

И.А.Ратъковский, канд.хим.наук,  
А.Г.Наливайко (БТИ)

## МАСС-СПЕКТРАЛЬНЫЙ КОМПЛЕКС ДЛЯ ВЫСОКОТЕМПЕРАТУРНЫХ ТЕРМОДИНАМИЧЕСКИХ ИССЛЕДОВАНИЙ НА БАЗЕ ПРИБОРА ДЛЯ ИЗОТОПНОГО АНАЛИЗА МИ-1305

В последние десятилетия одним из основных методов для идентификации состава парогазовой фазы при повышенных температурах стал масс-спектрометрический метод исследования, использующий основное свойство вещества - массу атомов и молекул. Этот метод в сочетании с методикой Кнудсена по определению давления насыщенного пара нашел широкое применение при исследовании процессов парообразования (испарения, сублимации, полимеризации, термической диссоциации) как одно-, так и многокомпонентных систем [1 - 3]. Одновременно, на основании экспериментальных данных, по давлению пара отдельных компонент парогазовой фазы при разных температурах реализуется возможность расчета термодинамических характеристик самих процессов, а также газообразных продуктов.

Существенным препятствием на пути внедрения этого современного физико-химического метода в практику научно-исследовательских лабораторий является недостаточное количество специализированных масс-спектрометров [4 - 5], предназначенных для такого рода задач. Большинство опубликованных работ выполняется на масс-спектрометрах, используемых для изотопного анализа, модернизированных и реконструированных самими авторами [1 - 3].

Нами на базе серийного масс-спектрометра для изотопного анализа МИ-1305 осуществлен масс-спектральный комплекс, предназначенный для высокотемпературных термодинамических исследований.

На рис. 1 приведена блок-схема комплекса, состоящая из двух аналитических (а, б) и одной измерительной (в) стоек, блоки которых соединены между собой необходимыми каналами коммутации, управления, измерения, сигнализации и выведены на общий пульт управления измерительной стойки (в).

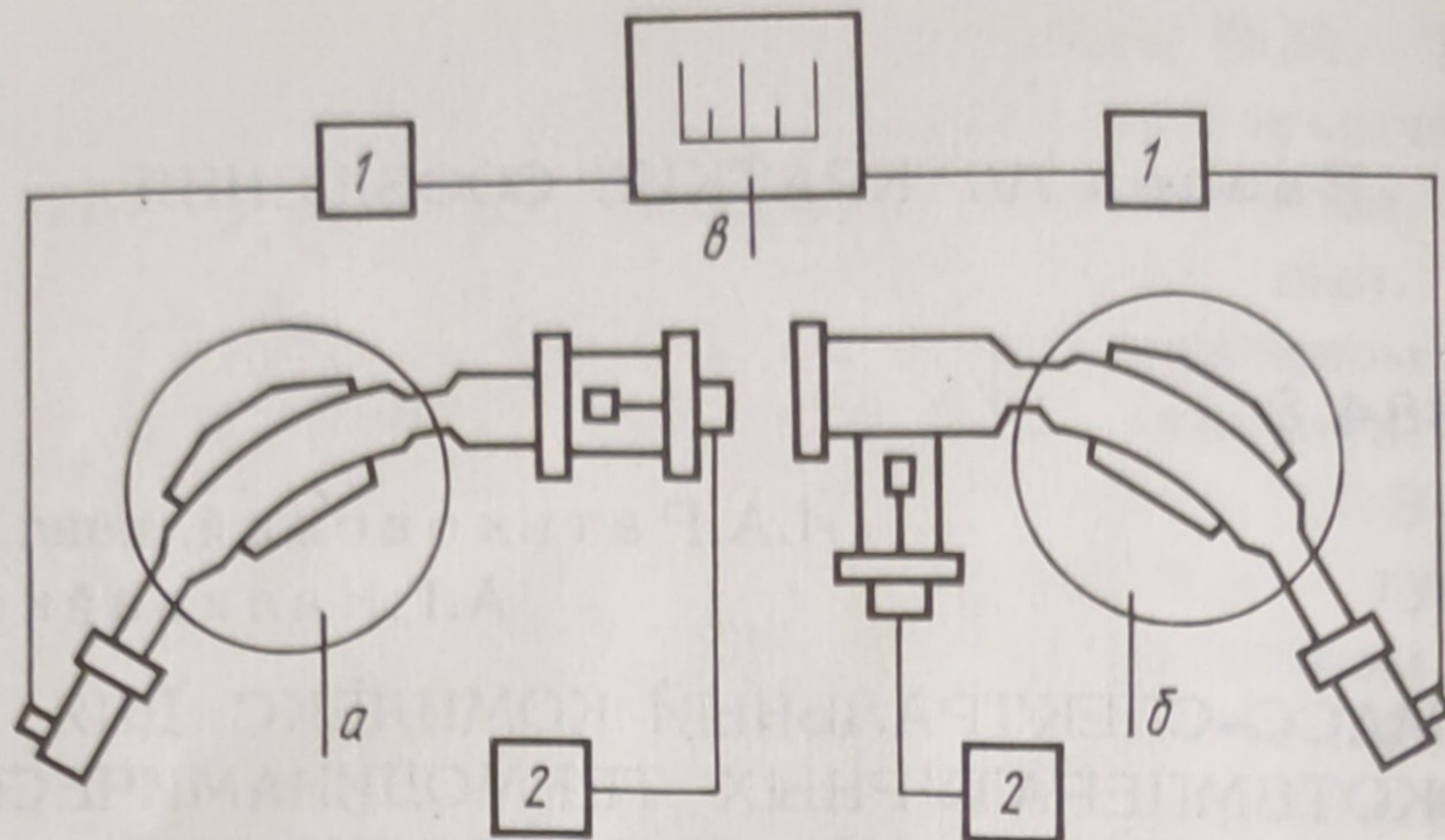


Рис. 1. Блок-схема масс-спектрального комплекса:  
 а, б – аналитические стойки; в – измерительная стойка.  
 1 – счетчик ионов СИ-03; 2 – блок нагрева ячейки и регулировки температуры.

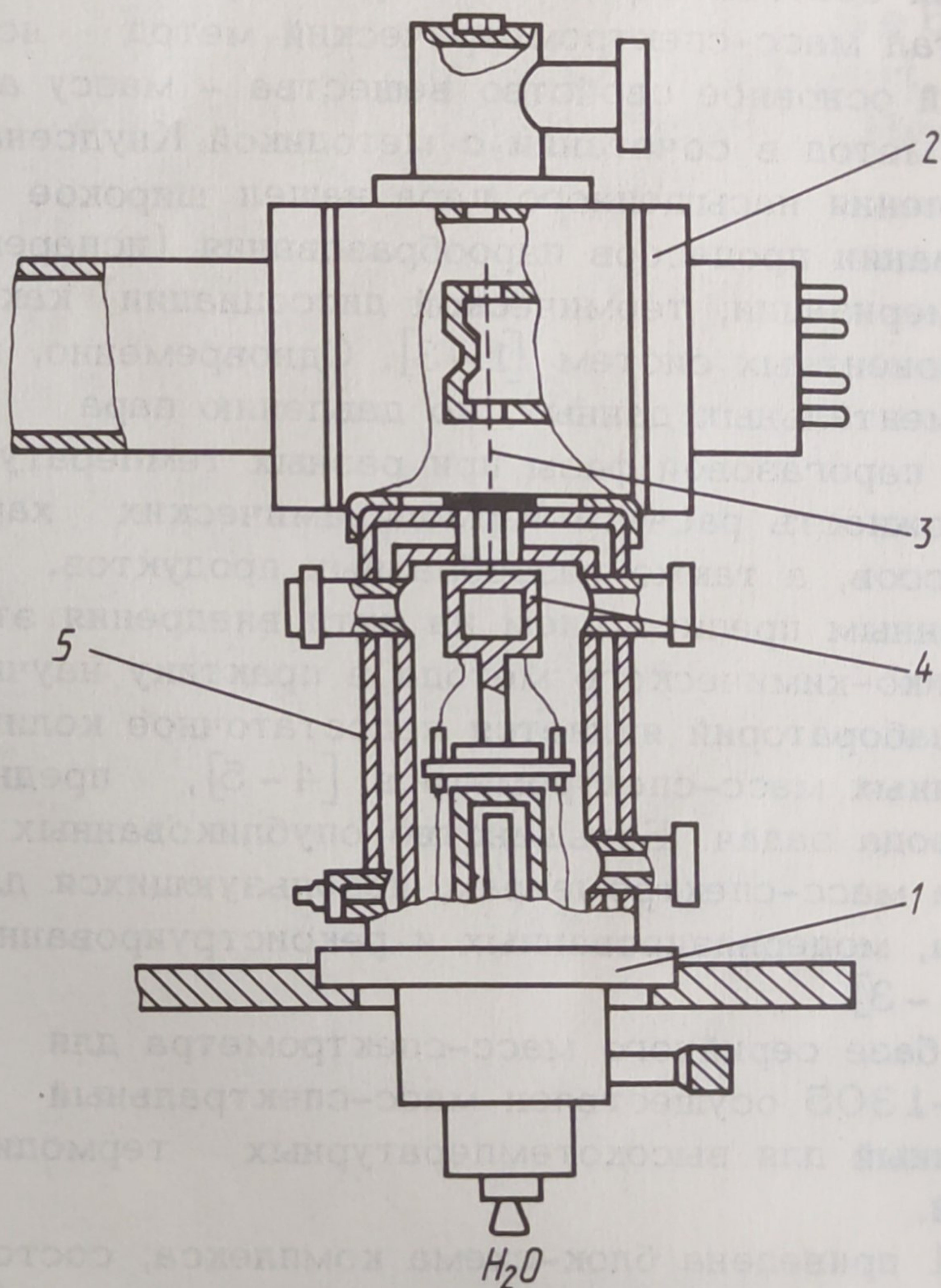


Рис. 2. Схематический разрез испарителя-ионизатора  
 (аналитическая стойка а): 1 – испаритель; 2 – ионизатор;  
 3 – молекулярный пучок; 4 – эффузионная ячейка; 5 –  
 рубашка водяного охлаждения.

На рис. 2 схематически изображены основной узел аналитической стойки (а), испаритель-ионизатор, выполненный аналогично [4-6]. Вертикальное расположение испарителя (1) относительно ионного источника (2) позволяет исследовать как твердые вещества, так и расплавы. Одновременно молекулярный пучок (3), выходящий из эффузионной ячейки (4), не контактирует с какими-либо деталями ионного источника (2), что существенно снижает собственный "фон" на анализируемый м/е.

На рис. 3 схематически изображен ионный источник-испаритель аналитической стойки (б). В данной системе молекулярный и ионный пучки идут коаксиально друг другу (tandem). Это делает возможным эффективное использование пластин отклоня-

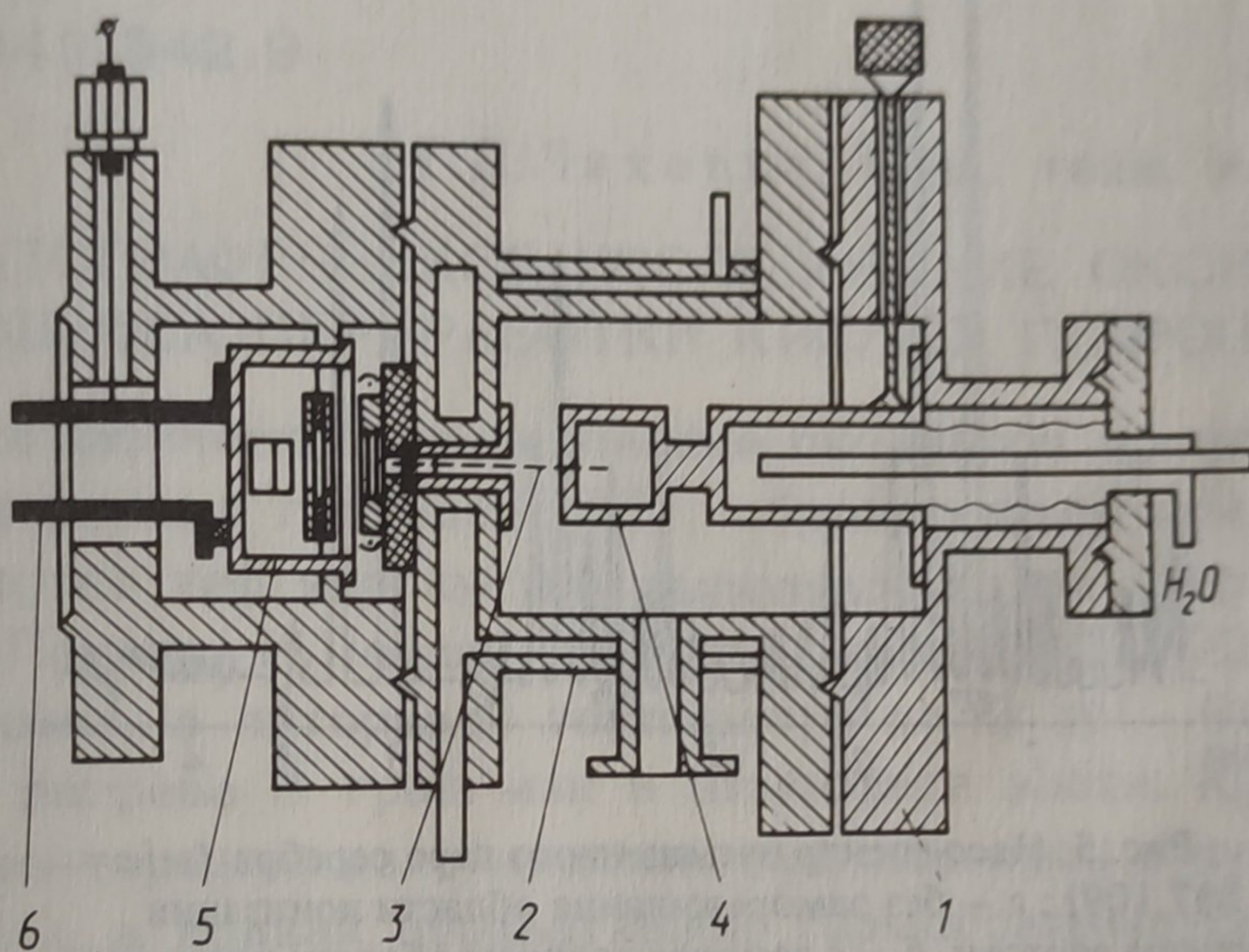


Рис. 3. Схематический разрез ионного источника-испарителя (аналитическая стойка в): 1 - испаритель; 2 - корпус с рубашкой водяного охлаждения; 3 - молекулярный пучок; 4 - эффузионная ячейка; 5 - блок ионно-оптической системы; 6 - блок пластин отклоняющего конденсатора.

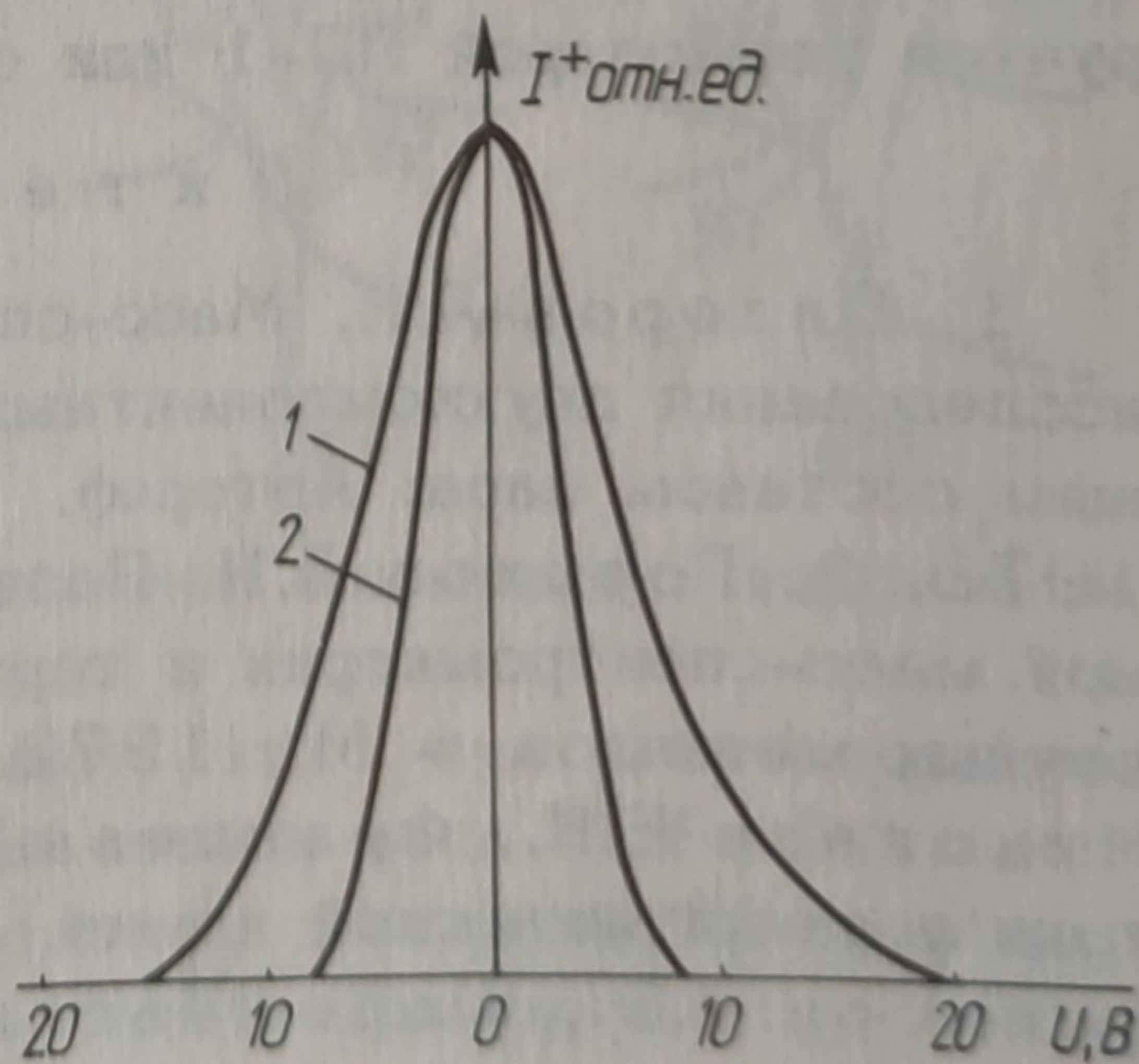


Рис. 4. Зависимость интенсивности ионных токов в масс-спектре от разности потенциалов отклоняющего конденсатора ( $T = 600 \text{ K}$ ): 1 -  $\text{Cs}^+$ ; 2 -  $\text{CsI}^+$ .

ющего конденсатора, пластин Берри (6) для исследования кривых распределения ионов по вертикальной компоненте скорости. Рис. 4 иллюстрирует эту возможность на примере  $\text{CsI}$ . Отчетливо видно, что распределение осколочного иона  $\text{Cs}^+$  по вертикальной компоненте скорости заметно уширено по сравнению с распределением молекулярного иона  $\text{CsI}^+$ . Использование в таких источниках системы охлаждения до азотных температур области ионизации [7] практически полностью снимает "фон" на всех  $m/e$ , что иллюстрирует рис. 5 на примере элементарного серебра.

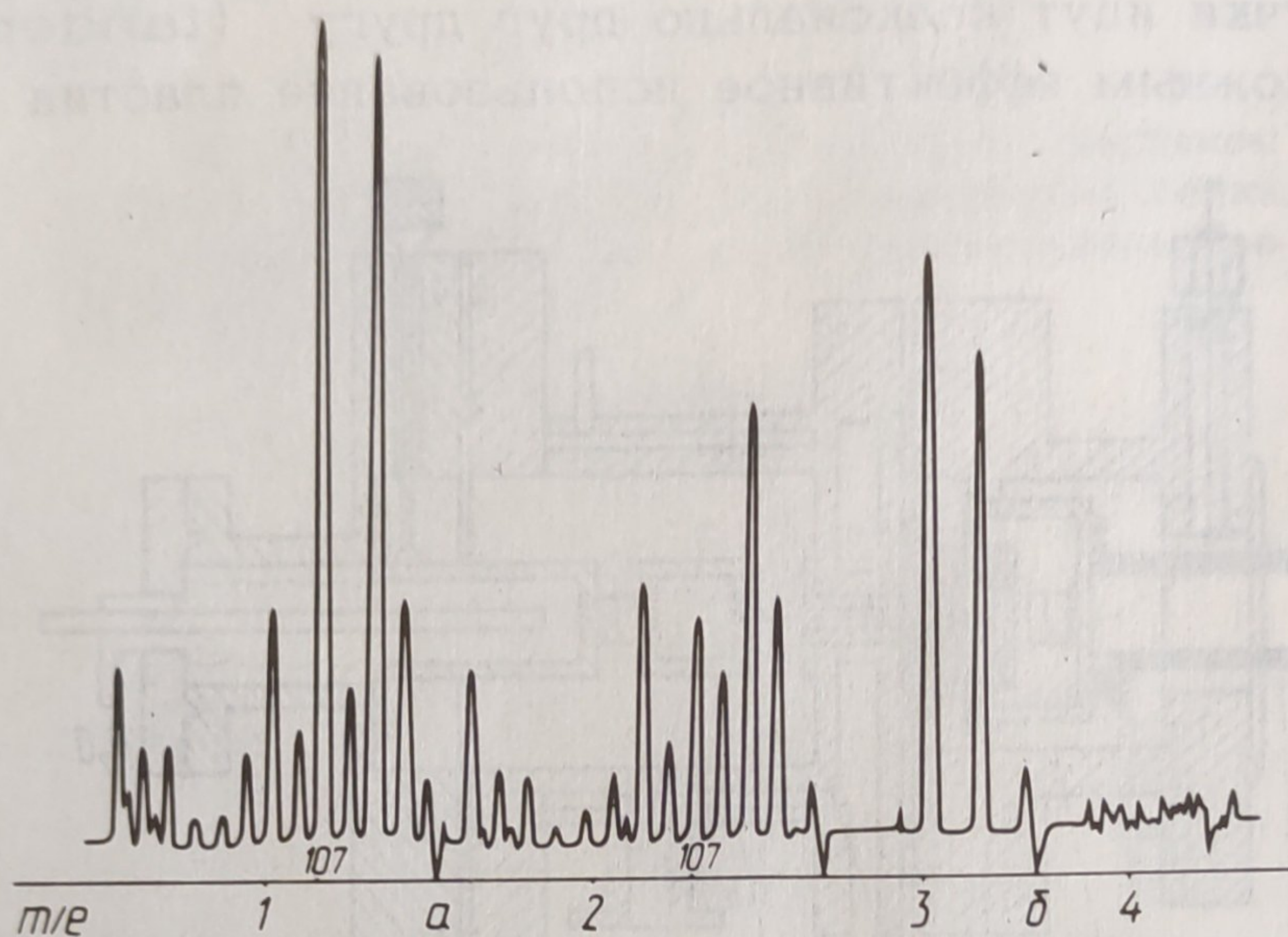


Рис. 5. Масс-спектр насыщенного пара серебра ( $m/e = 107,109$ ): а – без замораживания области ионизации жидким азотом; б – с замораживанием области ионизации жидким азотом; 1,3 – заслонка открыта, 2,4 – закрыта.

Эффузионные ячейки нагреваются печью сопротивления, армированной окисью алюминия (до 1550 К) или методом электронной бомбардировки (до 2300 К). Температура ячейки контролируется термопарой ПП-1 или оптическим пирометром ЭОП-66.

#### Л и т е р а т у р а

1. Сидоров Л.Н. Масс-спектральные термодинамические исследования двухкомпонентных систем со сложным молекулярным составом пара: Автореф. дис. ... докт. хим. наук. – М., 1970.
2. Горохов Л.Н. Развитие методов высокотемпературной масс-спектрометрии и термодинамическое исследование щелочных металлов. – М., 1972. – 418 с.
3. Семенов Г.А., Николаев Е.Н., Францева К.Е. Применение масс-спектрометрии в неорганической химии. – Л., 1976. – 152 с.
4. Рафальсон А.Э., Шерешевский А.М. Масс-спектрометрические

приборы. - М., 1968. - 235 с. 5. Масс-спектрометр для изучения процессов испарения труднолетучих веществ / А.А.Ганичев, Г.И.Ильина, Ю.С.Рутгайзен и др. - В сб.: Теплофизические свойства твердых тел при высоких температурах. - М., 1969, вып. 1, с. 429. 6. Модернизация масс-спектрометра МИ-1305 для проведения высокотемпературных термодинамических исследований / И.А.Ратьковский, В.М.Тарасенков, В.А.Ашуйко и др. - В сб.: Химия и химическая технология. Минск, 1976, вып. 11, с. 105. 7. Ратьковский И.А., Наливайко А.Г., Цирганович С.В. Устройство для охлаждения до азотных температур ионного источника масс-спектрометра МИ-1305. - ПТЭ, № 4, 1979, с. 269.