

МИНИСТЕРСТВО ОБРАЗОВАНИЯ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ  
УРАЛЬСКИЙ ГОСУДАРСТВЕННЫЙ ТЕХНИЧЕСКИЙ УНИВЕРСИТЕТ  
Хозрасчетная кафедра молекулярной физики

УТВЕРЖДАЮ  
Директор ООО ХКМФ  
\_\_\_\_\_ Породнов Б.Т.  
\_\_.\_.2000

ОТЧЕТ  
ПО НАУЧНО-ИССЛЕДОВАТЕЛЬСКОЙ РАБОТЕ  
**РАЗРАБОТКА АППАРАТНО-ПРОГРАММНЫХ  
СРЕДСТВ ПОВЫШЕНИЯ ЧУВСТВИТЕЛЬНОСТИ  
МАСС-СПЕКТРОМЕТРИЧЕСКОГО АНАЛИЗА**

(заключительный)

Х.Д. № 25/16/1427

|  |                    |                  |
|--|--------------------|------------------|
| Руководитель НИР<br>к. ф.-м. н., зав. лабораторией | _____<br>__._.2000 | Атанов В.Е.      |
| Ответственный исполнитель<br>к. ф.-м. н., доцент   | _____<br>__._.2000 | Калинин Б.А.     |
| Исполнитель<br>к. ф.-м. н., доцент                 | _____<br>__._.2000 | Александров О.Е. |
| Исполнитель<br>студент                             | _____<br>__._.2000 | Климов Е.А.      |

Екатеринбург 2000

## РЕФЕРАТ

Отчет: 32 с., рис. 10, табл. 6, 6 источников, 2 прил.

### МАСС-СПЕКТРОМЕТРИЯ, ГЕКСАФТОРИД УРАНА, РАЗРЕШАЮЩАЯ СПОСОБНОСТЬ, МИКРОАНАЛИЗ, ВТОРИЧНО-ЭЛЕКТРОННЫЙ УМНОЖИТЕЛЬ, АВТОМАТИЗАЦИЯ ИЗМЕРЕНИЙ, ПРОГРАММНЫЙ МОДУЛЬ УПРАВЛЕНИЯ

Описано исследование влияния разрешающей способности на измерение микроконцентраций примесей. Предложена методика и рассчитана ошибка измерения микропримесей в режиме счета ионов. Приведено описание программного модуля управления для масс-спектрометра МИ-1201 АГМ.

Рассмотрена настройка масс-спектрометра на высокую разрешающую способность ( $\sim 5000$ ), необходимую при проведении микроанализа. Предложена методика расшифровки масс-спектра с использованием в качестве реперных линий пиков углеродородного фона. Показана возможность определения микроконцентраций изотопов и примесей на уровне  $1 \cdot 10^{-6}$ .

На основе модуля управления масс-спектрометром создана тестовая программа в среде пакета MathCAD для ОС Windows 95/NT. Программа демонстрирует работоспособность модуля и обеспечивает управление масс-спектрометром, создает основу для повышения чувствительности за счет математической обработки данных измерений.

Вторично-электронный умножитель, усилитель импульсов и контроллер счетчика ионов, входящие в комплект масс-спектрометра МИ-1201 АГМ, а также созданный модуль управления масс-спектрометром использованы для автоматизации измерений в режиме счета ионов.

## СОДЕРЖАНИЕ

|   |    |
|---|----|
| ВВЕДЕНИЕ .....  | 4  |
| 1. ВЛИЯНИЕ РАЗРЕШАЮЩЕЙ СПОСОБНОСТИ НА ИЗМЕРЕНИЕ<br>МИКРОКОНЦЕНТРАЦИЙ .....                    | 4  |
| 1.1. Повышение разрешающей способности настройкой прибора.....                                | 5  |
| 1.2. Расшифровка масс-спектра .....   | 8  |
| 2. ИЗМЕРЕНИЯ В РЕЖИМЕ СЧЕТА ИОНОВ .....   | 11 |
| 2.1. Ошибка измерений и планирование эксперимента .....                                       | 11 |
| 2.2. Тестовые измерения .....   | 12 |
| 2.3. Измерение микропримесей .....  | 15 |
| 3. ПРОГРАММНАЯ РЕАЛИЗАЦИЯ МОДУЛЯ УПРАВЛЕНИЯ МАСС-<br>СПЕКТРОМЕТРОМ МИ-1201 АГМ.....           | 19 |
| 3.1. Цели создания модуля.....  | 19 |
| 3.2. Принципы построения модуля .....   | 19 |
| 3.3. Особенности применения модуля в ОС Windows NT .....                                      | 20 |
| 3.4. Исходный код программного обеспечения .....  | 21 |
| 3.5. Тестирование работоспособности модуля.....   | 22 |
| 3.6. Установка интерфейса MathCAD—МИ-1201 АГМ.....  | 22 |
| 3.7. Краткое описание устройства интерфейсного кода MathCAD—<br>МИ-1201 АГМ.....              | 23 |
| 3.8. Краткое описание функций интерфейса MathCAD — МИ-1201<br>АГМ.....                        | 24 |
| 3.9. Степень отлаженности модуля.....   | 29 |
| ЗАКЛЮЧЕНИЕ .....  | 29 |
| СПИСОК ИСПОЛЬЗОВАННЫХ ИСТОЧНИКОВ.....   | 30 |
|   |    |
| ПРИЛОЖЕНИЕ 1  |    |
| ЗАВИСИМОСТЬ ЧУВСТВИТЕЛЬНОСТИ И РАЗРЕШАЮЩЕЙ<br>СПОСОБНОСТИ ОТ КОРРЕКТИРУЮЩЕГО НАПРЯЖЕНИЯ ..... | 31 |
| ПРИЛОЖЕНИЕ 2  |    |
| РАССЧИТАННЫЕ МАССЫ ИОНОВ.....   | 32 |

## ВВЕДЕНИЕ

Чувствительность и точность определения примесей в  $UF_6$  зависит как от характеристик масс-спектрометра, в частности, от его разрешающей способности, уровня фона, так и от используемого программного обеспечения, которое должно позволять накапливать сигналы и проводить их последующую математическую обработку.

Этим же целям способствует использование режима счета ионов, устраняющего такой фактор как нестабильность работы вторичного электронного умножителя (ВЭУ) и позволяющего проводить планирование эксперимента.

Надежность измерений существенно повышает корректная расшифровка масс-спектров, записанных при настройке прибора на высокие значения разрешающей способности. При такой расшифровке эффективно использование точного определения разностей масс ионов в сочетании с известными дефектами масс атомов для фоновых линий масс-спектра.

Для эффективного проведения научных измерений на масс-спектрометре необходимо соответствующее программное обеспечение (ПО). В частности, ПО должно обеспечивать надежность и гибкость процесса измерения, и переносимость результатов измерения в другие программы для последующей обработки. Типовое ПО МИ-1201 АГМ не вполне удовлетворяет этим требованиям. Для обеспечения простого и надежного управления аппаратным комплексом МИ-1201 АГМ на уровне вызова процедур и создания предпосылок для повышения чувствительности МИ-1201 АГМ за счет математической обработки данных измерения создан программный модуль управления для МИ-1201 АГМ и тестовая программа, демонстрирующая его применение.

### 1. ВЛИЯНИЕ РАЗРЕШАЮЩЕЙ СПОСОБНОСТИ НА ИЗМЕРЕНИЕ МИКРОКОНЦЕНТРАЦИЙ

При настройке масс-спектрометра при отсутствии грубых ошибок, например, плохой фокусировки луча, увеличение разрешающей способности приводит к снижению чувствительности прибора. Для оптимизации микроанализа (обеспечения достаточной чувствительности при необходимом разрешении) желательно иметь возможность повышения разрешающей способности масс-спектрометра. Так при первых попытках обнаружения примеси  $10^{-4}\%$   $MoF_6$  в  $UF_6$  пики примеси скрывались в фоновых линиях фторуглеродов и приводили к

их уширению. Для повышения разрешающей способности используется сужение (“прирезание”) ширины ионного луча выходной щелью источника ионов (регулировкой корректирующего напряжения  $U_x$  источника ионов) и подвижным коллектором канала 5 приемника ионов. Предлагается также методика расшифровки масс-спектров с использованием в качестве реперных линий пиков углеводородного фона.

**ПРОПУЩЕН НОМЕР ПРЕДЫДУЩЕГО УРОВНЯ: 1. ГЛАВА! ВСТАВЬТЕ ЕГО И НАЖМИТЕ КЛАВИШИ: [CTRL]+A, [F9]. 1. ПОВЫШЕНИЕ РАЗРЕШАЮЩЕЙ СПОСОБНОСТИ НАСТРОЙКОЙ ПРИБОРА**

Стандартная процедура программы настройки прибора Preparation работает медленно и не измеряет значение разрешающей способности более 1500. Поэтому измерение разрешающей способности проводилось с использованием процедуры Peakcentering для уровня пика 0,5. После записи выполнения этой процедуры на экране (рис. 1) ручной настройкой измерялись массы, соответствующие крайним положениям луча, и разрешение вычислялось по формуле  $R = M/\Delta M$ .

При необходимости настройка (повышение разрешающей способности)

**ИЗМЕРЕНИЕ РАЗРЕШАЮЩЕЙ СПОСОБНОСТИ**

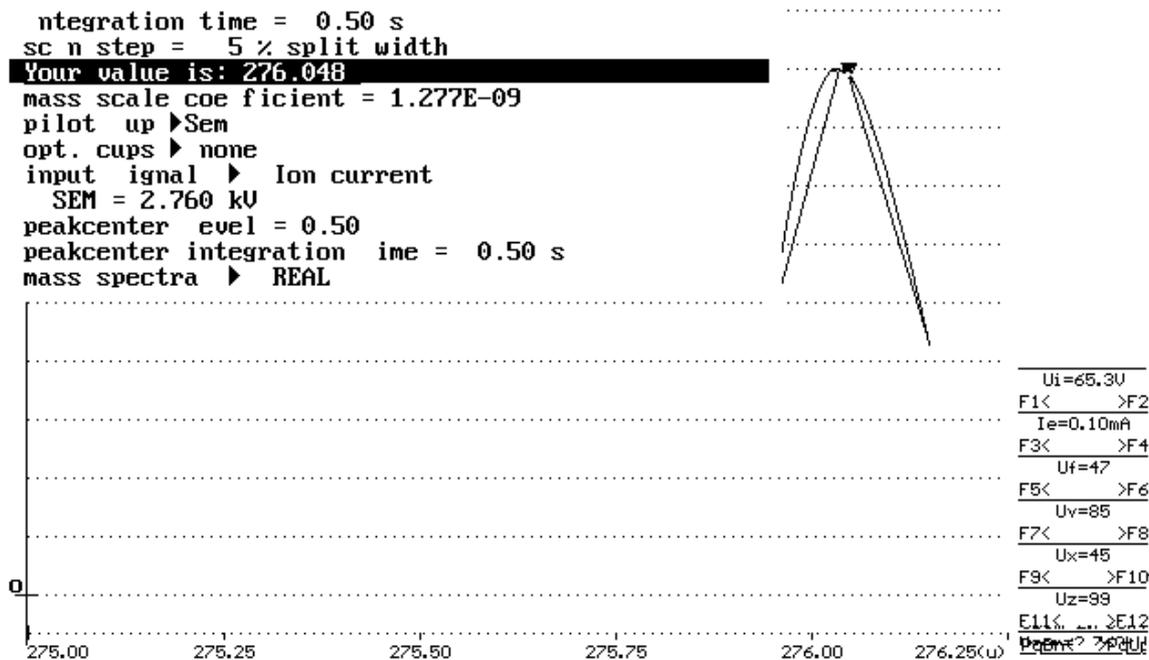


Рис. 1

проводится по следующей схеме:

- 1) Отводится коллектор 5 приемника ионов в положение, при котором он не перекрывает ионный луч, идущий на коллектор ВЭУ.
- 2) Напряжения питания источника ионов настраиваются по максимуму ионного тока, принимаемого коллектором ВЭУ.
- 3) Снижается напряжение  $U_x$ , производится настройка на вершину пика, корректируется фокусирующее напряжение. Это повторяется до уменьшения амплитуды сигнала приблизительно в 2 раза.
- 4) Подведением коллектора канала 5 амплитуда сигнала уменьшается еще приблизительно в 2 раза.

Такая настройка позволяет повысить разрешающую способность прибора в 2-3 раза (до  $2,5 \cdot 10^3$  и более). На рис. 1.2 приведен масс-спектр линии 28 (необходимое разрешение 2500).

Величина разрешающей способности зависит от фокусировки луча и положения электромагнита. При настройке прибора положение электромагнита юстировалось по сигналу на канал ВЭУ. Возможно поэтому в плоскости остальных коллекторов фокусировка луча изменяется при изменении положения

МАСС-СПЕКТР ЛИНИИ М-28

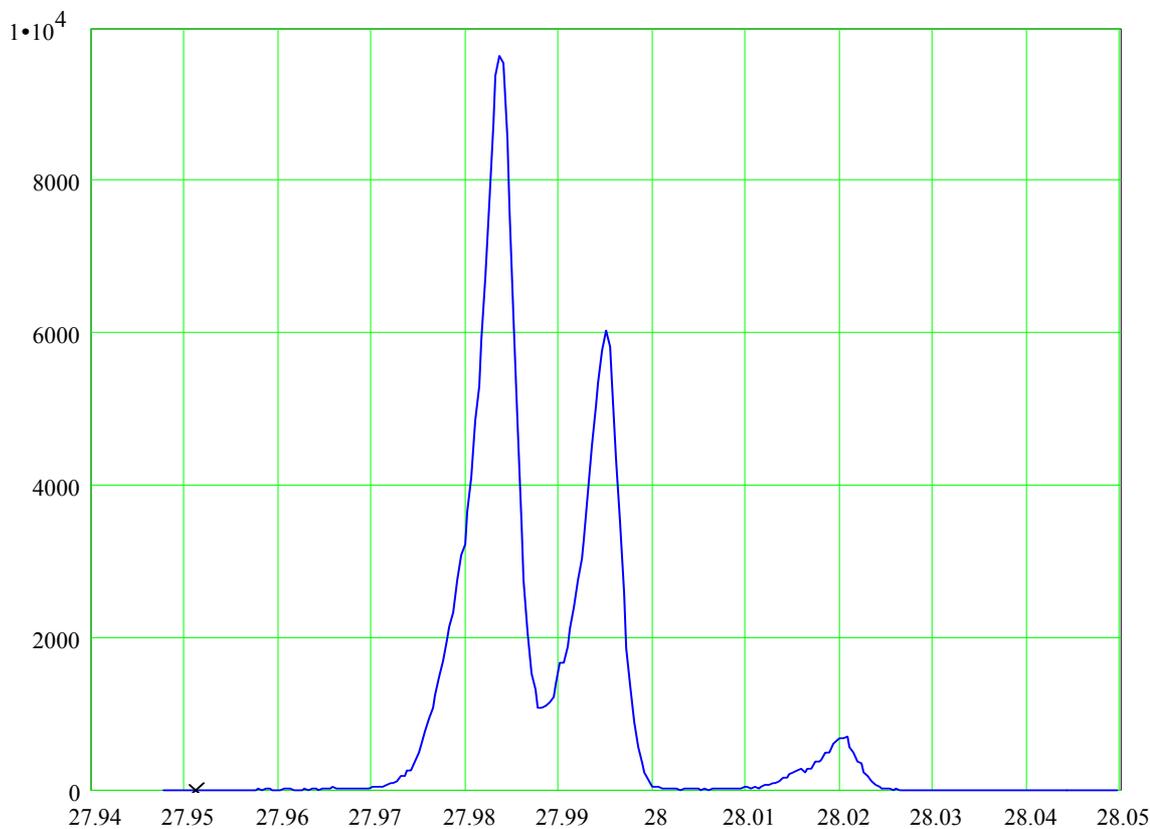


Рис. 2

коллектора. Этот эффект приведен на рис. 1.3 для канала 5.

ИЗМЕНЕНИЕ ШИРИНЫ ПИКА 276 МАССЫ НА КАНАЛЕ 5 ПРИ ПЕРЕМЕЩЕНИИ  
КОЛЛЕКТОРА

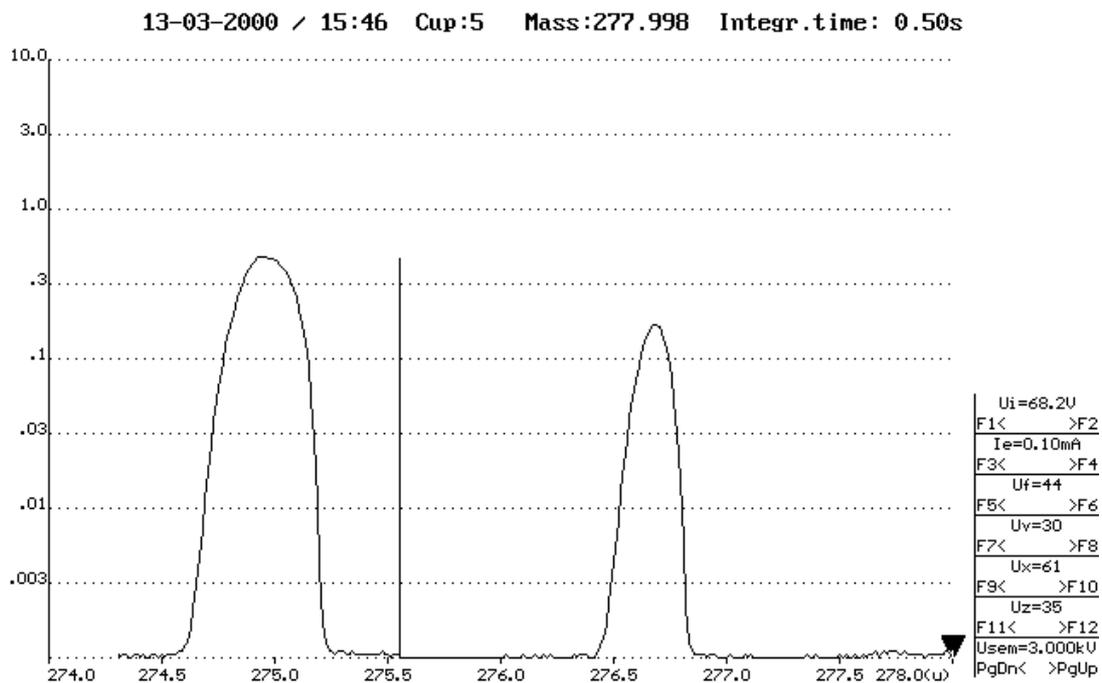


Рис. 3

ЗАВИСИМОСТЬ РАЗРЕШАЮЩЕЙ СПОСОБНОСТИ  $R$  И ЧУВСТВИТЕЛЬНОСТИ  $U$   
ОТ КОРРЕКТИРУЮЩЕГО НАПРЯЖЕНИЯ  $U_x$

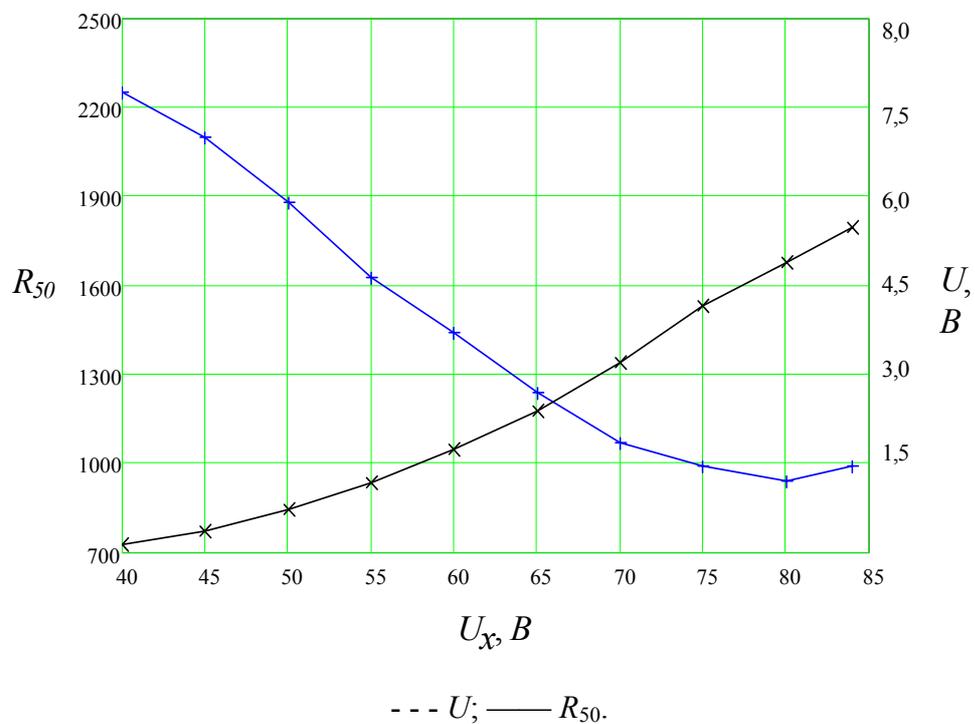
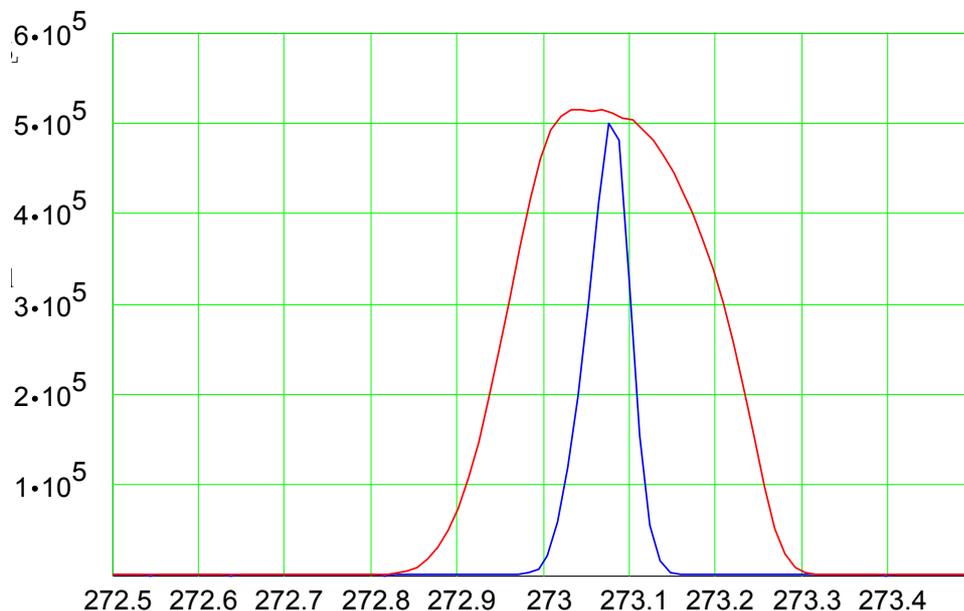


Рис. 4

СПЕКТР 273 ЛИНИИ ПРИ ПРИРЕЗАНИИ ЛУЧА КОЛЛЕКТОРОМ КАНАЛА 5 И ПРИ ПОЛНОСТЬЮ ОТВЕДЕННОМ КОЛЛЕКТОРЕ



Узкий пик на рисунке представляет сигнал, умноженный на 12.

Рис. 5

На рис. 4 приведена зависимость разрешающей способности  $R_{50}$  и чувствительности  $U$  от корректирующего напряжения  $U_x$  (прил. **Ошибка! Источник ссылки не найден.**). Уровень оценки величины разрешающей способности (50%) выбран в предположении, что пики примесей и фоновых линий будут иметь приблизительно одинаковую величину.

Перемещением коллектора канала 5 разрешающая способность может быть увеличена в 1,5÷2 раза практически без уменьшения чувствительности. При более сильном “прирезании” луча (снижение чувствительности в 10÷20 раз) разрешающая способность достигает 6000.

Пик линии 273 (рис. 5) записан при прирезании луча коллектора канала 5 (узкий пик,  $R \approx 5500$ ) и при отведенном коллекторе. Снижение чувствительности в 12 раз приводит, как будет показано ниже, к снижению чувствительности обнаружения микропримеси в  $\sqrt{12} = 3,5$  раза. При увеличении времени измерений в 12 раз чувствительность измерений останется на прежнем уровне.

**ПРОПУЩЕН НОМЕР ПРЕДЫДУЩЕГО УРОВНЯ: 1. ГЛАВА! ВСТАВЬТЕ ЕГО И НАЖМИТЕ КЛАВИШИ: [CTRL]+A, [F9]. 2. РАСШИФРОВКА МАСС-СПЕКТРА**

Повышение разрешающей способности кроме очевидной отдельной регистрации пиков позволяет более точно измерить положение максимумов пиков масс-спектра. При этом фоновые линии углеводородов (фторуглеводородов) при интенсивности, близкой к интенсивности пиков измеряемых примесей, могут служить реперами на шкале масс.

Масс-спектр, записанный в среде MathCAD, позволяет последующую корректировку шкалы масс по известным пикам, например,  $UF_n$ . Пики гексафторида урана по определению расположены эквидистантно по шкале масс, а процедура корректировки автоматически учитывает линейный во времени дрейф шкалы масс при записи масс-спектра. На корректировку не влияют изменения магнитного поля, связанные с гистерезисом [1, стр. 435].

Корректировка, как будет показано в разделе 2.2, для участка масс 270÷320 имеет точность 1÷2 *mtu* (millesimal mass unit) или  $(1÷2) \cdot 10^{-3}$  *a.e.m.* Данная единица измерения используется в программе ELEMENT32 фирмы Finnigan.

Расчитанные массы некоторых пиков приведены в прил. 2. Расчет возможных вариантов состава ионов заданных масс может быть произведен с помощью программы ELEMENT32. Программа выполняет расчет при задании набора атомов, их максимального числа в ионе, а также максимального отклонения массы от целого числа (Mass Window, *mtu*). Так, например, для массы 279 программа для выбранных элементов: С (максимальное число 40), Н (максимальное число 99), F (максимальное число 20); и для Mass Window = 500 *mtu* дает 59 вариантов. Только 23 из этих вариантов соответствуют валентности элементов, входящих в состав ионов. Распределение по числу “оборванных” связей такое: до 5-четыре, от 5 до 10-пять, больше 10-четырнадцать. Поскольку вероятность образования ионов, как следует, например, из [2], с большим числом оборванных связей мала, то при расшифровке спектра следует учесть варианты  $C_{16}H_5F_{10}$  (23,2 *mtu*),  $C_{11}H_{14}F_7$  (98,4),  $C_{16}H_{30}F_3$  (230),  $C_{20}H_{39}$  (305). Фторсодержащие ионы могут быть образованы при фторировании органики, присутствующей в больших количествах в масс-спектрометре после смены источника ионов.

Участок масс-спектра калибровочной смеси при среднем разрешении приведен на рис. 1.6.

Расшифровка углеводородных линий масс-спектра с использованием приведенных выше соображений дана в табл. 1.1. Опущены линии 282, (молекулярный ион), 283, 284, 285, 286 (число оборванных связей больше девяти). Шкала масс откалибрована в интервале 270÷320 и имеет отклонение в интервале 278÷291, не превышающее  $\pm 1,5$  *mtu*. Максимальное отклонение рас-

### МАСС-СПЕКТР КАЛИБРОВОЧНОЙ СМЕСИ

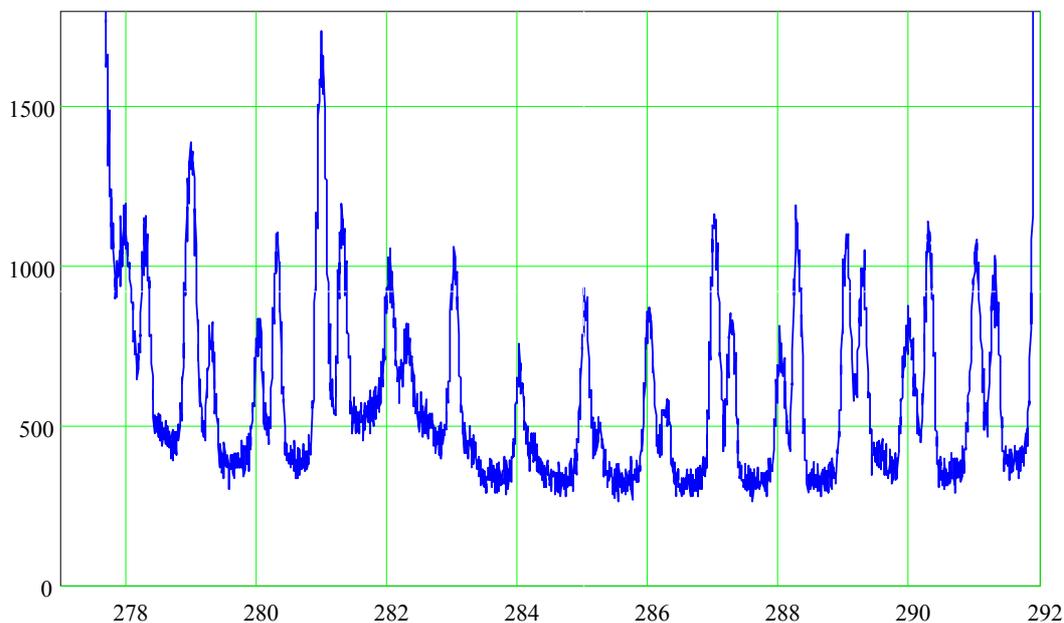


Рис. 6

считанных и измеренных значений не превышает 6 *mtu* ( $1 \text{ mtu} = 1 \cdot 10^{-3} \text{ а.е.м.}$ ) и связано с присутствием дополнительных пиков (пик 281 уширен, пик 278 расположен на склоне большого и широкого пика, пик 289 плохо разрешен) и неточностью используемой процедуры определения вершины пика при наличии шумов (пик 279 — слабый). Занижение по сравнению с расчетными значениями связано с тем, что искажающие измерения соседние или не разрешенные пики расположены слева от углеводородных пиков. Таким образом, можно сделать вывод, что линии углеродов могут быть с точностью  $\pm 6 \text{ mtu}$  использованы в качестве реперов при расшифровке масс-спектров.

Таблица 1

#### СРАВНЕНИЕ ИЗМЕРЕННЫХ И РАСШИФРОВАННЫХ МАСС УГЛЕВОДОРОДОВ

| Массовое число | Состав         | Расчет, <i>mtu</i> | Измерение, <i>mtu</i> | Отклонение, <i>mtu</i> |
|----------------|----------------|--------------------|-----------------------|------------------------|
| 278            | $C_{20}H_{38}$ | 297,4              | 292                   | -5                     |
| 279            | $C_{20}H_{39}$ | 305,2              | 300                   | -5                     |
| 280            | $C_{20}H_{40}$ | 313,0              | 314                   | +1                     |
| 281            | $C_{20}H_{41}$ | 320,8              | 315                   | -6                     |
| 287            | $C_{21}H_{35}$ | 273,9              | 273                   | -1                     |
| 288            | $C_{21}H_{36}$ | 281,7              | 278                   | -3                     |

|     |                                 |       |     |    |
|-----|---------------------------------|-------|-----|----|
| 289 | C <sub>21</sub> H <sub>37</sub> | 289,5 | 284 | -5 |
| 290 | C <sub>21</sub> H <sub>38</sub> | 297,4 | 298 | +1 |
| 291 | C <sub>21</sub> H <sub>39</sub> | 305,2 | 303 | -2 |

## 2. ИЗМЕРЕНИЯ В РЕЖИМЕ СЧЕТА ИОНОВ

**ПРОПУЩЕН НОМЕР ПРЕДЫДУЩЕГО УРОВНЯ: 1. ГЛАВА! ВСТАВЬТЕ ЕГО И НАЖМИТЕ КЛАВИШИ: [CTRL]+A, [F9]. 3. ОШИБКА ИЗМЕРЕНИЙ И ПЛАНИРОВАНИЕ ЭКСПЕРИМЕНТА**

Использование при измерении микроконцентраций ВЭУ в режиме счета импульсов от отдельных ионов имеет ряд преимуществ [3, стр. 8].

Особенностью измерений в режиме счета ионов является то, что они не являются равноточными: не сохраняется ни абсолютная, ни относительная ошибка (табл. 2.1).

Видно, что абсолютная ошибка возрастает в 100 раз, тогда как относительная уменьшается во столько же раз.

При малых ионных токах ( $10^{-17} \div 10^{-18}$ ) А,  $10 \div 100$  ионов в секунду, точность и чувствительность измерений определяются флуктуациями ионного тока (дробовой шум). С течением времени число ионов  $N$ , приходящих на приемник ионов в единицу времени ( за интервал накопления), меняется, колеблясь вокруг своего среднего значения  $\bar{N}$ . В силу независимости процессов образования отдельных ионов среднее квадратичное отклонение числа ионов от среднего значения рассчитывается по формуле [4, стр. 22]

$$\sigma = \sqrt{\sum \overline{\Delta N^2}} = \sqrt{N}, \quad (1)$$

Таблица 2

ОШИБКА ИЗМЕРЕНИЙ ЧИСЛА ИОНОВ

| Число ионов $N$ | $\Delta N (\Delta N = N - \bar{N})$ | Ошибка измерений числа ионов $\frac{\Delta N}{N}, \%$ |
|-----------------|-------------------------------------|---|
| 100             | 10                                  | 10  |
| $1 \cdot 10^4$  | $1 \cdot 10^2$                      | 1   |
| $1 \cdot 10^6$  | $1 \cdot 10^3$                      | 0,1   |

где  $\Delta N = N - \bar{N}$ .

Распределение вероятностей для различных значений  $\Delta N$  описывается распределением Гаусса

$$W(\Delta N) = \sqrt{\frac{1}{2\pi\sigma}} \exp\left[-\frac{(\Delta N)^2}{2\sigma}\right], \quad (2)$$

а при малых  $N$  ( $N < 10$ ) — распределением Пуассона. Для распределения Пуассона также сохраняется соотношение  $\sigma = \sqrt{N}$  [4, стр. 423].

При наличии фона  $N_\phi$  (например, от рассеянных ионов)

$$N_C = N_n - N_\phi, \quad (3)$$

где  $N_C$  - число ионов измеренной примеси;  $N_n$  - число ионов на вершине пика.

Ошибка результата измерений в силу статистической независимости величин  $N_n$  и  $N_\phi$

$$\Delta N_C = \sqrt{N_n + N_\phi}. \quad (4)$$

Поскольку далее  $\Delta N/N_C = \Delta C/C$ , где  $C$  и  $\Delta C$  - концентрация и ошибка измерения концентрации примеси,

$$\Delta C = C \frac{\sqrt{N_n + N_\phi}}{N_n - N_\phi}. \quad (5)$$

Для вычисления предела обнаружения примеси нужно взять  $N_C \ll N_\phi$  или  $N_n \approx N_\phi$ . Тогда получим для предела обнаружения

$$\Delta C_n = \frac{\sqrt{2N_\phi}}{N_C} C. \quad (6)$$

При увеличении времени измерений  $N_\phi \sim t$ ,  $N_C \sim t$  предел обнаружения уменьшается  $\Delta C_n \sim 1/\sqrt{t}$ .

Предел обнаружения уменьшается с увеличением числа ионов (например при повышении эффективности  $K$  работы источника ионов)  $\Delta C_n \sim 1/\sqrt{K}$ . Следует также отметить, что при увеличении фона предел обнаружения растет  $\sim \sqrt{N_\phi}$ .

Таблица 3

РЕЗУЛЬТАТЫ ИЗМЕРЕНИЙ ИЗОТОПНОГО ОТНОШЕНИЯ  $^{235}\text{U}/^{238}\text{U}$  В РЕЖИМЕ СЧЕТА ИОНОВ

| Массовое число | Ионный ток,<br><i>ион/с</i> | Массовое число | Ионный ток,<br><i>ион/с</i> | Изотопное<br>отношение,<br>% |
|----------------|-----------------------------|----------------|-----------------------------|------------------------------|
| 333            | $2426 \cdot 10^3$           | 330            | 30246                       | 1,2                          |
| 314            | $1202 \cdot 10^3$           | 311            | 8054                        | 0,67                         |
| 275            | $1171 \cdot 10^3$           | 292            | 7587                        | 0,65                         |
| 276            | $868 \cdot 10^3$            | 273            | 5378                        | 0,62                         |
| 257            | 90897                       | 254            | 547                         | 0,60                         |

**ПРОПУЩЕН НОМЕР ПРЕДЫДУЩЕГО УРОВНЯ: 1. ГЛАВА! ВСТАВЬТЕ ЕГО И НАЖМИТЕ КЛАВИШИ: [CTRL]+A, [F9]. 4. ТЕСТОВЫЕ ИЗМЕРЕНИЯ**

При тестировании работы масс-спектрометра в режиме счета ионов измерено содержание изотопа урана-235 в стандартном образце (СО) с аттестованным значением атомной доли указанного изотопа 0,5457%. Результаты измерений приведены табл. 2.2.

При дальнейших измерениях при напряжении питания ВЭУ ( $2,75 \div 3,50$  кВ) отношение пиков 273/276 и 292/295 находилось в пределах  $0,53 \div 0,66$  %. Завышение показаний по сравнению с действительным содержанием  $^{235}\text{U}$  связано с “просчетом” ионов, особенно при больших ионных токах. Это хорошо видно по данным табл. 2.2 — изотопное отношение увеличивается при увеличении ионного тока. В тоже время следует отметить, что даже при отличии ионных токов  $^{238}\text{U}$  и  $^{235}\text{U}$  в 150 раз, за исключением одного результата при ионном токе  $2,5 \cdot 10^6$  ионов/с, относительная ошибка завышения не выходит за пределы 20%.

Дополнительно была сделана попытка измерения содержания  $^{234}\text{U}$  и  $^{236}\text{U}$  в СО-3 (аттестованные значения 0,0040% и 0,0078%, соответственно, аттестованное значение доли  $^{235}\text{U}$  — 0,5457 %). Измерение проводилось по соотношению пиков 272; 273 и 274.

При низких нагрузках ВЭУ,  $(1 \div 1,5) \cdot 10^4$  для 273 массы, для  $^{236}\text{U}$  получены значения 0,0074% и 0,0081%, хорошо согласующиеся с аттестованным значением. При больших нагрузках ВЭУ рис. 2.1 ( $10^5$  импульсов на 273 пике) значение концентрации  $^{236}\text{U}$  получилось завышенными (0,0118%) в 1,5 раза, что можно объяснить просчетом ионов при указанных нагрузках.

В то же время концентрация  $^{234}\text{U}$ , рассчитанная для приведенного спектра по принятой за известную концентрации  $^{236}\text{U}$ , составляет 0,0041%.

По этим же масс-спектрам может быть оценен предел обнаружения примеси. Оценка проводилась (6) по соотношению среднеквадратичной ошибки определения уровня фона ( $\sqrt{N}$ ) и величины пиков 272; 273 и 274 с учетом также измеренного предварительно соотношения пиков 333 и 276, равного 4,3. Результаты оценки приведены табл. 2.3.

Для проверки линейности шкалы масс записан масс-спектр в диапазоне 270÷320. Корректировка шкалы масс производилась с использованием соотношения

$$M = kN^2, \quad (8)$$

где  $M$  - измеряемая масса;  $N$  - число импульсов регулировки тока электромагнита;  $k$  - коэффициент шкалы масс.

## МАСС-СПЕКТР СТАНДАРТНОГО ОБРАЗЦА В ДИАПАЗОНЕ МАСС 271÷282

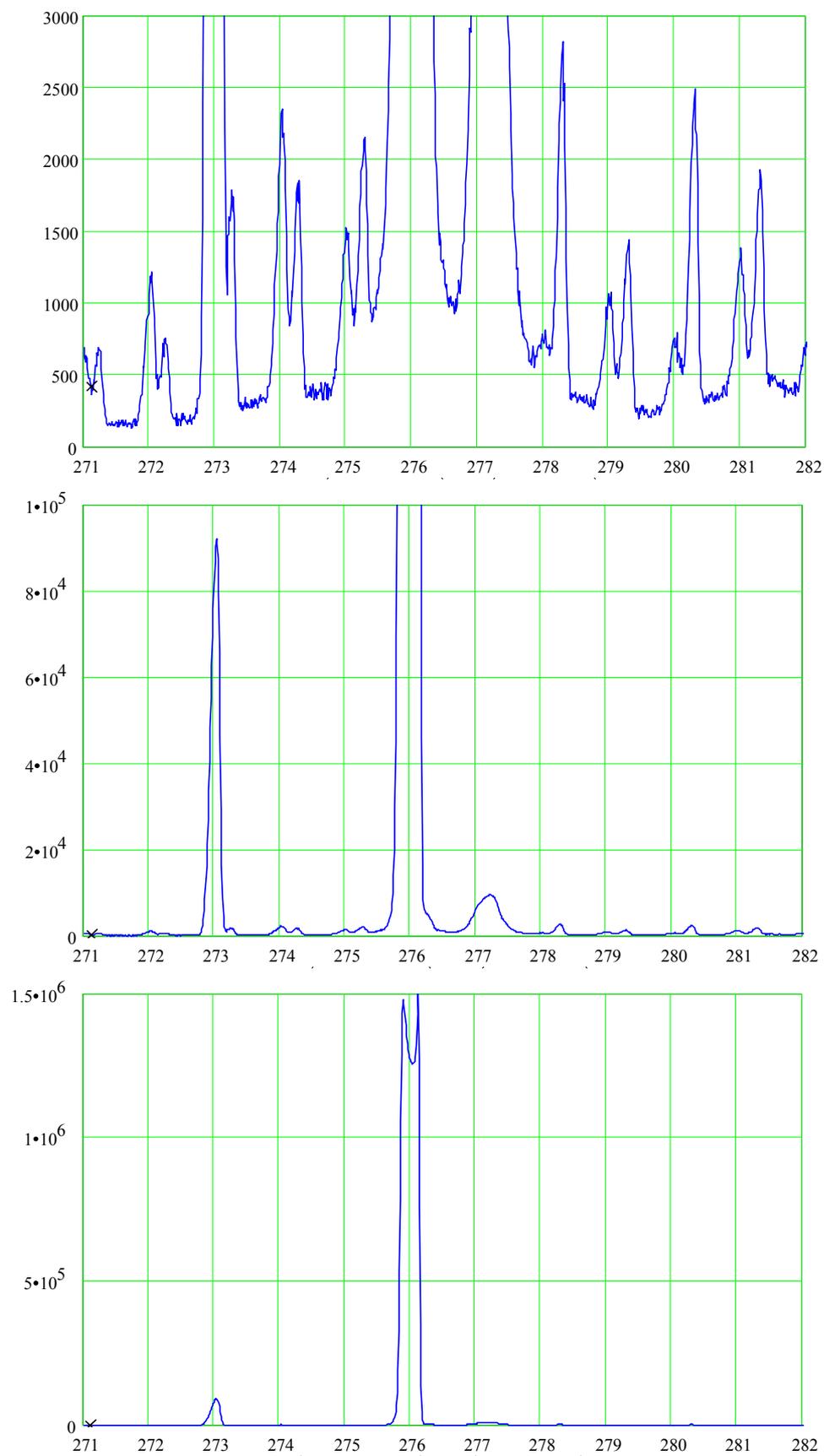


Рис. 2.1

## ОЦЕНКА МИНИМАЛЬНО ОБНАРУЖИВАЕМОГО СИГНАЛА ПО ПИКАМ 272; 273 и 274

| Линия | Амплитуда пика | Фон | Атомная доля        | Предел обнаружения примеси |
|-------|----------------|-----|---------------------|----------------------------|
| 272   | 1044           | 172 | $4 \cdot 10^{-5}$   | $2,0 \cdot 10^{-7}$        |
| 273   | 92190          | 230 | $5,5 \cdot 10^{-3}$ | $3,0 \cdot 10^{-7}$        |
| 274   | 2000           | 350 | $7,8 \cdot 10^{-5}$ | $2,9 \cdot 10^{-7}$        |

Поскольку число импульсов регулировки для максимумов пиков фиксировано (масс-спектр уже измерен), то скорректированное значение коэффициента шкалы масс:

$$k_2 = k_1 \frac{M_2}{M_1},$$

где  $M_2$  - разность масс, взятая за основу (например,  $M_2 = 18,9984$  или  $37,9968$ );  $M_1$  - вторая измеренная по масс-спектру разность масс;  $k_1$  - коэффициент шкалы масс для записанного масс-спектра.

Окончательная корректировка проводится сдвигом шкалы масс на необходимую величину. Результаты корректировки шкалы масс для пиков  $UF_2$ ,  $UF_3$ ,  $UF_4$  (273; 292 и 311) приведены в табл. 2.4.

Таким образом, ошибка измерения масс в проводимых измерениях, обусловленная калибровкой шкалы масс, не превышает  $\pm 0,002$  а.е.м.

**ПРОПУЩЕН НОМЕР ПРЕДЫДУЩЕГО УРОВНЯ: 1. ГЛАВА! ВСТАВЬТЕ ЕГО И НАЖМИТЕ КЛАВИШИ: [CTRL]+A, [F9]. 5. ИЗМЕРЕНИЕ МИКРОПРИМЕСЕЙ**

Одной из основных причин снижения предела обнаружения являются рассеянные ионы. Как показано в разделе **Текст вывода не может распространяться больше чем на одну строку!**, предел обнаружения пропорционален  $\sqrt{N_\phi}$ . Поэтому при наблюдаемых вели-

## КОРРЕКТИРОВКА ШКАЛЫ МАСС

| Ион    | Расчет  | Измерение после корректировки |
|--------|---------|-------------------------------|
| $UF_2$ | 273,041 | 273,039                       |
| $UF_3$ | 292,039 | 292,040                       |
| $UF_4$ | 311,038 | 311,036                       |

чинах фона  $200 \div 500$  *имп/с* возможно за счет снижения числа рассеянных ионов уменьшение предела обнаружения в 10 и более раз даже без увеличения времени интегрирования.

Однако попытка снижения фона рассеянных ионов дискриминацией импульсов на выходе ВЭУ по амплитудам результата не дала. При уменьшении напряжения на ВЭУ с 3,5 до 3,0 *кВ* отношение полезного сигнала к фону увеличилось лишь на 25%, что при одновременном снижении уровня сигнала в 4,5 раза приводит вместо ожидаемого уменьшения к повышению предела обнаружения в 2 раза.

Слабая дискриминация импульсов от рассеянных ионов наряду с разбросом коэффициента усиления ВЭУ для каждого отдельного импульса и слабой зависимостью величины импульса от энергии иона в диапазоне энергий ионов  $8,0 \div 8,5$  *кВ* может означать, что рассеянные ионы имеют те же энергии, что и остальные ионы, и образуются в источнике ионов.

В пользу этого свидетельствует изменение фона рассеянных ионов при замене источника ионов. Так отношение фона рассеянных ионов в интервале масс  $295 \div 314$  к фону в интервале  $276 \div 295$  уменьшилось при замене источника в ионов с 8,0 до 3,1. Наблюдается также изменение фона рассеянных ионов при изменении режима работы источника ионов. Возможно, об этом же свидетельствует конструкция щелей на схеме масс-спектрометра фирмы Finnigan (рис. 7), максимально уменьшающая возможность образования рассеянных ионов на

#### СХЕМА ФОРМИРОВАНИЯ ИОННОГО ЛУЧА МАСС-СПЕКТРОМЕТРА ФИРМЫ FINNIGAN

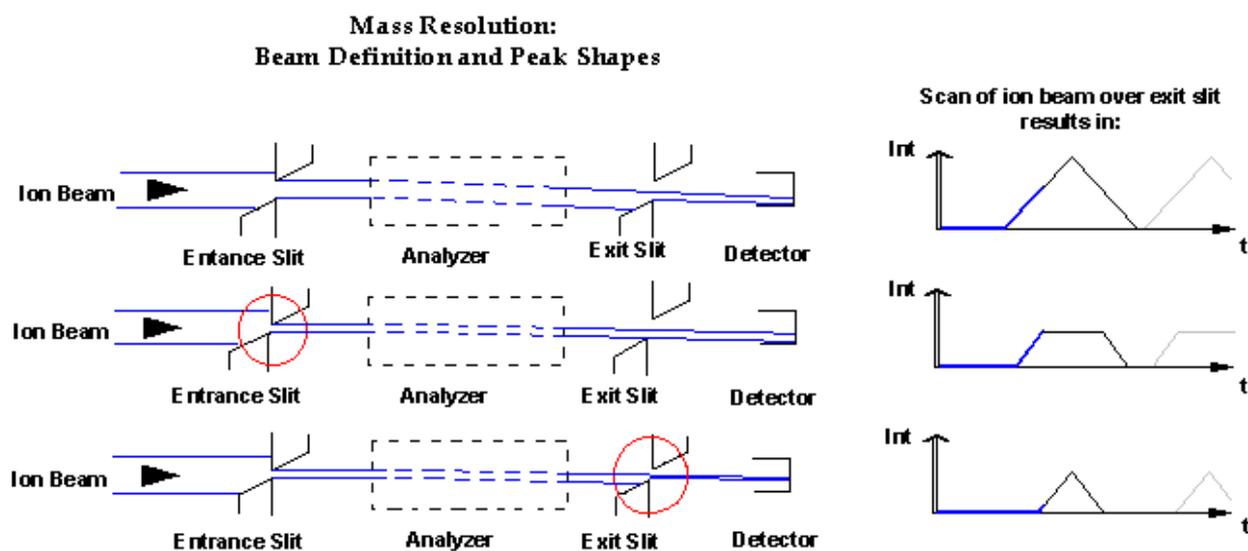


Рис. 7

щелях приемника и источника ионов.

При измерении содержания  $WF_6$  в калибровочной смеси с известной концентрацией  $WF_6$  ( $5 \cdot 10^{-4}\%$ ) масс-спектрометр был настроен по методике, изложенной выше (раздел 1.1), на разрешающую способность  $R_{50} \approx 5500$ , и был записан масс-спектр в диапазоне масс  $278,8 \div 279,5$  (рис. 2.3а). Время интегрирования составляет  $60$  с, шаг регулирования тока электромагнита 5 импульсов ( $6 \cdot 10^{-3}$  а.е.м.), давление перед натекателем  $10$  мм рт. ст. Для сравнения приведен масс-спектр в том же диапазоне масс при разрешении  $R_{50} \approx 2000$  (рис. 2.3б).

Пики идентифицированы в порядке увеличения массы как  $^{184}WF_5$ ,  $C_7F_{10}H_5$ ,  $C_{20}H_{39}$  (см. прил. 2). Расстояние между крайними пиками составляет  $345$  *mmu* ( $1 \cdot 10^{-3}$  а.е.м.) при расчетной разности  $362$  *mmu*. Концентрация  $WF_6$ , рассчитанная по амплитуде пика —  $3202$  *имп* (с учетом фона  $1500$  *имп*), времени накопления  $60$  с, величине пика  $276$  —  $1208 \cdot 10^3$  *имп*, соотношению пиков  $333$  и  $276$  —  $4,3$  и коэффициенту относительной чувствительности  $0,7$ , составляет

$$C = \frac{1700}{60 \cdot 1208 \cdot 10^3 \cdot 4,3 \cdot 0,7} = 7,8 \cdot 10^{-6}.$$

Завышение по сравнению с аттестованным значением в  $1,5$  раза связано с недостаточным разрешением линий  $WF_5$  и  $C_7F_{10}H_5$ . Последнее может объяснить и несовпадение ( $17$  *mmu*) рассчитанного и измеренного положение пика  $WF_5$ .

Предел обнаружения примеси может быть оценен (6) по величине пика и уровню фона величиной

$$\frac{\sqrt{2N_\phi}}{N_c} \cdot C = \frac{\sqrt{2 \cdot 1500}}{1700} \cdot 5 \cdot 10^{-6} = 1,6 \cdot 10^{-7}.$$

Этот результат согласуется с данными табл. 4 за счет компенсации снижения чувствительности (при настройке разрешающей способности) увеличением времени накопления.

## МАСС-СПЕКТР ЛИНИИ 279 ПРИ ВЫСОКОМ И СРЕДНЕМ РАЗРЕШЕНИИ

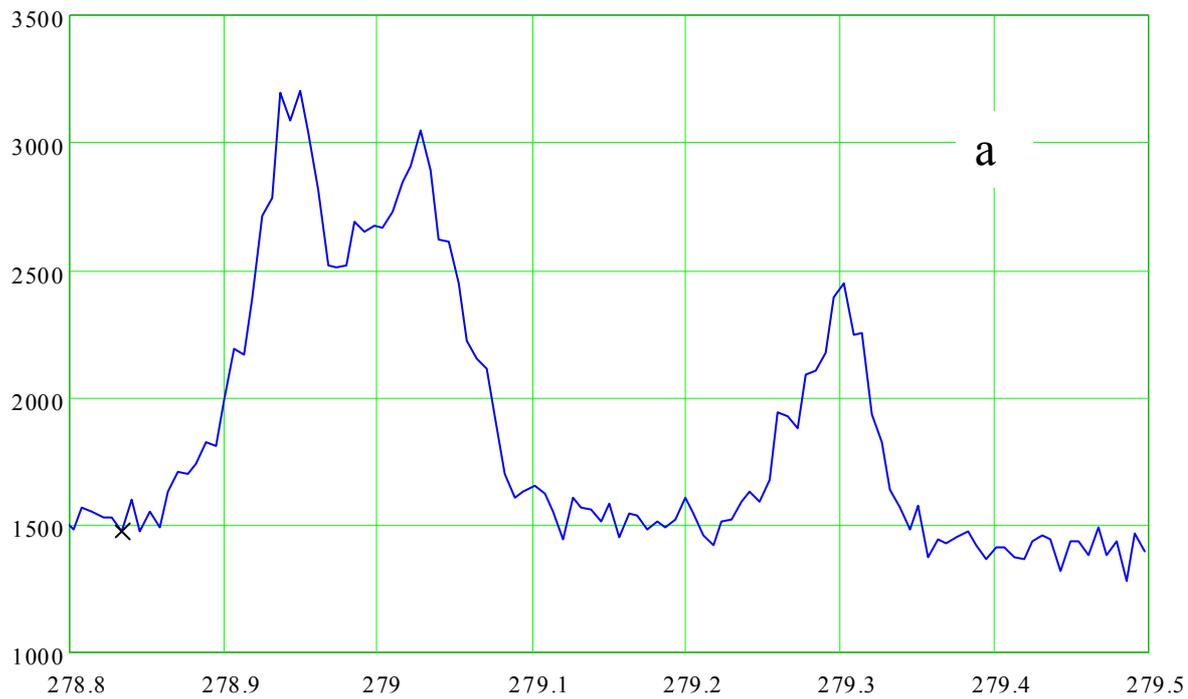


Рис. 8

### 3. ПРОГРАММНАЯ РЕАЛИЗАЦИЯ МОДУЛЯ УПРАВЛЕНИЯ МАСС-СПЕКТРОМЕТРОМ МИ-1201 АГМ

**ПРОПУЩЕН НОМЕР ПРЕДЫДУЩЕГО УРОВНЯ (1. ГЛАВА)! ВСТАВЬТЕ ЕГО И НАЖМИТЕ КЛАВИШИ: [CTRL]+A, [F9]. 6. ЦЕЛИ СОЗДАНИЯ МОДУЛЯ**

Модуль МИ-1201 АГМ создан для обеспечения простого и надежного управления аппаратным комплексом МИ-1201 АГМ на уровне вызова процедур и создания предпосылок для повышения чувствительности МИ-1201 АГМ за счет математической обработки данных измерения.

В результате создания модуля решены следующие проблемы:

- 1) Создан компактный и удобный код.
- 2) Отделены (изолированы) процедуры управления аппаратурой от общего пользовательского интерфейса программы (ввода-вывода на дисплей).
- 3) Обеспечено управление МИ-1201 АГМ в операционных системах DOS, Windows 9x, Windows NT.
- 4) Создана предпосылка повышения чувствительности и разрешающей способности МИ-1201 АГМ за счет возможности применения методов математической обработки результата измерения.

Модуль МИ-1201 АГМ облегчает и упрощает создание программ управления и обработки данных измерений. Программист имеет возможность сосредоточиться на обработке данных, не задумываясь о тонкостях аппаратной и программной реализации управления масс-спектрометром.

Совокупность процедур и функций модуля дает полный контроль над аппаратным комплексом МИ-1201 АГМ в пределах, предусмотренных его конструкцией.

**ПРОПУЩЕН НОМЕР ПРЕДЫДУЩЕГО УРОВНЯ (1. ГЛАВА)! ВСТАВЬТЕ ЕГО И НАЖМИТЕ КЛАВИШИ: [CTRL]+A, [F9]. 7. ПРИНЦИПЫ ПОСТРОЕНИЯ МОДУЛЯ**

Для удобства использования процедуры и функции модуля (далее просто методы) сгруппированы. Группировка осуществлена в двух измерениях:

- 1) вертикальная (иерархическая) группировка по уровню сложности предоставляемого сервиса (уровни 0, 1, 2);
- 2) горизонтальная группировка по функциям частей аппаратного комплекса (только для уровня 1).

Схема вертикальной и горизонтальной группировки модуля приведены на рис. 3.1.

Модуль группирует методы управления в виде объектов языка Borland Pascal. Объект состоит из структуры данных и набора методов. Каждому сплошному прямоугольнику на рис. 3.1 соответствует отдельный объект.

Предполагается, что конечному пользователю достаточно использовать объект верхнего уровня — контроллер МИ-1201 АГМ. Детальное описание интерфейса модуля приведено в инструкции [5].

**ПРОПУЩЕН НОМЕР ПРЕДЫДУЩЕГО УРОВНЯ: 1. ГЛАВА! ВСТАВЬТЕ ЕГО И НАЖМИТЕ КЛАВИШИ: [CTRL]+A, [F9]. 8. ОСОБЕННОСТИ ПРИМЕНЕНИЯ МОДУЛЯ В ОС WINDOWS NT**

Настоящая реализация модуля совместима с Windows NT. Для работы модуля в Windows NT необходимо установить драйвер ввода/вывода в порты процессора. Описание драйвера и его установки см. инструкцию [6].

Взаимодействие модуля с драйвером сосредоточено в *PortsIO* (см. файл “PortsIO.pas”).

ИЕРАРХИЯ ОБЪЕКТОВ МОДУЛЯ

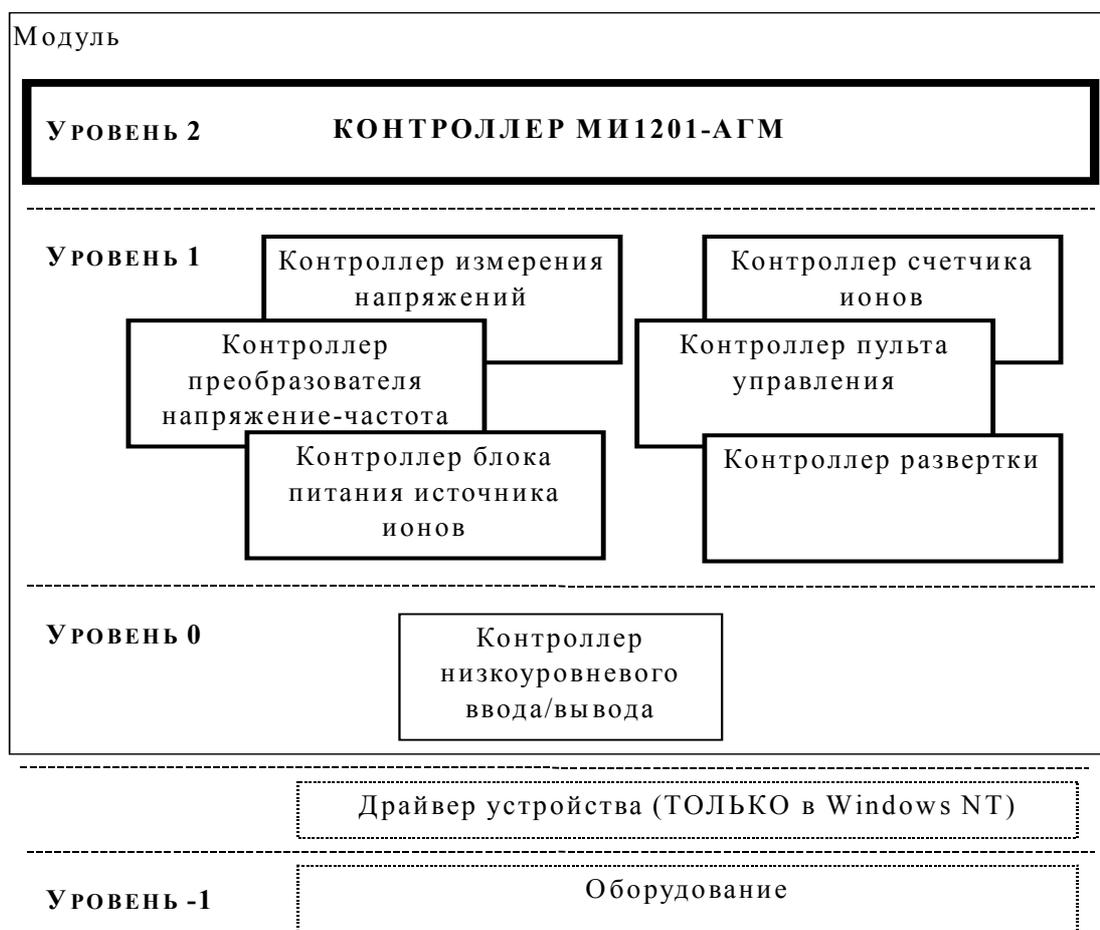


Рис. 9

Модуль автоматически распознает Windows NT и пытается подключиться к драйверу ввода/вывода в порты. При отсутствии драйвера возбуждается ошибка. Для работы в Windows 9x или DOS модуль использует прямой доступ к портам и драйвер не нужен.

**ПРОПУЩЕН НОМЕР ПРЕДЫДУЩЕГО УРОВНЯ: 1. ГЛАВА! ВСТАВЬТЕ ЕГО И НАЖМИТЕ КЛАВИШИ: [CTRL]+A, [F9]. 9. ИСХОДНЫЙ КОД ПРОГРАММНОГО ОБЕСПЕЧЕНИЯ**

Исходный код программного обеспечения предоставляется на дискете. Дискета содержит три папки:

- 1) Папка “Модуль МИ-1201 АГМ” содержит исходный код модуля управления МИ-1201 АГМ (см. п. 3.4.1 и [5]).
- 2) Папка “NT-драйверы для МИ-1201 АГМ” содержит исполняемый и исходный код драйверов для Windows NT (см. [6]).
- 3) Папка “Интерфейс к MathCAD” содержит исполняемый и исходный код интерфейса MathCAD — МИ-1201 АГМ и пример работы в MathCAD (см. пункты 3.6÷3.8).

**ПРОПУЩЕН НОМЕР ПРЕДЫДУЩЕГО УРОВНЯ: 1.1. ПУНКТ! ВСТАВЬТЕ ЕГО И НАЖМИТЕ КЛАВИШИ: [Ctrl]+A, [F9]. 1. ИСХОДНЫЙ КОД МОДУЛЯ**

Исходный код модуля управления МИ-1201 АГМ находится в папке “Модуль МИ-1201 АГМ”. Внутри указанной папки находятся:

- 1) Файл “Программный модуль управления масс-спектрометром МИ-1201 АГМ.zip” — содержит текст инструкции по применению модуля.
- 2) Папка “Win1251” — содержит файлы с исходным кодом модуля.
- 3) Папка “COMMON” — содержит файлы с вспомогательным кодом, используемым модулем.

**ПРОПУЩЕН НОМЕР ПРЕДЫДУЩЕГО УРОВНЯ: 1.1. ПУНКТ! ВСТАВЬТЕ ЕГО И НАЖМИТЕ КЛАВИШИ: [Ctrl]+A, [F9]. 2. КОМПИЛЯЦИЯ КОДА**

Исходный код модуля может быть откомпилирован в двух средах:

- 1) Borland Pascal 7.0 для обычного (real) и защищенного (protected) режимов.
- 2) Borland Delphi 3 ÷ Delphi 5.

Для компиляции в Borland Pascal 7.0 необходимо установить директиву условной компиляции “Seg16” (см. меню Options→ Compiler→ Conditional Defines).

Кроме того, на компиляцию исходного кода модуля оказывают влияние еще несколько директив условной компиляции, перечень директив дан в табл. 3.1.

ПЕРЕЧЕНЬ ДИРЕКТИВ УСЛОВНОЙ КОМПИЛЯЦИИ ИСХОДНОГО КОДА МОДУЛЯ

| Директива | Описание действия                            |
|-----------|--|
| Seg16     | компиляция в Borland Pascal 7.0.             |
| MotorsOff | отключить управление шаговыми двигателями.   |
| Asm       | использовать ассемблерные варианты процедур. |

**ПРОПУЩЕН НОМЕР ПРЕДЫДУЩЕГО УРОВНЯ: 1. ГЛАВА! ВСТАВЬТЕ ЕГО И НАЖМИТЕ КЛАВИШИ: [CTRL]+A, [F9]. 10. ТЕСТИРОВАНИЕ РАБОТОСПОСОБНОСТИ МОДУЛЯ**

Для целей тестирования и демонстрации работоспособности модуля был написан интерфейсный код к пакету MathCAD PRO 6÷7. Причины такого подхода следующие:

- 1) Создание полноценной программы типа стандартной программы AGM требует значительного времени.
- 2) MathCAD обладает простым интерфейсом для подключения внешних модулей и является математическим пакетом, способным обрабатывать данные и отображать их в виде графиков.
- 3) В дальнейшем можно использовать интерфейс к MathCAD для научных целей — получения и обработки масс-спектров в цифровом виде. Стандартная программа не дает такой возможности и не обладает достаточной гибкостью.

Интерфейсный код для MathCAD представляет собой подключаемую библиотеку “MI1201.DLL”. Данная библиотека работает в комплектации MathCAD PRO и совместима с версиями 6 и 7 указанного пакета.

Исходный код интерфейса для MathCAD представляет собой проект Delphi 5 и расположен в папке “Интерфейс к MathCAD\Исходный код”. Откомпилированный и готовый к работе файл “MI1201.DLL” находится в папке “Интерфейс к MathCAD”.

Интерфейсный код а) демонстрирует работоспособность модуля и б) служит примером использования модуля для написания пользовательских программ.

**ПРОПУЩЕН НОМЕР ПРЕДЫДУЩЕГО УРОВНЯ: 1. ГЛАВА! ВСТАВЬТЕ ЕГО И НАЖМИТЕ КЛАВИШИ: [CTRL]+A, [F9]. 11. УСТАНОВКА ИНТЕРФЕЙСА MATHCAD—МИ-1201 АГМ**

Откомпилированный и готовый к работе файл “MI1201.DLL” находится в папке “MathCAD”.

Для установки интерфейсного кода необходимо скопировать “MI1201.DLL” в папку “USEREFI”, расположенную в основной папке пакета MathCAD PRO. Для MathCAD 6 это обычно папка “Диск:\WinMCAD\USEREFI”, а для MathCAD 7 это обычно папка “Диск:\ProgramFiles\MathSoft\MathCAD\USEREFI”.

После того как “MI1201.DLL” скопирован в папку “USEREFI”<sup>1)</sup> в пакете MathCAD становятся доступными дополнительные функции, обеспечивающие управление оборудованием МИ-1201 АГМ и получение данных измерений. Функции и значения их параметров описаны в файле “Описание интерфейса для MI1201 .mcd”, расположенном в папке “Интерфейс к MathCAD\Пример для MathCAD”. Краткий перечень функций приведен в п. 3.8. В папке “Интерфейс к MathCAD\Пример для MathCAD” также имеется файл “Пример.mcd”, в котором приведен работоспособный пример получения масс-спектра в MathCAD.

Несколько неудобной особенностью программного интерфейса пакета MathCAD является невозможность заставить пакет автоматически пересчитать данные по мере поступления их с масс-спектрометра. Обновление данных на экране (графиках) требует нажатия клавиши F9. Причем курсор должен находиться на функции считывания данных с оборудования. Подробнее см. инструкции внутри файла “Пример.mcd”. Некоторые другие особенности управления МИ-1201 АГМ из MathCAD также описаны в файле “Пример.mcd”.

**ПРОПУЩЕН НОМЕР ПРЕДЫДУЩЕГО УРОВНЯ: 1. ГЛАВА! ВСТАВЬТЕ ЕГО И НАЖМИТЕ КЛАВИШИ: [CTRL]+A, [F9]. 12. КРАТКОЕ ОПИСАНИЕ УСТРОЙСТВА ИНТЕРФЕЙСНОГО КОДА MATHCAD—МИ-1201 АГМ**

Интерфейсный код для MathCAD представляет собой подключаемую библиотеку “MI1201.DLL”. Данная библиотека работает в комплектации MathCAD PRO и совместима с версиями 6 и 7 указанного пакета.

Исходный код интерфейса для MathCAD представляет собой проект Delphi 5 и расположен в папке “Интерфейс к MathCAD\Исходный код”. Отком-

---

<sup>1)</sup> ВНИМАНИЕ! Под Windows NT должен быть установлен драйвер, иначе интерфейсный код для MathCAD не работает.

пилированный и готовый к работе файл “MI1201.DLL” находится в папке “Интерфейс к MathCAD”.

При запуске MathCAD подключает “MI1201.DLL”, если библиотека правильно установлена (см. пункт **Текст вывода не может распространяться больше чем на одну строку!**), и может использовать определенные в “MI1201.DLL” функции управления оборудованием для управления оборудованием получения данных масс-спектра.

Функции в компилированном экземпляре “MI1201.DLL” дают полный контроль над параметрами МИ-1201 АГМ, за исключением управления током эмиссии, напряжением ионизации и др. параметрами, связанными с управлением шаговыми двигателями. Причина — несовместимость модуля со стандартной программой АГМ-93. В частности, стандартная программа дает неправильные значения для указанных величин после работы модуля. Последнее связано с тем, что стандартная программа предполагает, что никто кроме нее не управляет шаговыми двигателями.

После рекомпиляции можно получить вариант с доступом и к этим параметрам (но практически эти функции не тестировались), для этого перед компиляцией проекта следует удалить директиву компиляции “MotorsOFF”. При удаленной директиве соответствующие возможности будут прилинкованы и доступны в MathCAD. Не забывайте, что полученный при компиляции “MI1201.DLL” следует поместить в папку “USEREFI” (см. пункт **Текст вывода не может распространяться больше чем на одну строку!**).

Поскольку пакет MathCAD недостаточно приспособлен для задач управления аппаратурой, то реализация интерфейса имеет некоторые особенности и ограничения. Основное ограничение — MathCAD не показывает данные с прибора автоматически по мере поступления, требуется нажимать кнопку для отображения текущих данных.

Считывание масс-спектра возможно в двух вариантах.

- 1) Фоновое — ведется в отдельном фоновом витке (thread) Windows. Данные фонового измерения возвращает функция *msGetBData*.
- 2) Прямое — вызовом функции *msGetData*.

Функция фонового измерения *msGetBData*, пока снятие спектра не окончено, возвращает частичные данные — массив, начало которого заполнено спектром, а остаток — нулями. После завершения снятия спектра он становится полностью доступным внутри MathCAD. Достоинство фонового измерения — MathCAD остается полностью функционирующим (не “замирает”) на время снятия спектра, а это время может измеряться часами в зависимости от диапазона массовых чисел и времени интегрирования сигнала.

**ПРОПУЩЕН НОМЕР ПРЕДЫДУЩЕГО УРОВНЯ: 1. ГЛАВА! ВСТАВЬТЕ ЕГО И НАЖМИТЕ КЛАВИШИ: [CTRL]+A, [F9]. 13. КРАТКОЕ ОПИСАНИЕ ФУНКЦИЙ ИНТЕРФЕЙСА MATHCAD — МИ-1201 АГМ**

Включение (инициализация) интерфейса проходит автоматически при вызове любой из функций, кроме функций преобразований даты и времени. На включение интерфейса требуется около двух минут времени.

Более полно функции интерфейса описаны в файле “Описание интерфейса для MI1201 .mcd” (см. папку “Интерфейс к MathCAD\Пример для MathCAD”). Кроме того в этом же файле даны определения символьных констант для более удобной работы. Для использования определений констант файл “Описание интерфейса для MI1201 .mcd” должен быть “включен” в рабочий документ MathCAD (см., например, “Пример.mcd”).

**ПРОПУЩЕН НОМЕР ПРЕДЫДУЩЕГО УРОВНЯ: 1.1. ПУНКТ! ВСТАВЬТЕ ЕГО И НАЖМИТЕ КЛАВИШИ: [Ctrl]+A, [F9]. 3. Основные функции интерфейса**

***msControl(НомерПараметра, ЗначениеПараметра) =  
УстановленноеЗначениеПараметра***

Управление интерфейсом. Не инициализирует оборудование при вызове, а только влияет на поведение других функций. Устанавливает для параметра интерфейса с номером *НомерПараметра* значение *ЗначениеПараметра*. Возвращает реально установленное значение.

Константы номеров параметров<sup>2)</sup>:

- *pFullMagnetInit* = 22 — управление инициализацией контроллера развертки.  
*ЗначениеПараметра* = 1 - провести полную инициализацию, т.е. изменение поля до верхнего аппаратного предела и определить точный динамический диапазон развертки;  
*ЗначениеПараметра* = 0 - (по умолчанию) быстрая инициализация контроллера развертки.

***msParameter(НомерПараметра, ЗначениеПараметра) =  
УстановленноеЗначениеПараметра***

Устанавливает для параметра масс-спектрометра с номером *НомерПараметра* значение *ЗначениеПараметра*. Возвращает реально установленное значение.

---

<sup>2)</sup> MathCAD 6 оперирует только числами, поэтому приходится использовать их для задания идентификаторов параметров. Однако для удобства в файле “Описание интерфейса для MI1201 .mcd” даны определения символьных констант.

Константы номеров параметров<sup>2)</sup>:

- $pIntegrationTime = 1$  — время интегрирования сигнала в миллисекундах.
- $pClearData = 2$  — очистить данные в буфере фонового измерения.
- $pMeasureType = 3$  — тип фонового измерения:
  - $mtStop = 0$  — остановить фоновое измерение сигнала;
  - $mtSinglePass = 1$  — однократный проход и останов измерения после достижения границы диапазона;
  - $mtRepeatedly = 2$  — непрерывное циклическое измерение с заменой данных. После достижения границы диапазона текущая масса устанавливается на начало диапазона и развертка продолжается;
  - $mtAccumulation = 3$  — непрерывное циклическое измерение с накоплением данных. После достижения границы диапазона текущая масса устанавливается на начало диапазона и развертка продолжается, при этом новые данные суммируются со старыми с использованием времени интегрирования в качестве веса;
  - $mtResume = 4$  — возобновить процесс измерения, после остановки  $mtStop$ .
- $pStepMul = 4$  — множитель шага, позволяет проходить диапазон (не изменяя его) с шагом, равным текущей установке значения шага, умноженной на значение *ЗначениеПараметра*. При *ЗначениеПараметра* = 0 развертка останавливается, но запуск измерения и возврат данных продолжают при постоянном значении массы. Отрицательное *ЗначениеПараметра* приводит к развертке в обратном направлении.
- $pIonizationU = 5$  — напряжение ионизации в ВОЛЬТАХ.
- $pEmissionI = 6$  — ток эмиссии в МИЛЛИАМПЕРАХ.
- $pExtractingU = 7$  — напряжение вытягивающее в УСЛ. ЕДИНИЦАХ.
- $pFocusingU = 8$  — напряжение фокусирующее в УСЛ. ЕДИНИЦАХ.
- $pCorrectionX = 9$  — коррекция X в УСЛ. ЕДИНИЦАХ.
- $pCorrectionZ = 10$  — коррекция Z в УСЛ. ЕДИНИЦАХ.
- $pSEM = 11$  — напряжение на ВЭУ в ВОЛЬТАХ.
- $pPNCinVolts = 12$  — считывание сигнала с ПНЧ в микровольтах. Калибровка ПНЧ проводится автоматически при включении этого параметра.
- $pBIndex = 18$ ,
- $pBCounter = 24$ ,
- $pBMass = 25$  — установка текущего положения на шкале масс для фонового измерения на *ЗначениеПараметра* по номеру точки, по значению счетчика и по значению массы, соответственно. Отрицательное *ЗначениеПараметра* не изменяет ничего, только возвращает текущую позицию для фонового измерения.

$$msMassCalibration(K, M0) = \begin{pmatrix} K \\ M0 \end{pmatrix}$$

Устанавливает соответствие *Масса* ↔ *Счетчик* по формуле  $Масса = M0 + K \cdot Счетчик^2$ .

$$msCounter2Mass(Счетчик) = Масса$$

Возвращает массу, соответствующую значению счетчика.

$$msMass2Counter(Масса) = Счетчик$$

Возвращает значение счетчика, соответствующее значению массы.

$$msRange(МинСчетчик, МахСчетчик, Шаг) = \begin{pmatrix} МинСчетчик \\ МахСчетчик \\ Шаг \\ МахНомерТочки \end{pmatrix}$$

Устанавливает для масс-спектрометра диапазона измерения и шаг по шкале масс в единицах импульсов развертки электромагнита. Примерный диапазон импульсов (10000 .. 700000). Возвращает установленные значения и максимальный номер точки в массиве данных (нумерация точек идет с нуля).

$$msBIndex(x) = Индекс$$

Возвращает текущий номер точки фонового измерения, зависит от установки диапазона, см. *msRange*. Параметр *x* не используется и может быть любым.

$$msBIndex2Mass(Индекс) = Масса$$

Возвращает массу (согласно калибровке) для точки с индексом *Индекс* фонового массива измерений.

$$msBIndex2Counter(Индекс) = Счетчик$$

Возвращает значение счетчика импульсов для точки с индексом *Индекс* фонового массива измерений.

$$msGetBData(n) = \begin{pmatrix} ПНЧ1 & 2 & 3 & 4 & 5 & 6 & ВЭУ & Счетчик & Время \\ \dots & \dots \\ \dots & \dots \end{pmatrix}$$

Возвращает массив данных фонового измерения. При вызове с  $n = 0..9$  возвращает соответствующий столбец матрицы данных, иначе возвращает полный массив данных. Массив организован следующим образом:

- 1) Число колонок равно числу каналов измерения МИ-1201 АГМ плюс один (всего 9 колонок).
- 2) Число строк равно  $1 + (МахСчетчик - МинСчетчик) / Шаг$ , в соответствии с установленным диапазоном, см. *msRange*.

- 3) Первые восемь колонок содержат результаты измерения с соответствующего канала.
- 4) Последняя колонка содержит время интегрирования сигнала для данных (существенна только в режиме аккумуляции данных, в остальных режимах значение в ней равно времени интегрирования одного измерения всегда и для всех точек).

$$msGetData(Масса) = \begin{pmatrix} ПНЧ1 \\ 2 \\ 3 \\ 4 \\ 5 \\ 6 \\ ВЭУ \\ Счетчик \\ Время \end{pmatrix}$$

Проводит измерение для массы *Масса* (согласно калибровке) и возвращает измеренные значения для всех каналов. **ВНИМАНИЕ!** Это функция прямого измерения и при одновременном использовании фонового и прямого измерений магнитное поле будет изменяться хаотически и процесс измерения крайне замедлится. Рекомендуется остановить фоновый процесс измерения при использовании *msGetData*, см. *msParameter* (*pMeasureType*, *mtStop*).

***msValve(n) = n***

Управляет клапанами, если номер  $n = 3..9$  — открыть соответствующий клапан (3 - VE3, 4 - VE4, и т.д.),  $n = -1$  — не изменять состояние клапанов, только вернуть текущее состояние;  $n = 0$  или что-то кроме указанных номеров — все закрыть.

**Пропущен номер предыдущего уровня: 1.1. Пункт! Вставьте его и нажмите клавиши: [Ctrl]+A, [F9]. 4. Вспомогательные функции интерфейса**

***msInfo(Tun) = информация***

Возвращает сведения по прибору и его установкам<sup>3)</sup>. Значения параметра *Tun*:

---

<sup>3)</sup> Всегда в виде массива, даже если возвращается только одно значение.

- $iErrorCode = 13$  — код ошибки аппаратуры (контроллера МИ-1201 АГМ) в виде вектора  $\begin{pmatrix} \text{Код\_ошибки\_МИ\_1201} \\ \text{Номер\_субконтроллера\_с\_ошибкой} \\ \text{Код\_ошибки\_субконтроллера} \end{pmatrix}$ .
- $iMassCalibration = 14$  — калибровка шкалы масс, см.  $msMassCalibration$ .
- $iRange = 15$  — диапазон, см.  $msRange$ .
- $iRangeMax = 20$  — максимально возможный диапазон в единицах счетчика импульсов развертки  $\begin{pmatrix} \text{Нижняя\_граница\_счетчика} \\ \text{Верхняя\_граница\_счетчика} \end{pmatrix}$ .
- $iBDateTime = 16$  — дата и время начала и конца измерения спектра в упакованном виде  $\begin{pmatrix} \text{Дата\_и\_время\_начала} \\ \text{Дата\_и\_время\_окончания} \end{pmatrix}$ .
- $iValve = 17$  — открытый клапан.
- $iBIndex = 18$  — текущий индекс фонового измерения.
- $iPNCinVolts = 12$  — состояние выдачи сигнала с ПНЧ в вольтах.
- $iDateTime = 19$  — текущая дата и время системных часов в упакованном виде.
- $iEquipFlags = 21$  — аппаратные флаги контроллера  $\begin{pmatrix} \text{Ошибка} \\ \text{Перегрузка} \\ \text{Катод\_сгорел} \end{pmatrix}$ .

$$msDecodeDate(\text{ДатаВремя}) = \begin{pmatrix} \text{Год} \\ \text{Месяц} \\ \text{День} \end{pmatrix}$$

$$msDecodeTime(\text{ДатаВремя}) = \begin{pmatrix} \text{Час} \\ \text{Минута} \\ \text{Секунда} \\ \text{Миллисекунда} \end{pmatrix}$$

Декодируют упакованные дату и время в вектора.

$$msDelay(\text{Время\_в\_мс}) = \text{Время\_в\_мс\_реально}$$

Остановка MathCAD на  $\text{Время\_в\_мс}$  миллисекунд, возвращает реальное время задержки по системному таймеру.

**ПРОПУЩЕН НОМЕР ПРЕДЫДУЩЕГО УРОВНЯ: 1. ГЛАВА! ВСТАВЬТЕ ЕГО И НАЖМИТЕ КЛАВИШИ: [CTRL]+A, [F9]. 14. СТЕПЕНЬ ОТЛАЖЕННОСТИ МОДУЛЯ**

Основные процедуры модуля прошли тестирование работоспособности при написании интерфейса MathCAD—МИ-1201 АГМ, исключение составляют:

- 1) Методы управления напряжением ионизации, током эмиссии, напряжением вытягивающим и т.д., связанные с шаговыми двигателями (см. методы  $exDeviceUSet$  модуля).

- 2) Методы сохранения-восстановления состояния контроллера (см. методы *Save* и *Restore* модуля).

Код указанных методов написан, но работоспособность методов не проверялась.

## ЗАКЛЮЧЕНИЕ

1. Проведены тестовые испытания возможности использования ВЭУ в качестве детектора ионного пучка при работе с гексафторидом урана. Для стандартного образца получено удовлетворительное совпадение измеренных изотопных соотношений с аттестованными значениями.
2. Проведено исследование влияния изменения ширины ионного пучка, величины корректирующего напряжения и времени накопления сигнала на чувствительность и разрешающую способность масс-спектрометра при использовании ВЭУ в режиме счета ионов. Показана необходимость индивидуальной настройки прибора для обнаружения малых примесей. Предложен и опробован метод расшифровки масс-спектров, основанный на точной калибровке шкалы масс и использовании пиков углеводородного фона в качестве реперных линий.
3. Для обеспечения простого и надежного управления аппаратным комплексом МИ-1201 АГМ создан программный модуль управления, обеспечивающий работу в ОС Windows 9x/NT и DOS.
4. Для целей тестирования и демонстрации работоспособности модуля управления МИ-1201 АГМ создан интерфейсный код к пакету MathCAD. Это позволяет использовать функции математической обработки данных MathCAD для расшифровки масс-спектров. Модуль управления масс-спектрометром протестирован при снятии масс-спектров, в частности измерения микроконцентраций на уровне  $1 \cdot 10^{-4} \%$ .

Выполненная работа позволяет повысить паспортные характеристики масс-спектрометра (разрешающую способность, чувствительность, в том числе изотопную) за счет использования вторично-электронного умножителя, работающего в режиме счета ионов, настройки прибора на высокие значения разрешающей способности и создания программного обеспечения (модуля управления), дающего предпосылки последующей автоматизации измерений и математической обработки экспериментальных данных.

Дальнейшее совершенствование программно аппаратного обеспечения должно быть связано с автоматизацией работы масс-спектрометра (настройка оптимальных режимов работы, диагностика прибора, планирование экспери-

мента) улучшением работы канала счета числа ионов (расширение динамического диапазона, снижение фона рассеянных ионов).

### СПИСОК ИСПОЛЬЗОВАННЫХ ИСТОЧНИКОВ

1. Электронная и ионная спектроскопия твердых тел / под ред. Л. Фирменса. М.: Мир, 1981. 486с.
2. Каталог сокращенных масс-спектров. Новосибирск: Наука, 1981.
3. Александров О.Е., Атанов В.Е., Калинин Б.А. Разработка методики прямого масс-спектрометрического анализа микропримесей на уровне  $10^{-5}\%$  в технологических газовых смесях: Отчет по научно-исследовательской работе. Екатеринбург: УГТУ, 1999. 21с.
4. Ландау Л.Д., Лифшиц Е.М. Статистическая физика. М.: Наука, 1986. 736с.
5. Программный модуль управления масс-спектрометром *МИ 1201-АГМ*: Инструкция по эксплуатации. Екатеринбург: УГТУ, 2000.
6. Драйвер Windows NT для МИ 1201-АГМ: Инструкция по эксплуатации. Екатеринбург: УГТУ, 2000.

**ЗАВИСИМОСТЬ ЧУВСТВИТЕЛЬНОСТИ И РАЗРЕШАЮЩЕЙ СПОСОБНОСТИ ОТ КОРРЕКТИРУЮЩЕГО НАПРЯЖЕНИЯ**

Таблица

| Корректирующее напряжение, <i>B</i> | Разрешающая способность (50%) | Амплитуда пика, <i>B</i> |
|-------------------------------------|-------------------------------|--------------------------|
| 84                                  | 990                           | 5.49                     |
| 80                                  | 940                           | 4.88                     |
| 75                                  | 990                           | 4.15                     |
| 70                                  | 1070                          | 3.22                     |
| 65                                  | 1240                          | 2.39                     |
| 60                                  | 1440                          | 1.73                     |
| 55                                  | 1630                          | 1.17                     |
| 50                                  | 1880                          | 0.723                    |
| 45                                  | 2100                          | 0.360                    |
| 40                                  | 2250                          | 0.137                    |

## РАССЧИТАННЫЕ МАССЫ ИОНОВ

Таблица

| Массовое число | Ион                                 | $\Delta M, mmi$<br>(1 $mmi = 1 \cdot 10^{-3} a.e.m.$ ) |
|----------------|-------------------------------------|--|
| 272            | $^{234}\text{UF}_2$                 | +37.752  |
|                | $\text{C}_{20}\text{H}_{32}$        | +250.4   |
| 273            | $^{235}\text{UF}_2$                 | +40.73   |
|                | $\text{C}_{20}\text{H}_{33}$        | +258.225   |
| 274            | $^{236}\text{UF}_2$                 | +42.368  |
|                | $\text{C}_{20}\text{H}_{34}$        | +266.05  |
| 276            | $^{238}\text{UF}_2$                 | +47.59   |
| 279            | $^{184}\text{WF}_5$                 | -57.057  |
|                | $\text{C}_7\text{F}_{10}\text{H}_5$ | +23.155  |
|                | $\text{C}_{20}\text{H}_{39}$        | +305.175   |
| 281            | $^{186}\text{WF}_5$                 | -53.628  |
|                | $\text{C}_6\text{F}_{11}$           | -17.567  |
|                | $\text{C}_{20}\text{H}_{41}$        | +320.825   |
| 292            | $^{235}\text{UF}_3$                 | +39.133  |
| 295            | $^{238}\text{UF}_3$                 | +45.993  |
| 311            | $^{235}\text{UF}_4$                 | +37.536  |
| 314            | $^{238}\text{UF}_4$                 | +44.396  |
| 331            | $^{236}\text{UF}_5$                 | +37.577  |