

УДК 621.384.668.8(091)

© Р.Н. Галль, Л.Н. Галль

## РАЗВИТИЕ МАСС-СПЕКТРОМЕТРИЧЕСКОГО ПРИБОРОСТРОЕНИЯ: ОТ СКБ АП АН СССР ДО ИАиП РАН

Приведены в хронологическом порядке с комментариями данные о развитии масс-спектрометрического приборостроения в СКБ АП АН СССР и ИАиП РАН, объемах выпуска совместно с заводами приборов, областях применения и новых разработках с участием ИАиП РАН.

### ВВЕДЕНИЕ

Первый в мире масс-спектрометр был создан в 1919 г. Френсисом Уильямом Астоном — иностранным членом-корреспондентом Российской Академии наук. Им же впервые был определен изотопный состав большинства стабильных элементов Периодической системы.

Работы по созданию промышленных масс-спектрометров в СССР начались в конце Великой Отечественной войны в Сухумском Физико-техническом институте и затем были продолжены в НИИ Минрадиопрома в пос. Фрязино под Москвой и в Ленинграде. До 1955 г. было разработано три типа масс-спектрометров для изотопного анализа: МС-1, МС-2 и МС-3 — и выпущены партии этих приборов для нужд науки и атомной промышленности СССР. Были также разработаны масс-спектрометрические газоанализаторы МАГС-1 и МАГС-2, начата разработка масс-спектрометра с высокой разрешающей способностью на базе исследований, проводимых в Институте физпроблем АН СССР под руководством чл.-корр. АН СССР Н.Е. Алексеевского.

В 1954 г. комиссия Совета Министров СССР рассмотрела предложения и возражения Минрадиопрома и Академии Наук о передаче разработок и производства масс-спектрометров в ГСКБ приборов газового анализа (прежнее название СКБ аналитического приборостроения) и пришла к выводу о целесообразности такого шага. Совет Министров СССР Постановлением от 25 декабря 1954 г. в целях дальнейшего развития работ по разработке и производству в СССР масс-спектрометров передал эти работы ГСКБ приборов газового анализа. Таким образом, начиная с 1955 г. основным разработчиком масс-спектрометров в СССР стало СКБ аналитического приборостроения АН СССР.

### НАЧАЛЬНЫЙ ЭТАП РАБОТ ПО МАСС-СПЕКТРОМЕТРИИ В СКБ АП АН СССР (1955–1960 ГГ.)

На этом этапе был решен целый ряд проблем: организация системы разработки и выпуска масс-спектрометров, набор и обучение кадров, освоение новых технологических процессов, освоение выпуска масс-спектрометров разработки Минрадиопрома: изотопных приборов МС-2М (МИ1301), МС-3М (МИ1303), а также масс-спектрометрического газоанализатора МАГС-2 (МХ1301). Была выбрана следующая организационная схема: научно-исследовательская лаборатория — руководитель разработки, специализированный конструкторский отдел, группа технологов и цех опытного производства с необходимым оборудованием для изготовления деталей и узлов приборов, сборки и комплексной настройки масс-спектрометров. В середине 1955 г. такая организационная структура была создана. Лабораторию возглавил и руководил ею до 1974 г. А.М. Шерешевский. В 1957 г. из этой лаборатории была выделена группа сотрудников, вошедшая в состав новой лаборатории — динамических масс-спектрометров, которую возглавил и руководил до 1974 г. А.Э. Рафальсон. Кадровый состав лаборатории в основном был представлен молодыми специалистами, выпускниками ЛЭТИ им. В.И. Ульянова (Ленина), ЛИТМО и ЛПИ им. М.И. Калинина. Для обучения сотрудников основам масс-спектрометрии был приглашен сотрудник РИАН проф. Г.Р. Рик, по основам ионно-оптических расчетов — доцент МИФИ А.Ф. Малов, по основам вакуумной техники и вакуумной гигиены лекции прочел А.М. Шерешевский. В 1956 г. были выпущены 5 изотопных приборов, в 1957 г. — два прибора МХ1301.

В том же, 1956 г. была начата разработка нового масс-спектрометра МИ1305 для изотопного

анализа газов, паров жидкостей и твердых веществ. Разработка была завершена в 1957 г., и сразу же было выпущено 12 приборов. Такие приборы были необходимы как для исследований в атомной промышленности, так и в геохимии, геохронологии, биологии и других областях науки и техники. Прибор имел диапазон 1–400 а.е.м. при разрешающей способности 300 (на уровне 5 % высоты пиков), при чувствительности по аргону 0.001. Он был на уровне лучших зарубежных аналогов и в течение длительного времени пользовался большой популярностью и спросом. Всего в СКБ АП и на Сумском заводе электронных микроскопов и масс-спектрометров (СЕЛМИ) было изготовлено 665 таких приборов, в том числе 74 прибора на экспорт (1957–1969 гг.).

Надо сказать, что в первые годы работ СКБ АП по масс-спектрометрии основное внимание уделялось трем направлениям: приборам для изотопного анализа, для химического (молекулярного) анализа и для космических исследований.

Выдающейся разработкой СКБ АП в области изотопной масс-спектрометрии (1958 г.) был прибор МВ2301 (модификация — МВ2302) — масс-спектрометр для анализа изотопного состава водородно-гелиевых смесей, содержащих мультиплеты масс. Это прибор с высокой разрешающей способностью — 5000 на 50 % высоты пиков с возможностью измерений в диапазоне масс от 1 до 200 а.е.м. Прибор был разработан для Научного центра атомной промышленности (впоследствии известного как Арзамас-16) и стал первым в мире магнитным спектрометром со столь высокой разрешающей способностью, достигнутой за счет применения неоднородного магнитного поля и удачной конструкции магнитного анализатора. Масс-спектрометр МВ2301 был отмечен золотой медалью на Международной выставке в Брюсселе. Всего было выпущено 24 прибора, в том числе 2 на экспорт.

В 1960 г. была закончена разработка изотопного прибора МИ1306 для анализа твердых и газовых проб, а также счетчика ионов СИ01. В масс-спектрометре МИ1306 была впервые применена новая оригинальная ионно-оптическая система масс-анализатора с круглыми границами, позволявшая за счет компенсации сферической абберации получить повышенную разрешающую способность — до 800 на 10 %. Для этого прибора был впервые предложен и реализован трехленточный источник ионов с поверхностной термоионизацией, позволивший получить рекордную по тому времени чувствительность по урану —  $10^{-12}$  г. Этот источник, повторенный в масс-спектрометрах типа МИ1201Т фирмы "СЕЛМИ" практически без изменения его принципиальной части и ионной оптики, до настоящего времени эксплуатируется в изотопных масс-спектрометрах на предприятиях Минатома РФ. Входивший

в комплект масс-спектрометра МИ1306 счетчик ионов СИ01 содержал впервые примененный в масс-спектрометрии вторичный электронный умножитель с открытым входом, диоды которого не изменяли своих свойств при периодическом соприкосновении с атмосферным воздухом. Конструктивно СИ01 являлся автономным устройством, его присоединительные размеры обеспечивали возможность использования его в канале регистрации любых масс-спектрометров. Он обеспечивал измерение ионных токов в интервале  $5 \cdot 10^{-11}$  —  $2 \cdot 10^{-18}$  А как в интегральном режиме, так и в режиме счета отдельных ионов. Всего СКБ АП АН СССР и Сумским заводом было изготовлено 234 счетчика ионов, в том числе 3 на экспорт.

В этот же период в СКБ АП были начаты разработки масс-спектрометров для химического (молекулярного) анализа. В 1957–1958 гг. был разработан прибор МХ1302 для анализа состава смесей газов и паров легко испаряющихся веществ. Диапазон масс — 2–80 а.е.м., разрешающая способность (на уровне 5 % высоты пиков) — 80, чувствительность по аргону — 0.02 %. Всего СКБ АП и Сумский завод выпустили в 1958–1966 гг. 158 масс-спектрометров этого типа, которые широко использовались в химической, нефтеперерабатывающей, металлургической и других областях промышленности.

В 1959 г. была завершена разработка масс-спектрометров МХ5201 и МХ1303. Первый из них предназначался для химического анализа промышленных газов в процессе нефтепереработки. Было изготовлено три таких прибора. Масс-спектрометр МХ1303 был более универсальным прибором по применению и обладал высокими техническими характеристиками. Эти характеристики определили его долгую жизнь. Диапазон масс — 2–600 а.е.м., разрешающая способность — 400, чувствительность по аргону — 0.002 %. В его состав входила система напуска для анализа газообразных, жидких и твердых веществ с нагревом до 350 °С. Прибор выпускался до 1971 г. СКБ АП АН СССР и Сумским заводом. Всего было изготовлено более 200 приборов.

Третьим направлением работ в это время, да и в дальнейшем тоже, была разработка масс-спектрометров для космических исследований, которая началась с приборов для изучения ионного и нейтрального состава верхних слоев атмосферы. В 1958 г. была закончена разработка, и изготовлено 7 образцов радиочастотного масс-спектрометра МХ6401. Эта работа явилась большим техническим достижением — были решены проблемы минимизации веса, энергопотребления, автоматического вскрытия прибора на заданной высоте, передачи информации, устойчивости к вибрации и к перегрузкам при взлете ракеты и целый ряд других. В 1959 г. был выпущен прибор аналогичного назначения МХ6402, изготовлено 4 образца.

В 1959 г. СКБ АП по согласованию с Комиссией по масс-спектрометрии АН СССР приняло решение о разработке единой серии масс-спектрометров для изотопного и химического анализа и приступило к созданию комплекса лабораторных масс-спектрометров из унифицированных узлов и блоков, собираемых в той или иной комбинации в зависимости от назначения прибора.

#### РАБОТЫ СКБ АП АН СССР В 1960–1978 ГГ.

Этот период характерен стремлением к более глубокому пониманию физических процессов, протекающих в масс-спектрометрах различных типов, и принятию технических решений, основанных на полученных знаниях, обеспечивающих высокие параметры приборов. К их числу относились физические эффекты в системах ввода и испарения проб веществ; процессы ионизации и формирования пучков ионов в источниках; разделение ионов в магнитных и электрических полях и их комбинациях с учетом влияния краевых полей, неконтролируемых неоднородностей магнитного поля в электромагнитах, технологии обработки железа для полеобразующих частей электромагнитов, допусков при изготовлении деталей и сборке узлов; влияние рассеяния ионов на атомах и молекулах остаточных газов и ряд других.

В это время были созданы группы электрооптиков-теоретиков для моделирования эффектов, поддающихся математическому описанию, и группы экспериментаторов для исследования электронно-ионно-оптических систем. Эти исследования велись в рамках общего настроя руководства СКБ АП на достижение рекордных параметров приборов при их серийном выпуске. В то время заметно облегчился доступ к информации о масс-спектрометрах зарубежных фирм, что способствовало улучшению качества разрабатываемых приборов.

В 1963 г. была завершена разработка единой серии масс-спектрометров, включившей в себя три модификации изотопных приборов МИ1308–МИ1311, параметры и аналитические возможности которых повышались с ростом номера за счет присоединения дополнительных узлов и блоков, а также две модификации химических приборов МХ1304 и МХ1306. Прибор МХ1304 обладал сравнительно небольшим диапазоном масс 2–75 а.е.м. при разрешающей способности 250 и предназначался для рутинного анализа смесей газов и легколетучих жидкостей. Прибор МХ1306 предназначался для научных исследований и обладал существенно более высокими параметрами: диапазон масс до 900 а.е.м. при разрешающей способности 900 и возможности поддерживать каналы системы напуска исследуемых проб при температуре до 300 °С. Всего с 1962 по 1970 г. было выпущено более 200 масс-спектрометров единой серии.

В 60-х гг. в СКБ АП велись многочисленные разработки масс-спектрометров с использованием оригинальных масс-анализаторов. В 1962 г. был разработан масс-спектрометр МХ1202 с циклоидальной фокусировкой ионного пучка для анализа органических веществ; в 1969 г. — его модификация МХ1203 для анализа газов и легколетучих жидкостей (7 приборов); омегатронный масс-спектрометр МХ4301 для анализа остаточных газов в вакуумных системах; времяпролетный быстродействующий масс-спектрометр МХ5301 для анализа сложных смесей с температурой кипения до 250 °С; малогабаритный времяпролетный прибор МХ5401 для автоматического анализа нейтрального состава атмосферы для использования на ракетах. В 1965 г. была завершена разработка малогабаритного радиочастотного масс-спектрометра МХ6407П с высокой чувствительностью для анализа ионного и нейтрального состава атмосферы в диапазоне 1–48 а.е.м. с передачей данных на вход радиотелеметрической системы. Эти приборы широко использовались в космических исследованиях. Всего СКБ АП и Сумской завод изготовили 570 таких приборов.

В 1966 г. была начата и в 1968 г. завершена разработка медицинского масс-спектрометра МХ6202 для анализа выдыхаемого воздуха на базе радиочастотного масс-анализатора. Масс-спектрометр такого назначения был разработан впервые в мире. Он давал возможность изучать все фазы дыхательного цикла, в том числе при хирургических операциях, в послеоперационный период и при профилактических обследованиях и широко применялся в различных медицинских учреждениях СССР. Всего было изготовлено более 120 приборов.

Этот же период характеризуется созданием широкого круга масс-спектрометров различного назначения с использованием различных методов ионизации анализируемых веществ.

В приборе МХ1311, разработанном в 1965 г. с участием НИФИ ЛГУ (Ф.И. Вилесов), была применена фотоионизация He, Ag и других газов ультрафиолетовым излучением для получения информации о потенциалах ионизации молекул и потенциалах появления осколочных ионов, об ионизационных переходах ионов на колебательный уровень в процессах автоионизации сложных молекул из высоковозбужденных состояний, а также для изучения целого ряда других элементарных физических процессов в газовой фазе. В 1969 г. прибор был модернизирован при участии Института молекулярной биологии (ИМБ) и Института биохимии и физиологии микроорганизмов (ИБФМ АН СССР). На этом этапе МХ1311 был снабжен системой прямого ввода пробы и быстродействующей системой регистрации масс-спектров. Всего было изготовлено 8 приборов с фотоионизацией.

В 1968 г. завершена разработка масс-спектрометра МХ3301 для определения элементного состава твердых веществ, включая микропримеси до уровня  $10^{-7}$  %. Для этого масс-спектрометра, построенного на классической ионно-оптической схеме Матгауха—Герцога, был разработан источник ионов с искровой ионизацией и приемник ионов с возможностью регистрации всех элементов таблицы Менделеева как на фотопластинку, так и электрометрическим методом. В ГЕОХИ АН СССР на этом приборе были проанализированы образцы лунного грунта, доставленного на Землю советской автоматической станцией. При этом было израсходовано менее 1 мг лунного грунта. Всего было изготовлено 9 таких приборов.

В 1966 г. завершена разработка уникального многокаскадного масс-спектрометра МВ3301 с тройной фокусировкой (по двум направлениям и по энергии) для изотопного анализа микропримесей в микроколичествах урана и трансурановых элементов по заказу Института атомных реакторов. Прибор обладал рекордной абсолютной чувствительностью —  $10^{-14}$  г по урану при рекордной изотопической чувствительности —  $10^{-7}$  на соседних массах в области урана. При создании прибора впервые была предложена и реализована обращенная геометрия ионно-оптической системы, резко сократившая вклад рассеянных ионов, мешавших достижению высокой изотопической чувствительности. В приборе впервые был предложен и реализован новый источник ионов с поверхностной ионизацией: с трубчатым ионизатором и прямым испарением пробы непосредственно в ионизатор, обеспечивший столь высокую абсолютную чувствительность.

В 1963 г. на основе работ Института химической физики АН СССР (В.Л. Тальрозе) был разработан хромато-масс-спектрометр МХ1307, позволявший выполнять качественный и количественный анализы сложных смесей неизвестного состава без предварительной градуировки. Этот прибор был пионером промышленных хромато-масс-спектрометров, снабженных каталогами масс-спектров. Каталог масс-спектрометра МХ1307 содержал масс-спектры 1200 наиболее часто встречающихся веществ. В 1966 г. прибор был модернизирован (МХ1307М). Прибор выпускался до 1976 г., и всего СКБ АП и Сумской завод изготовили более 190 таких приборов.

В эти годы были разработаны уникальные масс-спектрометры для решения специализированных задач Институтами АН СССР и других ведомств. Масс-спектрометры МС1301 и МС1303 — для изучения молекулярного состава и структуры молекул паров трудноиспаряющихся веществ при температурах до 3000 °К, изучения испарения кристаллов, термодинамики и кинетики поверхностных реакций. Приборы имели разрешающую

способность 600–800 в диапазоне массовых чисел 1–1000 а.е.м. В них впервые в серийных приборах была применена модуляция молекулярного пучка паров исследуемого вещества, позволившая отстроиться от общего газового фона, неизбежного при столь высоких температурах.

К этому времени стало ясно, что дальнейшее развитие масс-спектрометрической техники невозможно без быстродействующих систем обработки получаемой информации. С этой целью была создана лаборатория вычислительной техники, которую возглавил А.Ф. Борнгард. Первой большой работой этой лаборатории стала система обработки информации "РОМБ-1" на базе ЭВМ "Днепр-1" для масс-спектрометра МС3301, обладавшего высокой разрешающей способностью ( $\approx 20\,000$ ) и предназначенного для точного определения масс ионов, элементного состава и структуры сложных молекул. Этот прибор был первенцем приборов с высокой разрешающей способностью. Практически все масс-спектрометры, разработанные после МС3301, имели в своем составе ту или иную ЭВМ. Так, например, хромато-эффузио-масс-спектрометр МХ1312, разработанный совместно с ИХФ АН СССР, включал в себя спектроаналитический вычислитель "Роса-1", после модернизации прибора замененный на серийную ЭВМ "Искра". СКБ АП и Сумской завод выпустили 160 таких приборов.

В 1974–1978 гг. была завершена разработка целого ряда приборов с высокими параметрами. Это — прибор МИ1320 для изотопного анализа твердых веществ с разрешающей способностью 2000 в диапазоне масс до 500 а.е.м., с точностью измерений отношений  $U_{235}/U_{238}$  в природном уране лучше чем 0.1 %. Выпущено 18 таких приборов. Масс-спектрометр МИ1330 для изотопного анализа газов и легко испаряющихся жидкостей ( $T_{\text{кип.}} < 100$  °С) был разработан при участии ИГЕМ АН СССР; пользовался большой популярностью; было изготовлено 65 таких приборов.

При участии ФТИ им. А.Ф. Иоффе АН СССР (Б.А. Мамырин) был разработан уникальный магнито-резонансный масс-спектрометр МИ9302 с изотопической чувствительностью по изотопам гелия до  $10^{-9}$ .

Разработка масс-спектрометров унифицированного комплекса завершилась созданием двух масс-спектрометров с двойной фокусировкой для молекулярного анализа газов и паров легколетучих жидкостей: МХ1320 с разрешающей способностью до 20 000 и диапазоном масс 2–1000 и МХ1310 со сверхвысокой разрешающей способностью до 100 000 и диапазоном масс 2–2600 а.е.м. Чувствительность по аргону масс-спектрометра МХ1310 при разрешающей способности 10 000 составляла  $1-10^{-4}$ . Прибор был оборудован устройством для прямого ввода проб, систе-

мой для точного измерения масс ионов, устройством для анализа нестабильных ионов. В приборе была возможность использования хемиионизации и ионизации в сильном электрическом поле. Масс-спектрометр был оснащен развитой системой обработки информации на ЭВМ СМ-4, большой библиотекой спектров с возможностью ее наращивания и использования библиотек спектров пользователей. Несмотря на сложность и высокую стоимость, были удовлетворены заказы на поставку 16 таких масс-спектрометров, в том числе 1 экспортный.

#### РАБОТЫ СКБ АП И ИАНП РАН В 1978–1989 ГГ.

Начало этого периода характеризуется значительным увеличением выпуска масс-спектрометрических приборов разработки СКБ АП, где в 1974 г. была создана единая масс-спектрометрическая лаборатория под руководством Р.Н. Галля. Начали работы по освоению технологии изготовления масс-спектрометров и выпустили первые партии приборов Экспериментальный завод научных приборов АН СССР (ЭЗНП) в пос. Черноголовка (1977 г.) и ПО "Научприбор" в г. Орле (1978 г.). Для дальнейшего наращивания мощностей выпуска приборов было принято решение о строительстве Экспериментального завода аналитических приборов в г. Ломоносове (1976 г.).

В 1977 г. в Ленинграде было создано Научно-техническое объединение АН СССР с включением в его состав Института аналитического приборостроения, организуемого на базе исследовательских лабораторий СКБ АП и других организаций. На Институт аналитического приборостроения АН СССР были возложены функция головной организации Объединения и разработка новых научных направлений в области аналитического приборостроения. Возглавил Институт и Объединение В.А. Павленко (1977 г.). Организованы лаборатории Института, в том числе и занимающиеся исследованиями в области масс-спектрометрии (1978 г.).

Основным разработчиком масс-спектрометрической техники в период 1978–1992 гг. продолжал оставаться масс-спектрометрический отдел СКБ АП. В 1977 г. завершена разработка прибора МИ3304 для изотопного анализа твердых веществ, газов и паров для исследований в области ядерной физики. Масс-спектрометр разработан на основе ионно-оптической схемы с двойной фокусировкой с обращенной геометрией аналогично МВ3301 и имел разрешающую способность 20 000 в диапазоне масс 1–500 а.е.м. и порог чувствительности по урану  $(3-5) \cdot 10^{-13}$  г. В составе прибора была система обработки информации на базе спектроаналитического вычислителя "Роса-1". Прибор передан Институту атомной энергии.

В 1978 г. завершена разработка радиочастотно-

го масс-спектрометра МХ6411, предназначенного для анализа химического и изотопного составов газовых смесей при давлении окружающей среды от 10 до 100 атмосфер. Диапазон масс прибора 12–140 а.е.м. при разрешающей способности 35 и порогу чувствительности по аргону  $3 \cdot 10^{-4}$ . Прибор был установлен на космических станциях Венера-11, -12, -13 и -14. Приборы включались на высоте 24 км от поверхности Венеры и работали вплоть до посадки. Они позволили получить данные о составе атмосферы Венеры, в том числе обнаружить аномалию изотопного состава аргона.

В 1979 г. закончена разработка новой модели медицинского масс-спектрометра МХ6203 для медико-биологических и физиологических исследований. Прибор был разработан в тесном сотрудничестве с Военно-медицинской академией им. С.М. Кирова и явился крупным достижением СКБ, вобравшим в себя успехи СКБ в деле создания космических масс-спектрометров, опыт эксплуатации прибора МХ6202, опыт врачей ВМА им. С.М. Кирова и талант и настойчивость группы разработчиков прибора. Прибор позволил реализовать целый ряд медицинских методик, в том числе впервые в мире появилась возможность одновременного анализа как концентрации, так и объема выдыхаемых газов. Кроме того, прибор позволял исследовать газообмен даже малых участков поверхности тела. Масс-спектрометр выпускался в больших количествах Сумским заводом (более 300 штук).

В 1980 г. разработан квадрупольный масс-спектрометр МХ7302 для изучения состава газов, паров, в том числе при вводе пробы в виде молекулярного пучка. Изготовлено 14 экземпляров прибора, в основном для АН СССР и АН союзных республик. В 1982 г. закончена разработка квадрупольного масс-спектрометра МС7303, используемого для изучения кинетики гомогенных и гетерогенных процессов. Прибор стоял в первых рядах квадрупольных масс-спектрометров, выпускаемых в мире, серийно выпускался ЭЗНП и Сумским заводом.

В 1981 г. была закончена разработка прибора МХ5302 на базе времяпролетного масс-анализатора с ионным зеркалом (масс-рефлектор). Разработка проводилась совместно с ФТИ АН СССР (Б.А. Мамырин), прибор был предназначен для изучения быстротекающих процессов в широком диапазоне массовых чисел. Изготовлено 3 образца для ФТИ АН СССР, Института атомной энергии и НИФХИ им. Карпова.

В 1982 г. разработан прибор МИ9309 на основе магнитно-резонансного масс-анализатора для изотопного анализа инертных газов с изотопным отношением до  $10^9$  ( $^3\text{He}$ – $^4\text{He}$ ), для обнаружения микропримесей в смесях газов на уровне  $10^{-9}$ . Система управления и обработки информации выполнена на базе микро-ЭВМ "Электроника-60". Опытный образец прибора передан во ФТИ АН СССР.

Важной аналитической задачей всегда являлось измерение малых вариаций изотопного состава водорода. Для решения этой проблемы при участии Института водных проблем АН СССР был разработан масс-спектрометр МХ1322. Работа была предусмотрена Программой многостороннего сотрудничества АН соцстран и была выполнена на уровне лучших образцов того времени.

В 1983 г. была завершена разработка масс-спектрометра МС1320 с высокотемпературным испарителем. Прибор предназначен для изучения физико-химических процессов испарения труднолетучих веществ. Эта работа вобрала в себя опыт разработки изотопных и химических приборов с двойной фокусировкой, а также приборов для анализа труднолетучих веществ. Масс-спектрометр предназначался для исследований в области ядерной физики и энергетики, ракетной техники, техники и технологии огнеупоров и многокомпонентных сплавов. Разрешающая способность МС1320 составляет 10 000 в диапазоне массовых чисел 1–1000 а.е.м. при чувствительности по серебру  $5 \cdot 10^{-13}$  А/Па. Прибор оснащен тремя видами испарителей для работы в диапазоне 500–3000 °К. В состав прибора входила система управления и обработки информации на базе ЭВМ "Электроника-60".

К этому же периоду относится формирование научных лабораторий Института аналитического приборостроения, занимающихся научными исследованиями в области масс-спектрометрии. При создании Института в лабораторию масс-спектрометрии была переведена часть сотрудников СКБ, благодаря чему эта лаборатория сразу же была укомплектована специалистами-масс-спектрометристами. В Институте начали интенсивно развиваться направления, связанные с теорией масс-анализа и процессов ионизации, а также экспериментальные исследования новых методов ионизации, посвященные, прежде всего, возможности анализа нелетучих термонестабильных веществ. Как известно, к таким веществам относятся все биологические соединения (биополимеры), и разработка методов их мягкой ионизации должна была позволить распространить масс-спектрометрические методы анализа на новую область — биохимические и медицинские исследования.

К основным достижениям в теории масс-спектрометрии в этот период следует отнести введение в практику расчетов и оптимизации масс-спектрометров концепции фазового пространства. Тем самым была реализована математическая модель расчета, адекватная физической реальности, что позволило получать результаты расчетов и оптимизации, хорошо совпадающие с экспериментом. Теоретически и экспериментально были исследованы источники ионов с ионизацией электронным ударом и даны критерии их расчета.

Для элементного анализа диэлектриков был предложен новый метод ионизации — скользящий разряд, позволяющий получать надежную масс-спектрометрическую информацию о составе любых диэлектриков, включая стекла и нитрид бора. Наиболее существенным достижением Института в этот период была разработка впервые в мире метода анализа биополимеров при непосредственном вводе их растворов в масс-спектрометр. Этот метод получил название ЭРИ АД (экстракция ионов из растворов при атмосферном давлении) и позволял анализировать биополимеры с любой молекулярной массой и управлять видом масс-спектра изменением напряженности электрического поля в газодинамическом интерфейсе. Метод был реализован в Институте в виде действующего макета — приставки к масс-спектрометру МХ1320 в 1982 г. на 2 года раньше первых западных публикаций на эту тему! В настоящее время этот метод под названием "электроспрей" является самым распространенным масс-спектрометрическим методом анализа биоорганических веществ.

Аппаратурное обеспечение метода ЭРИ АД позволило проводить идентификацию и исследования сложных смесей биоорганических веществ, разделенных в жидкостном хроматографе. В 1988 г. были разработаны и изготовлены три опытных образца такого масс-спектрометра (ХЖ—МХ3303). Документация для серийного производства этого приборного комплекса была передана на Орловский завод. Разрешающая способность этого прибора 25 000 при ионизации электронным ударом и 5000 в режиме ЭРИ АД. Диапазон масс 1–4000. Чувствительность по грамицидину (декапептид) —  $10^{-14}$  моля. Скорость развертки масс-спектра — 2 с на декаду масс. Погрешность определения массы не хуже  $5 \cdot 10^{-6}$ . В качестве жидкостного хроматографа использовался отечественный серийный хроматограф "Милихром". Прибор был оснащен мощным измерительно-вычислительным комплексом.

Последней разработкой СКБ АП в области масс-спектрометрии был прибор для измерения малых вариаций изотопного состава газов методом попеременного измерения "образец—стандарт" (1989 г.). Параметры прибора соответствовали мировому уровню, в частности, погрешность измерения отношения  $^{13}\text{C}/^{12}\text{C}$  не превышала 0.015%. Прибор имел 4 исполнения в зависимости от комплектности систем пробподготовки. В этот же период был разработан масс-спектрометр МХ6403 для контроля утечки ракетного топлива, и силами СКБ АП изготовлено 4 прибора.

Развал НТО АН СССР и выход СКБ АП из системы Академии наук в 1990 г. положили конец его деятельности в области масс-спектрометрии и аналитического приборостроения.

**РАБОТЫ ИАнП РАН В ПЕРИОД 1990–2002 ГГ.**

В этот период все работы по масс-спектрометрии сосредоточились в Институте аналитического приборостроения РАН. Отсутствие централизованного финансирования и заказов на масс-спектрометрические приборы привело к тому, что за 10 лет с 1990 по 2000 г. ИАнП РАН совместно с ЭЗНП РАН разработал и серийно выпустил только один прибор — масс-спектрометр с двойной фокусировкой МСД650 для анализа диоксинов в объектах окружающей среды. Масс-спектрометр мог работать совместно с газовым хроматографом ("Кристалл-2000") в режиме газового хроматомасса. По своим параметрам МСД650 соответствовал лучшим зарубежным образцам. Заказчиком разработки выступило 3 ГУ Минздрава России, но оно смогло обеспечить целевое финансирование для своих институтов на приобретение только 3 таких приборов. Изготовление серии МСД650 было поддержано Академией наук России, и 5 таких приборов были приобретены Институтами РАН.

Основные работы Института в этот период были направлены на совершенствование теории масс-анализаторов и создание методов и программного обеспечения расчетов масс-спектрометров. Из-за отсутствия финансирования кадровый состав масс-спектрометрических лабораторий Института сократился более чем в 10 раз.

Начало возрождения масс-спектрометрических разработок в ИАнП РАН произошло в 1999 г. в связи с формированием в Минатоме РФ программы создания замещающего производства аналитической техники для нужд отрасли. Специалисты Института были привлечены к разработкам масс-спектрометров для изотопного анализа урана, и в 2001 г. в сверхкороткий срок — за два года — был разработан первый из серии этих приборов — специализированный масс-спектрометр МТИ350Г для изотопного анализа соединений

урана в газовой фазе. Этот прибор обладает комплексом уникальных параметров: разрешающая способность 900 при плоской вершине пика, составляющей 30 % его ширины; изотопическая чувствительность лучше чем  $10^{-6}$ ; абсолютная чувствительность в режиме молекулярного напуска образца 0.2 мг/мин; память менее 3 %. По всем параметрам этот масс-спектрометр превосходит свой аналог — прибор МАТ281 фирмы Finnigan МАТ, будучи при этом в 3 раза дешевле его! В настоящее время начата разработка второго специализированного прибора этой серии — масс-спектрометра МТИ350Т для изотопного анализа урана и плутония в твердой фазе и готовится техническое задание на прибор для анализа примесей в гексафториде урана. Комплекс проводимых работ подтвердил статус Института как основного разработчика отечественной масс-спектрометрической аппаратуры.

Одновременно по Госконтрактам Миннауки РФ в Институте начаты работы по разработке крайне важных для промышленности и науки России масс-спектрометрических приборов: универсального газового хроматомасса с квадрупольным масс-анализатором для использования в медицине, экологии, промышленных технологиях и времяпролетного масс-спектрометра для анализа биополимеров методом "электроспрей" для биологических и медицинских применений. Эти разработки должны быть завершены в 2003–2004 гг. Проведение такого большого комплекса масс-спектрометрических разработок, безусловно, свидетельствует о возрождении отечественной масс-спектрометрии в России.

*Институт аналитического приборостроения РАН,  
Санкт-Петербург*

Материал поступил в редакцию 25.07.2002.

## EVOLUTION OF MASS SPECTROMETRIC INSTRUMENTATION: FROM SKB AP USSR AS TO IAI RAS

**R. N. Gall, L. N. Gall**

*Institute for Analytical Instrumentation RAS, Saint-Petersburg*

The paper presents the data on the development of mass spectrometric instrumentation at the Special Design Bureau of Analytical Instrumentation, USSR Academy of Sciences (SKB AP USSR AS) and Institute for Analytical Instrumentation, Russian Academy of Sciences (IAI RAS), including those on production volumes (together with manufacturing plants), application areas and new projects with participation of IAI RAS. The data are given in chronological order and provided with comments.