

III SESJA NAUKOWA „FIZYKA W ZASTOSOWANIACH”

Stanisław Hałas
Jarosław Nowak
Tomasz Durakiewicz

STABILIZATOR NAPIĘCIA JAKO KONTROLER TEMPERATURY WŁÓKNA W SPEKTROMETRZE MAS ZE ŹRÓDŁEM TERMOEMISYJNYM

VOLTAGE STABILIZER AS A TEMPERATURE CONTROLLER IN THERMAL IONIZATION MASS SPECTROMETER

W pracy opisano zastosowanie prostego stabilizatora szeregowego napięcia do kontrolowania temperatury włókna, T_f w termoemisyjnym źródle jonów spektrometru masowego. Napięcie na włóknie, V_f jest mierzone za pomocą pary przewodów dołączonych wewnątrz źródła jonów równolegle do pary przewodów służących do grzania włókna. Pokazano, że wartość V_f jest wprost proporcjonalna do T_f w szerokim zakresie temperatur. Wartość T_f jest kontrolowana jedynie wartością napięcia referencyjnego, V_r , które może być wybierane ręcznie z dzielnika napięcia lub za pomocą komputera. Sygnały cyfrowe z komputera są transmitowane optoelektronicznie a następnie w kontrolerze temperatury są przetwarzane na sygnał analogowy. Opisane urządzenie jest stosowane w spektrometrze mas służącym do analizy zawartości potasu metodą rozcieńczenia izotopowego.

We describe the use of a simple voltage stabilizer that controls filament temperature, T_f in the ion source of a thermal ionization mass spectrometer (TIMS). The filament voltage, V_f is measured by means of a separate pair of wires connected inside of the ion source in parallel to the wires supplying power. It has been demonstrated that V_f is directly proportional to T_f in a wide range of filament temperature. The T_f value is solely controlled by the reference voltage, V_r , which can be manually selected from a voltage divider or by means of a computer. Digital signals from the computer in form of series of pulses are transmitted opto-electronically and subsequently converted to the analog signals. The temperature controller described here is successfully applied for analysis of potassium concentration by the isotope dilution method.

1. Wstęp

Spektrometr mas z termoemisyjnym źródłem jonów (TIMS) wymaga stosowania stabilizatora temperatury włókna, na którym zachodzi desorpcja i/lub jonizacja badanej próbki. Stosowany dotychczas w Pracowni Spektrometrii Mas Instytutu Fizyki UMCS

1. Introduction

A thermal ionization mass spectrometer (TIMS) requires a high quality controller of the filament temperature, T_f , on which proceeds desorption and/or ionization of sample. So far we used in Mass Spectrometry Laboratory the temperature controller [1] based

kontroler temperatury [1] był oparty na utrzymywaniu stałej rezystancji włókna za pomocą mostka Halasa-Kamińskiego [2]. Zmianę temperatury (rezystancji) włókna stanowiącego jedno z ramion mostka, osiągnano przez zmianę rezystancji w drugim jego ramieniu. Jednakże rezystancja rozżarzonego włókna jest dość niska, rzędu 1Ω , co utrudniało precyzyjną regulację temperatury włókna z powodu niedostępności niskoomowych rezystorów nastawnych.

W tej sytuacji ponownie rozważyliśmy inne sposoby utrzymywania stałej temperatury włókna umożliwiające łatwą jej regulację. Są to:

- 1) powszechnie stosowana metoda stabilizacji natężenia prądu włókna,
- 2) stabilizacja napięcia,
- 3) stabilizacja mocy.

Z dyskusji przedstawionej w pracy [1] wynika, że stabilizacja mocy wydzielonej przez włókno jest metodą konkurencyjną w stosunku do metody stabilizacji rezystancji. Jednakże zrezygnowaliśmy z niej z uwagi na konieczność stosowania szybkiego układu mnożącego do jego realizacji. Z kolei metoda (1) ma tę wadę, że temperatura włókna zależy silnie nieliniowo od natężenia prądu, nie wymaga jednak stosowania dwóch par przewodów gdyż próbkę natężenia prądu można pobrać w dowolnym punkcie włączając w szereg niewielką rezystancję. Mając do dyspozycji 4 przepusty w źródle jonów zdecydowaliśmy się na wariant (2), w którym jedną parą przewodów doprowadzamy moc a drugą parą mierzymy napięcie na końcach włókna.

2. Zależność temperatury włókna od napięcia

Rozkład temperatury krótkiego jednorodnego włókna metalowego charakteryzuje się płaskim maksimum na środku włókna i szybkim spadkiem (nie-
mal liniowym) przy jego końcach [3,4]. W termoemisyjnym źródle jonów interesuje nas temperatura środka włókna, gdzie nanosimy badaną próbkę, na ogół w postaci roztworu jakiejś soli. Ta temperatura zależy nie tylko od natężenia prądu płynącego przez włókno, lecz również od temperatury końców włókna, które są dospawane do metalowych szpilek o znacznie większym przekroju poprzecznym od przekroju włókna. W zależności od wymiarów szpilek i natężenia prądu grzania włókna temperatura w miejscach dołączeń włókna do szpilek jest znacznie wyższa od temperatury otoczenia. Tak więc uwzględnienie temperatury końców włókna jest niezbędne przy obliczaniu temperatury środka włókna metodami opisanymi w pracach [4,5].

on Halas-Kaminski bridge [2], which enables to keep filament resistance, R_p , constant. Adjustment of T_f was achieved by adjustment of resistance of one leg of the bridge in which the filament itself makes another leg. However, the resistance of hot filament is rather too low, of order of 1Ω , to be controlled by a variable resistor of similar resistance, such resistors are hardly accessible.

In this situation we have reconsidered other methods of filament temperature control, the adjustment of which would be easier than in the constant resistance method. Those are:

- 1) commonly used method of current stabilization,
- 2) filament voltage stabilization,
- 3) stabilization of power supplied to the filament.

It follows from the discussion in ref. [1] that stabilization of power dissipated by the filament is a competitive method to that of resistance stabilization. However we have ruled out this approach due to necessity of use of a fast multiplicative circuit. On the other hand method (1) has a serious drawback, namely the filament temperature depends highly nonlinearly on current intensity. Method (1) does not, however, require use of 2 pairs of leads because a sample of current intensity may be taken in any point of the power circuit by inserting of a small resistance. Having 4 free feedthroughs in our ion source, we have chosen method (2), in which one pair of leads supplies the power, while the filament voltage is tested by another pair.

2. Dependence of filament temperature on voltage

Temperature distribution along a short homogeneous filament is characterized by a flat maximum in the middle and a rapid drop (nearly linear) at ends of the filament. In the ion source of a TIMS the most important is the temperature of the filament center, the hottest spot where the investigated sample is usually placed as a little droplet of a salt solution. Filament center temperature depends not only on the current intensity, but it also depends on the temperature of filament ends, which are spot-welded to metal pins of significantly larger cross-section than that of the filament. The steady-state temperature of filament ends is significantly higher than room temperature. It depends on the current and pin size. The filament ends temperature has to be taken into account in calculation of filament center temperature by the methods described in papers [4,5].

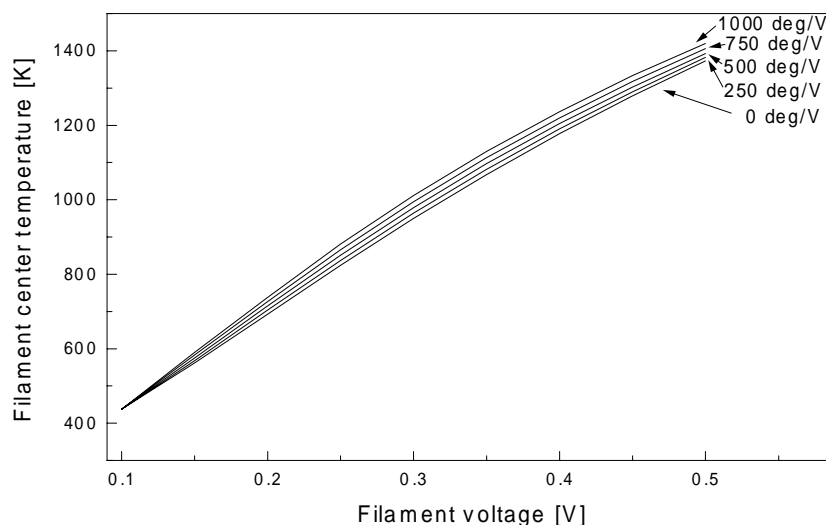
Na rys. 1 jest pokazana zależność temperatury środka włókna platynowego o wymiarach 0.05mm x 0.62mm x 12mm od napięcia na jego końcach. Właściwości platyny użyte do obliczeń są podane w tabeli 1. Krzywa dolna (0deg/V) jest obliczona dla stałej temperatury końców włókna, równej 300K. Dla pozostałych krzywych założono liniowy wzrost temperatury końców z napięciem na końcach włókna. Obserwacja zaniku świecenia włókna w próżni (T=950K) wskazuje, że badane włókno Pt najlepiej charakteryzuje krzywa 250deg/V. Zauważmy, że krzywe z rys. 1 mają niemal liniowy przebieg w zakresie do 1000K, stosowanym w analizie izotopowej potasu.

The dependence of filament center temperature on the voltage at its ends for a platinum ribbon 0.05mmx0.63mmx12mm is shown in Fig. 1. The physical properties of platinum that were used in the calculation are given in Table 1. The lowermost line (0deg/V) was calculated for a constant temperature of filament ends, equal 300K. For the remaining lines a linear increment of filament ends temperature with the voltage supplied to the ends was assumed. The observation of decay of light emitted by the platinum filament (T=950K) shows that the investigated Pt ribbon is best characterized by the curve 250 deg/V (Fig.1). Note that all curves in Fig. 1 do not significantly deviate from a straight line in the range up to 1000K, used in potassium analysis.

Tab. 1. Wybrane własności platyny użyte do obliczeń

Tab. 1. Selected physical properties of platinum used in calculations

| | |
|--|---|
| Gęstość/density | $\delta=21.090 \cdot 10^3$ kg/m ³ |
| Zdolność emisyjna/total emissivity | $\epsilon=(22/30) \cdot (0.064/375) \cdot T$ |
| Opór właściwy/resistivity | $\rho=0.03654 \cdot T \cdot 10^{-8}$ $\Omega \cdot m$ |
| Przewodnictwo cieplne/thermal conductivity | $\lambda=80.6262-0.04735 \cdot T+(7.36519 \cdot 10^{-5}) \cdot T^2-(3.36416 \cdot 10^{-8}) \cdot T^3+(5.5132 \cdot 10^{-12}) \cdot T^4$ W/(m*K) |
| Ciepło właściwe/ specific heat | $c=122.1626+0.03301 \cdot T$ J/(kg*K) |



Rys. 1. Zależność temperatury środka włókna od napięciach na jego końcach przy różnych przyrostach temperatury końców na 1 volt tego napięcia

Fig. 1. Relationship between filament center temperature and filament voltage for various filament ends temperature increments per 1 volt

3. Opis układu

Sercem całego zasilacza jest wzmacniacz operacyjny MA741 pracujący w pętli ujemnego sprzężenia zwrotnego. Napięcie odniesienia może być zadawane drogą cyfrową poprzez przetwornik cyfrowo-analogowy (AD7243), bądź też ręcznie, za pomocą poten-

3. Circuit description

The MA741 operational amplifier working in the negative feedback loop configuration constitutes the core of our circuit. Reference voltage may be set either digitally by use of the digital-to-analog converter (AD7243) or manually by use of the

cyjometru. Wszelkie odchylenia napięcia na włóknie od wartości zadanej są niwelowane przez układ sprzężenia zwrotnego dzięki czemu osiąga się stabilizację temperatury włókna. Istotną innowacją w tym układzie jest to iż napięcie na włóknie mierzymy osobną parą przewodów, dzięki czemu zmiany rezystancji przewodów grzewczych nie zakłócają pomiaru napięcia na końcach włókna. Sygnał opuszczający wzmacniacz MA741 służy do wysterowania układu Darlingtona zbudowanego na tranzystorach 2N3055 oraz BD439N. Układ ten steruje wartością natężenia prądu przepływającego przez włókno a co za tym idzie i jego temperaturą. Ponieważ jony muszą być uformowane w wiązkę, do włókna a więc i do całego obwodu zasilania przyłożony jest potencjał 2 kV.

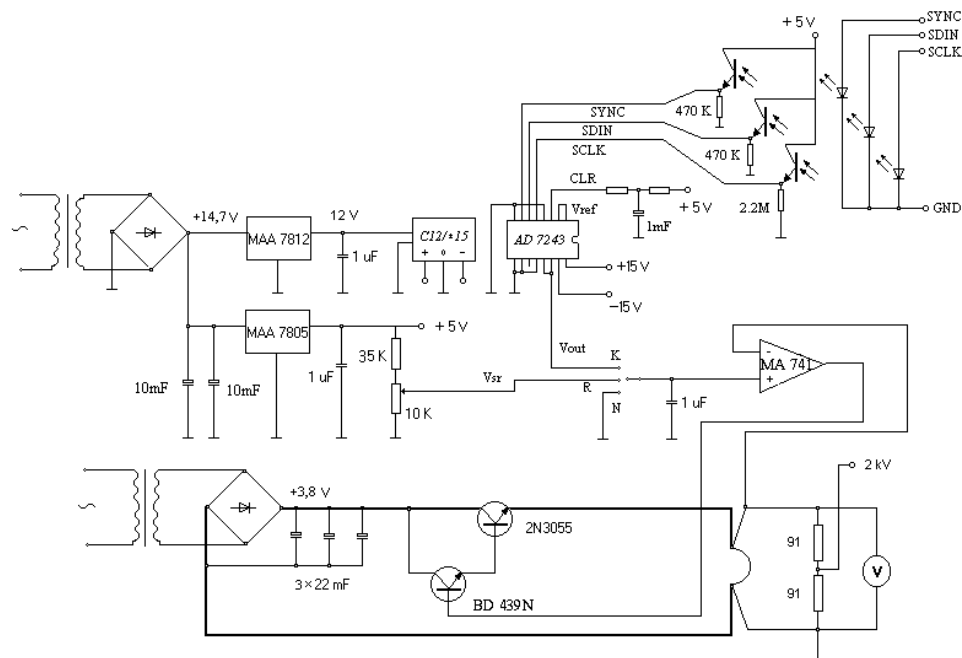
Z uwagi na pracę źródła na wysokim potencjale konieczna stała się konstrukcja przekaźnika optycznego trójkanałowego pomiędzy komputerem sterującym a przetwornikiem cyfrowo-analogowym w zasilaczu. W ten sposób komputer sterujący zabezpieczony został przed przebiciem wysokiego napięcia. Pozostałe elementy widoczne na schemacie służą do niwelacji efektów związanych z przełączaniem pomiędzy sposobem sterowania ręcznym a komputerowym oraz minimalizują możliwość spalenia katody podczas włączania zasilacza.

Widoczny na schemacie woltmierz umożliwi wizualną kontrolę temperatury włókna. Związane jest to z faktem istnienia proporcjonalności między napięciem na włóknie i jego temperaturą (rys.1). Wolt-

potentiometer. All the fluctuations of the filament voltage are minimized by the negative feedback loop what allows for the temperature stabilization of the filament. Important innovation here is use of a separate pair of wires to measure the filament voltage. Thanks to this approach (four - pole method) the resistance variations of filament power supply wires do not affect the measurement. Output signal of the MA741 is used to drive the Darlington circuit comprising the 2N3055 and BD439N transistors. This circuit is used to regulate the filament current and therefore - its temperature. Since ions have to be formed into a beam, the filament and the whole supply circuit is fixed on the 2kV potential versus ground.

Because of the high potential of the source it was necessary to construct the three channel optical relay between the master computer and slave digital-to-analog converter in the filament power supply. This way the master computer is protected against high voltage. The remaining components identified on the schematic diagram are used to allow smooth switching between the computer and manual steering, and to protect the filament against burning during power-on of the supply.

The voltmeter indicated on the schematic diagram enables the visual control of the filament temperature. This is possible because the temperature-voltage characteristics of the filament are almost linear, as shown in Fig.1. The voltmeter was cali-



Rys. 2. Schemat stabilizatora temperatury włókna do termoemisyjnego źródła jonów spektrometru mas
 Fig. 2. Schematic diagram of filament temperature controller in TIMS

mierz został wyskalowany w jednostkach temperatury, co w konsekwencji daje operatorowi natychmiastową informację o stanie włókna.

4. Wyniki i dyskusja

Opisany kontroler temperatury z powodzeniem jest stosowany w analizie pierwiastkowej potasu metodą rozcieńczenia izotopowego [6]. W metodzie tej analiza zawartości pierwiastka sprowadza się do analizy izotopowej, która może być prowadzona z wysoką dokładnością. Przykład serii widm masowych potasu z domieszką izotopu ^{41}K jest pokazany na rys. 3. Z uśrednionego stosunku izotopowego $^{39}\text{K}/^{41}\text{K}$ (typowo z 10 widm) uzyskuje się wynik, którym jest zawartość procentowa potasu z niepewnością względną około 0.5%. Jest to wartość kilka razy niższa od niepewności wyników uzyskiwanych metodą fotometrii płomieniowej. Wspomniana wyżej niepewność pomiarów w przypadku potasu wynika głównie z frakcjonowania izotopów podczas programowanego wygrzewania próbki w tempie 200 deg/h jak też podczas skanowania widm masowych, a nie z szumów wynikających z niedostatecznej stabilizacji temperatury włókna.



Rys. 3. Przykład serii widm masowych potasu z domieszką izotopu ^{41}K .

Fig. 3. A series mass spectra of potassium with admixture of ^{41}K isotope

Po przeanalizowaniu wielu próbek przy zastosowaniu opisanego stabilizatora temperatury stwierdzamy, że obserwowany niewielki dryft prądów jonowych, może być spowodowany nie tylko wyparowywaniem próbki, lecz także powolnymi zmianami temperatury włókna, pomimo utrzymywania stałego napięcia na zaciskach pomiarowych. Zaciski te znajdują się w masywnych kostkach ze stali kwasoodpornej, do których są również dołączone przewody grzewcze. Zatem napięcie stabilizowane przez układ jest równe spadkowi potencjału na włóknie plus spadki potencjału wzdłuż szpilek (od końców włókna do kostek, w których są dokręcone szpilki). To dodatkowe niepożądane napięcie jest jednak zauważalnie niższe od napięcia na włóknie i można je zmniejszyć stosując grubsze szpilki. W naszym źródle jonów stosujemy szpilki kowarowe o wymiarach $\Phi 1\text{mm}$ i $L=30\text{mm}$. W tym przypadku spadek potencjału na szpilce przy

brated directly in temperature units what allows the operator immediate information on the filament status.

4. Results and discussion

The circuit described in the previous section has been employed to elemental analysis of potassium by the isotope dilution method [6]. In this method the chemical analysis is reduced to the isotope analysis of an element, the last can be done with enhanced precision. An example of series of potassium mass spectra is shown in Fig. 3. It may be seen that the ion current is very stable. Usually we took 10 spectra to average the $^{39}\text{K}/^{41}\text{K}$ ratio. The potassium content calculated from this ratio has relative uncertainty of about 0.5 percent, which is several times lower than that obtained by flame photometry. It should be emphasized that the mentioned uncertainty results not from the ion current noise, but predominantly from isotope fractionation during programmed sample heating with rate 200 deg/h and during scanning of mass spectra.

In analysis of numerous samples with use of this temperature controller we have noticed a small drift (increase) of the ion current, which may result not only from surface phenomena in the course of sample evaporation but also from the slow temperature change, though the measured voltage is kept constant. This is due to source design for the purpose of frequent replacement of the filament: the pins supporting of the filament and the two pairs of the wires are tightly connected by separate screws to rather massive endpieces made of stainless steel. It follows from this design that the extra voltage from the pins is added to the filament voltage. This undesired voltage is, however, significantly lower than that between filament ends. Moreover it can be significantly reduced by use of thicker pins. In our source we use covar pins of 1.0 mm diameter and 30mm long. In this case the voltage along the pin was about 0.05V, whereas it was 0.32V

$T=950\text{K}$ wynosi około 0.05V , podczas gdy na samym włóknie wynosi 0.32V . Wynik ten uzyskano stosując dodatkową parę cienkich drutów Pt dołączonych bezpośrednio do końców włókna, ustawiając napięcie żarzenia włókna, przy którym pojawia się/zanika świecenie.

5. Wniosek

Opisany kontroler temperatury znakomicie nadaje się do termoemisyjnego źródła jonów z pojedynczym włókniem, w którym możemy sobie pozwolić na zainstalowanie 2 par przewodów, z których jedna para służy do doprowadzenia mocy a druga para do pomiaru napięcia na włóknie. Ze względu na konieczność częstej wymiany włókna kontrolowane i mierzone jest sumaryczne napięcie na włóknie i szpilkach. To napięcie jest jednak wprost proporcjonalne do temperatury środka włókna w szerokim zakresie temperatur. Dlatego woltomierz analogowy służący do jego pomiaru łatwo jest wykalibrować w jednostkach temperatury. Zaletami tego typu kontrolera są:

- 1) prostota konstrukcji układu elektronicznego,
- 2) liniowa zależność temperatury od napięcia odniesienia.

Do niedostatków można zaliczyć konieczność stosowania 4 przepustów zamiast 2, jak to ma miejsce w przypadku użycia stabilizatora natężenia prądu.

References

- [1] Halas S., Durakiewicz T.: *Filament temperature stabilizer for a thermal ionization mass spectrometer*, Int. J. Mass Spectrom. Ion Processes 181 (1998) 167-171.
- [2] Halas S., Kamiński A, Patent No. PL166713B1, 1995
- [3] Langmuir I., Taylor J.B.: *The heat conductivity of tungsten and the cooling effect of leads upon filaments at low temperatures*, Phys. Rev. 50 (1936) 68-87.
- [4] Hałas S., Durakiewicz T.: *Temperature distribution along a metal filament heated in vacuum by DC current*. Vacuum 46 (1998) 331-336.
- [5] Durakiewicz T., Hałas S.: *Computation of time-dependent temperature distribution along a filament heated in vacuo by electric pulses*, J. Vac. Sci. Technol. A 16 (1998) 194-199.
- [6] Halas S. *Analiza pierwiastkowa metodą rozcieńczenia izotopowego na przykładzie określenia zawartości potasu w minerałach datowanych metodą K/Ar*, Elektronika (2001), in press.

between filament ends. This result was found (by use of additional pair of thin Pt wires directly connected to the filament ends) for $T=950\text{K}$ of filament center, at which the light emitted by filament appeared/decayed.

5. Conclusion

We have proven that the filament temperature controller described here is suitable for a single filament TIMS, the source of which has sufficient number of feedthroughs. The separate pair of leads for filament voltage testing has to be installed. Due to necessity of frequent filament replacement the total voltage on the filament and both pins is tested. However, both voltages are directly proportional to filament center temperature in a wide range. Therefore an analog voltmeter can be easily calibrated in temperature units. Important advantages of this controller are:

- 1) simplicity of circuit,
- 2) linear dependence of temperature on reference voltage.

As an drawback one can account necessity of use 4 feedthroughs instead of 2 as it is in the case of current stabilizer.

Prof. dr hab. Stanisław Hałas

Jarosław Nowak

Dr Tomasz Durakiewicz

Instytut Fizyki UMCS

Pl. Marii Curie-Skłodowskiej 1

20-031 Lublin

e-mail: halas@tytan.umcs.lublin.pl
