

А. И. Борисов, Б. Н. Брагин, В. А. Лабусов, В. М. Моралев,
Л. А. Одинцова, В. В. Первухин, В. И. Попов, В. П. Симонов

(Москва — Новосибирск)

**ИССЛЕДОВАНИЕ ИОННО-ОПТИЧЕСКОГО
ПРЕОБРАЗОВАТЕЛЯ В КАЧЕСТВЕ ДЕТЕКТОРА ИОНОВ
В МАСС-СПЕКТРОМЕТРИИ**

Рассматривается возможность применения в качестве приемника ионов для масс-спектрометров статического типа ионно-оптического преобразователя (ИОП) на основе микроканальной пластины с открытым входом и прямым переносом электронного изображения. Приводятся зависимости эффективности работы ИОП от ионного тока, массы и энергии ионов.

Регистрация спектров масс с помощью микроканальных пластин (МКП) в настоящее время интенсивно развивается. Особенно широко такая регистрация применяется в различных разновидностях времяпролетных масс-спектрометров, например в отображающем атомном зонде [1]. В магнитных масс-анализаторах МКП применяются одновременно с позиционно-чувствительными детекторами (ПЧД) различных типов. Аналоговый сигнал после системы МКП регистрировался секционированным анодом в [2]. Коллекторная РС-линия с электронной схемой, позволяющей определять положение импульса тока на резистивном аноде и производить счет импульсов, применялась в [3]. Линейка фотодиодов (ЛФД) для счета импульсов после МКП использовалась в исследованиях Мерфи и Мауэрбергера для специально сконструированного масс-спектрографа [4, 5].

Перспективным ПЧД ионов для масс-спектрометров статического типа является, по нашему мнению, комбинированный многоканальный приемник ионов на основе МКП и линейных многоэлементных фотоприемников (ПЗС и фотодиодных). Следует отметить, что современные отечественные линейки фотодиодов (например, ЛФ1024-25) обладают рядом преимуществ по сравнению с отечественными ПЗС-линейками: широким динамическим диапазоном, отсутствием явлений «блюминга» и неэффективности переноса заряда, меньшим взаимовлиянием каналов [6].

Настоящая работа посвящена исследованию технических характеристик одного из элементов комбинированного многоканального приемника ионов — ионно-оптического преобразователя (ИОП), разработанного и изготовленного во ВНИИОФИ (Москва). ИОП преобразует ионное изображение в электронное с помощью МКП, а затем в оптическое на люминофоре выходной световолоконной шайбы, увеличивая интенсивность сигнала на каждом этапе. В большинстве работ, посвященных исследованию технических характеристик приемников ионов с МКП, используются делокализованные потоки ионов, которые воздействуют на всю поверхность пластины [7]. Следует провести исследование технических характеристик для локального воздействия ионов на МКП, поскольку в статическом масс-спектрометре ионное изображение масс-спектра исследуемого вещества формируется локализованными потоками ионов.

Эксперимент. Исследуемый ИОП содержал одну микроканальную пластину диаметром 34 мм с каналами диаметром 10 мкм и люминесцентный экран (слой алюминированного люминофора типа К-67 желто-зеленого свечения), нанесенный на волоконно-оптический диск диаметром 20 мм. ИОП имел металлокерамический корпус, герметично соединенный с вакуумным фланцем. Конструкция обеспечивала вакуумно-плотное присоединение ИОП к выходному фланцу масс-спектрометра МИ-1201. Расстояние между МКП и люминесцентным экраном составляло 2 мм, при этом предельное напряжение, подаваемое на этот промежуток, может достигать 10 кВ.

Структурная схема установки, на которой проводились исследования, показана на рис. 1. На переднюю поверхность МКП 1 подавалось отрицательное питающее напряжение 500—1000 В, вырабатываемое стандартным источником питания ТВ-2 2. Обратная поверхность МКП и положительный выход источника питания были заземлены. Положительное питающее напряжение 1—5 кВ подавалось на алюминированную поверхность люминофора 3 с высоковольтного блока БВМ-7А 4. Бомбардировка сфокусированным пучком ионов передней поверхности МКП приводит к возникновению в ней локальной лавины электронов. После выхода из МКП они ускоряются на своем пути к люминесцентному экрану до энергии, достаточной, чтобы вызвать его свечение. Поскольку масс-спектрометр пространственно разделяет ионы с различным отношением массы к заряду, на световолоконном диске 5 возникает изображение масс-спектра, которое состоит из системы светящихся полос, соответствующих ионам различной массы. Размеры каждой из этих полос определяются размерами выходной щели источника ионов масс-спектрометра 6. Изображение масс-спектра со световолоконного диска проецировалось с помощью объектива 8 на вход оптического многоканального анализатора (ОМА) производства EG&G, США 7, включающего в себя ЭВМ 9. Имелась возможность измерить величину полученных масс-спектрометрических пиков и вычесть фоновый сигнал. При необходимости ток каждого вида ионов мог быть измерен с помощью выдвигного коллектора 10. Коллектор представлял собой цилиндр Фарадея, присоединенный к стандартному цифровому электрону В7-30 11.

Описанная установка позволяет одновременно зарегистрировать 10 масс-спектрометрических пиков однозарядных ионов, имеющих массу около 200 а.е.м. При этом отношение расстояния между рядом стоящими

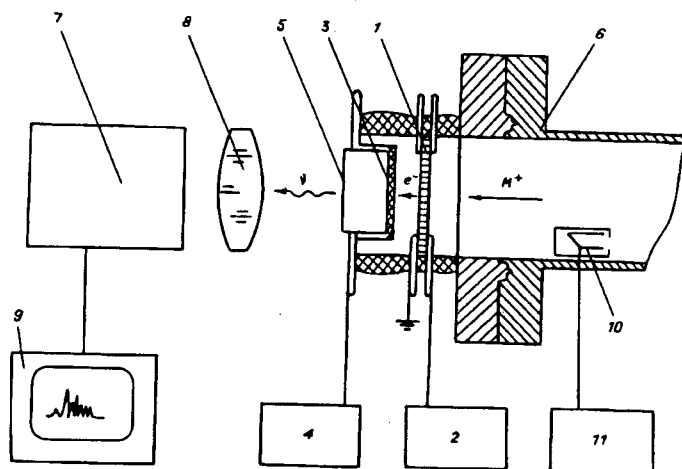


Рис. 1. Схема экспериментальной установки

пиками к их ширине на 10 % высоты было равно 5. Умножив эту величину на массу соответствующего иона, получим масс-спектрометрическое разрешение прибора, равное 1000 а.е.м. Это соответствует паспортным характеристикам масс-спектрометра МИ-1201 при ускоряющем напряжении в источнике ионов 4 кВ.

Результаты и обсуждение. В масс-спектрометрии представляют существенный интерес такие параметры приемника ионов, как чувствительность и динамический диапазон. С целью их измерения были исследованы зависимости светового потока на выходе ИОП от силы приходящего на МКП ионного тока. Измерения проводились для однозарядных ионов изотопов ртути, атомный вес которых находится в диапазоне от 196 до 204 а.е.м. На рис. 2 показаны результаты этих исследований для различных напряжений, подаваемых на микроканальную пластину. Световой сигнал снимался с площадки $0,1 \times 5$ мм, что соответствует изображению выходной щели источника ионов ионами одного вида, при этом время регистрации светового сигнала составляло 16 мс. Ток этих ионов измерялся выдвижным коллектором. Из рисунка видно, что интенсивность светового потока пропорциональна силе ионного тока в широком интервале (более трех порядков) при напряжении на МКП 600—800 В. Таким образом, динамический диапазон ИОП — $10^3 \div 10^4$. Минимальный ионный ток, который удалось зафиксировать с помощью ИОП и измерить электрометром, равен примерно 10^{-16} А (см. рис. 2). Это означает, что за время экспозиции на МКП пришло около десяти ионов. Поскольку превышение уровня сигнала над уровнем шума при этом составляло порядок, можно утверждать, что пороговая чувствительность ИОП при напряжении на МКП 900 В не хуже 10 ионов за время экспозиции. Увеличение ионного тока приводит к насыщению сигнала, что связано, по всей видимости, с конечной проводимостью каналов МКП. Это насыщение происходит тем раньше, чем больше значение напряжения, подаваемого на МКП, однако абсолютная интенсивность насыщенного сигнала одинакова во всех случаях.

Погрешность измерения зависимости светового сигнала на выходе ИОП от тока ионов при малых токах определяется шумами ОМА и электрометра В7-30. Вклад темнового тока МКП (около 10 отсчетов в с со всей поверхности пластины при рабочих напряжениях [3]) не существен, поскольку в описываемых экспериментах световой сигнал снимался с поверхности $0,5 \text{ мм}^2$ за 16 мс. Электрометр В7-30 рассчитан для измерения токов не менее 10^{-15} А. Однако, зная, что отношение интенсивности самого слабого компонента масс-спектра ртути с $m/z = 196$ к самому сильному с $m/z = 202$ составляет $1/204$, можно использовать В7-30 для измерения значения токов ионов от $10^{-11} \div 10^{-16}$ А.

Зависимость отношения светового потока на выходе ИОП к ионному току A/I (эффективность преобразования ИОП) от напряжения на МКП при различных значениях ионного тока показана на рис. 3. Из рисунка видно, что при малых значениях ионного тока вдали от насыщения зависимость A/I от этого напряжения подчиняется закону, близко-

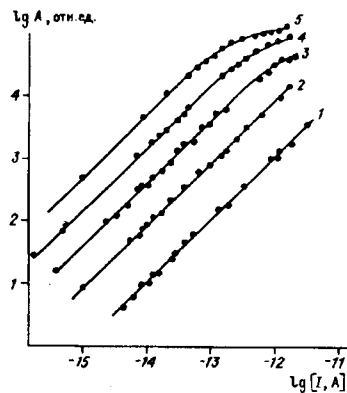


Рис. 2. Зависимость интенсивности светового потока на выходе ИОП от силы приходящего на МКП ионного тока при различных напряжениях питания МКП (В):

1 — 600, 2 — 700, 3 — 800, 4 — 900; 5 — 1000

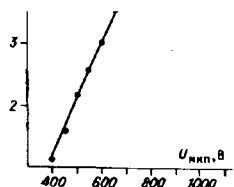


Рис. 3. Зависимость эффективности преобразования ИОП от напряжения на МКП при различных значениях ионного тока (А):
 1 — $1,2 \cdot 10^{-12}$, 2 — $5,2 \cdot 10^{-13}$, 3 —
 $7,5 \cdot 10^{-15}$

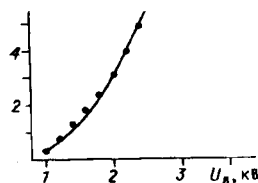


Рис. 4. Зависимость эффективности преобразования ИОП от напряжения питания люминесцентного экрана

му к экспоненциальному. Как и следовало ожидать, насыщение сигнала происходит быстрее при больших ионных токах, что уже отмечено при обсуждении рис. 2.

Зависимость эффективности преобразования ИОП от питающего напряжения на люминесцентном экране, описываемая степенной функцией, показана на рис. 4. Можно отметить, что в исследованном диапазоне напряжений насыщение люминофора происходит позже насыщения МКП.

Для исследования зависимости эффективности преобразования от массы однозарядных ионов в источник ионов масс-спектрометра были введены пары перфторкеросина, масс-спектр которого включает в себя компоненты с m/z до 1000. Выбор перфторкеросина в качестве объекта исследования определялся предполагаемой близостью химической природы

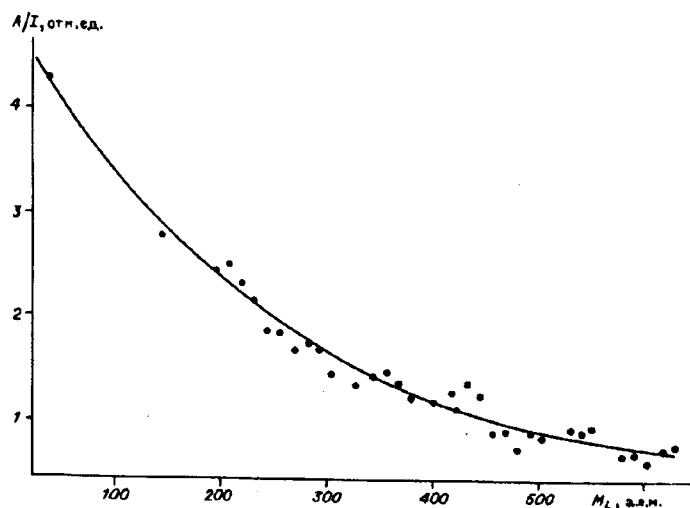


Рис. 5. Зависимость эффективности преобразования ИОП от массы приходящих на МКП однозарядных ионов

фрагментов этого вещества, состоящих только из атомов углерода и фтора и образующихся при электронном ударе, что создает одинаковые условия взаимодействия ионов с поверхностью МКП. Результаты измерений приведены на рис. 5. Из рисунка видно, что для ионов с массой более 200 а.е.м. эффективность преобразования ИОП обратно пропорциональна величине массы иона. Для ионов с массой менее 200 а.е.м. эта зависимость

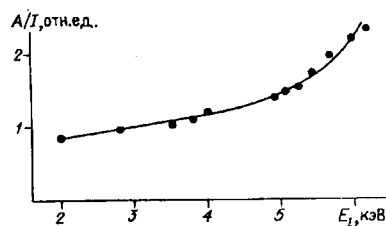


Рис. 6. Зависимость эффективности преобразования ИОП от энергии ионов ртути, происходящих на МКП

некоторых рядом стоящих пиков указывают на влияние химического состава и структуры ионов на эффективность преобразования ИОП.

Ионы, имеющие большую энергию, дают более интенсивный поток света на выходе ИОП. Это показано на рис. 6, где приведена зависимость эффективности преобразования от энергии анализируемых ионов. Эти эксперименты были проведены на однозарядных ионах ртути для всех ее изотопов. Как уже отмечалось, эффективность преобразования ИОП зависит от скорости ионов. Приведенные на рис. 6 данные подтверждают это обстоятельство.

Характеристики исследуемого ИОП (динамический диапазон $10^3 \div 10^4$, пороговая чувствительность не хуже 10 ионов за время экспозиции) позволяют применять его в качестве элемента комбинированного многоканального приемника ионов, способного решать большинство масс-спектрометрических задач. Основное преимущество ИОП в сравнении с электрометрическими усилителями и ВЭУ связано с одновременностью регистрации масс-спектра и отсутствием необходимости его сканирования. Это приводит к снижению порога обнаружения исследуемого вещества, повышению производительности и уменьшению габаритов масс-спектрометров статического типа.

СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

1. Келлог. Калибровка сигналов ионов отображающего атомного зонда со стробируемым усилителем изображения // Приборы для науч. исслед.—1987.—№ 1.
2. Коплан, Мур, Хоффман. Масс-спектрометр с двойной фокусировкой и цилиндрической симметрией // Приборы для науч. исслед.—1984.—№ 4.
3. Духанов В. И., Зеленков А. Г., Куратов А. А. и др. Масс-спектрометр с импульсным позиционно-чувствительным детектором ионов на основе микроканальных пластин // ПТЭ.—1980.—№ 3.
4. Мерфи, Мауэрбергер. Работа детектора на основе микроканальной пластины в масс-спектрометре // Приборы для науч. исслед.—1985.—№ 2.
5. Murphy D., Mauersberger K. A highly sensitive mass spectrometer detector system // Int. J. of Mass Spectrometry and Ion Process.—1987.—76, N 1.—P. 85.
6. Лабусов В. А., Плеханова И. В., Финюгенов Л. В. Исследование апертурных характеристик фотодиодных линеек // Автометрия.—1989.—№ 5.
7. Tobita K., Takeuchi H., Kimura H. et al. Absolute detection efficiency of a microchannel plate detector for ions and neutrals // Jap. J. of Appl. Phys.—1987.—26, N 3.—P. 509.

Поступило в редакцию 25 апреля 1990 г.