

**ПРИБОРЫ, ИЗГОТОВЛЕННЫЕ
В ЛАБОРАТОРИЯХ**

УДК 543.51+543.574

**МОБИЛЬНЫЙ ЛАБОРАТОРНЫЙ МАСС-СПЕКТРОМЕТР НА ОСНОВЕ
КОММЕРЧЕСКОГО АНАЛИЗАТОРА ОСТАТОЧНЫХ ГАЗОВ CIS-300**

© 2020 г. М. Л. Кусков, И. О. Лейпунский,
А. Н. Горбачев, А. Н. Жигач, Б. В. Кудров

Поступила в редакцию 22.05.2020 г.

После доработки 31.05.2020 г.

Принята к публикации 11.06.2020 г.

DOI: 10.31857/S0032816220060130

Мобильный лабораторный масс-спектрометр (л.м.с.) предназначен для анализа газов в химико-физических экспериментах, исследованиях наноразмерных и субмикронных материалов методом термостимулированной программируемой десорбции (т.п.д.) с масс-спектральным анализом десорбируемых газов, а также для изучения кинетики гетерогенных реакций методом температурно-программируемой реакции (т.п.р.) [1, 2].

В составе комплекса имеется реактор для проведения т.п.д. при давлении < 1 Па и т.п.р. в диапазоне давлений $10-10^5$ Па.

Лабораторный масс-спектрометр смонтирован на раме с колесами и имеет габариты $120 \times 60 \times 100$ см (Д \times Ш \times В) при массе ~ 180 кг, включая форвакуумные насосы (2 штуки), что позволяет свободно перемещать его в пределах этажа силами двух сотрудников. Комплекс подключается к трехфазной электрической сети (потребляемая мощность ~ 1.5 кВт, включая системы прогрева), к охлаждающей воде (расход ~ 0.2 м³/ч), точке подключения к газовой схеме обслуживаемой установки и магистрали выброса откачиваемых газов.

Газовая схема л.м.с. представлена на рис. 1, а его внешний вид – на рис. 2. В качестве анализатора газов служит квадрупольный масс-спектрометр с источником ионов закрытого типа с электронным ударом, квадрупольным фильтром масс, детекторами ионов двух типов (вторично-электронным умножителем и цилиндром Фарадея) CIS300 фирмы Stanford Research Systems (<https://www.thinksrs.com>). Масс-спектрометр имеет размеры $45 \times 11 \times 10$ см и следующие аналитические характеристики: диапазон масс $1-300$ а.е.м., разрешающая способность 0.5 а.е.м. на 10% от высоты пика во всем диапазоне масс, чувствительность 1 ppm для вторично-электронного умножителя и 10 ppm для цилиндра Фарадея, максимальное рабочее давление на входе в масс-спектрометр (вентиль K_1) 1.3 Па для цилиндра Фарадея и 0.2 Па при использовании вторично-электронного умножителя.

Высоковакуумная часть прибора собрана с использованием элементов вакуумной системы масс-спектрометра МИ-1201 (высоковакуумный диффузионный ртутный насос Н50Р с азотной ловушкой и высоковакуумным вентилем, магнитоионизационные датчики давления, форвакуумный бачок, сорбционные ловушки, дозирующие и запорные вентили) со стандартными соединениями на медных прокладках.

Газ из высоковакуумной камеры л.м.с. поступает в масс-анализатор через вентиль K_1 . Через вентиль K_4 и капиллярный натекаль в первую камеру может поступать фиксированный поток эталонного газа (аргона или смеси аргона с ксеноном), который используется для компенсации возможных изменений чувствительности л.м.с. в ходе измерений и контроля абсолютной чувствительности. Ко второй части высоковакуумной камеры через вентиль K_7 подключается ячейка для проведения т.п.д./т.п.р. Высоковакуумная часть прибора и масс-анализатор прогреваются до температуры $100-150^\circ\text{C}$. Для предварительной форвакуумной откачки второй камеры, например после смены ампулы т.п.д./т.п.р.-ячейки, используется вентиль K_5 .

Для анализа газов в каком-либо объеме к высоковакуумной камере подсоединяются два натекаля DV_1 и DV_2 через вентиль K_6 . При необходимости к DV_1 или DV_2 через вильсоновское уплотнение подключается фторопластовый капилляр длиной до 2 м с внешним диаметром 2 мм и диаметром канала 0.9 мм. Время отклика на изменение состава газа на входе капилляра не превышает 40 с.

Ячейка т.п.д./т.п.р. представляет собой кварцевую ампулу, на дно которой помещен исследуемый образец. Через охлаждаемое вильсоновское уплотнение с витоновыми прокладками ампула подсоединяется к высоковакуумному вентилю K_7 . Для нагрева ампулы используется съемная трубчатая печь, управляемая программатором темпе-

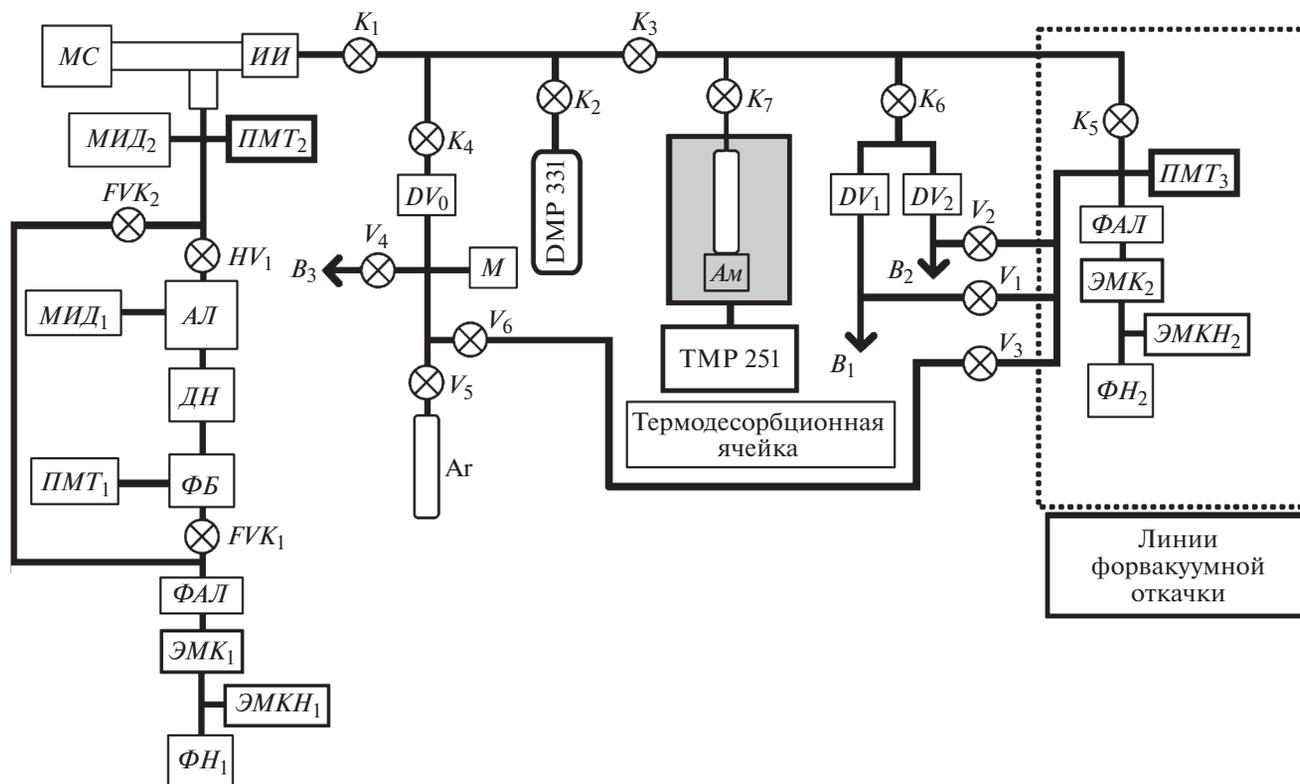


Рис. 1. Газовая схема лабораторного масс-спектрометра. *МС* – масс-спектрометр CIS300; *ИИ* – источник ионов; *АЛ* – азотная ловушка; *ФАЛ* – форвакуумная азотная ловушка; *ДН* – диффузионный насос H50P; *ФБ* – форвакуумный баллон; *ФН* – форвакуумный насос 2HBP5D; *ЭМК* – электромагнитный клапан; *ЭМКН* – электромагнитный клапан напуска; *Ам* – ампула т.п.д.; *ПМТ₁–ПМТ₃* – датчики низкого вакуума ПМТ-4; *МИД₁–МИД₂* – магнитно-ионизационные датчики высокого вакуума; *М* – манометр; *В₁–В₃* – фланцы для внешних линий; *DV₀–DV₂* – дозирующие вентили; *К, V, FVK, HV* – вакуумные ручные вентили.



Рис. 2. Внешний вид лабораторного масс-спектрометра.

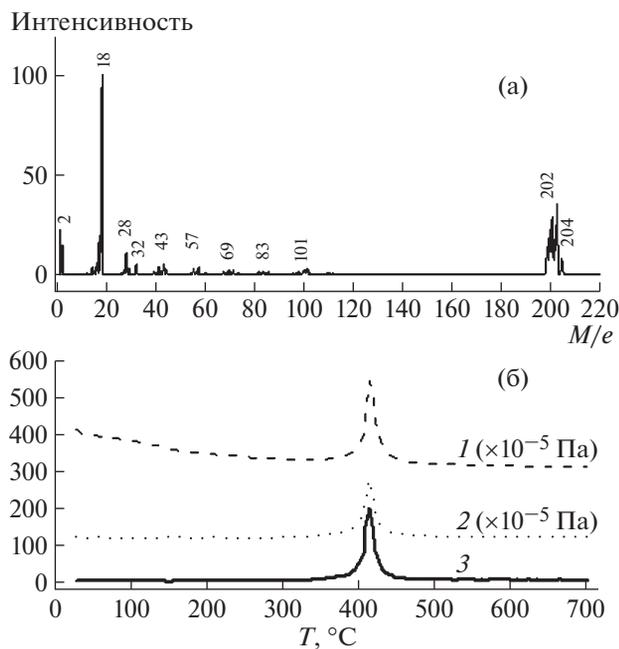


Рис. 3. а – масс-спектр фона прибора при прогреве; б – изменения показаний магнитно-ионизационных датчиков давления $МИД_1$ (1), $МИД_2$ (2) и интенсивности масс-спектральной линии $M/e = 2$ (3) при линейном нагреве со скоростью $5^\circ\text{C}/\text{мин}$ 10 мг нанопорошка, полученного в реакции метана с нативными наночастицами титана [1]. При 414°C происходит выделение водорода из гидридной оболочки частиц.

ратуры ТМР-251 (Овен, Россия). Максимальная температура прогрева ампулы 1100°C , скорость нагрева образца устанавливается в диапазоне $1\text{--}10^\circ\text{C}/\text{мин}$.

При исследовании термостимулированной реакции газа с пробой, размещенной внутри ампулы, реакционный газ подается в камеру через нагнетатель DV_1 , вентили K_1 и K_4 закрываются и изменение давления реакционного газа за счет реакции с пробой измеряется датчиком DMP331. Для предотвращения выброса мелких частиц из ампулы при форвакуумной откачке вход в ампулу

закрывается пробкой из сетки из нержавеющей стали с размером отверстий 38 мкм.

Блок управления л.м.с. включает в себя 4 микроконтроллера, связь с которыми управляющий персональный компьютер осуществляет по протоколу RS232.

Для сбора и первичной обработки данных л.м.с. разработана программа на VB6, использующая команды масс-анализатора CIS300 и обеспечивающая управление квадрупольным масс-анализатором, а также контроль, вывод на экран и регистрацию в файлы следующих параметров л.м.с.:

– данных масс-спектров и рабочих параметров CIS-300;

– давления на азотной ловушке высоковакуумного насоса, измеряемого магнитно-ионизационным датчиком $МИД_1$;

– давления в камере масс-спектрометра, измеряемого магнитно-ионизационным датчиком $МИД_2$;

– давления, измеряемого датчиком DMP331;

– фактической температуры дна ампулы ячейки т.п.д./т.п.р.

На рис. 3 приведены примеры масс-спектров, полученных на л.м.с. и термодесорбционная кривая выделения водорода при нагреве наночастиц карбида титана с покрытием из гидрида титана [1].

СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

1. *Leipunsky I.O., Zhigach A.N., Kuskov M.L., Berezkina N.G., Afanasev E.S., Kudrov B.V., Lopez G.W., Vorobjeva G.A., Naumkin A.V.* // Journal of Alloys and Compounds. 2019. V. 778. P. 271.
<https://doi.org/10.1016/j.jallcom.2018.11.088>
2. *Zhigach A.N., Leipunsky I.O., Kuskov M.L., Verzhbitskaya T.M.* // Rapid Communications in Mass Spectrometry. 1999. V. 13. P. 2109.
[https://doi.org/10.1002/\(sici\)1097-0231\(19991115\)13:21<2109::aid-rcm761>3.0.co;2-d](https://doi.org/10.1002/(sici)1097-0231(19991115)13:21<2109::aid-rcm761>3.0.co;2-d)

Адрес для справок: Россия, 119334, Москва, Ленинский просп., 38, корп. 2, Институт энергетических проблем химической физики им. В.Л. Тальрозе Федерального исследовательского центра химической физики РАН; Кусков Михаил Леонидович, e-mail: mkuskov72@yandex.ru