

PACS number: 07.75. + h

ВЛИЯНИЕ РЕЖИМОВ РАБОТЫ ИСТОЧНИКА ИОНОВ НА ХАРАКТЕРИСТИКИ ПРИЗМЕННОГО МАСС-СПЕКТРОМЕТРА С НЕОДНОРОДНЫМ МАГНИТНЫМ ПОЛЕМ

А.С. Кузема¹, А.Д. Погребняк², П.А. Кузема³

¹ Сумский национальный аграрный университет,
ул. Кирова, 160, 40021, Сумы, Украина
E-mail: admin@sau.sumy.ua

² Сумской государственной университет,
ул. Римского-Корсакова 2, 40007 Сумы, Украина

³ Институт химии поверхности им. А.А. Чуйко НАН Украины,
ул. Генерала Наумова, 17, 03164, Киев, Украина

Исследовано влияние магнитного поля, фокусирующего электронный пучок в источнике ионов масс-спектрометра, на аналитические характеристики прибора. Определена область значений тока фокусирующего электромагнитного источника, при которых эксплуатационные параметры масс-спектрометра оптимальны.

Ключевые слова: МАСС-АНАЛИЗАТОР, ИСТОЧНИК ИОНОВ, МАГНИТНОЕ ПОЛЕ, ЭЛЕКТРОННЫЙ ПУЧОК, РАЗРЕШАЮЩАЯ СПОСОБНОСТЬ.

(Получено 05.11.2009, в отредактированной форме – 30.03.2010)

Использование призматических неоднородных магнитных полей в масс-спектрометрии позволяет улучшить основные характеристики приборов и устройств, в которых такие поля выполняют функции анализаторов пучков заряженных частиц по массам или энергиям [1-3]. В большинстве масс-спектрометров, предназначенных для анализа газообразных смесей, применяют целевые источники ионов с ионизацией пробы электронным ударом и магнитной фокусировкой электронного пучка [4]. Наличие магнитного поля в области источника ионов оказывает влияние на чувствительность масс-спектрометра и является причиной дискриминационных эффектов, при которых состав ионов в пучке не соответствует молекулярному составу пробы. В связи с этим, представляется целесообразным определение таких режимов работы источника ионов, при которых область значений аналитических параметров прибора при его эксплуатации будет наиболее рациональной.

Исследования выполнялись на масс-спектрометре, ионно-оптическая система которого состояла из масс-анализатора с магнитным полем r^{-1} , имеющим прямолинейные границы, и одиночной осесимметричной электростатической линзы, осуществляющей фокусировку ионов по направлению. При относительно небольших габаритах такая ионно-оптическая система обеспечивает большую дисперсию по массам и пространственную фокусировку ионного пучка. Действительно, дисперсия масс-спектрометра в этом случае определяется выражением [3]:

$$D_m = (r_m \times \varphi_m)/4 + (L_m'' \times \varphi_m)/2,$$

где r_m – радиус центральной траектории ионов, φ_m – угол поворота ионов в магнитном поле масс-анализатора, L_m'' – длина выходного плеча масс-анализатора.

При выбранной геометрии ионно-оптической системы ($r_m = 0,1$ м, $\varphi_m = 270^\circ$, $L_m'' = 0,18$ м) дисперсия прибора составляет 1 м или 10 мм на один процент изменения массы иона. Это существенно сказывается на увеличении разрешающей способности и чувствительности прибора. Поскольку в масс-спектрометре использована электрическая фокусировка ионов по направлению вместо магнитной, то механической юстировки прибора не требуется. Неточности установки источника и приемника ионов относительно границ магнитного поля масс-анализатора устраняются изменением напряжения на среднем электроде электростатической линзы, расположенной между источником ионов и масс-анализатором. Настройка масс-спектрометра сводится в основном к подбору оптимального режима источника ионов и соответствующего потенциала среднего электрода электростатической линзы. Для обеспечения оптимального режима работы ионного источника в приборе применен фокусирующий электронный пучок электромагнит с регулируемой величиной индукции магнитного поля в зазоре в пределах $0,01 \div 0,06$ Тл.

Наличие магнитного поля в области ионного источника сказывается на фокусирующих свойствах ионной пушки. Поэтому для изучения влияния величины этого поля на дискриминацию ионов и аналитические параметры прибора в область источника ионов вводились пары ртути и воздуха. Юстировка масс-спектрометра осуществлялась при ускоряющем напряжении 2,3 кВ по изотопам ртути. Разрешающая способность измерялась на уровне 10% интенсивности линий 201 а.е.м. и 202 а.е.м. Дискриминация ионов оценивалась по величине отношения интенсивности линии азота (28 а.е.м.) к интенсивности линии изотопа ртути с массовым числом 202 а.е.м. Чувствительность прибора определялась суммарным ионным током изотопов ртути и азота, отнесенным к величине давления в анализаторе. На рис. 1 приведены зависимости дискриминации ионов (кривая 1), чувствительности (кривая 2) и разрешающей способности прибора (кривая 3) от величины тока фокусирующего электромагнита и показана область рациональных значений указанных параметров. Как и следовало ожидать, кривые имеют сложный характер, поскольку магнитное поле источника ионов влияет на траектории электронов и ионов. При величине индукции магнитного поля 0,018 Тл (что соответствует току фокусирующего электромагнита 0,27 А) разрешающая способность и чувствительность масс-спектрометра максимальны. С увеличением индукции магнитного поля эффективность ионизации молекул исследуемого вещества уменьшается, а ширина ионного пучка в ионной пушке за счет отклонения легких масс увеличивается. Поэтому чувствительность и разрешающая способность прибора при больших значениях магнитного поля в ионном источнике уменьшаются. Из приведенных графиков видно, что в режиме большой чувствительности и разрешающей способности масс-спектрометр не свободен от дискриминации ионов. Следовательно, область

рациональных значений тока фокусирующего электромагнита находится в пределах 0,1 А ÷ 0,3 А, что соответствует изменению магнитной индукции в зазоре электромагнита в интервале 0,01 ÷ 0,02 Тл.

Относительно высокая чувствительность призматического масс-спектрометра является существенным преимуществом при обнаружении микропримесей. Однако окончательное заключение о применимости прибора для этих целей можно делать после определения величины разрешающей способности на низких уровнях интенсивности линий спектра масс. Эти измерения проводились нами по изотопам криптона. На рис. 2 приведены зависимости разрешающей способности от уровня, на котором она определялась при различных величинах энергии ионов. Анализируя полученные результаты, можно видеть, что разрешающая способность на уровне 0,01% интенсивности линий (даже при энергии ионов 1000 эВ) является достаточной для определения микропримесей газообразных веществ. На полувысоте пиков разрешающая способность более 700 (кривые 2 и 3), благодаря чему прибор может быть использован не только для химического, но и для структурного анализа состава вещества.

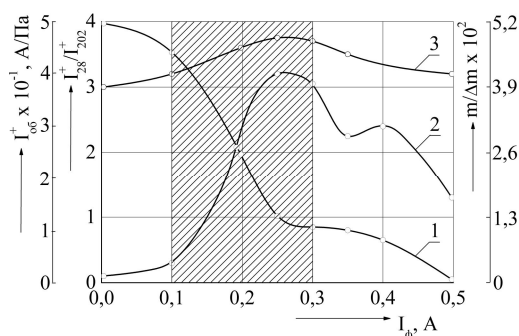


Рис. 1 – Область рациональных значений параметров масс-спектрометра: $I_{об}^+$ – ионный ток изотопов ртути и азота; I_{ϕ} – ток фокусирующего электромагнита; $m/\Delta m$ – разрешающая способность

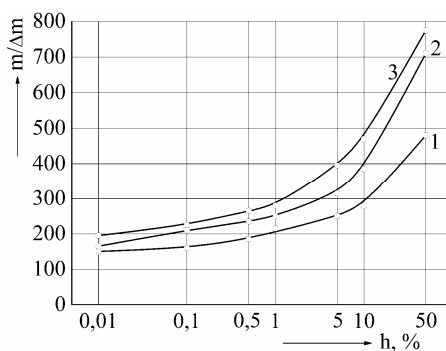


Рис. 2 – Разрешающая способность масс-спектрометра на различных уровнях интенсивности линий. Энергия ионов, эВ: 10^3 (1); $1,5 \cdot 10^3$ (2) и $3 \cdot 10^3$ (3)

Об аналитических возможностях призмного масс-спектрометра с неоднородным магнитным полем можно судить по его основным техническим характеристикам, полученным в результате лабораторных испытаний прибора и приведенным в таблице 1.

Таблица 1 – Основные характеристики масс-спектрометра

№ п/п	Наименование параметра	Единицы измерения	Получено при испытаниях	Примечание
1	Диапазон измеряемых масс	а.е.м.	1 – 320	При ускоряющем напряжении 1500 В
2	Разрешающая способность, не менее		350	При ускоряющем напряжении 1500 В
3	Чувствительность (по аргону)	А/Па	$13,3 \times 10^{-2}$	При $m/\Delta m = 350$
4	При чувствительности (по аргону)	%	$7,7 \times 10^{-6}$	
5	Диапазон рабочих давлений	Па	$5 \times 10^{-6} - 2 \times 10^{-3}$	
6	Случайная составляющая относительной погрешности	%	± 2	По н-пентану

Таким образом, при относительно небольших габаритах масс-анализатора (радиус центральной траектории ионов $r_m = 100$ мм) призмный масс-спектрометр по аналитическим параметрам превосходит приборы аналогичного класса. Кроме того, он прост в наладке и эксплуатации.

THE INFLUENCE OF ION SOURCE OPERATING CONDITIONS ON THE CHARACTERISTICS OF PRISM MASS SPECTROMETER WITH INHOMOGENEOUS MAGNETIC FIELD

*O.S. Kuzema*¹, *O.D. Pogrebnjak*², *P.O. Kuzema*³

¹ Sumy National Agrarian University,
160, Kirov Str., 40021, Sumy, Ukraine
E-mail: admin@sau.sumy.ua

² Sumy State University,
2, Rymsky-Korsakov St., 40007, Sumy, Ukraine

³ Chuiko Institute of Surface Chemistry of NAS Ukraine,
17, General Naumov Str., 03164, Kyiv, Ukraine

The influence of magnetic field focusing the electron beam in ion source of mass spectrometer on the analytical characteristics of the instrument has been studied. The range of current of ion source's focusing electromagnet providing the optimal performance of the mass spectrometer has been determined.

Keywords: MASS ANALYZER, ION SOURCE, MAGNETIC FIELD, ELECTRON BEAM, RESOLUTION.

**ВПЛИВ РЕЖИМІВ РОБОТИ ДЖЕРЕЛА ІОНІВ НА ХАРАКТЕРИСТИКИ
ПРИЗМОВОГО МАСС-СПЕКТРОМЕТРА З НЕОДНОРІДНИМ МАГНІТНИМ
ПОЛЕМ**

О.С. Кузема¹, О.Д. Погребняк², П.О. Кузема³

¹ Сумський національний аграрний університет,
вул. Кірова, 160, 40021, Суми, Україна
E-mail: admin@sau.sumy.ua

² Сумський державний університет,
вул. Римського-Корсакова 2, 40007 Суми, Україна.

³ Інститут хімії поверхні ім. О.О. Чуйка НАН України,
вул. Генерала Наумова, 17, 03164, Київ, Україна

Досліджено вплив магнітного поля, що фокусує електронний пучок у джерелі іонів мас-спектрометра, на аналітичні характеристики приладу. Визначено область значень струму фокусуємого електромагніта іонного джерела, за яких експлуатаційні параметри мас-спектрометра оптимальні.

Ключові слова: МАС-АНАЛІЗАТОР, ДЖЕРЕЛО ІОНІВ, МАГНІТНЕ ПОЛЕ, ЕЛЕКТРОННИЙ ПУЧОК, РОЗДІЛЬНА ЗДАТНІСТЬ.

СПИСОК ЛІТЕРАТУРИ

1. Н.А. Шеховцов, *Магнитные масс-спектрометры* (М.: Атомиздат: 1971).
2. В.М. Кельман, И.В. Родникова, Л.Н. Секунова, *Статические масс-спектрометры* (Алма-Ата: Наука: 1985).
3. А.С. Кузема, О.Р. Савин, И.Я. Чертков, *Анализирующие системы магнитных масс-спектрометров* (Київ: Наук. думка: 1987).
4. А.А. Сысоев, М.С. Чупахин, *Введение в масс-спектрометрию* (М.: Атомиздат: 1977).