

На правах рукописи

РГБ ОД

24.05.2001

**ФИЛИППОВ**  
**Игорь Владимирович**

**МЕТОДЫ ПОВЫШЕНИЯ СТАБИЛЬНОСТИ  
ХАРАКТЕРИСТИК  
ГИПЕРБОЛОИДНЫХ МАСС-СПЕКТРОМЕТРОВ  
ТИПА ТРЕХМЕРНОЙ ИОННОЙ ЛОВУШКИ С ВВОДОМ  
ИОНИЗИРУЮЩЕГО ЭЛЕКТРОННОГО ПОТОКА**

Специальность: 05.11.09 –

Аналитические и структурно-аналитические приборы и системы

**АВТОРЕФЕРАТ**

диссертации на соискание ученой степени  
кандидата технических наук



**Рязань 2000**

Работа выполнена в Рязанской государственной радиотехнической академии

Научный руководитель –

доктор технических наук,  
профессор Э.П. Шеретов

Научный консультант –

кандидат технических наук,  
доцент В.С. Гуров

Официальные оппоненты –

доктор технических наук,  
профессор Д.Н. Горбатов

кандидат технических наук,  
доцент С.А. Кайдалов

Ведущая организация –

Научно-исследовательский  
технологический институт,  
г. Рязань

Защита состоится 25 мая 2000 г. в 10.00 часов на заседании диссертационного совета Д 063.92.02 в Рязанской государственной радиотехнической академии:  
391000, г. Рязань, ГСП, ул. Гагарина, 59/1

С диссертацией можно ознакомиться в библиотеке Рязанской радиотехнической академии

Автореферат разослан "19" апреля 2000 г.

Ученый секретарь  
диссертационного совета  
доктор технических наук  
профессор



Федяев В.К.

## ОБЩАЯ ХАРАКТЕРИСТИКА РАБОТЫ

**Актуальность.** Современный уровень науки и техники требует соответствующего развития существующих методов анализа вещества, которые находят все более расширяющееся применение в различных областях, например в медицине, в космических исследованиях, при контроле технологических процессов, охране окружающей среды и т.д. Среди большого класса масс-спектрометров с гиперболоидными электродными системами на ведущие позиции выходят гиперболоидные масс-спектрометры (ГМС) типа трехмерной ионной ловушки (ТИЛ). Создание уникальной технологии производства тонкостенных, вибропрочных электродных систем выделяет эти приборы в отдельный класс, в котором они не только лидируют по массо-габаритным показателям, но и обеспечивают высокие рабочие характеристики, что позволяет использовать их в составе мобильной аппаратуры, устанавливаемой на передвижных объектах. Однако это накладывает и дополнительные требования: эти приборы должны иметь малое энергопотребление, большой срок службы, стойкость к механическим нагрузкам.

Поэтому проведение исследований, направленных на создание масс-спектрометров, способных работать в экстремальных условиях передвижных объектов, определение путей улучшения рабочих параметров, достижение их стабильности и воспроизводимости является важной и актуальной задачей.

**Цель диссертационной работы** заключается в поиске и разработке путей улучшения параметров ГМС типа ТИЛ с вводом ионизирующего электронного потока.

Поставленная цель достигалась путем решения следующих задач:

- изучение свойств полимерных углеводородных пленок, образующихся на рабочей поверхности электродов анализатора под действием ионизирующего электронного потока, и их влияния на параметры ГМС типа ТИЛ;
- изучение возможности резкого уменьшения скорости образования полимерных углеводородных пленок на рабочих поверхностях электродной системы за счет вывода электронного ионизирующего потока за пределы рабочего объема анализатора;
- поиск путей минимизации искажений электрического поля в анализаторах ТИЛ при наличии каналов для ввода электронного ионизирующего потока;

- разработка метода радикального увеличения срока службы анализаторов ТИЛ, для которых невозможны вскрытие и разборка электродной системы приборов.

**Научная новизна** результатов работы заключается в следующем:

- в работе впервые исследовано влияние полимерных углеводородных пленок, образующихся на электродах анализатора под действием электронного потока, на параметры ГМС типа трехмерной ловушки и сформулирован комплекс мер, позволяющих существенно улучшить параметры приборов;
- впервые рассмотрены особенности прохождения электронного потока через объем анализатора и решена задача нахождения конфигурации отпечатков электронного потока на поверхности электродов; найдены условия, соответствующие максимальному выводу ионизирующего электронного потока из рабочего объема анализатора и эти условия подтверждены экспериментально;
- впервые обнаружена возможность «фокусировки в точку» на кольцевом электроде ленточного электронного потока, вводимого в осесимметричный анализатор, и теоретические выводы подтверждены экспериментально;
- впервые получена зависимость коэффициента деградации параметров масс-спектрометра от режимов работы и показано, что при определенном режиме ввода ионизирующего электронного потока коэффициент деградации может быть уменьшен практически до нуля;
- впервые экспериментально исследована динамика контактной разности потенциалов поверхности, бомбардируемой электронным потоком, и оценен предельный потенциал полимерных углеводородных пленок, образующихся на поверхности электродов анализатора ГМС типа трехмерной ловушки;
- сформулированы условия минимизации искажений электрического поля в анализаторе ГМС, имеющих канал для ввода электронного ионизирующего потока. Найденные условия подтверждены компьютерным моделированием;
- показана возможность радикального увеличения срока службы анализаторов ГМС типа ТИЛ (до 4-5 тыс. часов), для которых невозможны разборка и вскрытие электродной системы (например, в приборах бортового типа, для космических исследований и т.д.).

**Достоверность** научных выводов работы подтверждается использованием дополняющих друг друга методов исследования механизмов образования и разрушения полимерных углеводородных пленок (измерение контактной разности потенциалов поверхности, покрытой полимерными углеводородными пленками, метод зонда Кельвина, масс-спектрометрия вторичных ионов, рентгеновский микроанализ), результатами испытаний ГМС типа ТИЛ, поверхность электродов которых покрыта защитным покрытием, нанесенным в соответствии с разработанной технологией.

**Практическая значимость** работы состоит в следующем:

- в работе исследованы основные причины, ограничивающие получение высоких значений параметров ГМС типа трехмерной ионной ловушки с вводом электронного потока, и разработан комплекс мер, позволяющий резко улучшить параметры ГМС типа ТИЛ;
- найдено и обосновано соотношение, определяющее размеры канала для ввода электронного потока на кольцевом электроде и размеры компенсирующего отверстия в торцовых электродах, что позволяет создавать анализаторы с вводом ионизирующего потока с минимальными искажениями электрического поля;
- разработано защитное индиевое покрытие электродов анализатора, позволяющее осуществлять очистку поверхности электродов от полимерных углеводородных пленок без разборки электродной системы;
- разработан и исследован «ножевой» источник электронов для ГМС типа ТИЛ с радиальным вводом электронного потока.

#### **Реализация результатов работы**

Результаты, полученные в диссертационной работе, использовались: при разработке и создании масс-спектрометров «ТУЛА-1» и «ТУЛА-2», «ГЕОХИ», «Марс-96», при чтении лекций по курсу «Физические основы современных методов анализа вещества» в Рязанской государственной радиотехнической академии (РГРТА); при создании лабораторных работ по указанному курсу.

#### **Основные научные положения, выносимые на защиту**

1. Полимерные углеводородные пленки, образующиеся на поверхности электродов под действием бомбардировки медленными электронами, изменяют работу выхода поверхности в диапазоне до 0,5-1 эВ для

различных металлов, и их поверхностный потенциал при зарядке электронным потоком достигает величины 20-25 В.

2. Зарядка полимерных углеводородных пленок, образующихся на стенках узких протяженных каналов, приводит к фокусировке в канале моноэнергетичного потока заряженных частиц, увеличивая коэффициент прохождения в 2-3 раза при малых энергиях вводимых электронов (10-20 эВ); при прохождении через каналы потока моноэнергетичных заряженных частиц возникает эффект запираия в канале медленных частиц этого потока. Эффект запираия исчезает, если минимальная энергия электронов в потоке превышает 20-25 эВ.
3. Наиболее удобной формой высокочастотного напряжения, подаваемого на электроды анализатора ГМС типа трехмерной ловушки, при котором через канал вывода можно вывести до 90 % введенных электронов, является импульсное напряжение.
4. Вывод электронного потока после ионизации через выходной канал за пределы анализатора уменьшает скорость деградации параметров трехмерной ионной ловушки на 2-3 порядка.
5. Для уменьшения в 30-50 раз искажений электрического поля, возникающих вследствие выполнения в кольцевом электроде кольцевого канала для ввода ионизирующего потока, в торцовых электродах следует вводить компенсирующие отверстия, причем диаметр компенсирующего отверстия и ширина кольцевого канала должны быть связаны соотношением, приведенным в тексте диссертации.

**Апробация работы.** Основные результаты диссертационной работы докладывались на IX Республиканском семинаре по методам расчета ЭОС, Ташкент, 1988; Всесоюзном симпозиуме по эмиссионной электронике, Рязань, 1996; Международной научно-технической конференции "Электрофизические и электрохимические технологии", Санкт-Петербург, СПбГТУ, 1997; Международной конференции "Эмиссионная электроника, новые методы и технологии", Ташкент, 1997; Всероссийской научно-технической конференции "Электроника и информатика", Москва, 1997; 14-й Международной конференции по масс-спектрометрии, Тампере, Финляндия, 1997; Международной конференции по тонким пленкам и поверхности твердых тел, Институт Эрстеда, Копенгаген, Дания, 1998.

**Публикации.** По материалам диссертационной работы опубликовано 20 печатных работ. Подано 4 заявки на патент РФ.

Структура и объем работы. Диссертация состоит из введения, 5 глав, заключения, списка цитируемой литературы из 93 наименований. Она изложена на 203 страницах машинописного текста, содержит 110 рисунков, 1 таблицу.

## СОДЕРЖАНИЕ РАБОТЫ

В первой главе работы приведен краткий обзор литературы, сформулированы задачи, решаемые в работе, проведено обоснование структуры диссертации.

Устранение искажений поля, связанных с контактной разностью потенциалов образующихся полимерных углеводородных пленок, требует подробного изучения динамики изменения контактной разности потенциалов поверхности электродов под действием бомбардировки медленными электронами.

Уменьшение влияния полимерных углеводородных пленок и снижение влияния эффектов, связанных с их зарядкой, требуют изучения конфигурации областей попадания электронного потока на поверхность электродов, что связано с изучением траекторий движения электронного ионизирующего потока в объеме анализатора.

Отмечается, что получение исходного, высокого качества электрического поля, создаваемого электродными системами ГМС типа ТИЛ, требует решения проблемы оптимизации размеров и конфигурации каналов для ввода и вывода заряженных частиц, при которых вносимые этими каналами искажения поля будут минимальны.

Необходимость создания приборов с большим сроком службы требует создания защитного покрытия поверхности электродов. Обычно для снижения скорости образования полимерных углеводородных пленок электродные системы нагревают до температуры 150-180° С, что приводит к увеличению мощности, потребляемой прибором. Проектирование мобильной аппаратуры для анализа вещества, например для космических исследований, требует создания приборов с малой потребляемой мощностью. Это вызывает необходимость поиска нового защитного покрытия, позволяющего периодически восстанавливать первоначальные свойства поверхности рабочих электродов.

Решение описанных задач позволило бы создать приборы с большим сроком службы, позволяющие получать высокие стабильные аналитические параметры.

Во второй главе проводится исследование одной из причин ухудшения рабочих характеристик приборов, связанной с изменением работы выхода поверхности электродов при образовании на них полимерных углеводородных пленок вследствие бомбардировки медленными электронами. Описывается экспериментальная установка для измерения работы выхода материалов при образовании на них полимерных углеводородных пленок, представляющая собой вакуумный диод цилиндрической конструкции. Контроль за изменением работы выхода поверхности осуществлялся путем измерения контактной разности потенциалов между вольфрамовым катодом и анодом, изготовляемым из исследуемого материала. Величина контактной разности потенциалов определялась по сдвигу вольт-амперной характеристики вакуумного диода.

Измерения контактной разности потенциалов между чистой металлической поверхностью и поверхностью, подвергшейся воздействию электронного потока, показали, что образование полимерных пленок приводит к значительному изменению работы выхода поверхности в диапазоне 0.4-0.6 эВ для различных металлов уже через 30-60 минут после начала бомбардировки. В целом бомбардировка электронами поверхности металлов в течение длительного периода времени (до 80 часов) приводит к значительному изменению их работы выхода (до 1 эВ), причем эта зависимость имеет вид кривой с насыщением. Описывается влияние на скорость изменения работы выхода температуры подложки, плотности электронного тока, энергии бомбардирующих электронов.

Исследование изменения потенциала поверхности, покрытой полимерной углеводородной пленкой, при бомбардировке низкоэнергетичным электронным потоком было проведено на экспериментальной установке методом Кельвина, известным в литературе еще как "метод вращающегося зонда". Установлено, что величина потенциала поверхности в результате зарядки электронным потоком может достигать 20-25 В.

В третьей главе исследуется движение электронного ионизирующего потока при вводе его в радиальной плоскости  $XU$ , перпендикулярной к оси вращения  $Z$  (радиальный ввод), и при вводе вдоль оси  $Z$  вращения электродной системы (осевой ввод). Определяются области



локализации углеводородных пленок по отпечаткам электронного потока на электродах с целью определения основных методов снижения влияния на стабильность параметров ГМС с вводом электронного ионизирующего потока.

На основе анализа уравнений движения электронов в ГМС получены выражения, определяющие конфигурацию отпечатков электронного потока на кольцевом электроде в плоскости  $YZ$  (при радиальном вводе электронного потока вдоль оси  $X$ ), определены условия, при которых размеры отпечатка по оси  $Z$  будут минимальны. Были рассмотрены две модели ввода электронного потока с учетом влияния поперечных скоростей. Из анализа теоретических моделей следует вывод, что в рабочем объеме анализатора возможна фокусировка введенного электронного потока в выходной канал по  $z$ -координате при  $k_x = 1.2$  и  $k_x = 2.0$ , где  $k_x = (3U_{уск}/\Delta\phi)^{1/2}$ ,  $U_{уск}$  – ускоряющая разность потенциалов,  $\Delta\phi$  – разность потенциалов между электродами анализатора. Кроме этого, была показана возможность двойной фокусировки электронного потока по  $Y$ - и  $Z$ -координатам одновременно при  $k_x = 1.0$  при выводе потока через канал, расположенный под углом  $90^\circ$  относительно входного канала.

Аналогичные исследования размеров отпечатка электронного потока на торцовом электроде при осевом вводе показывают возможность фокусировки потока в отверстие в выходном торцовом электроде при  $k_z = 1.024$  и  $k_z = 1.243$ , где  $k_z = (3U_{уск}/2\Delta\phi)^{1/2}$ .

С целью исследования влияния пленок на рабочие характеристики было проведено компьютерное моделирование работы ГМС при радиальном и осевом способах ввода электронного ионизирующего потока. При этом предполагалось, что при радиальном вводе пленка, образующаяся на кольцевом электроде, имеет форму кольца, а в случае осевого ввода пленка имеет форму диска на одном из торцовых электродов. Для оценки влияния искажений электрического поля была введена величина  $\Delta\mathcal{N}/\lambda_0$ , характеризующая эквивалентное изменение тангенса угла наклона линии развертки спектра масс при зарядке пленок. Исследовались пленки с одними характерными геометрическими размерами (шириной кольца и диаметром диска). Из проведенных в работе расчетов следует, что при малых потенциалах пленок (до 2 В) эквивалентное изменения тангенса угла наклона линии развертки практически одинаково для обоих способов ввода. При дальнейшем увеличении потенциала пленка на кольцевом электроде оказывает более сильное влияние на величину тангенса угла наклона рабочей

прямой и, следовательно, будет сильнее влиять на изменение разрешающей способности.

Следует заметить, что в реальном приборе пленка, образованная на кольцевом электроде, в зависимости от режимов ввода электронного потока может иметь различную форму, в частности различный угол разворота (т.е. угловые размеры пленки в плоскости ХУ при радиальном вводе). Результаты моделирования формы массового пика с наличием на кольцевом электроде пленок с различным углом разворота показали, что увеличение угла разворота снижает негативное влияние пленки на параметры прибора, в частности замедляет снижение добротности прибора (произведения чувствительности на разрешающую способность). Из этого следует важный вывод: если на кольцевом электроде пленка все-таки образуется, то для уменьшения степени воздействия связанных с ней нелинейных искажений поля следует увеличивать угол разворота этой пленки. Для этого электронный ионизирующий поток следует вводить по радиусу вдоль нескольких направлений в радиальной плоскости с тем, чтобы увеличить угол разворота образующихся пленок.

**В четвертой главе** исследуются особенности прохождения потоков заряженных частиц через каналы ввода/вывода, на стенках которых образуются полимерные углеводородные пленки. Необходимость подобного исследования вызвана тем, что образующиеся в каналах пленки и их последующая зарядка могут привести к существенному изменению величины вводимого электронного потока или ограничить выводимый поток отсортированных ионов, что в свою очередь приведет к изменению рабочих параметров масс-спектрометра в процессе его работы.

Экспериментальное исследование прохождения электронов через щель в кольцевом электроде проводилось на макете электродной системы ГМС. Исследовались две щели с различным значением относительной длины канала (отношение протяженности канала  $c$  к его толщине  $b$ ):  $c/b = 5$  и  $c/b = 1$ . Исследование проводилось с использованием несфокусированного и сфокусированного электронных потоков. Ввод несфокусированного электронного потока приводил к уменьшению в 1.5-3 раза коэффициента прохождения через обе щели в течение 40 часов облучения. Величина коэффициента прохождения определялась как отношение тока коллектора (установленного в центре кольцевого электрода) к току катода, выраженное в процентах. При сравнении ввода несфокусированного и сфокусированного моноэнергетических электронных потоков было установлено, что в условиях,

когда на стенках каналов образуются полимерные углеводородные пленки, наиболее предпочтительным является ввод сфокусированного электронного потока через протяженную щель с относительной длиной канала от 3 до 5. При этом наблюдалось увеличение коэффициента прохождения в 2-3 раза при малых входных энергиях электронов в диапазоне 10-20 эВ.

При исследовании ввода немоноэнергетичного электронного потока был обнаружен эффект ограничения прохождения части потока заряженных частиц с энергией, меньшей 25-30 эВ. Кроме того, был разработан и исследован метод измерения потенциала образующихся пленок, с помощью которого была получена экспериментальная зависимость потенциала пленок от плотности электронного тока, которая совпадает с аналогичной зависимостью, определенной по методу Кельвина.

**В пятой главе** исследуются методы снижения негативного влияния ионизирующего электронного потока на параметры ГМС типа ТИЛ. Эти методы включают в себя: (1) минимизацию искажений электрического поля, вводимых каналами для ввода и вывода заряженных частиц, (2) уменьшение воздействия электронного потока за счет его фокусировки в выходной канал, которая достигается выбором режима ввода электронного потока, и (3) создание защитного покрытия электродов анализатора.

В первом разделе данной главы рассматривается проблема возникающих искажений электрического поля при выполнении в электродах каналов ввода/вывода. С самого начала выбор геометрии каналов был ориентирован на «метод скомпенсированных зарядов», разработанный в нашей лаборатории и который был ранее удачно использован для определения оптимальной конфигурации краевых областей анализатора трехмерной ловушки. Канал для радиального ввода электронного ионизирующего потока расположен в центральной части электродной системы вблизи области сортировки, и поэтому его влияние особенно велико. Логика метода скомпенсированных зарядов требует, чтобы каналу в радиальной плоскости на кольцевом электроде соответствовал канал в торцовых электродах. Из теоретического анализа данного метода было получено следующее аналитическое выражение, связывающее размеры канала в кольцевом электроде и размеры компенсирующего отверстия в торцовых электродах для осесимметричной гиперболоидной электродной системы  $x_a = y_a = z_a$  и  $p_0 = 1$ :

$$2 \left[ \left( \frac{z_m}{z_a} \right)^3 - \left( \frac{z_m}{z_a} \right) \right] = 2 \left( \frac{z_k}{z_a} \right)^3 + n_0 \left( \frac{z_k}{z_a} \right),$$

где  $z_k$  и  $z_m$  – координаты границ каналов в кольцевом и торцовом электродах соответственно;  $x_a, y_a, z_a$  – кратчайшие расстояния от центра электродной системы до электродов вдоль соответствующих осей;  $p_0 = x_a^2 / y_a^2$ .

Для того чтобы проверить результаты, полученные с помощью метода скомпенсированных зарядов, были проведены исследования распределения потенциала, создаваемого электродными системами с кольцевым каналом различной ширины в кольцевом электроде, выполненные методами численного моделирования. Были введены два критерия: (а) среднее значение величины относительного отклонения потенциала вдоль асимптоты электродной системы от потенциала в центре системы и (б) постоянство периода низкочастотных колебаний ионов. Из проведенных расчетов следует, что искажения, вводимые кольцевой щелью заданной ширины  $\Delta z$  в кольцевом электроде, можно скомпенсировать путем введения отверстия определенного диаметра  $d$  в торцовых электродах. Определенные по результатам расчетов зависимости диаметра компенсирующего отверстия от ширины кольцевого канала с точностью до 1 % совпадают с аналогичной зависимостью, определенной по аналитическому выражению, полученному из “метода скомпенсированных зарядов”, что обосновывает и доказывает целесообразность использования этого метода для выбора размеров каналов ввода/вывода в электродах при минимальных искажениях электрического поля.

В следующем разделе описываются результаты экспериментальной проверки возможности фокусировки введенного электронного потока в выходной канал. При этом продемонстрирована возможность вывода до 90 % от введенного в анализатор электронного тока. На экспериментальной зависимости коэффициента вывода электронного потока из анализатора ГМС от коэффициента  $k_x$  присутствуют два максимума, соответствующие значениям  $k_x = 1.27$  и  $k_x = 1.97$ , которые близки к теоретическим значениям ( $k_x = 1.2$  и  $k_x = 2.0$ ). Приводятся результаты исследования фокусировки введенного электронного потока при  $k_x = 1$ . В этом случае все вводимые электроны фокусируются в два выходных канала, расположенных под углом  $90^\circ$  к входной щели. Показано, что при этом удается вывести до 70 % введенного потока.

Аналогичное исследование возможности фокусировки электронного ионизирующего потока было проведено и при осевом вводе через отверстие диаметром 0.3 мм в торцовом электроде. Экспериментальная зависимость коэффициента вывода электронного потока через выходной торцовый электрод как функция коэффициента  $k_z$  содержит два максимума токопрохождения (до 90 %), соответствующего значениям  $k_z = 1.05$  и  $k_z = 1.25$  (близких к теоретическим значениям  $k_z = 1.0238$  и  $k_z = 1.243$ ).

Проведенные эксперименты по исследованию вывода электронного потока совпадают с выводами теории и демонстрируют реальную возможность снижения "засеивания" поверхности электродов анализатора вводными электронами за счет фокусировки ионизирующего электронного потока в выходной канал.

При проведении экспериментальных исследований работы ГМС типа трехмерной ловушки, в которой использовался радиальный способ ввода ионизирующего электронного потока, было замечено ухудшение параметров прибора во времени. Было установлено, что скорость ухудшения параметров в сильной степени зависит от режимов ввода электронного потока и связана с зарядкой образующихся пленок. Экспериментально было показано, что, изменяя энергию электронного потока, вводимого в анализатор ГМС, можно добиться такого состояния, при котором параметры прибора не будут изменяться во времени, что соответствует условиям фокусировки (определенным теоретически и подтвержденным экспериментально) электронного потока в выходной канал при  $k_x = 2$ . Измеренная нестабильность рабочих параметров при этом не превышала 5 %. По результатам проведенных экспериментов можно сделать следующий вывод: основные рабочие параметры масс-спектрометра и их стабильность в значительной мере определяются энергией вводимого электронного ионизирующего потока. Изменяя энергию электронного потока, вводимого в анализатор ГМС, можно уменьшить степень "засеивания" электронами рабочей поверхности электродов за счет их фокусировки в выходной канал и добиться такого состояния, при котором скорость деградации рабочих параметров прибора будет наименьшей.

В заключительном разделе данной главы отмечается, что полностью вывести электронный поток из рабочего объема анализатора нельзя (в силу неидеальности электродной системы, рассеяния электронов на атомах и молекулах остаточного газа и т.д.). Кроме того, поверхность электродов подвергается бомбардировке (в основном нестабильными) ионами. Поэтому

полностью исключить образование полимерных углеводородных пленок в реальном приборе нельзя, и появляется задача изыскания способа очистки поверхности электродной системы от полимерных углеводородных пленок без ее разборки. В работе была предложена технология нанесения защитного покрытия из легкоплавкого металла (индия). На индии, так же как и на материале подложки, образуются полимерные углеводородные пленки. Однако через определенное число часов работы прибора (как правило, после ухудшения добротности прибора на порядок) производится разрушение образовавшихся углеводородных пленок и восстановление рабочих характеристик прибора путем прогрева электродной системы до температуры плавления индия. Такой цикл нами назван циклом восстановления. Предложенная технология нанесения двухслойного покрытия позволяет увеличить число циклов восстановления и срок службы прибора до 4-5 тыс. часов (т.е. в 40-50 раз).

Экспериментальная проверка подтвердила преимущества метода “самоочистки” поверхности электродов и, как следствие, восстановление рабочих параметров масс-спектрометра. Она проводилась на приборе “ГЕОХИ”, на рабочую поверхность электродов которого в соответствии с разработанной технологией наносилось защитное индиевое покрытие.

**В заключении** сформулированы основные выводы по результатам проведенных исследований.

## ОСНОВНЫЕ РЕЗУЛЬТАТЫ РАБОТЫ

Целью данной диссертационной работы являлись поиск и разработка путей повышения стабильности характеристик ГМС типа ТИЛ с вводом ионизирующего электронного потока.

В работе проведено исследование основных свойств полимерных углеводородных пленок, образующихся на рабочей поверхности электродов анализатора под действием бомбардировки электронным потоком, исследовано их влияние на параметры ТИЛ.

Было продемонстрировано, что негативное влияние полимерных углеводородных пленок практически полностью устраняется за счет вывода электронного ионизирующего потока за пределы рабочего объема анализатора. Получены аналитические выражения, устанавливающие связь между энергией вводимых электронов и разностью потенциалов между электродами анализатора, позволяющие осуществлять в объеме анализатора

фокусировку электронного потока в выходной канал. По результатам теоретических и экспериментальных исследований были сформулированы рекомендации по выбору режима ввода электронного ионизирующего потока, по параметрам питающих напряжений и требования к конструкции источника электронов, реализация которых позволила на 2-3 порядка повысить стабильность рабочих параметров прибора в процессе его работы.

В работе осуществлен поиск путей минимизации искажений электрического поля в анализаторах ТИЛ при наличии каналов для ввода и вывода заряженных частиц. Получено аналитическое выражение, связывающее геометрические размеры технологических каналов для ввода/вывода заряженных частиц, обеспечивающие минимальные искажения поля в анализаторе. Было проведено компьютерное моделирование электрических полей, создаваемых электродными системами с соответствующими технологическими каналами, результаты которого доказывают достоверность и предпочтительность использования полученного выражения.

Разработан метод очистки рабочей поверхности электродов анализатора от углеводородных пленок без вскрытия и разборки электродной системы, основанный на технологии нанесения двухслойного защитного индиевого покрытия, что позволило увеличить срок службы электродных систем до 4-5 тыс. часов.

Проведенные теоретические и экспериментальные исследования позволили сделать следующие выводы.

1. Искажения электрического поля, возникающие вследствие введения в кольцевом электроде канала для ввода ионизирующего электронного потока, уменьшаются в 30-50 раз за счет введения в торцовых электродах компенсирующих одиночных отверстий, геометрические размеры которых определяются по приведенному в работе аналитическому выражению.
2. Бомбардировка поверхности металлов медленными электронами изменяет работу выхода поверхности в диапазоне до 0.5-1 эВ вследствие образования полимерных углеводородных пленок, поверхностный потенциал которых при зарядке электронным потоком достигает величины 20-25 В.
3. Стабильность рабочих параметров ТИЛ возрастает на 2-3 порядка при осуществлении вывода ионизирующего электронного потока за пределы анализатора.

4. Обеспечение эффективного вывода (до 90 %) электронного потока через выходной канал наиболее просто реализуется при импульсном питании электродов анализатора.
5. Зарядка полимерных углеводородных пленок, образующихся на внутренних стенках каналов ввода/вывода при прохождении потоков заряженных частиц, увеличивает коэффициент прохождения моноэнергетичных электронов в 2-3 раза при малых энергиях (10-20 эВ); при прохождении через каналы потока немоноэнергетичных заряженных частиц возникает эффект запираания в канале медленных частиц этого потока. Эффект запираания исчезает, если минимальная энергия электронов в потоке превышает 20-25 эВ.
6. Использование защитного индиевого покрытия поверхности электродов позволяет увеличить срок службы прибора в 40-50 раз.

Все основные результаты, приведенные в диссертационной работе, получены лично автором. В постановке задач и обсуждении полученных результатов принимали участие научный руководитель д-р техн. наук, проф. Э.П. Шеретов и научный консультант канд. техн. наук, доц. В.С. Гуров.

Экспериментальные результаты исследования стабильности работы ГМС типа ТИЛ получены совместно с проф. Колотилиным Б.И. и асс. Брыковым А.В.

Результаты исследования процессов взаимной диффузии меди и индия получены совместно с канд. техн. наук, доц. Овсянниковым Н.П. и канд. техн. наук, доц. Гуровым В.С.

Основные результаты диссертации изложены в следующих работах:

1. Колотилин Б.И., Филиппов И.В., Овчинников С.П. Исследование влияния напряжения вывода на распределение по энергиям ионов, выводимых из трехмерной ловушки // Научное приборостроение: Межвуз. сб./ Рязанский радиотехнический институт, Рязань, 1986. С. 67-71.
2. Колотилин Б.И., Филиппов И.В., Овчинников С.П. Метод подавления пиков осколочных ионов в спектре масс-спектрометров типа трехмерной ловушки // Тезисы доклада на IV Всесоюзной конференции по масс-спектрометрии, г.Сумы, 1986.С. 47-48.
3. Колотилин Б.И., Сафонов М.П., Филиппов И.В., Овчинников С.П. Расчет параметров ионного потока, формируемого гиперболоидной



- высокочастотной ловушкой // Тезисы доклада IX Республиканского семинара по методам расчета ЭОС. Ташкент: ФАН Уз. ССР, 1988. С.95.
4. Шеретов Э.П., Гуров В.С., Филиппов И.В., Овчинников С.П., Горкин С.Б. Принципы построения электронно-оптических систем источников электронов для гиперболоидных анализаторов // Тезисы доклада IX Республиканского семинара по методам расчета ЭОС. Ташкент: ФАН Уз. ССР, 1988. С. 96.
  5. Филиппов И.В. О методике подготовки экспериментального макета для измерения работы выхода материалов при образовании на них диэлектрических пленок // Научное приборостроение: Межвуз. сб. / Рязан. гос. радиотех. акад., Рязань, 1994. С. 83-88.
  6. Гуров В.С., Филиппов И.В., Дубков М.В. Вторично-эмиссионные свойства металлов, полученных методом электролитического формования // Тезисы доклада Всероссийского симпозиума по эмиссионной электронике, Рязань, 1996. С.131.
  7. Гуров В.С., Филиппов И.В., Дубков М.В. О возможности нормализации свойств поверхности металлов, подвергшихся облучению заряженными частицами // Тезисы доклада Всероссийского симпозиума по эмиссионной электронике, Рязань, 1996. С.177.
  8. Гуров В.С., Филиппов И.В., Дубков М.В. Исследование процессов, происходящих на поверхности металлов при облучении медленными ионами и электронами // Тезисы доклада Всероссийского симпозиума по эмиссионной электронике, Рязань, 1996. С.199.
  9. Гуров В.С., Филиппов И.В. Исследование процессов образования углеводородных пленок загрязнений на металлических поверхностях под действием медленных электронов // Научное приборостроение: Межвуз. сб. / Рязан. гос. радиотех. акад. Рязань, 1996. С.23-28.
  10. Гуров В.С., Филиппов И.В. Восстановление свойств металлических поверхностей, подвергшихся бомбардировке заряженными частицами // Научное приборостроение: Межвуз. сб. / Рязан. гос. радиотех. акад. Рязань, 1997. С.71-75.
  11. Гуров В.С., Филиппов И.В. Динамика изменения газовой среды в процессе образования и разрушения полимерных пленок загрязнений // Научное приборостроение: Межвуз. сб. / Рязан. гос. радиотех. акад. Рязань, 1997. С.140-143.
  12. Гуров В.С., Филиппов И.В., Дубков М.В. О выборе материала покрытия, обеспечивающего срок службы электронно-оптических систем,

- изготовленных методом электролитического формования // МНТК "Электрофизические и электрохимические технологии", Санкт-Петербург, СПбГТУ, 1997.
13. Гуров В.С., Филиппов И.В., Дубков М.В. Исследование процессов, происходящих на поверхности металлов под действием медленных электронов // Тезисы доклада Международной конференции "Эмиссионная электроника, новые методы и технологии". Ташкент, 1997. С.182.
  14. Гуров В.С., Филиппов И.В., Дубков М.В. Исследование экзоэлектронной эмиссии с поверхности металлов под действием медленных электронов // Тезисы доклада Международной конференции "Эмиссионная электроника, новые методы и технологии". Ташкент, 1997. С.102.
  15. Гуров В.С., Филиппов И.В., Дубков М.В. О возможности восстановления свойств металлических поверхностей, подвергшихся облучению медленными электронами // Тезисы доклада Международной конференции "Эмиссионная электроника, новые методы и технологии". Ташкент, 1997. С.183.
  16. Шеретов Э.П., Гуров В.С., Филиппов И.В., Дубков М.В. Исследование свойств конструкционных материалов электронной техники, полученных методом электролитического формования // ВНТК "Электроника и информатика". Москва, 1997. С.29.
  17. Safonov M.P., Philippov I.W., Laktionov A.E. Some Special Features in the Development of Quadrupole Mass Spectrometers // Proceedings of the 14<sup>th</sup> International Mass Spectrometry Conference. Tampere, Finland, 1997.
  18. Gurov V.S., Philippov I.W. Electric Properties of Organic Polymer Films which are Caused by Slow Electrons // Abstracts of Ninth International Conference on Solid Films and Surfaces / Н.С. Orsted Institute, Copenhagen, Denmark, 1998
  19. Гуров В.С., Сафонов М.П., Филиппов И.В. Оптимизация геометрии анализаторов гиперболоидных масс-спектрометров // Научное приборостроение: Межвуз. сб. / Рязан. гос. радиотех. акад. Рязань, 1998. С.41-47.
  20. Sheretov E.P., Gurov V.S., Safonov M.P., Philippov I.W. Hyperboloid Mass Spectrometers for Space Exploration // International Journal of Mass Spectrometry, 189 (1999) 9-17.

