

И.А. Ратьковский, В.М. Тарасенков, В.А. Ашуйко,
С.Э. Яечко

МОДЕРНИЗАЦИЯ МАСС-СПЕКТРОМЕТРА МИ-1305 ДЛЯ
ПРОВЕДЕНИЯ ВЫСОКОТЕМПЕРАТУРНЫХ
ТЕРМОДИНАМИЧЕСКИХ ИССЛЕДОВАНИЙ

Для современной науки и техники представляет большой интерес изучение свойств различных веществ при повышенных температурах. Вместе с тем наблюдается все возрастающее стремление к изучению газообразных соединений, образующихся при тех или иных условиях. Многочисленные исследования в этом направлении методами общей тензиметрии показали, что паровая фаза не менее, а часто даже более богата сложными формами типа полимерных и комплексных молекул.

Для выяснения состава пара над конденсированными фазами, особенно при повышенных температурах (выше 1000°C),

наиболее общим аналитическим методом является масс-спектрометрический, применение которого оказалось весьма плодотворным. Это позволило провести исследование многих органических соединений и систем на их основе, идентифицировать и охарактеризовать большое число неизвестных молекул подчас сложного строения. Последнее стало возможным при сочетании масс-спектральной методики анализа состава газовой фазы с методикой Кнудсена по определению давления компонент пара и термодинамической интерпретацией экспериментальных результатов [1]. Такая комбинация конструктивно реализована в ряде отечественных специализированных масс-спектрометрах типа МХ-1308 [2] и МС-1301. Однако приборов такого типа пока недостаточно, и по сей день большинство исследований выполняется на масс-спектрометрах, в которые приходится дополнительно вносить коррективы [3--5].

В настоящей работе рассматриваются вопросы модернизации отечественного масс-спектрометра МИ-1305, предназначенного для изотопного анализа, с целью проведения высокотемпературных термодинамических исследований. Масс-спектрометр МИ-1305 по своей общей конструкции выгодно отличается от приборов единой серии типа МХ-1303 тем, что его камера анализатора расположена в плоскости, горизонтальной к опорной плите вакуумной стойки прибора. Поэтому представляется возможным усовершенствовать отдельные узлы прибора и реализовать систему, мало отличную от специализированных приборов.

Известно [6], что масс-спектрометр МИ-1305 выполнен в виде двух автономных стоек -- вакуумной и аналитической. В процессе модернизации прибора эти части подверглись значительной реконструкции. Блок-схема прибора приведена на рис. 1.

Основной рабочий орган масс-спектрометра -- ионный источник -- представляет собой систему прибора МС-1301. Ионобразование осуществляется ионной бомбардировкой. Введение пробы в масс-спектрометр производится методом испарения (сублимации) анализируемой системы в испаритель типа эффузионной ячейки Кнудсена. На рис. 2 схематично показано расположение области ионизации источника ионов (1) и испарителя (2). Навеска анализируемого вещества вводится во внутреннюю полость эффузионной ячейки (3) и нагревается до рабочей температуры. Молекулярный поток пара (4), выходящий из эффузионного отверстия, проходит область ионизации.

Ионизационная камера (5) предварительно коллимируется афрагмой (6) рубашки водяного охлаждения (7). Таким ди- об-

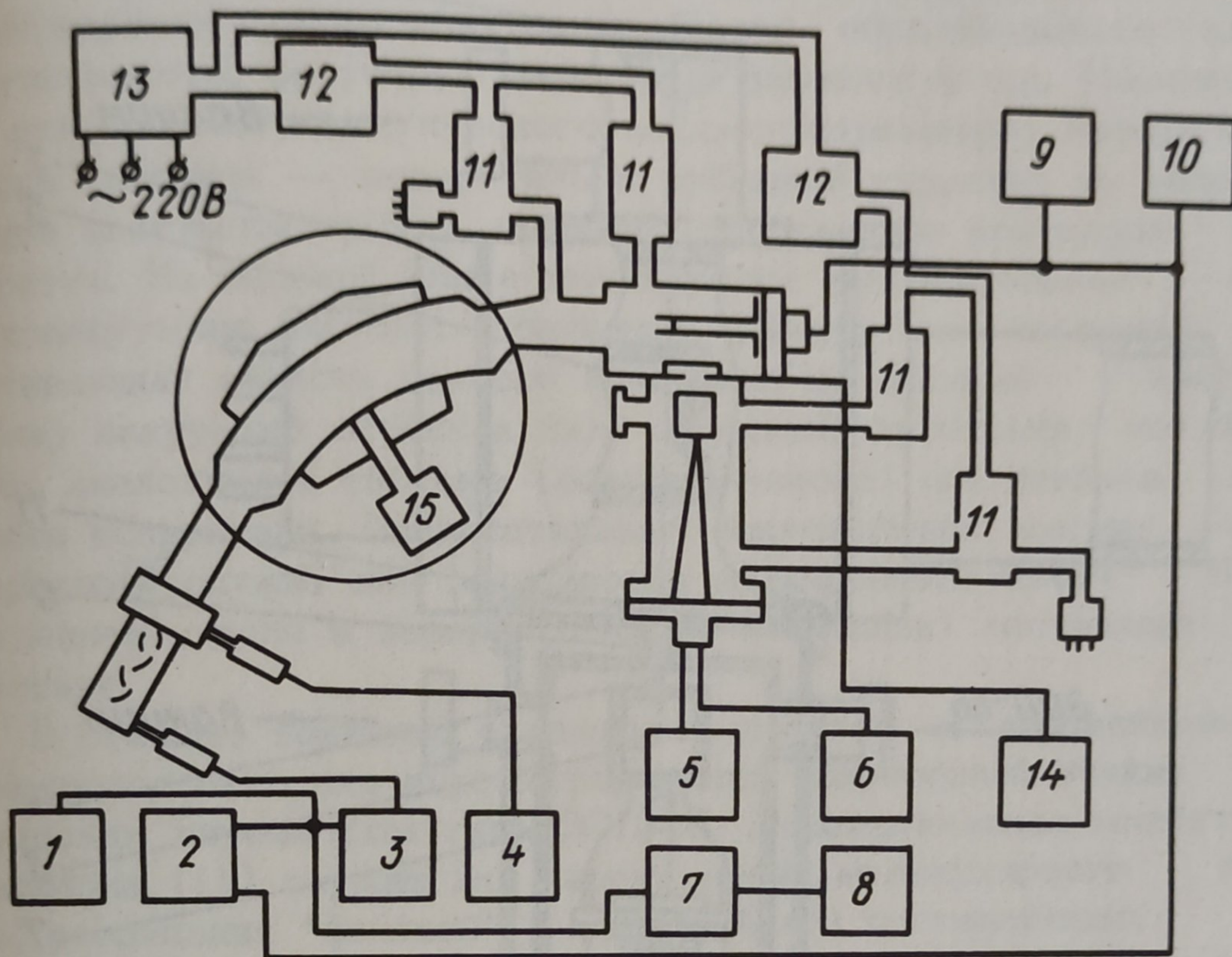


Рис. 1. Блок-схема модернизированного масс-спектрометра МИ-1305:

1 -- осциллограф С1-19Б; 2 -- двухкоординатный самописец ПДС-021М; 3 -- усилитель № 1 счетчика ионов СИ-03; 4 -- усилитель № 2 счетчика ионов СИ-03; 5 -- блок нагрева электронной бомбардировкой; 6 -- блок нагрева печи сопротивления; 7 -- преобразователь напряжения -- код; 8 -- цифропечатающее устройство Ф581К; 9 -- блок питания отклоняющего конденсатора (пластины Берри); 10 -- цифровой вольтметр В2-19; 11 -- высоковакуумная система (высоковакуумная ловушка -- парортутный насос); 12 -- форбаллон; 13 -- форвакуумный насос; 14 -- блок управления заслонки; 15 -- датчик массовых чисел.

разом, молекулярный пучок пара, так же как в системах [1, 2, 4] в отличие [3,5] не соприкасается с какими-либо конструктивными элементами собственно ионного источника (i) и далее конденсируется на поверхности смотрового окна (8). В последнем случае реализуется возможность юстировки эффу-

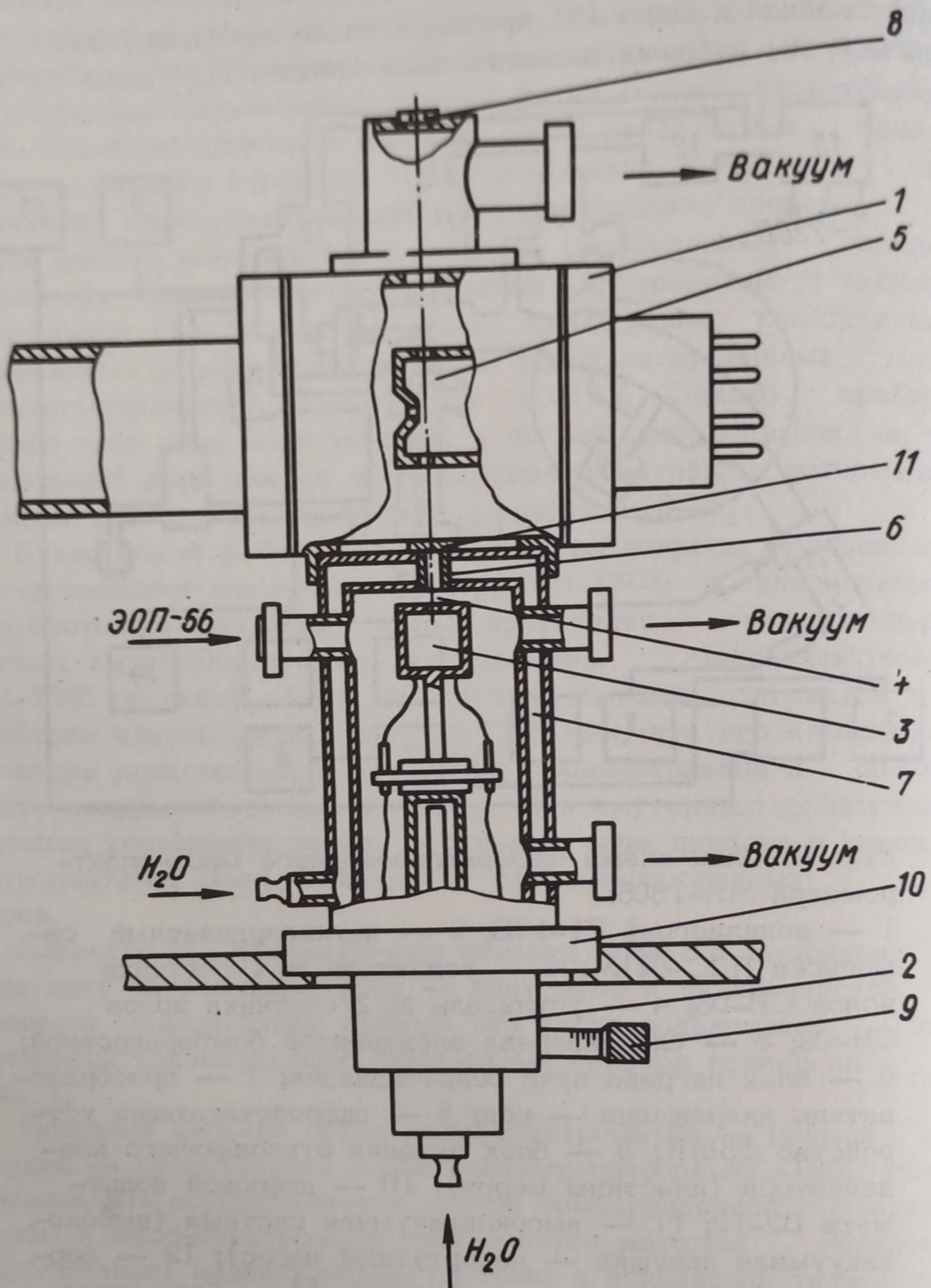


Рис. 2. Схема узла масс-спектрометра МИ-1305:
 1--источник ионов; 2--испаритель; 3--эффузионная камера; 4-- молекулярный пучок паров анализируемого вещества; 5--область ионизации; 6--коллимирующее отверстие; 7--рубашка водяного охлаждения; 8--смотровое окно; 9--микрометрический винт; 10--корпус блока испарителя; 11--автоматическая заслонка.

ионного отверстия относительно области ионизации с помощью микрометрических винтов (9), расположенных под углом 90° друг к другу. В ионизационной камере анализируемый пар ионизируется пучком электронов. Далее образовавшиеся ионы вытягиваются, фокусируются, корректируются и т.д. (аналогично схеме любого статического масс-спектрометра). Корпус (10) блока источник — испаритель с рубашкой укреплен на опорной плите вакуумной стойки, имеющей собственное проходное отверстие. На опорной плите монтируется дополнительная высоковакуумная система (ловушка с парортутным насосом), откачивающая область ионного источника на высокий вакуум. Сбоку вакуумной стойки в виде отдельной приставки установлена аналогичная система (ловушка—насос) для откачки области испарителя. Дополнительный фокусирующий магнит аналогично [2] служит для фокусировки электронного пучка. Напряженность поля в зазоре (область ионизации) составляет 300 эрстедт.

В рубашке водяного охлаждения имеется дополнительное смотровое окно для пирометрирования эффузионной ячейки оптическим пирометром типа ЭОП-66. Автоматическая магнитная заслонка (11) служит для перекрывания молекулярного пучка, разделения "фоновой" и молекулярной составляющих на анализируемых массах. Управление заслонкой вынесено на пульт аналитической стойки вместо блока № 4 (магазин сопротивлений). В качестве датчиков давлений используются две монометрические лампы типа ЛМ-4 и два МИД.

В схемах блоков питания ионного источника произведены соответствующие изменения и внесены дополнения, обеспечивающие стационарный, регламентированный режим питания всех электродов ионно-оптической системы, включая коррекцию — отражатель и блок питания электронной пушки с квазимонохроматизацией электронного пучка. Вместо блока № 3 (компенсационная схема) установлен блок нагрева эффузионной ячейки электронной бомбардировкой. В правой части пульта смонтирован датчик температуры ПП-66, изолированный от корпуса.

В левой части пульта вместе с блоком развертки смонтирован блок питания и регулировки отклоняющего конденсатора (пластины Берри), имеющий выход на цифропечатающее устройство (ЦПУ), цифровой вольтметр (В2-19). В качестве регистратора системы ионных токов используется счетчик ионов типа СИ-03 с умножителем, оснащенный непрерывным динодом [7]. Регистрация масс-спектра осуществляется как на ЭПП-09, так

и на экране осциллографа С1-19Б [8]. В последнем случае раз-
 вертка спектра масс осуществляется за счет стабилизации ус-
 коряющего напряжения.

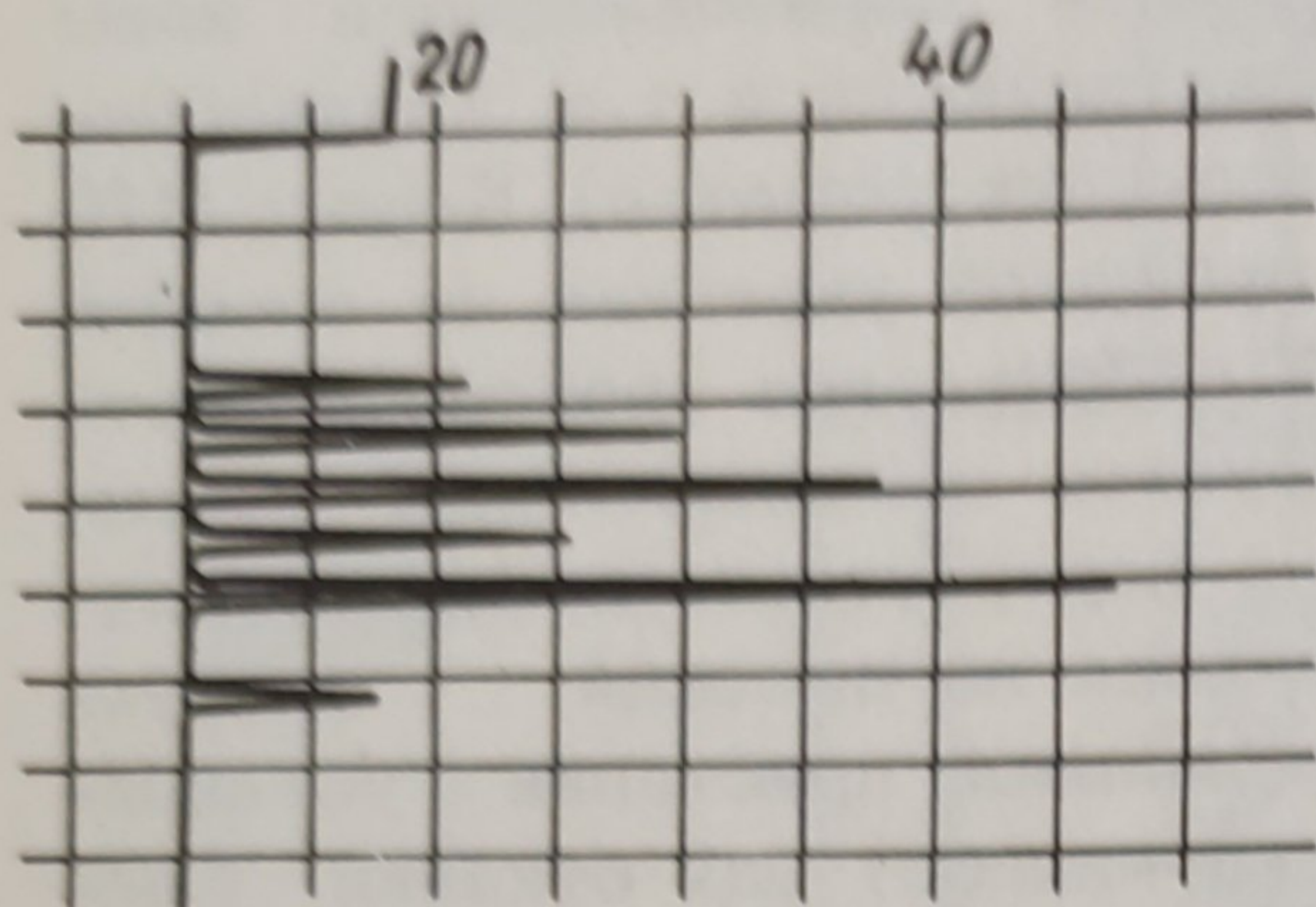
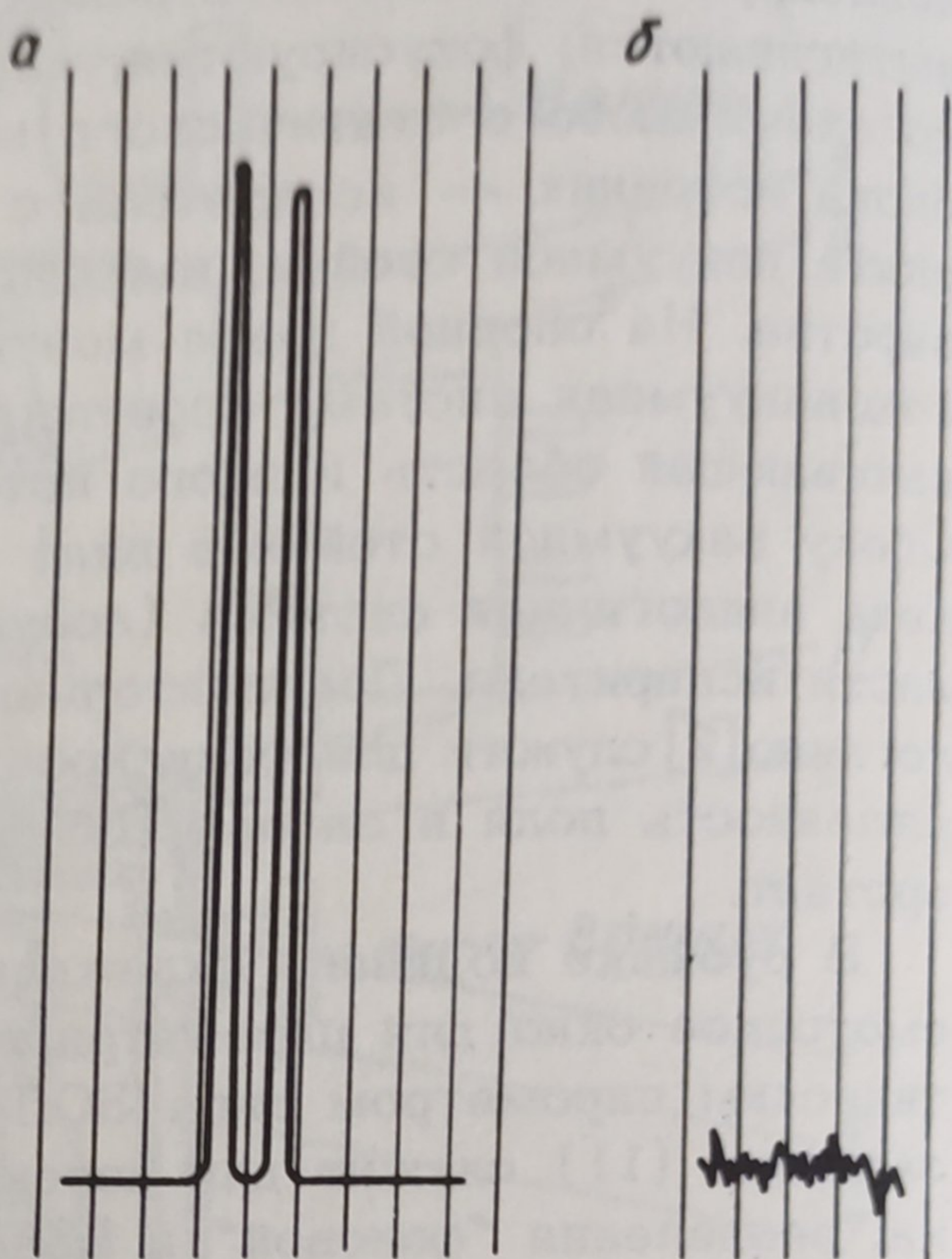


Рис. 3. Масс-спектр пара ртути.

Рис. 4. Масс-спектр пара серебра, $T=1410$;
 а -- заслонка открыта;
 б -- заслонка закрыта.



Используются два типа испарителей -- низкотемпературный и высокотемпературный. В низкотемпературном испарителе нагрев ячеек осуществляется вольфрамовой печью сопротивления, армированной окисью алюминия. Температурный диапазон $200-1300^{\circ}\text{C}$. Датчик температур -- термопара с потенциометром ПП-66. Во втором случае нагрев ячеек осуществляется электронной бомбардировкой. Температурный диапазон $500-2200^{\circ}\text{C}$. Датчик температур -- термопара с потенциометром ПП-66 и электронный оптический пирометр типа ЭОП-66.

Порог чувствительности всей системы в целом (серебро) при использовании эффузионных камер с диаметром эффузионного отверстия $0,5$ мм и выходной щели ионного источника $0,2$ мм составляет 10^{-6} мм рт. ст. На рис. 3 приведен масс-спектр пара ртути. Рис. 4 иллюстрирует действие автоматической заслонки на примере масс-спектра серебра.

Модернизированный масс-спектрометр МИ-1305 использовался для исследований процессов парообразования целого ряда фосфатных и стеклообразных систем в широком диапазоне температур.

Л и т е р а т у р а

1. Инграм М., Дроуарт Дж. -- В сб., Исследование при высоких температурах. М., 1962, с. 174.
2. Ганичев А.А. и др. Специализированный масс-спектрометр для высокотемпературных исследований. -- В сб.: Теплофизические свойства твердых тел при высоких температурах, вып. 1, Л., 1969, с. 429.
3. Акишин П.А. и др. Ионный источник к масс-спектрометру МС-1 ПТЭ, 1960, № 4, с. 98.
4. Семенов Г.А. -- В сб.: Масс-спектрометр для исследования процессов испарения при высоких температурах. -- ГОСИНТИ, 1965, № 18-65-345-21.
5. Ратьковский И.А., Бутылин Б.А., Новиков Г.И. Ионный источник к масс-спектрометру МИ-1305. -- ПТЭ, 1970, № 6, с. 1305.
6. Рафальсон А.Е., Шерешевский А.М. Масс-спектрометрические приборы. М., 1968.
7. Рябинкина М.А., Сиприков И.В., Шерешевский А.М. -- В сб.: Электронная техника, вып. 4, сер. 4. Л., 1970, с. 52.
8. Ратьковский И.А., Прилуцкий Р.Е. -- В сб.: Химия и химическая технология, вып. 7, Минск, 1974, с. 59.