

Министерство образования и науки Российской Федерации  
ФЕДЕРАЛЬНОЕ ГОСУДАРСТВЕННОЕ БЮДЖЕТНОЕ  
ОБРАЗОВАТЕЛЬНОЕ УЧРЕЖДЕНИЕ ВЫСШЕГО ОБРАЗОВАНИЯ  
«САРАТОВСКИЙ НАЦИОНАЛЬНЫЙ ИССЛЕДОВАТЕЛЬСКИЙ  
ГОСУДАРСТВЕННЫЙ УНИВЕРСИТЕТ  
ИМЕНИ Н.Г. ЧЕРНЫШЕВСКОГО

Кафедра материаловедения,  
технологии и управления качеством

**ИДЕНТИФИКАЦИЯ ПИКОВ ХИМИЧЕСКИХ СОЕДИНЕНИЙ В МЕТОДЕ  
ВТОРИЧНО ИОННОЙ МАСС-СПЕКТРОМЕТРИИ**

**АВТОРЕФЕРАТ БАКАЛАВРСКОЙ РАБОТЫ**

студента 4 курса 421 группы  
направления 22.03.01 «Материаловедение и технологии материалов»,  
факультета нано- и биомедицинских технологий

Хохлова Александра Александровича

Научный руководитель,

профессор, д.т.н.

\_\_\_\_\_

должность, уч. ст., уч. зв.

\_\_\_\_\_

личная подпись, дата

А.А. Аникин

\_\_\_\_\_

инициалы, фамилия

Зав. кафедрой,

профессор, д.ф.-м.н.

\_\_\_\_\_

должность, уч. ст., уч. зв.

\_\_\_\_\_

личная подпись, дата

С.Б. Вениг

\_\_\_\_\_

инициалы, фамилия

Саратов 2017

**Введение.** Получение модифицированных материалов с заданными свойствами можно назвать одной из самых важных проблем современного мира, особенно это касается объемно-промышленных железоуглеродистых сплавов – чугунов и сталей. Значительно помочь в решении этой проблемы могут использование новых модификаторов – редкоземельных металлов и совершенствование применения метода вторично-ионной масс-спектрометрии для анализа и контроля концентрационных неоднородностей, возникающих в процессе модифицирования. Использование масс-спектрометрических установок с ионным зондом с малым разрешением по массовым числам и большим диаметром первичного ионного пучка, наряду с применением масс-спектрометров с высокой разрешающей способностью (например, TOF.SIMS 5), позволяет получать необходимые результаты об особенностях концентрационных неоднородностей и их контроля в процессе получения материалов. Создание картотеки эталонных образцов и их масс-спектров, расшифрованных с использованием других методов (растровая электронная микроскопия, атомно-силовая микроскопия, рентгеновский флуоресцентный анализ и др.), даст возможность обосновать процессы получения новых свойств материалов и контролировать технологические процессы их производства.

Масс-спектрометрия – это физический метод измерения отношения массы заряженных частиц материи (ионов) к их заряду. На сегодняшний день этот метод используется в многочисленных лабораториях и предприятиях мира, в своей основе имеет фундаментальные знания природы вещества и использует основополагающие физические принципы явлений. Используемые в этом методе приборы называются масс-спектрометры или масс-спектрометрические детекторы. Данные приборы взаимодействуют с материальным веществом. Изотопный состав молекул и изотопный состав атомов устанавливается масс-спектрометрами. Масс-спектрометрия значительно отличается от иных аналитических физико-математических методов тем, что масс-спектрометрия связана с самими

частицами вещества, а рентгеновские, оптические и некоторые другие методы детектируют поглощение и излучение энергии молекулами или атомами. Масс-спектрометрия измеряет массы частиц вещества, а точнее соотношение массы к заряду.

Цель настоящей работы – исследование модифицированного железоуглеродистого сплава и создание способа его контроля с использованием метода вторично ионной масс-спектрометрии.

Задачами бакалаврской работы являлись:

- Идентификация пиков химических соединений модифицированного сплава чугуна и иттрия методом ВИМС.
- Определение химического соединения за счет токов вторичных ионов.

## Основное содержание работы

**Принцип и возможности метода ВИМС.** Вторично-ионная масс-спектрометрия является одним из физических методов исследования поверхности твердых тел. Образец анализируется в условиях высокого вакуума. Происходит бомбардировка образца пучком первичных ионов с энергией 0.1-100 кэВ. Происходит столкновение с поверхностью, при котором вторичные частицы выбиваются первичными ионами. Часть из этих вторичных частиц (как правило, менее 5%) покидает поверхность, находясь в ионизированном состоянии. Эти ионы фокусируются и попадают в масс-анализатор, в нем происходит разделение ионов в соответствии с отношением их массы к заряду. Следом эти ионы попадают на детектор, где осуществляется фиксация интенсивности тока вторичных ионов и подача информации на ЭВМ.

Перечень уникальных возможностей относится на счет вторично-ионной масс-спектрометрии:

1. любые твердые вещества (металлы и сплавы, полупроводники, диэлектрики) подвергаются анализу без необходимости какой-либо специальной подготовки;
2. регистрируются все элементы от водорода до трансураниевых;
3. не требуются дополнительные усилия при регистрации изотопов;
4. осуществляется идентификация отдельных элементов, а также их химических соединений;

Однако, вторично-ионная масс-спектрометрия не обходится без недостатков, которые выражаются в:

1. трудности дать точное количественное определение элементного состава образца. Она вызвана зависимостью вероятности ионизации частиц от их окружения;
2. образец, который мы исследуем, получает разрушающее воздействие от пучка первичных ионов. Результатом этого становятся

возникающие эффекты, которые связаны с перемешиванием и сегрегацией элементов на поверхности[1].

**Идентификация пиков химических соединений.** В качестве примера исследовалось распределение остаточного иттрия по объему иттриевого чугуна состава: 3,9% С; 2,6% Si; 0,42% Mn; 0,08% P; 0,02% S; 0,05-0,45% Y<sub>ВВ</sub>, полученного в высокочастотной индукционной печи марки ИСТ-040, и измеряют токи вторичных ионов для пиков с массовыми числами 89 (Y) и 90. Были взяты 3 образца чугуна с разным введенным количеством модификатора иттрия (0,05%, 0,2%, 0,45%). Для решения поставленной задачи использовали экспериментальную масс-спектрометрическую установку с ионным зондом созданную в НИИМФ СГУ и состоящую из масс-спектрометра МИ-1305 и универсальной приставки, включающей ионную пушку и камеру мишени[2].

**Определение химического соединения.** Целью изобретения является повышение точности, упрощение анализа и контроль качества изготовленного образца.

Заданную цель можно достичь тем, что придерживаясь способа идентификации циклов химических соединений элементов в масс-спектрометрии вторичных ионной эмиссии, способ включает в себя облучение поверхности образца пучком первичных ионов и регистрацию масс-спектров вторичных ионов. Осуществляется ввод различных заданных количеств исследуемого элемента в некоторое количество одинаковых образцов. Далее идет проведение дополнительного масс-спектрометрического анализа указанных образцов и суждение по отношению измеренных ионных токов о наличии или отсутствии химического соединения исследуемого элемента в образце по соотношениям:

$$\frac{J_{эл}}{J_x} = const, \quad (1)$$

$$\frac{J_{эл}}{J_x} = f(\alpha), \quad (2)$$

соответственно,

где  $J_{эл}$  – ток вторичных ионов исследуемого элемента,

$J_x$  – ток вторичных ионов химического соединения,

$\alpha$  – концентрация исследуемого элемента.

Данный способ базируется на одинаковом виде зависимости тока вторичных ионов исследуемого элемента, также и его химического соединения от количества этого элемента, который содержится в образце, поэтому обязательно должно оставаться постоянным отношение соответствующих ионных токов для разных концентраций этого элемента[3,4].

В случае, если регистрируемые вторичные ионы выбиты из молекул, не содержащих исследуемый элемент, зависимость токов этих ионов от концентрации  $\alpha$  исследуемого элемента будет отличаться от зависимости для исследуемого элемента, и значит, отношение данных токов будет представлять из себя функцию концентрации  $\alpha$ .

Определение наличия химических соединений водорода с иттрием в чугунах, модифицированных иттрием, может служить примером конкретного исполнения.  $YH$ ,  $YH_2$ ,  $YH_3$  являются химически возможными соединениями иттрия с водой. Соединение  $YH$  и соединение  $Fe(OH)_2$  имеют одинаковое массовое число равное 90. В связи с этим нужный пик в масс-спектре может быть обусловлен как соединением  $YH$ , так и соединением  $Fe(OH)_2$ , причем нет возможности определить непосредственно по масс-спектру, какому конкретно соединению данный пик соответствует. Решить этот вопрос становится возможным применяя предлагаемый способ.

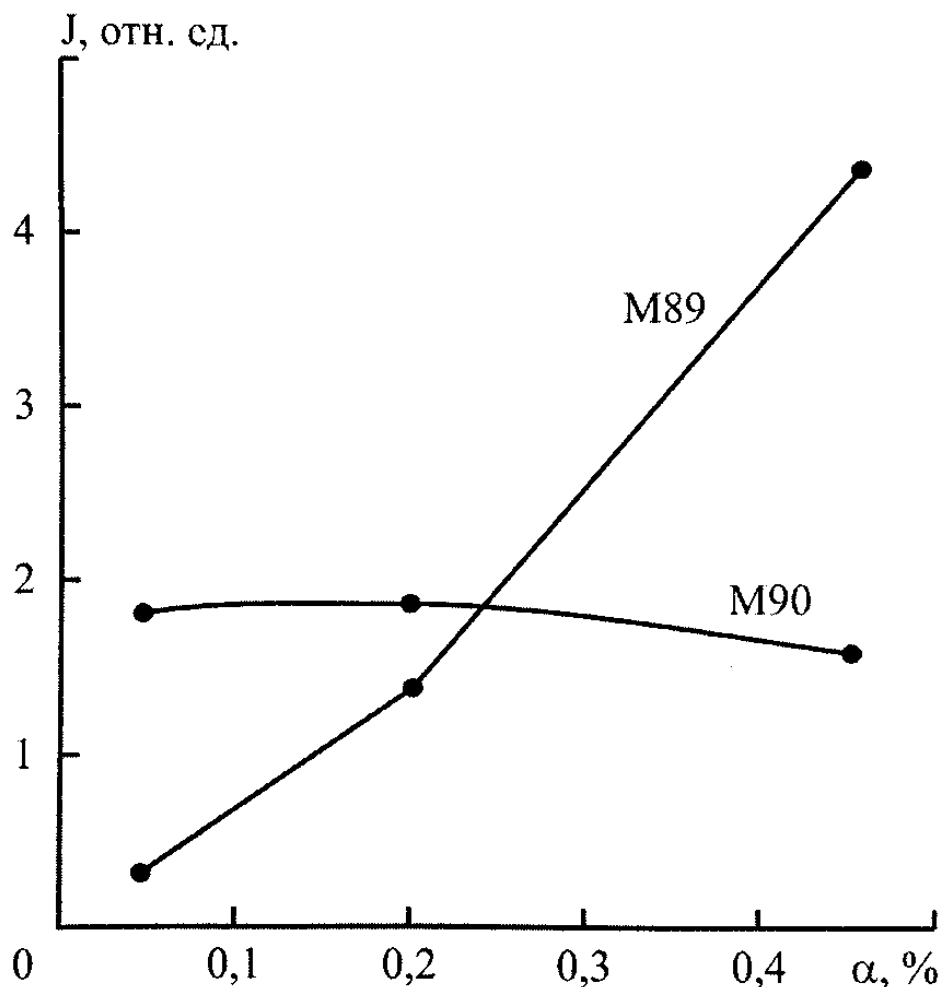


Рисунок 1 – Интенсивность вторичный ионов

На рисунке видно, что функция концентрации введенного иттрия и есть соотношение токов. Пик с массой 89 является чистым веществом иттрий. А значит пик с массовым числом 90 соответствует химическому соединению, в которое не включает нужный исследуемый элемент – иттрий, то есть соединению  $Fe(OH)_2$ . Соответствующий вывод был сделан и по соединениям  $YN_2$  и  $YN_3$ .

Как вывод можно отметить, что в модифицированном иттрием чугуна нет соединений иттрия с водородом, а также соединениями железа с кислородом и водородом обусловлены пики в масс-спектре.

**Заключение.** Модифицированный чугун – чугун, который получается путем введения в состав жидкого серого чугуна модификаторов. Модификация чугуна такими модификаторами как графитизирующий,

стабилизирующий и комплексный проводится с целью улучшения структуры и свойств чугуна. Эффект введение таких модификаторов как иттрий – образование выделений графита округлой формы. Шаровидные выделения графита в наименьшей степени ослабляют металлическую матрицу, благодаря чему повышаются механические свойства чугуна, который имеет перлитную или бейнитную структуру, приближая его свойства к свойствам углеродистых сталей: возрастание прочности, пластичности и вязкости материала.

В процессе производственной преддипломной практики было определено, что предлагаемый способ эффективен и эффективность – это возможность прямо определить химическое соединение, которое соответствует исследуемому пику, при условии возможного наличия обусловленности данного пика двумя или более химическими элементами, которые в свою очередь имеют одинаковое массовое число. Этот способ применим всегда, при условии, что есть возможность подготовки образцов с различной концентрацией исследуемого элемента. Выбор исследуемого элемента не представляет затруднений, для него проводится сравнение формул возможных химических соединений, которые имеют одинаковое массовое число, которое в свою очередь соответствует исследуемому пику. При наличии точного знания о том, какое из возможных химических соединений на самом деле образуется в исследуемом образце, открывается возможность уточнения теории кристаллизации и, следовательно, технологии получения новых высококачественных материалов, например высокопрочных чугунов, при внедрении которых в промышленность выражается значительным экономическим эффектом.



## СПИСОК ИСПОЛЬЗОВАННЫХ ИСТОЧНИКОВ

- 1 Брандон, Д., Микроструктура материалов. Метод исследования и контроля / Д. Брандон, В. Каплан // М. : Техносфера, 2006. 384 с.
- 2 Аникин, А. А. Иттриевый чугун / А. А. Аникин. М. : Машиностроение, 1976. 94 с.
- 3 Мамонтов, Е. В., Времяпролетный масс-спектрометр / Е. В. Мамонтов // Вестник РГРТУ. 2008. № 23. С. 12-18.
- 4 Черепин, В. Т. Методы и приборы для анализа поверхности материалов: Справочник / В. Т. Черепин, М. А. Васильев // Киев : Наук. Думка, 1982. 400 с.