

МИНИСТЕРСТВО ОБРАЗОВАНИЯ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ  
ГОУ УРАЛЬСКИЙ ГОСУДАРСТВЕННЫЙ ТЕХНИЧЕСКИЙ УНИВЕРСИТЕТ-УПИ

## РАСШИФРОВКА МАСС-СПЕКТРА ОСТАТОЧНЫХ ГАЗОВ

Методические указания к лабораторной работе №10 по курсу «Измерение физических параметров» для студентов дневной формы, специальностей:

- 071900 — Информационные системы в технике и технологии;
- 070500 — Ядерные реакторы и энергетические установки;
- 072800 — Физика кинетических явлений

УДК 539.183.2:621.384.8

Составители Б.А. Калинин, О.Е. Александров, В.Е. Атанов

Научный редактор канд. физ.-мат. наук О.Е. Александров

Расшифровка масс-спектра остаточных газов: Методические указания к лабораторной работе №10 по курсу «Измерение физических параметров» / Б.А. Калинин, О.Е. Александров, В.Е. Атанов. Екатеринбург: ГОУ УГТУ-УПИ, 2002. 21 с.

Приведены методические указания к лабораторной работе №10 «Расшифровка масс-спектра остаточных газов» по курсу «Измерение физических параметров» («Метрология и стандартизация»).

Дано описание экспериментальной установки (изотопного масс-спектрометра МИ-1201 АГМ), принципа работы масс-спектрометра и основ расшифровки масс-спектров, требований безопасности при выполнении лабораторной работы, описана работа с программным обеспечением.

Библиогр.: 2 назв. Табл. 2. Рис. 10. Прил. 1.

Подготовлено кафедрой «Молекулярная физика».

© ГОУ Уральский государственный  
технический университет-УПИ, 2002  
© Б.А. Калинин, О.Е. Александров,  
В.Е. Атанов, 2002

## ОГЛАВЛЕНИЕ

ВВЕДЕНИЕ.....	4
1. ПРИНЦИП РАБОТЫ МАСС-СПЕКТРОМЕТРА.....	4
1.1. Физическая сущность масс-спектрометрического метода.....	4
1.2. Изотопный анализ вещества.....	9
1.3. Молекулярный анализ вещества.....	9
2. ФОРМИРОВАНИЕ МАСС-СПЕКТРА ОСТАТОЧНЫХ ГАЗОВ.....	9
3. ВКЛЮЧЕНИЕ И РАБОТА НА МАСС-СПЕКТРОМЕТРЕ МИ-1201	
АГМ.....	11
3.1. Меры безопасности.....	11
3.2. Подготовка масс-спектрометра к включению.....	11
3.3. Включение масс-спектрометра.....	12
3.4. Работа с масс-спектрометром.....	12
3.4.1. Работа с программой МИ-1201 АГМ для Windows.....	12
3.4.2. Работа с программой АГМ для DOS.....	17
4. МЕТОДИКА ПРОВЕДЕНИЯ ИЗМЕРЕНИЙ.....	19
ПРИЛОЖЕНИЕ. Массы и распространенности изотопов.....	20

## ВВЕДЕНИЕ

Масс-спектрометрические приборы широко применяются для контроля технологических процессов и при проведении научных исследований. Такие свойства масс-спектрометров, как хорошая воспроизводимость результатов, высокая абсолютная и относительная чувствительность, сравнительная простота расшифровки спектра, делают их незаменимыми при анализе состава веществ:

- изотопный анализ обогащенного урана;
- анализ молекулярного состава вещества;
- анализ микропримесей в веществе;
- определение состава остаточных газов в вакуумных системах и др.

Масс-спектрометр МИ-1201 АГМ предназначен для анализа изотопного состава урана, подаваемого в масс-спектрометр в виде гексафторида урана. В данной лабораторной работе проводится анализ остаточных газов вакуумной системы масс-спектрометра с расшифровкой отдельных линий масс-спектрограммы.

Ниже используется сокращение а.е.м. (атомная единица массы),  $1 \text{ а.е.м.} = 1.06605402 \cdot 10^{-27} \text{ кг}$ .

## 1. ПРИНЦИП РАБОТЫ МАСС-СПЕКТРОМЕТРА

### 1.1. ФИЗИЧЕСКАЯ СУЩНОСТЬ МАСС-СПЕКТРОМЕТРИЧЕСКОГО МЕТОДА

Сущность масс-спектрометрического метода анализа состава и свойств вещества заключается в получении ионов из атомов или молекул исследуемого вещества, формировании моноэнергетического пучка ионов с последующим разделением их в электрических или магнитных полях по величине отношения массы к заряду и улавливании ионов с одинаковыми значениями этого отношения. В связи с этим масс-спектрометрический анализ обычно включает несколько этапов:

1. Ввод газа или получение и ввод паров исследуемого вещества в источник ионов.
2. Получение ионов из атомов или молекул и формирование их в пучок.
3. Разделение ионов по отношению массы к заряду.
4. Детектирование ионов с последующим измерением их числа или ионного тока.

В зависимости от типа масс-спектрометра, а также от вида решаемых задач конкретная реализация перечисленных этапов может быть различной. Для

характеристики масс-спектрометра используются следующие параметры: разрешающая способность; воспроизводимость показаний; абсолютная, относительная и изотопическая чувствительности, диапазон регистрируемых масс, быстродействие.

Разрешающая способность характеризует свойство масс-спектрометра разделять близкие по массам ионы и по определению записывается в виде

$$R = \frac{M}{\delta M},$$

где  $M = 0.5(M_1 + M_2)$  - среднее значение массы регистрируемых ионов,  $\delta M$  - минимальная разность масс ионов, регистрируемых прибором отдельно.

Воспроизводимость показаний масс-спектрометра определяется как относительная погрешность отдельного результата измерений.

Близость к нулю систематической погрешности отражает правильность результата анализа и обычно устанавливается в ходе дополнительных опытов, например с помощью стандартных образцов.

Под чувствительностью масс-спектрометра подразумевается минимальное регистрируемое количество вещества, при котором отношение *сигнал/шум* составляет 1:1. Употребляются также термины «предел обнаружения» или «порог чувствительности». Различают абсолютную, относительную и изотопическую чувствительность. Абсолютную чувствительность определяют либо как минимально регистрируемое абсолютное количество компонента (в граммах), либо как минимально регистрируемое давление исследуемого компонента (в паскалях). Относительная чувствительность — минимально регистрируемая концентрация исследуемого компонента в пробе. Изотопическая чувствительность — отношение интенсивности «хвоста» какой-либо массовой линии спектра, измеренной на расстоянии  $\delta M = 1$  а.е.м. к интенсивности рассматриваемой массовой линии.

Нижний и верхний пределы диапазона регистрируемых масс определяются в основном возможностями технической реализации соответствующих им параметров.

Быстродействие — время записи одной массовой линии при условии ее неискаженной передачи. От быстродействия зависит скорость развертки масс-спектра. При определении предельной скорости развертки необходимо учитывать зависимость чувствительности от скорости развертки, поскольку она уменьшается с повышением скорости записи спектров.

Прибор МИ-1201 АГМ является масс-спектрометром статического типа, принцип действия которого основан на зависимости отклонения движущихся заряженных частиц от удельного заряда этих частиц.

Модуль скорости иона  $v$ , прошедшего ускоряющую разность потенциалов  $U$ , определяется из соотношения

$$\frac{mv^2}{2} = eU,$$

где  $e$  - заряд электрона.

Если этот ион пересекает однородное магнитное поле напряженностью  $H$  перпендикулярно направлению поля, то на него действует сила Лоренца, равная  $Hev$ , которая перпендикулярна как магнитному полю, так и направлению движения иона. Эта сила вынуждает ион двигаться по круговой орбите, радиус которой  $r$  может быть определен из уравнения

$$\frac{mv^2}{r} = Hev.$$

Итак, получаем

$$r = \frac{1}{H} \sqrt{\frac{2mU}{e}},$$

откуда видно, что радиус траектории иона зависит от отношения массы иона к его заряду ( $m/e$ ), напряженности  $H$  и ускоряющего потенциала  $U$ . Таким образом, возможно при постоянном значении  $U$  создавать такую напряженность магнитного поля  $H$ , чтобы ионы интересующей нас массы двигались по заданной конструктивными размерами траектории и регистрировались в приемнике ионов (рис. 1.1). В ионизационной камере 12, бомбардируемой электронами, которые эмитируются одним из катодов 11 или 13, происходит ионизация молекул исследуемого вещества. Образовавшиеся ионы с помощью вытягивающего электрода 2 попадают в ионно-оптическую систему масс-спектрометра, где фокусируются в узкий пучок и получают ускорение в электрическом поле. Для этой цели служат фокусирующий 10 и ускоряющий 3 электроды. Отклоняющий электрод 9 предназначен для корректировки пучка ионов или его запираания при установке нулей усилителя ионного тока. Далее ионный пучок проходит в камеру анализатора и, попадая в поперечное магнитное поле секторного типа, разлагается на ионные лучи, отличающиеся друг от друга отношением массы ионов к их заряду.

Пройдя камеру анализатора, ионный луч через узкую щель 4 в приемнике ионов 8 попадает на коллектор 6, возбуждая электрический ток в его цепи. Для устранения вторичной электронной эмиссии с коллектора используется антидинаatronный электрод 7. Ионный ток усиливается, с помощью электрометрических усилителей 5.

Изменяя величину напряженности магнитного поля (регулируя силу тока электромагнита), из всего множества ионов можно выбрать ионы, имеющие необходимое отношение заряда к массе. Автоматическая регулировка тока электромагнита, плавно изменяя его величину, дает возможность записать спектр масс исследуемого вещества.

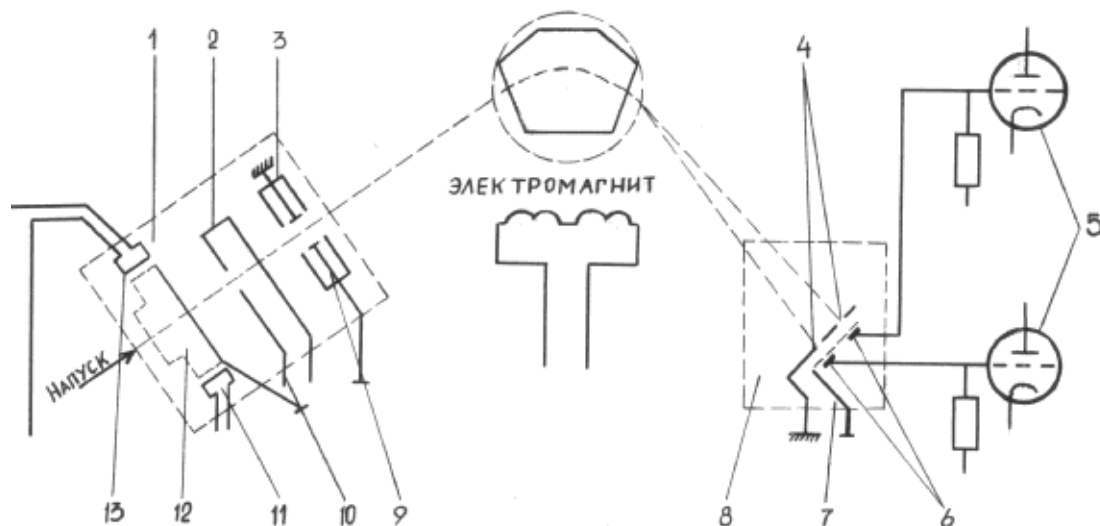


Рис. 1.1. Принципиальная схема ионного тракта масс-спектрометра:

1 - источник ионов; 2 - вытягивающий электрод; 3 - ускоряющий электрод; 4 - входные щели; 5 - электрометрический каскад первого и второго усилителей; 6 - два коллектора; 7 - антидинаatronный электрод; 8 - приемник ионов; 9 - отклоняющий электрод; 10 - фокусирующий электрод; 11, 13 - первый и второй катоды; 12 - ионизационная камера

Для увеличения чувствительности масс-спектрометра один из каналов измерения ионного тока снабжен вторичным электронным умножителем (ВЭУ) с коэффициентом усиления  $10^5 \dots 10^7$  раз. Реальная (с учетом шумов) чувствительность при этом возрастает на 2...3 порядка.

МИ-1201АГМ — газовый изотопный масс-спектрометр (рис. 1.2), предназначен для прецизионного анализа изотопного состава урана в гексафториде урана на всех технологических участках его переработки и контроля (на входном контроле поступающего сырья, в технологических линиях по обогащению, для контроля готовой продукции, при подготовке эталонов концентраций).

Особенности МИ-1201АГМ:

- шестиканальная система напуска позволяет подключаться к двум участкам технологических линий и проводить анализ проб по полному набору существующих методик измерений образцов как с одним, так и с двумя стандартами;
- пятиколлекторный приемник ионов, совмещенный с вторичным электронным умножителем. Приемник ионов рассчитан для одновременной регистрации основных изотопов урана: 234, 235, 236 и 238 (массы 329, 330, 331 и 333 соответственно). Для работы системы автоподстройки имеется дополнительный коллектор;
- источник ионов с малой памятью;

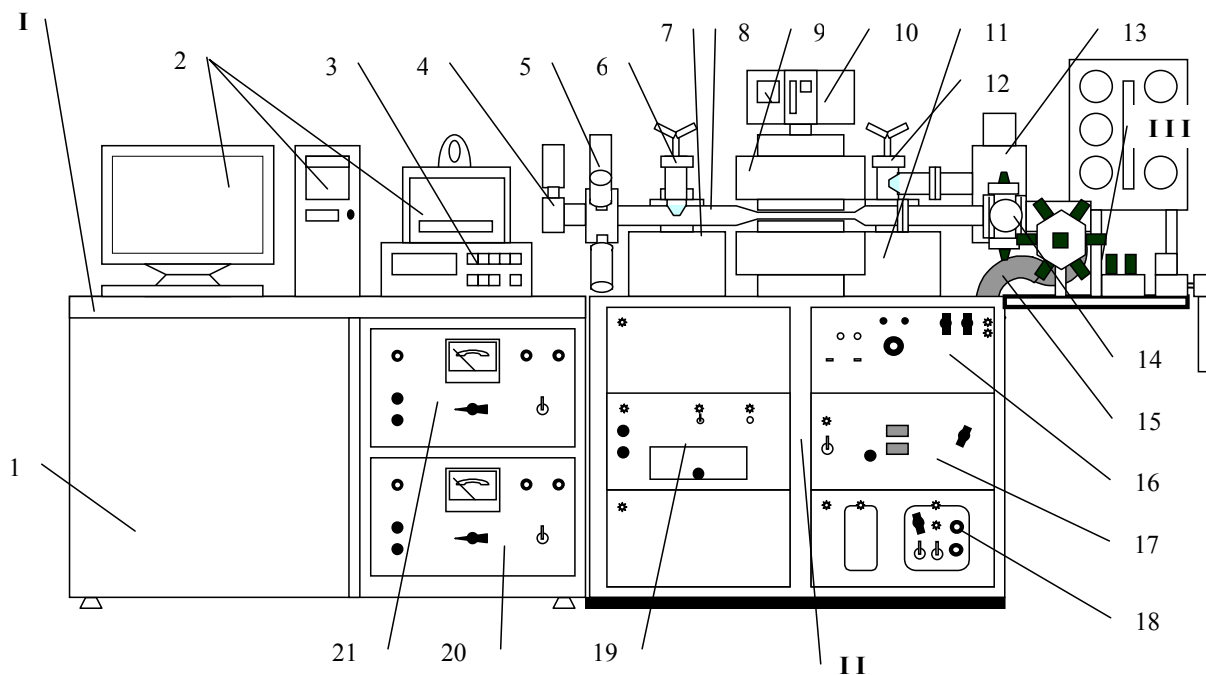


Рис. 1.2. Общий вид масс-спектрометра МИ-1201 АГМ:

I — измерительная стойка; II — аналитическая стойка; III — система напуска;

1- стол оператора; 2 - персональный компьютер; 3 - цифровой вольтметр; 4 - электрометрический усилитель ВЭУ; 5 - приемник ионов с умножителем; 6, 12 - запорные вентили; 7, 11 - магниторазрядные насосы; 8 - камера анализатора; 9 - электромагнит; 10 - блок вакуумметров; 13 - высоковакуумная ловушка; 14 - источник ионов; 15 - выход к системе напуска; 16 - стабилизатор развертки тока электромагнита; 17 - блок питания газового источника ионов; 18 - стабилизатор высокого напряжения; 19 - пульт управления; 20, 21 - блоки питания магниторазрядных насосов

- низкий изотопический порог чувствительности достигнут за счет новых конструктивных решений.

Основные технические характеристики:

- Диапазон массовых чисел при  $U_{уск} = 8$  кВ: 1...350 а.е.м.
- Разрешающая способность (на уровне 10% высоты пика) по урану не менее 750.
- Изотопический порог чувствительности по урану (при  $\delta m/m = 2/333$ ) не более  $10^{-5}$ .
- Среднеквадратичное отклонение случайной составляющей погрешности при измерении изотопных отношений  $^{235}\text{U}/^{238}\text{U}$  не более 0,02 %.
- Фактор памяти в рабочих условиях менее 1,005.
- Расход пробы в рабочих условиях не более 1 мг/ч.



## **1.2. ИЗОТОПНЫЙ АНАЛИЗ ВЕЩЕСТВА**

При изотопном анализе определяются значения изотопных отношений, по величинам которых можно определить концентрацию каждого изотопа, так как суммарная концентрация всех изотопов вещества равна 1. Изотопный анализ может быть проведен одно- или двухлучевым методом измерения. В основе обоих методов измерения лежит предположение о равной чувствительности масс-спектрометра к разным изотопам одного вещества.

По первому методу находят интенсивности ионных токов каждого изотопа с последующим вычислением изотопного состава. Относительная точность измерения изотопного состава этим методом составляет на масс-спектрометре МИ-1201АГМ 1%.

При двухлучевом методе измерения изотопного отношения два ионных пучка, соответствующие различным изотопам, одновременно поступают на два отдельных коллектора, и отношение ионных токов измеряется компенсационной схемой. Точность этого метода 0,2%.

## **1.3. МОЛЕКУЛЯРНЫЙ АНАЛИЗ ВЕЩЕСТВА**

Под анализом молекулярного состава вещества понимают количественное определение содержания в пробе анализируемых компонентов. Молекулярный анализ вещества на масс-спектрометре осложнен тем обстоятельством, что чувствительность масс-спектрометра к различным веществам неодинакова и, кроме того, нестабильна во времени. Если при анализе двухкомпонентной смеси величины ионных токов первой и второй компоненты оказались одинаковыми, то это не означает, что смесь имеет 50%-ный состав. Поэтому наиболее точные результаты при молекулярном анализе вещества на масс-спектрометре получаются при непрерывной калибровке масс-спектрометра смесями известного состава, близкого к составу анализируемой смеси.

## **2. ФОРМИРОВАНИЕ МАСС-СПЕКТРА ОСТАТОЧНЫХ ГАЗОВ**

Остаточные газы — газы, остающиеся в вакуумной системе после ее длительной откачки вакуумными насосами. Расшифровка масс-спектров остаточных газов относится к технике сверхвысокого вакуума. Масс-спектр остаточных газов определяется составом исходных газов и физическими процессами (ионизацией, диссоциацией, катализом), происходящими в источнике ионов, магниторазрядных насосах и датчике высокого вакуума.

На состав остаточных газов (табл. 2.1) оказывают влияние:

- газовыделение деталей вакуумной системы;

- тип вакуумных насосов, используемых для откачки;
- тип ионного источника;
- каталитические и диссоциативные процессы, протекающие в насосах, ионном источнике и магниторазрядном датчике давления.

Таблица 2.1

ОСНОВНЫЕ ПРОДУКТЫ ГАЗОВЫДЕЛЕНИЯ ВЫСОКОВАКУУМНЫХ СИСТЕМ

Продукт газовой выделения	Химическая формула	Масса, а.е.м.
Водород	H <sub>2</sub>	2
Метан	CH <sub>4</sub>	16
Вода	H <sub>2</sub> O	18
Азот	N <sub>2</sub>	28
Окись углерода	CO	28
Двуокись углерода	CO <sub>2</sub>	44

Используемые в масс-спектрометре магниторазрядные насосы имеют пониженную скорость откачки инертных газов, содержащихся в атмосферном воздухе (табл. 2.2). Поскольку эти газы плохо откачиваются и адсорбционными насосами, используемыми для предварительного разрежения (откачивание атмосферного воздуха), это приводит к появлению в масс-спектре пиков остаточных газов с массами 4, 20 и 40 а.е.м.

В ионном источнике одновременно с ионизацией молекул происходит их диссоциация, при которой один или оба осколка несут электрические заряды. Поэтому, например, из молекул воды H<sub>2</sub>O будут образовываться ионы OH<sup>+</sup>, O<sup>+</sup>, H<sub>2</sub><sup>+</sup>, H<sup>+</sup>. При достаточно высокой энергии ионизирующих электронов, наряду с однократно заряженными, могут образовываться двукратно заряженные ионы, например Ar<sup>2+</sup>, линии (пики) которых будут налагаться на пики ионов с меньшей в два раза массой.

В непрогриваемых вакуумных системах наиболее сильным пиком является пик воды, десорбируемой со стенок вакуумной камеры, который используется при начальной настройке масс-спектрометров.

Таблица 2.2

СОДЕРЖАНИЕ ИНЕРТНЫХ ГАЗОВ В АТМОСФЕРНОМ ВОЗДУХЕ

Газ	Химическая формула	Содержание, мол. %
Гелий	He	5.24·10 <sup>-4</sup>
Неон	Ne	1.82·10 <sup>-3</sup>
Аргон	Ar	0.934

### 3. ВКЛЮЧЕНИЕ И РАБОТА НА МАСС-СПЕКТРОМЕТРЕ МИ-1201 АГМ

#### 3.1. МЕРЫ БЕЗОПАСНОСТИ

1. При выполнении лабораторной работы необходимо помнить, что часть блоков масс-спектрометра в рабочем режиме находится под напряжением до 10 кВ, в том числе (см. рис. 1.2):
  - источник ионов 14 — до 10 кВ;
  - магниторазрядные насосы 8, 11, кабели, соединяющие насосы с блоками питания, и сами блоки питания 20, 21 — до 8 кВ;
  - вакуумный датчик ПММ - 32 (находится на высоковакуумной ловушке 13), кабель питания датчика и вакуумметр ВМБ-14 (находится в блоке вакуумметров 10) — до 3 кВ;
  - вторичный электронный умножитель (на приемнике ионов 5), кабель питания и блок питания (находится внутри пульта управления 19) — до 4 кВ.

**КАТЕГОРИЧЕСКИ ЗАПРЕЩЕНО** открывать крышки блоков, выдвигать блоки, снимать разъемы и/или фишки питания блоков и узлов масс-спектрометра.

2. При выполнении работы не разрешается:
  - выставлять ускоряющее напряжение более 5 кВ переключателем на стабилизаторе высокого напряжения 18;
  - устанавливать напряжение на ВЭУ ( $U_{sem}$ ) более 4 кВ (устанавливается с клавиатуры компьютера);
  - увеличивать ток эмиссии катода источника ионов ( $I_e$ ) более 0.2 мА (устанавливается с клавиатуры компьютера).

Каждый выполняющий лабораторную работу должен твердо знать и соблюдать все перечисленные в подразделе 3.1 пункты. В противном случае он не допускается (отстраняется) от проведения работы.

#### 3.2. ПОДГОТОВКА МАСС-СПЕКТРОМЕТРА К ВКЛЮЧЕНИЮ

1. Включите автоматический выключатель «МИ-1201 АГМ», расположенный на электрощите в углу комнаты.
2. Поставьте переключатели блоков питания 20, 21 (см. рис. 1.2) магниторазрядных насосов в положение «0...10 кВ».
3. Включите тумблер «СЕТЬ» на блоке питания газового источника ионов 17.
4. На стабилизаторе высокого напряжения 18:
  - поставьте переключатель в положение «5 кВ»;
  - включите тумблер «ЛУЧ»;
  - включите тумблер «ВЫСОКОЕ НАПРЯЖЕНИЕ» (слева от тумблера «ЛУЧ»).

**Примечание.** Если не указано обратное, переключение ручки тумблера вверх соответствует включению питания цепи, вниз — отключению.

5. Включите тумблер «СЕТЬ» вакуумметра ВМБ - 14, встроенного в блок вакуумметров 10.

### **3.3. ВКЛЮЧЕНИЕ МАСС-СПЕКТРОМЕТРА**

1. Нажмите кнопку «СЕТЬ» на пульте управления 19 (см. рис. 1.2). Для отключения звукового сигнала, оповещающего о недостаточно высоком вакууме в системе, нажмите кнопку «СБРОС».
2. Нажмите кнопку «СЕТЬ» на блоках питания 20, 21 магниторазрядных насосов.
3. Согласно инструкции для прогрева и выхода на рабочий режим масс-спектрометру МИ-1201 АГМ требуется не менее 2 ч.

### **3.4. РАБОТА С МАСС-СПЕКТРОМЕТРОМ**

Измерения на масс-спектрометре МИ-1201 АГМ выполняются с помощью ЭВМ. Для выполнения работы вы можете выбрать одну из двух программ:

- стандартную программу АГМ из комплекта поставки МИ-1201 АГМ, предназначенную для операционной системы MS DOS;
- разработанную на кафедре МФ программу управления и настройки МИ-1201 АГМ для операционной системы Windows 9x/NT.

Все ссылки для запуска программ находятся в папке «C:\Лаб.раб.№10». Работа с каждой из программ описана ниже.

**ВНИМАНИЕ!** Совместная работа программ недопустима. Выйдите из работающей программы перед тем, как запустить другую.

#### **3.4.1. Работа с программой МИ-1201 АГМ для Windows**

Вы можете работать с двумя вариантами программы:

- автономный запуск;
- запуск из MathCAD, с возможностью прямого доступа к данным измерения.

##### ***Автономный запуск программы***

1. Откройте папку «C:\Лаб.раб.№10» и дважды щелкните по «Mi1201 для Windows.bat» — запустится программа. Сама программа (исполняемый файл «MI1201.dll») находится в папке «C:\WinMCAD\USEREFI», а данные — во вложенной в нее папке «МИ1201».
2. На экране появится главное окно программы (рис. 3.1, а). Выберите закладку «Вкл./Выкл.» в верхней части окна и нажмите кнопку «Включить». Программа проведет тестирование и подготовку прибора к работе и окно приобретет вид, как на рис. 3.1, б.

3. В случае возникновения ошибки в подготовке оборудования масс-спектрометра при включении (или при работе с программой) главное окно изменится (рис. 3.2). В этом случае следует нажать кнопку «Сбросить ошибку» и повторить попытку включения (см. п. 2). Развернутую информацию об ошибке можно получить, щелкнув по «ОШБК» в левом нижнем углу окна.

### ***Запуск программы из MathCAD***

1. Откройте папку «C:\Лаб.раб.№10» и дважды щелкните по «MatCAD-Mi1201.bat» — запустится программа MathCAD. Нажмите клавишу F9 — появится окно программы управления МИ-1201 АГМ (рис. 3.1). Включение прибора будет проведено автоматически.
2. При ошибке в процессе включения следует повторить попытку включения вручную, следуя п. 3 (см. выше).
3. В MathCAD становятся доступны функции, позволяющие получить данные масс-спектра и работать с ними. Инструкция по работе с этими функциями доступна в открывшемся окне MathCAD. Более развернутый пример работы с масс-спектрометром в MathCAD можно найти в файле «C:\Лаб.раб.№10\MathCAD files\Пример работы с МИ-1201 АГМ.mcd».

### ***Работа с программой МИ-1201 АГМ для Windows***

После запуска программы МИ-1201 АГМ для Windows работа с ней одинакова в обоих режимах.

Подробная инструкция по работе с программой дана в файле «Инструкция по программе управления масс-спектрометром МИ-1201 АГМ.doc» в папке «C:\Лаб.раб.№10».

**ВНИМАНИЕ!** При вводе любых параметров в окне программы следует нажимать клавишу ENTER, чтобы значение параметра было установлено на приборе.

1. Проверьте, включены ли все блоки масс-спектрометра. Если нет, то включите все, как это показано на рис. 3.3. После этого должны гореть лампы (см. рис. 1.2) «Сеть» на панели 17, «Сеть», «Высокое напряжение» и «Луч» на панели 18. Напряжение на ВЭУ должно быть 3500 кВ, контролируется по вольтметру 3 (рис. 1.2). После нажатия на кнопку вольтметра «УМН» он должен показать  $3.500 \pm 0.1В$ .
2. Установите ток эмиссии катода  $I_e = 100$  мкА (рис. 3.4). Поскольку программа не может получить этот параметр автоматически, то сначала проверьте значение по индикатору на панели 17 (рис. 1.2). Если значение не соответствует, указанному, то наберите 100 мкА в окошке «Ток эмиссии» и нажмите кнопку «Уст...».
3. Убедитесь, что остальные параметры источника приблизительно соответствуют указанным на рис. 3.4.

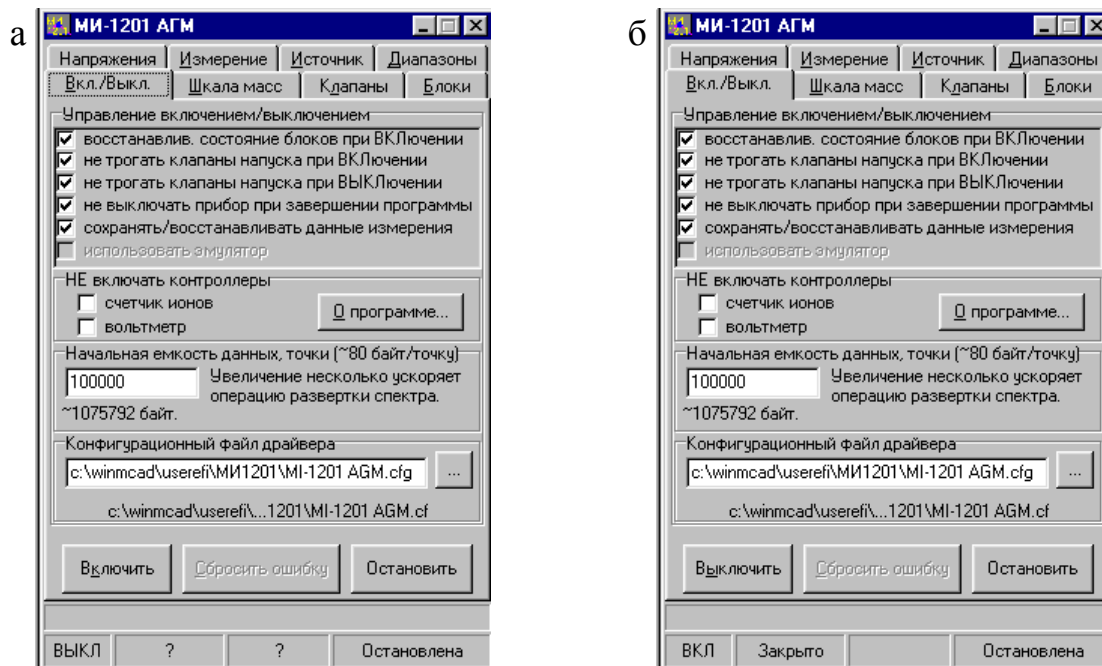


Рис. 3.1. Главное окно программы:

а - невключенный прибор; б - успешно включенный прибор

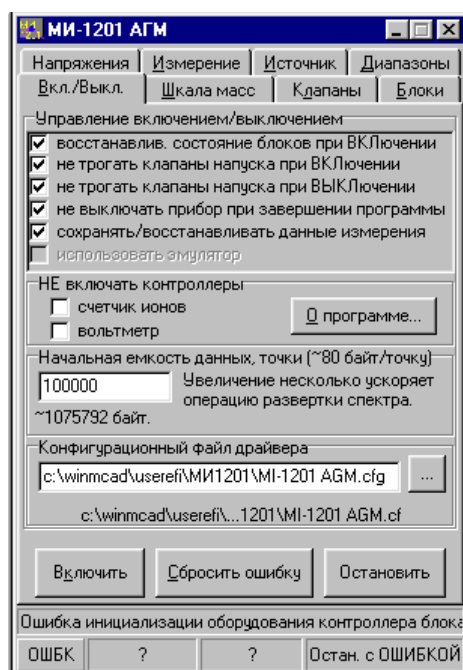


Рис. 3.2. Ошибка при включении

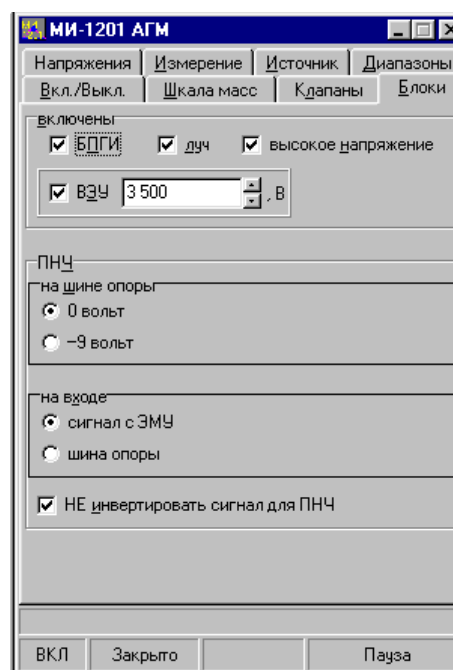


Рис. 3.3. Включение блоков

4. Проверьте напряжение ионизации по индикатору на панели 17 (рис. 1.2). Если значение не соответствует, указанному, то наберите 51000 мВ в окошке «Напряж. ионизации» и нажмите кнопку «Уст...».
5. Не изменяйте других параметров источника без разрешения преподавателя.
6. Установите шкалу масс. Для этого убедитесь, что параметры шкалы масс соответствуют указанным на рис. 3.5. Исправьте значения параметров, если они не

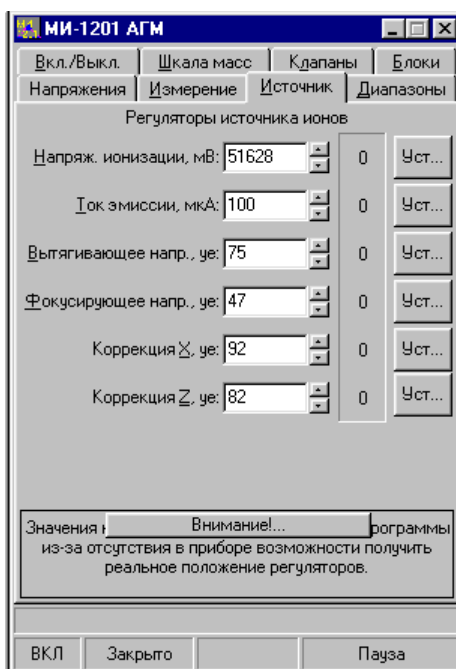


Рис. 3.4. Параметры источника

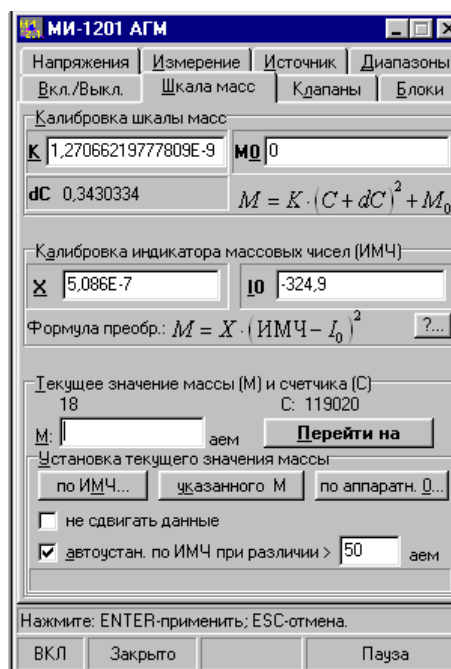


Рис. 3.5. Шкала масс

соответствуют указанным. **ВНИМАНИЕ!** При вводе параметра следует нажать клавишу ENTER, чтобы значение параметра было установлено на приборе.

7. **ВНИМАНИЕ!** Операция грубой установки шкалы проводится только при включении прибора или сбоях в его работе. Эту операцию не нужно повторять, если вы вышли из программы и запустили программу снова. Установите (грубо) текущее положение на шкале масс, нажав кнопку «по ИМЧ...» и согласившись с предложенным значением.
8. Откройте окно масс спектра, нажав клавишу «Спектр» (рис. 3.6). Инструкцию по работе с окном «Спектр» см. в файле «Инструкция по программе управления масс-спектрометром МИ-1201 АГМ.doc» в папке «С:\Лаб.раб.№10».
9. Появится окно «Спектр» (рис. 3.7).
10. Установите время интегрирования сигнала «dT» 100 мс.
11. Установите шаг развертки по шкале масс «Шаг» 0.001 а.е.м.
12. Установите логарифмическую шкалу по оси Y.
13. Установите пределы измерения по оси Y: 0.001...«Авто».
14. Установите пределы измерения по оси X: 10...25 а.е.м., указав соответствующие значения в окошках рядом с началом и концом шкалы и нажав клавишу ENTER.
15. Переместите текущее положение массы на 11 а.е.м. Это можно сделать щелкнув по горизонтальной оси, либо указав значение массы и нажав кнопку «Перейти на».
16. Попробуйте записать масс-спектр остаточных газов в выбранном диапазоне масс (10...25 а.е.м.). Он должен иметь вид, близкий к изображенному на рис. 3.7.

17. Настройтесь на максимум пика  $M = 18$ , используя клавиши  $\text{Alt} \rightarrow$  и  $\text{Alt} \leftarrow$  для плавного изменения массы и  $\text{Ctrl Alt} \rightarrow$  и  $\text{Ctrl Alt} \leftarrow$  — для быстрого перемещения по шкале масс. Не перепутайте пик  $M = 18$  с другими: он имеет максимальную величину, справа от него — слабый пик, слева — сильный. После настройки на максимум процедурой «М-шкала», «Найти центр пика», откорректируйте шкалу масс, указав точное значение положения пика  $M = 18.011$  в окошке «М» и нажав клавишу «указанного М» (рис. 3.5).

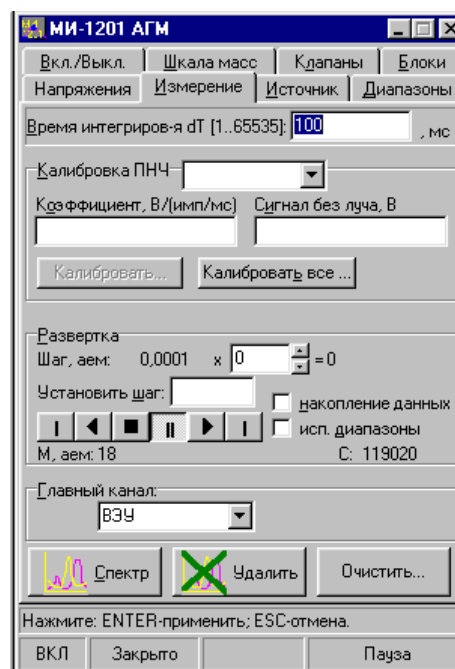


Рис. 3.6. Измерение

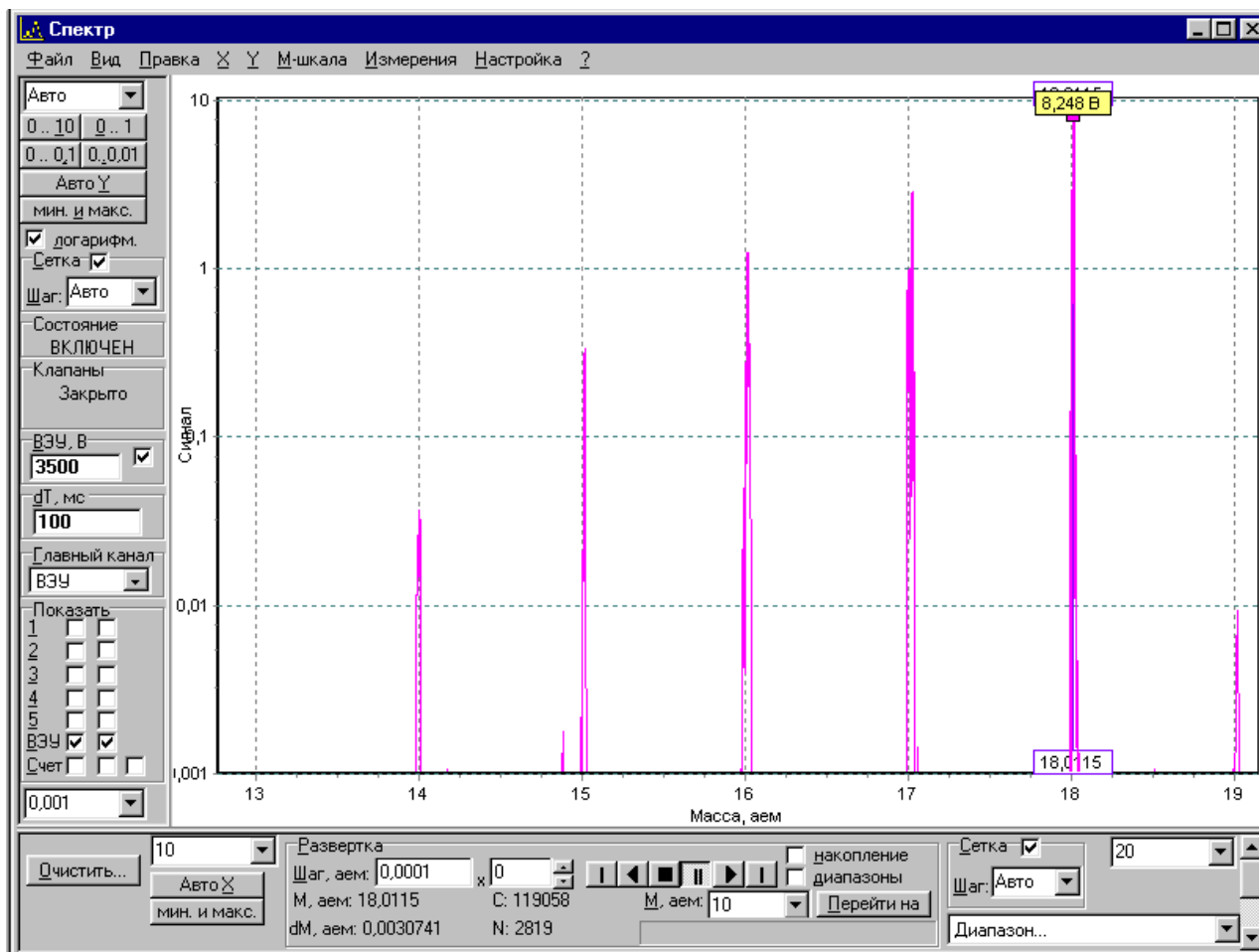


Рис. 3.7. Окно спектр



### 3.4.2. Работа с программой AGM для DOS

1. Откройте папку «C:\Лаб.раб.№10» и дважды щелкните по «AGM для DOS» — запустится программа. Сама программа (исполняемые файлы и данные) находится в папке «C:\AGM» и вложенных в нее папках.
2. Подождите в течение 2...5 мин, пока происходит самотестирование системы управления программы. Об окончании самотестирования системы управления сигнализирует мигающий фирменный знак в левом верхнем углу дисплея.
3. По окончании самотестирования системы управления (замигает фирменный знак в левом верхнем углу дисплея) нажмите клавишу ENTER два раза подряд. В появившемся на экране меню клавишами ↓, ↑ или с помощью мыши выберите «Preparation» и нажмите ENTER. Вы вошли в юстировочную среду программы AGM.

**Примечание.** При дальнейшей работе в случае затруднений пользуйтесь клавишами ENTER и ESC и внимательно следите за сообщениями на экране.

4. В меню «ProcEdures», выбираемом клавишами ↓, ↑, ←, → и раскрываемом клавишей ENTER или с помощью мыши, выполните команду «source mode Display». Установите ток эмиссии катода  $I_e$  (окно в правом нижнем углу экрана) равным 0,1 мА.
5. В меню «pArameters» установите:
  - Integration time = 0,5 с;
  - scAn step = 5 % split width;
  - mass scale coeFicient = 1,269 E-09;
  - pilot Cup Sem;
  - input Signal Ion current;
  - Usem = 3,5 kV (**будьте внимательны!**);
  - peakcenter Level = 0,50;
  - peakcenter integration Time = 0,50 с;
  - mass spectra REAL.

Установка производится выбором (↑, ↓, ENTER или с помощью мыши) соответствующей строки и набором значений с клавиатуры или выбором в появляющихся окнах режимов работы. Окна гасятся нажатием ENTER (новое назначение) или ESC (сохраняется старое значение).

6. В меню «procEdures» выберите «device Turn on/off». При выбранной строке «Ion source power supply» (включение накала катода) нажмите ENTER. Обратите внимание на сообщение «Wait, please» в верхней строке состояния. Выберите строку «high Voltage supply» (подача высокого напряжения на источник ионов) и нажмите ENTER.
7. Снова зайдите в «device Turn on/off», включите «SEM high voltage supply» (подача высокого напряжения на ВЭУ).

8. Проконтролируйте включение (on) четырех строк в «device Turn on/off»:
  - Ion source power supply on;
  - high voltage power supply on;
  - SEM high voltage supply on;
  - ion beam on.
9. Закройте окно клавишей ESC, но не клавишей ENTER. Последнее приведет к выключению той строки, которая была выбрана (выделена).
10. Установите логарифмическую шкалу по оси Y («Y scale», «logarithmic»).
11. Установите пределы измерения по оси X («scale X», «Mass scale define, 1st mass - 10, 2nd mass - 25», «set this mass scale»).
12. Изменяя ток электромагнита ( $B\downarrow$ ,  $N\uparrow$ ), добейтесь появления сигнала (отклонения по оси X) на экране дисплея.
13. Попробуйте записать масс-спектр остаточных газов в выбранном диапазоне масс (10...25 а.е.м.). Он должен иметь вид, близкий к изображенному на рис. 3.8.
14. Настройтесь на максимум пика  $M = 18$  (используя клавиши  $B\downarrow$ ,  $N\uparrow$ , а для плавного изменения —  $Alt B\downarrow$  и  $Alt N\uparrow$ ). Не перепутайте пик  $M = 18$  с другими: он имеет максимальную величину, справа от него — слабый пик, слева — сильный. После настройки на максимум с помощью процедуры «procEdures», «Peakcenter» определите положение пика по шкале масс. Откорректируйте шкалу масс, указав точное значение положения пика  $M = 18.011$ .

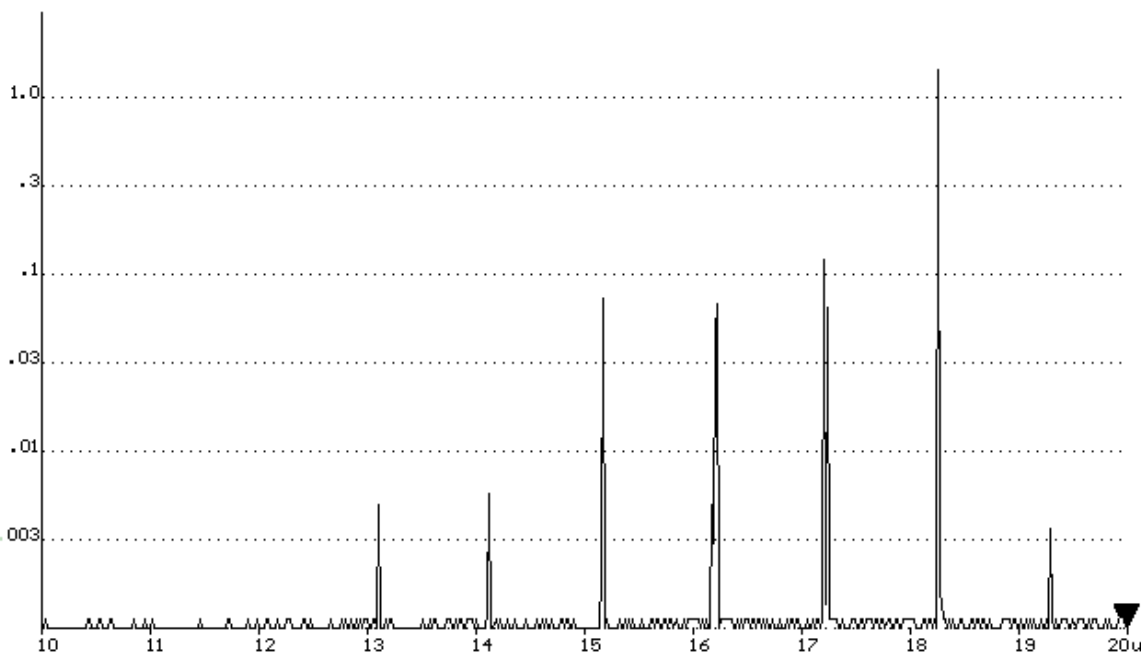


Рис. 3.8. Масс-спектр остаточных газов

#### 4. МЕТОДИКА ПРОВЕДЕНИЯ ИЗМЕРЕНИЙ

1. Запишите масс-спектр в узком интервале масс ( $\pm 0.1$  а.е.м.) вблизи массы, заданной преподавателем. Пронаблюдайте, как изменяется вид спектра при вариации параметров Integration time и scAnstep в меню pArameters. Выберите параметры, позволяющие в приемлемое время (~30 мин) записать масс-спектр.
2. Поскольку из-за дрейфа параметров масс-спектрометра шкала масс смещается с течением времени, необходимо вводить поправку в измерения разности масс. В связи с этим необходимо рассчитать положение пиков для некоторого (одного и того же для всех пиков) времени. Для этого в начальный момент времени настройтесь на наиболее сильный пик в выбранном диапазоне масс, включите процедуру поиска центра пика и по окончании ее очистите экран. На экране останется вертикальная линия, соответствующая положению измеряемого пика в начальный момент времени. При последующей записи масс-спектра наблюдается смещение (из-за дрейфа шкалы масс) максимума пика. Считая смещение шкалы масс пропорциональным времени, рассчитайте смещение остальных пиков.
3. Распечатайте или запишите в файл полученный масс-спектр и расшифруйте его. Поскольку абсолютное измерение массы пиков затруднено, используйте для расшифровки спектра разности масс между пиками масс-спектра. Для этого с учетом п. 2 по измеренному масс-спектру, измеряя расстояние между пиками, определите разность масс ионов для этих пиков. Затем, используя таблицу масс и распространенности изотопов, составьте возможные комбинации атомов для массы, вблизи которой снимается спектр. Учитывайте валентность атомов, возможность образования осколков молекул и катализ радикалов. Например, для 16-й массы возможные ионы  $^{16}\text{O}$ ,  $^{14}\text{N}^1\text{H}_2$ ,  $^{12}\text{C}^1\text{H}_4$ ,  $^{13}\text{C}^1\text{H}_3$ ,  $^{12}\text{C}^1\text{H}_2^2\text{H}$ ,  $^{15}\text{N}^1\text{H}$ ,  $^{14}\text{N}^2\text{H}$ . Оцените с учетом изотопного состава концентрации компонент, выберите наиболее «сильные» (с высоким содержанием) и рассчитайте разницу масс между ними.
4. Сравните измеренные и рассчитанные разности масс. Оцените ошибку определения (измерения) разности масс. В случае значительного (превышающего ошибку измерений) расхождения измеренных и рассчитанных разностей масс проверьте расчеты и попробуйте другие варианты выбора химических соединений, соответствующих измеренным пикам.
5. Сделайте окончательные выводы о результатах измерений.

- 
1. Техническое описание и руководство по эксплуатации масс-спектрометра МИ-1201 АГМ. Сумы, 1994. 147 с.
  2. Сысоев А. А., Чупахин Н. С. Введение в масс-спектрометрию. М.: Атомиздат, 1977.

## Массы и распространенности изотопов

Изотоп	Масса	Распространенность, молярный %	Период полураспада, лет
$^1\text{H}$	1.007825	99.985	
$^2\text{H}$	2.01410	0.015	
$^3\text{H}$	3.01605	—	12.26
$^6\text{Li}$	6.015121	7.420	
$^7\text{Li}$	7.016003	92.580	
$^{10}\text{B}$	10.012937	20.000	
$^{11}\text{B}$	11.009305	80.000	
$^{12}\text{C}$	12.000000	98.900	
$^{13}\text{C}$	13.003355	1.100	
$^{14}\text{C}$	14.003241	—	5730
$^{14}\text{N}$	14.003074	99.640	
$^{15}\text{N}$	15.000108	0.360	
$^{16}\text{O}$	15.994915	99.80	
$^{17}\text{O}$	16.999311	0.040	
$^{18}\text{O}$	17.999160	0.20	
$^{19}\text{F}$	18.998403	100	
$^{20}\text{Ne}$	19.992435	90.48	
$^{21}\text{Ne}$	20.9938443	0.27	
$^{22}\text{Ne}$	21.991383	9.215	
$^{23}\text{Na}$	22.989767	100	
$^{24}\text{Mg}$	23.985042	78.99	
$^{25}\text{Mg}$	24.985837	10.00	
$^{26}\text{Mg}$	25.982593	11.01	
$^{27}\text{Al}$	26.981540	100	
$^{28}\text{Si}$	27.976927	92.23	
$^{29}\text{Si}$	28.976495	4.67	
$^{30}\text{Si}$	29.973770	3.10	
$^{31}\text{P}$	30.973762	100	
$^{32}\text{S}$	31.972070	95.02	
$^{33}\text{S}$	32.971456	0.75	
$^{34}\text{S}$	33.967866	4.21	
$^{35}\text{Cl}$	34.968852	75.77	

Изотоп	Масса	Распространенность, молярный %	Период полураспада, лет
<sup>37</sup> Cl	36.965903	24.23	
<sup>36</sup> Ar	35.967545	0.337	
<sup>38</sup> Ar	37.962732	0.063	
<sup>40</sup> Ar	39.962384	99.600	
<sup>39</sup> K	38.963707	93.2581	
<sup>40</sup> K	39.963999	0.012	1.25·10 <sup>9</sup>
<sup>41</sup> K	40.961825	6.7302	

## ИЗМЕРЕНИЕ ФИЗИЧЕСКИХ ПАРАМЕТРОВ

Составители    Калинин Борис Алексеевич  
                         Александров Олег Евгеньевич  
                         Атанов Владимир Евгениевич

Редактор        И.В. Коршунова

---

Подписано в печать 18.01.2002

Формат 60×84 1/16

Бумага писчая

Офсетная печать

Усл. печ. л. 1,39

Уч.-изд. л. 1,17

Тираж 100

Заказ

Цена «С»

---

Издательство ГОУ УГТУ-УПИ  
620002, Екатеринбург, ул. Мира, 19  
Ризография ГОУ УГТУ-УПИ  
620002, Екатеринбург, ул. Мира, 19