

VIZSGÁLATOK ÜREGKATÓD SUGÁRFORRÁSSAL

DR. RÁCZ LÁSZLÓ

I.

Vas- és argonvonalak intenzitásviszonyának változása az üregátmérő változtatásával

1. Üregkatód sugárforrás elvi felépítése — a működés mechanizmusa

A gázkisülési csöveknek egyik speciális fajtája az üregkatódos kisülési cső. Ezeknél alacsony nyomástartományban a negatív ködfény behatol a katódüregbe. E kisülési cső tulajdonképpen 100—1300 Pa nyomású nemesgázzal töltött zárt tér, melyben megfelelő méretű, általában henger alakú, üreggel ellátott katód, valamint a gyűrű, henger, esetleg tű alakú anód helyezkedik el.

Ezt olyan egyenáramú tápfeszültségforrással üzemeltetjük, melynek kapcsolófeszültsége 1—2 kV. Így az elektródok között kialakuló potenciálkülönbség — gáznyomástól, geometriától, katódanyagától függően — 250—400 V. A potenciálésés lényegében az üregben létrejövő katódesésből áll, s így az energia döntő mértékben ott koncentrálódik.

A katód üregében 3 részre osztható fényjelenség jön létre. A katód fala mellett gyengén világító katódréteg keletkezik, ezt követi a Hittorf-féle sötét tér, majd az üreg nagy részét az erősen világító negatív ködfény tölti ki, ami a tulajdonképpeni fényforrás.

A katód falából kilépő elektronok a Hittorf-féle sötét térben uralkodó nagy potenciálésés hatására erősen felgyorsulnak, és energiájukat a nemesgáz (munkagáz) atomjaival való ütközéseik révén leadják.

Ennek eredményeként a munkagáz atomjai ionizálódnak, illetve metastabil állapotba kerülnek, miközben szekunder elektronok keletkeznek, és az anód felé vándorlásuk közben az ütközések útján újabb és újabb ionokat hoznak létre. Ez addig növekszik, míg az egyensúly be nem áll a keletkező és rekombinálódó ionok számában.

A pozitív töltésű munkagázionok (pl. Ar^+) a katód üreges kiképzése következtében nem hagyják el azt, hanem — viszonylag nagy tömegük miatt erősen felgyorsulva — a katód felé vándorolnak és a katód falába ütközve porlasztják, illetve felmelegítik azt. Így az üreg falán elhelyezett vizsgálandó minta atomjai (illetve a katód anyaga) részben párolgás, részben pedig mechanikus úton, porlasztással jutnak a gerjesztési térbe, ahol elektron- és ionütközésekkel gerjesztődnek. A kisugárzott fény a katódüreggel szemben elhelyezett kvarclemezen keresztül lép ki a sugárforrásból.

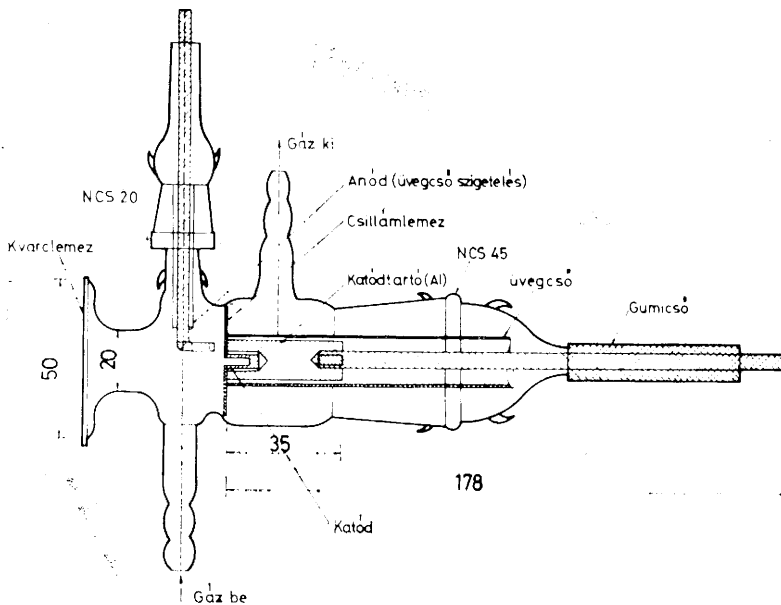
Az üreghatásban keletkező sugárzás intenzitását az áramerősség és a gáznnyomás erősen befolyásolja. Az áramerősség növelésével egy adott értékig nő a fényintenzitás. Az üreghatód átmérőjétől függően ez a jelenség néhány száz Pa-os gáznnyomás esetén maximális értéket vesz fel.

2. Az általunk tervezett és épített üreghatód-sugárforrás, ill. a kísérleti körülmények rövid ismertetése

Az épített gázátáramlásos sugárforrás — üvegből készült — (1. ábra) könnyen szétszerelhető, normálciszolatos csatlakozással ellátott katód-, ill. anód-részből áll. Az anód vezetéke — koronakisülések elkerülése végett — beépített üvegcsőszigeteléssel van ellátva, és a csiszolatos rész elforgatásával a vízszintes állásba kiképzett anódgyűrűnek a katódtól való távolsága 2—10 mm-ig folyamatosan állítható.

A rézből készített katódtartóba cserélhető Fe, Cu, grafit, Al stb. katódttestek helyezhetők. A katódon kívüli glimmkisülés elkerülésére csillám-, ill. üvegcsőszigetelést alkalmaztunk.

A lámpában néhány száz Pa nyomású argongáz biztosításához megfelelő vákuumrendszert, s ennek mérésére Piráni vákuummérőt használtunk.



1. ábra. Az üreghatód sugárforrás

A színképfelvételeket HILGER—VATTS—E 742 típusú kvarc- és üveg-prizmás spektrográffal készítettük. A résszélesség 10 μm , a résmagasság 1 mm volt. „Részreképzést” alkalmaztunk egy 75 mm-es fókuszú kvarc gyűjtőlencsével.

3. Kísérleti módszer és eredmények

Az általunk készített üregekátodsugárforrás optimális üzemelési paramétereinek — legjobb analitikai teljesítőképességének — (érzékenység, reprodukálhatóság) meghatározása végett az alábbi vizsgálatokat végeztük.

- 3.1. Mindenekelőtt optimaltuk a különböző (2, 3, 4 és 5 mm-es) átmérőjű üregekátódokhoz az argongáz nyomását. (Optimális nyomásnak nevezzük azt az értéket, melyeknél konstans áram és feszültség mellett maximális vonalintenzitást nyerünk.)

A fenti mérések alapján megállapítottuk, hogy 2 mm-es üregekátódhoz 590 Pa, a 3 mm-eshez 440 Pa, a 4 mm-eshez 310 Pa, az 5 mm-eshez 250 Pa argonnyomás alkalmazása célszerű. Az általunk alkalmazott áramerősség 60 mA és az expozíciós idő 2 perc volt. A felvételeket Agfa-Gevaert 34—B 50 típusú lemezre készítettük.

- 3.2. Megvizsgáltuk, hogy a különböző átmérőjű vas üregekátódok alkalmazása milyen hatással van a keletkező színképvonalakra.

- 3.3. Kiválasztottunk különböző gerjesztési potenciálú színképvonalakat és mértük azok intenzitásértékeit azért, hogy ezen eredményekből következtethessünk a katódüregben levő energiaviszonyokra, energiasűrűségekre.

Az alábbi 6 db vas (3 atom-, 3 ion-) és 6 db argonvonalat választottuk ki és vizsgáltuk ezek intenzitás viszonyainak változását a katódüreg változásának függvényében.

1. táblázat

Néhány vizsgált Fe-vonal hullámhossza és gerjesztési potenciálja

	Hullámhossz (nm)		Gerjesztési potenciál (eV)
1.	277,211	I.	4,56
2.	303,164	I.	5,10
3.	275,574	II.	5,48
4.	273,358	I.	5,81
5.	275,329	II.	7,70
6.	276,750	II.	7,72

Néhány vizsgált Ar-vonal hullámhossza és gerjesztési potenciálja

Hullámhossz (nm)			Gerjesztési potenciál (eV)
1.	275,39	II.	—
2.	294,29	II.	21,37
3.	289,16	II.	21,44
4.	324,37	II.	23,07
5.	302,89	II.	23,89
6.	292,47	II.	25,86

A vonalintenzitások változását a katódfuratátmérő függvényében a 2. ábra mutatja.

A vas vonalainak intenzitásértékei — konstans áramerősség mellett — növekedtek az üregkatód-átmérő csökkentésével. A görbék irányából kitűnik, hogy az atom- és ionvonalak intenzitásérték-változásának mértéke 2—4 mm furatátmérő-tartományban hozzávetőlegesen azonosak. 5 mm furatú katód alkalmazásánál az ionvonalak intenzitása rohamosan csökken az atomvonalak intenzitásához képest.

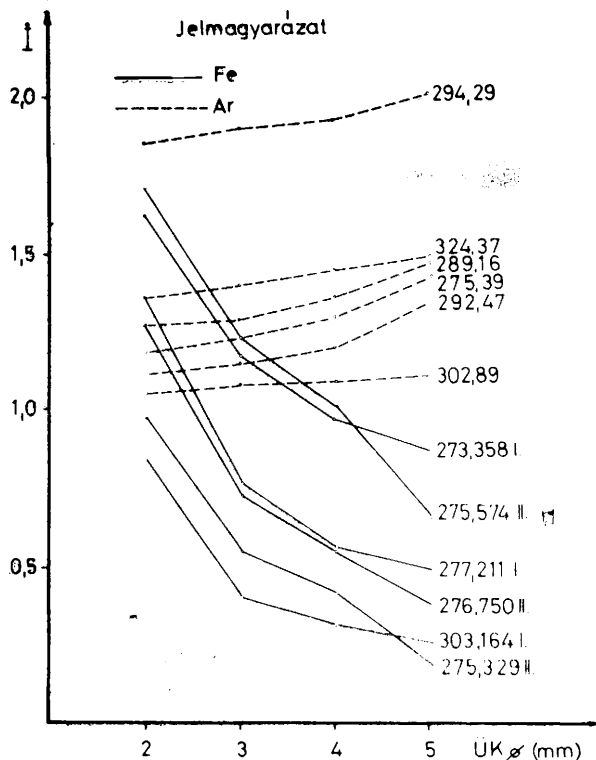
Ennek feltehető oka az, hogy az ionvonalak keletkezéséhez 5 mm átmérőjű üregben nem áll rendelkezésre olyan energiasűrűség (W/cm^2), mely a nagyobb gerjesztési potenciálú vonalak keletkezésének kedvezne.

A kapott eredmények összhangban vannak az irodalomban közöltekkel.¹ Kísérleteink során a Nowosielow-Znamienski-féle² empirikus összefüggéstől kisebb eltéréseket találtunk. ($I_{opt} \cdot d = \text{állandó}$) — ahol I_{opt} : a színekvonal optimális intenzitása, d : az üregkatód átmérője.

275,014 nm Fe (I.) (atomvonal)	$I_{opt} = 1,71$	$d = 2$	3,42
	$I_{opt} = 1,19$	$d = 3$	3,57
	$I_{opt} = 1,00$	$d = 4$	4,00
	$I_{opt} = 0,90$	$d = 5$	4,50
275,574 Fe (II.) (ionvonal)	$I_{opt} = 1,70$	$d = 2$	3,40
	$I_{opt} = 1,22$	$d = 3$	3,66
	$I_{opt} = 1,00$	$d = 4$	4,00
	$I_{opt} = 0,66$	$d = 5$	3,30
277,211 Fe (I.) (invariánsvonal)	$I_{opt} = 1,30$	$d = 2$	2,60
	$I_{opt} = 0,76$	$d = 3$	2,28
	$I_{opt} = 0,55$	$d = 4$	2,20
	$I_{opt} = 0,48$	$d = 5$	2,40

Az argonvonalakat vizsgálva azt tapasztaltuk, hogy azok intenzitásértékei konstans áramerősség mellett, nemhogy nőttek volna, hanem kis mértékben csökkentek az üregátmérő csökkentésével. Ennek szemléltetésére a mellékelt színeképatlasz-részlet szolgál. (L. 3. ábra.)

Megállapítható tehát, hogy a vizsgált elem (Fe) vonalaira érvényes össze-

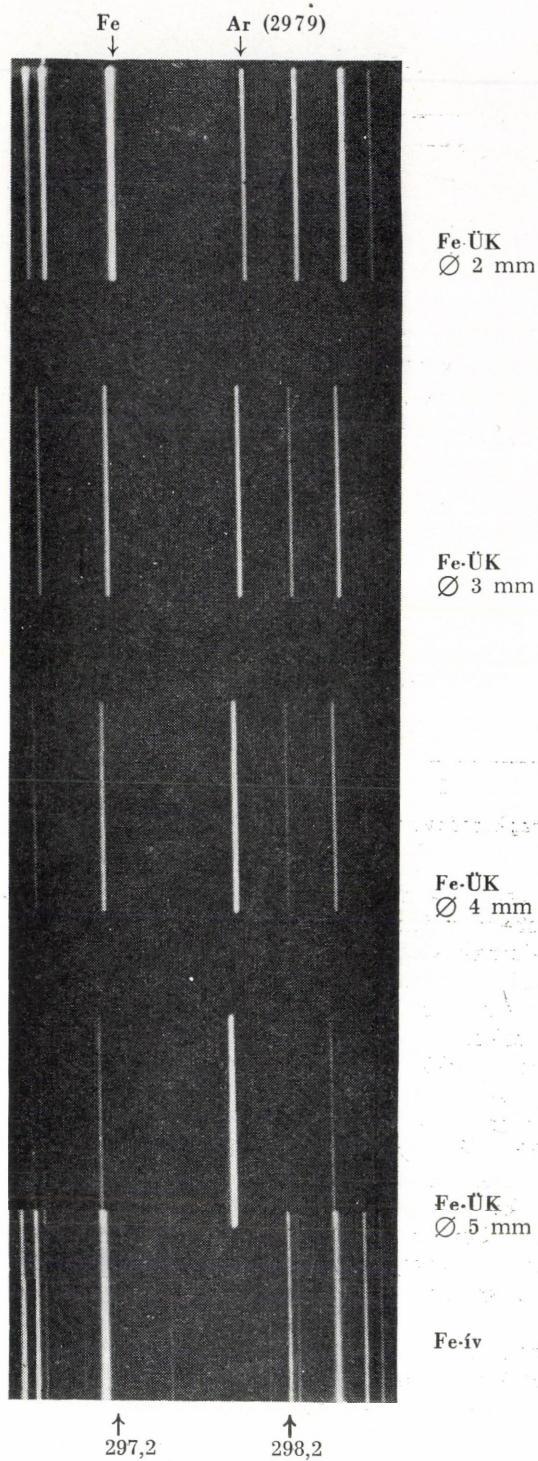


2. ábra. Üregkatódátmérő színkép-vonal-intenzitás karakterisztikák optimális nyomásértékben

függés ($I_{opt} \cdot d = \text{állandó}$) a munkagáz (Ar) vonalaira már nem érvényes. Erre vonatkozóan egyelőre nem tudunk elvi magyarázatot adni. Czakov¹ a meghatározandó elem vonalainak vizsgálata alapján tette a fentiekben közölt megállapítását. Ő a munkagáz vonalaira nézve ezt az összefüggést nem vizsgálta.

Fenti kísérleti tények alapján megállapítható, hogy konstans áramerősség (60 mA) alkalmazásakor, csökkenő katódátmérő esetében az argon ionvonalainak intenzitása csökkent. Ez a növekvő áramsűrűség miatt és a munkagáz nyomásnövekedésének következményeként jelentkezett. Kisebb (csökkenő) katódátmérő használatakor az argonvonal-intenzitás kis mértékű csökkenése feltehetően abból adódott, hogy ha optimális értékre kívántuk beállítani a rendszer nyomását, akkor kisebb átmérőjű katódüregek esetén növelni kellett a nyomást, — mert a katódüreg-átmérők (d) és hozzátartozó optimális nyomás (p) értékek szorzatának állandónak kell lenni.² $p \cdot d = \text{konstans}$. A nyomás növelésével viszont csökkent a közepes szabad úthossz, tehát az argonatomok ionizációjához szükséges nagy energiájú (nagy szabad úthosszú) Ar^+ -ionok száma is csökkent.

Megjegyzem, hogy az Ar-munkagáz színképében vas üregkatód alkalmazásakor az argonnak csak ionvonalai jelentek meg (atomvonalakat nem találtunk), ami azt mutatja, hogy az üregben főleg argonionok találhatók.



3. ábra. Színképatlasz-részlet

Kiszámítottuk a közepes szabad úthosszértékeket (T_0) — a különböző furatú üregekben, s ezek a következőknek adódtak:

$$T_0 = \frac{1}{\sqrt{2} \cdot \pi d_{Ar}^2 \cdot N}$$

ahol: $d_{Ar} = 1,9 \cdot 10^{-8}$ cm

$N = 1$ cm³-ben levő atomok száma

$$5 \text{ mm} : T_0 = \frac{1}{\sqrt{2} \pi \cdot (1,9 \cdot 10^{-8})^2 \cdot \frac{250}{101325} \cdot 2,45 \cdot 10^{19}} = 10,3 \cdot 10^{-3} \text{ cm}$$

$$4 \text{ mm} : T_0 = 8,107 \cdot 10^{-3} \text{ cm}$$

$$3 \text{ mm} : T_0 = 5,711 \cdot 10^{-3} \text{ cm}$$

$$2 \text{ mm} : T_0 = 4,338 \cdot 10^{-3} \text{ cm}$$

3. táblázat

Különböző átmérőjű üregekben konstans áramerősség mellett létrejövő áramsűrűség-értékek:

Átmérő	Áramerősség (mA)	Feszültség (V)	Felület (cm ²)	Áramsűrűség (mA/cm ²)
2 mm	60	310	0,628	95,54
3 mm	60	320	0,942	63,69
4 mm	60	330	1,256	47,77
5 mm	60	350	1,570	38,22

A vas vonalainak intenzitásnövekedését — az üregátmérő csökkentésével — az alábbiak eredményezik:

1. Az üregben megnövekszik az áramsűrűség és ezzel együtt az üreg falát bombázó Ar⁺-ionok száma, s így növekszik a plazmába jutott vas mennyisége.
2. A katódüreg terében is megnő az Ar⁺-ionok száma, bár ezek közepes szabad úthossza csökken, azonban a vas az argonhoz képest alacsony gerjesztési potenciálú vonalainak (l. 1. és 2. táblázat) gerjesztéséhez ezen Ar⁺-ionok energiája elegendő, sőt, éppen kedvező. Ezzel szemben a csökkenő szabadúthossz miatt a nagyobb gerjesztési energiájú Ar-vonalak emissziója háttérbe szorul, ezért csökken ezek intenzitása. (L. 3. ábra.)

ÖSSZEFOGLALÁS

Az üreghatódos kíséréskor azonos áramerősség alkalmazása mellett az üreghatmértő csökkentése célszerű a vaskatód alkalmazása esetén az intenzívebb színkép előállításához, illetve az analitikai vizsgálatokhoz — a katódüregben elérhető (létrejövő) nagyobb áramsűrűség miatt.

Igazoltuk, hogy a vas vonalaira az $I_{0\text{pt}} \cdot d = \text{konstans}$ összefüggés igaz, de az argonvonalakra ez nem érvényes.

FELHASZNÁLT IRODALOM

1. J. Czakow: Mikroüreghatód alkalmazása a spektrográfias nyomelemzésben. Kémiai Közlemények 45. 159—166. 1976.
2. Bododin V. Sz.: Jour Techn, Physik 36. 181. 1966.

SUMMARY

Dr. Rácz László

EXPERIMENTS WITH HOLLOW CATHODE RAY SOURCES

1. *Changes in the Intensity Relations of Iron and Argon Spectral Lines by Changing the Hollow Diameter*

In the case of discharge with a hollow cathode, if the 60 mA current intensity remains unchanged, it is expedient to decrease the diameter of the hollow cathode if iron cathode is employed in order to produce a more intensive spectrum, or when analytical measuring is carried out, to achieve a higher current density in the hollow cathode.

We have proved through several examples that for the spectrum lines of iron the following relationship is valid: $I_{\text{opt}} \cdot d = \text{constant}$. We have also seen that this relationship is not valid for the spectrum lines of argon as carrier gas.