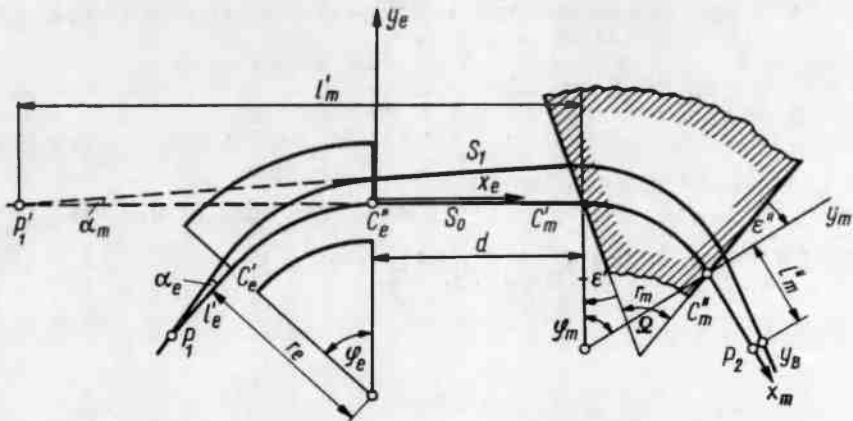


## Spektrometr masowy podwójnie ogniskujący\*)

Praca zawiera omówienie konstrukcji spektrometru masowego podwójnie ogniskującego, z szeregowym rozkładem pola elektrycznego i magnetycznego typu Bainbridge-Jordana. Zasadniczym celem pracy było zbudowanie przyrządu o możliwie wysokiej zdolności rozdzielczej.

Najprostszym sposobem powiększenia zdolności rozdzielczej jest powiększenie rozmiarów przyrządu, ale wówczas wzrastają między innymi różnice prędkości jonów, promienie krzywizny torów jonów, a w szczególności kąt rozwarcia wiązki jonowej wchodzącej w pole elektryczne lub magnetyczne. Nie mogą być zatem pominięte wyrazy zawierające kwadraty, iloczyny i wyższe potęgi tych wielkości /gdzie  $\alpha^2$  - aberracja sferyczna,  $\alpha\beta$  - mieszana aberracja sferyczna i aberracja zależna od prędkości,  $\beta^2$  - aberracja zależna do prędkości/.

Szczególnie duży wpływ na zdolność rozdzielczą soczewek magnetycznych lub elektrycznych mają wyrażenia  $\alpha^2$ , powodujące tzw. aberrację kątową drugiego rzędu. Zniesienie tej wady umożliwiłoby uzyskanie dużej zdolności rozdzielczej spektrometrów nawet dla silnie rozbieżnych wiązek jonowych, a więc przy dużym ich natężeniu. H. Hintenberger i L.A. König [1] przeprowadzili obliczenia tych parametrów i opracowali założenia konstrukcyjne dla przyrządów zarówno o zgodnym, jak również o przeciwnym odchyłaniu w elektrycznym i magnetycznym polu, z pełnym podwójnym ogniskowaniem drugiego rzędu. W przypadku zgodnego odchyłania w obu polach zostały podane parametry przyrządów o dogodnych do użycia laboratoryjnego wymiarach.



Rys. 1. Schemat teoretyczny podwójnego ogniskowania

\*/ Referat wygłoszony na Konwersatorium Analizy Spektralnej Emisyjnej, które odbyło się w Warszawie w ONPMP dn. 5-6.VI.1972 r.

Z różnych możliwych rozwiązań wybrano model możliwy do wykonania systemem gospodarczym w warunkach naszego Zespołu. Przyrząd został zbudowany jako przyrząd laboratoryjny o łatwo wymiennych częściach. Komory spektrometru wykonano ze stali austenitycznej stabilizowanej tytanem /stal kwasoodporna 1H18N9T/ [27]. Do połączeń próżniowych zastosowano kołnierze płaskie szlifowane, jako uszczelki użyto drutu miedzianego. Spawy próżniowe wykonano w otoczce argonowej [3]. W celu polepszenia możliwości dokładnego ustawiania aparatury zastosowano elastyczne połączenia w postaci mieszków sprężystych z tombaku.

Ze względów materiałowych i technologicznych przyjęto średni promień analizatora elektrostatycznego  $r_e = 500$  mm, stąd:

$$r_m = 187,26 \text{ mm}, l_e = 784,15 \text{ mm}, d = 924,91 \text{ mm}, l_m'' = 170,71 \text{ mm},$$

gdzie:  $r_m$  - promień krzywizny toru cząstki w polu magnetycznym,  
 $l_e$  - odległość przedmiotu od pola elektrycznego,  
 $d$  - odległość pola elektrycznego od magnetycznego,  
 $l_m''$  - odległość obrazu od pola magnetycznego.

Tabela zawierająca parametry spektrometrów mas z podwójnym ogniskowaniem drugiego rzędu z elektrostatycznym oraz magnetycznym polem odchyłającym wiązkę jonową w tym samym kierunku; granice pola magnetycznego proste

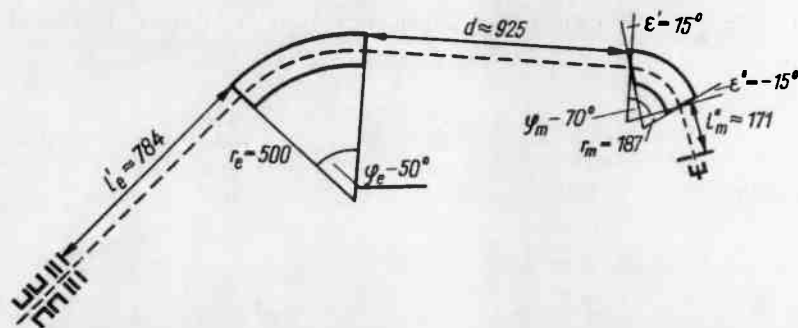
nr	$\varphi_m$	$\varepsilon'$	$\varepsilon''$	$\varphi_e \sqrt{2}$	$\varphi_e$	$d/r_m$	$r_e/r_m$	$l_e'/r_m$	$l_m''/r_m$
1	55	0	0	115,272	81,510	3,4364	1,2762	0,4768	1,4239
2	60	0	-3	128,692	90,999	2,9930	1,2203	0,2835	1,2145
3	60	0	-15	80,000	56,569	4,5200	1,8143	1,8204	0,8377
4	60	-15	-15	138,380	97,849	2,8459	1,0081	0,0879	0,6637
5	70	15	-15	70,761	50,036	4,9392	2,6663	4,1875	0,9116
6	72	15	-15	83,582	59,101	4,0507	2,2773	2,5560	0,9082
7	80	15	-15	129,381	91,486	2,3494	1,5454	0,5406	0,8768
8	90	27	-15	133,855	94,650	1,5955	1,5938	0,7084	0,9477
9	105	32	-35	65,392	46,239	3,8878	4,5927	45,8907	0,4426
10	110	31	-35	154,540	109,276	1,3432	2,0185	0,7614	0,4424
11	111	31	-35	167,058	118,128	1,2136	1,8983	0,4473	0,4392
12	116	35,9	-45	182,770	129,238	1,1190	2,5988	0,7416	0,3174
13	60	15	-15	183,220	129,556	0,9270	3,8756	5,8805	0,9434
14	60	23	-15	227,282	160,713	0,9449	4,5896	2,8751	0,9870
15	70	15	-15	140,724	99,507	0,6908	3,6209	22,1367	0,9092
16	72	15	-15	133,451	94,364	0,6499	3,6208	45,2327	0,9017
17	80	33	-15	183,292	129,607	0,7162	3,3174	2,9046	0,9528
18	90	33	-15	128,778	91,060	0,7056	2,6338	6,3650	0,9789
19	90	33	-30	250,548	177,164	0,7458	3,8714	0,1440	0,5230
20	105	32	-35	144,110	101,901	1,0577	3,1496	3,8777	0,4463
21	110	33	-45	158,727	112,237	1,2991	3,6810	3,1829	0,3210
22	115	34	-40	184,544	130,492	1,0553	2,0840	0,3143	0,3714

Zdolność rozdzielczą obliczono  $\left[ \frac{\sqrt{3}}{3} \right]$  wg wzoru

$$A = \frac{M}{\Delta M} = \frac{r_e}{2b'_e} \left/ 1 + \frac{l'_e - g_e}{f_c} \right/ ,$$

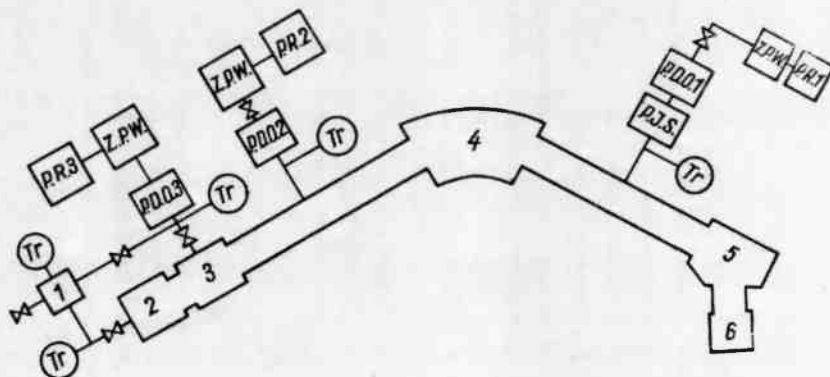
gdzie:  $g_e$  - odległość ogniska soczewki elektrycznej od brzegu pola,  
 $f_e$  - ogniskowa soczewki elektrycznej,  
 $b'_e$  - szerokość szczeliny,  
 $l'_e$  - odległość przedmiotu od pola elektrycznego,  
 $M$  - masa,  
 $A$  - zdolność rozdzielcza.

$\varphi_m$	$\varepsilon'$	$\varepsilon''$	$\sqrt{2} r_e$	$\varphi_e$	$d/r_m$	$r_e/r_m$	$l'_e/r_m$	$l''_m/r_m$
$70^\circ$	$15^\circ$	$-15^\circ$	$70,761^\circ$	$50,036^\circ$	4,9392	2,6663	4,1879	0,9116



Rys. 2. Spektrometr masowy podwójnie ogniskujący - schemat ideowy

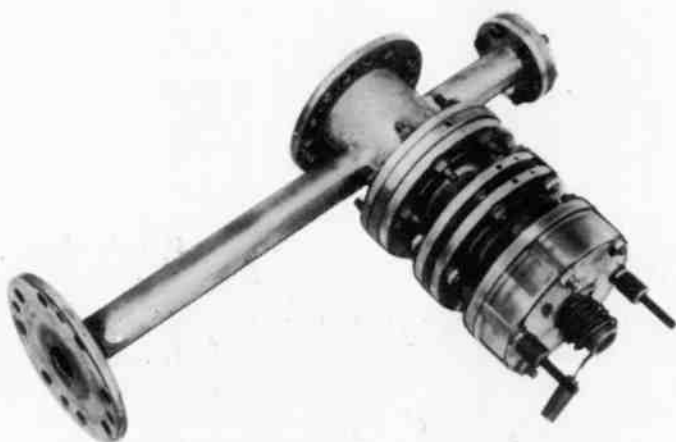
Przy szerokości szczeliny  $b'_e = 1$  mm zdolność rozdzielcza wynosi  $A \approx 664,625$ ,  
 przy szerokości szczeliny  $b'_e = 0,1$  mm  $A \approx 6646,25$ ,  
 przy szerokości szczeliny  $b'_e = 0,01$  mm  $A \approx 66462,5$ ,



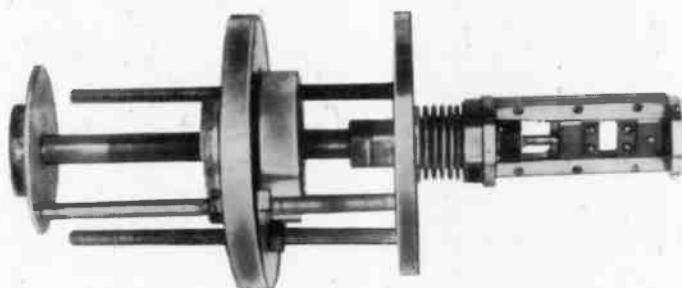
Rys. 4. Spektrometr masowy podwójnie ogniskujący - schemat blokowy części próżniowej. 1 - próbka, 2 - źródło, 3 - komora pośrednia, 4 - komora kondensatora /analyzer/, 5 - komora odchyłająca /elektromagnes/, 6 - kolektor jonów



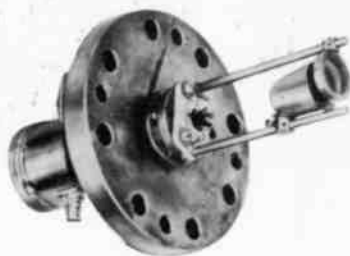
Rys. 3. Spektrometr masowy podwójnie ogniskujący - widok ogólny całości aparatury



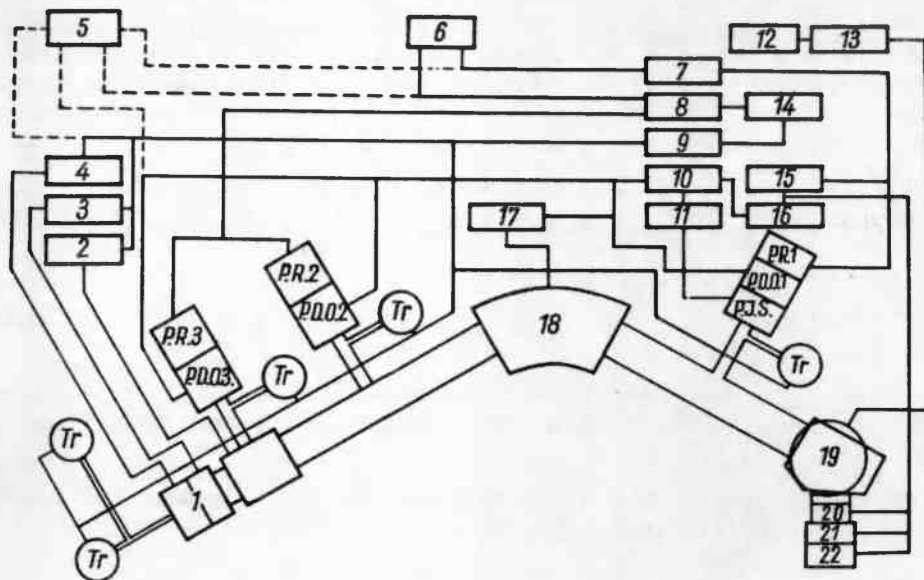
Rys. 6. Zródło jonów i komora pośrednia



Rys. 7. Szczelina



Rys. 8. Kolektor jonów



Rys. 5. Spektrometr masowy podwójnie ogniskujący - schemat blokowy części elektronicznej i elektrycznej. 1 - źródło jonów, 2 i 3 - zasilacz stabilizowany, 4 - stabilizator 2000 V, 5 - sterowanie ręczne, 6 - wyłącznik główny, 7 - sterowanie P.R.1, 8 - sterowanie P.R., 9 - sterowanie próżniomierzy, 10 - sterowanie P.D.O.1,2,3, 11 - zasilacz 8000 V, 12 - prądnicą 110 V, 13 - kompensator, 14,15 - przełącznik czasowy, 16 - zabezpieczenie wodne, 17 - zasilacz stabilizowany, 18 - kondensator cylindryczny, 19 - elektromagnes, 20 - zasilacz, 21 - elektrometr, 22 - samopis

Zespół wprowadzania próbki /gazowej/ - układ ten tworzy próżniowa bańka szklana połączona z próbką, manometrem oraz zespołem pompującym, a z komorą jonizacyjną połączona jest iglicowym zaworem dozującym.

Komora jonizacyjna - stanowi ona jarzeniowe źródło jonów z anodą i katodą wnątkową. Źródło to połączone jest przez otwór o  $\varnothing = 0,5$  mm, znajdujący się w elektrodzie wyciągającej z obszarem próżni pośredniej. Ciśnienie pracy wynosi  $10^{-1}$  Tr  $\left[ \frac{1}{4} \right]$ . Zasilane jest ze stabilizowanego zasilacza prądu stałego.

Komora pośrednia - znajduje się w niej prosty układ ogniskujący i przyspieszający. Komora ta łączy się z komorą spektrometru z pomocą otworu o średnicy 1 mm; w ten sposób otrzymuje się odpowiedni spadek ciśnień pomiędzy jarzeniowym źródłem a spektrometrem masowym.

Spektrometr masowy - składa się zasadniczo z dwóch komór próżniowych: komory analizatora elektrostatycznego i komory odchylającej umieszczonej w polu magnetycznym. Całość połączona jest z dwoma niezależnymi układami pompującymi. W odległości  $1\frac{1}{2}$  od soczewki elektrycznej spektrometru znajduje się szczelina poruszana mechanizmem różnicowym, z możliwością regulacji w próżni położenia szczeliny w stosunku do osi przyrządu oraz jej szerokości/z dokładnością 0,005 mm/.

Analizator elektrostatyczny - stanowi on radialne pole elektryczne. Wykonany jest z dwóch odpowiednio współosiowych wycinków cylindrów o promieniach 495 mm i 505 mm, kącie rozwarcia  $50^\circ$  i wysokości 100 mm. Umieszczone są one względem siebie w odległości 10 mm na płycie metalowej, izolowane podkładkami z teflonu, z możliwością regulacji ustawienia za pomocą urządzenia klinowego.

Elektromagnes - kąt rozwarcia nobiegunników  $\psi_{\dots} = 70^\circ$ , kąt wejścia wiązki jonowej w pole magnetyczne  $\epsilon' = 15^\circ$ , kąt wyjścia  $\epsilon'' = -15^\circ$ , a promień krzywizny toru  $r_m = 187$  mm. Maksymalne pole wynosi 7000 Gs. Zakres pomiarów do 200 jednostek masowych.

Elektromagnes zasilany jest z baterii akumulatorów lub z prądnicy prądu stałego o napięciu 110 V.

Układ mierzący - układ ten składa się ze szczeliny, siatki antydynatronowej oraz z kolektora /puszko Faradaya/, połączonego z elektrometrem wibracyjnym "Uniwel" i samopisem.

Układ pompujący - układ ten składa się z dwóch pomp olejowych PDO 250 oraz pompy PDO 120 z wymroźarkami chłodzonymi dwutlenkiem węgla.

#### Literatura

1. Hintenberger H., König L.A.: Zeitschr. Naturforsch. 12a, 773, 1957.
2. Angerer E., Ebert H.: Technika eksperymentu fizycznego, rozdz. 6. PWN Warszawa, 1964.
3. Ardenne M.: Tabellen zur Angewandten Physik. Band I, II. VEB DVW, Berlin 1962.
4. Lis J., Mielnik J.: Widmo energetyczne jonów uzyskanych z wyładowania jarzeniowego z cylindryczną katodą. Annales U.M.C.S. XVII 3. 1962.
5. Brunné - Voshage: Massenspektrometrie. Verlag Karl Thiernig, München 1963.
6. Hughes A.L. and Rojansky V.: On the analysis of electronic velocities by electrostatic means. Phys. Rev. 34, 284, 1929.
7. Davis W., Vanderslice T.: Ion energies at the Cathode of a glow discharge. Phys. Rev. 131, 219, 1963.
8. Żuk W.: Spektrometria masowa. PWN Warszawa, 1956.
9. Ogata K., Matsuda T.: Preliminary Report on a large mass spectrograph newly constructed at Osaka University. Zeitschr. Naturforsch. 10a, 8439, 1955.
10. Beske H.E.: Ein doppelfokussierender Massenspektrograph nach Matauch - Herzog zur Spurenanalyse von Fest-Körpern. Zeitschr. Angew. Phys. 14, 30, 1962.
11. Silverstein R.M., Bossler G.C.: Spektroskopowe metody identyfikacji związków organicznych. PWN Warszawa, 1970.
12. Rosiński A.: Widmo energetyczne promieni kanalikowych. Praca magisterska UMCS 1966.

Władysław WŁOSIŃSKI  
ONPMP

## Pomiary i badania rozkładu temperatur i naprężeń w złączach ceramika-metal

Pomiary rozkładu temperatur i obliczanie naprężeń w złączach ceramiko-metal stanowią próbę znalezienia wielkości naprężeń cieplnych występujących w warunkach sprawdzania odporności złącz na tzw. szoki temperaturowe. Wielkość i ilość szoków temperaturowych, jakim są poddawane obudowy i złącza ceramika-metal, zależne są od przyszłych warunków eksploatacyjnych, dla których wyroby te są przez-