

ИССЛЕДОВАНИЕ ИСКРОВОГО ИСТОЧНИКА ИОНОВ

Ч.М. ДЖУВАРЛЫ, Г.М. КЕРИМОВ, З.К. НУРУБЕЙЛИ

Институт Физики АН Азербайджана

370143, г. Баку, пр. Г. Джавида, 33

Изучены режимы разряда источника ионов с искровым разрядом. Определено межэлектродное расстояние, обеспечивающее максимальную эффективность ионообразования. Показано, что для достижения высоких технических показателей ионно-оптической системы источника необходимо установить оптимальный угол расположения образца относительно оптической оси системы.

При решении ряда проблем в некоторых областях науки и техники часто ставится задача количественного определения содержания элементов в исследуемом образце. Применяемые в настоящее время методы, такие как радиометрический, спектральный, гравиметрические и другие не всегда могут обеспечить необходимую точность, чувствительность и требуемый предел обнаружения.

Одним из путей решения таких задач может быть применение масс-спектрометрического анализа с применением вакуумного искрового разряда для ионизации образца.

Возможность одновременного определения нескольких десятков примесей, включая газообразующие, на уровне $10^{-5} \div 10^{-7}$ % массы, а также определение примесей на поверхности и получение профилей их распределения в тонких слоях материалов ставит масс-спектрометрию с искровым источником ионов на одно из главных мест в комплексе методов определения примесного состава особо чистых веществ.

Однако, пределы обнаружения примесей при искровом способе ионизации не всегда удовлетворяют требованиям ряда материалов для микро- и оптоэлектроники. Это в первую очередь связано с ограничением дисперсионных характеристик анализатора, обусловленным энергетическим разбросом образовавшихся ионов. С другой стороны большой угол разлета ионов при пробое разрядного промежутка усложняет получение параксиального ионного пучка.

В ряде работ описаны методы устранения вышеуказанных недостатков путем выбора конструкции электродов [1,2] и режимов разряда [3]. Однако, при решении аналитической задачи, где требуется надежное определение содержания элементов на уровне $10^{-8} \div 10^{-10}$ % массы, необходимо обеспечить стабильность режима и воспроизводимость результатов наряду с высокими ионно-оптическими показателями источника.

Эти недостатки, а также неустойчивость эффективности ионизации обусловили исследования искрового источника ионов. Эксперименты проводились на времяпролетном масс-спектрометре МХ 1302. Конструкция разрядного промежутка и ионно-оптической системы источника приведены на рис.1. Эксперименты проводились при различных напряжениях пробоя ($U_{пр}$) для различных расстояний межэлектродного промежутка. Между ионно-оптической системой и образцом на расстоянии 15 мм был установлен вытягивающий электрод (ВЭ). Электроды искрового промежутка питались от генератора импульсов с помощью параллельно соединен-

ных к ним индуктивности ($L = 1,5$ мГн) и емкости ($C = 50$ пФ).

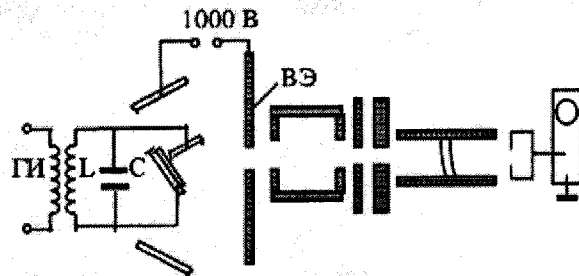
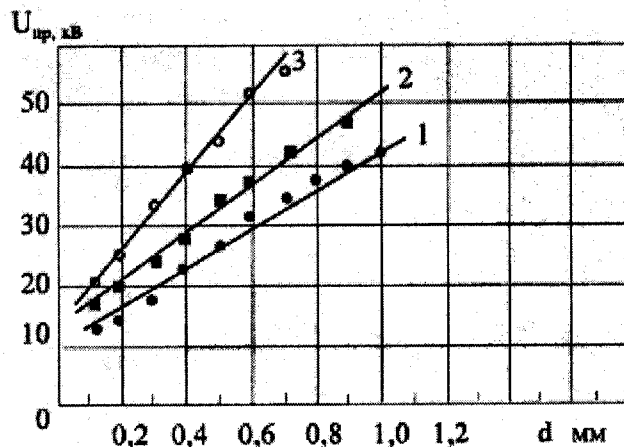


Рис.1. Экспериментальная установка

Это позволяло в течении 10^{-6} с накапливать энергию до 50 кэВ.

Искра возникала при достижении напряжения между электродом и антиэлектродом, превышающего $U_{пр}$ (для определенного давления остаточного газа в камере источника). Как и следовало ожидать, с уменьшением межэлектродного промежутка пробой вакуума происходил при более низком $U_{пр}$ (рис. 2), что можно объяснить высокой напряженностью поля, необходимой для возникновения автоэлектронной эмиссии, которая является причиной "взрыва" на катоде. Это сопровождается появлением импульса ионного тока на выходе анализатора.

Рис.2. 1- $p = 3,5 \cdot 10^{-3}$; 2- $p = 10^{-2}$.

Многочисленные эксперименты показали, что при расстоянии между электродами менее 0,1 мм и напряжении на электродах, превышающем $U_{пр}$, на выходе анализатора появляются 2-3 импульса с уменьшающимися

$(2\div 5)\times 10^{-8}$ с. Последующий визуальный анализ образца под микроскопом показал, что количество импульсов на выходе в большинстве случаев совпадает с количеством участков взрывов (кратеров).

В литературе приводятся данные о разрушении электродов искровым разрядом. Приводятся результаты исследования кратеров на поверхности образцов при различных напряжениях пробоя [4]. Измеряя время появления этих импульсов и отставание между ним нам удалось установить корреляцию между циклами высокочастотного генератора и появлением импульсов. Установлено, что каждый первый кратер образуется в конце цикла за время не более 10^{-7} с. Частота образования последующих кратеров хорошо коррелирует с частотой цикла.

Исследования ионного тока, проходящего через анализатор как функции от $U_{пр}$, от расстояния и от давления позволили, с одной стороны, оценить эффективность ионообразования в искровом разряде, с другой – определить оптимальный режим разряда, при котором отбор ионов из области ионизации максимален. Семейство кривых $I=f(U_{пр})$ представлено на рис. 3. На основе результатов этой серии измерений можно определить наиболее благоприятный режим разряда.

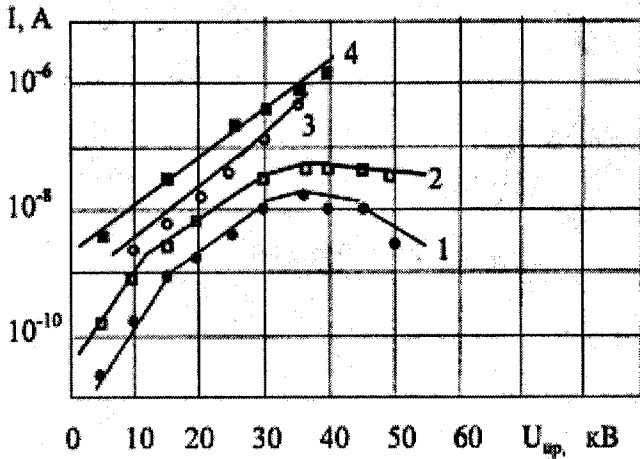


Рис.3. 1 - $d=0,4$; 2 - $0,3$; 3 - $0,15$; 4 - $0,1$ мм.

Как показывает ход кривых $I(U_{пр})$, для больших углов наклона плоскости образца и больших $U_{пр}$, несмотря на большой выброс материала образца, количество ионов, дошедших до детектора, уменьшается с увеличением $U_{пр}$. Это позволяет сделать вывод о том, что вещество пробы в ионном источнике используется с наибольшей пользой, если обеспечены условия минимального экранирования ионного тока электродами, и анализ ведется при невысоком напряжении пробоя.

Для исследования ионизации вещества и переноса ионов через анализатор проводились специальные эксперименты для определения эффективности ионно-оптической системы (рис. 4).

В литературе часто оценивают коэффициент эффективности ионно-оптической системы источника как $\Delta=1/\eta$, равный числу атомов, которые необходимо распылять в источнике для того, чтобы один ион достиг детектора [5]. Величина η зависит от типа масс-спектрометра, ширины выходной щели ионного источника, направленности ионного пучка и, естественно, распре-

ления электростатического поля на всем пути движения иона до детектора.

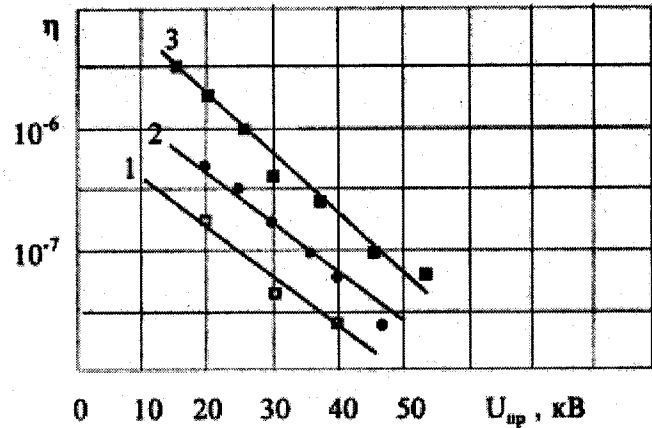


Рис.4. 1 - $\alpha=20^\circ$; 2 - $\alpha=30^\circ$; 3 - $\alpha=45^\circ$.

Для исследования η от режима разряда был измерен ток ионов образца по масс-спектрометру и рассчитывался расход материала образца по объему кратеров на образце по формуле:

$$\eta = \frac{\rho N_A V}{M}$$

где ρ - плотность образца, M - атомный вес образца, V - объем кратера, N_A - число Авогадро. Оказалось, что η уменьшается с ростом $U_{пр}$. Это может быть вызвано двумя причинами. Во-первых, при высоких импульсных напряжениях энергетический разброс ионов, образующихся в источнике становится большим, во вторых, не исключено, что увеличение разряда вызывает повышенное распыление нейтральных частиц, вследствие чего падает коэффициент ионизации [6].

Изучение характеристик импульсов на выходе анализатора показало, что с увеличением $U_{пр}$ длительность ионного тока увеличивается, одновременно с этим уменьшается высота импульса. Это, по всей вероятности, вызвано тем, что при больших $U_{пр}$ выделяемая энергия не успевает прогреть образец, часть атомов не успевает ионизироваться, а часть имеет большой энергетический разброс, что снижает их проходимость через анализатор. Об этом свидетельствуют длительности импульсов токов: если при $U_{пр} = 30$ кВ, $\tau = 6 \times 10^{-8}$ с, то при $U_{пр} = 50$ кВ, $\tau = 4 \times 10^{-7}$ с.

Таким образом, использование искрового источника ионов в масс-спектрометрии для анализа примесей в твердом веществе позволяет получить высокую абсолютную чувствительность и достаточное разрешение при правильном выборе режима разряда, конструкции электродов, их взаимного расположения и ионно-оптической системы. Многочисленные эксперименты показывают, что эффективность вакуумной искры также зависит от расположения образца относительно оптической оси, собирающей и фокусирующей электрические системы, и, для максимального отбора ионов из области разряда, угол между нормалью поверхности образца и оптической осью системы не должен превышать 45 угловых градусов.

- [1] С.В. Кириенко. "Журнал Технической Физики", № 55, 1985.
- [2] Я.Г. Гречко, С.Г. Бучнев, М.В. Шатров. "Журнал аналитической химии", № 45, 1990.
- [3] Б.В. Тихомиров, Е.В. Олейников. "Журнал аналитической химии", № 43, 1988.
- [4] М.С. Чупахин, Г.И. Рамендик. "Журнал аналитической химии", № 35, 1980.
- [5] J.S. Halliday et al. In: "Advance Mass-spectrometry", V. 13, Paris, 1985.
- [6] М.С. Чупахин, О.И. Крючкова, Г.И. Рамендик. Аналитические возможности искровой масс-спектрометрии, М., 1980.

Ç.M. Cuvarli, Q.M. Kərimov, Z.K. Nurubəyli

QIĞILCILMLI BOŞALMA ARALIĞINA MALİK İON MƏNBƏLƏRİNİN TƏDQIQI

İş bə'zi kütlə-spektrometrlərində istifadə olunan qığılçılımlı boşalma aralığına malik ion mənbələrinin tədqiqinə həsr olunub. Göstərilir ki, ion mənbəyində yaranan ion paketinin enerjiyə görə dağılıqlığı istər elektrik boşalmasının rejimindən, istərsə də elektrodların konstruksiyası və qarşılıqlı vəziyyətlərindən kəskin asılıdır. Deşilmə gərginliyinin böyük qiymətlərində analizatorun çıxışında alınan ionların miqdarı kəskin azalır və cihazın dispersiya xassələri pisləşir. Analizatorun həssaslığını və qığılçılımlı effektliyini artırmaq üçün nümunənin səthinin normalı ion-optik oxu ilə 45 bucaq əmələ gətirməlidir.

Ch.M. Djuvarly, G.M. Kerimov, Z.K. Nurubeyly

INVESTIGATION OF THE SPARK ION SOURCE

The discharge modes of the ion source by spark discharge are investigated. The interval between electrodes ensuring as much as possible efficiency of the ion generation is determined. It is shown, that for achievement of high technical parameters of the ion-optical system of a source it is necessary to establish an optimum angle between the sample position and optical axis of system.