

УДК 543.51+681.5.08

DOI: 10.31040/2222-8349-2020-0-1-85-88

АВТОМАТИЗАЦИЯ ПОЛУЧЕНИЯ ДАННЫХ НА МАСС-СПЕКТРОМЕТРЕ МИ-1201

© А.С. Ерастов, И.С. Назаров, М.Ф. Абдуллин

Разработан, изготовлен и введен в эксплуатацию компьютерный интерфейс и прикладное программное обеспечение для масс-спектрометра МИ-1201, находящегося в составе приборного парка Центра коллективного пользования «Химия». Этот экспериментальный прибор работает по принципу резонансного захвата электронов (РЗЭ) [1, 2] и предназначен для проведения исследований в области масс-спектрометрии отрицательных ионов, образующихся из молекул органических соединений. Области применения метода РЗЭ связаны с изучением электронной структуры молекул, получением их энергетических характеристик при проведении термодимических оценок химических реакций. Метод может применяться для расшифровки состава смесей соединений, так как эффективный выход ионов чувствителен к наличию тех или иных функциональных групп [3].

Масс-спектрометр МИ-1201 был создан более тридцати лет назад, но тем не менее на сегодняшний день не утратил актуальности, так как современные масс-спектрометры используют иные принципы ионизации. Приборы с возможностью резонансного захвата электронов на сегодняшний день серийно не выпускаются. Несмотря на широкие возможности метода, морально устаревшая аналоговая система регистрации данных на МИ-1201 не позволяла в полной мере раскрыть его потенциал. Решением этой проблемы стала разработка цифровой системы вывода данных, удовлетворяющей требованиям, предъявляемым к системам автоматизации масс-спектральных приборов [4], которая не только полностью заменила старую систему получения сигналов и систему развертки энергии электронов, но и наделила прибор новыми функциями, принципиально недоступными для реализации на старой элементной базе. В ходе выполнения работы нами созданы электронные схемы устройств оцифровки данных, изготовлены и смонтированы печатные платы, разработано прикладное программное обеспечение. В результате их введения в эксплуатацию в значительной мере удалось упростить и ускорить получение готового масс-спектра, реализовать накопление сигналов при записи кривых эффективного выхода (КЭВ), что привело к значительному улучшению соотношения сигнал/шум. Также появилась возможность управлять энергией электронов с компьютера.

Ключевые слова: масс-спектрометрия, отрицательные ионы, резонансный захват электронов, компьютеризация, программное обеспечение, кривые эффективного выхода.

Введение. Метод РЗЭ в нашем институте реализован на единственном приборе – магнитно-секторном масс-спектрометре МИ-1201 [1, 2]. Несмотря на более чем тридцатилетний возраст, его использование остается актуальным. Однако его система регистрации и работы с данными оказалась морально устаревшей: данные с прибора регистрировали с помощью двух электромеханических самописцев, развертку энергии электронов при получении КЭВ осуществляли с использованием аналогового блока развертки, который не предусматривал

внешнего управления и регулировки. При обработке спектра требовалось использовать ручной пересчет значений индукции магнитного поля в массовые числа. При этом расчет значений масс на полученном спектре осуществляли вручную, производя вычисления для каждого массового пика. В результате чего конечный анализ одного образца мог занимать до одной недели. В связи с сохраняющейся актуальностью исследований с использованием данного прибора нами была поставлена комплексная задача по разработке, изготовлению и внедрению

ЕРАСТОВ Алексей Сергеевич – к.х.н., Уфимский Институт химии УФИЦ РАН,

e-mail: elmolek@anrb.ru

АБДУЛЛИН Марат Фаритович, Уфимский Институт химии УФИЦ РАН,

e-mail: elmolek@anrb.ru

НАЗАРОВ Иван Сергеевич, Уфимский Институт химии УФИЦ РАН,

e-mail: elmolek@anrb.ru

современного компьютерного интерфейса и прикладного программного обеспечения.

Результаты и обсуждение. Решение поставленной задачи включало в себя следующие пункты:

1. Разработка электронной схемы первичной электронной платы, оцифровывающей показания датчика Холла и интенсивность масс-спектрометрического сигнала. Схема заменила собой два электромеханических самописца: однокоординатный для записи масс-спектра и планшетный двухкоординатный для записи КЭВ. Показания датчика Холла ранее снимались вручную и вручную пересчитывались в значения массовых чисел. Шкала масс

строилась по двум крайним точкам, что негативно сказывалось на точности измерения массовых значений ионов и требовало большого количества ручных вычислений.

Схема первичной электронной платы включает в себя усилитель аналогового сигнала LM358, 16-битный аналого-цифровой преобразователь (АЦП) ADS1115, а также микроконтроллер «Arduino-Nano» [5]. Микроконтроллер выполняет взаимодействие с вышеуказанным АЦП и дочерней платой по протоколу I2C, производит оцифровку усиленного масс-спектрометрического сигнала, проводит первичную обработку данных и обеспечивает связь с персональным компьютером через USB-порт (рис. 1).

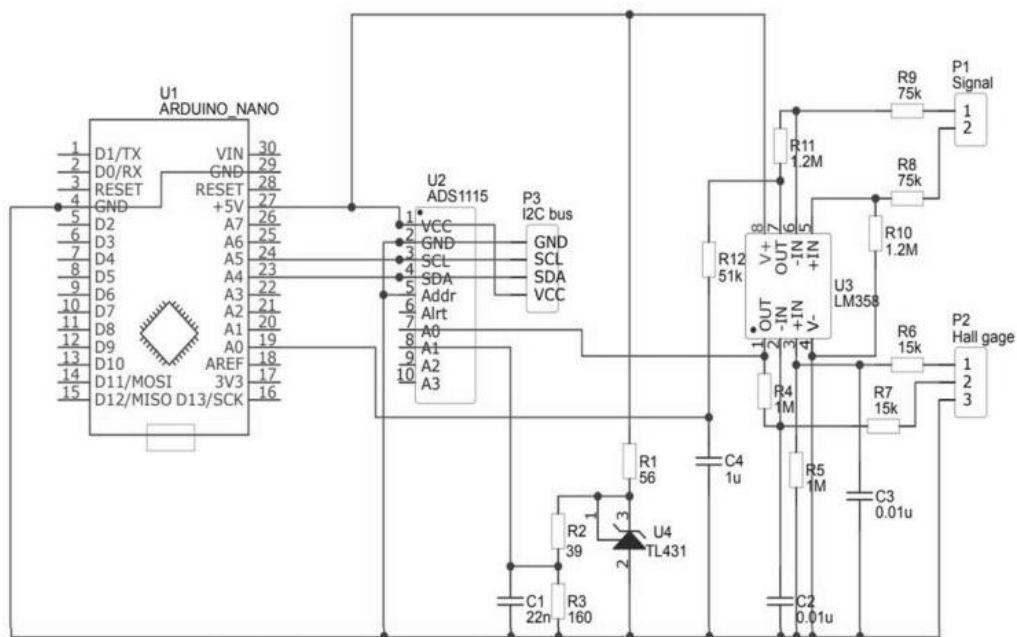


Рис. 1. Принципиальная электронная схема основной платы

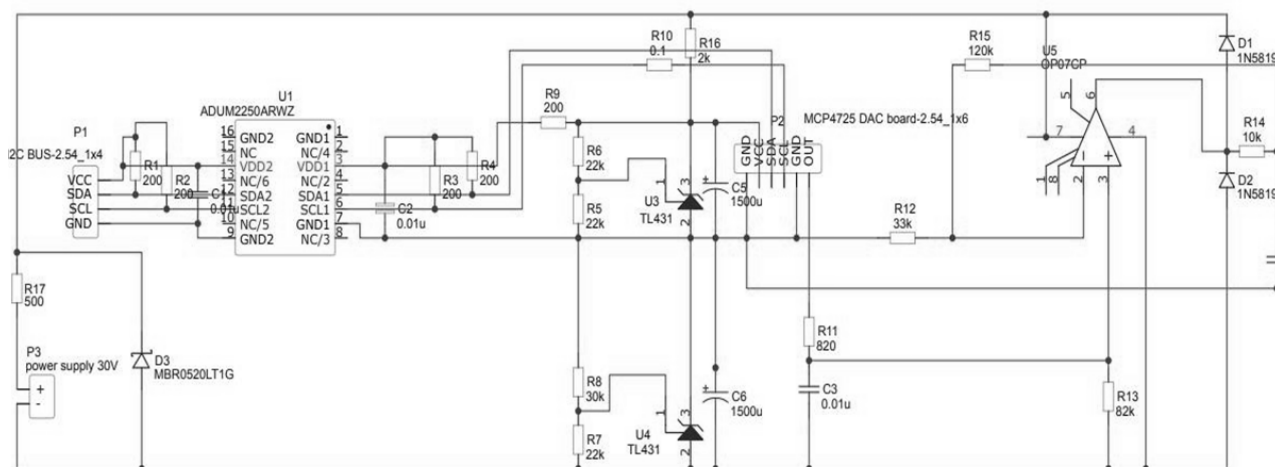


Рис. 2. Принципиальная схема дочерней платы

2. Разработка электронной схемы дочерней платы, выполняющей развертку энергии электронов. Основная проблема при разработке данной схемы заключалась в том, что в процессе работы плата должна находиться под потенциалом источника ионов, который составляет 3–5 киловольт относительно потенциала земли и, следовательно, первичной платы. С целью недопущения попадания высокого напряжения на главную плату, необходимо было предусмотреть гальваническую развязку.

Для этого в схеме был использован микрочип ADUM2250, обеспечивающий высоковольтную изоляцию шины I2C, по которой происходит двусторонний обмен данными между основной и дочерней платами. Кроме того, схема содержит 12-битный цифро-аналоговый преобразователь MCP4725 и усилитель выходного сигнала OP07. Принципиальная схема дочерней платы представлена на рисунке (рис. 2).

3. Разработка программного обеспечения.

Программа написана на языке JAVA 8 с использованием встроенного в среду разработки Eclipse [6, 7] компилятора JavaSE-1.8 и является кроссплатформенной. В программе применены только стандартные библиотеки Java. Исходный код размещен в открытом доступе по адресу https://github.com/VVS1864/mass_spectrometr.

Программное обеспечение осуществляет ряд функций:

- Обеспечивает взаимодействие компьютера с микроконтроллером «Arduino», что позволяет принимать показания датчика Холла, выполнять их пересчет в массовые числа и усреднять единичные измерения с целью сглаживания

колебаний; а также принимать сигнал масс-спектрометрического пика.

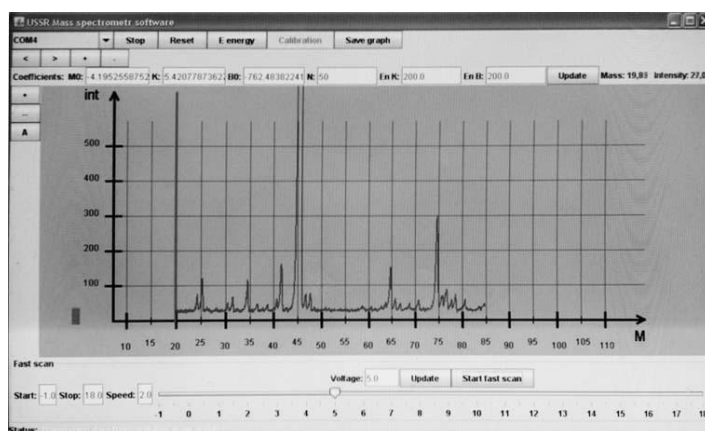
- Выводит на монитор вышеуказанные данные в форме масс-спектра (рис. 3, а).
- Позволяет удобно и быстро откалибровать шкалу масс по известным ионам.
- Управляет энергией электронов (позволяет как устанавливать постоянное значение энергии, так и задавать параметры для развертки).
- Регистрирует кривые эффективного выхода ионов (рис. 3, б).
- Обеспечивает накопление сигнала.
- Дает возможность быстрого сканирования энергии электронов с целью регистрации масс-спектра, полученного не при одном единственном значении энергии, а при «всех возможных» (за счет сканирования энергии электронов с высокой частотой в полученном масс-спектре присутствуют сигналы ионов, образующихся при разных уровнях энергии).

Заключение. 1. Разработан, изготовлен и введен в эксплуатацию компьютерный интерфейс и прикладное программное обеспечение для масс-спектрометра МИ-1201.

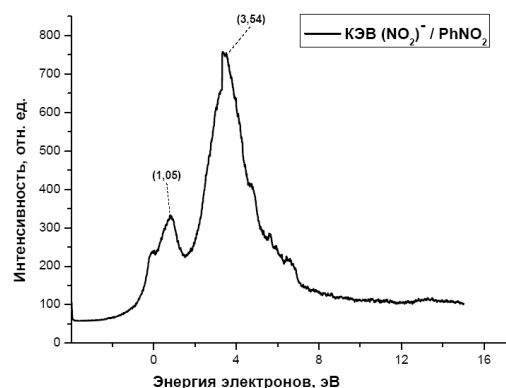
2. Многократно снижены трудозатраты по получению готового масс-спектра исследуемых соединений.

3. Значительно расширены аналитические возможности прибора.

Работа выполнена по теме № АААА-А17-117011910027-0 гос. задания с использованием оборудования приборного парка центра коллективного пользования «Химия» Уфимского Института химии УФИЦ РАН.



а



б

Рис. 3. Общий вид интерфейса программного обеспечения для записи масс-спектра (а), кривая эффективного выхода ОИ NO₂ из нитробензола, построенная в программе Origin (б)

Литература

1. Хвостенко В.И. Масс-спектрометрия отрицательных ионов в органической химии. М., 1981. 159 с.
2. Мазунов В.А. Масс-спектрометрия отрицательных ионов в режиме резонансного захвата электронов // Масс-спектрометрия. 2006. Т. 3, № 1. С. 11–32.
3. Масс-спектрометр отрицательных ионов с мини-ЭВМ. Уфа, 1985. 8 с.
4. Ланин Е.В. Автоматизация масс-спектрометрического эксперимента. Уфа, 1986. 132 с.
5. Петин В.А. Практическая энциклопедия Arduino. М., 2017. 152 с.
6. Казарин С.А. Среда разработки Java-приложений Eclipse: (ПО для объектно-ориентированного программирования и разработки приложений на языке Java). М.: 2008. 77 с.
7. Материалы интернет-сайта Eclipse Foundation. URL: <https://www.eclipse.org/downloads/> (дата обращения 09.08.2019).

References

1. Khvostenko V.I. Negative ion mass spectrometry in organic chemistry. Moscow, 1981. 159 p.
2. Mazunov V.A., Shchukin P.V., Khatymov R.V., Muftakhov M.V. Negative ion mass spectrometry in the resonant electron capture mode. Mass-spektrometriya, 2006, vol. 3, no. 1, pp. 11–32.
3. Negative ion mass spectrometer with minicomputer. Ufa, 1985. 8 p.
4. Lanin E.V., Maslennikov A.I. Automated mass spectrometry experiment. Ufa, 1986. 132 p.
5. Petin V.A., Binyakovskiy A.A. Practical encyclopedia of Arduino. Moscow, 2017. 152 p.
6. Kazarin S.A., Klishin A.P. Java application development environment for Eclipse: (Software for object-oriented programming and application development in the Java language). Uchebnoe posobie. Moscow, 2008. 77 p.
7. Materials on the website Eclipse Foundation. Available at: <https://www.eclipse.org/downloads/> (accessed August 9, 2019).

AUTOMATION OF DATA OBTAINING ON MI-1201 MASS SPECTROMETER

© A.S. Erastov, I.S. Nazarov, M.F. Abdullin

Ufa Institute of Chemistry – Subdivision of the Ufa Federal Research Centre
of the Russian Academy of Sciences,
69, prospect Oktyabrya, 450054, Ufa, Russian Federation

In this work a computer interface and application software for the mass spectrometer MI-1201, which is part of the instrument Park of the Center for collective use «Khimiya», were developed, manufactured and put into operation. This instrument operates on the principle of resonance electron capture (REC) [1, 2] and is designed for research in the field of mass spectrometry of negative ions formed from organic molecules. Applications of the REC method are applied to the study of the electronic structure of molecules, obtaining their energy parameters for thermochemical calculations of chemical reactions. REC can be used for determining of the composition of mixtures of compounds, since the effective yield of ions is sensitive to the presence of certain functional groups [3]. Mass spectrometer MI-1201 was developed in 1980's, but has maintained relevance today, because of its' unique ionization technique different from that of modern mass spectrometers. Instruments with resonance electron capture technique are not commercially available to date. Despite the wide possibilities of REC, the outdated analog data recording system on the MI-1201 did not fully reveal its potential. The solution to this problem was the development of a digital data system that fully meets the requirements for automation systems of mass spectral devices [4]. It not only completely replaced the old signal acquisition system and the electron energy scanning system, but also gave new functions that are unavailable for implementation on the old element base on principle. In this work we have created electronic circuits of data acquisition devices, manufactured and installed circuit boards, developed application software. As a result of their commissioning, it was allow considerably simplifying and accelerating the acquisition of the mass spectrum, to realize the signal accumulation when recording the effective yield curves (EYC), which led to a significant improvement in the signal/noise ratio. It is also possible to control the energy of electrons by a computer.

Key words: mass spectrometry, negative ions, resonance electron capture, computerization, software, effective yield curves.