

УДК 621.384.8

КВАДРУПОЛЬНЫЕ МАСС-АНАЛИЗАТОРЫ НА ОСНОВЕ ТОНКОСТЕННЫХ ГИПЕРБОЛОИДНЫХ ЭЛЕКТРОДНЫХ СИСТЕМ

В. С. Гуров, д.т.н., профессор, ректор, заведующий кафедрой ПЭЛ РГРТУ; gurov.v.s@rsreu.ru

М. В. Дубков, к.т.н., доцент, проректор по учебной работе РГРТУ, заведующий кафедрой ОиЭФ РГРТУ; dubkov.m.v@rsreu.ru

М. А. Буробин, к.т.н., доцент кафедры ОиЭФ РГРТУ; burubin.mikhail@yandex.ru

В. В. Иванов, к.т.н., доцент кафедры ОиЭФ РГРТУ; vladimir.nvi@gmail.com

А. В. Николаев, старший преподаватель кафедры ОиЭФ РГРТУ; arniell@mail.ru

И. А. Харланов, ассистент кафедры ОиЭФ РГРТУ; markigschlachter@yandex.ru

Рассматриваются принципы конструирования пролетных квадрупольных масс-спектрометров на основе тонкостенных гиперболических электродных систем.

Целью работы является развитие принципов конструирования тонкостенных электродных систем квадрупольных масс-анализаторов.

Разработана конструкция квадрупольной электродной системы, все четыре электрода которой имеют гиперболический профиль и ограничены по осям X и Y на определенном уровне. Создана технология изготовления тонкостенных электродных систем в виде моноблока. Проведены механические и термические испытания моноблочной электродной системы.

Предложены конструкции гиперболоидных масс-спектрометров пролетного типа – квадрупольного фильтра масс и монопольного масс-анализатора, в которых протяженная электродная система собирается из коротких идентичных секций-моноблоков. Секционная конструкция электродной системы позволяет повысить качество электрического поля в рабочем объеме масс-анализатора.

Ключевые слова: квадрупольный фильтр масс, монопольный масс-анализатор, тонкостенный гиперболический электрод, электролитическое формование, секционная электродная система.

DOI: 10.21667/1995-4565-2017-60-2-141-147

Введение

В настоящее время широкое распространение в научных исследованиях получили квадрупольные масс-спектрометры [1-4]. Сочетание малых габаритов, высокой чувствительности, возможности работы в сверхвысоком вакууме с легкостью управления и малой инерционностью делает применение этих приборов весьма перспективным в динамических исследованиях химического и изотопного состава вещества.

До недавнего времени для создания квадрупольного поля в большинстве квадрупольных масс-спектрометров использовались электроды круглого сечения [5], так как они относительно просты в изготовлении и исключается влияние асимметрии вдоль оси вращения в процессе юстировки (рисунок 1). Такие квадрупольные электродные системы получили широкое распространение из-за относительной простоты изго-

товления цилиндрических электродов, однако они имеют ряд существенных недостатков:

- рабочая область масс-анализатора, где квадратичное распределение потенциала формируется достаточно точно, не превышает $0,6r_0$, где r_0 – минимальное расстояние от оси до электрода [6], что принципиально ограничивает чувствительность и разрешающую способность таких анализаторов;

- большая масса анализатора и его стоимость;
- недостаточно высокая вибро- и ударопрочность, связанная с большой массой электродов, что ограничивает их область применения;

- получение высокого качества поля в рабочем объеме требует выполнения цилиндрических электродов с микронной точностью на длине в десятки сантиметров, что резко увеличивает трудоемкость изготовления таких электродных систем;

- расщепление массовых пиков при работе с высоким разрешением.

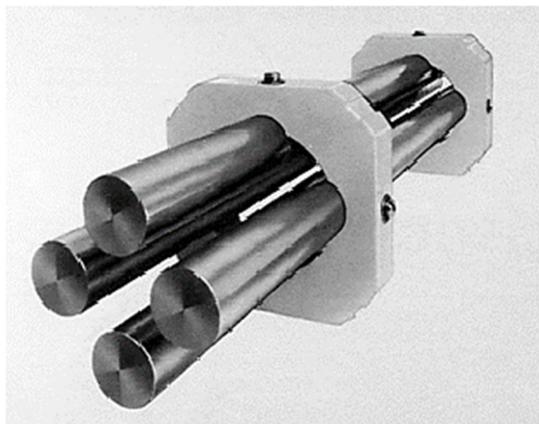


Рисунок 1 – Электродная система квадрупольного фильтра масс с цилиндрическими электродами

В значительной степени указанные недостатки решаются в электродных системах, выполненных в виде моноблока из кварцевого стекла или керамики с последующей металлизацией рабочих гиперболических поверхностей [7]. Хотя такие электродные системы не требуют юстировки и удобны в эксплуатации, но большая масса и низкая механическая прочность ограничивают их область применения только стационарным оборудованием.

Для создания эффективных квадрупольных масс-анализаторов, способных работать в нестационарных условиях [8], в условиях повышенных механических и тепловых нагрузок, более перспективной является тонкостенная конструкция квадрупольной электродной системы.

Таким образом, *целью данной работы* является развитие принципов конструирования тонкостенных электродных систем квадрупольных масс-анализаторов.

Разработка тонкостенных электродных систем

В реальных конструкциях теоретически бесконечные гиперболические электроды должны быть ограничены. Возникает проблема выбора уровня ограничения электродов и геометрии граничных областей, чтобы обеспечить квадратичное распределение потенциала в рабочем объеме анализатора с требуемой точностью [9]. Ранее нами была предложена конструкция квадрупольной электродной системы, все четыре электрода которой имеют гиперболический профиль, уровень ограничения которого по осям X и Y равен $L_{ГР}$, и концевой области длиной L_K , форма которой выбрана в виде плоскости, параллельной асимптоте плоскости [10]. При такой геометрии реальной электродной системы искажение поля связано не только с ограничением гиперболической поверхности электродов, но и с

наличием концевых областей, профиль которых отличен от гиперболического (рисунок 2).

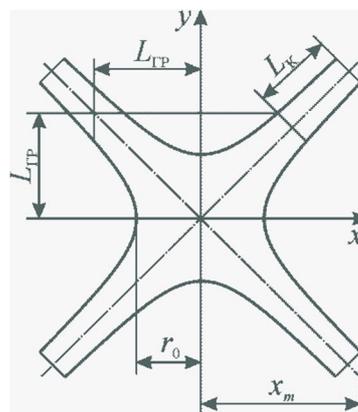


Рисунок 2 – Конструкция квадрупольной электродной системы: $L_{ГР}$ – уровень ограничения гиперболических поверхностей, L_K – длина концевой области

Результаты численного моделирования показали:

1) достаточно высокое (погрешность $\varepsilon \leq 1,6 \cdot 10^{-6}$) качество поля во всем объеме анализатора обеспечивается при уровне ограничения $L_{ГР}/r_0 = 1,6$, относительной длине концевой области $L_K/r_0 = 1,2$ и максимальных размерах анализатора в плоскости сечения $x_m/r_0 = 2,5$;

2) наибольшее искажение поля в анализаторе связано с нарушением симметрии электродов и, в частности, с параллельным продольным смещением одного из электродов, которое для обеспечения погрешности поля в рабочей области не хуже 10^{-3} не должно превышать $0,0024r_0$;

3) нагрев моноблочной квадрупольной системы до $200-250$ °С приводит к её деформации и симметричному смещению всех четырех электродов, причем электроды удлиняются вдоль асимптот [11].

Моноблочная конструкция тонкостенной электродной системы реализована в масс-анализаторе АНК-10/300 [12], имеющем минимальное расстояние от центра до электрода $r_0 = 10$ мм и длину электродов 300 мм. Масс-анализатор состоит из гиперболической электродной системы 1, помещенной в корпус 2 (рисунок 3). Для крепления и обеспечения соосности источника ионов и электродной системы масс-анализатора используется посадочное кольцо 3, изолированное от электродной системы с помощью керамического кольца 4.

Для изготовления моноблочных тонкостенных ($1 \div 2$ мм) электродных систем разработана специальная технология электролитического формования [13] и изготовлены мелкие партии гиперболических электродных систем в виде мо-

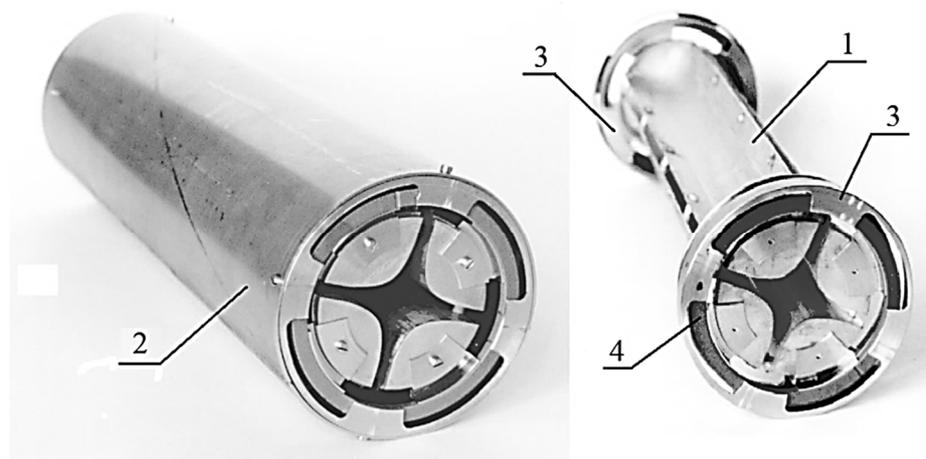


Рисунок 3 – Масс-анализатор АНК-10/300: 1 – моноблочная квадрупольная электродная система; 2 – корпус; 3 – посадочные кольца, 4 – кольцевая керамика

ноблока нескольких типоразмеров с радиусом поля 8,2 и 10 мм и длиной от 66 до 300 мм. Системы испытаны на устойчивость к тепловым и механическим воздействиям, проведена оценка качества формируемого ими поля. При оценке стойкости к механическим воздействиям контролировались профиль и характерные размеры электродной системы. Качество электрического поля, формируемого системами, оценивалось косвенным способом по полученным аналитическим характеристикам масс-анализаторов (разрешающая способность и чувствительность), созданных на основе предлагаемых электродных систем.

Проведенные механические испытания тонкостенных квадрупольных электродных систем и устройств их крепления показали, что они устойчивы к вибрационным нагрузкам в широком диапазоне частот и амплитуд и выдерживают до 20 – 25 ударов с ускорением 100 g и до 5 ударов с ускорением 200 g. При этом уход характерных размеров (радиуса поля) электродных систем не превышает 10 мкм, что обеспечивает сохранение эксплуатационных характеристик масс-анализатора.

Результаты испытаний по тепловой устойчивости подтверждают, что разработанная тонкостенная моноблочная конструкция квадрупольной электродной системы полностью сохраняет работоспособность при значительном (до 200 °С) нагреве.

Монопольный масс-анализатор, являясь разновидностью гиперболических масс-анализаторов пролетного типа, составляет конкуренцию квадрупольному фильтру масс в плане простоты конструкции, малых габаритов и веса и др. Так же, как и в квадрупольном фильтре масс, в монопольном масс-анализаторе изначально использо-

вался массивный цилиндрический стержневой электрод. Однако такая конструкция имела те же самые недостатки, что и квадрупольный фильтр масс с цилиндрическими электродами.

Описанный выше принцип конструирования электродных систем квадрупольного фильтра масс на основе тонкостенных гиперболических электродов применили и к монопольному масс-анализатору. По известному способу [13] на предварительно подготовленную форму наносится слой легкоплавкого металла толщиной 5 – 10 мкм, наносится основной слой металла толщиной не менее 0,1 мм, после чего форму удаляют, расплавляя слой легкоплавкого металла. В результате получается электродная система в виде моноблока. Однако этот способ неприменим для изготовления монопольного масс-анализатора из-за наличия на электродах негладких поверхностей, что не позволяет удалять форму. Кроме того, по известному способу на поверхности электродов остается слой легкоплавкого металла, который затрудняет использование получаемого масс-анализатора при высоких температурах.

Был предложен новый способ изготовления монопольного масс-анализатора [14], состоящий в том, что изготавливают с высокой точностью две металлические формы, внешние поверхности которых соответствуют внутренним поверхностям уголкового и гиперболического электродов монопольного анализатора, наносят на формы слой металла, например путем электрического осаждения, толщиной 0,1 – 1 мм для обеспечения требуемой прочности анализатора, после чего форму удаляют путем нагрева уголкового и охлаждения гиперболического электродов вместе с формами, на электроды наносят защитное покрытие, например путем электрического оса-

ждения, толщиной 5 – 10 мкм, и электроды соединяют друг с другом с помощью оправки и изоляторов, изготовленных в виде прямоугольных параллелепипедов (рисунок 4).

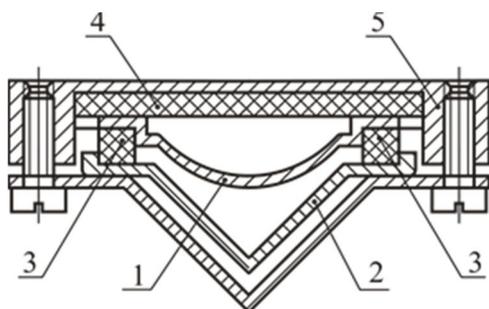


Рисунок 4 – Разрез электродной системы монополюсного масс-анализатора:
 1- стержневой гиперболический электрод;
 2 – уголкового электрод;
 3, 4 – керамический изолятор;
 5 – оправка

Взаимное расположение уголкового и стержневого электродов масс-анализатора обеспечивается четырьмя керамическими изоляторами, имеющими форму прямоугольного параллелепипеда и изготовленными с высокой точностью (не хуже ± 1 мкм). При этом погрешность выполнения заданного профиля (круг или гипербола) с погрешностью 1 – 3 мкм для протяженной электродной системы (длиной 150 – 300 мм) из-за деформаций оказывается технологически сложным. Соответственно наличие деформаций электродов снижает качество электрического поля, образуемого ими, и ухудшает аналитические характеристики масс-анализатора.

Для решения этой проблемы была разработана конструкция гиперболических масс-спектрометров прелётно-го типа, в которой про-

тяженная электродная система собирается из идентичных секций, соответствующие электроды которых механически и электрически последовательно соединены между собой, образуя единую электродную систему [15]. Такая конструкция электродной системы позволяет повысить точность изготовления электродной системы, а соответственно – приблизить распределение электрического потенциала в объеме масс-анализатора к идеальному.

Секционный принцип конструирования электродных систем реализован в масс-анализаторе квадрупольного фильтра масс АНК-8,2/200 (рисунок 5) и в монополюсном масс-анализаторе МАЛ-1Ф (рисунок 6). Масс-анализатор прибора АНК-8,2/200 имеет радиус поля $r_0 = 8,2$ мм и длину электродной системы 200 мм, которая является составной из трех идентичных квадрупольных систем длиной 66,6 мм каждая. В монополюсном масс-анализаторе МАЛ-1Ф также используются идентичные секции электродов длиной 66,6 мм с радиусом поля $r_0 = 6$ мм.

Эксперименты по исследованию характеристик масс-анализаторов АНК-10/300, АНК-8,2/200 и МАЛ-1Ф проводились в металлической вакуумной камере при подогретой до 200 °С электродной системе и рабочем давлении $2 \cdot 10^{-6}$ мм рт. ст. Для ионизации пробы использовался ионный источник с электронным ударом. Развертка спектра масс осуществлялась изменением частоты импульсного ВЧ напряжения, подаваемого на электроды масс-анализаторов.

Типичные массовые спектры, полученные в ходе экспериментов, приведены на рисунке 7. Видно, что составной анализатор имеет большую разрешающую способность, кроме того, отличается большей крутизной фронтов массового пика.

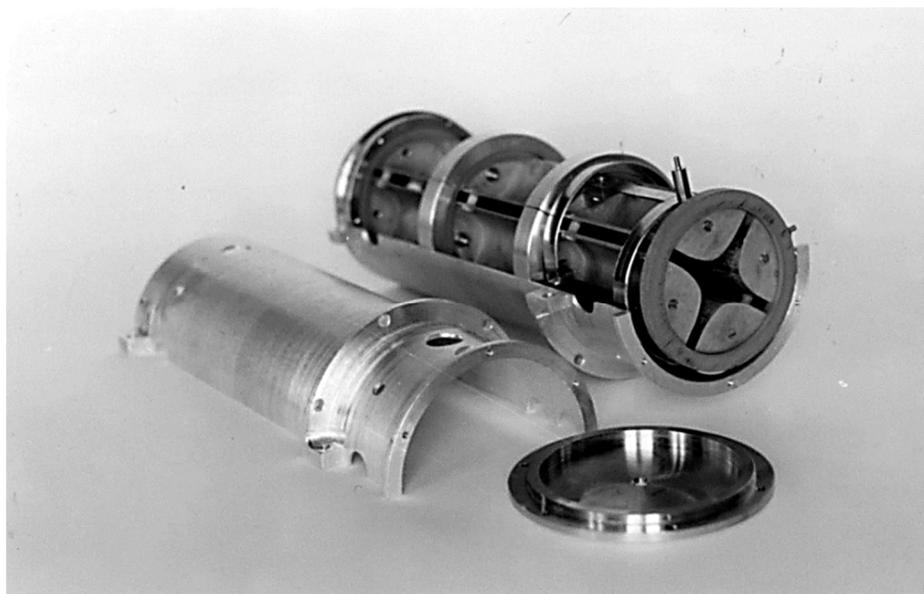


Рисунок 5 – Анализатор квадрупольного фильтра масс АНК-8,2/200



Рисунок 6 – Электродная система монопольного масс-анализатора МАЛ-1Ф

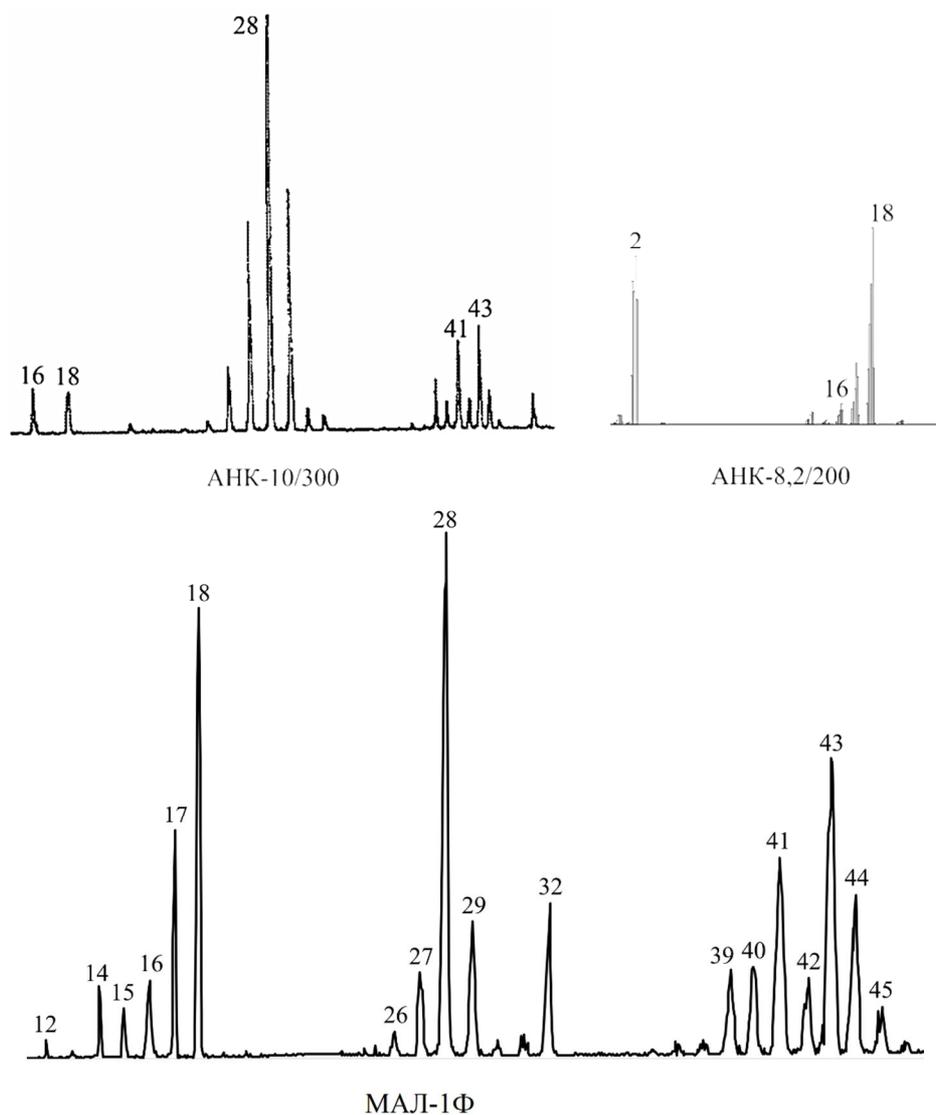


Рисунок 7 – Типичные масс-спектры масс-анализаторов

Выводы

Проведенные теоретические и экспериментальные исследования позволяют сделать следующие выводы.

1. Квадрупольные электродные системы с гиперболическими электродами формируют во всем рабочем объеме масс-анализатора электрическое поле, наиболее близкое к идеальному (гиперболическому), и обладают высокой устойчивостью к различного рода технологическим погрешностям.

2. Выполнение квадрупольной гиперболоидной электродной системы на основе тонкостенных (1 – 1,2 мм) электродов, закрепленных в концевых областях с помощью изоляторов, позволяет при нагреве сохранять гиперболический профиль электродов практически неизменным и существенно (до 200 °С) расширить диапазон рабочих температур масс-анализатора.

3. Моноблочные тонкостенные квадрупольные электродные системы обладают высокой устойчивостью к механическим воздействиям в виде вибраций и ударов с ускорением до 100 g, что принципиально позволяет использовать их на подвижных (включая космические) объектах.

4. Протяженные (до 300 мм и более) гиперболоидные электродные системы целесообразно выполнять в виде отдельных квадрупольных секций-модулей, что обеспечивает высокое качество электрического поля во всем рабочем объеме.

Библиографический список

1. Черепин В. Т., Васильев М. А. Методы и приборы для анализа поверхности материалов. Справочник. Киев: Наукова думка, 1982. 400 с.

2. Методы анализа поверхностей / под ред. А. Зандерны. М.: Мир, 1979. 582 с.

3. Масс-спектрометрический метод определения следов / под ред. М. С. Чупахина. М.: Мир, 1975. 465 с.

4. Сысоев А. А., Чупахин М. С. Введение в масс-спектрометрию. М.: Атомиздат, 1977. 304 с.

5. Шеретов Э. П. Гиперболоидные масс-спектрометры // Измерения, контроль, автоматизация. 1980. № 11-12. С. 29-43.

6. Дубков М. В. Исследование особенностей работы квадрупольного фильтра масс и разработка анализаторов с тонкостенными гиперболическими электродами: Дисс. канд. техн. наук / РГРТА. Рязань, 1997.

7. Гуров В. С. Сложнопрофильные гиперболоидные электродные системы масс-анализаторов, энергоанализаторов и систем формирования потоков заряженных частиц: Дисс. д-ра техн. наук / РГРТА. Рязань, 2000. 508 с.

8. Sheretov E. P., Gurov V. S., Safonov M. P., Philippov I. V. Hyperboloid mass spectrometers for space exploration // Int. J. Mass Spectrom. 189 (1999) 9-17.

9. Дубков М. В., Николаев А. В. Влияние нелинейных искажений электрического поля на эллипсы захвата заряженных частиц в пролетных квадрупольных масс-спектрометрах // Вестник Рязанского государственного радиотехнического университета. 2007. № 21. С. 97-100.

10. Дубков М. В., Колотилин Б. И., Николаев А. В. Исследование влияния нелинейных искажений электрического поля в анализаторе квадрупольного фильтра масс на условия сортировки заряженных частиц // Вестник Рязанского государственного радиотехнического университета. 2011. № 36. С. 67-71.

11. Гуров В. С., Дубков М. В., Романов И. Н., Николаев А. В. О температурной деформации квадрупольной электродной системы с гиперболическими электродами // Масс-спектрометрия. 2014. Т. 11. № 2. С. 77-80.

12. Гуров В. С., Дубков М. В., Буробин М. А., Николаев А. В. Моноблочная тонкостенная квадрупольная электродная система для электронно- и ионно-оптических устройств // Радиотехника. 2015. № 5. С. 80-87.

13. Шеретов Э. П., Гуров В. С., Дубков М. В., Евдокимова М. И. Способ изготовления анализатора квадрупольного фильтра масс: пат. № 2091902 Рос. Федерация; заявл. 12.03.1996; опубл. 27.09.1997.

14. Гуров В. С., Дубков М. В., Буробин М. А. Способ изготовления монополюсного масс-анализатора: пат. № 2393580 Рос. Федерация; заявл. 20.05.2009; опубл. 27.06.2010. – Бюл. № 18.

15. Гуров В. С., Дубков М. В., Буробин М. А., Харланов И. А. Конструкция многосекционного гиперболоидного масс-анализатора: п.м. 156466 Рос. Федерация; заявл. 27.01.2015; опубл. 10.11.2015. Бюл. № 31.

UDC 621.384.8

QUADRUPOLE MASS ANALYZERS BASED ON THIN-WALLED HYPERBOLOID ELECTRODE SYSTEMS

V. S. Gurov, PhD (technical sciences), full professor, head of department, rector, RSREU, Ryazan; gurov.v.s@rsreu.ru

M. V. Dubkov, PhD (technical sciences), associate professor, head of department, deputy rector for academic work, RSREU; Ryazan, dubkov.m.v@rsreu.ru

M. A. Burobin, PhD (technical sciences), associate professor, RSREU; Ryazan, burobin.mikhail@yandex.ru

V. V. Ivanov, PhD (technical sciences), associate professor, RSREU, Ryazan; vladimir.nvi@gmail.com

A. V. Nikolaev, senior lecturer, RSREU, Ryazan; arniell@mail.ru

I. A. Kharlanov, assistant, RSREU, Ryazan; markigschlachter@yandex.ru

The principles of designing the flight quadrupole mass spectrometers based on thin-wall hyperbolic electrode systems are considered. The aim of the work is to develop the principles of designing thin-walled electrode systems of quadrupole mass analyzers.

The design of a quadrupole electrode system is developed, all four electrodes of which have a hyperbolic profile, limited on X and Y axes at a certain level. The technology to manufacture thin-walled electrode systems in the form of monoblock was created. By numerical simulation of monoblock electrode system, the quality of the electric field in it is estimated. Mechanical and thermal tests of monoblock electrode system were carried out.

The constructions of flight hyperboloid mass-spectrometers (quadrupole mass filter and monopole mass analyzer) are proposed in which an extended electrode system is assembled from short identical monoblock sections. The sectional design of electrode system makes it possible to improve the quality of electric field in the working volume of mass analyzer.

Key words: quadrupole mass filter, monopole mass analyzer, thin-walled hyperbolic electrode, electrolytic coating, sectional electrode system.

DOI: 10.21667/1995-4565-2017-60-2-141-147

References

1. **Cherepin V. T., Vasilyev M.A.** Metody i pribory dlya analiza poverkhnosti materialov. Spravochnik. Kiyev: Naukova dumka, 1982. 400 p (in Russian).
2. Metody analiza poverkhnostey. Ed. **A. Zanderny.** Moscow, Mir, 1979. 582 p (in Russian).
3. Mass-spektrometricheskij metod opredeleniya sledov. Ed. **M. S. Chupakhin.** Moscow, Mir, 1975. 465 p. (in Russian).
4. **Sysoyev A. A., Chupakhin M. S.** Vvedeniye v mass-spektrometriyu. Moscow, Atomizdat, 1977. 304 p. (in Russian).
5. **Sheretov E. P.** Giperboloidnye mass-spektrometry // Izmereniya, kontrol, avtomatizatsiya. 1980. 11-12. Pp. 29-43 (in Russian)
6. **Dubkov M. V.** Issledovanie osobennostey raboty kvadrupol'nogo filtra mass i razrabotka analizatorov s tonkostennymi giperbolicheskimi elektrodami: PhD thesis / RGRТА. Ryazan, 1997 (in Russian).
7. **Gurov V. S.** Slozhnoprofil'nye giperboloidnye elektrodnye sistemy mass-analizatorov, energoanalizatorov i sistem formirovaniya potokov zarjzhennykh chastic: Doctoral dissertation / RGRТА. Ryazan, 2000. 508 p. (in Russian)
8. **Sheretov E. P., Gurov V. S., Safonov M. P., Philippov I. V.** Hyperboloid mass spectrometers for space exploration. Int. J. Mass Spectrom. 189 (1999) 9-17.
9. **Dubkov M. V., Nikolaev A. V.** Vlijanie nelinejnykh iskazhenij elektricheskogo polja na ellipsy zahvata zarjzhennykh chastic v proletnykh kvadrupol'nykh mass-spektrometrah. Vestnik Rjazanskogo gosudarstvennogo radiotekhnicheskogo universiteta. 2007. № 21. P. 97-100 (in Russian).
10. **Dubkov M. V., Kolotilin B. I., Nikolaev A. V.** Issledovanie vlijaniya nelinejnykh iskazhenij elektricheskogo polja v analizatore kvadrupol'nogo fil'tra mass na usloviya sortirovki zarjzhennykh chastic // Vestnik Rjazanskogo gosudarstvennogo radiotekhnicheskogo universiteta. 2011. № 36. Pp. 67-71 (in Russian).
11. **Gurov V. S., Dubkov M. V., Romanov I. N., Nikolaev A. V.** O temperaturnoj deformatsii kvadrupol'noj elektrodnoj sistemy s giperbolicheskimi elektrodami // Mass-spektrometrija. 2014. Vol. 11. № 2. Pp. 77-80 (in Russian).
12. **Gurov V. S., Dubkov M. V., Burobin M. A., Nikolaev A. V.** Monoblochnaja tonkostennaja kvadrupol'naja elektrodnaia sistema dlja elektronno- i ionnoopticheskikh ustrojstv. Radiotekhnika. 2015. № 5. Pp. 80-87 (in Russian).
13. **Sheretov E. P., Gurov V. S., Dubkov M. V., Evdokimova M. I.** Sposob izgotovlenija analizatora kvadrupol'nogo filtra mass: patent № 2091902 RUS; claimed 12.03.1996; publ. 27.09.1997 (in Russian).
14. **Gurov V. S., Dubkov M. V., Burobin M. A.** Sposob izgotovlenija monopol'nogo mass-analizatora: patent № 2393580 RUS; claimed 20.05.2009; publ. 27.06.2010. Newsletter № 18 (in Russian).
15. **Gurov V. S., Dubkov M. V., Burobin M. A., Kharlanov I. A.** Konstrukcija mnogosekcionnogo giperboloidnogo mass-analizatora: utility patent 156466 RUS; claimed 27.01.2015; publ. 10.11.2015. Newsletter № 31 (in Russian).