

# ВРЕМЯПРОЛЕТНЫЙ МАСС-СПЕКТРОМЕТР С ГАЗОРАЗРЯДНОЙ ИОНИЗАЦИЕЙ «ЛЮМАС-30»



«Люмас-30» представляет собой новый тип элементного анализатора, предназначенный для прямого анализа монокристаллических, тонкослойных и порошковых материалов: металлов, полупроводников и диэлектриков, а также объектов со смешанной слоистой структурой диэлектрик-металл, металл-полупроводник и диэлектрик-полупроводник (например, коррозионные пленки на поверхности металла).

Путем сочетания газоразрядной системы ионизации и времяпролетного механизма детектирования ионов удалось реализовать высокую эффективность распыления поверхности

пробы, высокую скорость регистрации масс-спектров во всем диапазоне регистрируемых масс и высокую чувствительность для большинства элементов.

## Принцип действия основан на процессах:

- высокоэффективной атомизации анализируемых образцов в результате катодного распыления в импульсном тлеющем разряде как проводящих, так и непроводящих электрический ток твердотельных материалов;
- импульсной ионизации атомов образца в плазме тлеющего разряда как в период свечения, так и в период послесвечения тлеющего разряда, что позволило достичь близких чувствительностей для широкого круга элементов;
- высокоскоростной (до 5000 спектров/с) регистрации времяпролетных спектров.

## Достоинства прибора:

- возможность регистрации большого числа спектров за время распыления одной пробы, что позволяет улучшить отношение сигнал/шум за счет статистического усреднения зарегистрированных спектров;
- прямой анализ твердых проб, включая растворенные в пробах газы с высокоэкономичным расходом рабочего газа и вещества пробы за счет согласования во времени импульсной ионизации с времяпролетной регистрацией масс-спектра, что позволяет существенно снизить пределы обнаружения;
- высокая эффективность распыления и ионизации элементов пробы в импульсном разряде и, как следствие, низкие пределы обнаружения (50-200 ppb);
- большой динамический диапазон определяемых содержаний элементов (до 7 порядков величины), что на 2-3 порядка лучше пределов обнаружения других методов прямого анализа твердых проб;
- высокоэффективное подавление газовых компонент за счет временной дискриминации и использования водорода, как реакционного газа;
- широкий круг анализируемых объектов, включающий в себя, кроме металлов, диэлектрики и полупроводники. Эта возможность обеспечивается использованием коротких (1-80 мкс) импульсов разрядного тока, позволяющих распылять непроводящие и слабопроводящие электрический ток материалы;
- возможность прямого масс-спектрального анализа послойных неоднородностей самых разнообразных объектов (с послойным разрешением около 3 нм);
- возможность прямого масс-спектрального анализа многослойных тонкопленочных покрытий;
- отсутствие растворения в процедуре пробоподготовки.

## Анализируемые объекты:

- металлы;
- полупроводниковые материалы;
- диэлектрики;
- объекты со смешанной слоистой структурой диэлектрик-металл, металл-полупроводник и диэлектрик-полупроводник (например, коррозионные пленки на поверхности металла);
- порошковые пробы.

## Основные особенности «Люмас-30»

### Импульсный разряд

Импульсный тлеющий разряд формируется последовательностью коротких импульсов напряжения и, как и радиочастотный разряд, может быть применен к прямому анализу как проводящих, так и непроводящих проб. Характерная длительность импульсов такого типа разряда лежит в диапазоне от нескольких микросекунд до нескольких миллисекунд. Тлеющий разряд постоянного тока, как правило, потребляет мощность порядка 1-4 Вт, радиочастотный разряд — порядка 20-50 Вт, что дает сигнал примерно той же интенсивности по порядку величины, что и разряд постоянного тока при меньшем потреблении энергии. В импульсном же разряде мгновенная мощность может достигать нескольких киловатт, и скорость распыления пробы в течение импульса примерно на два порядка больше, чем в разряде постоянного тока. Такая большая мощность приводит к увеличению сигнала на 1-4 порядка при использовании импульсного тлеющего разряда по сравнению с разрядом постоянного тока.

### Полый катод

Существует два основных типа источников с тлеющим разрядом, применяемых для анализа твердотельных образцов: тлеющий разряд с плоским катодом (разряд Гримма) и тлеющий разряд в полой катодке. По сравнению с разрядом Гримма в разряде с полой катодкой реализуются более высокая скорость распыления пробы и ионизация распыленных атомов. Как следствие, разряд в полой катодке отличается более низкими пределами обнаружения. Импульсный разряд в полой катодке позволяет еще более увеличить скорости распыления и ионизации и, кроме того, подавить за счет временной дискриминации газовые компоненты, мешающие определению ряда элементов.

### Времяпролетный масс-спектрометр

Из масс-спектральных систем наиболее приспособленным для работы с импульсными источниками ионов является времяпролетный масс-спектрометр, поскольку в данном случае реализуется наибольшая эффективность детектирования ионов.

## Несколько примеров элементного анализа, выполненного на «ЛЮМАС-30»

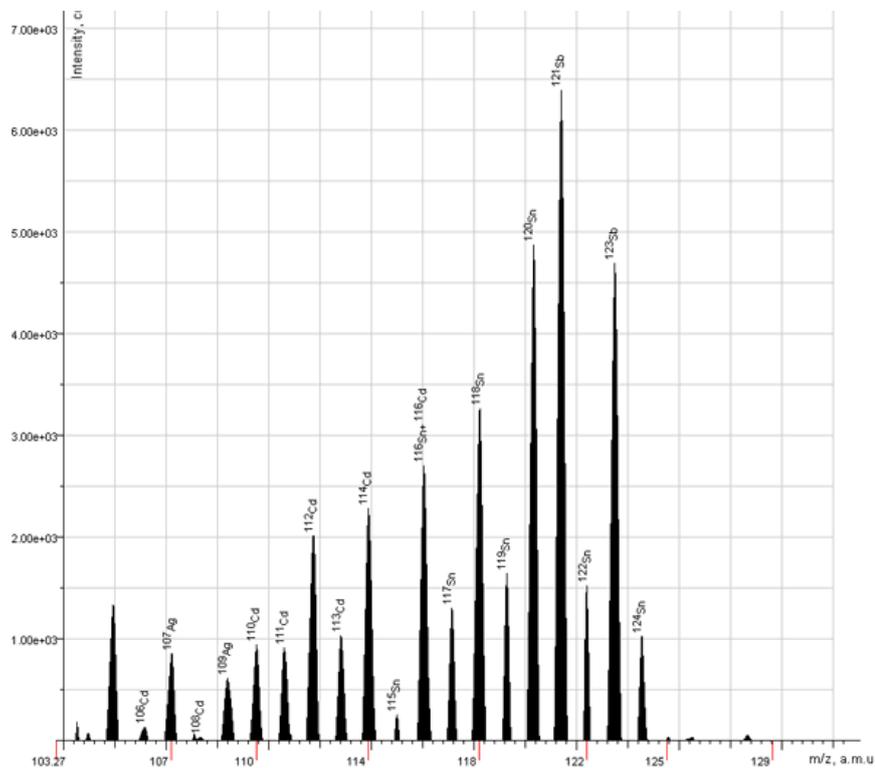
### 1. АНАЛИЗ ПРИМЕСЕЙ В ЭЛЕКТРОДНОЙ МЕДИ

Градуировка по Государственным Стандартным Образцам меди ГСО № 945 и ГСО № 9410.

Параметры: Рсмеси= 2,5 тор (Состав смеси: Ag - 70%, He - 29%, H - 1%)

Общее количество спектров - 1000000

Время анализа - 5 мин.

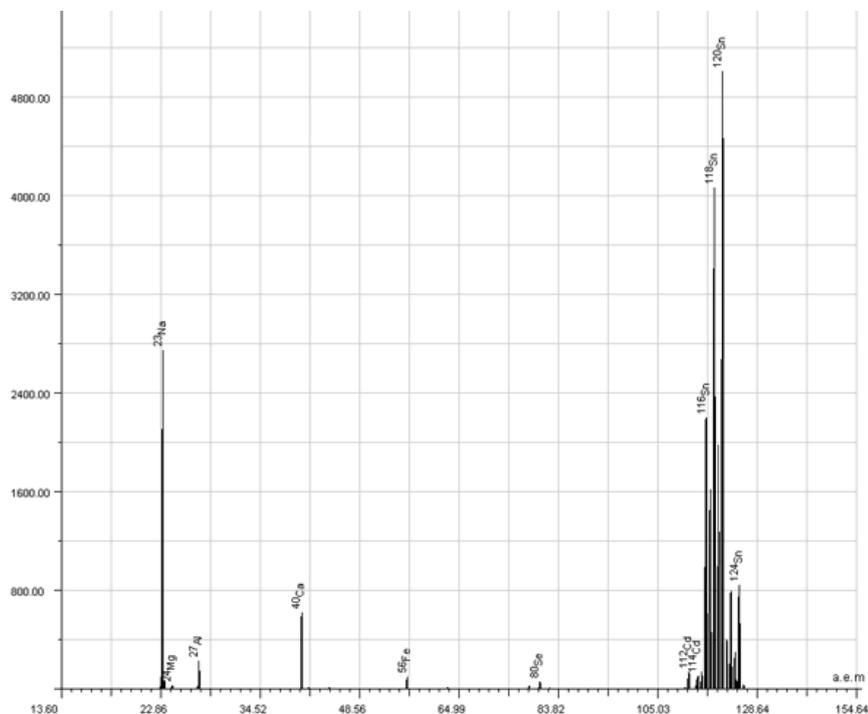


Спектр стандартного образца меди № 9410 (массы с 61 по 65 вырезаны).

**Известная и измеренная концентрация ряда элементов в пробах меди, ppm**

Элемент	Сертифицированное содержание	Содержание, измеренное с помощью анализатора Люмас-30
Ag	7,9	8±1
As	0,4	< 1
Bi	0,8	0,6±0,2
Cd	0,4	< 0,5
Co	0,8	0,7±0,2
Cr	3	2,3±0,3
Fe	1,4	2,1±0,3
Mn	0,6	0,5±0,2
Ni	1,9	1,5±0,3
P	0,7	0,5±0,3
Pb	3,4	3,4±0,5
S	7	10±2
Sb	2,2	2,5±0,4
Se	0,9	< 1,5
Si	0,7	< 1
Sn	0,8	< 0,7
Te	1	1,7±0,7

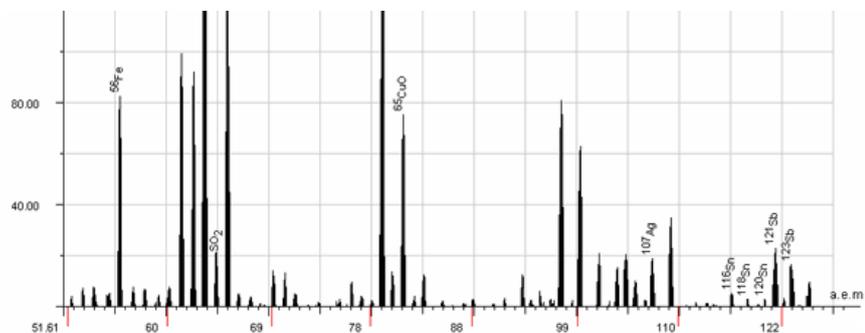
Как видно из приведенной таблицы, «Люмас-30» позволяет получить правильные результаты при концентрациях различных элементов в меди на уровне ppm.



В этом спектре хорошо виден трудноопределяемый в масс-спектрометрии кальций.

Известная и измеренная концентрация ряда элементов в пробах свинца, ppm

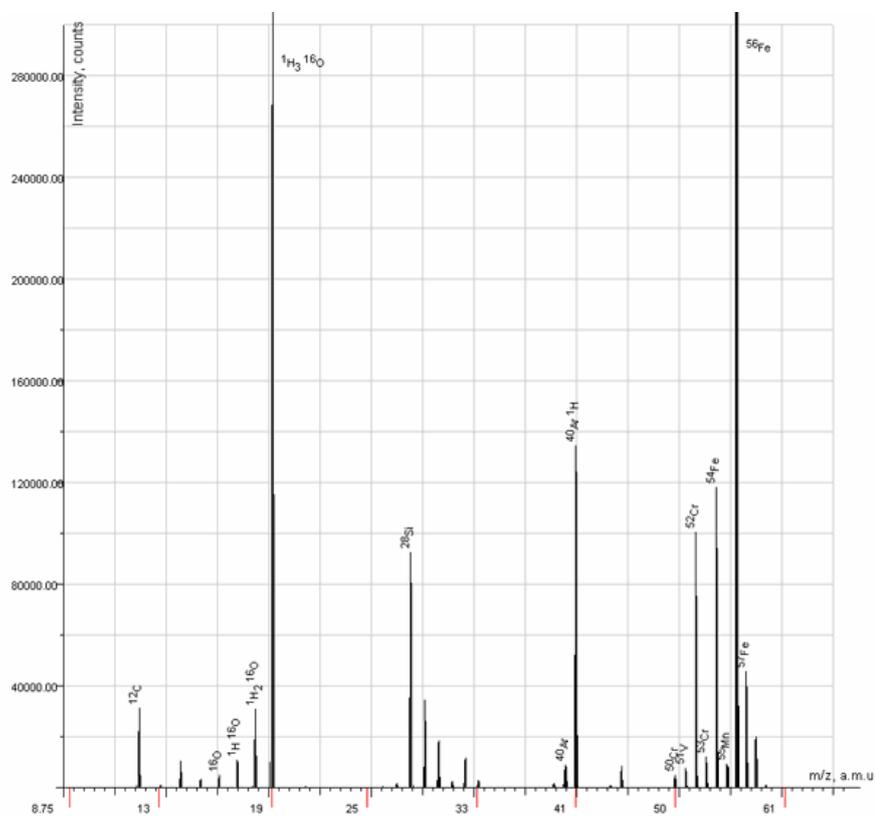
Элемент	Проба N 4		Проба N 5	
	Концентрация в пробе	Измеренная концентрация	Концентрация в пробе	Измеренная концентрация
Ag	5	4,2±0,6	300	287±20
Cu	80	75±8	40	44±6
Sn	4	4,5±0,8	55	52±7
As	2	3,2±0,7	220	290±25
Sb	5	3,5±0,7	1250	1240±60
Cd	280	220±20	25	23±4
Te	5	5,5±1	80	74±8
Fe	20	20,5±3	17	18±2
Zn	12	13±2	0,4	0,5±0,3
Se	10	10±2	7	9±2



Пример анализа диэлектрической пробы с высоким содержанием свинца, алюминия и кислорода

Элемент	Al	Fe	Cu	Pb
Содержание, %	24	2	0,3	50

#### 4. АНАЛИЗ ЧУГУНА И СТАЛИ

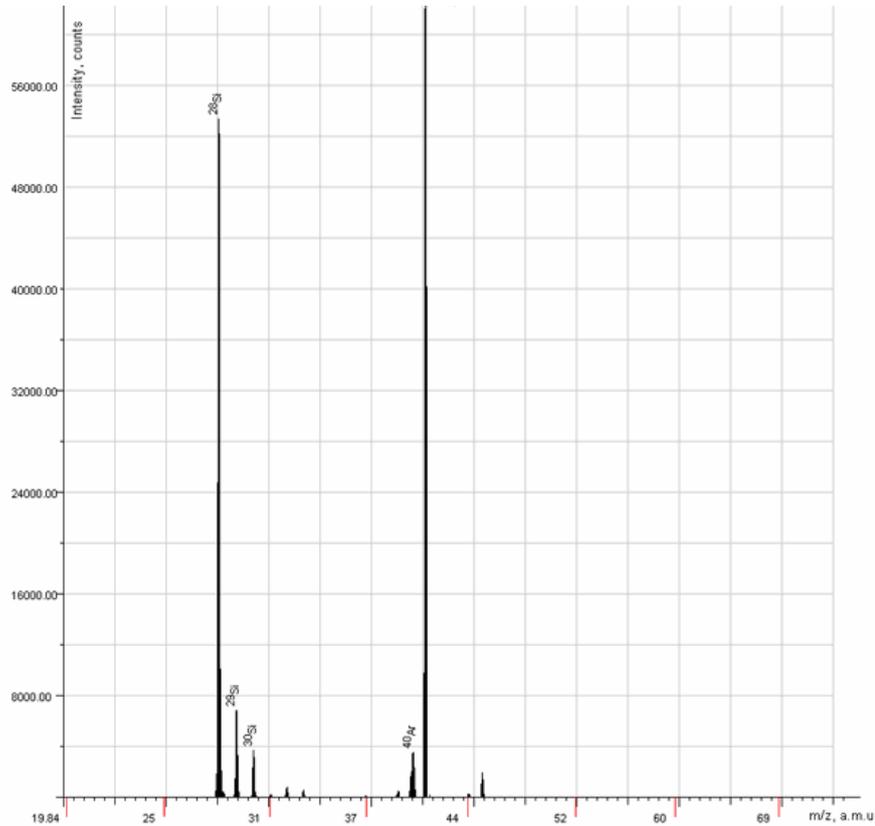


Спектр стали 8Х6НФТ. Время анализа 3 мин.

Известная и измеренная концентрация ряда элементов в пробах стали

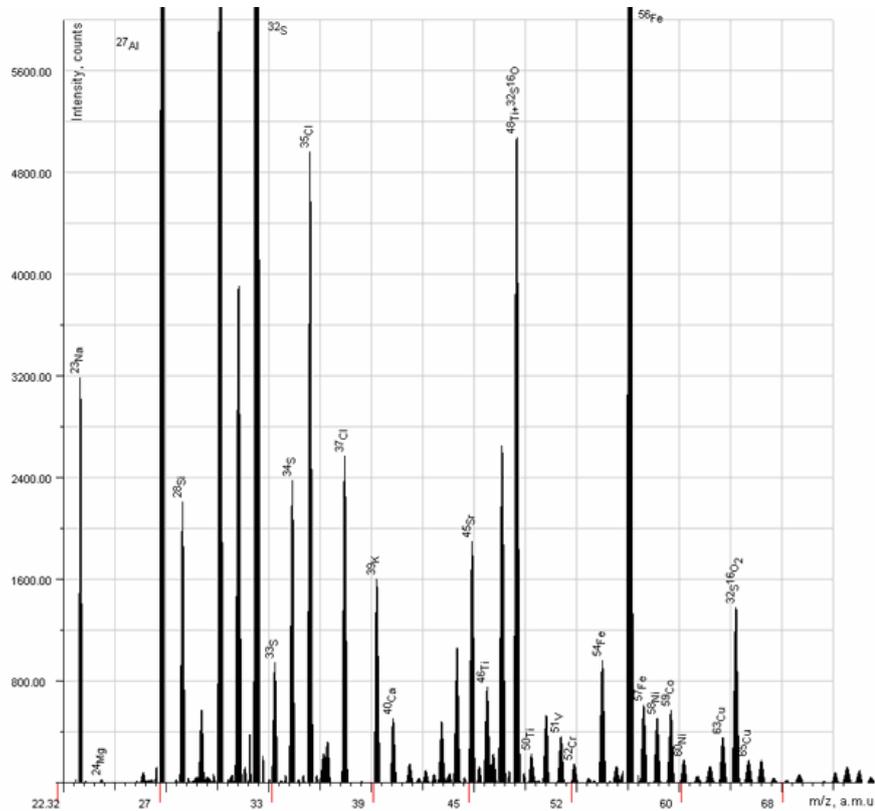
Элемент	8Х6НФТ плавка №50178	
	Данные ОАО "ГМЗ", %	Концентрация, %
Si	0,270	0,3045±0,0545
P	0,026	0,0280±0,0045
S	0,026	0,0160±0,0040
Cr	5,500	4,4900±0,4600
Mn	0,400	0,2140±0,0420
Cu	0,160	0,1860±0,0180

## 5. АНАЛИЗ СОСТАВА ОБРАЗЦА КРЕМНИЯ



Спектр кремния

## 6. АНАЛИЗ ГЕОЛОГИЧЕСКИХ ПРОБ



Пирит  $\text{FeS}_2$

Приведенные примеры элементного анализа на времяпролетном масс-спектрометре ЛЮМАС-30 демонстрируют его возможности анализа электропроводящих материалов, металлов и металлических сплавов, на примере Cu, Pb, Pb-Sb, Fe, полупроводниковых материалов на примере Si и материалов изоляторов на примере застеклованного шлака. Во всех случаях в масс-спектрах наблюдалось соблюдение изотопных соотношений для химических элементов.

Включение прибора и выход на рабочий режим осуществляется автоматически. Исследуемый образец может помещаться в прибор двумя способами. В одном варианте образец изготавливается в форме диска диаметром 10 мм и толщиной 3-6 мм. Он может быть сплошным или спрессованным в таблетку порошком. Образец укрепляется в качестве дна полого катода, изготовленного из особо чистого Mo, Nb или другого металла. В другом варианте в случае сплошного материала образец вытачивается в качестве полого катода.

В разрядную камеру, где укреплен образец, подается балластный газ Ar или смесь Ar, He и H. За счет разницы давлений в разрядной камере и зоне дифференциальной откачки образующиеся ионы пробы вместе с балластным газом через отверстие в сэмплере попадают в зону дифференциальной откачки, а затем в ортогональную ионному пучку пролетную трубу с выталкивающими сетками. В качестве детектора используются две микроканальные пластины.

Разработанный интерфейс прибора позволяет оперативно производить замену образцов, используя устройство быстросъемного держателя образца. После установки образца в течение 5 минут происходит откачка шлюза, после чего прибор готов к измерениям. Оператор выбирает время экспозиции в зависимости от требований к точности замера и переходит в режим измерения.

Полученная информация протоколируется и архивируется.

Для смены образца необходимо перекрыть шлюзовую камеру, извлечь держатель и заменить образец. Для градуировки прибора используются соответствующие Государственные Стандартные Образцы (ГСО). Режим управления прибором и обработка и протоколирование результатов изображаются на дисплее монитора.

#### **Режим управления и регистрации:**

- автоматическая регистрация и обработка спектров со скоростью до 5000 спектров/с;
- автоматическое индентифицирование пиков по встроенной базе данных;
- графическое отображение состояния вакуумных агрегатов;
- автоматическое поддержание заданного давления в ионном источнике;
- мониторинг уровня давления по трем манометрам одновременно;
- графический контроль амплитуды 8 пиков в реальном масштабе времени;
- системная установка номиналов питания и регистрации спектров.

#### **Режим обработки и протоколирования:**

- графический выбор набора контролируемых элементов;
- автоматическая обработка результатов измерения концентраций по известным калибровочным кривым;
- автоматическое протоколирование и запись результатов эксперимента;
- возможность пополнения базы данных.

### **ОБЛАСТИ ПРИМЕНЕНИЯ**

#### **Атомная промышленность:**

Элементный и изотопный анализ радионуклидов, продуктов распада, отходов переработки ядерного топлива.

#### **Медицина, физика, светотехника, электроника, научные исследования:**

Изотопный анализ при производстве изотопно-чистых материалов.

#### **Микроэлектроника:**

Анализ сверхмалых содержаний примесей в полупроводниковых материалах (Si, Ge, AsGa...).

#### **Производство особо чистых материалов:**

Элементный анализ содержания примесей при производстве металлов, оптических стекол, оптоволокон, сплавов, напыленных поверхностей.

#### **Металлургия, нефтехимия:**

Элементный анализ при производстве сплавов цветных металлов и сталей специального назначения с нормируемым содержанием микропримесей (в том числе газообразных).

#### **Химия, микроэлектроника, оптика:**

Химический синтез слоистых структур для производства полупроводниковых, оптоволоконных и каталитических материалов.

### **РЕКОМЕНДУЕМЫЙ КОМПЛЕКТ ПОСТАВКИ**

- масс-спектрометр «Люмас-30»;
- программный комплекс Lumas;
- комплект вспомогательных катодов – 10 шт.;
- запасное кварцевое стекло;
- стандартный образец меди N 9410 (для поверки);
- персональный компьютер (с установленной ОС Windows XP).

### **УСЛОВИЯ УСТАНОВКИ**

- система производится под заказ в течение 6 месяцев.

### **СЕРВИС**

- консультации, комплектация под задачи клиента;
- пусконаладка и обучение персонала;
- сервисное обслуживание.

Балластный газ	Ar или Ar+H <sub>2</sub>
Вакуумная система	"Сухой" форвакуумный насос и 2 турбомолекулярных насоса (250 л/мин и 70 л/мин)
Время анализа одной пробы	3-25 мин
Время выхода на рабочий режим при первичном включении	30 мин
Диапазон измеряемых масс	1-400 а.е.м.
Динамический диапазон	8 порядков
Питание	200 В
Погрешность определения	2-7 %
Послойное разрешение	3 нм
Потребляемая мощность	1100 ВА
Пределы обнаружения	20-50 ppb
Расход балластного газа	1 баллон (40 л) в год
Количество одновременно определяемых за один аналитический цикл элементов	не ограничено

По вопросам продаж и поддержки обращайтесь:

Волгоград (844)278-03-48, Воронеж (473)204-51-73, Екатеринбург (343)384-55-89, Казань (843)206-01-48, Краснодар (861)203-40-90, Красноярск (391)204-63-61, Москва (495)268-04-70, Нижний Новгород (831)429-08-12, Новосибирск (383)227-86-73, Ростов-на-Дону (863)308-18-15, Самара (846)206-03-16, Санкт-Петербург (812)309-46-40, Саратов (845)249-38-78, Уфа (347)229-48-12

Единый адрес: [umx@nt-rt.ru](mailto:umx@nt-rt.ru)

[www.lumex.nt-rt.ru](http://www.lumex.nt-rt.ru)