

10;12

Компенсация объемного заряда ионов во времяпролетном масс-анализаторе

© А.М. Гашимов, К.З. Нуриев, К.Б. Гурбанов, З.К. Нурубейли, Т.К. Нурубейли

Институт физики НАН Азербайджана,
AZ-1143 Баку, Азербайджан
e-mail: nurubeyli@physics.ab.az

(Поступило в Редакцию 26 сентября 2006 г.)

Описан способ принудительной компенсации объемного заряда ионов, приводящего к значительному ухудшению дисперсионных характеристик времяпролетного масс-анализатора с секторным электростатическим полем. Показано, что перекомпенсация объемного заряда также приводит к ухудшению разрешающей способности прибора.

PACS: 07.75.+h

Введение

Одной из причин, ограничивающих возможности масс-спектрометрических установок, до недавнего времени считались энергетический и угловой разбросы ионов, выходящих из источника. В настоящее время известен ряд методов и устройств, обеспечивающих энергетическую и угловую фокусировку ионов [1,2]. Применение этих методов позволяет построить приборы с достаточно высокими дисперсионными характеристиками. Дальнейший путь улучшения характеристик энерго-масс-анализаторов, на наш взгляд, лежит через учет и устранение факторов, связанных с физико-динамическими параметрами самих исследуемых ионов. Одним из таких параметров является собственный объемный заряд ионов.

В ряде работ теоретически и экспериментально оценивалось влияние объемного заряда ионов на фокусирующие свойства анализаторов с радиальными секторными полями: определялась зависимость разрешающей способности от плотности тока ионов: так, например, в [3] было оценено значение критического тока ионов, свыше которого увеличивается угловая фокусировка пучка в радиальном электрическом поле.

Отметим, что проблема объемного заряда в электромагнитных установках существует с первых образцов приборов, созданных еще на заре масс-спектрометрии. Многие исследователи пытались устранить влияние этого эффекта. В [4] описаны некоторые возможные способы принудительной компенсации объемного заряда. В [5] сделана попытка скомпенсировать его с помощью электронов, получаемых с оксидных катодов, установленных вдоль пути ионов: этот метод оказался неудобным, так как катоды быстро разрушались вследствие химической реакции с Cl и F [6].

В настоящей работе сделана попытка устранения или, по крайней мере, сведения к минимуму влияния объемного заряда на качество разделения ионов в анализаторах с аксиально-симметричным электрическим полем.

Экспериментальная установка

Эксперименты проводились на установке, схематически изображенной на рис. 1. Аксиально-симметричное электростатическое поле создавалось с помощью двух коаксиальных цилиндров 1 и 2 высотой 40 мм. На рабочей поверхности внутреннего цилиндра на расстоянии 2 мм от нее на изоляторах смонтирован источник термоэлектронов — катод (3) и сетка (4) для управления током электронов. Потенциалы катода и сетки выбраны равными потенциалам эквипотенциальных поверхностей, на которых они расположены. Катод подогревался от автономного источника питания. Потенциал сетки относительно катода регулировался в диапазоне -2 – $+5$ В, что позволяло изменять ток электронов в статическом режиме в пределах 0–7 мА.

Расстояние между цилиндрами составляло 40 мм, при этом расстояние между траекториями крайних ионов и системой катод-сетка — не менее 10 мм. Потенци-

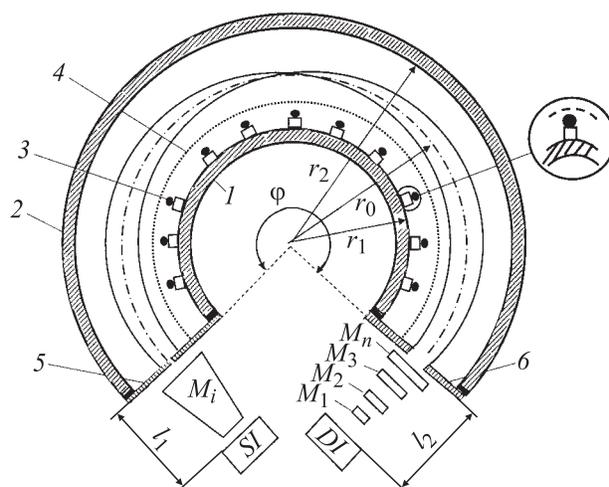


Рис. 1. Аксиально-симметричный масс-спектрометр: SI — источник ионов; 1 — внутренний электрод; 2 — внешний электрод; 3 — управляющая сетка; 4 — подогреваемый катод; 5, 6 — диафрагмы; DI — ионный детектор.

алы внутреннего и внешнего электродов были равны соответственно -550 V и $+950\text{ V}$ относительно потенциала, соответствующего энергии ионов, движущихся по средней траектории с $r_0 = \sqrt{r_1 r_2}$, где $r_1 = 130$ и $r_2 = 170\text{ mm}$ — радиусы внутреннего и внешнего цилиндров. Таким образом, электроны, эмитируемые катодом, пронизывая ионный пучок, достигали внешнего электрода, создавая в нем ток, с максимальной плотностью $26 \cdot 10^{-6}\text{ A/cm}^2$.

На входе и выходе анализатора ионов установлены диафрагмы 5 и 6 со щелью 1.0×0.05 и окном $1.0 \times 1.0\text{ cm}$ соответственно для прохождения ионов.

Ионизация атомов и молекул при исследовании газов осуществлялась методом ударной ионизации электронным пучком, созданным пушкой с первеансом $10^{-8}\text{ A/B}^{3/2}$. Энергия электронов составляла не более 100 eV . При скорости потока газа через ионизационную камеру, равной $10^{-2}\text{ l} \cdot \text{Pa/s}$, давление в источнике ионов (SI) не превышало 10^{-2} Pa . Расчеты показывают, что из всего количества молекул, проходящих через ионизационную камеру, примерно 20% ионизировались. При оптимальных напряжениях на выталкивающем ($+50\text{ V}$) и вытягивающем (-150 V) электродах и длительности импульса 10^{-6} s плотность ионного тока на выходе из SI достигала $(2-15) \cdot 10^{-6}\text{ A/cm}^2$ в импульсе (размер входной диафрагмы равен $3 \times 3\text{ cm}^2$), а в самом анализаторе ионы, прошедшие через щель ($1 \times 0.05\text{ cm}$), создавали ток не выше $0.8 \cdot 10^{-6}\text{ A}$. Ускоренные до $1000-1200\text{ eV}$ энергии ионы, проходя через диафрагму, попадали в радиальное электрическое поле с углом поворота $254^\circ 34'$. Разделенный в анализаторе ионный пучок в соответствии с M/q попадал в детектор (DI).

Результаты эксперимента

Для иллюстрации расширения и расщепления пиков на рис. 2 приведен участок массового спектра остаточного газа. Как видно из рисунка, при плотности тока $8 \cdot 10^{-6}\text{ A/cm}^2$ пики отдельных ионов достаточно хорошо разделены, а при $(15-20) \cdot 10^{-6}\text{ A/cm}^2$ имеет место наложение пиков у основания и расщепление их.

Рассчитанная на уровне 10% по осциллограммам масс-спектров различных материалов (например, паров CCl_4), снятых с экрана осциллографа С1-91, разрешающая способность анализатора составляла 350 и 70–80 для плотностей токов ионов $(8-15) \cdot 10^{-6}\text{ A/cm}^2$ соответственно. Результаты исследования зависимости разрешающей способности анализатора от интенсивности исследуемых ионов представлены на рис. 3. Как следовало ожидать, при отсутствии компенсирующих электронов ($J_e = 0$) анализатор обеспечивает удовлетворительное разделение до плотности токов ионов $8 \cdot 10^{-6}\text{ A/cm}^2$ (расчетное значение разрешающей способности равнялось 550). При увеличении плотности тока ионов до $12 \cdot 10^{-6}\text{ A/cm}^2$

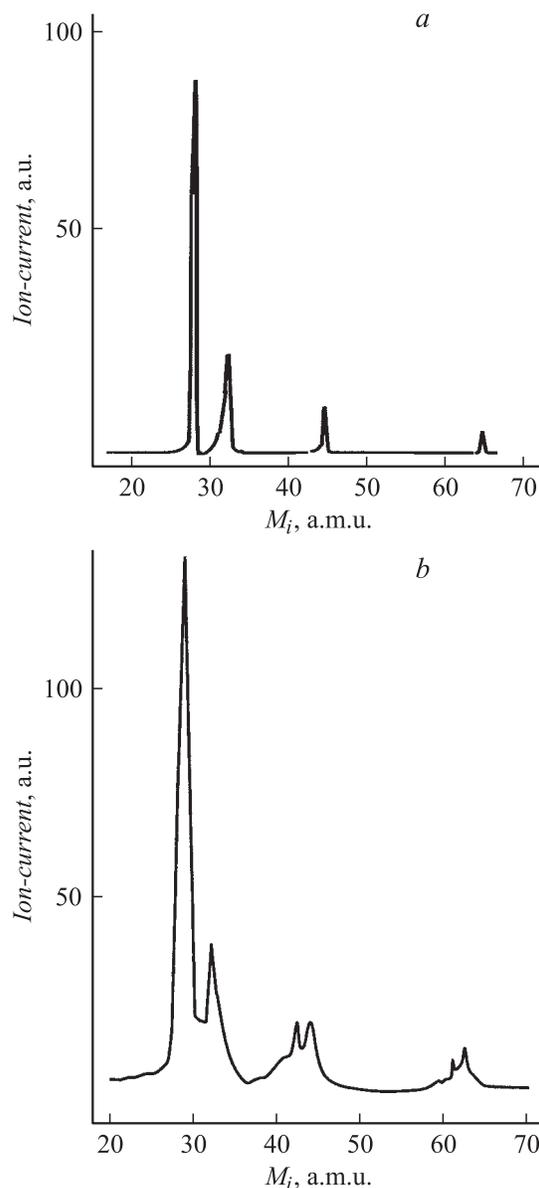


Рис. 2. Массовый спектр остаточного газа: *a* — плотность тока ионов $8 \cdot 10^{-6}$, *b* — $15 \cdot 10^{-6}\text{ A/cm}^2$.

разрешающая способность ухудшается до $R \leq 60$ (кривая 1). С введением термоэлектронов „срыв“ разрешающей способности наблюдается при более высоких плотностях токов ионов ($14 \cdot 10^{-6}\text{ A/cm}^2$) (кривая 2).

Эксперименты показывают, что с увеличением плотности тока ионов выше некоторого J_{cr} массовые спектры претерпевают существенное изменение: верхушки пиков малых M/q расщепляются, высота их уменьшается и, как плавило, увеличивается ширина пиков у основания [7].

Такие изменения, наблюдавшиеся нами и ранее, при исследованиях осесимметричного анализатора, оценивались как результат кулоновских сил расталкивания вдоль движения внутри пакета ионов одной массы в поле

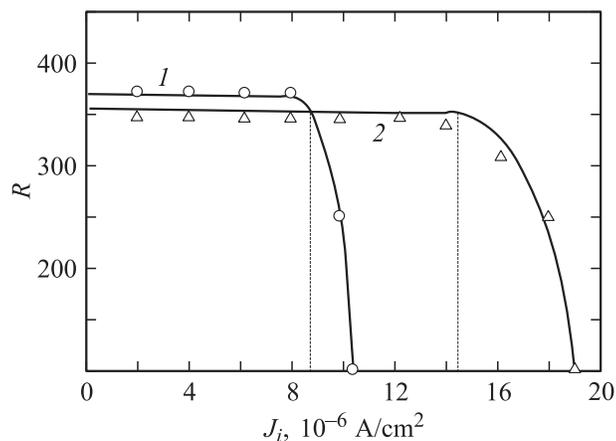


Рис. 3. Зависимость разрешающей способности масс-спектрометра от плотности тока ионов: 1 — без компенсации объемных зарядов ионов, 2 — с компенсацией.

собственного объемного заряда ионов. Величина плотности ионного тока, при достижении которой значение разрешающей способности падает почти до нуля, была рассчитана по формуле [7]

$$J_{cr} = \sqrt{\frac{32e}{M_i}} \frac{U_0^{3/2} \varepsilon_0 (BC - x_0)}{B^3 C},$$

где U_0 — ускоряющее ионы напряжение, $B = 2l_1 + r_0\varphi$ — полная длина дрейфового пути $l_1 = l_2 = 25$, $r_0\varphi = 66.4$ см, (см. рис. 1), $\varphi = 254^\circ 34'$ — угол поворота ионов в осесимметричном анализаторе,

$$C = \frac{M_{i+1} - M_i}{4(M_{i+1} + M_i)},$$

x_0 — протяженность ионного пакета на выходе из источника, ε_0 — диэлектрическая постоянная вакуума, e — заряд электрона.

Результаты многочисленных экспериментов, проведенных с различными источниками ионов, удовлетворительно согласуются с выводами формулы, подтверждающими наличие критического тока, пропорционального ускоряющему напряжению ионов ($U^{3/2}$) в достаточно широком диапазоне последнего (0.5–1.5 kV).

Было исследовано изменение величины критического тока ионов с введением электронного потока в радиальном направлении. Зависимость $J_{cr} = F(J_e)$ представлена на рис. 4. Как видно из рисунка, с введением электронного потока, непрерывно пронизывающего ионный пакет, величина критического тока ионов увеличивается в 2–2.5 раза. Это означает, что даже при малых значениях ускоряющего напряжения можно добиться удовлетворительного разрешения анализатора при высоких плотностях исследуемых ионов. На рис. 4 наблюдается некоторое расхождение экспериментальных результатов (обозначено точками) от рассчитанных. Это связано, по-видимому, с компенсацией кулоновских

сил не только в направлении движения ионов, но и в направлениях, перпендикулярных ему (в частности, в радиальном направлении), что приводит к дополнительному „уплотнению“ ионного пакета.

Механизм компенсации пространственного заряда исследуемых ионов в масс-анализаторе, по-видимому, заключается в том, что электроны, двигаясь непрерывно сквозь пакеты ионов, создают с межэлектродном промежутке анализатора свой отрицательный пространственный заряд, который в свою очередь компенсирует положительный пространственный заряд ионов.

Эксперименты показывают, что дальнейшее увеличение плотности тока термоэлектронов приводит к заметному ухудшению разрешающей способности анализатора. При неизменных условиях эксперимента было обнаружено некоторое изменение потенциалов на полезадающих электродах за счет плазменного моста между ними, создаваемого компенсирующими электронами. Измерения потенциалов на внешнем цилиндре в динамическом режиме подтвердили это. Действительно, при токе электронов 10 mA потенциал на внешнем электроде изменялся на 3 V, что составляет около 0.3% расчетного. Исследования масс-спектров показали, что этого достаточно для изменения траектории ионов в анализаторе с аксиально-симметричным электрическим полем.

Для стабилизации разрешающей способности прибора при изменении плотности исследуемых ионов на выходе из источника установлена проводящая сетка. Ионы, проходя через сетку, наводят в ней ток, который после соответствующего усиления преобразуется в напряжение и подается на управляющую электронным потоком сетку (4). При этом с целью синхронизации времени подачи управляющего импульса и времени прохождения ионов через анализатор в токопроводящий тракт включен элемент задержки, величина замедления которого устанавливается в зависимости от ускоряющего ионы напряжения.

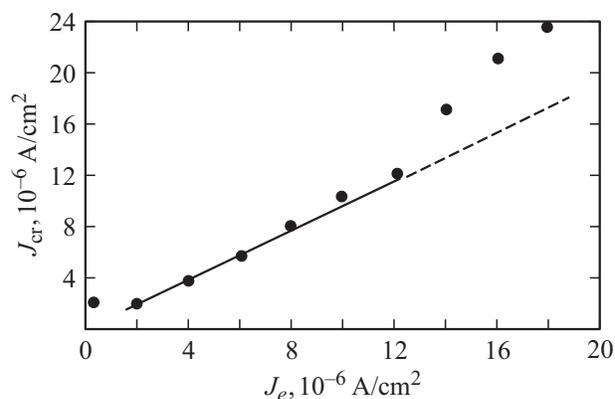


Рис. 4. Зависимость плотности критического тока ионов от плотности тока компенсирующих электронов. Точки — экспериментально полученная зависимость.

Заключение

Экспериментально подтверждено существование критического тока ионов во времяпролетном анализаторе с секторным электрическим полем, приводящего к полному исчезновению разрешения. Проведенные исследования показали возможность принудительной компенсации объемного заряда ионов в осесимметричном анализаторе путем введения в дрейфовое пространство источника электронов, расположенного вне его рабочей области. При этом электроны, непрерывно пронизывая ионный пучок, частично компенсируют объемный заряд, что способствует увеличению разрешающей способности анализатора.

Экспериментально установлено, что перекомпенсация объемного заряда приводит к ухудшению дисперсионных характеристик прибора.

Список литературы

- [1] Мамырин Б.А., Шмик В.В. // ЖЭТФ. 1973. Т. 64. Вып. 1. С. 83–89.
- [2] Сысоев А.А., Щелкин Г.Я., Николаев Б.И. А.с. № 193775 БИОПТЗ. 1972. № 2.
- [3] Гамаюнов Ю.Г., Козлов И.Г. // ЖТФ. 1968. Т. 38. Вып. 3. С. 531–538.
- [4] Нуриев К.З., Мамедов Н.А., Нурубейли Т.К. // Fizika. 2001. № 3. С. 17–23.
- [5] Holmes A.J.T. // Beam Transport — Radiation Effects. 1979. Vol. 44. P. 47–58.
- [6] Немерович А.В., Гаврилов Н.М., Иванов Н.А. // Вопросы атомной науки и техники. Линейные ускорители. 1978. Т. 2. Вып. 3. 326 с.
- [7] Сысоев А.А. Физика и техника масс-спектрометрических приборов и электромагнитных установок. М.: Энергоатомиздат, 1983. 256 с.