

POLSKA
RZECZPOSPOLITA
LUDOWA



URZĄD
PATENTOWY
PRL

OPIS PATENTOWY

87 292

Patent dodatkowy
do patentu _____

Zgłoszono: 26.03.73 (P. 161533)

Pierwszeństwo: _____

Zgłoszenie ogłoszono: 02.06.75

Opis patentowy opublikowano: 15.12.1976

MKP G01n 27/62

Int. Cl.² G01N 27/62

CZYTELNIA

Urząd Patentowy
Polskiej Rzeczypospolitej Ludowej

Twórcy wynalazku: Stefan Mróz, Stanisław Kaszczyszyn, Edward Chrzanowski,
Jan Kołaczekiewicz

Uprawniony z patentu: Uniwersytet Wrocławski im. Bolesława Bieruta,
Wrocław (Polska)

Głowica pomiarowa unipolarnego filtru mas

Przedmiotem wynalazku jest głowica pomiarowa unipolarnego filtru mas, przeznaczona do analizy składu mieszanin gazowych przy ciśnieniach niższych od 5×10^{-4} Tr. Unipolarny filtr mas jest używany do analizy aktualnego składu mieszaniny albo do badania zawartości jednego ze składników w funkcji czasu. Znajduje on zastosowanie w badaniach podstawowych w dziedzinie fizyki i chemii fizycznej, a także w technice próżniowej i w innych przypadkach, przykładowo przy kontroli wyodrębniania helu z gazu ziemnego, przy badaniu składu chemicznego gazów wydzielanych przez silniki spalinowe.

Dotychczas do analizy składu mieszanin gazowych stosuje się spektrometry masowe, między innymi omegatrony oraz przyrządy typu topatron.

Spektrometry masowe mają na ogół duże rozmiary i wymagają stosowania dużych i ciężkich magnesów. Głowica omegatronu jest wprawdzie mała, ale wymaga dużego magnesu i jej zdolność rozdzielcza dla mas powyżej kilkudziesięciu jest niezadowalająca, a maksymalne ciśnienie analizowanych mieszanin gazowych nie może być wyższe niż 1×10^{-5} Tr.

Przyrządy typu topatron są wprawdzie wygodne w użyciu ale ich zdolność rozdzielcza jest bardzo mała.

W skład głowicy pomiarowej unipolarnego filtru mas wchodzi zmontowane ze sobą konstrukcje źródła jonów, części analizującej, zwanej też analizatorem oraz kolektora jonów.

Wśród częściej stosowanych znana jest konstrukcja źródła jonów według Pening'a, składająca się z dwóch płaskich, usytuowanych naprzeciwko siebie katod przedzielonych anodą w kształcie pierścienia. W obszarze zamkniętym elektrodami wytworzone jest jednorodne pole magnetyczne, skierowane prostopadle do płaszczyzny katod. W jednej z katod znajduje się otwór kołowy. Elektrony w takim źródle są przyspieszane od katody do anody, a pole magnetyczne zakrzywia ich tor w ten sposób, że przed osiągnięciem anody muszą one wykonać wiele oscylacji. Na skutek tego droga od katody do anody wydłuża się na tyle, że nawet przy ciśnieniach rzędu 10^{-5} Tr możliwe jest podtrzymanie samoistnego wyładowania w gazie wypełniającym źródło.

Wadą wymienionej konstrukcji źródła jonów jest konieczność stosowania silnego stałego pola magnetycznego oraz wysokiego stałego napięcia między katodą i anodą. Ponadto źródło może pracować jedynie w ograniczonym przedziale ciśnień (10^{-2} – 10^{-5} Tr).

Znana jest również konstrukcja źródła jonów według Niera, składająca się z wyrzutni elektronów, zamkniętego obszaru jonizacji oraz układu elektrod wysysających jony. Wiązka elektronów z wyrzutni przebiegając przez obszar jonizacji, wytwarza w nim jony, które są wysysane w kierunku prostym do wiązki elektronów. Wadą tego rozwiązania jest zamknięty obszar jonizacji oraz niska wydajność źródła.

Najbardziej zbliżona do rozwiązania według wynalazku jest konstrukcja trójelektrodowego źródła jonów, które składa się z trzech ułożonych jeden na drugim cylindrów oraz z umieszczonej wewnątrz pierwszego cylindra żarzonej katody. Potencjały elektryczne cylindrów są tak dobrane, że układ tworzy immersyjną skupiającą soczewkę elektrostatyczną ogniskującą powstające w układzie jony. Jony powstają wskutek zderzeń elektronów wychodzących z katody z cząsteczkami gazu.

Wadą przedstawionego rozwiązania jest zamknięty obszar jonizacji powodujący niebezpieczeństwo analizy produktów desorpcji termicznej gazów ze ścianek komory jonizacyjnej na skutek umieszczenia w niej żarzonej katody, utrudniona jest też wymiana atmosfery gazowej z otoczeniem źródła. Istnieje również możliwość wystąpienia efektu fotoelektrycznego z kolektora oświetlanego żarzoną katodą, co powoduje powstanie tła prądu jonowego zakłócającego pracę przyrządu w zakresie bardzo niskich ciśnień (poniżej 10^{-10} Tr).

Natomiast najbardziej zbliżona do odmiany źródła jonów według wynalazku jest konstrukcja źródła jonów według Khana i Schroeera — The Review of Scientific Instruments 42, 9 (1971) 1348, w której obszar jonizacji jest wykonany z siatki zamkniętym cylindrem posiadającym w jednej z podstaw otwór dla wyjścia jonów. Katoda jest umieszczona w pobliżu bocznej powierzchni tego cylindra. Obszar jonizacji i katoda są zamknięte w pełnej metalowej osłonie zwartej elektrycznie z katodą i posiadającej otwór dla wejścia podlegającego jonizacji gazu. Naprzeciw otworów w dnie cylindra stanowiącego obszar jonizacji znajduje się kołowa elektroda wysysająca jony, a za nią trójelektrodowa symetryczna soczewka elektrostatyczna formująca wiązkę jonów.

W rozwiązaniu tym na skutek nieprzenikalności osłony dla gazu wymiana atmosfery gazowej między otoczeniem a obszarem jonizacji jest utrudniona, a na skutek elektrycznego zwarcia osłony z katodą niemożliwa jest regulacja potencjału elektrycznego osłony względem katody. Brak tej regulacji uniemożliwia z kolei wybór takiego potencjału osłony, przy którym wydajność źródła jonów jest maksymalna.

Jeżeli idzie o znane dotychczas analizatory, to najbardziej zbliżony do rozwiązania według wynalazku składa się z elektrody górnej oraz katowej elektrody dolnej o kącie rozwarcia 90° . Elektroda górna jest połową cienkościennego cylindra lub pełnego walca rozciętego wzdłuż tworzącej. Elektrody górna i dolna rozdzielone są dystansownikami. Na górnej elektrodzie znajduje się przekładka izolująca, na której położone jest metalowe płaskie jarzmo. Jarzmo to przykręcone jest za pomocą śrub do dolnej elektrody katowej, tworząc zwartą konstrukcję układu elektrod wzajemnie od siebie izolowanych. Układ analizatora zaopatrzony jest w diafragmy wlotową i wylotową. Tę ostatnią stanowi płaska blaszka z otworem.

Wadą przedstawionej konstrukcji jest konieczność wykonywania otworów i gwintów w nachylonych ścianach elektrody katowej, zastosowanie dużej ilości metalu, co stwarza niebezpieczeństwo degazacji, jak i znaczne trudności występujące przy montażu elektrod w zespół, zwłaszcza w zakresie zachowania stałej odległości i równoległości elektrod górnej i dolnej. Montaż tego rodzaju konstrukcji jest niemożliwy bez stosowania skomplikowanego szablonu.

Celem rozwiązania według wynalazku jest wyeliminowanie wad i niedogodności charakteryzujących wyżej podane konstrukcje źródeł jonów i analizatora, przy jednoczesnym zapewnieniu łatwości i wysokiej dokładności montażu tych konstrukcji jak i poszczególnych ich elementów oraz przy zachowaniu wysokich parametrów technicznych, a wytyczonym do rozwiązania zagadnieniem technicznym jest opracowanie konstrukcji głowicy unipolarnego filtru mas spełniającej ten cel.

Cel ten przy przyjęciu trójelektrodowego źródła jonów, części analizującej składającej się z elektrody górnej i katowej elektrody dolnej, w odniesieniu do źródła jonów został osiągnięty poprzez zaopatrzenie każdego z trzech cylindrów w dwie kryzy z równomiernie rozmieszczonymi na ich obwodzie otworami, przez które przetkane są utrzymujące współosiowość cylindrów rurki ceramiczne, na których osadzone są tulejki dystansowe, a sztywne połączenie mechaniczne i elektryczne cylindrów zewnętrznych wykonane jest za pomocą metalowych łączników zgrzewanych punktowo do kryz cylindrów. Wyprowadzenie elektryczne elektrody środkowej dokonane jest za pomocą drutu przechodzącego przez jedną z rurek ceramicznych i zgrzewanego do elektrody, zakończenie ostatniej elektrody jest uformowane w diafragmę wlotową do obszaru analizatora.

W odniesieniu do części analizującej cel wynalazku, przy zastosowaniu cylindrycznej elektrody cienkościenną rozciętą w połowie wzdłuż tworzącej i dolnej elektrody katowej, został osiągnięty przez umieszczenie na końcach elektrody katowej dystansowników ceramicznych w kształcie ściętego stożka prostokątnego pryzmatu z wybraniem o płaszczyznach równoległych do tworzącej pryzmatu, w których to wybraniach umieszczona jest

górna elektroda, a w niej półokrągłe kształtki izolujące dociskające elektrodę górną do elektrody dolnej za pośrednictwem sprężynujących opasek umocowanych końcami do krawędzi dolnej elektrody kątowej, przy czym analizator zakończony jest diafragmą wyjściową z osłony kolektora. Do zewnętrznej powierzchni obu elektrod górnej i dolnej umocowane są sprężynki centrujące oraz gniazda dla wsporników osadzonych trwale w szklanej obudowie głowicy.

W innym przykładzie wykonania głowicy, istota wynalazku polega na tym, że obszar jonizacji i katoda zamknięte są w wykonanej z siatki osłonie posiadającej oddzielne wyprowadzenie elektryczne, a rolę elektrody wysysającej jony z obszaru jonizacji spełnia pierwsza elektroda soczewki elektrostatycznej formującej wiązkę jonów i kierującej ją do analizatora.

Zastosowana konstrukcja głowicy zapewnia uzyskanie prostymi środkami samocentrowania układu, bez konieczności stosowania jakiegokolwiek oprzyrządowania montażowego. Podobnie konstrukcja analizatora odznacza się prostotą i łatwością montażu.

Zastosowane sprężyste opaski metalowe uniemożliwiają ruch elektrod w kierunku prostopadłym do osi przyrządu. Przesuwanie się elektrod w kierunku równoległym uniemożliwiają dwie diafragmy wejściowa i wyjściowa przyzgrzewane do końców elektrody kątowej. Ponieważ jednocześnie diafragma wejściowa jest częścią ostatniej elektrody źródła jonów, pozwala to na sztywne połączenie źródła jonów z analizatorem poprzez zgrzewanie diafragmy do czoła elektrody kątowej. Diafragma wyjściowa zaopatrzona jest w osłonę w kształcie kubka zwróconego otworem ku kolektorowi jonów i obejmującego ten kolektor. Zapewnia to poprawę ekranowania kolektora przed polami wielkiej częstotliwości związanymi z obecnością napięcia wielkiej częstotliwości na elektrodzie kołowej. Ekranowanie to umożliwia zastosowanie do pomiaru prądu jonowego prostszych elektrometrów.

Zaletą konstrukcji źródła jonów ujawnionej w odmianie wynalazku jest uzyskanie bardzo dobrej wymiany atmosfery gazowej, kilkudziesięciokrotne — w stosunku do innych źródeł — powiększenie wydajności źródła jonów poprzez możliwość doboru optymalnego potencjału elektrycznej osłony, a także wyeliminowanie możliwości fotoemisji elektronów z kolektora wywołanej świeceniem katody.

Przedmiot wynalazku uwidoczniiony jest w przykładzie wykonania na załączonych rysunkach, na których fig. 1 przedstawia głowicę pomiarową unipolarnego filtru mas w przekroju podłużnym, fig. 2 — konstrukcję źródła jonów w widoku perspektywnym, fig. 3 — konstrukcję części analizującej w widoku perspektywnym, fig. 4 — część analizującą jak na fig. 3 w widoku z przodu od strony źródła jonów, fig. 5 — fragment jednego z końców części analizującej w widoku perspektywnym, fig. 6 — kształtkę ceramiczną w postaci pryzmatu w widoku perspektywnym, fig. 7 — półokrągłą kształtkę ceramiczną w widoku perspektywnym i fig. 8 — schemat innej konstrukcji źródła jonów.

Źródło jonów zawiera katodę 1 umieszczoną osiowo wewnątrz cylindra 2 połączonego mechanicznie i elektrycznie z cylindrem 3. Pomiedzy cylindrami 2 i 3 umieszczony jest współosiowo izolowany od nich elektrycznie cylinder 4. Każdy cylinder 2, 3, 4 posiada dwie kryzy 5, a w każdej kryzie 5 wykonane są równo rozmieszczone na jej obwodzie otwory 6. Przez otwory 6 przetkane są dopasowane do ich średnicy rurki ceramiczne 7 podtrzymujące cylinder 4. Mechaniczne i elektryczne połączenie cylindrów 2 i 3 wykonane jest za pomocą łączników 8. Zakończenie cylindra 3 uformowane jest w diafragmę wejściową 9 analizatora, przyzgrzewaną do czoła elektrody kątowej 10 analizatora. Wyprowadzenia elektryczne elektrod źródła jonów dołączone są elastycznie do przepustów 11. Zachowanie właściwej odległości między cylindrami 2, 4 i 3 zapewniają tulejki dystansowe 12 nanizane na rurki 7.

Analizator zawiera elektrodę kątową 10, na której obu końcach umieszczone są dystansowniki ceramiczne 13 w kształcie ściętego prostokątnego pryzmatu z wybraniem 14 o płaszczyznach równoległych do tworzącej pryzmatu. W wybraniach 14 umieszczona jest cylindryczna cienkościenna rozcięta w połowie wzdłuż tworzącej elektroda górna 15, a w niej półokrągłe kształtki izolujące 16. Elektroda 15 poprzez kształtki 16 i dystansowniki 13 przyciskana jest do elektrody kątowej 10 za pomocą sprężynujących opasek 17 zgrzewanych końcami do krawędzi elektrody kątowej 10.

Analizator zakończony jest diafragmą wyjściową 18 z osłoną 19 kolektora 20. Do zewnętrznych powierzchni elektrod 10 i 15 zgrzewane są sprężynki centrujące 21 oraz gniazda 22 dla wsporników 23 osadzonych w obudowie szklanej 24. Tak zmontowana głowica unipolarnego filtru mas umieszczona jest w cylindrycznej obudowie szklanej 24, wycentrowana w niej sprężynkami centrującymi 21 i zabezpieczona przed przesuwami wzdłużnymi przy pomocy umieszczonych w gniazdach 22 wsporników szklanych 23 wtopionych w obudowę 24.

Kolektor 20 umocowany jest na przepuszc 25 wtapiącym w obudowę 24 w ostatniej fazie montażu.

W innym wykonaniu źródła jonów według wynalazku obszar jonizacji 26 ma kształt kubka wykonanego

z siatki o wysokiej przezroczystości i zamkniętego płaską diafragmą 27 z otworem. Żarzona katoda 28 ma kształt koła o średnicy nieco większej niż średnica kubka 26 i opasuje kubek w połowie jego wysokości. Obszar jonizacji 26 i katoda 28 znajdują się wewnątrz osłony 29 wykonanej z siatki. Naprzeciw diafragmy 27 zamykającej obszar jonizacji 26 umieszczona jest złożona z trzech elektrod 30, 31, 32 soczewka elektrostatyczna wysysająca jony z obszaru jonizacji 26 i kierująca je do analizatora. Elektroda 32 soczewki zgrzewana jest do diafragmy wejściowej 9 analizatora.

Działanie głowicy pomiarowej jest następujące. Wiązka jonów wytworzona drogą jonizacji zderzeniowej w obszarze objętym cylindrem 4 poprzez układ ogniskujący utworzony przez cylindry 4, 3 i diafragmę wejściową 9 dostaje się w obszar analizatora. Pod wpływem pola elektrycznego utworzonego przez superpozycję napięć stałego i zmiennego, jony wykonują oscylację w kierunku poprzecznym do osi analizatora. W zależności od amplitudy napięcia stałego i zmiennego zostają stworzone warunki do przejścia przez analizator jonów o określonym ładunku właściwym. Jony o innych ładunkach właściwych wykonują oscylację o szybko rosnącej amplitudzie i zostają wyłapane przez górną elektrodę 15 analizatora. Dla analizy widma mas jonów dodatnich biegun ujemny składowej napięcia wytwarzającego pole elektryczne analizatora powinien być przyłożony do cylindra elektrody 15. Jony, które przeszły przez analizator trafiają na kolektor 20, a wytwarzany przez nie prąd jonowy jest mierzony za pomocą nie uwidocznionego na rysunku miernika.

Zmieniając amplitudę przykładanych na układ analizatora napięć stałego i zmiennego, można przepuszczać przez niego kolejno jony o różnych ładunkach właściwych otrzymując w ten sposób widmo mas badanej atmosfery gazowej.

Jeżeli idzie o działanie źródła jonów według innego wykonania, to elektrony wychodzące z katody 28 są przyspieszane w kierunku obszaru jonizacji 26, a po jego przejściu zawracane przez osłonę 29 i na skutek tego wielokrotnie przechodzą obszar jonizacji 26. Dla osiągnięcia optymalnej wydajności takiego źródła niezbędny jest wybór odpowiedniego potencjału elektrycznego osłony 29 względem katody 28.

Zastrzeżenia patentowe

1. Głowica pomiarowa unipolarnego filtru mas, składająca się z trójelektrodowego źródła jonów, części analizującej w postaci odizolowanych od siebie elektrody górnej i kątowej elektrody dolnej oraz z kolektora jonów, z n a m i e n n a t y m, że każdy z cylindrów (2, 3, 4) trójelektrodowego źródła jonów zaopatrzony jest w kryzy (5) z równo rozmieszczonymi na ich obwodzie otworami (6), przez które przetkane są utrzymujące współosiowość cylindrów (2, 3, 4) rurki ceramiczne (7), a sztywne połączenie mechaniczne i elektryczne cylindrów (2) i (3) wykonane jest za pomocą łączników (8), zakończenie zaś cylindra (3) uformowane jest w diafragmę wejściową (9) analizatora umocowaną do elektrody kątowej (10), na końcach której umieszczone są dystansowniki ceramiczne (13) w kształcie ściętego prostokątnego pryzmatu z wybraniem (14) o płaszczyznach równoległych do tworzącej pryzmatu, w których to wybraniach (14) umieszczona jest górna cylindryczna elektroda (15) rozcięta w połowie wzdłuż tworzącej, a w niej półokrągłe kształtki izolujące (16) dociskające elektrodę (15) do dolnej elektrody (10) za pośrednictwem sprężynujących opasek (17), zgrzewanych końcami do krawędzi elektrody kątowej (10), przy czym analizator zakończony jest diafragmą wyjściową (18) z osłoną (19) kolektora (20).

2. Głowica według zastrz. 1, z n a m i e n n a t y m, że do zewnętrznych powierzchni elektrod (10) i (15) umocowane są sprężynki centrujące (21) oraz gniazda (22) dla wsporników (23) osadzonych trwale w obudowie szklanej (24).

3. Głowica pomiarowa unipolarnego filtru mas, w odniesieniu do źródła jonów, z n a m i e n n a t y m, że obszar jonizacji (26) i katoda (28) zamknięte są w wykonanej z siatki osłonie (29) posiadającej oddzielne wyprowadzenie elektryczne, a rolę elektrody wysysającej jony z obszaru jonizacji (26) spełnia pierwsza elektroda (30) soczewki elektrostatycznej formującej wiązkę jonów i kierującej ją do analizatora.

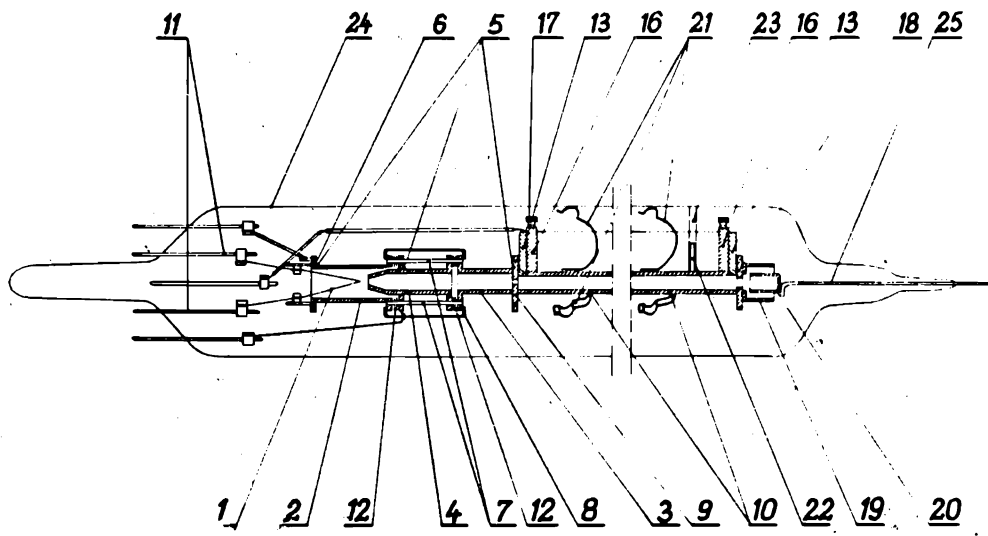


Fig. 1

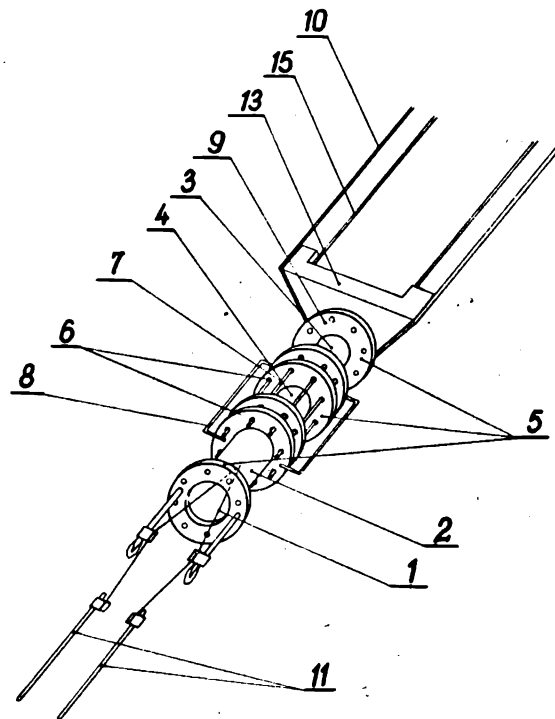
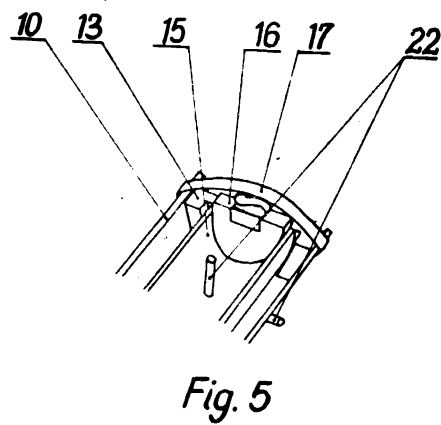
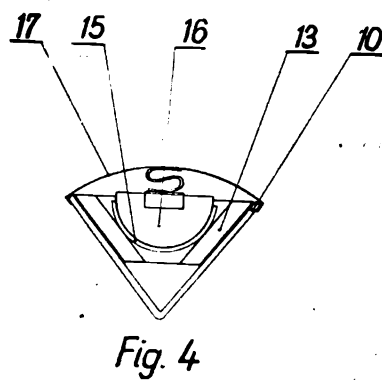
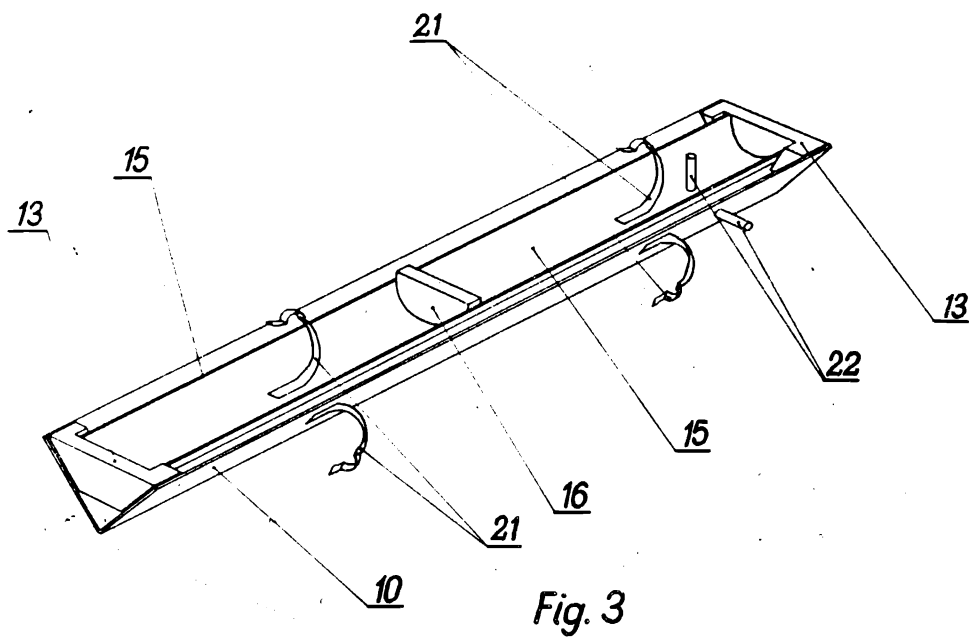


Fig. 2



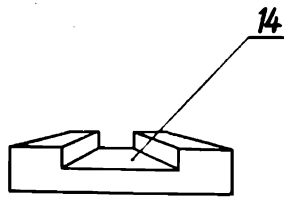


Fig. 6

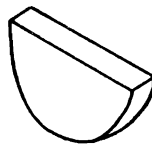


Fig. 7

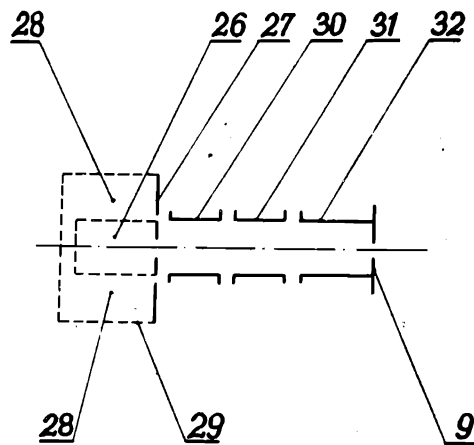


Fig. 8