

ФЕДЕРАЛЬНОЕ АГЕНТСТВО ПО ОБРАЗОВАНИЮ
Государственное образовательное учреждение высшего профессионального
образования
«ТОМСКИЙ ПОЛИТЕХНИЧЕСКИЙ УНИВЕРСИТЕТ»

Н.Н. Никитенков

**Послойное исследование элементного и
химического состава приповерхностных
слоев твердых тел**

Методические указания к лабораторным работам

Издательство
Томского политехнического университета
Томск 2007

ББК 22.37
В88
УДК 535.33

Никитенков Н.Н.

Послойное исследование элементного и химического состава приповерхностных слоев твердых тел: методические указания к лабораторным работам / Н.Н. Никитенков – Томск: Изд-во Томского политехнического университета, 2007. – 38 с.

Методические указания включают три лабораторные работы, по использованию методов атомной физики для изучения физических свойств металлов и полупроводников, в том числе систем "металл–водород". Представленные в методических указаниях лабораторные работы "Получение и измерение сверхвысокого вакуума", "Получение и диагностика ионных пучков" и "Получение, компьютерная запись и обработка масс спектров с использованием масс-спектрометра вторичных ионов МС-7201М" охватывают весь комплекс мероприятий по постановке эксперимента для получения профилей распределения элементов и химических соединений в приповерхностных слоях твердых тел. Лабораторные работы соответствуют рабочей программе направления "Физика конденсированного состояния" и охватывают дисциплины программы: "Основы изотопного, химического и структурного анализа поверхности методами атомной физики", "Неравновесные системы металл–водород".

УДК 535.33
ББК 22.37
В88

Рекомендовано к печати Редакционно-издательским советом
Томского политехнического университета

Рецензенты

Доктор физ.-мат.наук, профессор
Ю.И. Тюрин

© Томский политехнический университет, 2007
© Оформление. Издательство Томского политехнического университета, 2007

ОГЛАВЛЕНИЕ

ВВЕДЕНИЕ	5
Лабораторная работа №1 "Получение и измерение сверхвысокого вакуума"	6
1. Общие сведения о вакууме и вакуумных насосах	6
1.1. Вакуум.....	6
1.2. Вакуумные насосы	7
1.2.1. Насосы среднего вакуума.....	8
1.2.2. Высоковакуумные насосы	10
1.2.3. Сверхвысоковакуумные насосы	11
2. Измерение вакуума.....	14
3. Порядок выполнения работы.....	15
3.1. Вакуумная система масс-спектрометра вторичных ионов МС-7201М.....	15
3.2. Получение форвакуума.....	17
3.3. Получение высокого вакуума.....	18
3.4. Получение СВВ в камере дифнасоса и в системе в целом.....	19
4. Требования к отчету.....	19
5. Контрольные вопросы.....	20
Дополнительная литература.....	20
Лабораторная работа № 2 "Получение и диагностика ионных пучков"	20
1. Основные понятия и общие сведения о получении ионных пучков.....	21
1.1. Плазменные ионные источники.....	22
1.2. Источники ионов с ионизацией полем и электронным ударом.....	25
1.3. Ионный источник масс-спектрометра вторичных ионов МС-7201М.....	26
2. Задание.....	27
3. Порядок запуска ионного источника.....	28
4. Требования к отчету.....	28
5. Контрольные вопросы.....	29
Дополнительная литература.....	29
Лабораторная работа № 3 "Получение, компьютерная запись и обработка масс спектров с помощью масс-спектрометре вторичных ионов МС-7201М"	29
1. Устройство и работа составных частей масс-спектрометра вторичных ионов МС-7201М.....	30
1.1. Технические характеристики основных узлов	

установки.....	30
1.1.2. Ионные источники	31
1.1.3. Двухканальный монополь.....	31
1.1.4. Иммерсионный объектив.....	32
1.1.5. Ионно-электронный преобразователь с энергоанализатором.....	32
1.1.6. Система регистрации данных.....	33
2.Порядок выполнения работы.....	34
3. Выключение установки	37
4. Требования к отчету.....	38
5. Контрольные вопросы.....	38
Дополнительная литература.....	38
ПРИЛОЖЕНИЕ.....	39

ВВЕДЕНИЕ

Вторичная ионная масс-спектрометрия (ВИМС) – современный и один из самых распространенных методов послойных исследований приповерхностных слоев твердого тела. Это обусловлено следующими обстоятельствами.

1. Анализирующий ионный пучок обеспечивает сигнал ВИМС и распыление (т.е. профилирование) одновременно.

2. Распыленные частицы отражают действительный элементный и химический состав приповерхностной области твердого тела.

3. Пучки ионов легко фокусируются и ими легко управлять, так что при сканировании пучком по поверхности можно получать карты распределения элементов и примесей, характеризующие распределение химического состава по поверхности. Таким образом, возможен трехмерный элементный и химический анализ.

4. При типичных для ВИМС энергиях и плотностях тока первичных ионов распыленные частицы поступают из верхних одного-двух атомных слоев поверхности, так что ВИМС является поверхностно-чувствительным методом и должен давать информацию с глубин, масштаб которых таков же, как у других методов спектроскопии поверхности.

5. Уникальной особенностью ВИМС по отношению к большинству других аналитических методов исследования поверхности является возможность различения содержания изотопов (изотопных эффектов) в приповерхностных слоях. Эта особенность, например, представляет ценность при изучении поверхностных химических реакций с использованием "меченых" реагентов.

6. Отметим также возможность исследования профилей распределения изотопов водорода в приповерхностных слоях, которые невозможно изучать ни одним из известных методов спектроскопии поверхности, кроме ВИМС.

В настоящие методические указания вошли теоретическое введение и инструкции к выполнению трех лабораторных работ, разработанных на кафедре общей физики Томского политехнического университета для магистрантов, обучающихся по направлению "Физика конденсированного состояния". Методические указания направлены на овладение магистрантами одного из самых современных методов исследования поверхности твердого тела. Методические указания охватывают все стадии эксперимента (получение сверхвысокого вакуума, получение ионного пучка, запись и обработка экспериментальных данных) по изучению послойных профилей

распределения элементов на базе модернизированного сотрудниками кафедры общей физики серийного масс-спектрометра вторичных ионов МС-7201М.

Лабораторная работа № 1 "Получение и измерение сверхвысокого вакуума (СВВ)"

Цель работы: изучить методы и аппаратуру для получения и измерения сверхвысокого вакуума в системе масс-спектрометра вторичных ионов МС-7201М.

1. Общие сведения о вакууме и вакуумных насосах

1.1. Вакуум

Вакуум (от лат. *vacuum* – пустота) – среда, содержащая газ при давлениях, существенно ниже атмосферного. Характеризуется соотношением между средней длиной свободного пробега λ молекул газа и размером d , характерным для каждого конкретного процесса или прибора. Таким размером могут быть расстояние между стенками вакуумной камеры, диаметр вакуумного трубопровода, расстояние между электродами электровакуумного прибора и т. п. Величина λ , равна отношению средней скорости молекулы $v_{\text{ср}}$ к числу Z столкновений, испытываемых ею за единицу времени. Эту величину можно также выразить через диаметр молекулы d_m и числом молекул n в единице объёма:

$$\lambda = \frac{1}{\sqrt{2}\pi d_m^2 n}$$

(для электронов λ в 5–6 раз больше).

В зависимости от величины отношения λ/d различают низкий ($\lambda/d < 1$), средний ($\lambda/d \sim 1$), высокий ($\lambda/d > 1$) вакуум. В низком вакууме преобладают столкновения молекул друг с другом, в высоком преобладают столкновения молекул со стенками камеры. В обычных вакуумных установках и приборах ($d=10$ см) низкому вакууму соответствуют давления $p > 10^2$ Па (1 мм рт. ст.), среднему – от 10^2 до 10^{-1} Па ($1-10^{-3}$ мм рт. ст.), высокому – $p < 10^{-1}$ Па (10^{-3} мм рт. ст.) (См. табл. 1). В порах или каналах диаметром ~ 1 мкм высокому вакууму соответствует давление начиная с десятков и сотен мм рт. ст., а в

камерах для имитации космического пространства (объёмом в десятки м³) граница между средним и высоким вакуумом порядка 10⁻⁵ мм рт. ст.

Таблица 1. Характеристики различных степеней вакуума

	СТЕПЕНИ ВАКУУМА			
	низкий	средний	высокий	сверхвысо
Диапазон давлений,	10 ³ – 133	133–1,33·10 ⁻¹	1,33·10 ⁻¹ – 1,33·10 ⁻⁵	«1,33·10 ⁻⁶
Диапазон давлений, мм. рт. ст.	750 – 1	1 – 10 ⁻³	10 ⁻³ – 10 ⁻⁷	10 ⁻⁸
Число молекул в 1 м ³	10 ²⁵ – 10 ²²	10 ²² –10 ¹⁹	10 ¹⁹ –10 ¹⁶	«10 ¹⁶
Режим течения газа	Вязкостный	Переходный к молекулярному	Молекулярный	Молекулярный

Понятие сверхвысокого вакуума связывается не с величиной отношения λ/d , а со временем τ , необходимым для образования мономолекулярного слоя газа на поверхности твёрдого тела, которое оценивается по формуле:

$$\tau = \frac{\eta \cdot 10^{-6}}{p}$$

где η – коэффициент захвата частицы поверхностью. Сверхвысоким вакуумом называют область давлений $p < 10^{-8}$ мм. рт. ст., когда $\tau >$ нескольких минут.

1.2. Вакуумные насосы

Вакуумные насосы подразделяют на 4 класса: *низкого, среднего, высокого и сверхвысокого вакуума*. К низковакуумным относят механические поршневые и двухступенчатые насосы, ротационные пластинчатые, двухроторные и винтовые насосы, насосы с частичным внутренним сжатием и водокольцевые. Давление, достигаемое в них, составляет $P = 0,3-1$ Па.

К *средневакуумным* относят пластинчато-роторные насосы и насосы с катящимся ротором, сорбционные насосы, создаваемое предельное (минимальное) давление в которых – $P = 1-10^{-1}$ Па.

К *высоковакуумным* насосам относят молекулярные и турбомолекулярные, давление в которых $P=10^{-4}-10^{-6}$ Па.

К *сверхвысоковакуумным* относят магниторазрядные, геттерно-ионные, конденсационные насосы, а также различные их модификации ($P=10^{-7}-10^{-9}$ Па).

Насосы низкого вакуума в сверхвысоковакуумных (СВВ) системах не применяются.

1.2.1. Насосы среднего вакуума

Устройство и работа механического насоса 2НВР-5ДМ

Для предварительной откачки до давления $\sim 10^{-3}$ – 10^{-2} мм. рт. ст. используется механический насос 2НВР-5ДМ, относящийся к типу пластинчато-роторных

Процесс откачки в пластинчато-роторных насосах основан на

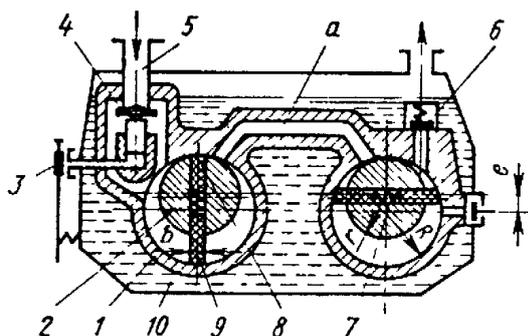


Рис. 1. Схема пластинчато-роторного вакуумного насоса

механическом всасывании и выталкивании газа вследствие периодического изменения объема рабочей камеры, образуемого цилиндром, крышками и движущимися частями насоса – ротором и пластинами. В пластинчато-роторных вакуумных насосах маслозаполненного типа (рис.1) внутри цилиндрической расточки корпуса 1 эксцентрично расположен цилиндрический ротор 2. В пазу ротора размещены две пластины 8 и 9 с пружиной 7 между ними. При вращении ротора пластины центробежными силами и силой упругости пружины прижимаются к внутренней расточке корпуса и делят серпообразную полость между ротором и расточкой корпуса на две полости. При вращении вала объем одной полости периодически увеличивается и в нее всасывается газ; в это же время объем другой полости периодически уменьшается и в ней происходит сжатие газа. ПРВН выполняют одно- и двухступенчатыми. В двухступенчатых насосах для уменьшения потерь между первой и второй ступенями их соединяют каналом *a*. Клапан *б* на линии нагнетания второй ступени погружен в основной масляный резервуар 10. В двухступенчатых насосах геометрические размеры ступеней одинаковы, но пластины смещены одна относительно другой на 90° .

Механические вакуумные насосы с масляным уплотнением используются в качестве насосов предварительного разряжения в высоковакуумных агрегатах и являются неотъемлемой частью любой вакуумной установки.

Сорбционные насосы

Действие сорбционных насосов основано на поглощении откачиваемого газа поверхностью поглотителя (сорбента).

В качестве поглотителя используются пористые вещества с сильно развитой поверхностью (цеолит, активированный уголь и др.),

охлажденные до низкой температуры. Насосы с пористыми сорбентами обычно применяются для создания предварительного разряжения, но могут использоваться при соответствующем выборе поглотителя и конструкции насоса, и в качестве высоковакуумных насосов. Сорбционный насос представляет собой цилиндрическую капсулу, заполненную сорбентом 2 (рис. 2).

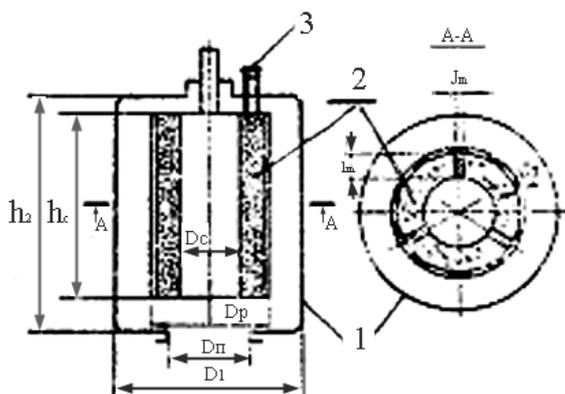


Рис. 2. Сорбционный насос: 1 – корпус; 2– сорбент; 3 – патрубок регенерации сорбента.

Основным конструкционным материалом сорбционных насосов является нержавеющая сталь. Уплотняемый профиль разъемных вакуумных соединений насосов и большинства узлов агрегата - канавочно-клиновой с алюминиевыми, медными уплотнителями.

Отличительной особенностью сорбционных насосов является отсутствие рабочей жидкости, это позволяет применять их в тех случаях, когда недопустимо проникновение в откачиваемый объем паров рабочей жидкости или продуктов ее разложения. По той же причине сорбционные насосы могут присоединяться к откачиваемому объему без промежуточных вентилях и ловушек, благодаря чему эффективно используется полная быстрота откачки насоса. Сорбционные насосы бесшумны в работе, не требуют непрерывной работы системы предварительной откачки и, как правило, имеют малое время запуска и остановки.

С другой стороны, сорбционные насосы малоэффективны при откачке с большим содержанием органики (резины, масел и т. п.), инертных газов.

Охлаждение сорбента в период откачки производится погружением насоса в сосуд Дьюара, заполненный жидким азотом. Насыщенные газами пористые сорбенты после прогрева практически полностью восстанавливают свои сорбционные свойства (происходит регенерация сорбента) и поэтому могут использоваться без замены в течение продолжительного времени.

1.2.2. Высоковакуумные насосы

Высоковакуумные пароструйные насосы (рис. 3) являются наиболее простыми и надежными средствами откачки, позволяющими создавать низкие давления от 10^{-2} до 10^{-9} Па. Они широко применяются в производстве радиоламп, электронно-лучевых трубок, фотоэлементов, газоразрядных и сверхвысокочастотных приборов, в производстве полупроводниковых материалов, для откачки электронных микроскопов, установок для нанесения тонких пленок, масс-спектрографов и т. д.

Характерной особенностью высоковакуумных насосов является постоянство быстроты действия в широком диапазоне рабочих давлений. В качестве рабочей жидкости в высоковакуумных насосах применяются ртуть (марка Р-1) и высоковакуумные масла ВМ-1, ВМ-2, ВМ-5 и ВМ-7, сложные эфиры ОФ и ОС, кремнийорганические жидкости ВК Ж-94А и ПФ МС-2.

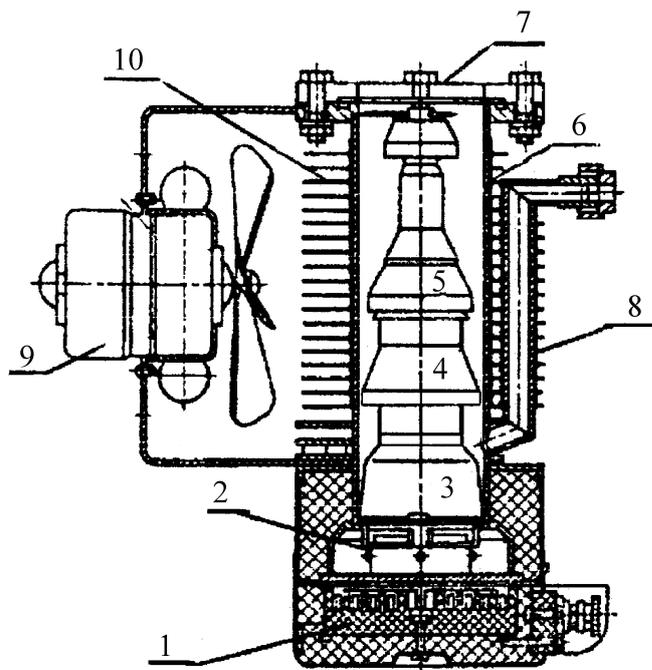


Рис. 3. Схема пароструйного насоса:

1 – нагреватель; 2 – паропровод; 3 – сопло 1-й ступени; 4 – сопло 2-й ступени; 5 – сопло 3-й ступени; 6 – корпус; 7 – впускной патрубок; 8 – выпускной патрубок; 9, 10 – вентилятор с радиатором

Они используются в основном для откачки ртутных выпрямителей, газосветных ламп, масс-спектрометров, ускорителей, установок для термоядерных исследований и т. д.

Широкое использование пароструйных насосов обусловлено рядом их важных достоинств. При использовании низкотемпературных

Высоковакуумные пароструйные насосы до настоящего времени находят широкое применение в промышленности и технике, несмотря на известные недостатки ртути: токсичность, высокую упругость пара при комнатной температуре, обуславливающую необходимость применения низкотемпературных ловушек; высокую химическую активность по отношению к металлам, ограничивающую выбор конструкционных материалов насосов.

ловушек они позволяют получать «чистый» вакуум, не загрязняя откачиваемую систему побочными газообразными продуктами; очень стабильны в работе, так как ртуть не разлагается в кипятильнике насоса; имеют большой срок службы и мало чувствительны к прорывам атмосферы в насос, если при этом не происходит значительного уноса из него ртути.

Выпускаются высоковакуумные парортутные насосы с быстротой откачки

10, 15, 500, 1500 и 6000 л/с.

Вакуумные паромасляные насосы наиболее широко распространены в промышленности, что обусловлено простотой их устройства и надежностью работы. Используемые в насосах в качестве рабочих жидкостей вакуумные масла совершенно безвредны, не взаимодействуют с конструкционными материалами и обладают низкой упругостью пара при комнатной температуре. При помощи высоковакуумных паромасляных насосов можно получать остаточные давления ниже 10^{-4} Па без применения низкотемпературных ловушек.

Выпускается значительный ассортимент различных высоковакуумных паромасляных насосов как общего, так и специального назначения с быстротой откачки от 5 до 38 000 л/с.

Конструкция пароструйного (паромасляного насоса) представлена на рис. 3. Рабочая жидкость нагревается в кипятильнике 1 нагревателем. Образующийся пар по паропроводу 2 поступает к соплам первой (3), второй (4) и третьей (5) ступеней и вытекает из них со скоростью, превышающей скорость звука. Откачиваемый из реципиента газ поступает в насос через впускной патрубок 7 и диффундирует в струю рабочего пара. Попадая на охлаждаемую воздухом стенку (в МС-7201М вместо 9,10 используется водяное охлаждение, так что вместо радиатора 10 – водяная "рубашка" в виде намотанной спиралью вокруг корпуса медной трубки) корпуса 6, пар конденсируется и конденсат стекает в кипятильник, где он вновь испаряется, т.е. в насосе обеспечивается непрерывная циркуляция рабочей жидкости.

Газ, увлеченный паром, вытекающим из сопел первой ступени, отбрасывается в основном вниз и диффундирует в струи второй, а затем третьей ступени и подается к выпускному патрубку 8 насоса, откуда он откачивается механическим форвакуумным насосом.

1.2.3. Сверхвысоковакуумные насосы

Магниторазрядный насос

В основе действия магниторазрядного насоса лежит поглощение

газов титаном, распыляемым при высоковольтном разряде в магнитном поле. Одиночная разрядная ячейка насоса (рис. 4) образована двумя титановыми катодными пластинами и анодом из нержавеющей стали. Разрядная ячейка помещена в магнитное поле, перпендикулярное плоскости катодов. При подаче на электроды разрядной ячейки высокого напряжения (положительного на анод по отношению к катодам в насосах НЭМ или отрицательного на катоды по отношению к аноду в насосах НОРД) в ячейке возникает газовый разряд в широкой области низких давлений. Образующиеся в разряде положительные ионы газа ускоряются электрическим полем к катодам и внедряются в них, при этом происходит распыление материала катода (титана) и осаждение его на стенках анода и других поверхностях насоса. Откачное действие насоса определяется внедрением ионов газа в материал катода (ионной откачкой) и поглощением остаточных газов

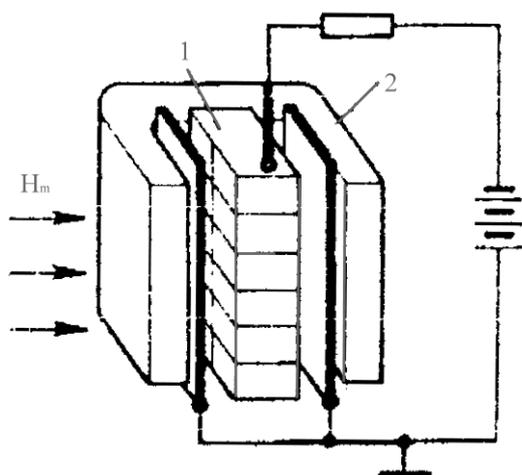


Рис. 4. Схема разрядной ячейки: 1 – пористый анод; 2 – катодные пластины.

распыленным титаном (сорбционной откачкой). В зависимости от производительности магниторазрядные насосы содержат десятки и сотни разрядных ячеек, которые объединяются в электро-разрядные блоки, помещенные в корпус из нержавеющей стали. Магнитное поле напряженностью 700 Э создается оксидно-бариевыми магнитами, расположенными с внешней стороны корпуса. Насос обезгаживается прогревом при температуре 400–500 °С.

Благодаря отсутствию в насосах нагретых и движущихся деталей, а также рабочей жидкости они обладают высокой надежностью, большим сроком службы (десятки тысяч часов), просты в обслуживании и не выходят из строя при аварийном попадании атмосферы в вакуумную систему. Насосы позволяют оценивать давление в системе по разрядному току. Они работают в области высокого и сверхвысокого вакуума и дают возможность получить предельное остаточное давление $1 \cdot 10^{-8}$ Па.

Таблица 2. Относительная быстрота откачки газов магниторазрядными насосами

Газ	Быстрота откачки, %	Газ	Быстрота откачки, %
Водород	270	Оксид углерода	85
Метан	270	Двуокись углерода	85

Аммиак	170	Кислород	55
Пары воды	130	Гелий	11 - 20
Воздух	100	Аргон	1 - 4
Азот	100		

Турбомолекулярный насос

Турбомолекулярные вакуумные насосы предназначены для работы в области высокого и сверхвысокого вакуума (от 10^{-2} до 10^{-8} Па). По сравнению с молекулярными насосами малых зазоров, допускающими прогрев области впускного патрубка до 150°C , они более надежны в эксплуатации и, главное, имеют значительно более высокую быстроту откачки.

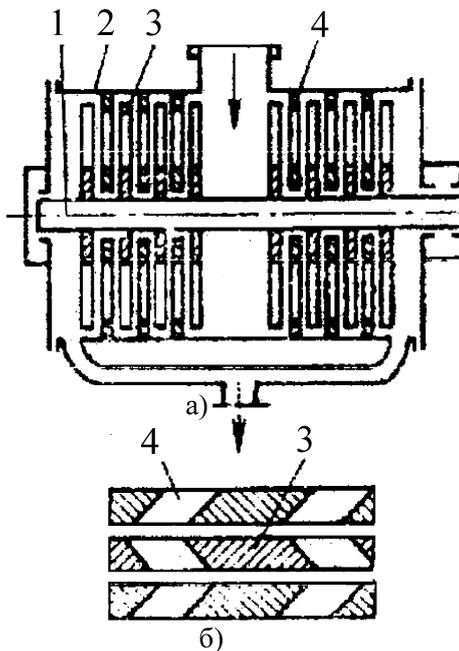


Рис. 5. Конструктивная схема устройства турбомолекулярного насоса: 1 – вал ротора; 2 – корпус; 3 – рабочие диски ротора; 4 – диски статора.

При достижении остаточного давления во впускном патрубке турбомолекулярного насоса не содержится паров масла. В противоположность пароструйным насосам турбомолекулярные насосы начинают работать сразу же после пуска и не ухудшают своих характеристик от прорывов атмосферного воздуха. Большая быстрота безмасляной откачки в широком диапазоне давлений, отсутствие ловушек и затворов – важные преимущества турбомолекулярных насосов по сравнению с паромасляными.

Схема устройства турбомолекулярного насоса показана на рис. 5.

В корпусе 2, с закреплен вал ротора 1 с дисками 3. В дисках 1 с дисками 3. В дисках имеются косые прорезы, причем прорезы в роторных дисках расположены зеркально по отношению к прорезам в дисках статора 4. При вращении ротора откачка происходит за счет преимущественного отражения молекул от середины ротора к краям. Толщина дисков в описываемом насосе составляет несколько миллиметров, расстояние между дисками 1 мм. Радиальные зазоры также могут составлять около 1 мм, поскольку обратное протекание газа через такие зазоры при низких давлениях значительно меньше достигаемой быстроты откачки. Диски имеют большое число

параллельно работающих прорезей, благодаря чему достигается большая быстрота откачки – 250 л/с.

Конденсационные насосы

Конденсационные, или криогенные, насосы используются в качестве последующих ступеней в сверхвысоковакуумных установках и обладают большой скоростью откачки (до 1 000 000) л/с при давлении $1 \cdot 10^{-8}$ – $1 \cdot 10^{-9}$ Па. Причем, криопанели (охлаждаемые поверхности криогенных насосов) могут быть расположены непосредственно внутри вакуумной камеры. В идеальном случае температура их должна быть достаточно низкой, чтобы вымораживать почти все газы и пары до пренебрежительно низкого равновесного давления. Ко всей поверхности таких панелей должен быть обеспечен свободный доступ откачиваемого газа, т. е. быстрота откачки должна ограничиваться лишь площадью криогенной поверхности и коэффициентом прилипания падающих на нее молекул. На практике охлаждение поверхностей до низких температур является дорогостоящим делом, причем стоимость увеличивается при понижении температуры криопанелей при той же газовой нагрузке. По этой причине криопанели окружаются сложными радиационными экранами, чтобы преграждать путь и предварительно охлаждать большинство молекул газа, диффундирующих в направлении криопанелей и защитить криопанели от теплового излучения.

Очевидно, что криопанели имеют ограниченную емкость и периодически их нужно отогревать, чтобы освободиться от намерзшего газа.

В зависимости от назначения криогенного насоса в качестве охлаждающей жидкости используется жидкий кислород, азот, водород, гелий.

2. Измерение вакуума

Приборы для измерения давлений газа ниже атмосферного (вакуумметры) разделяются на следующие типы (в скобках указан диапазон давлений, в котором данный тип вакуумметра работает):

– деформационные вакуумметры (10^{-2} – 10^5 Па), в которых в качестве чувствительного элемента используется трубчатая пружина, мембрана или сильфон, деформирующиеся под действием разности давлений с противоположных сторон элементов;

– гидростатические (или жидкостные) вакуумметры (10^{-1} – 10^5 Па), непосредственно измеряющие давление как разность уровней жидкости в сообщающихся сосудах (к этой группе относятся U-образные с

открытой и закрытой трубкой, чашечные, поплавковые и колокольные вакуумметры, микровакуумметры с наклонной трубкой);

– компрессионные вакуумметры (10^{-5} – 10^3 Па), действие которых основано на изотермическом сжатии идеального газа (манометры Мак-Леода);

– теплоэлектрические вакуумметры (10^{-5} – 10^5 Па), в которых используется измерение теплопроводности газов в зависимости от давления; подразделяются на термопарные и вакуумметры сопротивления;

– ионизационные вакуумметры (10^{-12} – 10^2 Па), использующие явление ионизации остаточного газа потоком электронов, испускаемых накаливаемым катодом (электронные ионизационные вакуумметры), или альфа-частицами, получаемыми радиоактивным препаратом (радиоактивные ионизационные вакуумметры). Ионный ток в этих приборах служит мерой молекулярной концентрации, т. е. давления газа;

– магнитные электроразрядные вакуумметры (10^{-11} – 10^2 Па), в которых мерой давления служит ток разряда, возникающий при низких давлениях под действием электрического и магнитных полей (разновидностью вакуумметров этого класса являются магнетронный и инверсно-магнетронный вакуумметры).

3. Порядок выполнения работы

Для успешного выполнения лабораторной работы необходимо, прежде всего, изучить вакуумную схему установки и сопоставить элементы схемы элементам пульта управления вакуумной системой

3.1. Вакуумная система масс-спектрометра вторичных ионов MS-7201M

Вакуумная система предназначена для создания вакуума в аналитической стойке, а также для выполнения служебных вспомогательных операций, необходимых при обслуживании установки.

Система включает в себя (рис.6):

1) шлюзовое устройство, предназначенное для быстрой смены исследуемых объектов без нарушения рабочего вакуума в аналитической стойке, которое состоит из внутреннего клапана с поворотной турелью и держателем для установки шести образцов, внешнего клапана со смотровым окном, клапана напуска воздуха в шлюзовую камеру и клапана форвакуумной откачки;

2) высоковакуумный вентиль с эластичным уплотнением, предназначенный для отсечения рабочего вакуумного объема от высоковакуумного насоса;

3) высоковакуумный пароструйный насос НВДС-100, обеспечивающий скорость откачки 500 литр/сек;

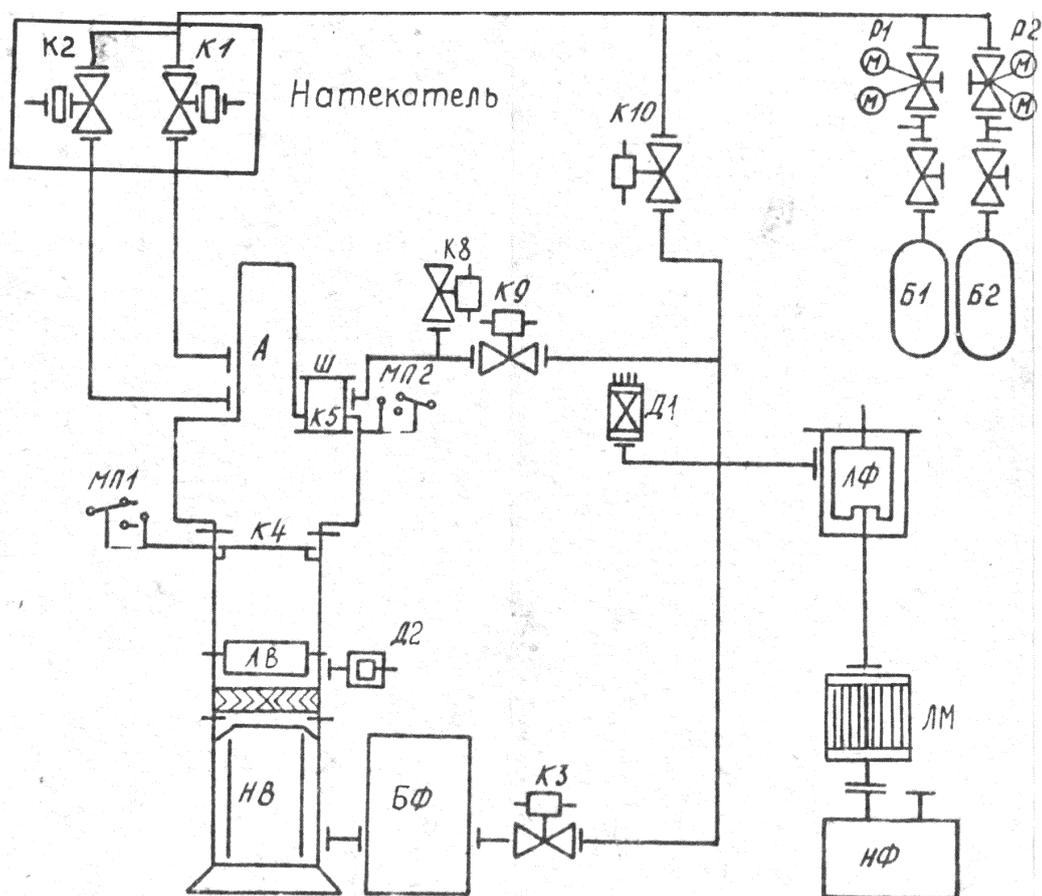


Рис.6. Блок-схема вакуумной системы масс-спектрометра вторичных ионов МС-7201М:

НВ - пароструйный насос НВДС-100; НФ – форвакуумный насос 2НВР-5ДМ; К3, К8...К10 –электромагнитные клапаны ; Ш – шлюз; К5 – шлюзовой клапан; ЛВ – азотная ловушка; МП1 – ручка клапана отсечки аналитической камеры от пароструйного насоса; МП2 – ручка манипулятора образцов; Б1, Б2 – баллоны высокого давления с редукторами Р1, Р2 и манометрами; Д1, Д2 – датчики давления; К1, К2 – натекатели с пьезовентильями.

4) форвакуумный насос 2НВР-5ДМ;

5) форвакуумную магистраль с системой электромагнитных клапанов сифонного типа;

6) систему натекания рабочего газа в ионные источники, содержащую баллоны высокого давления с редукторами и манометрами и регуляторы напуска газа (пьезовентили).

Для дозированной подачи инертных газов в ионный источник применена система натекания СНА-2 и механические натекатели с пьезовентильями.

Вакуумная система обеспечивает рабочее давление в аналитической стойке прибора $<7 \cdot 10^{-8}$ Па. Контроль давления осуществляется 2-мя стандартными термомпарными датчиками типа ПМТ-4М, которые обеспечивают измерение давления от $1,3 \cdot 10^{-1}$ Па до 13 Па и магнито-ионизационным датчиком МИД, обеспечивающим измерение давления от $1,3 \cdot 10^{-6}$ до 10^{-2} Па.

Управление вакуумной системой осуществляется с помощью блока управления, работающего как в ручном режиме, так и от ЭВМ.

В ручном режиме функция блока сводится к подаче на электромагнитные клапаны К3, К8...К10 при нажатии соответствующей кнопки сначала импульсного форсирующего напряжения (за счет разряда конденсатора), а затем удерживающего (порядка 6-7 В).

В блоке предусмотрено несколько блокировок, снижающих вероятность аварийных ситуаций при нелогичных включениях. Отображение информации о состоянии коммутационных элементов вакуумной системы осуществляется соответствующими сигнальными лампами и звонком. Звуковой сигнализацией сопровождается недостаточное охлаждение водной рубашки дифнасоса или состояние вакуума на МИДе ниже $7 \cdot 10^{-3}$ Па.

Температуру водяной рубашки дифнасоса контролирует схема терморегуляции, выполненная на транзисторах, помощью датчика-терморезистора, расположенного непосредственно на дифнасосе. С помощью резистора "БЛОКИРОВКА ДИФНАСОСА", расположенного на задней панели блока, можно изменить уровень срабатывания схемы терморегуляции.

3.2. Получение форвакуума

Для получения форвакуума в откачиваемых объектах установки МС-7201М (рис. 7) проверить, прежде всего, исходное положение элементов управления вакуумной системой:

1. Клапан шлюза К5 должен быть закрыт, для этого ручка манипулятора образцов выдвинута и повернута по часовой стрелки до упора;
2. Высоковакуумный клапан К4 должен быть закрыт, при этом ручка клапана повернута по часовой стрелки до упора;

3. Все кнопки управления клапанами форвакуумной системы на пульте управления (ПУ) – в отжатом состоянии (при этом сами клапаны находятся в закрытом состоянии).

Для получения форвакуума в системе МС-7201М необходимо произвести следующие операции

4. Включить форнасос прибора кнопкой ФОРНАСОС и прокачать форлинию ЛФ до давления 10–15 Ра.

Примечание: Для того, чтобы измерить давление на насосе НФ и ЛФ с помощью датчика давления Д1 – преобразователя терморпарного (ПТ1), необходимо выставить ток накала датчика ~120 мА потенциометром УСТАНОВКА ТОКА ФОРНАСОС. Затем переведите переключатель блока индикации форвакуума в положение ИЗМ ФН (измерение на форнасосе).

5. Открыть электромагнитный клапан К3, нажав на ПУ соответствующую кнопку, и откачать форбаллон до давления не менее 15 Ра.

Примечание: При этом переключатель блока индикации форвакуума должен

быть в положении ИЗМ ФБ (измерение на форбаллоне), предварительно выставить ток накала ПТ2 ~120мА потенциометром УСТАНОВКА ТОКА ФОРБАЛЛОН.

6. Для получения форвакуума в аналитической камере необходимо закрыть клапан К3, отжав соответствующую кнопку (К3) на ПУ, открыть клапан К9, нажав соответствующую кнопку (К9) на ПУ и открыть шлюзовой клапан К5 с помощью ручки манипулятора образцами МП2.

Примечание: Процедуру 3.2.6. необходимо осуществлять после получения СВВ в камере диффузионного насоса, перед открытием клапана К4

3.3. Получение высокого вакуума

1. После получения на форбаллоне достаточного вакуума включить водяное охлаждение диффузионного насоса. Для этого, проверив предварительно наличие холодной воды в водопроводе, открыть до упора водопроводный кран, расположенный над форвакуумным насосом.

2. Кнопкой НВ включить диффузионный насос. Насос включится при условии, что на "рубашку" дифнасоса подаётся достаточное для охлаждения количество воды. Об отсутствии воды или недостаточном её количестве или недостаточной температуре сигнализирует лампочка

МАЛО ВОДЫ на ПУ. Термодатчик для сигнализации расположен непосредственно на водяной рубашке дифнасоса. Одновременно с включением дифнасоса включить прогрев МИДа соответствующей кнопкой.

3. Спустя 30-40 минут, кратковременным нажатием кнопки БЛОКИРОВКА на блоке индикации вакуумметра давления подать на МИД (датчик Д2) высокое напряжение и измерить давление. Если МИД не включается выждать 5–10 мин и повторить попытку. После включения МИД прибор индикации давления покажет $P \sim 8 \cdot 10^{-4}$ Pa, таким образом получен высокий вакуум в камере дифнасоса

3.4. Получение СВВ в камере дифнасоса и в системе в целом:

1. Для достижения СВВ в камере дифнасоса залейте в высоковакуумную ловушку жидкий азот (2 лейки, поочередно). Через 10–20 мин индикатор давления МИД покажет $P \sim 1 \cdot 10^{-6} - 2 \cdot 10^{-7}$ Pa (давление на ловушке). После получения на ловушке указанного давления откачайте аналитическую камеру анализатора на форвакуум (см. п.6.1.6).

2. По достижении в камере анализатора давления 10–15 Pa по прибору блока индикации форвакуума при положении переключателя блока – ИЗМ ФН, закройте клапан К9, откройте клапан К3, переключатель блока индикации форвакуума переведите положение ИЗМ ФБ.

3. Откройте высоковакуумный клапан К4. Для этого необходимо повернуть ручку клапана против часовой стрелки до упора. Через 10-20 мин во всей системе будет достигнуто давление $P \leq 7 \cdot 10^{-6}$ Pa, которое является рабочим давлением анализатора.

Примечание: В приборе имеется звуковая сигнализация, которая включается при увеличении давления $> 5 \cdot 10^{-3}$ Pa или недостаточном охлаждении дифнасоса. Для ее отключения необходимо отжать кнопку ЗВОНОК-ОТКЛ.

Студентам в процессе работы необходимо хронометрировать все операции и записывать показания всех датчиков давления в соответствии с текущим временем. Время и показания датчиков являются экспериментальными данными настоящей работы.

4. Требования к отчету

Отчет должен содержать:

- 1) краткие сведения о физических основах получения и контроля сверхвысокого вакуума;
- 2) блок-схему вакуумной системы МС-7201М;
- 3) экспериментальные данные при получении сверхвысокого вакуума;
- 4) анализ полученных результатов и выводы по работе.

5. Контрольные вопросы

1. Перечислите типы вакуумных насосов, применяемых для получения низкого, среднего, высокого и сверхвысокого вакуума.
2. В чем заключается принцип работы форвакуумного, магниторазрядного, турбомолекулярного насоса?
3. В чем заключается принцип работы термодарного, ионизационного, электроразрядного вакуумметров? Каков диапазон измерений?
4. В чем заключается принцип работы сорбционного насоса, криопанели?
5. Объясните блок-схему, назначение отдельных элементов вакуумной системы МС-7201М, порядок откачки отдельных узлов, перечислить этапы получения сверхвысокого вакуума.

Дополнительная литература

1. Лубенец В. Д. Вакуумные системы. М.: Машиностроение, 1968.
2. Пауэр Б. Д. Высоковакуумные откачные устройства. М.: Энергия, 1969.
3. Розбери Ф. Справочник по вакуумной технике и технологии. М.: Энергия, 1972.
4. Дэшман С. Научные основы вакуумной техники. М.: Энергия, 1965.
5. Техническое описание масс-спектрометра МС-7201М.
6. Вакуумная техника: Справ. материалы. М.: Внешторгиздат, 1968.

Лабораторная работа № 2 "Получение и диагностика ионных пучков"

Цель работы: изучить методы и аппаратуру для получения и диагностики ионного пучка в системе масс-спектрометра вторичных ионов МС-7201М.

1. Основные понятия и общие сведения о получении ионных пучков.

Ионный пучок (ИП) – пространственно сформированный поток ионов, скорость направленного движения которых много больше их тепловых скоростей.

Ионный источник (ИИ) – устройство для получения ИП в вакууме.

ИИ – неотъемлемая часть ускорителей, инжекторов быстрых атомов для термоядерных систем, установок электромагнитного разделения изотопов, *масс-спектрометров*, технологических установок различного назначения и др.

Важнейшие параметры ИИ:

- полный ток и плотность тока ионного пучка;
- энергия ионов;
- характерный поперечный размер пучка;
- мера интенсивности пучка — *первеанс* (отношение полного тока к ускоряющему напряжению в степени $3/2$);
- мощность пучка — произведение полного тока на энергию ионов;
- качество пучка, его пространственная и скоростная сформированность (эффективный угол расходимости и энергетический разброс ионов);
- компонентный состав пучка (положит и отрицательные ионы, атомарные, молекулярные, многозарядные ионы);
- энергетическая эффективность (отношение мощности пучка к мощности потребляемой ИИ от сети);
- газовая эффективность – отношение потока сформированных ионов к потоку газа, подаваемого в ИИ.

По временным характеристикам ИИ делятся на импульсные, квазистационарные и стационарные.

ИИ состоит из двух основных узлов: эмиттера ионов и электростатической системы, с помощью которой ионы извлекаются, ускоряются и формируются в направленный поток, т. н. ионно-оптическая система (ИОС). В простейшем виде ИИ состоит из эмиттера и ускоряющего электрода – экстрактора с отверстием для выхода ионного пучка. Для дополнительной фокусировки ускоренного пучка используются электростатические и магнитные линзы. ИОС различных ИИ строятся по единому принципу, и главным фактором, определяющим тип ИИ, является метод создания эмиттера ионов.

В зависимости от физической природы эмиттера ионов различают несколько типов ИИ, основными из которых являются следующие:

- 1) ИИ с поверхностной ионизацией, где эмиттером ионов служит поверхность накаливаемого материала, работа выхода которого превышает потенциал ионизации падающих на него атомов;
- 2) плазменные или газоразрядные, в которых ионы отбираются с поверхности плазмы, образуемой в большинстве случаев с помощью газового разряда; газовый разряд при этом можно получить электронным ударом, вакуумной искрой, фотоионизацией (в т.ч. при взаимодействии лазерного излучения с твердым телом);
- 3) «полевые», в которых ионы образуются благодаря действию сильного электрического поля ($\sim 10^8$ В/см) на и вблизи поверхности твёрдого тела: за счёт полевого испарения вещества и полевой ионизации атомов окружающей газовой среды. В последние годы получили распространение жидкометаллические эмиттеры вместо твёрдых.

Для диагностики поверхности наиболее широкое распространение получили ИИ обозначенные в п.2. Остановимся на них подробнее.

1.1. Плазменные ионные источники

Эмиттером ионов, как уже указывалось, служит плазма, создаваемая, например, дуговым разрядом низкого давления в газоразрядной камере (ГРК). Для лучшего удержания ионов и быстрых катодных электронов в объёме разряда используется магнитное поле, что повышает одновременно энергетическую и газовую эффективности ИИ. Однако применение магнитного поля приводит к ухудшению однородности плазмы на эмиссионной границе и наличию высокого уровня шумов в плазме и колебаний в извлекаемом ионном пучке. Этих недостатков нет в ИИ без внешнего магнитного поля, но они обладают значительно меньшими эффективностями. В 1980-е годы большое распространение получили весьма эффективные ИИ с периферийным магнитным полем, окружающим ГРК. Таким образом, существует несколько различных систем плазменных эмиттеров, а в основу ИОС положен единый для всех типов ИИ принцип – создание многоапертурной электростатической системы, состоящей из 3–4 электродов, в каждом из которых содержится большое количество (десятки и сотни) идентичных апертур круглой или щелевой формы. Профили и размеры апертур отвечают оптимальному формированию элементарного пучка (луча). Каждая ячейка функционирует независимо. Общий поток (пучок) складывается из отдельных лучей, направление и угол расходимости которых определяют геометрию всего потока. Поэтому необходимо тщательное согласование параметров газоразрядной плазмы (концентрации ионов и температуры по всей поверхности эмиттера) с характеристиками ИОС–геометрией

электродов и напряжённостью электрического поля. Однородность эмиссии ионов по всей поверхности необходима потому, что граница плазмы не является «жёсткой» (в отличие от поверхности катода в

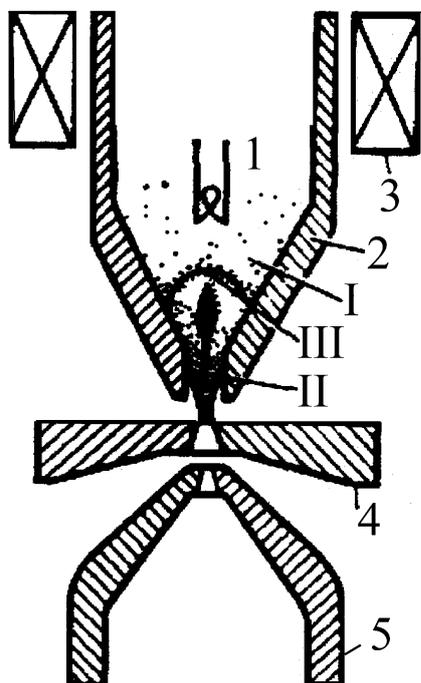


Рис. 1. Схема дуоплазматрона: 1 – катод; 2 – промежуточный электрод; 3 – катушка электромагнита; 4 – анод; 5 – экстрактор; I – катодная плазма; II – анодная плазма; III – двойной слой, ускоряющий и фокусирующий электроны.

электронных системах), а изменяет своё положение и кривизну поверхности (т. н. мениск) при изменении концентрации плазмы или напряжённости ускоряющего электрического поля.

Примером широко распространённого плазменного ИИ является дуоплазматрон, в котором для увеличения степени ионизации столб разряда подвергается механическому и магнитному сжатию с помощью диафрагм и магнитного поля, нарастающего к анодному отверстию малого диаметра. Сжатие разрядной дуги в узком канале промежуточного электрода 2 (рис. 1) сопровождается возникновением плазменного «пузыря» со скачком потенциала в слое, отделяющем катодную плазму I от более плотной анодной плазмы II. Слой III ускоряет и фокусирует электроны, выходящие из плазмы I в плазму II. Вблизи анода 4 плотная плазма ещё сжимается сильным неоднородным магнитным полем, сечение плазмы вблизи выходного отверстия уменьшается, а концентрация возрастает до $10^{14}–10^{15} \text{ см}^{-3}$. Такая плазма эмитирует ионы с плотностью в десятки А/см^2 , т. е. образуется «точечный» эмиттер. Однако ИОС не способна формировать пучок с такими плотностями тока и потребовалось создание расширителя плазмы за анодным отверстием и дополнительной камеры с антикатодом. Это позволило получить разряд с осциллирующими электронами и создать плазменный эмиттер с большой поверхностью и умеренной плотностью тока. Использование многоапертурной ИОС

позволило формировать пучки с током ~ 10 А. Эта модификация называется *дуопигатроном*. Относительно прост плазменный эмиттер с большой поверхностью в ИИ без внешнего магнитного поля (ИБМ). Плазма создаётся в ГРК с помощью диффузного разряда низкого давления между распределённым катодом в виде большого количества накаливаемых нитей и анодным фланцем. Размеры эмиссионной поверхности достигают 12×50 см² с хорошей однородностью эмиссии. Величина тока пучка, формируемого многоапертурной ИОС, более 100 А. Недостаточные энергетическая и газовая эффективности привели к созданию ИИ с периферийным магнитным полем (ИПМ), в котором магнитное поле, уменьшающее потери ионов из плазмы, локализовано вблизи стенок ГРК («магнитная стенка») и отсутствует в центре. В результате сохраняется хорошая однородность плазмы на эмиссионной границе и повышаются энергетическая и газовая эффективности. При использовании 4-электродной, многоапертурной ИОС достигнут ток пучка свыше 70 А при энергии ионов водорода (дейтерия) до 120 кэВ. Указанные выше ИИ работают в квазистационарных режимах.

Для генерации пучков отрицательных ионов разработано два метода: метод так называемой двойной перезарядки положительных ионов и метод непосредственного извлечения отрицательных ионов из плазмы.

Методом двойной перезарядки пучки отрицательных ионов получают при проведении сформированных пучков положительных ионов низкой энергии через мишени из паров щелочных металлов (Na, Cs). Эффективность выхода ионов H⁻ составляет от 10 до 30% в зависимости от выбора паров металла и энергии первичного пучка. Использование ИИ типа ИБМ и ИПМ позволило получить пучки ионов H⁻ в несколько А и ионов He⁻ до 1 А.

В ИИ металлов, особенно тугоплавких, помимо обычного зажигания разряда в парах соответствующего металла, используют для получения паров бомбардировку поверхности мощным электронным пучком, вызывающим распыление металла. Современные импульсные плазменные ИИ позволяют получать в течение десятков наносекунд ионные пучки с током до 10^6 А, объёмный заряд которых автоматически компенсируется захватываемыми электронами. Принципиальная трудность создания таких эффективных импульсных ИИ связана с необходимостью подавления электронного потока, неизбежно распространяющегося внутри высоковольтного разрядного промежутка навстречу формируемому ионному пучку. Она успешно преодолевается в т. н. отражательных триодах и диодах с поперечным магнитным полем. Отражательный диод состоит из двух катодов и находящегося между ними тонкоплёночного анода, на который подаётся короткий

импульс высокого напряжения. Образующиеся электроны многократно пронизывают анод и осциллируют между катодами, испаряя и ионизируя вещество анода. Нейтрализуя объёмный заряд ионов, можно получить ионные потоки с высокой плотностью и общим током порядка сотен кА. Иногда роль одного из катодов играет т. н. *виртуальный катод*.

1.2. Источники ионов с ионизацией полем и электронным ударом

Часто применяют источники, в которых совмещают ионизацию полем и электронным ударом. Схема такого источника показана на рис.2. Газ поступает в источник по трубке напуска. Крепление токовыводов эмиттера и ионизационной камеры осуществлено на керамической шайбе. В режиме ионизации электронным ударом

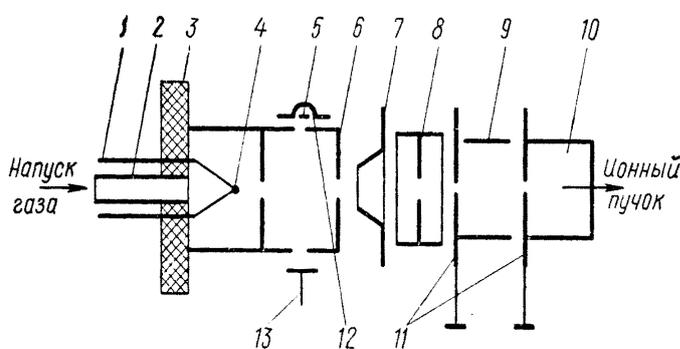


Рис. 2. Схема источника ионов с ионизацией полем и электронным ударом:

1 – токовыводы; 2 – трубка для напуска газа; 3 – керамическая шайба; 4 – эмиттер; 5 – катод; 6 – ионизационная камера; 7 – вытягивающий электрод; 8 – фокусирующий электрод; 9, 10 – корректирующие пластины; 11 – коллимирующие пластины; 12 – отражающий электрод; 13 – коллектор электронов.

включается накал катода, и электроны ускоряются в ионизационную камеру за счет разности потенциалов между катодом и камерой. Ионы вытягиваются из ионизационной камеры с помощью вытягивающего электрода. Для фокусировки пучка ионов используется фокусирующий электрод. Коллимация пучка осуществляется коллимирующими электродами, а его корректировка в горизонтальном и вертикальном направлениях – корректирующими элект-

родами. Ускоряющий потенциал подается на ионизационную камеру. При ионизации высоковольтным полем ускоряющий потенциал подается на эмиттер. В источнике могут быть использованы три типа эмиттеров: острое, гребенка, нить. Для примера приведем конкретные величины напряжений, применяемых в работающей ИП. При работе с нитью типовые потенциалы на электродах равняются: эмиттер – +4 кВ; ионизационная камера – -6–10 кВ; вытягивающий электрод от -2.8 до +3.8 кВ; корректирующие пластины от -200 до +200 В и от -600 до +600 В; щелевые диафрагмы 0 В.

1.3. Ионный источник масс-спектрометра вторичных ионов МС-7201М.

В масс-спектрометре МС-7201М используется ионный источник с разрядной ячейкой Пеннинга (рис.).

Основные технические данные источника ионов:

- 1) выходной ионный ток на образце 5–15 мкА;
- 2) ток разряда 2–4 мА;
- 3) напряжение горения разряда 3–5 кВ;
- 4) рабочий газ – водород, аргон или гелий. В приборе применен ионный источник с осцилляцией электронов в магнитном поле (ячейка Пеннинга). Он состоит из разрядной камеры (на рис. РК), системы электродов, включающей в себя пролетный кольцевой анод (поз. 6) и два холодных катода (поз. 4, 8), магнитной системы (поз. 3), фокусирующей линзы (2), вакуумных тоководов (1,3), устройства

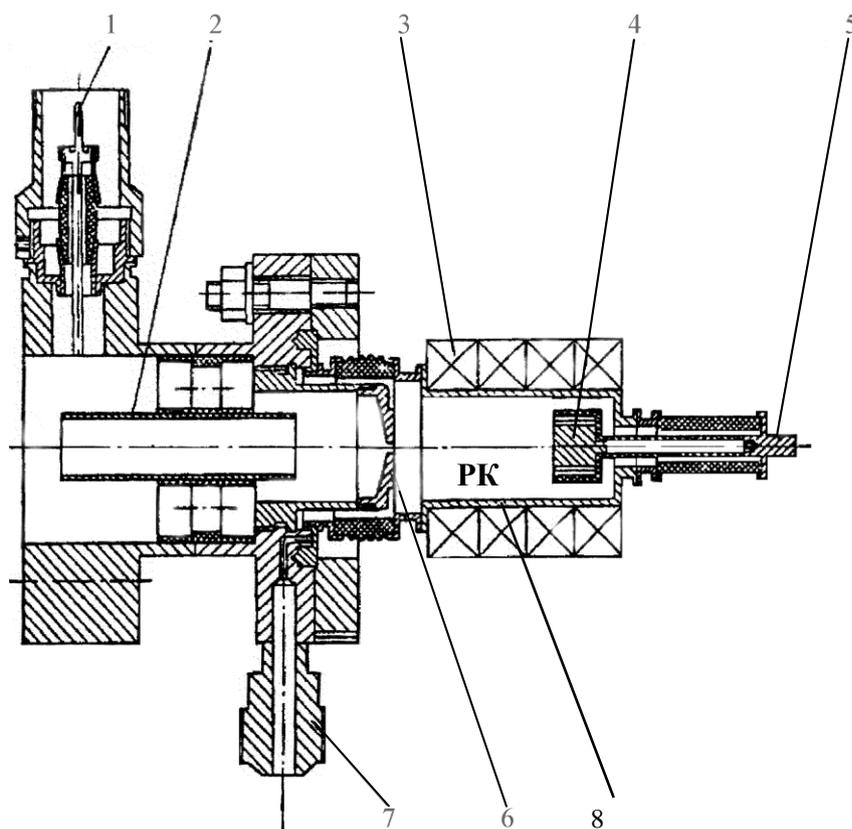


Рис.3. Схема источника ионов установки МХ-7201М (описание в тексте).

натекания рабочего газа (7). Осевое магнитное поле заставляет электроны двигаться по циклоидальным или спиральным траекториям с одновременной осцилляцией их между катодами, что увеличивает длину пути электронов и, следовательно, вероятность ионизации рабочего газа. Ток разряда источника проходит через обмотку катушки (размещенной между постоянными магнитами и разрядной камерой),

которая является управляющим элементом в цепи стабилизации тока разряда. Магнитное поле катушки направлено навстречу основному магнитному полю постоянных магнитов.

Высоковольтный разряд Пеннинга позволяет работать при давлении в разрядной камере порядка $0,1 \text{ Pa}$, на один–два порядка ниже, чем в источниках других типов, и, следовательно, иметь меньший расход газа и меньшую производительность средств откачки. При высоковольтном разряде отпадает необходимость в вытягивающих напряжениях. Ионы приобретают энергию в большом катодном падении потенциала. Поэтому корпус ионного источника находится под нулевым потенциалом.

Конструкция ионного источника допускает высокотемпературный прогрев для обезгаживания. Корпус его уплотняется через медную прокладку с помощью канавочно-клинового уплотнения.

Разрядная камера ионного источника изготовлена из немагнитной нержавеющей стали. Вывод анода осуществляется через обмотку катушки на высоковольтный гермоввод (поз. 1).

Анодно-катодный узел ионного источника представляет собой единый моноблок и допускает возможность быстрой смены катодов и чистку электродов. Катоды изготавливаются из материала с большим коэффициентом ионно-электронной эмиссии и мало подверженного катодному распылению. Для работы на водороде и аргоне катоды изготавливаются из алюминиево-магниевого сплава.

Магнитная система ионного источника состоит из плоских кольцевых магнитов из гексаферрита бария и катушки индуктивности. Суммарная напряженность магнитного поля 40 A/m .

Ионный источник питается от источника питания, стабилизированного по току.

Газовое питание источника ионов осуществляется через натекаТЕЛЬ с пьезовентилем. В источник ионов газ поступает через трубку напуска (поз. 7).

На выходе ионных источников расположены трехэлектродные линзовые блоки (поз. 2), позволяющие изменять степень фокусировки первичного пучка на поверхности исследуемого образца.

2. Задания

1. Получить в установке сверхвысокий вакуум (порядок получения – см. лаб. №1).
2. Получить ионный пучок (порядок получения – см. ниже) с энергией ионов $4,5 \text{ кэВ}$.
3. Измерить ток ионного пучка.
4. Рассчитать плотность тока ионного пучка.

3. Порядок запуска ионного источника

1. К патрубкам на задней стенке вакуумной части подключены через редукторы баллоны с рабочим газом (аргон). При закрытых вентилях редукторов откройте клапан К10 и откачайте подводящие рабочий газ трубки на форвакуум. Клапан К3 на время включения К10 должен отключаться.
2. После откачки трубок закройте клапан К10 и откройте клапан К3 и клапан редуктора.
3. Включите в сеть блок управления системы напуска СНА-2, предварительно ознакомившись с ее техническим описанием.
4. Напустите в источник рабочий газ до давления $(0,7-1) \cdot 10^{-4}$ Па с помощью системы напуска, подключенной к соответствующему пьезовентилю.
5. "Промойте" источник рабочим газом в течение 5-10 мин.
6. Включите в сеть приборную стойку тумблером, расположенным в её нижней части.
7. Включите в сеть блок питания источника ионов СТВ-5-4 и ручкой ТОК установите ток разряда источника по индикаторному прибору блока 2-3 мА (вся шкала 5 мА).
8. Нажмите на блоке кнопку ВЫСОКОЕ НАПРЯЖЕНИЕ–ТОК, напряжение должно быть 4 - 5 кВ (вся шкала 10 кВ).
9. Включите в сеть блок питания фокусирующей линзы источника ионов СНВ-6-1. Плавно увеличивая напряжение фокусирующей линзы, получите по прибору блока управления максимальный ток первичного пучка ионов. При этом кнопка блока должна быть отжата. Вся шкала прибора равна 100 мА.
10. Через 20-40 мин произведите повторную настройку на максимальный первичный ток с помощью ручек ТОК блока питания источника ионов, НАПУСК системы напуска и ВЫСОКОЕ НАПРЯЖЕНИЕ–ТОК блока питания фокусирующей линзы.
11. Для надежной стабилизации тока разряда источника ионов ток разряда на 0,6–0,7 мА.

4. Требования к отчету

Отчет должен содержать:

- 1) краткие сведения о физических основах получения и контроля ионных пучков;
- 2) схему ионного источника установки МС-7201М;
- 3) экспериментальные данные по току пучка, плотности тока пучка,

- энергии пучка;
- 4) анализ полученных результатов и выводы по работе.

5. Контрольные вопросы

1. Перечислите способы ионизации для получения ионных пучков.
2. Из каких основных блоков состоят ионные пушки?
3. В чем заключается принцип работы электростатической фокусировки пучков заряженных частиц? Магнитной фокусировки?
4. В чем заключается принцип работы источника ионов установки МС-7201М?
5. Объясните, используя схему источника ионов установки МС-7201М, назначение отдельных элементов, траектории ионов в источнике.

Дополнительная литература

1. Нефедов В.И., Черепин В.Т.. Физические методы исследования поверхности твердых тел. – М.: Наука, 1983.
2. Физическая Энциклопедия в 5-ти томах. Москва. Научное издательство "Большая Российская энциклопедия", 1998 г.
3. Черепин В.Т., Васильев М.А. Методы и приборы для анализа поверхности материалов. – Киев: Наукова думка, 1982.

Лабораторная работа № 3

"Получение, компьютерная запись и обработка масс спектров в масс-спектрометре вторичных ионов МС-7201М"

Цель работы: изучить аппаратуру и методы получения и измерения спектров масс в системе масс-спектрометра вторичных ионов МС-7201М. Получить навыки работы со сверхвысоковакуумными установками для исследования поверхности твердых тел.

Данная лабораторная работа является завершающей в серии работ связанных со сверхвысоковакуумным масс-спектрометром вторичных ионов МС-7201М. Студент допускается к данной работе лишь при условии выполнения лабораторных работ №1 "Получение и измерение сверхвысокого вакуума" и № 2 "Получение и диагностика ионных пучков".

1. Устройство и работа составных частей масс-спектрометра вторичных ионов МС-7201М

СВВ часть масс-спектрометра вторичных ионов МС-7201М, функциональная схема которого представлена на рис.1, состоит из

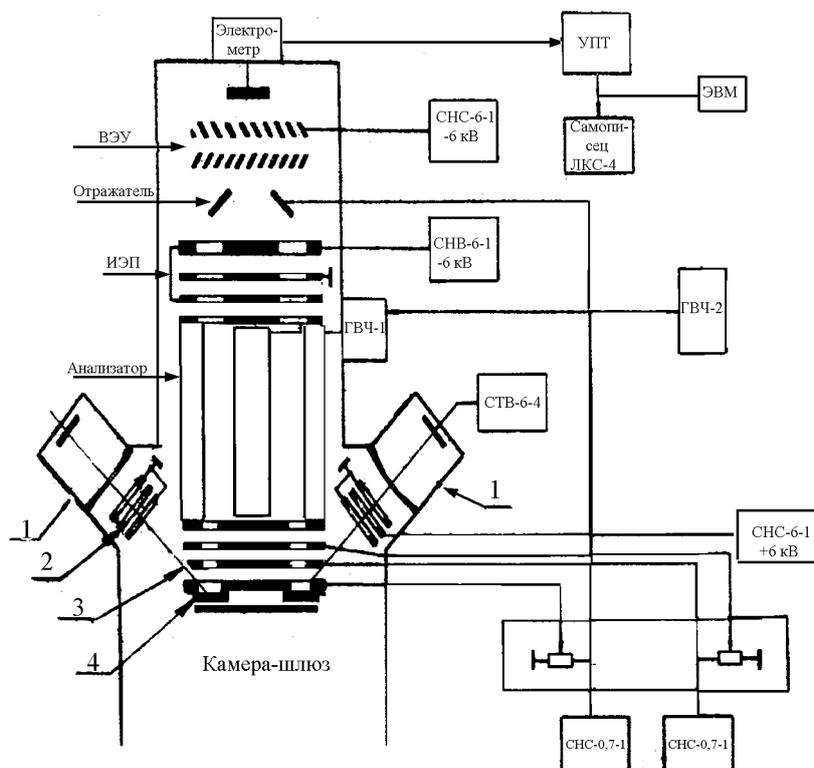


Рис.1. Функциональная схема масс-спектрометра вторичных ионов МС-7201М

сверхвысоковакуумной камеры, в которой расположены следующие основные узлы:

- 1) два ионных источника (ИИ) (поз.1) с оптической системой фокусировки первичного пучка (поз.2);
- 2) двухканальный иммерсионный объектив (поз. 3);
- 3) масс сепаратор – двухканальный монополь (стрелка "анализатор");
- 4) двухканального ионно-электронного преобразователя с энерго-анализатором (стрелка ИЭП);
- 5) вторично-электронного умножителя типа ВЭУ-2 (стрелка ВЭУ);
- 6) держателя образцов со шлюзовой камерой (поз.4)

1.1. Технические характеристики основных узлов установки:

- 1) напряжение анодов ионных источников порядка 4 кВ;
- 2) напряжение на оптике ионных источников порядка 4 кВ;

- 3) напряжение на образцах – 0-200 В;
- 4) напряжение второго электрода иммерсионного объектива около минус 600 В;
- 5) напряжение ускоряющего электрода ионно-электронного преобразователя порядка минус 2,2 кВ;
- 6) максимальное напряжение питания ВЭУ минус 4 кВ;
- 7) предельный вакуум, при котором анализатор сохраняет работоспособность $6,5 \cdot 10^{-3}$ Па.

1.1.2. Ионные источники

См. раздел 1.2 лабораторной работы № 2 настоящих указаний.

1.1.3. Двухканальный монополь

Двухканальный монополь (рис. 2) предназначен для сепарации вторичных ионов из исследуемого образца.

Монополь состоит из двух полеобразующих электродов. Угловой электрод (поз. 1) представляет собой трубу квадратного сечения, в которой коаксиально расположен цилиндрический электрод (поз.2). Такая конструкция позволяет получить четыре идентичных квадранта квадрупольного поля. В качестве рабочих используются два диаметрально противоположных квадранта, что определяет расстояние между электронно-оптическими осями каналов монополя. Электрическое поле в монополе образуется при подаче на его электроды переменного высокочастотного и постоянного напряжений. Ионы в этом поле совершают колебания амплитуда которых зависит от

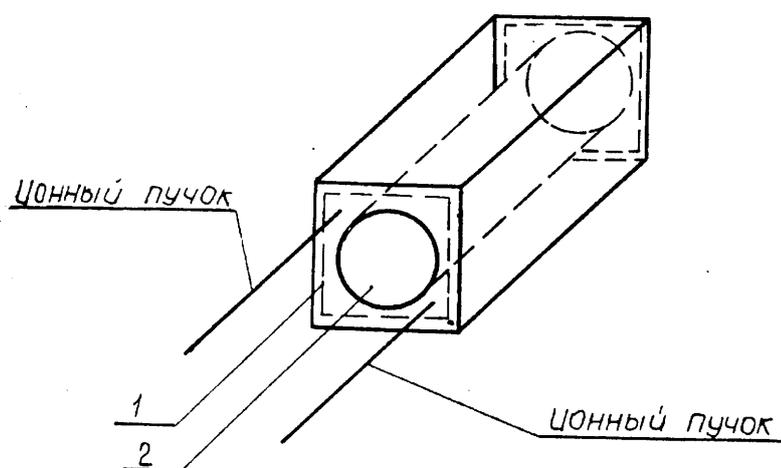


Рис.2. Упрощенная схема монополя
отношения массы к заряду и от параметров поля. Только одному

значению отношения массы к заряду в поле будет соответствовать стабильная траектория движения ионов, для которой амплитуда колебаний не будет превышать размеры монополя, и ионы будут проходить всю длину его без столкновения с электродами.

Все остальные ионы будут иметь нестабильные траектории и останутся на электродах монополя.

1.1.4. Иммерсионный объектив

Иммерсионный объектив (рис. 3) предназначен для сбора, ускорения и фокусировки в плоскости входной диафрагмы монополя (поз. 6) вторичных ионов, выбитых из анализируемого образца (поз. 1) первичным пучком. Конструктивно он выполнен из трех электродов, в которых имеется по два отверстия, расположенные на электронно-оптических осях прибора. К внешнему крайнему электроду (поз. 3) прижимается исследуемый образец (поз. 2). На этот электрод подается регулируемое напряжение 0-200 В, на второй электрод (поз. 5) подается напряжение до минус 700 В, на третий – до минус 500 В. Оптимальные

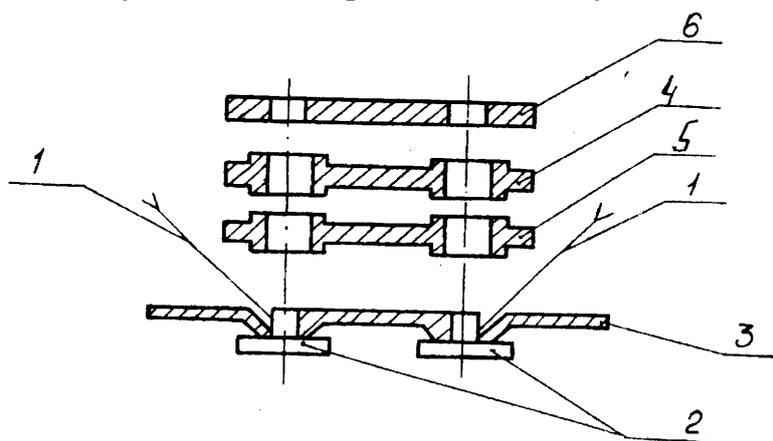


Рис. 3. Упрощенная схема иммерсионного объектива

значения напряжений устанавливаются при настройке МС.

Ионно-электронный преобразователь с энергоанализатором

Ионно-электронный преобразователь с энергоанализатором (рис. 4) расположен за монополем и предназначен для отсечения ионов с энергий определенного уровня и преобразования ионного тока в электронный ток для последующего усиления его с помощью ВЭУ. Преобразователь состоит из одиночной электростатической линзы (поз. 2), внешний электрод которой отражает ионы с энергией меньше

определенного уровня, а остальные ионы нейтрализуются на его поверхности. Электроны направляются на ВЭУ, усиленный сигнал с которого поступает на входной усилитель. Использование этого ус-

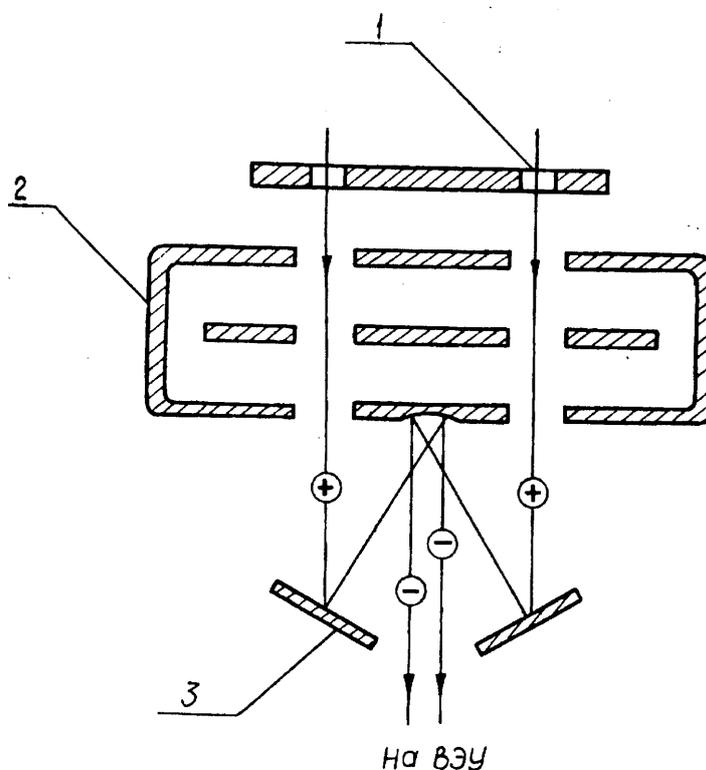


Рис. 4. Схема ионно-электронного преобразователя

тройства улучшает разрешающую способность МС, облегчает режим работы и продлевает срок службы ВЭУ.

1.1.6. Система регистрации данных

Система была разработана на базе широко распространённого семейства микроконтроллеров, совместимых с промышленным стандартом MCS – 51. Система состоит из персонального компьютера и контроллера, в состав которого входит двух-канальный коммутатор аналоговых сигналов, усилитель с программируемым коэффициентом усиления, 14-разрядный аналогово-цифровой преобразователь, блок управления развёрткой спектра масс и однокристалльная микро ЭВМ. Блок схема устройства представлена на рисунке 4.

Система обладает следующими техническими характеристиками:

– интервалы опроса датчика вторичных ионов 0,05; 0,1; 0,3; 0,5; и 1 с;

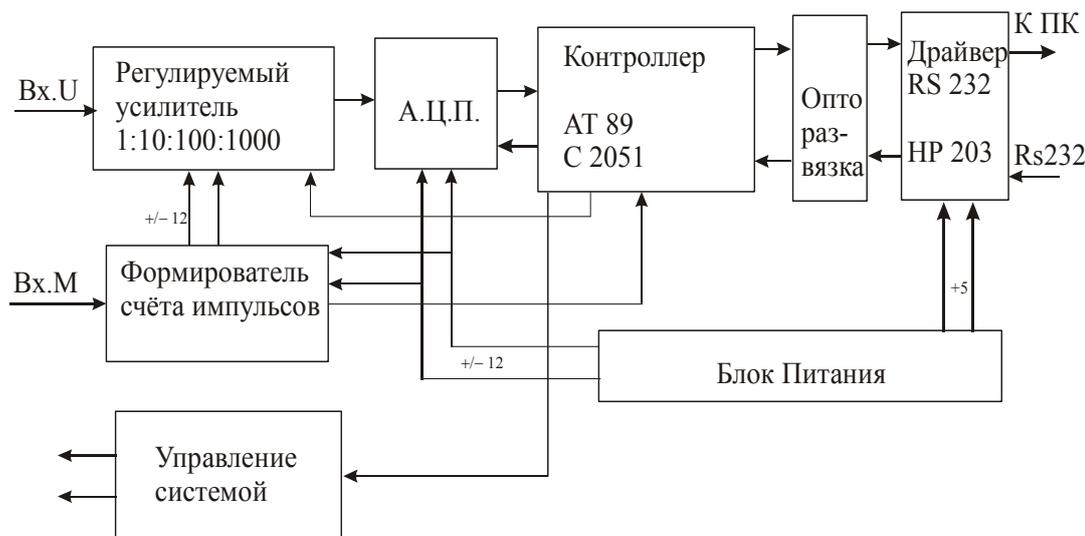


Рис. 5. Блок схема системы регистрации.

– автоматический выбор диапазона измерения амплитуды вторичных ионов в пределах от 0 до 150 В;

– скорость развёртки спектра масс для любого интервала опроса составляет 0,16; 0,32 и 20 а.е.м./с;

– программа записи данных разработана на языке DELPHI-3 и управляется из-под WINDOWS – 98(95), XP;

– запись данных с датчика осуществляется в формате, позволяющем производить их дальнейшую обработку с помощью стандартных пакетов прикладных программ общего пользования (OFFICE) или профессиональных пакетов (MATHLAB, MATHCAD, ORIGIN и др.);

– предусмотрен визуальный контроль процесса регистрации спектра на мониторе;

– имеется возможность изменения масштаба визуализации процесса регистрации;

– система разработана и реализована на базе IBM – совместимого компьютера с процессором Pentium II; связь с ПК осуществляется через последовательный интерфейс RS – 232C;

2. Порядок выполнения работы

1. Получить в аналитической камере сверхвысокий вакуум (см. лабораторную работу №1).
2. Запустить ионный источник и получить ионный пучок (см. лабораторную работу №2).

3. Установите исследуемый образец под пучок. Установка и полная смена образцов происходит в следующей последовательности:

а) выдвиньте держатель образцов на себя и закройте клапан К5 поворотом ручки клапана по часовой стрелке до срабатывания микропереключателя и выключения лампочки К5;

б) напустите в камеру шлюза воздух, включив электромагнитный клапан К8;

в) откройте клапан со смотровым окном и установите (смените) образцы;

г) закройте клапан с окном и откачайте камеру шлюза на форвакуум через клапан К9, закрыв при этом клапан К3;

д) закройте клапан К9, откройте К3 и К5.

Переход к следующему образцу из 6-ти установленных можно осуществить вращением ручки поворота турели с образцами при вращении ручки по часовой стрелке - образцы поворачиваются против часовой стрелки и наоборот.

4. Включите в сеть указанные ниже блоки на приборной стойке и пульте управления, установите на них следующие выходные напряжения:

а) на блоке питания ИЭП – минус 1-1,5 кВ (вся шкала – 10 кВ);

б) на блоке питания ВЭУ) – минус 3-3,5 кВ (вся шкала – 10 кВ) ;

в) на блоке питания отражателя ИЭП и образца СНС-0,2 – соответственно, 60 В и 50 В. Контроль напряжения отражателя производите по индикаторному прибору блока СНС-0.2. Напряжение образца устанавливайте левым потенциометром на блоке управления и контролируйте его индикаторным прибором при нажатой под ним кнопке. Вся шкала каждого из этих приборов равна 200 В.

г) на блоке питания СНС-0,7, подключенном ко 2-му электроду иммерсионного объектива, минус 400 В. Вся шкала индикаторного прибора – минус 700 В.

1-й электрод иммерсионного объектива в рабочем режиме соединён с образцом.

Напряжение на третьем электроде иммерсионного объектива регулируйте правым потенциометром блока управления. Установите его примерно посередине. Контроль этого напряжения возможен внешним измерительным прибором, подключенным к гнездам на задней панели блока управления, на шкале 500 В.

5. Настройте (если он не настроен) выходной контур ГВЧ в резонанс в следующей последовательности:

а) подключите комбинированный прибор Ц 4341 (шкала 0,3 В) к розетке РЕЗОНАНС на задней панели блока ГВЧ-2;

б) сделайте несколько оборотов вправо ручкой потенциометра ДИАПАЗОН МАСС НАЧАЛО, следя за показаниями измерительного прибора. При напряжении близком к 150 мВ регулировкой конденсатора СЧ НАСТРОЙКА КОНТУРА на блоке ГВЧ-1 добейтесь минимального значения этого напряжения, что соответствует минимальному току в цепи нагрузки источника +50 В, т.е. настройке контура в резонанс;

в) окончательную настройку контура в резонанс произведите при максимальном выходном напряжении генератора, полученном при вращении ручки ДИАПАЗОН МАСС НАЧАЛО в крайнее правое положение. Величина напряжения, измеряемого прибором, не должна превышать 300 мВ.

6. Включите самопишущий потенциометр ЛКС4, предварительно ознакомившись с его техническим описанием и инструкцией по эксплуатации. Основной режим измерения и записи при следующих положениях кнопок потенциометра: ДИАПАЗОН ИЗМЕРЕНИЯ - 10 мВ ПОДАВЛЕНИЕ НУЛЯ – "0".

7. Установите нуль УПТ потенциометром РЕГУЛИРОВКА НУЛЯ, постепенно переключая шкалы прибора до "0,01 В". Затем переведите переключатель шкал в положение "150 В". Выходным измерительным прибором УПТ является самопишущий потенциометр ЛКС4.

8. Запишите спектр масс исследуемого образца в режиме ручной развертки, используя самопишущий потенциометр ЛКС4. Для работы в режиме ручной развертки сделайте следующие операции:

а) плавно изменяя высокочастотное напряжение потенциометром ДИАПАЗОН МАСС. НАЧАЛО, выйдите на вершину пика одного из элементов установленного образца. Поочередно изменяя режимы всех источников питания, получите максимальную интенсивность пика по шкале потенциометра ЛКС4-003;

б) установите потенциометром М на передней панели ГВЧ-2 соответствие показаний индикатора массовых чисел (цифрового вольтметра Ф 229 в блоке коммутатора) массовому числу ионов, регистрируемых масс-спектрометром;

в) установите переключатель РУЧ-АВТ в положение "РУЧ" и ручкой ДИАПОЗОН МАСС. НАЧАЛО установите "0" (или другое массовое число по заданию преподавателя) на датчике массовых чисел; после этого переключатель поставить в положение "АВТ", развертка спектра начнется от выбранного начала;

г) Запись спектра продолжать до массового числа, указанного преподавателем.

9. Произведите компьютерную запись спектра масс исследуемого образца используя систему регистрации данных (п. 1.6), для этого проделайте следующие операции:

- а) включите в сеть блок питания системы регистрации;
- б) войдите в программы "Work1" (два щелчка левой клавишей мыши на ярлыке "Work1", расположенном на рабочем столе компьютера);
- в) переключатель "РУЧ – АВТ" на панели блоке ГВЧ-2 установите в положение РУЧ;
- г) ручкой "ДИАПАЗОН МАСС. НАЧАЛО" на панели блоке ГВЧ-2 установите по датчику массовых чисел массу с которой необходимо начать запись спектра;
- д) в окне "Work1" выбрать "File" – "Save as" и задав в открывшейся папке "Work1" желаемое "имя файла" с расширением "txt" нажать "Сохранить". Записанный далее спектр автоматически сохранится сохранится в этом файле после остановки программы;
- ж) нажмите одновременно кнопку "Старт" в окне "Work1" и кнопку "АВТ" на панели блоке ГВЧ-2. Началась запись спектра масс в файл "txt" (картинка развертки) и в файл с заданным именем с расширением "dat" (оцифрованный спектр масс). Файлы с расширением "dat" сохраняются по адресу "Диск С – папка Delphi 3 – папка "Work 1". В процессе записи спектра масс в окне "Work1" отображается развертка спектра масс и показания датчика массовых чисел.
- з) по завершении прохождения выбранного диапазона нажмите кнопку "Стоп" в окне программы "Work1".

10. Обработайте полученный спектр с помощью программы "Массив" (см. ПРИЛОЖЕНИЕ).

3. Выключение установки

1. Отожмите кнопку СЕТЬ на СНА-2, ручку НАПУСК поверните против часовой стрелки до упора.
2. Закройте вентиль редуктора.
3. Установите переключатель чувствительности УПТ в положение "150 В", переключатель шкал блока индикации давления в положение "10⁻³".
4. Выключите все блоки приборной стойки и блоки СНС-0.2 и СНС-0.7.
5. Закройте высоковакуумный клапан К4.
6. Выключите прогрев МИДа и дифнасос.
7. Закройте клапан К3, выключите форнасос.
8. Обесточьте прибор, нажав на блоке управления вакуумной системой кнопку СЕТЬ ОТКЛ.
9. Через 30–40 минут перекройте подачу воды к дифнаосу.

4. Требования к отчету

Отчет должен содержать:

- а) краткие сведения о методе масс-спектрометрии вторичных ионов;
- б) блок-схему установки МС-7201М с объяснением назначения узлов;
- в) распечатку экспериментальных данных (спектр масс после обработки по программе "Массив" (см. ПРИЛОЖЕНИЕ));
- г) анализ полученных результатов;
- д) выводы по работе.

5. Контрольные вопросы

1. Что такое разрешающая способность масс-спектрометра.
2. Из каких основных блоков состоит масс-спектрометр МС-7201М?
3. Какова разрешающая способность масс-спектрометра. МС-7201М?
4. Объясните, используя схему установки МС-7201М, назначение его отдельных элементов.
5. Чем чувствительность масс-спектрометра отличается от его предела обнаружения?
6. Какие типы масс-анализаторов Вы знаете?
7. Чем отличается масс-анализатор от масс-спектрометра?

Дополнительная литература

1. Фелдман Л., Майер Д. Основы анализа поверхности и тонких пленок. – М.: Мир, 1989.
2. Вудраф Д., Делчар Т. Современные методы исследования поверхности. - М.: Мир, 1989.
3. Нефедов В.И., Черепин В.Т.. Физические методы исследования поверхности твердых тел. – М.: Наука, 1983.
4. Физическая Энциклопедия в 5-ти томах. Москва. Научное издательство "Большая Российская энциклопедия", 1998 г.
5. Черепин В.Т., Васильев М.А. Методы и приборы для анализа поверхности материалов. – Киев: Наукова думка, 1982.

ПРИЛОЖЕНИЕ

"Описание программы "Массив""

Меню:

Файл

-Очистить - позволяет очистить все таблицы и поля ввода внутри программы для обработки новых данных (вызывается автоматически при открытии файла)

-Открыть - открывает файл с данными, подлежащими обработке. Исходные данные, считанные из файла, отображаются в левом окошке вкладки "Импорт".

-Выход - выход из программы обработки данных

Справка

-Справка - вызов данной справки

Вкладки основного окна:

-Импорт

В данной вкладке производится первичная обработка исходных данных полученных из файла, записанного системой автоматизации установки. В верхней части вкладки находится текстовое поле "Файл:", в котором отображается имя обрабатываемого в данный момент файла. Открыть новый файл можно двойным щелчком левой кнопки мышки по данному полю. Когда файл уже открыт, в данном поле отображается его имя. В области "Исходные данные" отображается содержимое файла, загруженного в программу для обработки. Данные в этой области могут быть отредактированы по желанию пользователя. Кнопка "---->" позволяет провести первичную обработку данных, в результате которой происходит вычисление максимального значения величины замера массы в массиве замеров. Максимальные значения, полученные в результате обработки, представлены в области "Обработано", откуда они могут быть скопированы в буфер для дальнейшей обработки.

-Обработка

В процессе первичной обработки, производимой во вкладке "импорт", заполняются столбцы таблицы, представленной в области "обработка". Каждый новый столбец представляет собой описание каждого последующего "прохода", за который физическая установка записывает данные по масс-спектру от 1 до 255. Соответственно, строки таблицы соответствуют массам. Здесь возможно проведение дополнительной обработки полученных результатов, такой как очистка от "шума".

Пользователю предлагается ввести "порог" очистки, соответствующий % от минимального значения данной массы в масс-спектре.

Далее, при нажатии на кнопку "чистить", происходит очистка таблицы, производимая путем вычитания из значений масс соответствующих им значений "порога" очистки. Данный алгоритм разработан на основе анализа большого количества предоставленных масс-спектров.

При нажатии на клавишу "Вычесть мин." пользователю представляется возможность из всего спектра вычесть минимальное значение масс в нём, т.е. привести спектр к нулю.

Кнопка "Вычисл. мин" позволяет вывести на экран (под ней) минимальное значение массы в спектре, что может быть полезно при анализе необходимости вычитания минимального значения масс из всего спектра.

Кнопка "копировать" копирует содержимое таблицы в буфер обмена, что может быть полезно при дальнейшей обработке и специфической визуализации полученной информации в сторонних программах. Чекбоксы "Копировать ось X" и "Копировать ось Y" соответственно позволяют пользователю выбрать, копировать-ли данные по осям (в случае необходимости).

В области "Нормирование" пользователю предлагается произвести нормировку данных, находящихся в данный момент в таблице области "Обработка". При этом пользователю также предоставляется возможность произвести нормирование не всех, а только определенных масс. Их список необходимо ввести в поле "Массы" через пробел. Например: "1 3 16".

При каждой операции обработки данных в области "Обработка" производится автоматический расчет списка масс, процентная доля которых выше указанной в поле "> % от суммы". Данный расчет в любой момент времени также возможно произвести путем нажатия на кнопку "Массы". Сама процедура нормирования производится путём нажатия на кнопку "Нормировать", при этом нормированию подвергаются только данные по массам, которые введены в список нормируемых масс. Результаты нормирования вносятся в таблицу области "Нормирование".

Скопировать содержимое таблицы в буфер обмена для дальнейшей обработки в других приложениях можно путем нажатия на кнопку "Копировать".

-Визуализация.

В данной вкладке программы пользователю предоставляется возможность в виде графика получить информацию, полученную в результате обработки.