

Instytut Fizyki UMCS, 20-031 Lublin, pl. M. Curie-Skłodowskiej 1

KRZYSZTOF BEDERSKI, LESZEK WÓJCIK

*Modernizacja kwadrupolowego spektrometru mas
do badań reakcji jonowo-molekularnych*

The Modernization of a Quadrupole Mass Spectrometer
for the Study of Ion-Molecule Reactions

1. WSTĘP

Kwadrupolowy spektrometr mas QSM 500, używany przez Krzysztofa Bederskiego i Leszka Wójcika do badań reakcji jonowo-molekularnych w gazach [7–11], został w ostatnim czasie przystosowany do współpracy z komputerem klasy IBM PC. W Instytucie Technologii Próżni w Warszawie skonstruowano interfejs PC QSM 100/200 [6], który umożliwia taką współpracę, a także wykonano oprogramowanie użytkowe, które zapewnia sterowanie pracą interfejsu i spektrometru, zbieranie, przetwarzanie i zapamiętywanie danych oraz graficzną prezentację wyników.

W niniejszym artykule przedstawiono charakterystyki kwadrupolowego spektrometru mas współpracującego z komputerem, wybrane dla czterech różnych gazów: dwóch molekularnych — dwutlenku i tlenku węgla (stanowiących zanieczyszczenie atmosfery ziemskiej) — oraz dwóch szlachetnych — argonu i neonu (wchodzących również w skład atmosfery).

2. APARATURA

Masowo-spektrometryczne badania reakcji jonowo-molekularnych wykonywane są kwadrupolowym spektrometrem mas z wysokociśnieniowym źródłem jonów (własnej konstrukcji) [7–11]. Układ detekcyjny spektrometru powstaje dzięki powielaczowi elektronów (firmy Balzers), a próżnię wytwarza różnicowy układ pompowania z pompami dyfuzyjnymi o szybkości pompowania 2000 l/s od strony źródła jonów i 800 l/s od strony analizatora i detektora.

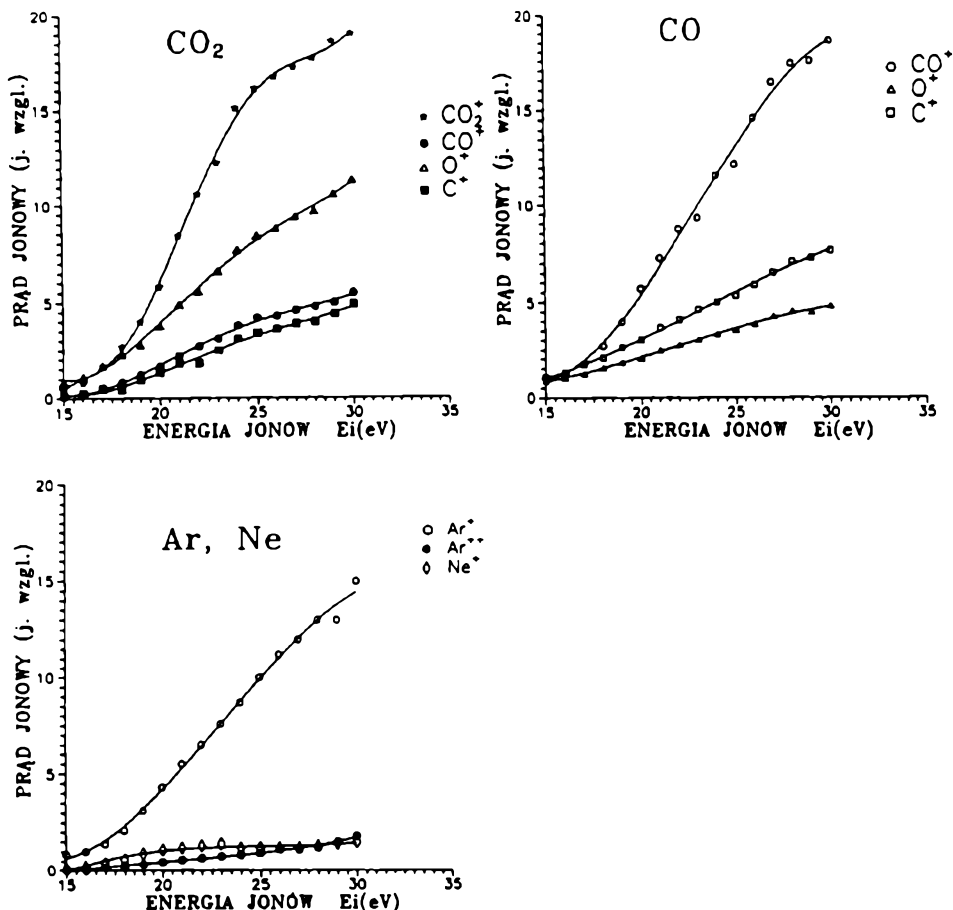
Do sporządzenia charakterystyk kwadrupolowego spektrometru mas wysokociśnieniowe źródło jonów zastąpione zostało niskociśnieniowym źródłem jonów z siatkowym kolektorem elektronów [12]. Czynnikiem jonizującym badany gaz są tu elektrony, wytwarzane przez wolframową katodę (w kształcie litery V) i przyspieszane napięciem U_e do siatkowego kolektora elektronów. Źródło to charakteryzuje się dużą czułością.

Współpraca spektrometru mas z komputerem możliwa jest w zakresie 1–200 j.m.a. Oprogramowanie komputera sprzężonego ze spektrometrem umożliwia pracę w modach: analogowym, selektora wierzchołków i tabularycznym [6]. Bardzo wygodnym w wykonywaniu pomiarów jest mod selektora wierzchołków, ponieważ umożliwia on jednoczesną obserwację ośmiu wierzchołków z widma masowego o dowolnej wartości $\frac{m}{e}$.

3. WYNIKI POMIARÓW

Przedstawione w niniejszym artykule wyniki są pierwszymi, jakie otrzymano stosując spektrometr przystosowany do współpracy z komputerem. Sporządzone zostały podstawowe charakterystyki tego spektrometru dla jonów: CO_2^+ , CO^+ , O^+ , C^+ ; CO^+ , O^+ , C^+ ; Ar^+ , Ar^{2+} i Ne^+ , wytworzonych w wyniku jonizacji dwutlenku i tlenku węgla oraz argonu i neonu elektronami.

Zbadane zostały zależności prądu jonowego, utworzonego przez wymienione już jony, od energii jonów E_i , zdolności rozdzielczej spektrometru, napięcia przyspieszającego elektrony U_e , napięcia polaryzacji prętów kwadrupola U_0 oraz napięcia powielacza elektronów. Otrzymane wyniki przedstawione zostały na rycinach 1–5. Przy opracowaniu danych nie brano pod uwagę zmiany współczynnika transmisji jonów w spektrometrze w zależności od wzrostu analizowanej masy [1]. Ten problem będzie tematem innego artykułu.



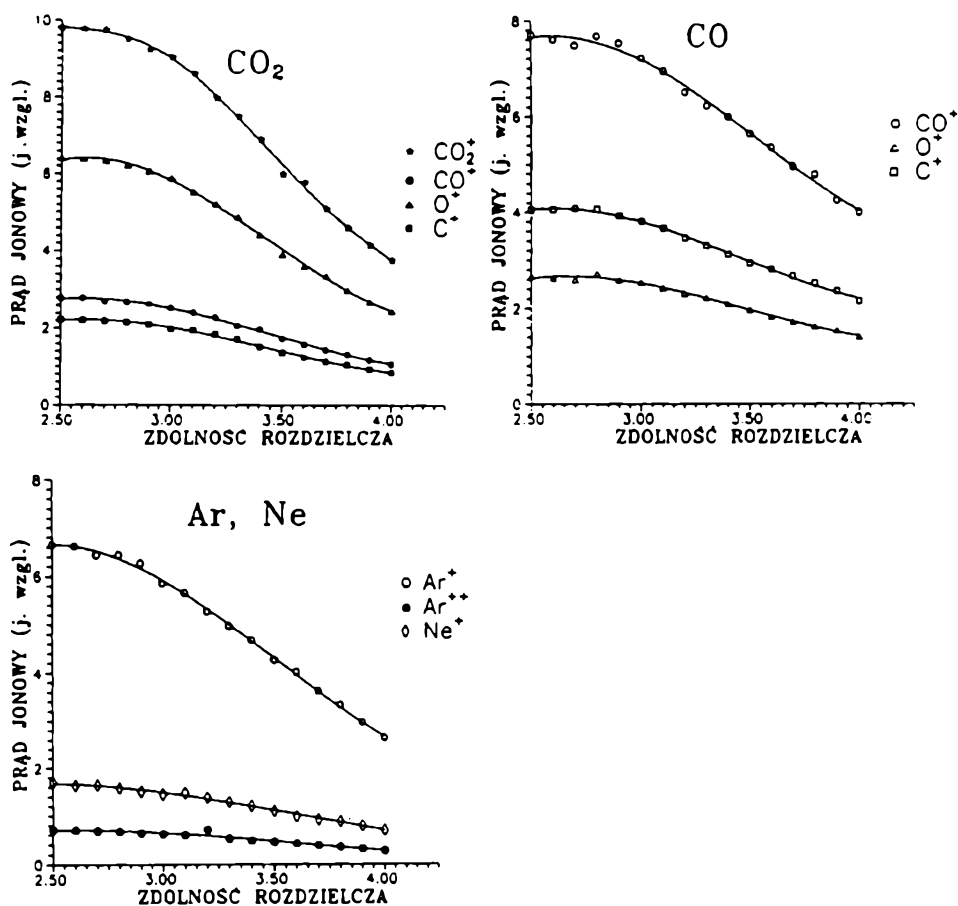
Ryc. 1. Względny prąd jonowy w funkcji energii E_i dla jonów większościowych utworzonych w CO₂ CO, Ar i Ne

Relative ion current as a function of ion energy E_i for the predominant ions in CO₂, CO, Ar and Ne

Zdolność rozdzielcza kwadrupolowego spektrometru mas zależy od czasu przebywania jonów w polu kwadrupolowego analizatora [3, 4], a ten czas zależy od liczby drgań, jaką wykonują jony w tym polu, a więc od częstotliwości napięcia zmiennego z generatora oraz od energii wejściowej jonów. Liczbę drgań n wykonywanych przez jony w polu kwadrupola opisuje następująca zależność [2, 5]:

$$n = c_1 c_2 l \sqrt{U_z / E_i}, \quad (1)$$

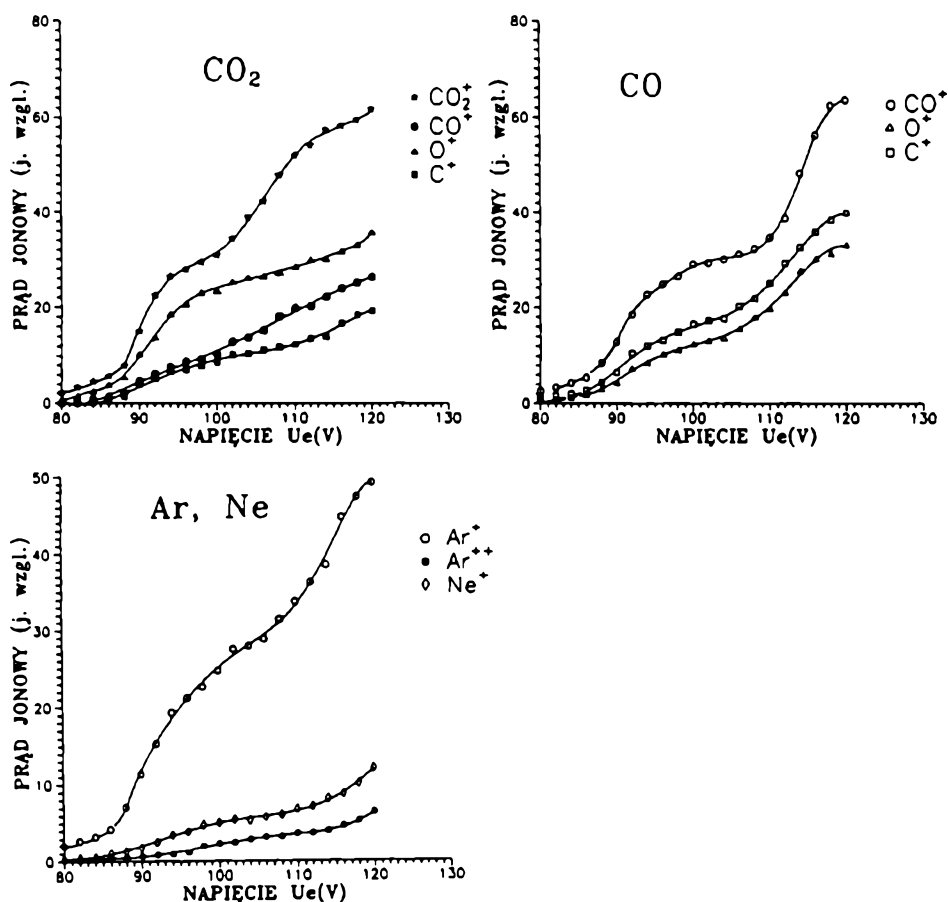
gdzie: c_1 , c_2 — stałe; l — długość prętów analizatora; U_z — amplituda napięcia zmiennego; E_i — energia jonów.



Ryc. 2. Prąd jonowy w zależności od zdolności rozdzielczej spektrometru (wartości liczbowe na osi odciętych odpowiadają nastawom potencjometru) dla jonów: (a) CO₂⁺, CO⁺, O⁺, C⁺; (b) CO⁺, O⁺, C⁺; (c) Ar⁺, Ar²⁺, Ne⁺

Relative ion current vs. resolving power of a mass spectrometer for ions: (a) CO₂⁺, CO⁺, O⁺, C⁺; (b) CO⁺, O⁺, C⁺; (c) Ar⁺, Ar²⁺, Ne⁺

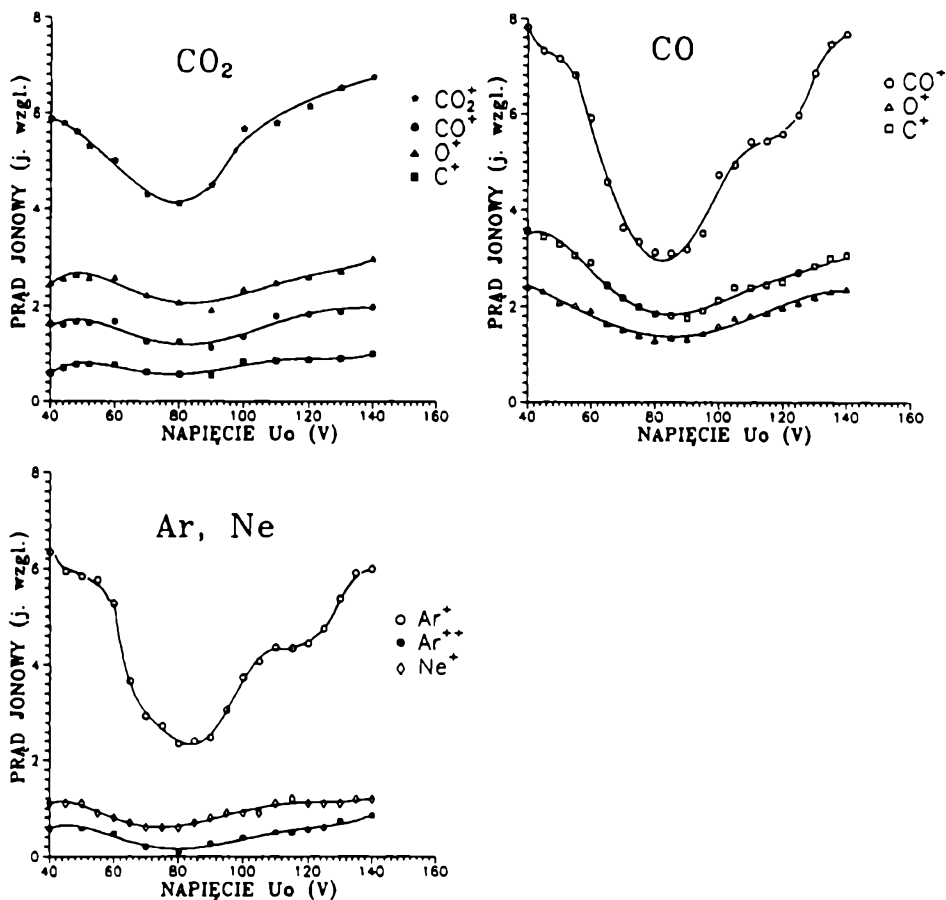
Jak wynika z zależności (1), im mniejsza jest wartość energii jonów wchodzących do analizatora, tym lepsza jest zdolność rozdzielcza spektrometru. Jednakże natężenia prądów jonowych maleją wraz ze spadkiem energii jonów (Ryc. 1). Należy więc znaleźć optymalną wartość energii jonów, przy której zdolność rozdzielcza spektrometru jest wysoka, a natężenia prądów jonowych są duże. W przypadku opisywanego tu spektrometru wynosi ona 20 eV. Zmiany prądu jonowego w zależności od energii jonów E_i przedstawiono na rysunku 1.



Ryc. 3. Prąd jonowy w zależności od napięcia U_e przyspieszającego elektrony w źródle, utworzony przez jony: (a) CO₂⁺, CO⁺, O⁺, C⁺; (b) CO⁺, O⁺, C⁺; (c) Ar⁺, Ar²⁺, Ne⁺
 Relative ion current as a function of electron accelerating voltage U_e for ions: (a) CO₂⁺, CO⁺, O⁺, C⁺; (b) CO⁺, O⁺, C⁺; (c) Ar⁺, Ar²⁺, Ne⁺

Badano wpływ zmiany zdolności rozdzielczej na wytworzone w CO₂ CO, Ar i Ne jony większościowe (Ryc. 2). Wartości liczbowe przedstawione na osi odciętych związane są ze stosunkiem napięć: stałego do zmiennego, otrzymywanych z generatora. Im większą wartość ma ten stosunek, tym lepsza jest zdolność rozdzielcza spektrometru [5]. Ze wzrostem zdolności rozdzielczej maleje współczynnik transmisji jonów i obserwujemy spadek prądu jonowego.

Na rycinie 3 przedstawione zostały zależności prądu jonowego od napięcia U_e (pomiędzy katodą i siatkowym kolektorem) przyspieszającego elektrony w źródle. Obserwowany wzrost prądu jonowego dla napięć wyższych od



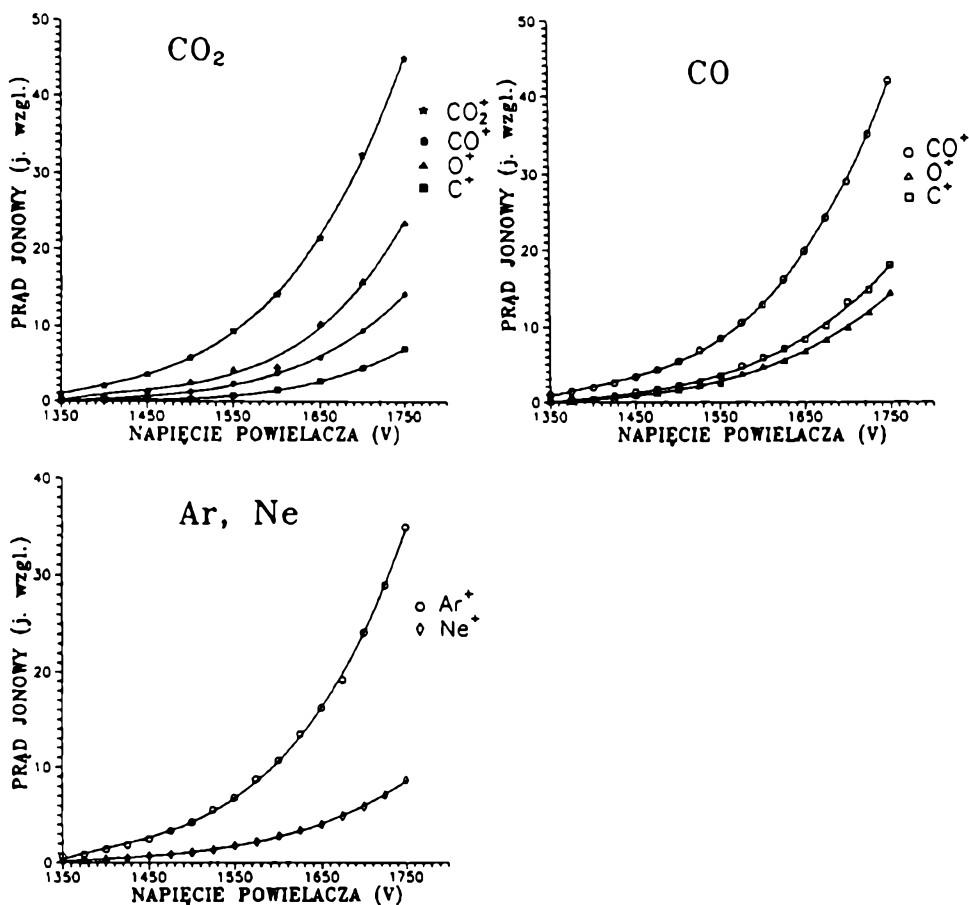
Ryc. 4. Prąd jonowy w funkcji napięcia stałego U_0 , dla jonów wytworzonych w CO_2 , CO , Ar i Ne

Relative ion current vs. d.c. voltage U_0 for the predominant ions in CO_2 , CO , Ar and Ne

100 V wiąże się z tym, że przyspieszane elektrony nie są monoenergetyczne.

Pręty analizatora, do których przykładają się stałe i zmienne napięcie z generatora, spolaryzowane są stałym napięciem U_0 . Napięciem tym ustala się również potencjał katody w taki sposób, by był on dodatni względem obudowy źródła i analizatora, co zapobiega wtórnej emisji elektronów. Wpływ tego napięcia na natężenie rejestrowanych prądów jonowych przedstawiono na rycinie 4. Spektrometr mas pracuje przy napięciu $U_0 = 110$ V.

Ostatnia z prezentowanych tu charakterystyk przedstawia zmiany rejestrowanych prądów jonowych, w zależności od napięcia przykładanego do



Ryc. 5. Względny prąd jonowy w funkcji napięcia powielacza, otrzymany dla jonów: (a) CO_2^+ , CO^+ , O^+ , C^+ ; (b) CO^+ , O^+ , C^+ ; (c) Ar^+ , Ne^+

Relative ion current as a function of multiplier voltage for ions: (a) CO_2^+ , CO^+ , O^+ , C^+ ; (b) CO^+ , O^+ , C^+ ; (c) Ar^+ , Ne^+

powielacza elektronów. Na rycinie 5 przedstawiono wyniki charakteryzujące napięcie powielacza, zmieniające się w przedziale 1350 V — 1750 V.

Wszystkie prądy jonowe, przedstawione na rycinach 1–5, zostały znormalizowane w stosunku do wierzchołka Ar^+ , otrzymanego przy energii jonów $E_i = 20$ eV, napięciu $U_e = 85$ V, $U_0 = 110$ V, napięciu powielacza elektronów 1500 V i zdolności rozdzielczej (odpowiadającej wartości liczbowej ustawionej na potencjometrze) równej 3,50.

PODZIĘKOWANIE

Autorzy dziękują prof. drowi hab. Bogdanowi Adamczykowi za życzliwe uwagi i pomoc w napisaniu niniejszego artykułu.

LITERATURA

- [1] Wood K. V., Grande A. H. and Taylor J. V., *Anal. Chem.*, 50 (1978) 1652–1654.
- [2] Holme A. E., Thatcher W. J. and Leck J. H., *Vacuum*, 22 (1972) 327.
- [3] Dawson P. H., *Quadrupole Mass Spectrometry and Its Applications*, Amsterdam 1976, Ch. VI.
- [4] Evans B. E., Supple R. W., *J. Vac. Scien. Techn.*, 8 (1971) 270.
- [5] Magielko H., Bachtin A., *Prace OBR Elektron. Prózn.*, (Warszawa) 5 (1975) 45–59.
- [6] Bachtin A., Brzozowski W., Molenda R., *Prace OBR Elektron. Prózn., Elektronika XXXIII, Supplement 1* (1992) 24–28.
- [7] Wójcik L., Bederski K., *Ann. UMCS, AAA*, 43/44 (1988/1989) 365–371.
- [8] Wójcik L., Bederski K., *Materiały IV Konferencji Naukowej Technologia Elektrownia ELTE 90*, Książ k. Wałbrzycha 1990, 236–238.
- [9] Wójcik L., Bederski K., *Ann. UMCS, AAA*, 46/47 (1991/1992) 477–481.
- [10] Wójcik L., Bederski K., Adamczyk B., Herman J. A., *Materiały Sympozjum Naukowego Plazma 93*, Warszawa 1993, 111–114.
- [11] Wójcik L., Bederski K., *Int. J. Mass Spectrom. Ion Proc.*, 127 (1993) 11–16.
- [12] Bachtin A., *Prace OBR Elektron. Prózn., Elektronika* (w druku).

SUMMARY

In this paper the characteristics of quadrupole mass spectrometer has been presented. Measurements were performed using a mass spectrometer with the electron impact ion source. Relative values of the ion currents for observed predominant ions in CO₂, CO, Ar and Ne were determined as a function of: ion energy, resolving power, electron accelerating voltage, rods polarizing voltage and multiplier voltage. The mass spectrometer is controlled by a computer whose program control permits work in three modes (analog, peak selector and tabular).