

Портативный масс-спектрометр МС7-200 для определения состава свободного газа гидротермальных систем в полевых условиях

Ю.А. Титов¹, А.А. Нуждаев², А.Г. Кузьмин¹, Ю.Д. Кузьмин³

¹Институт аналитического приборостроения РАН, Санкт-Петербург, 190103;
e-mail: titov.uriy@gmail.com

²Институт вулканологии и сейсмологии ДВО РАН, Петропавловск-Камчатский

³Камчатский филиал ФИЦ Единой геофизической службы РАН, Петропавловск-Камчатский

Введение

Для газового анализа в полевых условиях, как правило, используются различные газовые сенсоры, портативные хроматографы, портативные спектрометры или масс-спектрометры. Газовые сенсоры отличаются простотой в использовании и обработке полученных данных, однако при анализе многокомпонентных газовых смесей требуется большое количество селективных датчиков, что усложняет получение и обработку данных, а также ведёт к росту стоимости всего измерительного комплекса. При использовании газовых хроматографов для многокомпонентного анализа газовых смесей необходимо использовать различные сорбционные колонки, а также различные газы-носители, что, в свою очередь, увеличивает размеры и вес прибора и делает практически невозможным использование его в полевых условиях. Портативные спектрометры позволяют произвести качественный анализ газовой смеси, но при этом дают большую погрешность в количественном определении отдельных компонент.

Для качественного и количественного анализа газовых проб в Институте аналитического приборостроения РАН (ИАП РАН) был разработан портативный квадрупольный масс-спектрометр МС7-200 [3]. Прибор позволяет измерять концентрации компонентов дыхания человека и животных и производить их идентификацию в режиме реального времени (в процессе дыхательного цикла), оперативно оценивать экологическое состояние окружающей среды, производить контроль газыделения и динамики состава газов в технологических процессах, на производстве и в природных процессах [1, 2].

При участии Камчатского филиала Геофизической службы РАН (КФГС РАН) и Института вулканологии и сейсмологии ДВО РАН (ИВиС РАН) были проведены испытания разработанного масс-спектрометра в полевых и лабораторных условиях, показана возможность его применения на различных природных объектах [4].

Оборудование

Квадрупольный масс-спектрометр имеет прямую капиллярную систему ввода пробы непосредственно при атмосферном давлении. Ионизация газовой пробы реализована в источнике с электронным ударом. В первом варианте масс-спектрометра вакуумная откачка была выполнена на базе диффузионного насоса с воздушным охлаждением и пластинчато-роторного форвакуумного насоса. Диапазон регистрируемых масс был от 1 до 100 аеи. Разрешение – 1 аеи. Вес прибора составлял около 25 кг.

В результате оптимизации и модернизации конструкции масс-спектрометра, в 2019 г. был разработан новый прибор, наиболее подходящий для полевых работ, где так же использован компактный квадрупольный масс-спектрометр с капиллярной системой ввода, а для вакуумной откачки были использованы турбомолекулярный и мембранный вакуумные насосы. Габариты прибора 550×160×250 мм, вес снизился до 15 кг.

Методика

В 2008 году первая версия портативного масс-спектрометра (на данный момент списан) была разработана и поставлена в КФГС РАН, где под руководством Ю.Д. Кузьмина проводились полевые испытания данного прибора. Работы, начатые в 2008 году, показали работоспособность данного метода исследования в походных условиях.

Апробация данного масс-спектрометра проводилась на Паратунской, Малкинской, Паужетской, Кошелевской, Кеткенской гидротермальных системах, а также на вулкане Мутновский и на Толбачинских конусах в 2008-2009 гг.

Отбор газовых проб производился капиллярной системой прибора непосредственно на устьях фумарол и парогазовых струй, а также исследовались пробы газа, отобранные на термальных полях. Для анализа использовались пробы свободного газа, отобранные по стандартной методике вытеснением воды.

Так как ввод пробы в масс-спектрометр осуществляется через капилляр с внутренним сечением 130 мкм, то для защиты от попадания влаги и засорения капилляра на входе в него был установлен специальный влагопоглощающий фильтр. Данный фильтр не изменял количественное и качественное содержание пробы, а лишь немного увеличивал время прохождения пробы через капилляр. Соответственно, газовая проба, проходя через фильтр, попадала в капилляр, по которому поступала в источник ионизации масс-спектрометра. После получения масс-спектров следовала их обработка и расчёт парциальных давлений газов, входящих в состав пробы.

Результаты измерений

В результате проделанной работы было проанализировано большое количество проб как непосредственно на природных объектах, так и в лабораторных условиях. В таблице приведены результаты измерений газового состава некоторых проб с различных геологических объектов в разные годы в процентах.

Таблица. Результаты измерения газового состава проб

Место забора	Год	H ₂	CH ₄	H ₂ O	C ₂ H ₆	N ₂	O ₂	H ₂ S	Ar	CO ₂
СК	2017	0.1	2.2	4.1	1	47	3.5	0.1	0.9	41.1
СК	2018	0.2	3	8.8	0.5	23.7	3.9	0	0.5	59.4
СК	2019	0.2	2.7	8.3	0.4	23.9	4.3	0	0.4	59.8
ЦК	2019	0.5	0	19.1	0.8	51.5	10.9	0.2	0.9	16.2
ЮКД	2019	0.5	0	18.1	0.8	58.7	12.3	0.1	1	8.5
ЮКЦ	2017	0.1	7.9	4	1	43.8	1.1	0	0.9	41.2
ЮКЦ	2018	0.1	13.5	4.4	0.3	7.6	1.1	0.2	0.2	72.6
ЮКЦ	2019	0.1	11	5.6	0.3	11.1	1.9	0.1	0.2	69.7
ЮКЦ2	2019	0.5	3.2	16.4	0.6	29.2	6.4	0.2	0.5	43

Примечание: СК – Северо-Камбальное термальное поле; ЦК – Центрально-Камбальное термальное поле; ЮКД – Южно-Камбальное Дальнее термальное поле; ЮКЦ – Южно-Камбальное Центральное термальное поле.

Выводы

Испытания разработанного масс-спектрометра подтвердили возможность его успешного применения в полевых условиях и при лабораторных измерениях.

Сравнительные анализы газовых проб на месте выделения газов и после доставки их в стационарную лабораторию показали адекватность предложенного метода забора проб.

Сравнение результатов количественного анализа газовых проб, полученных на масс-спектрометре, с результатами анализа этих же проб, проведенного на газовом хроматографе, показало лишь незначительные расхождения в результатах измерений у некоторых проб, поэтому прибор подходит для количественного анализа состава газовых проб.

В результате данной работы было доказана целесообразность применения данного прибора, как при полевых измерениях, так и при использовании в лаборатории.

Список литературы

1. *Кузьмин А.Г.* Квадрупольный масс-спектрометр. Патент 94763 РФ. № 2009147191/22; заявл. 15.12.09; опубл. 27.05.10, Бюл. № 15.
2. *Кузьмин А.Г., Титов Ю.А.* Малогабаритные квадрупольные масс-спектрометры для анализа состава газовых сред в медицине и экологии // Вакуумная техника и технология. 2015. Т. 25. № 2. С. 35-36.
3. *Кузьмин Ю.Д., Кузьмин А.Г.* Масс-спектрометрический анализ состава газов на термальных площадках Камчатки в полевых условиях // Проблемы комплексного геофизического мониторинга Дальнего Востока России. Труды Третьей научно-технической конференции. Петропавловск-Камчатский: КФ ГС РАН, 2011. С. 361-366.
4. *Шевченко А.Н., Кузьмин А.Г., Титов Ю.А.* Масс-спектрометрическое измерение состава газовых смесей в ячейках квантового датчика вращения // Научное приборостроение. 2018. Т. 28. № 2. С. 62-68.