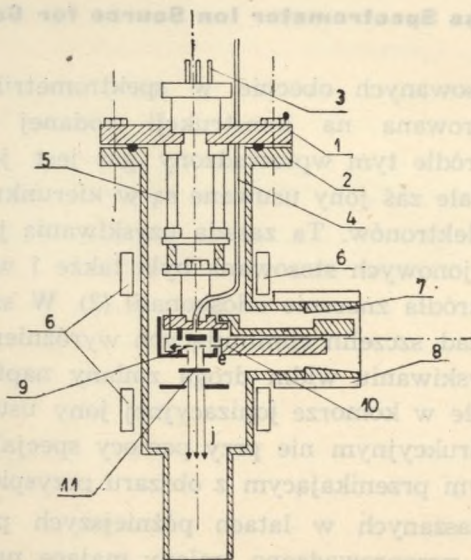




pozwalalo nie tylko na łatwą wymianę katody w przypadku jej przepalenia się, lecz także zapewniało stałe położenie szczelin jonowych, a w następstwie i zdolności rozdzielczej spektrometru (3).

### Konstrukcja źródła

Sposób umieszczenia źródła oraz katody w komorze spektrometru pokazany został na rysunku 1. Źródło jonów wraz z układem szczelin jonowych oraz przewodem doprowadzającym gaz przymocowane jest do pokrywy zamykającej komorę odchyień spektrometru. Przy pomocy podkładki ołowianej w mniejszej średnicy oraz podkładki gumowej o średnicy większej, umieszczonych pomiędzy kołnierzem komory a pokrywą, zapewnione zostało uszczelnienie próżniowe. Od pokrywy i komory spektrometru źródło jest izolowane porcelanowymi prętami, podobnie izolowany jest na przestrzeni kilku centymetrów przy pomocy szklanej rurki miedziany przewód doprowadzający gaz.



Rys. 1. Przekrój przez źródło jonów

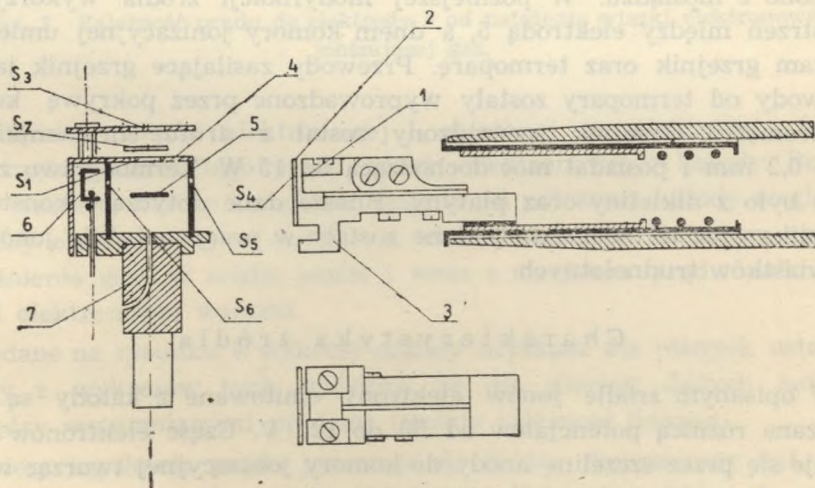
- 1 — pokrywa komory odchyień spektrometru, 2 — kołnierz komory odchyień, 3 — wtopienia przewodów zasilających źródło, 4 — rurka doprowadzająca gaz, 5 — porcelanowe izolatory, 6 — bieguny pomocniczych magnesów, 7 — boczny szlif katody, 8 — chłodzenie wodne bocznego szlif, 9 — komora jonizacyjna źródła, 10 — katoda, 11 — szczeliny jonowe.

Istotną cechą odróżniającą źródło od dotąd opisywanych jest istnienie wymiennej części dostarczającej wiązki elektronowej dla jonizacji gazu. Zarówno katoda w postaci druczika wolframowego długości 8 mm i średnicy 0,09 mm, jak też elektroda przyspieszająca elektrony, zaopa-

trzona szczeliną  $0,8 \times 6 \text{ mm}^2$  przymocowane zostały do mosiężnego pierścienia wsuniętego w szklany szlif. Przy ustawieniu prostopadłym osi szlif do osi komory spektrometru anoda przyspieszająca elektrony zostaje dociśnięta do komory jonizacyjnej źródła tworząc z nią elektrycznie jedną całość. Po dłuższej pracy źródła wymagana jest zarówno wymiana katody jak też koniecznym staje się oczyszczenie anody, na której pod wpływem bombardowania elektronami z czasem osadza się warstewka węgla wydzielonego przy rozkładzie par związków organicznych (6). Opisana konstrukcja pozwala na łatwą wymianę tych części bez naruszania położenia szczelin jonowych.

Pomocnicze pole magnetyczne ogniskujące wiązkę elektronową zostało uzyskane przy pomocy 2 magnesów ustawionych w położeniu symetrycznym w stosunku do bocznego szlif. Szlif ten był dostatecznie oddalony od katody, a jednocześnie chłodzony wodą, co pozwalało na zastosowanie do uszczelnienia apiezonu bez obawy wystąpienia w widmie masowym tła.

Na rysunku 1 widzimy, że wolframowa katoda znajduje się poza obszarem jonizacji gazu i pracuje pod ciśnieniem zbliżonym do panującego w komorze odchyień tj. około  $10^{-6} \text{ mm}$ . Takie umieszczenie katody



Rys. 2. Konstrukcja źródła i katody

1 — katoda w postaci wolframowego drucika  $0,09 \text{ mm}$  długości  $8 \text{ mm}$ , 2 — anoda z wyciętą szczeliną  $0,8 \times 6 \text{ mm}^2$ , 3 — podstawa anody, 4 — puszka komory jonizacyjnej, 5 — elektroda na potencjale dodatnim usuwająca jony, 6 — pułapka elektronów, 7 — podstawa źródła,  $S_1$  — pierwsza podwójna szczelina jonowa,  $S_2$  — druga szczelina jonowa utworzona przez izolowane wzajemnie płyty,  $S_3$  — wyjściowa szczelina jonowa,  $S_4$ ,  $S_5$  i  $S_6$  — szczeliny elektronowe o wymiarach  $0,8 \times 6 \text{ mm}^2$ ,  $2 \times 7 \text{ mm}^2$  oraz  $3 \times 12 \text{ mm}^2$ .

pozwoili na uwolnienie się od wpływu rozżarzonego wolframu na analizowane gazy, jak też na przedłużenie czasu życia katody.

Szczegóły budowy źródła widoczne są z rysunku 2. Źródło było kilkakrotnie modyfikowane, wymiary szczelin podane są dla konstrukcji, przy której osiągnięto najlepsze wyniki zarówno pod względem zdolności rozdzielczej jak też wydajności.

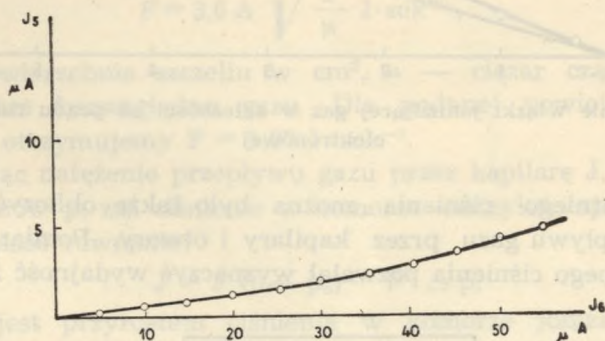
Pierwsza szczelina jonowa wykonana w pokrywie komory jonizacyjnej była podwójna i składała się z 2 szczelin  $0,5 \times 10 \text{ mm}^2$  ustawionych w odległości 4 mm. Druga szczelina o wymiarach  $3,5 \times 15 \text{ mm}^2$  utworzona została przez dwie płyty izolowane wzajemnie oraz od komory jonizacyjnej porcelanowymi podkładkami. Wyjściowa szczelina jonowa wykonana została w płycie ustawionej na szklanych izolatorach. Szerokość jej mogła być podobnie jak i poprzednich szczelin zmieniana, zazwyczaj jednak wynosiła 0,3 mm przy długości 10 mm. Katoda emitująca elektrony utrzymywana była przy pomocy miedzianych szczęk izolowanych mikią. Ze względu na znaczne oddalenie izolacji od katody, jak też dużą powierzchnię szczęk, temperatura miki nie była wysoka.

W zasadzie wszystkie części źródła wykonane zostały z miedzi. Jedyne części nie odgrywające istotnej roli w procesie wytwarzania jonów lub elektronów jak wsporniki, pierścienie utrzymujące lub śruby sporządzono z mosiądzu. W późniejszej modyfikacji źródła wykorzystano przestrzeń między elektrodą 5, a dnem komory jonizacyjnej umieszczając tam grzejnik oraz termoparę. Przewody zasilające grzejnik jak też przewody od termopary zostały wyprowadzone przez pokrywę komory spektrometru. Grzejnik sporządzony został z drutu chromonikielino-wego 0,2 mm i posiadał moc dochodzącą do 15 W. Termoogniwo zbudowane było z nikieliny oraz platyny. Bliższe dane dotyczące konstrukcji grzejnika oraz termoogniwa podane zostały w pracy o źródle jonów dla pierwiastków trudnolotnych.

### Charakterystyka źródła

W opisanym źródle elektrony emitowane z katody są przyspieszane różnicą potencjałów od 50 do 120 V. Część elektronów przedostaje się przez szczelinę anody do komory jonizacyjnej tworząc wiązkę elektronową. Dzięki obecności pomocniczego pola magnetycznego wiązka ta może być skupiona na elektrodzie 6, zaś po włączeniu w obwód przyrządu pomiarowego, można zmierzyć jej natężenie. Jonizacja gazu zachodzi w obszarze, w którym istnieje jedynie bardzo słabe pole elektryczne mające usuwać powstałe jony dodatnie. Pole takie można wytworzyć nadając elektrodzie 5 potencjał o kilka wolt wyższy od potencjału komory jonizacyjnej.

Część elektronów przechodzących przez komorę jonizacyjną ulega wskutek zderzeń z cząsteczkami gazu lub wskutek obecności ładunków przestrzennych rozproszeniu i do elektrody zbierającej 6 nie dochodzi. Oczywiście elektrony te zostaną zebrane na ściankach komory jonizacyjnej, a w pierwszym rzędzie na dodatniej elektrodzie 5. Prąd do tej elektrody może być wobec tego miarą ilości rozproszonych elektronów. Dla małych natężeń wiązki elektronowej prąd do elektrody 5 jest bardzo słaby i wzrasta prędko wraz ze wzrostem natężenia wiązki, a także ciśnienia gazu w źródle jonów.

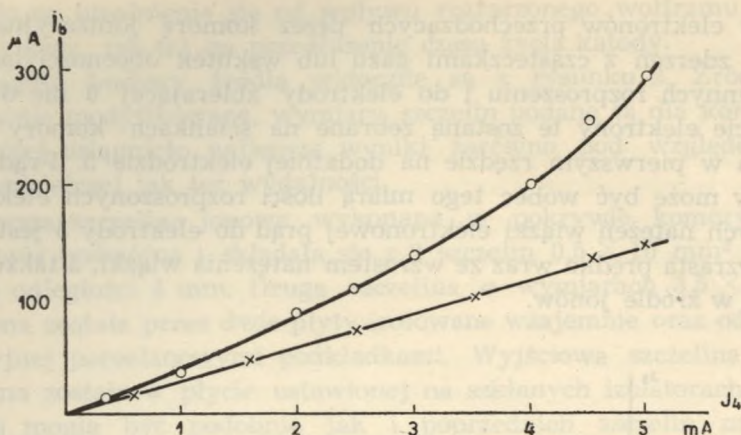


Rys. 3. Zależność prądu do elektrody 5 od natężenia wiązki elektronowej jonizującej gaz.

Natężenie wiązki elektronowej  $I_6$  zbieranej na elektrodzie 6 jest tylko częścią całkowitego prądu emisji elektronowej z katody. Prąd  $I_6$  zależy także w bardzo znacznym stopniu od położenia katody względem szczeliny elektronowej w anodzie, a także, chociaż w słabszym stopniu od ciśnienia gazu w źródle jonów i wraz z wzrostem prądu całkowitej emisji elektronowej wzrasta.

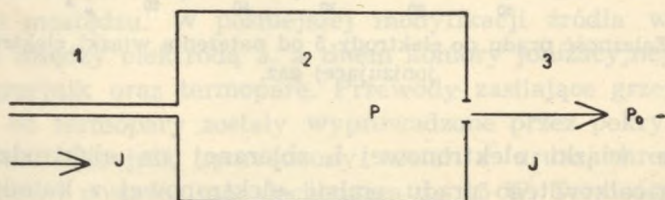
Podane na rysunku 4 wykresy zostały uzyskane dla różnych ustawień katody, z wykresów tych widzimy, że dla niezbyt dużych natężeń, pomiędzy wspomnianymi prądami istnieje zależność liniowa.

Celem uzyskania prądu jonowego do źródła dopuszczany był przez kapilarę gaz z zbiornika pojemności 1 litra. Ciśnienie w zbiorniku wynosiło kilka do kilkunastu milimetrów słupka rtęci, w komorze jonizacyjnej źródła było ono rzędu  $10^{-4}$  mm Hg, zaś w komorze odchyień spektrometru  $10^{-6}$  do  $10^{-5}$  mm Hg. Ciśnienie w zbiorniku gazu było mierzone rtęciowym manometrem skróconym, ciśnienie w komorze odchyień manometrem jonizacyjnym, zaś o ciśnieniu w komorze jonizacyjnej można było wnioskować na podstawie uzyskanych prądów jonowych.



Rys. 4. Natężenie wiązki jonizującej gaz w zależności od prądu całkowitej emisji elektronowej

Wielkość ostatniego ciśnienia można było także obliczyć korzystając z prawa przepływu gazu przez kapilary i otwory. Pomiar prądu jonowego dla znanego ciśnienia pozwalał wyznaczyć wydajność źródła jonów.



Rys. 5. Przepływ gazu przez źródło jonów

1 — kapilara, 2 — komora jonizacyjna źródła, 3 — komora odchyień spektrometru,  $p$  — ciśnienie w komorze jonizacyjnej,  $p_0$  — ciśnienie w komorze odchyień,  $J$  — natężenie przepływu.

Rozkład ciśnień wynikły z przepływu gazu przez źródło pokazany został na rysunku 5. Z zbiornika do źródła gaz był doprowadzany kapilarą długości  $l = 9,5$  cm, o powierzchni przekroju  $5,8 \cdot 10^{-4}$  cm<sup>2</sup>. Powierzchni tej odpowiadałby przekrój kołowy o średnicy  $d = 2,62 \cdot 10^{-2}$  cm. W rzeczywistości kapilara była lekko spłaszczona. Przewodność kapilary została wyznaczona doświadczalnie. W tym celu zbiornik napełniany był do ciśnienia 20 mm Hg, a następnie przez kapilarę i aparaturę spektrometru odpompowywano gaz. Po godzinie odpompowywania ciśnienie w zbiorniku spadało do 18 mm Hg, skąd obliczona dla powietrza przy średnim ciśnieniu w zbiorniku 19 mm Hg przewodność kapilary wynosi  $0,03$  cm<sup>3</sup> sek.<sup>-1</sup> co równoważne jest  $3 \cdot 10^{-5}$  l. sek.<sup>-1</sup>.

Przewodność kapilary obliczona dla przepływu molekularnego wynosiła  $0,02 \text{ cm}^3 \text{ sek.}^{-1}$ , zaś obliczona dla przepływu gazu pod ciśnieniem pośrednim była kilkakrotnie większa od wyznaczonej.

Komora jonizacyjna źródła jonów<sup>1</sup> była połączona z komorą odchyień spektrometru szczeliną jonową o wymiarach  $0,05 \text{ cm} \times 0,8 \text{ cm}$  oraz szczeliną elektronową  $0,08 \text{ cm} \times 0,6 \text{ cm}$ . Całkowita powierzchnia tych szczelin wynosiła więc około  $0,09 \text{ cm}^2$ . Wypływ gazu z komory źródła jonów był oczywiście molekularny. Dla takiego przypadku przewodność szczelin może być obliczona z wzoru:

$$F = 3,6 A \sqrt{\frac{T}{\mu}} \text{ l} \cdot \text{sek}^{-1}, \quad (1)$$

gdzie  $A$  — powierzchnia szczelin w  $\text{cm}^2$ ,  $\mu$  — ciężar cząsteczkowy, zaś  $T$  temperatura bezwzględna gazu. Dla podanej powierzchni szczelin z wzoru (1) otrzymujemy  $F = 1,07 \text{ l} \cdot \text{sek}^{-1}$ .

Oznaczając natężenie przepływu gazu przez kapilarę  $J$ , ciśnienie gazu w źródle jonów  $p$ , zaś ciśnienie w komorze odchyień spektrometru  $p_0$ , możemy zapisać równanie:

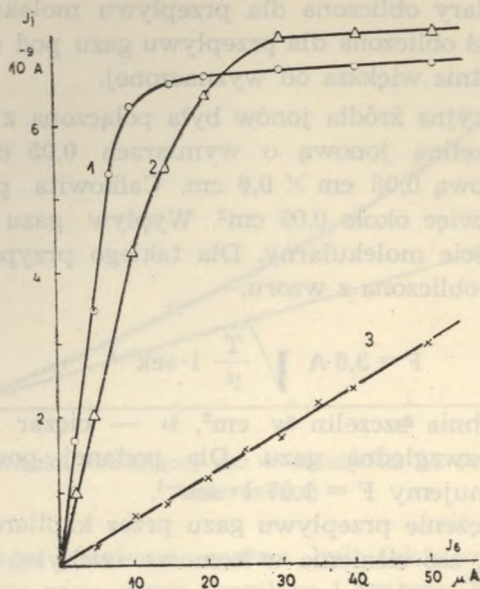
$$J = F (p - p_0) = F \cdot \Delta p, \quad (2)$$

gdzie  $\Delta p$  jest przyrostem ciśnienia w komorze jonizacyjnej źródła, obliczonym względem ciśnienia panującego w komorze odchyień. Zazwyczaj  $p_0$  jest rzędu  $10^{-6} \text{ mm Hg}$ , zaś  $\Delta p$   $10^{-4} \text{ mm Hg}$ , wobec czego można także zakładać  $\Delta p \approx p$ .

Doświadczalnie zostało znalezione, że najkorzystniejszym było utrzymanie w zbiorniku gazu ciśnienia w pobliżu  $3 \text{ mm Hg}$ . Z obliczonej poprzednio przewodności kapilary  $3 \cdot 10^{-5} \text{ l} \cdot \text{sek}^{-1}$  wynika, że natężenie przepływu gazu odpowiadające temu ciśnieniu  $J$  równe jest  $9 \cdot 10^{-5} \text{ mm Hg} \cdot \text{l} \cdot \text{sek}^{-1}$  lub  $0,4 \text{ cm}^3 \text{ atm. godz.}^{-1}$ .

Po podstawieniu podanych wartości do równania (2) na ciśnienie w źródle jonów otrzymujemy wartość  $8,4 \cdot 10^{-5} \text{ mm Hg}$  tj. około  $10^{-4} \text{ mm Hg}$ . Jak widzimy opisane źródło przy optymalnych warunkach pracy zużywało w ciągu godziny  $0,4 \text{ cm}^3$  gazu pod ciśnieniem normalnym.

Wytworzone prądy jonowe były mierzone w dwojaki sposób, bez odchylenia w polu magnetycznym, oraz po odchyleniu w polu i zogniskowaniu na szczelinie kolektora. W pierwszym przypadku kolektor jonów w postaci metalowej tarczy o wymiarach  $25 \times 10 \text{ mm}^2$  ustawiany był w odległości  $10 \text{ cm}$  od szczeliny jonowej, zaś pomiar prądu jonowego dawał sumę natężeń dla wszystkich rodzaj jonów. Pomiar po odchyleniu w polu magnetycznym pozwalał wyznaczyć natężenie wiązki określonego rodzaju jonów.



Rys. 6. Prądy jonowe dla azotu w zależności od natężenia wiązki elektronowej jonizującej gaz

1 — ciśnienie w komorze jonizacyjnej  $2,2 \cdot 10^{-4}$  mm Hg, 2 — ciśnienie  $8,4 \cdot 10^{-5}$  mm Hg, 3 — ciśnienie  $1,5 \cdot 10^{-5}$  mm Hg.

Wykresy ilustrujące zależność całkowitego prądu jonowego dla azotu od natężenia wiązki elektronowej jonizującej gaz widzimy na rysunku 6. Krzywa I została uzyskana przy ciśnieniu gazu w zbiorniku 8 mm, tj. zgodnie z podanymi poprzednio obliczeniami dla natężenia dopływu gazu  $J = 3 \cdot 10^{-5} \cdot 8 = 2,4 \cdot 10^{-4} \text{ l} \cdot \text{mm Hg} \cdot \text{sek}^{-1}$ . Z wzoru (2) dla tego przypadku znajdujemy  $\Delta p = 2,2 \cdot 10^{-4}$  mm Hg. Natomiast dla drugiej krzywej  $\Delta p = 8,4 \cdot 10^{-5}$  mm Hg. Wreszcie krzywa trzecia została uzyskana bez doprowadzania gazu do zbiornika lecz przy zwiększonym ciśnieniu w komorze odchyłen i prawdopodobnie takim samym w źródle, wynoszącym  $1,5 \cdot 10^{-5}$  mm Hg. Z wykresów widzimy, że zależność liniową pomiędzy prądem jonowym a elektronowym obserwuje się tylko dla niezbyt dużych natężeń. W tym przedziale prąd jonowy jest także zależny liniowo i od ciśnienia gazu w źródle jonów.

Dla optymalnego ciśnienia w zbiorniku 3 mm Hg liniową zależność prądu jonowego od prądu elektronowego obserwujemy do natężeń tych prądów wynoszących odpowiednio  $7 \cdot 10^{-9}$  A oraz  $2 \cdot 10^{-5}$  A. Dla tego przypadku natężenie przepływu gazu wynosi  $9 \cdot 10^{-5} \text{ mm Hg} \cdot \text{l} \cdot \text{sek}^{-1}$  co pozwala obliczyć wydajność źródła jonów.



Wydajność źródła zdefiniowana jako stosunek liczby jonów  $n_+$  emitowanych w wiązce, do liczby atomów lub cząsteczek gazu  $n_0$  doprowadzonych do źródła w jednostce czasu, może być wyliczona z łatwego do uzasadnienia wzoru:

$$R = \frac{n_+}{n_0} = \frac{I_j V 760}{e N J} \quad (3)$$

W podanym wyrażeniu  $I_j$  oznacza prąd jonowy wyrażony w amperach,  $e$  — ładunek elementarny  $1,602 \cdot 10^{-19}$  kul.,  $V$  — objętość jednej gramocząsteczki w warunkach normalnych, równą 22,4 l.,  $N = 6,02 \cdot 10^{23}$  jest liczbą Avogadra zaś  $J$  natężeniem przepływu gazu wyrażonym w  $l \cdot \text{mm Hg} \cdot \text{sek}^{-1}$ . W danym przypadku dla ciśnienia w źródle rzędu  $8,41 \cdot 10^{-5}$  mm Hg, oraz prądu elektronowego  $20 \mu\text{A}$ , wydajność  $R = 1,4 \cdot 10^{-5}$  jonów na cząsteczkę (7).

Wydajność względną prądu elektronowego określa się stosunkiem liczby uzyskanych jonów do liczby elektronów użytych na jonizację.

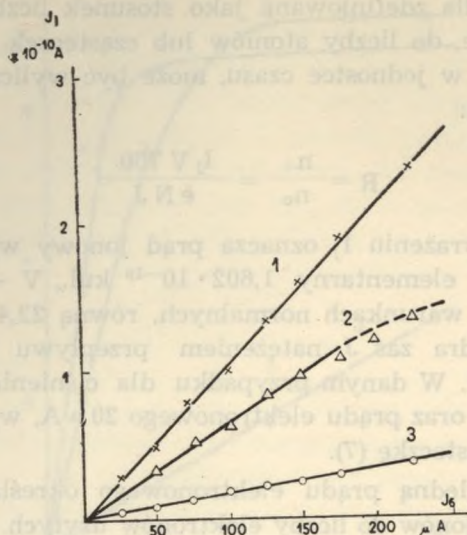
$$R_e = \frac{n_+}{n_e} = \frac{I_j}{I_e} \quad (4)$$

Z podanych natężeń prądu jonowego i elektronowego łatwo znaleźć, że maksymalna wartość  $R_e$  jest rzędu  $3,5 \cdot 10^{-4}$  jonów na elektron.

Mierzone prądy dla jonów  $N_2^+$  oraz  $CO_2^+$ , odpowiadające wierzchołkom o liczbach masowych 28 i 44 miały natężenia rzędu  $10^{-9}$  A, tj. były kilkakrotnie do wartości około dziesięciokrotnej słabsze od całkowitego prądu jonowego. Powodem tego jest zarówno istnienie w wiązce nieodchylonej jonów o różnych masach atomowych, jak też to, że po odchyleniu w polu magnetycznym nie wszystkie jony zostają zogniskowane na szczelinie kolektora.

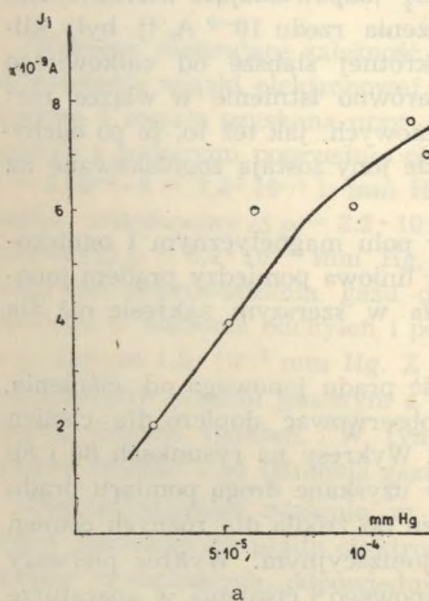
Dla wiązek jonowych odchylonych w polu magnetycznym i ogniskowanych na szczelinie kolektora zależność liniowa pomiędzy prądem jonowym, a elektronowym obserwowana była w szerszym zakresie niż dla wiązek nieodchylonych (rys. 7).

Podobnie liniowa okazała się zależność prądu jonowego od ciśnienia. Odstępstwa od liniowości można było obserwować dopiero dla ciśnień w źródle przewyższających  $10^{-4}$  mm Hg. Wykresy na rysunkach 8a i 8b ilustrujące wspomnianą zależność zostały uzyskane drogą pomiaru prądu jonowego przy zamkniętym dopływie gazu do źródła dla różnych ciśnień w aparaturze mierzonych manometrem jonizacyjnym. Wykres pierwszy został uzyskany dla całkowitego prądu jonowego i ciśnienia w aparaturze dochodzącego do  $5 \cdot 10^{-4}$  mm Hg. Druga krzywa odnosi się do wierzchołka 44 jonów  $CO_2$ . W drugim przypadku długość torów jonowych była

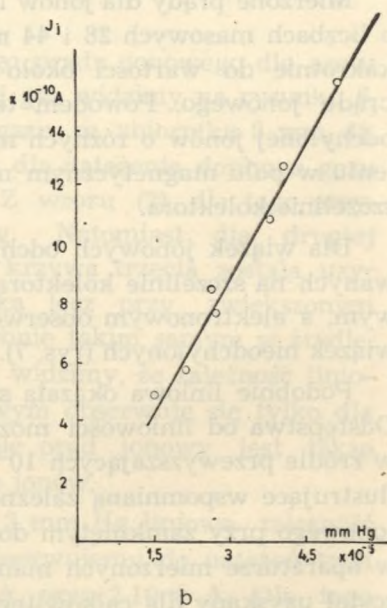


Rys. 7. Wysokość wierzchołka  $N_2$  w zależności od natężenia wiązki elektronowej jonizującej gaz

1 — dla ciśnienia azotu w zbiorniku 20 mm, 2 — 10 mm Hg, 3 — 5 mm Hg



a



b

Rys. 8. Zależność prądów jonowych od ciśnienia

a) całkowity prąd jonowy dla powietrza, b) natężenie wierzchołka 44 dla  $CO_2$

значна i dla uniknięcia efektu rozpraszania ciśnienia nie zwiększano powyżej  $4 \cdot 10^{-5}$  mm Hg.

Za pomocą opisanego źródła uzyskiwano widma masowe gazowych pierwiastków lekkich oraz ich związków. Zdolność rozdzielcza mogła być oceniana na 80 i pozwalała analizować także pierwiastki o wyższych liczbach masowych. Przypuszczalnie ograniczenie zdolności rozdzielczej do 80 było spowodowane niedostatecznie jednorodnym polem magnetycznym.

#### L I T E R A T U R A

- 1) Nier A. O. — Rev. Sci. Instr. 18, 398 (1947).
- 2) Bleakney W. — Phys. Rev. 53, 521, (1938).
- 3) Cooke E. H. — i inni — J. Sci. Instr. 30, 474 (1953).
- 4) Edwards G. — Re. Sci. Instr. 25, 931 (1954).
- 5) Schaeffer O. A. — Rev. Sci. Instr. 25, 660 (1954).
- 6) Stevart R. L. — Phys. Rev., 45, 488 (1934); Shaw A. E. — Phys. Rev. 44, 1006, (1933).
- 7) Reynolds J. H. — Rev. Sci. Instr. 27, 928, (1956).

#### Р Е З Ю М Е

В настоящей работе описывается ионный источник новой конструкции. Устройство источника позволяет сменять катоду и очищать аноду без необходимости разборки источника и нарушения положения ионных щелей. Смонтированный нагреватель дает возможность обезгаживать источник, а термо-элемент измерять температуру ионизационной камеры.

Кроме того автор занялся определением зависимостей между отдельными электронными токами в источнике, а также зависимости ионных токов от интенсивности ионизирующего электронного пучка и давления газа в источнике.

В работе подробно разработан вопрос переплыва газа через аппарат и представлен метод определения производительности ионного источника.

Для производительности ионов в описываемом источнике, выраженной как отношение числа ионов к числу введенных в аппарат газовых частиц, автором найдена величина  $R = 1,4 \cdot 10^{-5}$  ионов на молекулу, при отношении силы ионного тока к электронному:  $Re = 3,5 \cdot 10^{-4}$  ионов на электрон.

## SUMMARY

A new construction of the source of ions is described. The exchange of the cathode and cleaning of the anode may be effected without dismounting the ion source or moving the ion slits. A heating element provided inside renders possible the outgassing of the source. Temperature is measured by means of a thermo-electric couple.

The interdependence of the electron currents in the source and the dependence of the ion currents on the intensity of the ionizing electron beam and on the pressure in the source have been determined. The problem of the gas flow through the apparatus is discussed and a method of determining the efficiency of the source is given. For the ion efficiency i. e. the ratio of the number of ions to that of molecules introduced into the apparatus the value  $R = 1,4 \cdot 10^{-5}$  has been found, the ratio of the intensity of the ion beam to the intensity of the electron beam being  $R_e = 3,5 \cdot 10^{-4}$ .

## P E S Z O M E

W niniejszym artykule opisano nową konstrukcję źródła jonów. Wymiana katody i czyszczenie anody może być dokonane bez demontażu źródła jonów lub przemieszczenia szczelin jonowych. Element grzewczy umieszczony wewnątrz umożliwia wyprowadzenie gazów z źródła. Temperaturę mierzy się za pomocą termopary. Określono wzajemną zależność prądów elektronów w źródle od natężenia wiązki jonizujących elektronów oraz od ciśnienia w źródle. Omówiono problem przepływu gazu przez urządzenie i podano metodę wyznaczenia sprawności źródła. Dla sprawności jonowej, tzn. stosunku liczby jonów do liczby cząsteczek wprowadzonych do urządzenia, znaleziono wartość  $R = 1,4 \cdot 10^{-5}$ , natomiast stosunek natężenia wiązki jonów do natężenia wiązki elektronów wynosi  $R_e = 3,5 \cdot 10^{-4}$ .