

В. И. КОЖЕВНИКОВ, П. Г. МЕРЗЛЯКОВ, Г. Р. ВАЛЕЕВ

МОДЕРНИЗАЦИЯ ЭЛЕКТРОСТАТИЧЕСКИХ ФОТОЭЛЕКТРОННЫХ СПЕКТРОМЕТРОВ ЭС-2401 И ЭС-3201

Приведено описание разработанных конструктивных технологических узлов спектрометров ЭС-2401 и ЭС-3201 в целях расширения их экспериментальных возможностей для проведения исследований в области материаловедения и нанотехнологий.

Ключевые слова: спектрометр, модернизация, шлюзовая камера, удаление поверхностного слоя.

Введение. Старение научного сверхвысоковакуумного оборудования является проблемой не только российских, но и многих зарубежных исследовательских институтов. В связи с этим фирмы, занимающиеся изготовлением и продажей такого оборудования, предлагают варианты его модернизации. В частности, при модернизации фотоэлектронных спектрометров предусматривается замена блоков питания и программного обеспечения или установка так называемых „встраиваемых subsystem“, включающих анализатор энергии с блоками управления и современным программным обеспечением, а также оснащение устаревших модификаций приборов технологическими приставками для обработки образцов, установленных на более поздних моделях. Следует отметить, что при всей проработанности принципов действия технологических приставок их конструкция строго индивидуальна и определяется особенностями спектрометров, что не позволяет использовать их для оснащения спектрометров других марок.

Представляется целесообразной модернизация отечественных серийных электростатических фотоэлектронных спектрометров ЭС-2401 и ЭС-3201, разработанных Институтом аналитического приборостроения РАН (Санкт-Петербург). Было выпущено 35 спектрометров [1] и до настоящего времени эти приборы продолжают эксплуатироваться в институтах РАН, российских университетах, институтах бывших республик Советского Союза.

Вакуумный объем спектрометра разделен на две камеры — камеру энергоанализатора и камеру предварительной подготовки образца. Камеры разделены проходным вентилем с уплотняющим элементом из витона. Образец устанавливается на шток-держатель, который кре-

питается к камере подготовки. При смене образца происходит вскрытие камеры, поэтому для получения сверхвысокого вакуума необходим регулярный прогрев спектрометра в течение 15—20 ч при температуре 150 °С. Камера подготовки промышленного образца спектрометра оснащена ионной пушкой для очистки и послойного травления образцов ионами инертных газов. Для подогрева образца используется нагреватель, который вводится извне в полость штока-держателя. Контроль температуры образца не предусмотрен. В камере анализатора размещены источник рентгеновского излучения, энергоанализатор и ионизационная камера. Конструкция штока-держателя позволяет перемещать образец из камеры предварительной подготовки в камеру анализатора и размещать его по отношению к ионной пушке и источнику рентгеновского излучения в строго определенном положении.

Конструкция промышленного спектрометра не позволяет проводить контролируемую обработку поверхности образцов непосредственно в вакуумном объеме спектрометра (адсорбцию газов, нагрев в вакууме или атмосфере заданного состава при определенной температуре); исследовать образцы, которые деструктурируются под действием ионной бомбардировки (например, фторсодержащие органические соединения, высокотемпературные сверхпроводники); реализовать рентгеноэлектронный анализ с угловым разрешением. На момент изготовления параметры энергоанализатора не уступали зарубежным аналогам того времени (ESCA фирмы “Vacuum Generators”), которые в настоящее время модернизируются и продолжают использоваться для решения задач материаловедения. Поэтому целью работы, описываемой в настоящей статье, явилась модернизация вакуумной системы спектрометров ЭС-2401 и ЭС-3201, направленная на расширение их экспериментальных возможностей для проведения исследований в области материаловедения и нанотехнологий. В соответствии с поставленной целью были разработаны:

- шлюзовая камера для смены образцов без нарушения вакуума в камерах предварительной подготовки и энергоанализатора;
- устройство контролируемого нагрева образца в газовой среде и вакууме;
- устройство механического удаления поверхностного слоя образцов, нестойких к нагреву и ионной бомбардировке;
- механизм поворота для изменения положения образца по отношению к рентгеновскому источнику и ионной пушке.

Конструкция шлюзового устройства с системой транспортировки образцов. Для ввода образца без нарушения вакуума в основных камерах спектрометров в конструкцию всех современных фотоэлектронных спектрометров входят шлюзовые устройства. Для спектрометров ЭС-2401 и ЭС-3201 разработаны два варианта шлюзовых устройств. Шлюзовое устройство с реечной системой транспортировки образцов, состоящей из рейки со сменным наконечником-образцедержателем, двух вводов вращения и фиксатора рейки, описано в работе [2].

Схема шлюзового устройства с системой транспортировки образцов с использованием постоянных магнитов приведена на рис. 1. Шлюзовая камера 4 и камера подготовки образца разделены проходным клапаном 5 с уплотняющим элементом. Все уплотняющие элементы выполнены из меди. Откачная система шлюзовой камеры выполнена по сверхвакуумному варианту. Образец 3, установленный на держатель, перемещается с помощью магнитной системы 1 по подшипникам 2. В камере подготовки образца 7 и камере энергоанализатора 8 установлены захваты 6, в которых образец фиксируется. Затем система перемещения возвращается в шлюзовую камеру, и проходной клапан между камерами 7 и 8 переключается.

Для уменьшения газовой выделенности с поверхности устройства перемещения образца, что влияет на условия проведения экспериментов, транспортировка образца в камеры спектрометра осуществляется одним штоком-манипулятором, который одновременно перемещает и фиксирует образец в камере подготовки с дальнейшим захватом и перемещением в камеру

анализатора. Этот способ принципиально отличается от используемых в известных устройствах, где для транспортировки и фиксации образца применяются дополнительные манипуляторы.

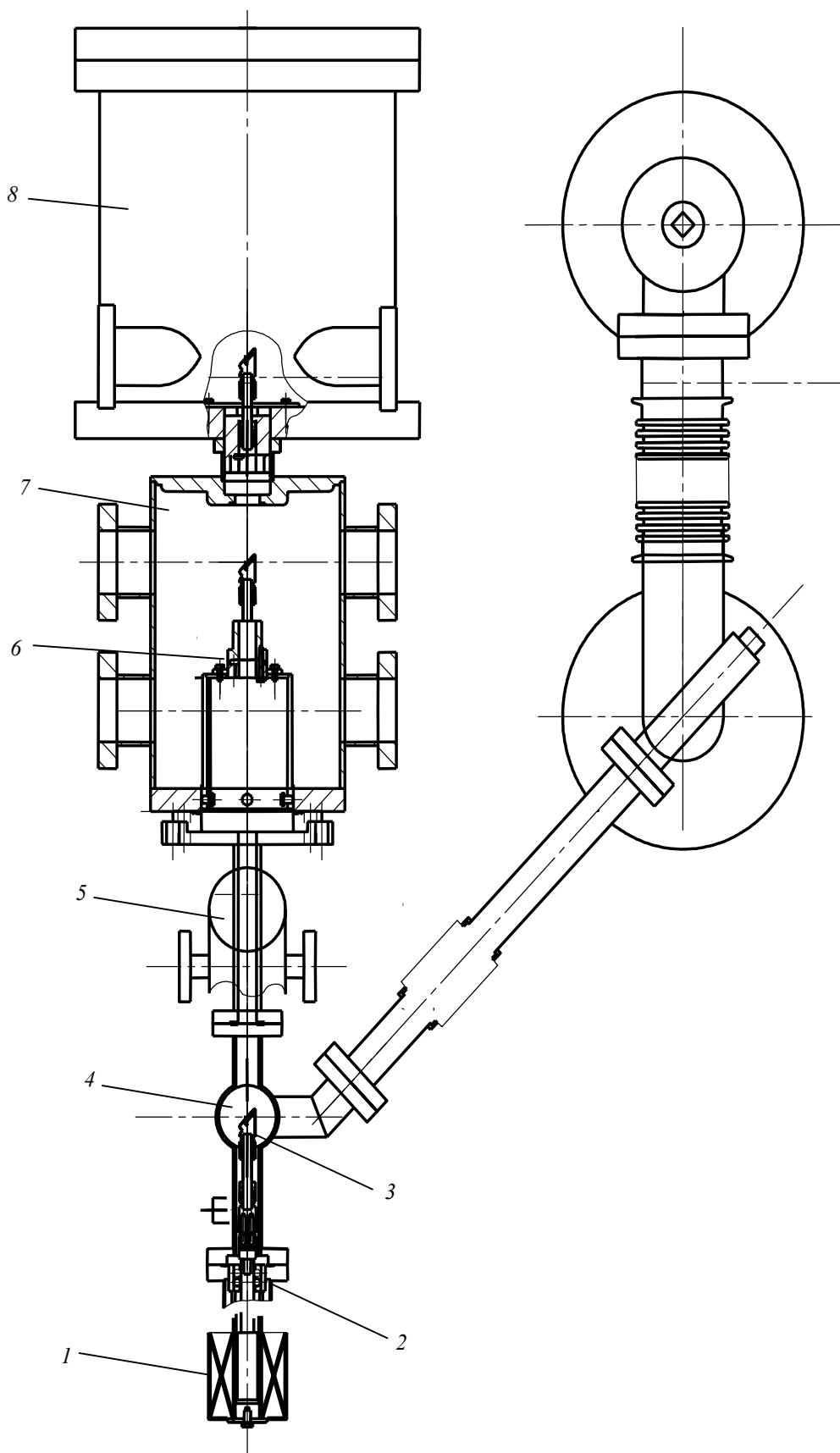


Рис. 1

Технологические приставки для обработки образцов. В камере предварительной подготовки установлены устройство нагрева образца и механизм механической чистки (скребок) его поверхности. Разработаны два варианта устройств для термообработки исследуемых образцов: устройства индукционного и электронного нагрева. Устройство индукционного нагрева образца до температуры 600 °С описано в работе [3].

Устройство электронного нагрева образца (рис. 2) собрано на двух фланцах с двумя одинаковыми механизмами перемещения на сильфонах 2 с высоковольтными изоляторами 1. Катод 3 подводится к образцедержателю 4 на расстояние 10—15 мм. Посредством второго механизма перемещения к образцу подводятся хромель-алюмелевая термопара 5 и высоковольтный контакт 6 положительного электрода источника. С термопарой на образец подается ускоряющее напряжение 4 кВ, ток эмиссии 10 мА. Это устройство позволяет нагревать образец до 1000 °С и контролировать температуру исследуемой поверхности с точностью 3 °С.

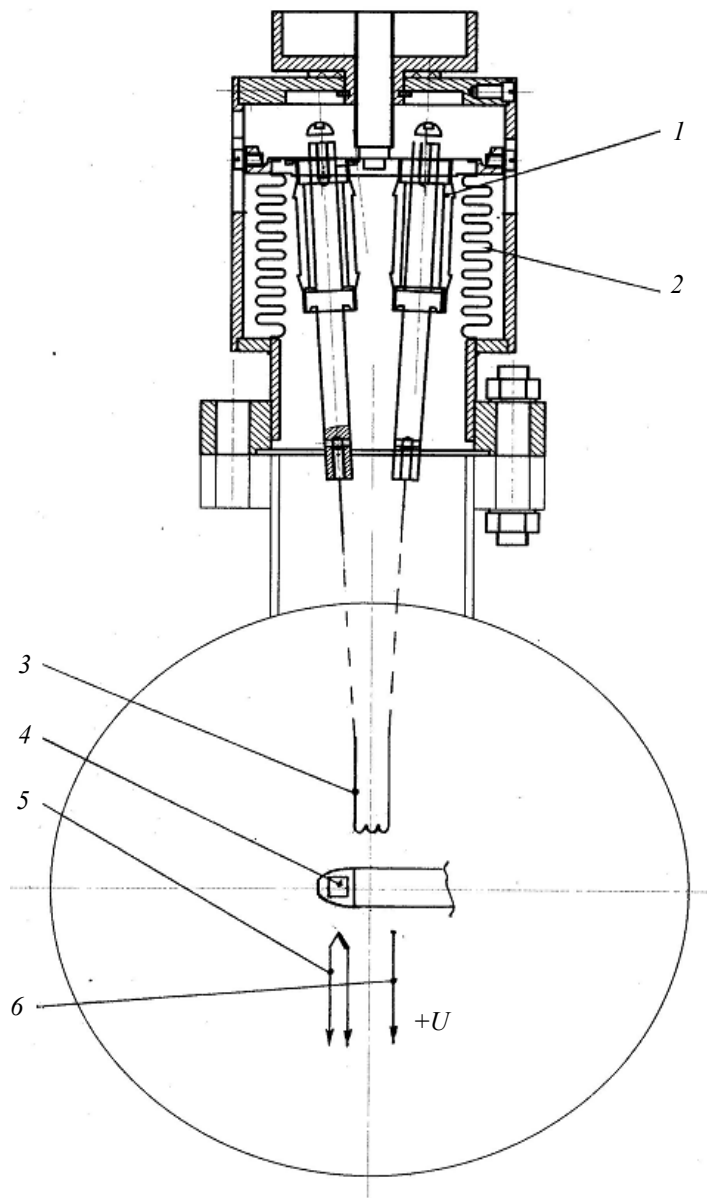


Рис. 2

Устройство механической чистки образца состоит из двух узлов, собранных на разных фланцах (рис. 3, а). На одном фланце собран упор 4, предотвращающий излом керамического изолятора, расположенного перед держателем образца. На втором фланце собран механизм

перемещения 1 резца 3 и поджима резца 2. Герметизация подвижных частей механизма — сильфонная. Резец изготовлен из сплава ВК-8. Схема работы механизма представлена на рис. 3, б, где 1 — держатель с образцом, 2 — упор, 3 — резец.

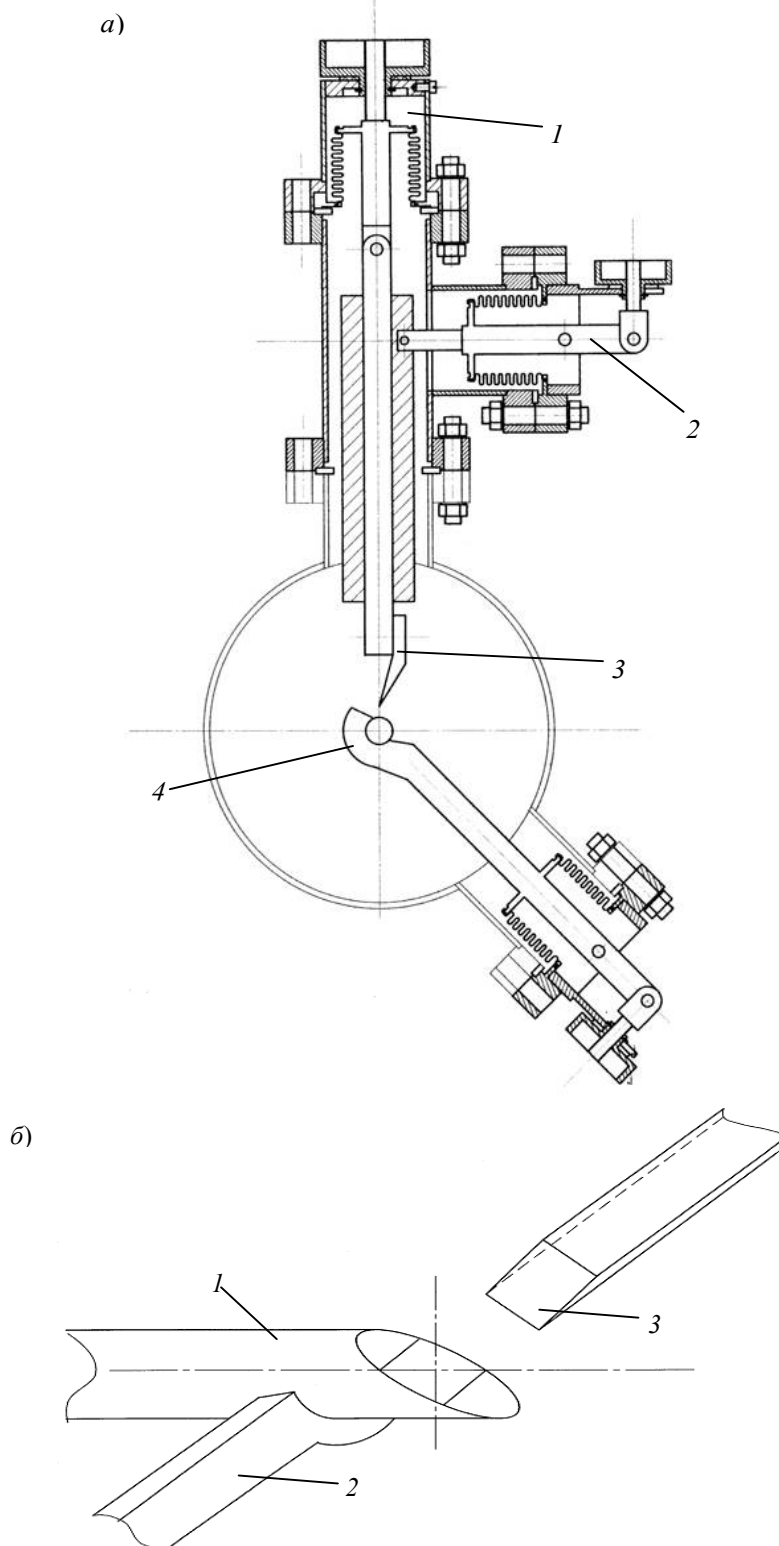


Рис. 3

Механизм поворота образцов в ионизационной камере энергоанализатора (рис. 4). Механизм поворота предназначен для изменения положения образца сложной формы по отношению к рентгеновскому источнику или ионной пушке.

Механизм размещен в корпусе 1. Поворот захвата 8 с подведенным к нему образцом 10 осуществляется с помощью микрометрического винта 2. Через разделительный сильфон 3 линейное перемещение передается посредством ленточной тяги 4, которая поворачивает барабан 6. Вращение барабана через изолятор 7 передается на захват 8. С помощью пружины 9 через ленточную тягу 5, закрепленную на барабане, осуществляется выборка люфтов в подшипниковых узлах и узлах крепления.

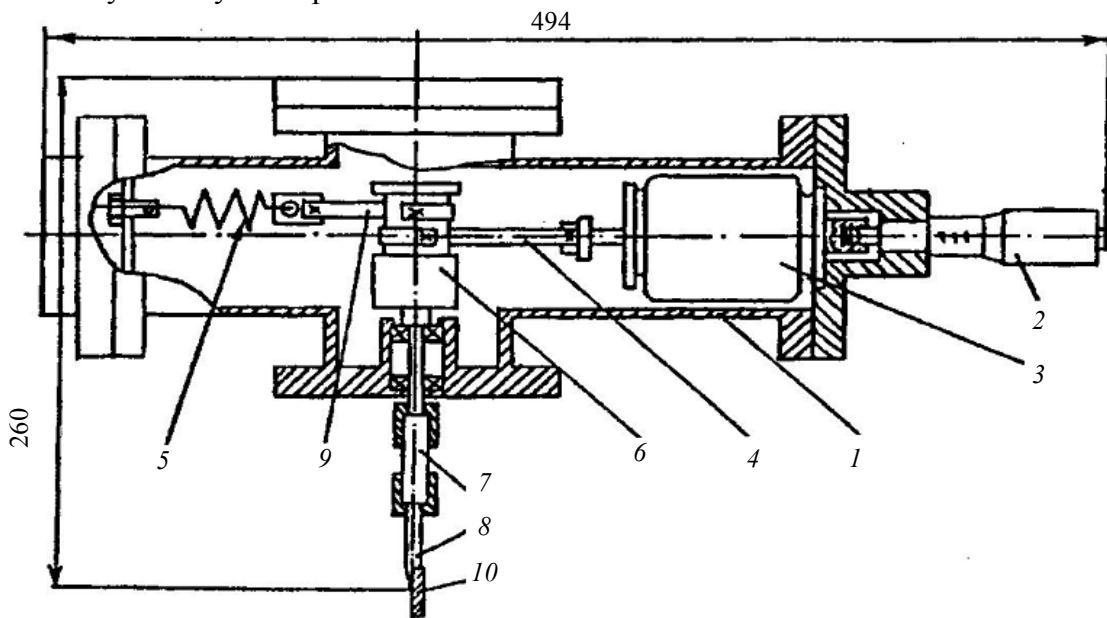


Рис. 4

Заключение. Представленный в статье вариант модернизации отечественного спектрометра позволяет проводить исследования в области материаловедения, связанные с влиянием внешних воздействий на поверхностные слои материалов.

Авторы выражают благодарность канд. физ.-мат. наук Ф. З. Гильмутдинову и канд. физ.-мат. наук О. М. Канунниковой за отработку методик использования технологических приставок.

СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

1. Белов В. Д., Мамро Н. В. История и предпосылки развития отечественных инструментальных средств рентгено-фотоэлектронной спектроскопии // Науч. приборостроение. 2002. Т. 12, № 4. С. 35—41.
2. Вотяков В. А., Мерзляков П. Г., Кожевников В. И. Шлюзовая камера для электронных спектрометров // Заводская лаборатория. 1993. С. 24—25.
3. Кожевников В. И., Мерзляков Д. В., Гильмутдинов Ф. З. и др. Индукционный нагрев образцов в электронных спектрометрах // Приборы и техника эксперимента. 1991. № 2. С. 200—201.

Сведения об авторах

- Владимир Изосимович Кожевников** — Физико-технический институт УрО РАН, Ижевск, отдел физики и химии наноматериалов; ведущий инженер-конструктор;
E-mail: olam@nm.ru
- Петр Геннадьевич Мерзляков** — ООО „Чистые технологии“, Ижевск; ведущий конструктор
- Геннадий Растамович Валеев** — ООО „Чистые технологии“, Ижевск; конструктор

Рекомендована
Физико-техническим институтом УрО РАН

Поступила в редакцию
15.02.10 г.