

PAPP LAJOS * - RÁCZ LÁSZLÓ **

KÚPOK HATÁSÁNAK VIZSGÁLATA AZ ÜREGKATÓD SUGÁRFORRÁSBAN

* Kossuth Lajos Tudományegyetem Szervetlen és Analitikai
Kémiai Tanszék Debrecen

** Tanárképző Főiskola Kémiai Tanszék Eger

ABSTRACT: (A development of hollow cathode radiation sources a study of the effects of cones placed in the hollow on emitted light intensity)
According to the literature, aluminium cones were placed into the hollow in order to examine the plasma, and bores were made along the side of the hollow. On the basis of light intensity emitted through the bores, the effect of cones of different length on the place of optimal excitation was studied. The increase in emitted light intensity was found as a result of an increase in the surface of the cones.

In this paper cones of different material (Fe, Cu, Al) and different length (0-10 mm and 0-25 mm, respectively) are placed in cylinders of different material (length is 10 or 25 mm), and for analytical purposes the emitted light intensity - parallel to the hollow - is examined in the case of cones of different height and with the pairs of cones and cylinders of different material.

It is stated that the increase in the line intensities emitted by the cone is not caused by the increase of the surface, but by the fact that the tip of the cone is placed in the optimal excitation place. At short cylinders the optimal excitation place changes with the ratio of the inside diameter of the hollow to the length. When carrying out multi-element analysis, a 3:1 ratio of length to diameter is advantageous, since in this case the optimal excitation place for different elements (Fe, Cu, Al) is at the same height of the cylinder.

BEVEZETÉS

Az üregkatód sugárforrások fejlesztését emissziós színképanalitikai célra meggyorsította ezek atomabszorpciós alkalmazása.

CAROLI (1) összefoglaló közleményében igen alapos áttekintést ad az üregkatód sugárforrások múltjáról, jelenéről és jövőjéről. A katódüreg geometriák módosítása - s ezek eredményeként az itt lejátszódó folyamatok vizsgálata - az üregkatód sugárforrás fejlesztésének igen ígéretes kutatási területe, mellyel sok kutató foglalkozott.

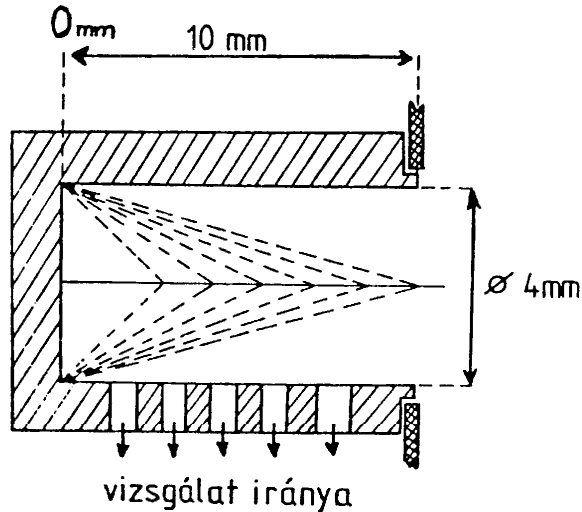
RÓZSA (2) és munkatársai közbenső, körkörös anódot helyeztek a katód üregébe.

IIJIMA (3) változtatható helyzetű anódszeleteket helyezett katódhengerbe. Egy később épített kisülési csővében (4) a katódhenger kívülről vette körül az anóddal és a katódhengerbe 4 db trapéz alakú szegmenseket helyezett.

SUGAWARA (5) és munkatársai az üregesen kiképzett katód helyett két egymástól 4 mm-re lévő síkpárhuzamos katódlemezt alkalmaztak, és ezek közé helyezték a vizsgálandó ún. Lagmuir-próbát.

IIJIMA és munkatársai (6) 1983-ban a katódhengerbe 4 anódrudat helyeztek, melyeket kvarccsövek vettek körül, s ezeket hossz tengelyükben felhasították. A fenti változtatásokkal jelentősen módosították az üreggeometriát és az üregben lejátszódó folyamatokat. Számukra a cél nem analitikai indítatású volt, elsősorban fizikai - főleg lézereffektusokat tanulmányoztak.

ZECHEV (7) és DYULGEROVA (8) olyan alumínium kúpot helyeztek a katód üregébe, melyek növekvő hosszúságúak voltak (1. ábra), s az üreg palástján különböző magasságokban fúratokat készítettek.



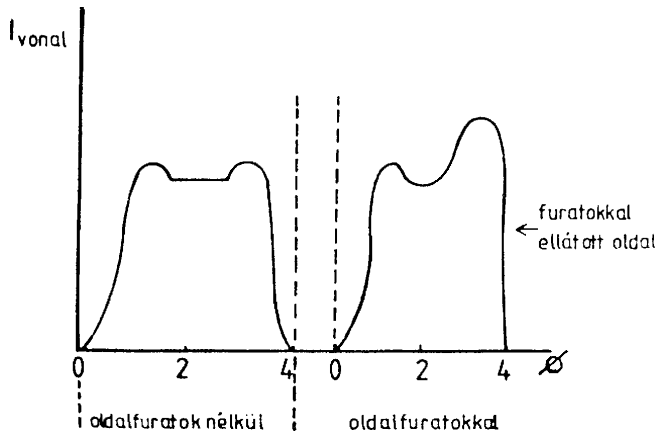
1. ábra

A katódüregben keletkezett fényt e fúratokon keresztül vizsgálták spektrométerrel -, tehát az üreg hossz tengelyére merőlegesen. Tapasztalatuk az volt, hogy az üreg hossz tengelyének (alapzattól számítva) kb. első két-harmadánál van az emissziós-maximum, melynek okát a felületnövekedésre vezették vissza.

KÍSÉRLETI RÉSZ

Méréseinket HILGER E-472-es spektrográfon, illetve DFSZ-10 M spektrométeren az általunk épített üregkatódsugárforrással végeztük.

ZECHEV (7) és DYULGEROVA (8) kísérleteit megismételve velük kb. azonos eredményeket kaptunk, de ha változtattuk a katódkúp anyagát (pl. Al helyett rezet vagy vasat alkalmaztunk), már más lefutású görbéket nyertünk (9). Az oldalfúratokkal és kúpokkal ellátott üregben létrejövő kisüléstől származó vonalintenzitások vizsgálatai során megállapítottuk, hogy a katódhengerben készített oldalfúratok nagymértékben deformálják az üregben képződő - eredetileg hengerszimmetrikus plazmát (2. ábra).



2. ábra

Az emissziós maximumok a fúratokkal ellátott oldalra tevődtek át, s a fúratok belső éle erősen legömbölyödött. Ezek a kis fúratok mint újabb mikroüregek szerepeltek.

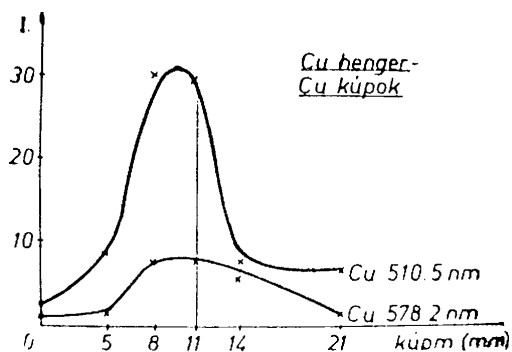
Mi analitikai szempontból kívántuk vizsgálni a katódhengerbe helyezett különböző hosszúságú kúpok hatását, és a mikroüregekben létező ("bekúszó") kisülések miatt is az oldalfúratokat megszüntettük. A keletkezett fényt az üreg tengelyével párhuzamosan (a klasszikus elrendezés szerint) vizsgáltuk, és az oldalfúratok megszüntetésével az áramsűrűséget jelentősen - DYULGEROVA kísérleteihez képest egy nagyságrenddel megemelhettük.

A katódhengerben az optimális gerjedési hely pontosabb megismeréséhez az általánosan használt üregeknél hosszabb, 25 mm hosszúságú üreget készítettünk. A 25 mm-es rézhengerbe helyezett különböző hosszúságú rézkúpoktól származó vonalintenzitásokat mutatja a 3. ábra. Megállapítható, hogy a maximális vonalintenzitást 8-11 mm-es kúpmagasságnál találtuk.

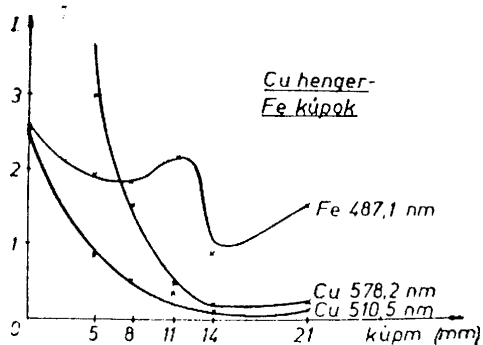
A 4. ábrán a rézhenger vas-kúp párosításból származó vonalintenzitásokat ábrázoltuk. (Megjegyezzük, hogy a 0 mm-es kúpmagasságnál kapott vasvonalintenzitást a Cu katódhenger alját képező Fe síklap adja. (Ebből az állapítható meg, hogy a henger anyagának vonalintenzitása a Fe-kúp növekedésével rohamosan csökken, míg a Fe-vonal 11 mm-es kúpmagasságnál mutat maximális vonalintenzitást.

Az 5. ábrán a rézhengerbe növekvő magasságú Cr-Ni ötvöztetésű acélkúpokat helyeztünk. (0 mm-es kúpmagasság = síklap). Azt állapíthajtuk meg, hogy a Cr és Ni vonalak hasonló helyen jelentkeznek intenzitásmaximummal.

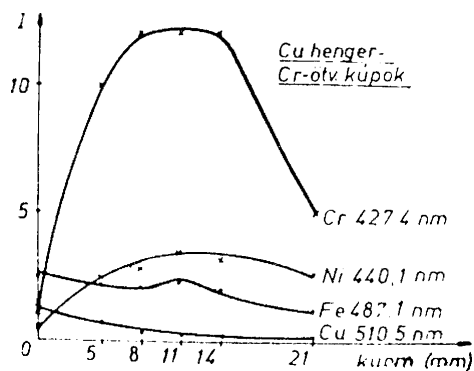
A fentiekből azt a következtetést vonhatjuk le, hogy a különböző elemekből (Cu, Fe, Cr, Ni) az üregben közel azonos kúpmagasságoknál nyerünk maximális vonalintenzitásokat.



3. ábra



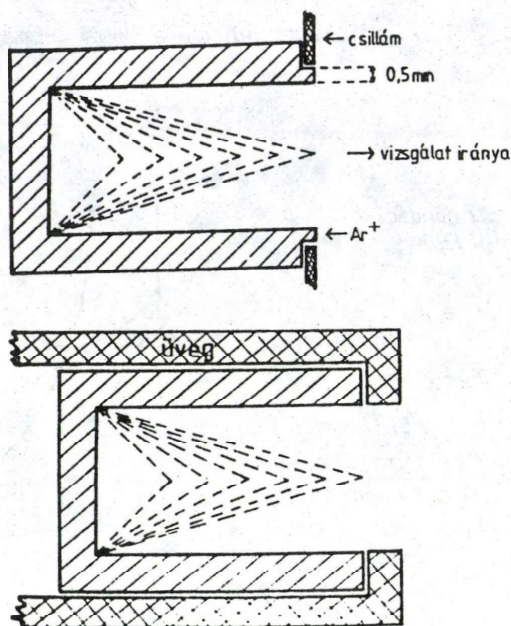
4. ábra



5. ábra

Az üregben lejátszódó folyamatok további vizsgálatához egy új üregkátód-lámpát építettünk.

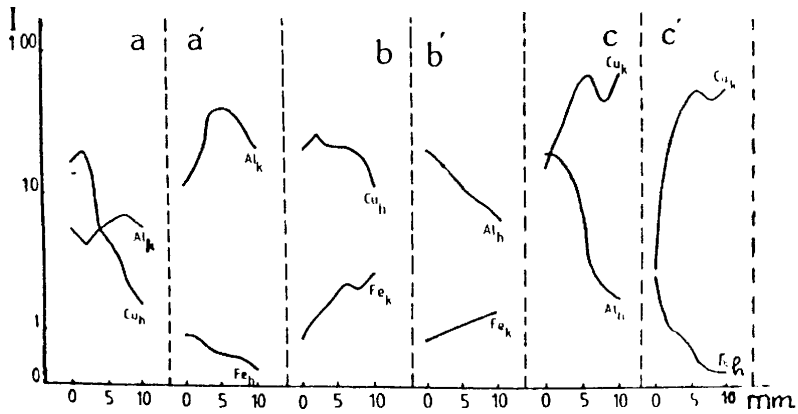
A korábbi és az új üregkátód konstrukciót a 6. ábra mutatja.



6. ábra

Míg a régi üreghatódnál a hengert képező anyag (Cu, Al vagy Fe) kis részét az Ar-ionok bombázták (elülső, fedetlen peremét a csillámszigetelés mellett), addig ez utóbbi konstrukciónál a hengert olyan alakú üvegcsőbe zártuk, melynek belső nyílása a henger belső átmérőjével volt azonos. Így a sugárforrás fénye és égése rendkívül egyenletessé vált, s az eredmények reprodukálhatósága - különösen magasabb kúpok esetén - az eddigi 5-10 % helyett 0,5- 1 %-ra, azaz egy nagyságrenddel javult.

A 7. ábrán láthatjuk a különböző fémekből készült hengerektől (h) és különböző magasságú fém kúptól (k) származó vonalintenzitásokat.



7. ábra

A vizsgálatoknál az alábbi henger-kúp párosításokat alkalmaztuk:

- 1./ Cu és Fe katódhengerbe Al-kúpot
- 2./ Cu és Al katódhengerbe Fe-kúpot
- 3./ Fe és Al katódhengerbe Cu-kúpot helyeztünk.

A kisülési csőben alkalmazott munkagáz Ar volt, melynek nyomását átáramló rendszerben - 133 Pa-on tartottuk, az áramerősség 20 mA volt. A vizsgált vonalak hullámhosszúsága: Fe: 302 nm, Al: 396 nm, Cu: 327 nm.

Megállapítottuk, hogy réz- és vashengerben növekvő hosszúságú alumíniumkúpok esetén valóban az üreg közepénél, illetve első 1/3-ánál nyertük a maximális Al-vonalintenzitást. (Lásd 7. ábra a-a'.) A henger anyagától származó vonalintenzitások - a kúp magasságok növelésével - mindkét esetben jelentősen csökkentek.

A 7. ábra 3. 4. mezőjében látható, hogy a vas kúp esetén folyamatosan mindaddig nőtt a vasvonal intezitása a kúp növekedésével, amíg a kúp hossza azonos lett az üreg hosszával, miközben az alumínium - illetve réz henger-től származó vonalintenzitás - a kúphossz növelésével - minden esetben csökkent.

Az ábra c és c' részén láthatjuk, hogy a vas- illetve Al-hengerbe helyezett Cu-kúpok maximális vonalintenzitását a henger első 1/3-ánál nyertük, illetve a 8-9 mm hosszúságú kúptól nyert helyi minimum után 10 mm-es kúphossznál. Az alumínium- illetve vashengerek vonalintenzitása itt is rohamosan csökkent a kúphossz növelésével.

A tapasztalatokból általában elmondható az, hogy ha egy-egy fémkúpot helyezünk a kúp anyagától eltérő minőségű hengerbe, az optimális kúphossznál ugyanolyan vonalintenzitást nyerünk, mintha a henger és a kúp anyaga is csak a kúp anyagából készült volna. Hosszabb (20-30 mm hosszúságú és 7 mm átmérőjű) hengereknél a vizsgált elemekre azonos kúphossznál - mégpedig a hengerhosszúság felénél - nyertük az optimális vonalintenzitást a kúp anyagától.

KÖVETKEZTETÉSEK

- 1./ A fém katódhengerbe helyezett fémkúp (Al, Cu, Fe) átveheti a gerjesztésre kerülő henger szerepét, azaz a henger anyaga gyakorlatilag nem gerjed.
- 2./ A jelenség rövid 10 mm-es hosszúságú és 4 mm átmérőjű hengerek alkalmazása esetén elemspecifikus, míg növekvő hosszúságú Al- és Cu kúp esetén a henger 2/3-ával azonos hosszúságú kúp esetén volt maximális az Al illetve Cu vonal intenzitása, Fe kúp esetén a henger teljes hosszával azonos hosszúságú kúp esetén nyertünk maximális vasvonalintenzitást.
- 3./ Dyulgerováék megállapításával ellentétben nem a felületnövelés eredményezi a vonalintenzitás növekedését, hanem a henger optimális gerjesztési helyén elhelyezett minta (kúp).
- 4./ Megállapítottuk, hogy a párolgásban a kúp hegye vesz részt, s elsősorban ez gerjesztődik. (A kúp legnagyobb elektronsűrűségű helyét bombázzák a pozitív Ar ionok.)
- 5./ A fenti 2 kísérletsorozatból, azaz a 25 mm-es hosszúságú és 7 mm-es átmérőjű, valamint a 10 mm hosszúságú és 4 mm-es átmérőjű üregekben alkalmazott kúptól származó vonalintenzitásokból az a következtetés vonható le, hogy a henger ármérő- és hossz viszonyának lényeges szerepe van az optimális gerjedési hely kialakításában. Míg a 25 mm-es hosszú

hengernél a gerjedés helye jól definiált maximum-görbét eredményez kb. a hengerhossz felénél, addig 10 mm-es hosszúságú hengernél ez csak egyes elemekről mondható el (pl. Al-kúpról). A Fe-kúp hosszát növelve a henger végéig, - nő a Fe vonalintenzitás, Cu-kúp esetén a henger első 1/3-ánál éri el a maximumot.

6./ A gyakorlat számára, amikor multielemes emissziót kívánunk mérni, előnyösebb, ha a henger hossz- és átmérő aránya legalább 3:1, mivel akkor a különböző elemek vonalai azonos henger- illetve kúpmagasságnál gerjednek optimálisan. (Átmérő- és hosszarányok megszabják a gerjesztés helyét).

ÖSSZEFOGLALÁS

Az irodalom szerint a katódüregbe plazmavizsgálati célra alumínium kúpokat helyeztek, s az üreg oldalát hossza mentén fúratokkal látták el. Ezen keresztül kijutó fényintenzitás alapján - a növekvő hosszúságú kúpok hatását - vizsgálták az optimális gerjedés helyére. Megállapították, hogy az emittált fényintenzitás-növekedés a kúpok felületnövekedésének eredménye.

Kísérleteinknél különböző anyagú (Fe, Cu, Al) és különböző hosszúságú (0-10 mm-es, illetve 0-25 mm-es) kúpokat helyeztünk különböző anyagú (10 illetve 25 mm-es hosszúságú) hengerekben, s analitikai célból vizsgáltuk - az üreggel párhuzamosan - a különböző magasságú kúpektól, valamint különböző anyagú kúpok és hengerek párosításából származó emittált vonalak intenzitását.

Megállapítottuk, hogy a kúp anyagától származó vonalintenzitás-növekedés nem a kúp felületnövelésének, hanem a kúp hegyének az optimális gerjesztési helyen történő elhelyezésének eredménye. Megállapítottuk továbbá, hogy rövid hengereknél az üreg belső átmérő-hossz viszonytal az optimális gerjesztési hely változik, s multielemes elemzésnél a hosszabb (20-30 mm-es) hengerek esetében a 3:1 hossz : átmérő arány előnyös, mivel ekkor a különböző elemek (Fe, Cu, Al) optimális gerjesztési helye u.azon hengermagasságnál történik.

IRODALOM

- 1./ S. CAROLI: **Progress in Analytical Atomic Spectroscopy**. Vol 6,
No 3 253 (1983)
- 2./ K. RÓZSA: **Rep. Hung. Acad. of Sci. Research Inst. for Physic.**
No 63 (1975)
- 3./ T. IIJIMA: **Japanese Journ. of Appl. Phys.** 20.470. (1981)
- 4./ T. IIJIMA: **Physic. Letters** 85,A 436 (1981)
- 5./ M. SUGAWARA: **Appl. Phys.** 14 137 (1981)
- 6./ T. IIJIMA: **Optic Communications** 45, 56 (1983)
- 7./ D. Z. ZECHEV, R. B. DYULGEROVA: **Auther Certifikate** No 36881
- 8./ R. B. DYULGEROVA, D. Z. ZECHEV: **Spectroscopy Letters** 12 (9) 615
(1979)
- 9./ PAPP L., RÁCZ L. XXIV. **MSZEV** 91. MISKOLC 1981.