровка, обработка и накопление полученной информации, а также оперативный вывод результатов анализа.

Нами использовались *ИВК «ИЗОТ260»*, разработанные и изготовленные в Болгарии, а также *ИВК-3.7*.

Конструкция масс-спектрометра «Масс-рефлектор ФТИАН» представляет собой комплекс, состоящий из стойки анализатора (СА), импульсно-аналоговых преобразователей (*БАПЗ*), системы регистрации и обработки данных (*СР*).

Стойка анализатора (рис. 3) выполнена в соответствии со стандартом ГСП УТК, но более жесткой по конструкции, которая включает непосредственно анализатор (масс-рефлектор), вакуумную систему, устройство напуска и электронные блоки.

Анализатор (масс-рефлектор) располагается в верхней части стойки и

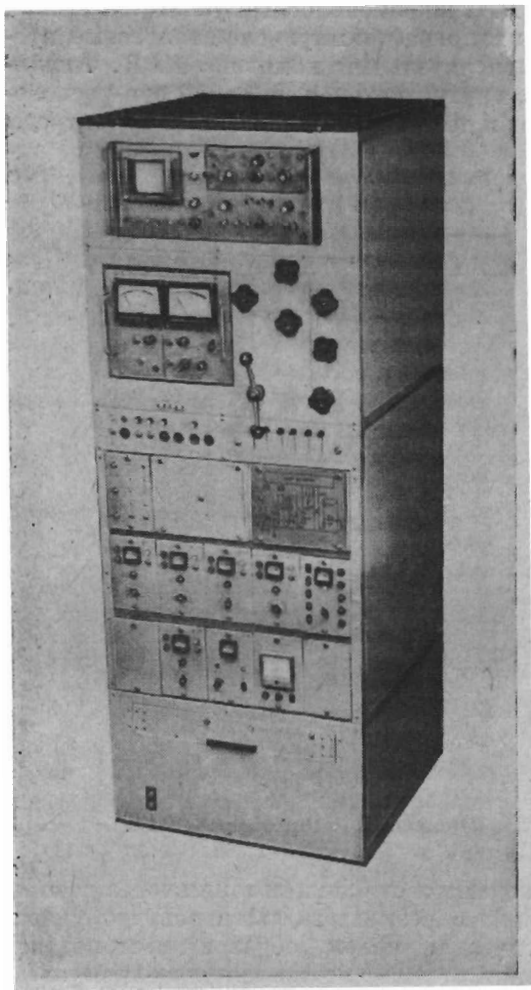


Рис. 3. Стойка анализатора.

представляет собой трубу из стали 12Х18Н9Т диаметром 100 мм и длиной 600 мм, внутри которой расположены на торцевых фланцах источник ионов, отражатель ионов и детектор. Снаружи анализатор имеет нагреватель для обезгаживания внутренней поверхности при откачке до рабочего вакуума. В центре анализатора имеется откачной патрубок, соединенный через запорный вентиль с вакуумной системой, создающей необходимое разрежение в анализаторе.

Вакуумная система расположена в задней части стойки и состоит из форвакуумного насоса типа 2НВР5Д, водяной ловушки с магнитным клапаном, заблокированным с натекателем, двух последовательно соединенных паромасляных насосов, между которыми находится второй магнитный клапан запорного вентиля. Стандартные паромасляные насосы работают на полифенилэфире, что позволяет получать необходимый вакуум (до  $5 \cdot 10^{-6}$  Па) без использования азотной ловушки. Магнитные клапаны включены в схему блокировки и отсекают высоковакуумную магистраль от низковакуумной при нарушении вакуума, неисправности двигателя форвакуумного насоса, отсутствии охлаждающей воды и перегреве стенок паромасляных насосов. Контроль производится по низкому и высокому вакууму отдельно. Устройство напуска служит для подачи исследуемого газа в анализатор и состоит из двух магистралей с дросселирующими вентилями, один из которых подает рабочий газ, а другой служит для калибровки анализатора эталонными газами. Вентили позволяют снижать давление подаваемого газа от атмосферного до  $5 \cdot 10^{-5}$  Па. Органы управления как вакуумной системой, так и устройством напуска, выведены на лицевую сторону стойки.

Электронные блоки размещены в передней части СА, на лицевую сторону которой выведены органы управления и настройки. Широкополосный усилитель (ШПУ) имеет следующие характеристики:

Коэффициент усиления . . . . .	250
Нелинейность коэффициента усиления	3%
Напряжение шума на выходе . . . . .	15 мВ
Полоса пропускания (не ниже). . . . .	70 мГц
Нижняя граница полосы пропускания	10 кГц

ШПУ выполнен в хорошо экранированном корпусе и располагается в непосредственной близости от анализатора.

Генератор прямоугольных импульсов (ГПИ), конструкция которого выполнена в стандарте ГСП УТК, вырабатывает прямоугольные импульсы с частотой 5 и 10 кГц со следующими параметрами: длительность импульса  $0.8 \div 1.2$  мкс, длительность фронта менее 0.1 мкс; регулировка амплитуды от 200 до 500 В.

Блоки питания анализатора выдают регулируемые постоянные напряжения:

БП 4.5 кВ с диапазоном регулирования	1.5 ÷ 4.5 кВ
БП 1.5 кВ » »	200 ÷ 1500 В
БП 300 В » »	20 ÷ 300 »
БП 100 В » »	0 ÷ 100 »
Стабилизатор тока » »	2.4 ÷ 6 »
СТЗ (2 ÷ 3 А)	

Стабильность работы блоков питания в течение 10 ч не более  $10^{-4}$ . Все блоки питания выполнены в стандарте ГСП УТК.

Кроме перечисленных блоков в стойку входит блок автоматики и сигнализации, обеспечивающий блокировку системы при аварийных ситуациях, звуковую и световую сигнализацию.

В нижней части стойки расположен вентиляционный блок, в верхней части — осциллограф С1-70.

Для удобства настройки и доступа ко всем элементам, стойка закрыта быстроръемными стенками. Перемещение стойки может осуществляться на колесах. Жесткое стационарное положение обеспечивается домкратами.

Модули импульсно-аналоговых преобразователей (БАПЗ) выполнены в стандарте ГСП УТК в виде автономной конструкции и не входят в состав стойки анализатора; они могут быть установлены в любом месте.

## Основные технические данные масс-спектрометра «Масс-рефлектор ФТИАН»:

Диапазон массовых чисел компонент анализируемого газа	1 ÷ 500
Количество регистрируемых компонент . . . . .	10
Разрешающая способность прибора . . . . .	300
на уровне 10% от амплитуды массового пика в области массовых чисел . . . . .	300
Время одного цикла анализа . . . . .	1 с
Порог чувствительности определения содержания слабой компоненты в присутствии сильной компоненты (100%) за время одного цикла анализа . . . . .	0.01 %
Относительная погрешность определения концентрации компонент в каждом цикле (в течение 4 ч за время плавки в цветной и 1 ч — в черной металлургии):	
в области концентрации 1 % . . . . .	Не более 5 %
» » » 20 % . . . . .	» » 2 %
» » » 80 % . . . . .	» » 0.5 %
Остаточное давление в камере анализатора при работающем источнике через 1 ч после включения . . . . .	Не выше $5 \cdot 10^{-5}$ Па
Время подготовки прибора к работе (откачка камеры, прогрев электронных блоков) . . . . .	2 ч
Время непрерывной работы . . . . .	500 ч
Питание от сети трехфазного напряжения . . . . .	220/380 В
Потребляемая мощность . . . . .	2.5 кВт
Размеры стойки анализатора . . . . .	1700 × 650 × 650 мм
Масса стойки анализатора . . . . .	300 кг

В 1981—1982 гг. в рамках сотрудничества между АН СССР и АН НРБ с помощью масс-рефлектора ФТИАН проводился контроль конверторного процесса на металлургическом комбинате в г. Кремиковцы (НРБ) с целью определения содержания углерода в расплаве во время продувки. В результате этой работы было установлено, что метод масс-спектрометрического контроля позволяет надежно определять содержание углерода в стали в течение всей плавки, причем в конце плавки при содержании углерода 0.3% погрешность его определения составила 0.01%, что значительно меньше установленных допусков для различных марок стали (0.08 ÷ 0.04%).

### ЛИТЕРАТУРА

1. Туркенич Д. И. Управление плавкой стали в конверторе, М., 1971.
2. Сургучев Г. Д. Математическое моделирование сталеплавильного производства. М., 1978.
3. Мамырин Б. А. — Вестн. АН СССР, 1979, № 8, с. 19.
4. Каратаев В. М., Мамырин Б. А., Шмик Д. В. — ЖТФ, 1971, № 11, с. 1498.