

МИНИСТЕРСТВО ОБРАЗОВАНИЯ И НАУКИ  
РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

Федеральное агентство по образованию

МОСКОВСКИЙ ФИЗИКО-ТЕХНИЧЕСКИЙ ИНСТИТУТ  
(ГОСУДАРСТВЕННЫЙ УНИВЕРСИТЕТ)

Кафедра вакуумной электроники

Масс-спектро스코пия остаточных газов.  
Квадрупольный масс-анализатор

Лабораторная работа  
по курсу: Вакуумная электроника

Работу выполнил  
студент 654 группы  
Нехаев Александр

Долгопрудный  
2018 г.

# Содержание

<b>1. Цели и задачи исследования</b>	<b>2</b>
<b>2. Лабораторная установка</b>	<b>2</b>
<b>3. Теоретическая часть</b>	<b>3</b>
3.1. Основные характеристики масс-спектрометров . . . . .	3
3.2. Виды масс-спектрометров . . . . .	3
3.3. Квадрупольный масс-анализатор . . . . .	4
<b>4. Практическая часть</b>	<b>5</b>
4.1. Ход работы . . . . .	5
4.2. Полученные результаты . . . . .	5
<b>5. Выводы</b>	<b>6</b>

## 1. Цели и задачи исследования

- 1) Ознакомиться с работой квадрупольного масс-анализатора;
- 2) Исследовать масс-спектр остаточных газов в вакуумной установке;
- 3) Напустить в вакуумный объем газ из баллона, исследовать масс-спектр газовой смеси;
- 4) Расшифровать спектры, определить каким газам соответствует максимальное количество пиков

## 2. Лабораторная установка

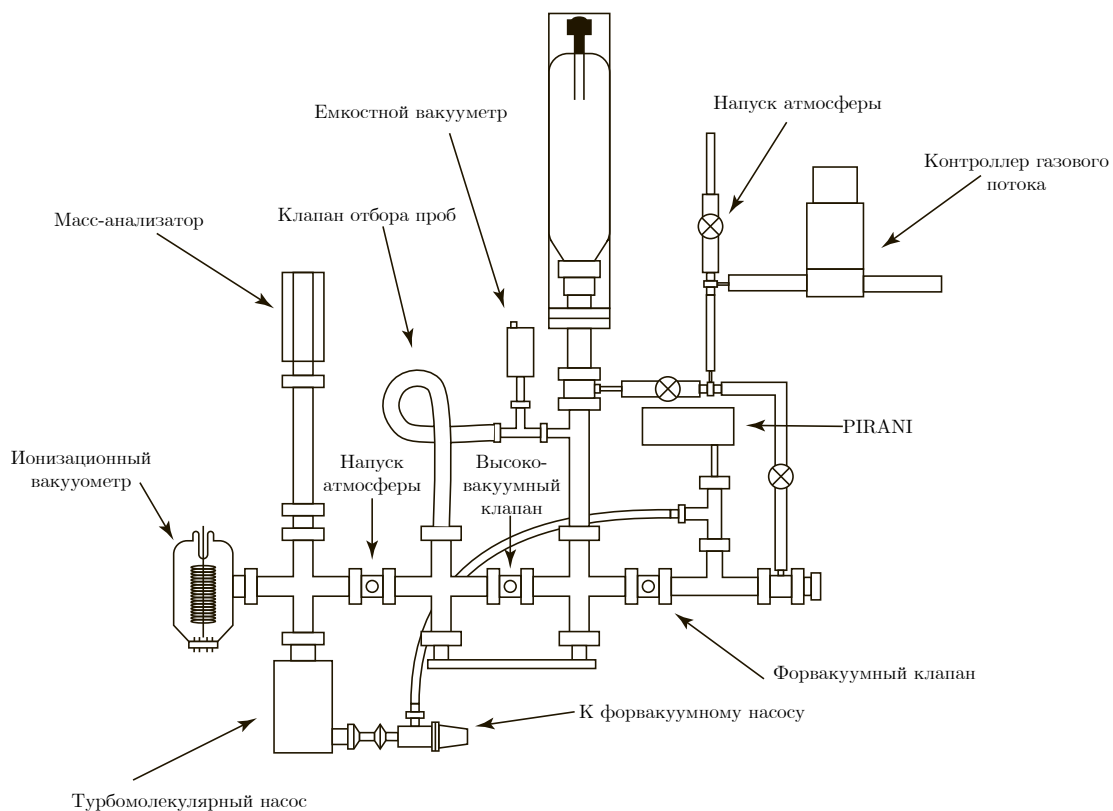


Рис. 1: Схема лабораторной установки.

### 3. Теоретическая часть

Масс-спектрометрия определяет массу или отношения массы иона к его заряду ( $m/Z$ ), а также относительное количество ионов, полученное при ионизации исследуемого вещества или уже присутствующих в изучаемой смеси. Совокупность значений  $m/Z$  и относительных величин токов этих ионов, представленная в виде графика или таблицы, называется масс-спектром вещества.

Приборы, в которых регистрация осуществляется электрическими методами, называются масс-спектрометрами, а приборы с регистрацией ионов на фотопластинках - масс-спектрографами. Масс-спектральные приборы состоят из источника ионов, разделительного устройства (масс-анализатора), детектора (приемника ионов), системы откачки, обеспечивающей глубокий вакуум во всей системе, и блока обработки данных (рис. 2).



Рис. 2: Блок-схема масс-спектрометра

Масс-спектрометр работает в условиях достаточно высокого вакуума ( $10^{-5}$  -  $10^{-6}$  Торр и выше). Создать вакуум необходимо для уменьшения рассеяния ионного пучка на молекулах остаточных газов, иначе ухудшается разрешающая способность масс-спектрометра.

#### 3.1. Основные характеристики масс-спектрометров

- 1) *Чувствительность*. Относительную чувствительность масс-спектрометра определяется, как отношение числа зарегистрированных ионов к числу атомов введенной пробы. За абсолютный порог чувствительности принимают минимальное количество исследуемого вещества (выраженное в молях), которое доступно для регистрации в масс-спектрометре. За относительный порог принимают минимум массовой или объемной доли вещества (выраженной в %), которые обеспечивают регистрацию выходного сигнала при отношении сигнал-шум 1:1.
- 2) *Разрешающая способность ( $R$ )*. Она характеризует способность анализатора разделять ионы с незначительно отличающимися друг от друга массами и определяется отношением значения массы иона  $M$  к ширине его спектрального пика  $\Delta$  (выраженной в а.е.м.) на определенном уровне высоты пика (обычно 50%):  $R = M/\Delta M$ . Например,  $R=10000$  означает, что масс-анализатор может разделять ионы с массами 100,00 и 100,01 а.е.м.

#### 3.2. Виды масс-спектрометров

Масс-анализаторы - это устройства для пространственно-временного разделения ионов с различными значениями  $m/Z$  в магнитном или электрическом полях или их комбинациях. Различают статистические и динамические анализаторы.

В статистических анализаторах ионы разделяются в постоянных или медленно меняющихся электрических и/или магнитных полях. Ионы с различными значениями  $m/Z$

двигаются в таком анализаторе по различным траекториям и фокусируются либо в разных точках фотопластинки, либо на узкой апертуре детектора. При плавном изменении напряженности электрического и магнитного полей анализатора происходит сканирование спектра, т.е. последовательная фокусировка на щели пучков ионов с различными значениями  $m/Z$ .

В динамических анализаторах разделение ионов происходит под воздействием переменного электромагнитного поля с периодом изменения близким времени пролета ионов через масс-анализатор. Ионы с различными значениями  $m/Z$  разделяются, в конечном счете, по времени пролета ими определенного расстояния.

### 3.3. Квадрупольный масс-анализатор

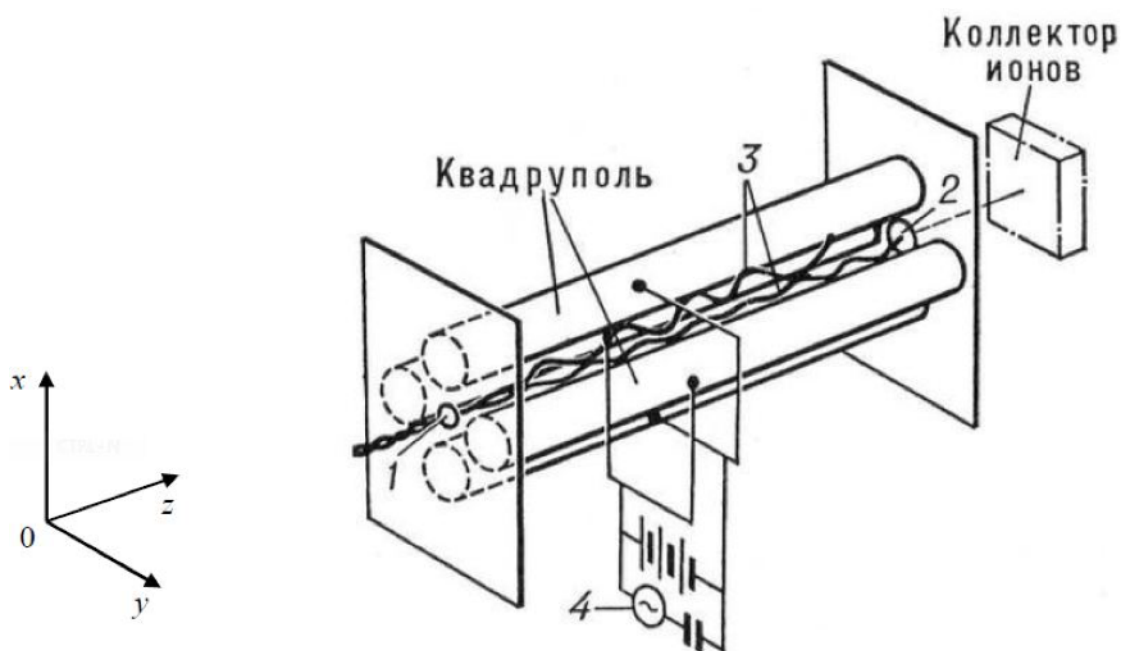


Рис. 3: Схема квадрупольного масс-анализатора: 1 - входная апертура; 2 - выходная апертура; 3 - пучок ионов в анализаторе; 4 - генератор переменного напряжения.

Квадрупольный масс-анализатор относится к анализаторам с динамическим принципом действия. Он представляет собой квадрупольный конденсатор (рис. 3), состоящий из четырех параллельных, симметрично расположенных проводящих стержней. К парам параллельных стержней приложены постоянное напряжение  $U_0$  и переменное высокочастотное  $U_\omega \cos \omega t$  ( $\omega$  - частота,  $t$  - время); их суммы для каждой пары равны по величине и противоположны по знаку.

Действие такого анализатора состоит в том, что ионы, влетевшие в анализатор, движутся в камере анализатора вдоль оси  $Oz$ , параллельной продольным осям стержней, по сложным объемным спиралевидным траекториям, совершая поперечные колебания вдоль осей  $x$  и  $y$ . При фиксированных значениях частоты и амплитуды переменного напряжения ионы с определенными значениями  $m/Z$  проходят через квадрупольный конденсатор и попадают на коллектор; у ионов с другими значениями  $m/Z$  амплитуда поперечных колебаний достигает такой величины, что они ударяются о стержни и разряжаются на них. Сканирование масс-спектра производится путем изменения постоянного и переменного напряжения (или частоты генератора). Для современных квадрупольных масс-спектрометров разрешающая способность достигает значения  $R = 10000$ .

## 4. Практическая часть

### 4.1. Ход работы

- 1) Откачаем установку до высокого вакуума, включив последовательно форвакуумный и турбомолекулярный насосы. Убедимся по показанию вакуумметров, что вакуум не хуже, чем  $10^{-4}$  Торр.
- 2) Включаем компьютер. Управление установкой и квадрупольным масс-анализатором осуществляется с помощью специальных программ (SCADA и EasyView).
- 3) Закроем клапан, отделяющий высоковакуумную часть установки от низковакуумной, теперь их соединяет только мембрана с отверстием 100 мкм. В низковакуумную часть установки будем напускать воздух из атмосферы (10, 20, 30 SCCM).
- 4) Включим масс-спектрометр и получим спектр газов атмосферы в аналоговом виде и в виде гистограммы. В работу помещены графики, изображенные в логарифмическом масштабе, т.к. они гораздо лучше отображают результаты эксперимента, чем графики в линейном масштабе.
- 5) Выполнили дополнительное задание, в ходе которого пытались выяснить состав неизвестного вещества, которого напустили в систему.

### 4.2. Полученные результаты

- 1) Таблица зависимости параметров  $T_{\text{атм}}$ ,  $T_{\text{турбины}}$ ,  $I$ ,  $N$  (обороты турбины),  $P$  от времени:

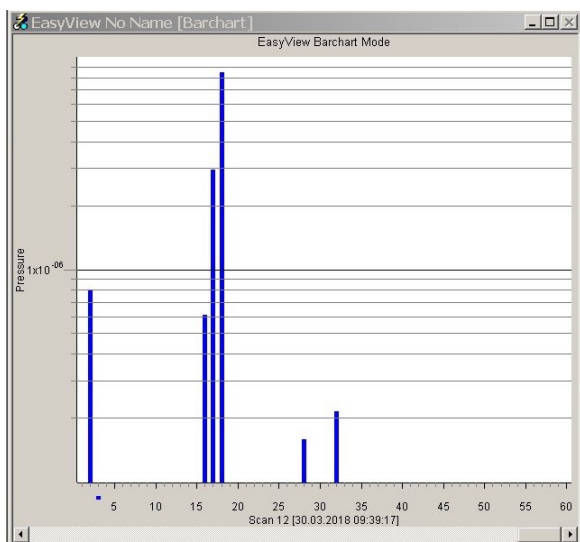
Время	$T_{\text{атм}}, ^\circ\text{C}$	$T_{\text{турбины}}, ^\circ\text{C}$	$I, \text{A}$	$N$	$P, \text{Па}$
9:39	25	35	0.29	42046	$8.9 \cdot 10^{-6}$
9:44	25	37	0.28	42056	$7.1 \cdot 10^{-6}$
9:49	26	39	0.27	42056	$5.4 \cdot 10^{-6}$
9:54	27	40	0.27	42056	$4.6 \cdot 10^{-6}$
9:59	27	40	0.27	42060	$4.0 \cdot 10^{-6}$
10:04	27	41	0.26	42060	$3.6 \cdot 10^{-6}$
10:09	27	41	0.29	42056	$2.2 \cdot 10^{-6}$

Таблица 1: Зависимость параметров установки от времени.

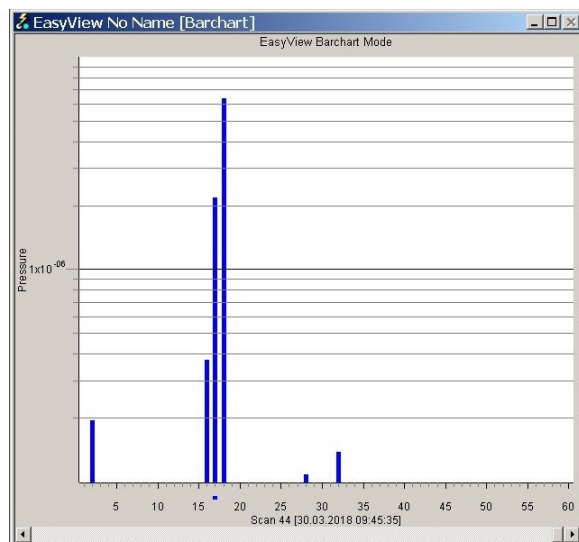
- 2) Распределения для остаточных газов изображены на рис. 4.
- 3) Начнем напускать газ из баллона в установку и изучим изменения показаний. Распределения и графики после напускания изображены на рис. 5.

## 5. Выводы

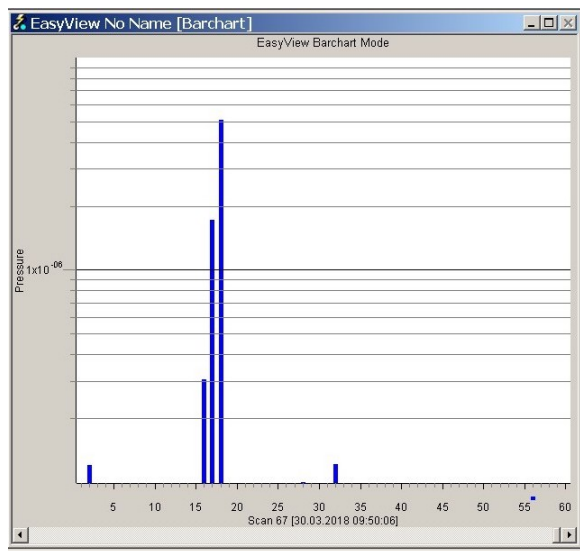
- 1) Ознакомились с работой квадрупольного масс-анализатора;
- 2) Исследовали полученный масс-спектр остаточных газов в вакуумной установке;
- 3) Напустили в вакуумный объем газ из баллона, получен масс-спектр газовой смеси;
- 4) По расшифровке спектров можем говорить, что остаточный газ в вакуумной установке был схож по составу с воздухом(пики спектров приходятся на ионы воды), исследуемый газ из баллона также схож по составу с воздухом(в связи с малым остатком заявленного газа в баллоне на начало работы.)



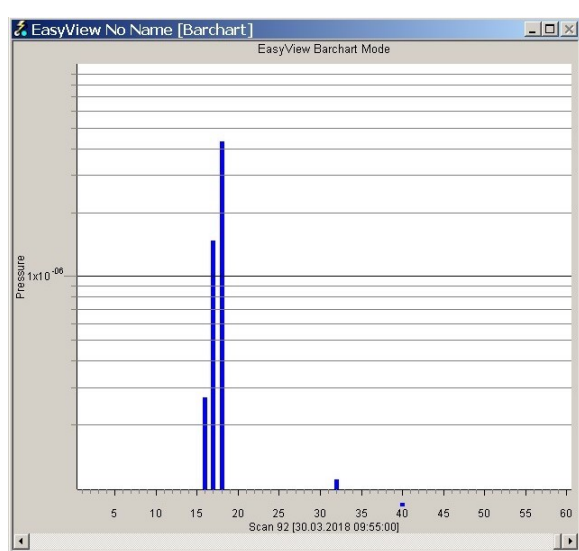
(a) Время: 9:39



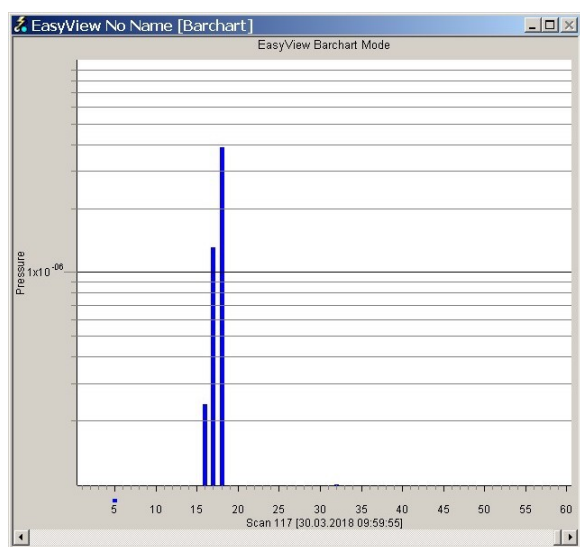
(b) Время: 9:44



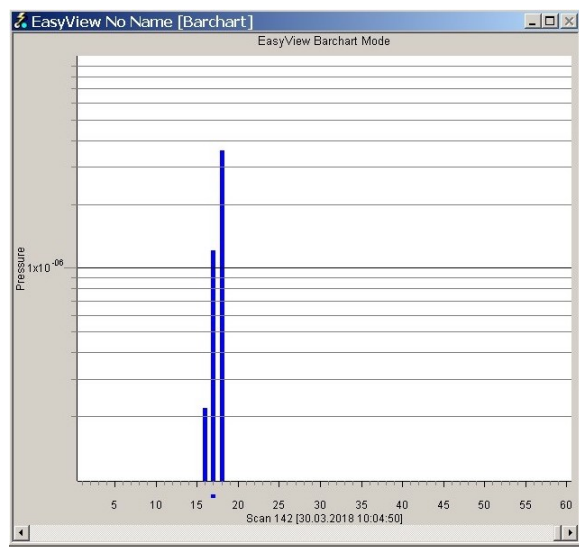
(c) Время: 9:49



(d) Время: 9:54



(e) Время: 9:59



(f) Время: 10:04

Рис. 4: Распределения составляющих газов в различные моменты времени.



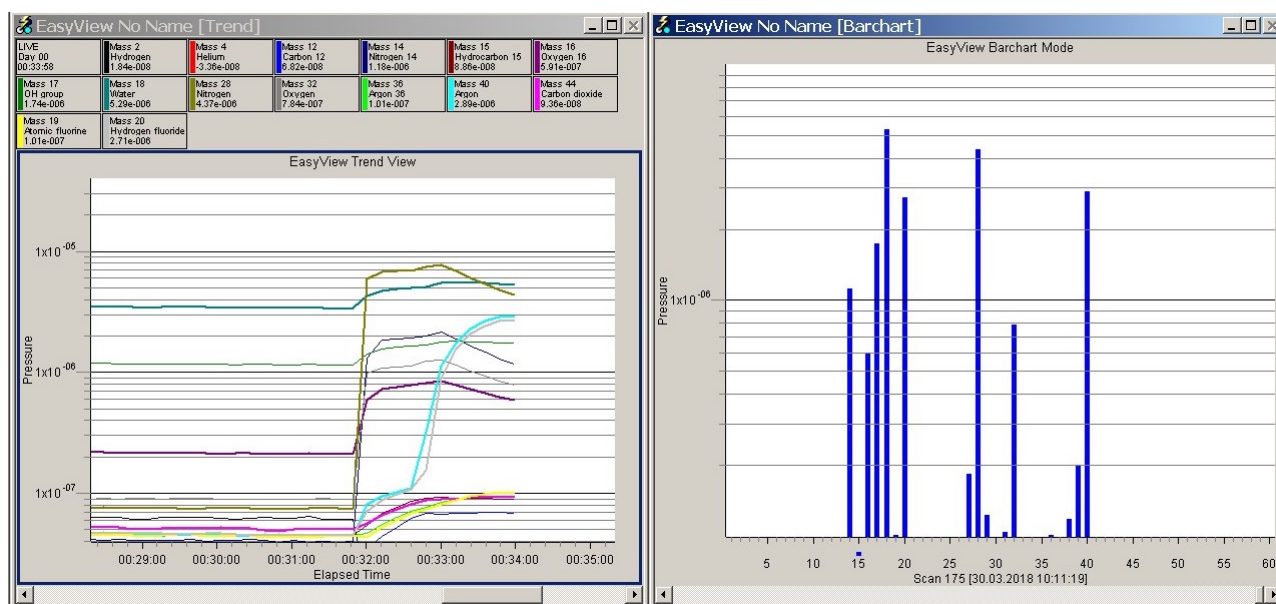


Рис. 5: Распределение после напуска газа из баллона.