

## ИСТОЧНИК ИОНОВ С ВЫТАЛКИВАЮЩИМ ЭЛЕКТРОДОМ U-ОБРАЗНОЙ ФОРМЫ

© 2013 г. В. Г. Лукин, Г. М. Туймедов

*Институт физики молекул и кристаллов УНЦ РАН  
Россия, 450075, Уфа, просп. Октября, 151  
E-mail: Lukin@anrb.ru*

Поступила в редакцию 13.08.2012 г.  
После доработки 08.11.2012 г.

Описана конструкция источника ионов, в которой возможна любая замена диафрагм электронной и ионной оптики, и как следствие, получение новых технических характеристик источника. Расширенные возможности источника ионов существенны для выяснения причин такого явления, как разброс в измерении времен жизни отрицательных ионов, осуществляемых на приборах разного типа. Применение в источнике выталкивающего электрода U-образной формы позволило повысить интенсивность регистрируемого сигнала не менее чем в два раза.

DOI: 10.7868/S0032816213050066

### ВВЕДЕНИЕ

При измерении времени жизни относительно автоотщепления электрона ( $\tau_a$ ) отрицательных молекулярных ионов, образующихся при резонансном захвате молекулами медленных электронов ( $E_e = 0-15$  эВ) [1], существует проблема значительных (в несколько раз) расхождений величин  $\tau_a$ , измеренных на времяпролетных масс-спектрометрах [2] и на приборах секторного типа [3]. Идентичность методик измерения  $\tau_a$  на приборах обоих типов позволяет предположить, что возможной причиной в расхождении экспериментальных данных может являться пренебрежение при расчете  $\tau_a$  [4] временем вытягивания  $t_{\text{втт}}$  ионов из камеры ионизации. Действительно, при измерениях  $t_{\text{втт}}$  отрицательных молекулярных ионов  $\text{SF}_6$  и  $\text{C}_6\text{O}_2(\text{CH}_3)_4$  (дурохинон – DQ) из камеры ионизации для прибора секторного типа [5] была выявлена зависимость  $t_{\text{втт}}$  от энергии резонанса  $E_e$ . Так для ионов  $\text{SF}_6^-$  ( $E_e = 0$  эВ)  $t_{\text{втт}} = 8.50 \pm 0.01$  мкс, а для ионов  $\text{DQ}^-$  ( $E_e = 1.2$  эВ)  $t_{\text{втт}} = 1.45 \pm 0.01$  мкс.

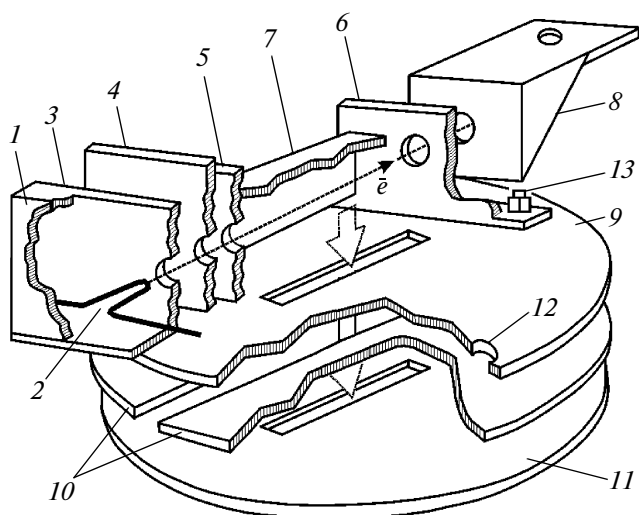
Разница в величинах  $t_{\text{втт}}$  указывает на то, что даже на одном приборе секторного типа затруднено корректное сравнение результатов измерения  $\tau_a$ . Однако в эксплуатируемом источнике ионов (и.и.) системы Нира [6], широко применяемом как в аналитической масс-спектрометрии, так и при проведении исследований с отрицательными ионами на статических масс-спектрометрах, не предусмотрена возможность изменения параметров его конструкции и, как следствие, отсутствует возможность исследования зависимости измеряемой величины  $\tau_a$  от  $t_{\text{втт}}$ .

Целью работы является разработка нового и.и., в котором была бы возможна замена его конструктивных элементов в лабораторных условиях в зависимости от цели исследования. Камера ионизации в модернизированном источнике сконструирована аналогично и.и., описанному в [7].

### ИСТОЧНИК ИОНОВ

Изображения электронного прожектора, расположения диафрагм электронной и ионной оптики нового и.и. показаны на рис. 1. Диафрагмы и.и. и приемник электронов изготовлены из титановой жести толщиной 0.3 мм, а катодная коробочка с отражающим электроны электродом – из стали X18H10T толщиной 0.5 мм. Максимальное возможное расстояние 0.7 мм между смежными диафрагмами получается исходя из внутренних размеров типового корпуса и.и. масс-спектрометра МИ-1201“В” [8] и толщины диафрагм. Внешние размеры диафрагм 9 и 11 такие же, как у стандартного ионного источника. В качестве диафрагмы 10 подходит расщепленная диафрагма любого серийного источника МИ-1201“В”.

Источником электронов электронного прожектора с триодной (катод 2, катодная коробочка (модулятор) 3, экранирующая диафрагма 4) прикатодной частью служит катод прямого накала U-образной формы из вольфрамовой нити  $\varnothing 0.12$  мм. В таких прожекторах электрическое поле в прикатодной области полностью определяется потенциалами модулятора и ближайшей к нему экранирующей диафрагмы, находящейся под положительным потенциалом.



**Рис. 1.** Источник ионов. 1 – отражающий электроны электрод (10 × 10 мм); 2 – катод; 3 – катодная коробочка – модулятор (10 × 9,5 мм); 4 – экранирующая диафрагма (21 × 13 мм); 5, 6 – передняя и задняя диафрагмы электронной оптики камеры ионизации (21 × 14 мм); 7 – выталкивающий электрод; 8 – приемник электронов (10 × 6 мм); 9 – крышка камеры ионизации; 10 – расщепленная диафрагма; 11 – вытягивающая диафрагма; 12 – проходное отверстие в крышке камеры ионизации для траверсы; 13 – винт крепления с гайкой.

Катод устанавливается в катодной коробочке, которая содержит первое проходное отверстие для электронного луча и имеет, как правило, отрицательный относительно средней точки катода потенциал, изменением которого можно воздействовать на величину тока, отбираемого с катода. Диаметр проходного отверстия в катодной коробочке определяют степень воздействия проникающего поля от экранирующей диафрагмы на минимум потенциала объемного заряда и крутизна на вольт-амперной характеристики источника.

Крутизна достигает ярко выраженного максимума, примерно, при  $l_{к-кк}/d_{кк} = 1,5$ , где  $l_{к-кк}$  – расстояние между катодом и катодной коробочкой,  $d_{кк}$  – диаметр проходного отверстия в катодной коробочке [9, 10]. Поэтому при  $d_{кк} = 0,7$  мм эмитирующая поверхность катода должна располагаться приблизительно на расстоянии 1,0 мм от катодной коробочки. Позади катода устанавливается отражающий электрод для защиты от попадания электронов на экранирующий и.и. цилиндр, находящийся под нулевым потенциалом.

Экранирующая диафрагма обеспечивает электростатическое экранирование пространственно заряда катода, благодаря чему сохраняется минимум его потенциала при изменении напряжения на диафрагмах камеры ионизации (рис. 1),

задаваемого разностью потенциалов между средней точкой катода и камерой ионизации, ускоряющей электроны. Поэтому в катодной коробочке исключается зависимость положения минимума потенциала объемного заряда относительно катода от напряжения, ускоряющего электроны, и, как следствие, неконтролируемые изменения распределения электронов по энергии в камере ионизации.

Кроме того, экранирующая диафрагма осуществляет фокусировку электронного луча регулировкой потенциала на ней и является с оптической точки зрения иммерсионным объективом, формирующим скрещение электронных траекторий (кроссовер). Угол расхождения электронного луча за плоскостью скрещения определяется расстоянием между катодом и экранирующей диафрагмой  $l_{к-эд}$  и радиусом  $r$  отверстия в экранирующей диафрагме. Для аксиально-симметричной линзы-диафрагмы фокусное расстояние отверстия в диафрагме равно  $f = -3d$ , где  $d$  – диаметр диафрагмы. Используя эмпирическую 10%-ную поправку, которая учитывает искажения поля у края отверстия [11], определяем угол расходимости электронного луча:

$$\gamma = r/(2,7l_{к-эд}).$$

При угле наклона траектории электронов к оси электронно-оптической системы  $\gamma \leq 8^\circ$  продольная составляющая скорости электронов равна полной скорости с погрешностью  $\leq 1\%$  [12]. Если считать, что вершина “конуса электронного луча” расположена в плоскости катодной коробочки [13], то из вышеприведенного выражения диаметр экранирующей диафрагмы составит 0,9 мм при  $\gamma = 8^\circ$  и  $l_{к-эд} = 0,5 + 0,7 = 1,2$  мм, где 0,5 мм – толщина катодной коробочки, 0,7 мм – расстояние между катодной коробочкой и экранирующей диафрагмой.

Камера ионизации – прямоугольная коробочка, образованная выталкивающим ионы электродом 7, крышкой камеры ионизации (диафрагма 9) и диафрагмами электронной оптики 5, 6 для прохождения электронного луча (рис. 1). В диафрагмах 5, 6 диаметр проходных отверстий 1,2 мм с эмпирической 10%-ной поправкой [11] ограничен минимальной, экспериментально найденной напряженностью магнитного поля фокусирующего электромагнита  $H_{\min} = 70$  Гс [7] и величиной поперечной составляющей энергии электронов  $U_{\perp}$  [В]. Верхний предел диаметра диафрагм камеры ионизации оценивается из уравнения движения заряженной частицы по окружности радиуса  $r$ ,  $\text{см} = 3,37\sqrt{U_{\perp}[\text{В}]/B[\text{Гс}]}$  [14]. Крышка камеры ионизации – диафрагма 9, содержащая первую ионную щель (1 × 10 мм), изготовлена из вытягивающей диафрагмы серийного газового источника МИ-1201“В”, в которой отверстия для крепления на траверсах были рассверлены до  $\varnothing 9,0$  мм.

Дно и две другие стороны камеры ионизации образованы выталкивающим электродом 7. Этот электрод имеет U-образную форму (рис. 2), поэтому электрическое поле в области между ним и крышкой камеры ионизации фокусирует ионы на первую ионную щель.

Замена формы выталкивающего электрода с плоской на U-образную позволила повысить эффективность вытягивания ионов и, как следствие, интенсивность регистрируемого сигнала не менее чем в два раза при таком же напуске исследуемого вещества, как при работе с и.и. старой конструкции [5].

Под дном камеры ионизации, в выталкивающем электроде, выфрезеровано углубление, закрываемое снизу поддоном из стали X18H10T толщиной 0.4 мм. Углубление с боковыми стенками поддона образуют коробочку, в которую укладывается печка для прогрева камеры ионизации до температуры  $\approx 250^\circ\text{C}$ . В центрах поддона и выталкивающего электрода имеются аксиально-симметричные эффузионные отверстия  $\varnothing 1.5$  мм для напуска исследуемого вещества (рис. 2).

Электронные после прохождения задней диафрагмы 6 камеры ионизации улавливаются коллектором — приемником электронов  $\delta$ , выполненным в виде цилиндра Фарадея (рис. 1). Электронный луч в камере ионизации максимально приближен к эффузионному отверстию в выталкивающем электроде, поскольку известно, что плотность пара исследуемого вещества обратно пропорциональна квадрату расстояния от эффузионного отверстия до области ионизации [15]. Расстояние между дном камеры ионизации и электронным лучом ограничивается только диаметром электронного луча, соответствующим  $H_{\min}$ .

Узел электронной оптики вместе с выталкивающим электродом крепится на тех же траверсах, что и камера ионизации и.и. МИ-1201“В”. Катодная коробочка и приемник электронов устанавливаются на отдельных траверсах. Изоляция между диафрагмами электронной оптики 4–6, крышкой камеры ионизации 9 и диафрагмой 10 выполнена керамическими втулками толщиной 1 мм с выступом, а между диафрагмами 10 и 11 — керамическим диском от и.и. МИ-1201“В”. Расщепленная диафрагма 10 фокусирует на вытягивающей щели ( $1 \times 10$  мм) вытягивающей диафрагмы 11 ионы, прошедшие первую ионную щель. Перед выходом в трубу в поле ускоряющей линзы (в [5, рис. 2] она не показана) ионы приобретают кинетическую энергию, равную ускоряющему напряжению, составляющему обычно в эксперименте 3–5 кВ.

Испытания описанного источника ионов показали:

1) применение выталкивающего электрода U-образной формы повышает интенсивность регистрируемого сигнала не менее чем в два раза, что

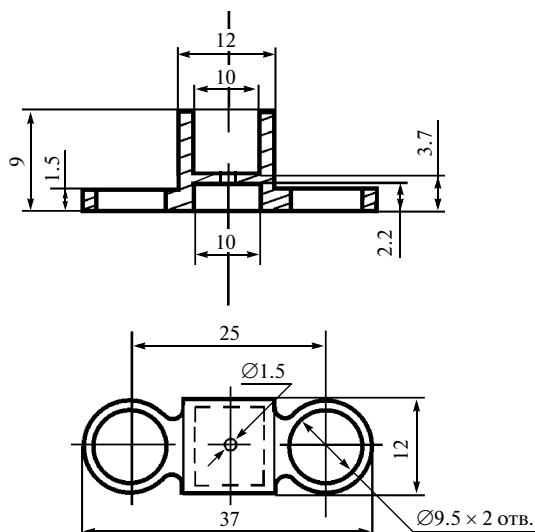


Рис. 2. Выталкивающий электрод.

позволяет получать в пределах резонанса более сглаженную автораспадную кривую  $\tau_a = f(E_e)$  при прежнем количестве накоплений;

2) основным достоинством данной конструкции источника является возможность целенаправленной замены любых диафрагм электронной и ионной оптики; такая замена позволяет изменять ряд технических характеристик и.и., в том числе и время вытягивания ионов из камеры ионизации; при этом ширина распределения электронов по энергии на полувысоте кривой эффективного выхода  $\text{SF}_6^-$  сохраняется на уровне 0.3 эВ, что, по крайней мере, не хуже, чем с источником ионов старой конструкции.

Работа проведена при финансовой поддержке Российского фонда фундаментальных исследований (грант № 11-02-97071-р\_поволжье\_a).

## СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

1. Хвостенко В.И. Масс-спектрометрия отрицательных ионов в органической химии. М.: Наука, 1981.
2. Compton R.N., Christophorou L.G., Huerst G.S., Reinhardt J. // J. Chem. Phys. 1966. V. 45. P. 4634.
3. Хвостенко В.И., Мазунов В.А., Фалько В.С. и др. // ЖХФ. 1982. № 7. С. 915.
4. Лукин В.Г., Воробьев А.С., Ломакин Г.С. // ПТЭ. 2009. № 4. С. 121.
5. Лукин В.Г., Ломакин Г.С. // ПТЭ. 2010. № 3. С. 88.
6. Nier A.O. // Rev. Sci. Instrum. 1947. V. 18. P. 398.
7. Fox R.E., Hickam W.M., Grove D.J., Kjeldaas T. // Rev. Sci. Instrum. 1955. V. 26. № 12. P. 1101.

8. Техническое описание и инструкция по эксплуатации масс-спектрометра МИ-1201“В”. Сумы, Украина. 1983.
9. *Царёв Б.М.* Расчет и конструирование электронных ламп. М.: Энергия, 1967.
10. *Кауфман М.С., Палатов К.И.* Электронные приборы. М.: Энергия, 1970.
11. *Harting E., Burrows K.M.* // Rev. Sci. Instrum. 1970. V. 41. № 1. P. 97.
12. *Жигарев А.А.* Электронная оптика и электронные приборы. М.: Высш. шк., 1972.
13. *Миллер В.А., Куракин Л.А.* Приемные электронно-лучевые трубки (свойства и параметры). М.–Л.: Энергия, 1964.
14. *Шимони К.* Физическая электроника. М.: Энергия, 1977.
15. *Акишин П.А., Горохов Л.Н., Никитин О.Т., Ходеев Ю.С.* // ПТЭ. 1960. № 4. С. 99.