

МАСС-СПЕКТРОМЕТРИЧЕСКОЕ ИЗУЧЕНИЕ ИОНИЗАЦИИ ДИЭЛЕКТРИКОВ В СКОЛЬЗЯЩЕМ РАЗРЯДЕ

Л.Н. Г а л л ь, Д.Н. Д а в ы д о в,
П.Н. Да ш у к, А.Г. К у з ь м и н

1. Искровой вакуумный разряд является традиционным способом ионизации при масс-спектрометрическом элементном анализе. Однако совокупность отрицательных признаков: высокое напряжение пробоя искрового промежутка (20–30 кВ) при необходимости поддерживать межэлектродный промежуток на уровне сотых долей мм [1], большой энергетический разброс ионов, составляющий на уровне 10% интенсивности 700–900 эВ [2], низкая интенсивность и стабильность ионного тока при анализе диэлектриков значительно ограничивают возможности анализа.

При анализе диэлектриков можно использовать разряд по поверхности. Механизм его развития изучен плохо, однако такие его особенности, как автоэлектронная эмиссия в местах контакта катод-диэлектрик [3], вторичная электронная эмиссия из диэлектрика [4], десорбция газов с поверхности диэлектрика [5], испарение материала диэлектрика и развитие разряда в образующемся облаке [6] приводят к снижению пробивного напряжения [5]. Скользящий разряд, являющийся разновидностью разряда по поверхности, развивается между двумя электродами по поверхности диэлектрика в условиях, когда противоположная сторона диэлектрика покрыта токопроводящим слоем, соединенным с одним из электродов, причем за счет малой толщины диэлектрика в головке скользящего разряда в процессе развития поддерживается высокая напряженность электрического поля. Результирующая напряженность электрического поля в окрестности катода направлена под углом 30° к поверхности [7], благодаря чему создается преимущественное направление для ускорения заряженных частиц и достигается увеличение коэффициента вторичной эмиссии электронов [8]. Удельная поверхностная емкость системы „плазменный слой – обратный токопровод” достигает 10^{-6} Ф.м.⁻², что способствует высокой стабильности разряда.

Настоящая работа посвящена исследованию применимости скользящего разряда для ионизации диэлектриков при масс-спектрометрическом анализе.

2. Эксперимент. Ионизатор (рис. 1) состоял из разделятельного диэлектрика 1 с электродами 2 и 4, диафрагмы 5 в виде пластины с отверстием для экстракции ионов и заземленной сетки 6. На анод 4 подавался регулируемый постоянный потенциал до +3 кВ. Пробы неорганических солей 3 выпаривались из раствора на поверхность диэлектрика из стеклотекстолита. Толщина диэлектрика 0.5 мм. Источник импульсного напряжения 7 вырабатывал одиночные колоколообразные импульсы отрицательного напряжения до 20 кВ и длительностью 1 мкс с энергией в импульсе не более

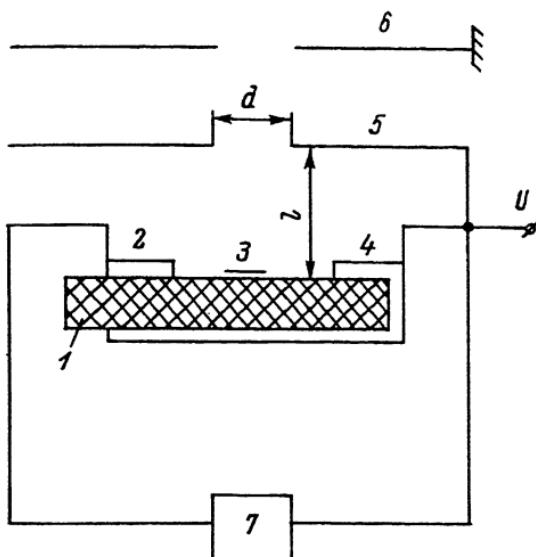


Рис. 1. Ионизатор.

0.01 Дж. Амплитуда тока в разряде достигала 10 А, длительность – 50 нс. Ионизатор помещался в вакуумную камеру, откачиваемую диффузионным насосом до давления 10^{-4} Па.

Разброс ионов по энергии оценивался с помощью анализатора энергий в виде плоской сетки с задерживающим положительным потенциалом. Для определения ионного и зарядового состава плазмы скользящего разряда пучок ионов из ионизатора анализировался магнитным секторным масс-анализатором с электронной регистрацией.

3. Результаты. Для обеспечения стабильного перекрытия скользящим разрядом по поверхности разделительного диэлектрика межэлектродных промежутков до 7 мм достаточным является напряжение до 20 кВ при давлении 10^{-4} Па.

Зависимость полного ионного тока завершенного скользящего разряда на выходе ионизатора от ускоряющего напряжения (рис. 2, а) подтверждает механизм ускорения ионов при разлете плазмы по модели амбиполярной диффузии [9], в которой ионы ускоряются в электрическом поле, создаваемом слоем более подвижных высокогенергетических электронов. Действительно, ускоряющее напряжение создает поле, которое оказывает на электронный слой тормозящее действие, и через его посредство препятствует экстракции ионов из области разряда. Поэтому наблюдается спад тока на начальном участке кривой при $U < 500$ В (причем было обнаружено, что чем меньше расстояние z , тем быстрее уменьшается ток). При дальнейшем увеличении U ускоряющее поле проникает сквозь электронный слой и вытягивает ионы, что приводит к постепенному росту ионного тока. Проникновение поля в область разряда зависит от диаметра диафрагмы [5]. Было замечено, что при увеличении диаметра с 2

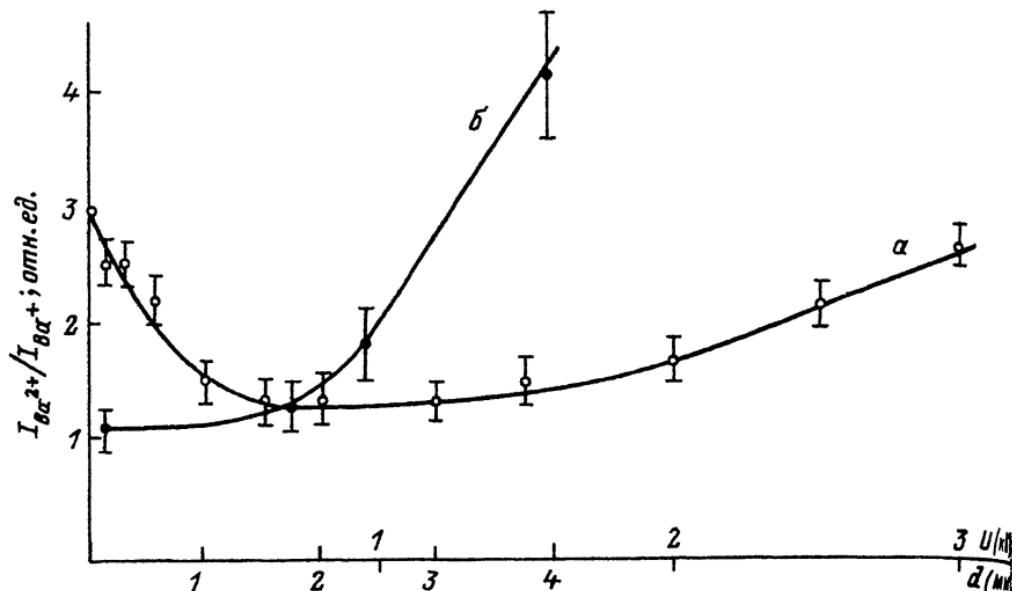


Рис. 2. а) Зависимость ионного тока от ускоряющего напряжения (образец $BaCl_2$, зазор 3 мм, напряжение питания 4.9 кВ, $= 11$ мм, $= 4$ мм). б) Зависимость отношения тока двухзарядных и однозарядных ионов бария от диаметра отверстия (образец $BaCl_2$, зазор 3 мм, напряжение питания 4.9 кВ, $= 11$ мм, $= 3$ кВ).

до 4 мм спад интенсивности ионного тока при $U < 500$ В значительно ускоряется.

Полученные кривые энергораспределения ионов имели ширину 100–200 эВ на уровне 10%, причем максимум тока ионов приходился на энергию eU . При увеличении межэлектродного зазора с 3 до 7 мм было отмечено уменьшение ширины энергораспределения со 195 до 110 эВ. Поскольку зависимость пробивного напряжения от величины зазора нелинейна [5], а сопротивление разрядной плазмы пропорционально длине зазора, то с увеличением зазора плотность тока и температура в разряде падают. Следовательно, соответствующее уменьшение ширины распределения говорит в пользу термического механизма появления энергоразброса. Этому не противоречит и тот факт, что при увеличении амплитуды импульсов питания с 3.7 до 7 кВ ширина функции распределения увеличилась на 20%. Обнаружено также некоторое уменьшение ширины энергораспределения при увеличении расстояния между разделительным диэлектриком (разрядом) и диафрагмой 5, что, по-видимому, соответствует „остыванию“ плазмы по мере разлета.

В масс-спектрах VO_2Cl_2 , $ZrO(NO_3)_2$ наряду с двухзарядными ионами металлов (потенциалы ионизации до 20 эВ) присутствуют

вали ионы типа UO_2^+ , UO^+ , ZrO^+ , потенциал появления которых единицы электронвольт. Одновременное присутствие таких ионов можно объяснить наличием последовательных стадий формирования скользящего разряда: незавершенной, переходной и завершенной, каждая из которых имеет свою температуру [10].

При напуске в область разряда газообразного бутана C_4H_{10} наблюдалась серия осколочных ионов Ca^{+} ($a = 2-4$, $b = 1-10$).

Была снята зависимость отношения тока двухзарядных и одно-зарядных ионов бария при изменении условий разлета плазмы путем уменьшения диаметра отверстия в диафрагме 5 (рис. 2,б). При этом ускоряющее поле в области разряда уменьшается, и разлет плазмы происходит медленнее. Если область разряда экранирована от проникновения ускоряющего поля (отверстие в диафрагме 5 затянуто сеткой), было обнаружено, что отношение $1^{2+}/1^+$ не зависит от расстояния. Очевидно, перезарядка ионов происходит вследствие рекомбинации разрядной плазмы по механизму $M^{n+} + 2e^- \rightarrow M^{(n-1)+} + e^-$, что приводит к уменьшению доли много-зарядных ионов в масс-спектре. При этом чем быстрее происходит разлет плазмы, тем меньше доля рекомбинировавших ионов.

4. Выводы. Таким образом, скользящий разряд устойчиво формируется в условиях глубокого вакуума при межэлектродных зазорах до 7 мм и напряжении питания до 20 кВ, ионизирует твердые вещества на поверхности диэлектрика, а энергетический разброс ионов, экстрагируемых из плазмы скользящего разряда, составляет 100–200 эВ на уровне 10% максимальной интенсивности тока, что существенно лучше, чем в случае искрового разряда.

Л и т е р а т у р а

- [1] Рамендики Г.И., Держиев В.И., Васюта Ю.В. – ЖАХ, 1979, т. 34, № 7, с. 1316–1322.
- [2] Зеленин А.Б., Пустовит А.Н., Сихарулидзе Г.Г. – ЖТФ, 1980, т. 50, № 11, с. 2347–2355.
- [3] Литвинов Е.А., Месяц Г.А., Прокурорский Д.Н. – УФН, 1983, т. 139, № 2, с. 265–302.
- [4] Возланова Н.Р., Дашук Р.Н., Кораблев В.В., Морозов Ю.Н. – Proc. XI Int. Symp. on discharge and electrical insul. in vac., Berlin, 1984, v. 2, p. 355–358.
- [5] Дашук П.Н., Кичаева Г.С., Ярышева М.Д. – Изв. вузов, Физика, 1967, № 12, с. 138–140.
- [6] Бугаев С.П., Месяц Г.А. Сб. Импульсный разряд в диэлектриках, Новосибирск: Наука, 1985, с. 4–25.
- [7] Дашук П.Н., Чистов Е.К. – ЖТФ, 1979, т. 49, № 6, с. 1241–1244.
- [8] Казанцев А.П., Мацкевич Т.Л. – ФТТ, 1964, т. 6, № 8, с. 2393–2400.

- [9] Плютто А.А - ЖЭТФ, 1960, т. 39, № 12, с. 1589-1594.
- [10] Берцев В.В., Дашук П.Н., Лысаковский Г.Г. - Научно-тех. инф. бюл. ЛПИ им. Калинина, 1962, № 1, с. 71-78.

Поступило в Редакцию
22 марта 1988 г.

Письма в ЖТФ, том 14, вып. 12

26 июня 1988 г.

ПРИНУДИТЕЛЬНАЯ МОДУЛЯЦИЯ ТОКА
ЖИДКОМЕТАЛЛИЧЕСКОГО ЭМИТТЕРА ИОНОВ
И РАЗМЕРЫ ЭМИТИРУЮЩЕГО ОСТРИЯ

М.Д. Габович, Ю.Н. Козырев,
М.Б. Феник

Несмотря на достигнутые успехи в разработке модели жидкотемпературных источников ионов и в определении их параметров как расчетным [1], так и экспериментальным [2] путем, в настоящее время нет достаточных оснований для окончательного решения вопроса о форме и размерах указанных эмиттеров, имеющего принципиальное научное и практическое значение.

Задачей настоящей работы является не дискуссионный анализ этого вопроса, а постановка конкретных экспериментов, которые при учете ранее не использованных соображений позволяют оценить нижнюю границу размеров эмиттирующего острия, точнее его объема.

В эксперименте, схема которого приведена на рис. 1,а, исследовалось влияние модуляции вытягивающего напряжения на ток пучка жидкотемпературного источника ионов олова 1, причем модулирующее напряжение амплитудой 50 В от генератора 5 можно было подавать не только на экстрактор 2, заземленный через активное сопротивление 8 (~ 10 кОм), но и непосредственно на находящийся под высоким потенциалом (~ 4 кВ) источник 1, при этом экстрактор 2 заземлялся непосредственно. В результате модуляции естественным образом появлялась переменная составляющая тока ионов J_{\sim} , как это видно из рис. 1,б, где представлена характеристическая для всех жидкотемпературных источников статическая вольт-амперная характеристика исследуемого источника с четко выраженной областью гистерезиса. Отметим, что вид этой характеристики практически не изменяется, если наряду с постоянной разностью потенциалов U к промежутку игла-экстрактор приложено переменное напряжение с частотой в пределах 100 Гц - 4 МГц и амплитудой до 100 В. С экранированного коллектора 3, заземленного через активное сопротивление R_H (7), сигнал напряжения, возникающего вслед-