

## ДИАГНОСТИЧЕСКИЙ КОМПЛЕКС НА БАЗЕ СТАТИЧЕСКОГО МАСС-СПЕКТРОМЕТРА

*В.В. Бобков,  
В.А. Кобяков,  
В.Б. Пышкин,  
В.В. Романюк,  
Д.Л. Рябчиков,  
Ю.В. Сидоренко,  
В.В. Цуканов*

*Харьковский государственный университет,  
310108, Харьков, пр. Курчатова 31*

Представлена разработка малогабаритного автоматизированного диагностического комплекса на базе статического

масс-спектрометра для определения малых концентраций компонентов в газовых средах и управления технологическим процессом.

В ряде технологических процессов возникает проблема непрерывного контроля рабочей газовой среды. Наиболее эффективным решением является применение масс-спектрометрического метода анализа состава смесей газообразных веществ, причем целесообразно применять измерительные приборы, способные одновременно регистрировать все необходимые компоненты смеси.

На физико-техническом факультете ХГУ за последние семь лет проведены разработка, изготовление и пусконаладочные работы серии автоматизированных масс-спектрометрических комплексов (АМСК) на базе монопольного масс-спектрометра. В технологическом процессе АМСК позволяет осуществлять входной контроль и анализ состава и концентраций компонентов технологических газов; автоматизированные экспресс измерения и непрерывный контроль химического состава и концентраций компонентов газовой среды в рабочей камере в реальном масштабе времени в течение технологического процесса; аттестацию и выбор оптимальных режимов процесса; автоматизацию контроля и управления технологическими процессами, проведение которых связано с изменением состава рабочей газовой среды, путем формирования управляющих сигналов для исполнительных механизмов технологического устройства при отклонении величин концентраций контролируемых компонентов газовой среды от заданных значений; индикацию и архивирование необходимой информации.

Высокие функциональные возможности АМСК обусловлены также разработанным программным обеспечением, позволяющим реализовать все требования, предъявляемые к автоматизированным приборам, осуществляющим диагностику и управление технологическими процессами.

Динамические масс-спектрометры при их приемлемых размерах и весе для диагностических приборов обладают меньшими возможностями при количественных измерениях по сравнению со статическими масс-спектрометрами.

Масс-спектрометры с секторным магнитным полем, в свою очередь, обладая высокой чувствительностью и разрешающей способностью, имеют медленную скорость развертки масс-спектра и не могут быть использованы для быстрого анализа исследуемого газа. Кроме этого динамический диапазон усилителя ионного тока не позволяет уверенно фиксировать

одновременно сильный и слабый сигналы разделенных ионных пучков, приходящих на одну приемную щель коллектора.

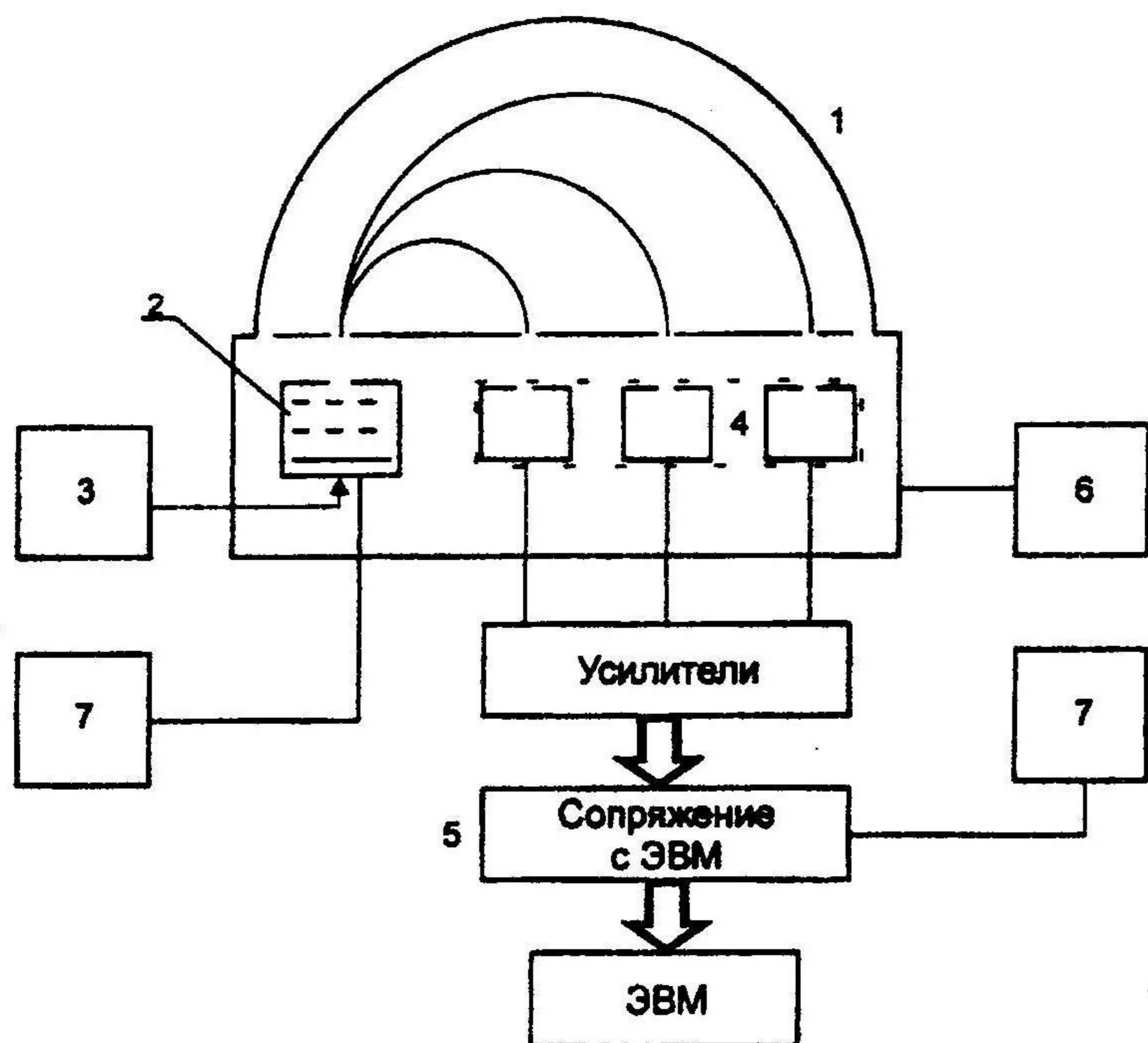


Рис. 1. Функциональная схема масс-спектрометра.

На рис. 1 приведена функциональная схема создаваемого нами автоматизированного комплекса на базе статического масс-спектрометра.

В вакуумной камере (1), располагаемой в зазоре между полюсами постоянного магнита, происходит пространственное разделение траекторий пучков ионов газа, образованных в источнике ионов (2). Система напуска (3) осуществляет дозированную подачу исследуемого газа в объем источника. Ионы с определенным отношением  $m/e$ , вылетающие из источника ионов фокусируются на входную щель соответствующего приемника (4). В данной конструкции использованы три канала для одновременной регистрации ионных токов. Усиленные сигналы подаются через сопрягающее устройство (5) на ЭВМ. Система откачки (6) обеспечивает остаточный вакуум в камере не хуже  $1 \cdot 10^{-8}$  мм рт. ст. Блоки питания и управления обеспечивают автоматический режим работы всех узлов масс-спектрометра (7).

Разработанный масс-анализатор является прибором с поперечным однородным магнитным полем. Для осуществления полукруговой фокусировки пучок ионов должен входить перпендикулярно границе магнитного поля и иметь угловую расходимость не более  $1^\circ$ . Траектории ионов в анализаторе представляют полуокружности радиуса  $r_i = P_i / eB_0$ , где  $P_i = m_i V_i$  — импульс иона,  $B_0$  — индукция магнитного поля [2].

Магнитная система масс-спектрометра состоит из двух полюсных наконечников постоянных магнитов, выполненных из самарий-кобальтового сплава и заключенных в замкнутый магнитопровод из сплава армко. Магнитная индукция составляет 0,28 Тл в зазоре 20 мм между полюсами. В этом зазоре располагается плоская полукруглая часть вакуумной камеры. Ионный источник и многоколлекторный приемник находятся за границей магнитного поля в вакуумной камере.

Для создания ленточного пучка ионов используется ионный источник с ионизацией электронным ударом. Схема ионного источника приведена на рис. 2.

Электроны, эмитируемые накаливаемым катодом  $K$  под действием ионизирующего потенциала  $U_i = 70$  В, ускоряются и попадают в камеру ионизации — пространство между 1 и 2 электродами. Сюда же напускается исследуемый газ. При столкновении электронов с молекулами газа происходит ионизация, и образованные положительные ионы увлекаются

Существует способ контроля молекулярного состава газа, используя масс-спектрометры с полукруговой магнитной фокусировкой, где в качестве диспергирующего магнита применяется постоянный магнит с углом отклонения траектории ионов  $180^\circ$  [1]. В таких статических масс-спектрометрах траектории ионов представляют полуокружность с радиусом, зависящим от отношения массы иона к заряду  $m/e$ . Ионы с различными массами могут быть одновременно протектированы многоколлекторным приемником ионов. Число приемных коллекторов и их расположение определяется конкретными условиями контроля.

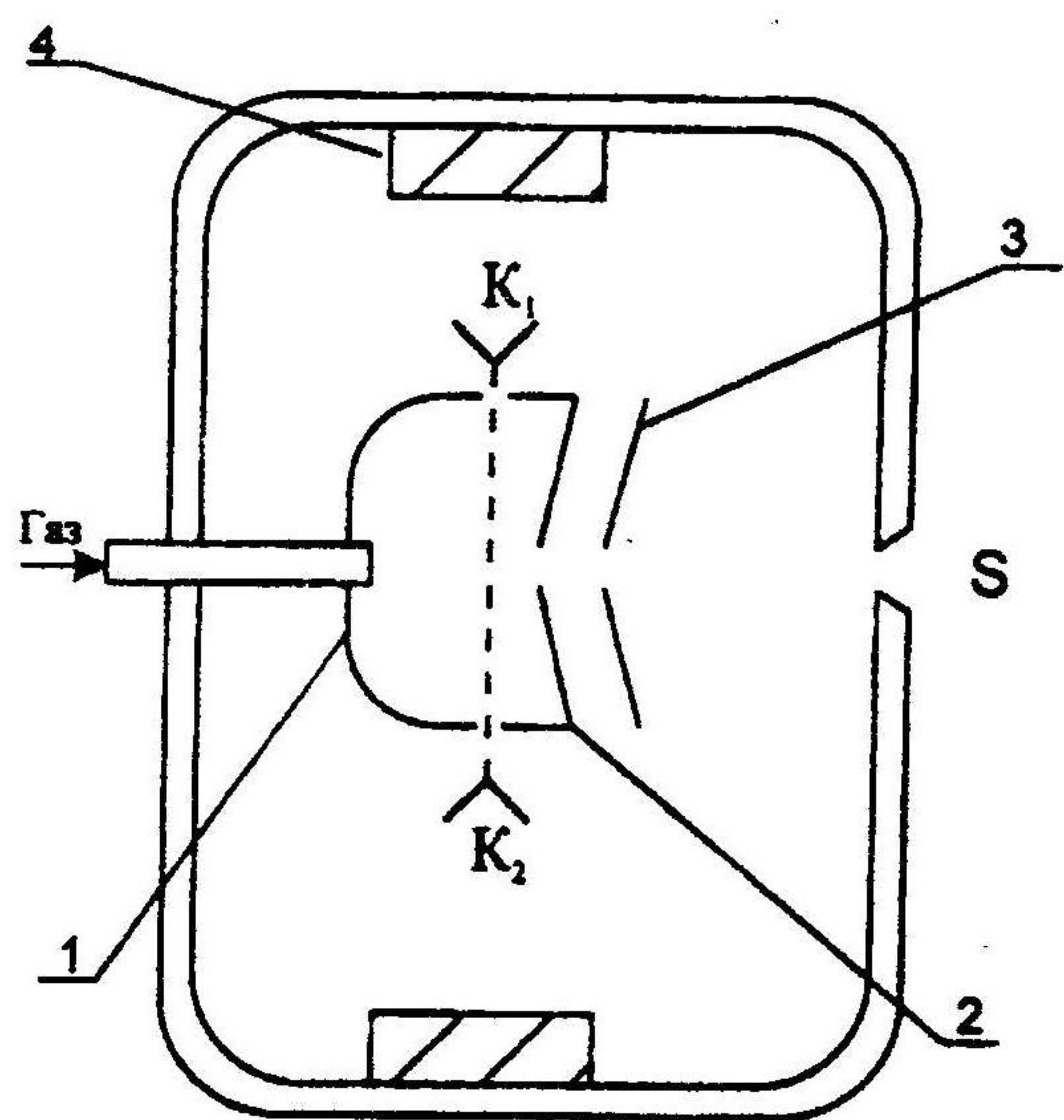


Рис.2. Схема источника ионов.

небольшим отражающим электрическим полем к выходной щели ускоряющего электрода (2). Величина отражающего напряжения на 1 электроде относительно второго составляет несколько вольт. Ионы, подлетающие к выходной щели камеры ионизации, подхватываются ускоряющим потенциалом электрода 3 и направляются к выходной щели источника S.

Форма электродов ионного источника для создания параллельного ленточного пучка аналогична применяемой в электронной пушке Пирса [3]. Небольшое дополнительное магнитное поле постоянных магнитов с индукцией около 0,02 Тл, ориентированное вдоль траектории ионизирующего электронного пучка, является фокусирующим для электронов и пространственно ограничивает область образования ионов вблизи щели электрода 2. Это поле практически не действует на поведение ионов.

Дрейф электронов в образованных скрещенных электрическом E и магнитном H полях между электродами 1 и 2 составляет порядка  $10^{-2}$  см.

Энергия ионов, образованных в источнике, зависит от величины ускоряющего напряжения и может варьироваться в пределах  $1 \div 2,5$  кэВ. Это позволяет производить масс-анализ газов с молекулярной массой до 40 а.е.м.

Размеры ионного пучка на выходе ионного источника составляет 0,4 мм в ширину и 5 мм в высоту.

Для регистрации ионного тока в диапазоне массовых чисел 2-40 используется три подвижных коллекторных узла, представляющих самостоятельные каналы измерения. Радиусы траектории ионов  $r_i$  могут меняться от 30 до 100 мм. Располагая приемную щель на расстоянии  $2r_i$  от выходной щели источника по границе магнитного поля, при установленной энергии ионов можно проводить измерения тока интересующего сорта ионов. Величина входных щелей приемника составляет  $0,5 \div 1$  мм, что не отражается на разрешающей способности прибора ввиду достаточно большой пространственной дисперсии в рабочем диапазоне массовых чисел. Такой выбор щелей позволяет поднять чувствительность приемного тракта. При использовании канального электронного умножителя КЭУ-6 в режиме счета отдельных ионов могут измеряться очень малые доли примесных концентраций исследуемого газа до  $10^{-1}$  р.р.т. (одна частица примеси на  $10^7$  частиц основного газа). Для обеспечения высокого остаточного вакуума используется безмасляная система откачки с применением криогенной азотной ловушки и турбомолекулярного насоса НВТ-340 со скоростью откачки 340 л/с.

Для обеспечения метрологических характеристик установки была разработана электронная схема, которая включает: источник питания, блок регулирования и контроля параметров, с возможностью отображения технологически необходимых на экране дисплея ЭВМ. Источник питания состоит из четырех основных блоков: блока ускоряющего напряжения, блока вытягивающего напряжения, блока ионизатора и блока накалов.

Блок ускоряющего напряжения вырабатывает регулируемое стабилизируемое напряжение в интервале 1,0...2 кВ при максимальном выходном токе 10 мА. Грубая регулировка при наладке установки осуществляется с панели блока с помощью кодового цифрового переключателя с дискретностью 1 В, точная — с помощью кнопки с дискретностью 0,1 В в интервале  $\pm 1$  В от значения, установленного грубой регулировкой. Точная установка может

осуществляться также от ЭВМ, что бывает необходимо для подстройки установки в процессе эксплуатации. С целью получения необходимой стабильности выходного напряжения использована двухконтурная схема стабилизации, которая включает в себя регулируемый стабилизатор с постоянной времени обратной связи  $\sim 0,5$  мс и коэффициентом стабилизации  $\sim 1000$ , и интегральный регулятор, вырабатывающий напряжение рассогласования, являющееся опорным сигналом для регулируемого стабилизатора. Таким образом организован общий контур обратной связи с постоянной времени  $\sim 0,5$ , обеспечивающий необходимую стабильность ускоряющего напряжения. Термостабильность обеспечивается применением высокостабильных компонент схемы (операционные усилители 140УД17, резисторы МРХ, резисторные матрицы МР-1 и т.п.).

Блок вытягивающего напряжения выполнен на микросхеме 142ЕН3 и имеет регулируемое выходное напряжение в интервале 5-20 В, с возможностью плавной и грубой ручной подстройки. Необходимая стабильность этого блока обеспечивается параметрами микросхемы.

Блок ионизатора представляет собой регулируемый источник напряжения в интервале 20...100 В с максимальным током нагрузки 10 мА. Установка необходимого напряжения осуществляется, как и в блоке ускоряющего напряжения, цифровым кодовым переключателем, расположенным на передней панели прибора, с дискретностью 0,1 В. Подстройка напряжения ионизатора в интервале  $\pm 10,0$  В с дискретностью 0,1 В может осуществляться в процессе эксплуатации установки от ЭВМ. Контроль тока ионизатора осуществляется посредством вывода информации через ЭВМ на экране дисплея.

Блок накала представляет собой источник тока с регулировкой в интервале 0,1...5 А и имеет три режима работы: ручная установка тока, тренировка, стабилизация. В первом режиме стабилизированный ток накала может быть установлен с передней панели блока в указанном интервале. В режиме тренировки ток накала, при включении блока, плавно нарастает до значения  $\sim 0,5 \cdot I_{\text{ном}}$ . В режиме стабилизации ток накала устанавливается автоматически системой регулирования таким, чтобы поддерживать ток ионизатора в одном из двух выбранных значений (1 или 2 мА).

Так как в процессе эксплуатации установки происходит испарение катода, предусмотрена индикация значения тока накала  $\geq 0,9 \cdot I_{\text{max}}$ , по которой можно судить о необходимости замены нити катода. Для предотвращения перегорания катода в аварийных режимах (прорыв атмосферы), предусмотрено отключение источника тока. Вся система позволяет работать как в ручном режиме, так и с ЭВМ.

Программное обеспечение позволяет проводить контроль и установление рабочих параметров диагностического масс-спектрометрического комплекса по алгоритму, задаваемому пользователем, проводить измерения концентрации контролируемых компонент, отображать, рассчитывать и архивировать полученную информацию, а также формировать управляющие сигналы для исполнительных устройств технологической установки.

## ЛИТЕРАТУРА

- [1] Технические и метрологические характеристики масс-спектрометра МХ-1330 по результатам государственных испытаний. А.С. Мелешкин, Н.М. Нечаева и др. // Ж. "Научные приборы", 1978, №16.
- [2] И.Г. Козлов. Современные проблемы электронной спектроскопии. // М.: Атомиздат, 1978, с. 138.
- [3] J.R. Pierce, J. Appl. Phys., 11, 548 (1940). Прямолинейный поток электронов в пучках.