

Анализатор остаточных газов RGA - технические особенности

Основы анализа остаточного газа с применением анализатора RGA

Анализатор остаточного газа RGA (SRS) может выполнять как качественный, так и количественный анализ газов в вакуумной системе. Получение спектров с помощью SRS RGA очень просто. Интерпретация спектров, то есть понимание того, что спектры пытаются сказать вам о вашей вакуумной системе, требует некоторой работы.

В следующих разделах будут представлены некоторые основные понятия спектрального анализа, подчеркивающие основные аспекты анализа остаточных газов.

Как интерпретируются масс-спектры

Масс-спектр, взятый в реальной системе, почти всегда будет содержать сигналы от смеси различных газов. Тщательная и полная интерпретация спектра (т. е. полный спектральный анализ) должна выявить идентичность, а также концентрацию различных компонентов, которые произвели спектр.

Первым шагом в процессе спектрального анализа является правильное определение отношения массы к заряду всех пиков в масс-спектре.

После того, как все пики были помечены, следующим шагом является идентификация остаточных газов, которые произвели спектр. Знание новейшей истории вашей системы может дать очень ценные подсказки относительно возможных газов, которые могут оставаться и в вакуумной камере. Знакомство со стандартными спектрами обычных ожидаемых газов, как правило, поможет определить основные и второстепенные компоненты в системе. Любой пик в спектре может состоять из вкладов молекулярных ионов и/или фрагментарных ионов или нескольких ионизированных веществ. Качественный спектральный анализ завершается тогда, когда все пики спектра были “однозначно отнесены” к компонентам газовой смеси в полном согласии с известными моделями фрагментации компонентов.

В тех случаях, когда интерес представляют только основные компоненты, некоторые из второстепенных пиков спектра остаются неназначенными. Если мониторинг ведется только по нескольким веществам, то необходимо назначать и контролировать только пики, соответствующие интересующим веществам.

Замечания по структуре фрагментации:

Ионизатор электронного удара, используемый в современных RGA, почти всегда приводит к тому, что из одного типа молекулы газа образуется более одного вида ионов. За этот эффект отвечают многократная ионизация, молекулярная фрагментация и изменение изотопного состава молекулы. Все образующиеся ионы вносят свой вклад в масс-спектр молекулы и определяют характер ее фрагментации. Идентификация и

интерпретация масс-спектров должна начинаться со знания и понимания стандартных схем фрагментов атомов и молекул, которые могут существовать в системе. Стандартные образцы фрагментов большинства молекул, обычно встречающихся в анализе остаточных газов, хорошо известны и перечислены в общей литературе по RGA. Наиболее полная библиотека также может быть доступна через утилиту поиска библиотек программного обеспечения RGA Windows.

Советы по анализу остаточных газов:

Практически каждая вакуумная система будет иметь обнаруживаемые количества водорода (2 аем), воды (18 аем), монооксида углерода (28 аем) и углекислого газа (44 аем). Познакомьтесь с этими видами и их схемами фрагментации, а также используйте их пики для проверки правильности работы прибора во время работы RGA.

Измерение парциального давления

После того, как различные компоненты смеси были идентифицированы, можно использовать SRS RGA для получения количественных значений для различных парциальных давлений. В этом разделе описываются основные шаги, необходимые для выполнения количественных измерений с помощью этого прибора. Представленные формулы предполагают множественный анализ газа, но в равной степени справедливы и для одиночных измерений газа. Все математические формулы, используемые для получения парциальных давлений смеси на основе одного спектра масс, основаны на одном предположении:

Полный спектр представляет собой линейную комбинацию спектров различных видов, присутствующих в смеси. Другими словами, полный спектр равен сумме индивидуальных пиков, которые наблюдались бы, если бы каждая составляющая была единственной в системе.

В математических терминах изложенное выше предположение можно записать в виде следующего линейного уравнения:

$$H_M = \sum_g h_{Mg} \quad (1)$$

где:

g - это целочисленная переменная, которая представляет присутствующие газы (т. е. присваивает целое число каждому газу, начиная с единицы)

M - это целочисленная переменная, представляющая массовые числа для всего диапазона масс спектра.

H_M = общая высота пика (амперы) спектра при массовом числе M .

h_{Mg} = вклад высоты пика (амперы) от газа g при массе M .

h_{Mg} связан с картиной фрагментации, чувствительностью RGA и парциальным давлением газа g уравнением:

$$h_{Mg} = \alpha_{Mg} S_g P_g \quad (2)$$

где:

α_{Mg} = коэффициент фрагментации газа g при массе M : отношение ионного сигнала при массе M к ионному сигналу при главном пике массы газа g .

S_g = коэффициент чувствительности к парциальному давлению RGA для газа g , в ампер/Торр (см. коэффициент чувствительности к парциальному давлению ниже)

P_g = парциальное давление газа g в системе.

Уравнения (1) и (2) объединяются для получения системы уравнений:

$$H_M = \sum_g (S_g \alpha_{Mg}) P_g \quad (3)$$

Поскольку все газы имеют более одного пика в своей структуре фрагментации, число пиков (M) в реальном спектре обычно больше, чем число газов (g). В результате система уравнений (3) обычно содержит больше уравнений, чем неизвестных. Эта ситуация иногда упрощается, устраняя некоторые дополнительные уравнения; однако наилучшие результаты получаются с использованием всех уравнений и процедуры множественной линейной регрессии для расчета наилучшего возможного соответствия данным.

Очевидно, что точные результаты могут быть получены только в том случае, если константы α_{Mg} и S_g хорошо известны для используемого RGA.

Примечание:

Утилита анализа RGA Windows использует алгоритм множественной линейной регрессии, как уже упоминалось выше, для автоматического расчета состава "типичной остаточной газовой среды" в конце любого спектрального сканирования 1-50 аем.

Стандартные шаблоны фрагментации (например, шаблоны фрагментации, включенные в библиотеку RGA в

RGA Windows) могут быть использованы в качестве источника значений α_{Mg} в умеренно количественных определениях. Однако, когда требуются очень точные цифры, следует получить соответствующие образцы фрагментов путем введения чистого газа в используемый RGA. Образцы фрагментов должны быть получены в тех же условиях, что и

при обычном спектральном анализе, так как они зависят от многих параметров прибора, в том числе: энергии электронов, тока эмиссии, конструкции ионизатора, настроек масс-фильтра, типа детектора, коэффициента усиления умножителя и т.д. Основной массовый пик шаблона фрагментации - это просто самый интенсивный пик спектра, и интенсивность всех остальных пиков в шаблоне нормализуется по его высоте для расчета коэффициентов фрагментации. Заметьте, что по нашему определению,

значение α_{mg} для основного пика массы любого газа равно единице. Основные пики массы используются при расчете чувствительности SRS RGA к различным газам, как показано ниже.

Коэффициенты чувствительности к парциальному давлению

Чувствительность RGA к парциальному давлению газа g , S_g , определяется как отношение изменения $(H - H_0)$ высоты пика основной массы к соответствующему изменению $(P - P_0)$ общего давления вследствие изменения парциального давления конкретного вида газа. H_0 и P_0 являются фоновыми значениями.

$$S_g = (H - H_0) / (P - P_0)$$

Единицы измерения S_g - это ионный ток на единицу давления (например, ампер/Торр).

Чувствительность RGA изменяется в зависимости от различных газов, изменяется со временем из-за старения головки и является важной функцией условий эксплуатации прибора. Тщательный количественный анализ требуется, чтобы коэффициент чувствительности, S_g , определялся для каждого газа, который может быть компонентным газом в анализируемой системе. Коэффициенты чувствительности должны быть получены при тех же условиях эксплуатации, которые будут использоваться при общем анализе парциального давления, так как они зависят от многих параметров прибора, в том числе: энергии ионизации, тока эмиссии, установки масс-фильтра, типа детектора и т.д.

Для того чтобы отделить коэффициент усиления электронного умножителя от собственной чувствительности головки RGA, определены коэффициенты чувствительности SRS RGA для детектирования с помощью чашки Фарадея. Отдельный *коэффициент усиления* электронного умножителя используется для коррекции ионных сигналов при включении электронного умножителя.

Основная процедура определения чувствительности конкретного газа в RGA заключается в следующем:

- Введите чистый газ в вакуумную систему при известном или расчетном давлении (обычно около 10^{-6} Торр).
- Измерьте выходной сигнал от RGA для основного пика массы этого газа с помощью детектора чашки Фарадея.

- Отношение этого выходного сигнала к давлению газа является коэффициентом чувствительности, S_g .

Во время этих измерений очень важно убедиться, что парциальные давления всех других газов в системе достаточно малы, чтобы ими можно было пренебречь. Рассчитанные коэффициенты чувствительности могут быть применены только к ситуациям, когда RGA используется с теми же рабочими параметрами.