

KUADRUPOL KÜTLE SPEKTROMETRESİ ve KARARLILIK ÖLÇÜMLERİ

Alper ELKATMIŞ*
Rıfat KANGİ

TÜBİTAK Ulusal Metroloji Enstitüsü, P.K: 54 41470 Gebze/KOCAELİ
Tel: 262 679 50 00
E-mail* alper.elkatmis@tubitak.gov.tr

ÖZET

Artık Gaz Analizörleri (RGA-Residual Gas Analyzer) 1960'larda kullanılmaya başlanmıştır. RGA çeşitlerinden biri olan Kuadrupol Kütle Spektrometre (QMS-Quadrupole Mass Spectrometer), çelik işleme, ilaç üretimi, gaz karışım ve saf gaz dolumu, nükleer yakıt üretimi gibi endüstriyel alanların yanı sıra, parçacık hızlandırıcıları, yüksek vakum deneyleri gibi bilimsel çalışmalarda da yaygın olarak kullanılmaktadır. Kısmi gaz basıncı ölçümleri, vakum hacimlerinde gaz saflığının belirlenmesi ve vakum şartlarının gözlemlenmesi, gaz salınım oranı (outgassing rate) belirleme, proses işleme ve kontrolü kullanım amaçlarına örnek olarak gösterilebilir [1,3].

QMS, fiziksel parametreleri ve kullanım şartlarına bağlı olarak performansında değişiklik gösteren cihazlardır. Kullanımda bu hususlara gereken önem verilmediğinde yüksek ölçüm hataları ile karşılaşılabilir. Bu bildiride ilk olarak, QMS'in çalışma prensibi anlatılarak kullanım amacı, ölçümlerin önemi ve cihazın kararlılığındaki problemler vurgulanacaktır. UME Vakum Laboratuvarı'nda kullanılan QMS tanıtılacak ve farklı gazlar için değişiklik gösteren QMS hassasiyetinin zaman içerisindeki kararlılık ölçümleri sunulacaktır. Cihaz kullanıcıları için ölçüm güvenirliliğinin artırılmasına yönelik bazı tavsiyelerde bulunulacaktır.

Anahtar kelimeler: Artık Gaz Analizörü, Kuadrupol Kütle Spektrometre (QMS), Hassasiyet, Kararlılık

TANIMLAR [2]:

Algılayıcı: Algılayıcı (Detektör), iyon demetini elektriksel sinyale dönüştüren kütle spektrometresinin bir kısmıdır.

Çözünürlük: Filtrenin birbirine yakın kütleleri ayırt edebilme yeteneğidir. Pik kütle değerinin pik maksimumunun %10 veya %50 yüksekliğindeki pik genişliğine bölünmesi ile belirlenir.

Elektron Enerjisi: İyon kaynağındaki iyonlaştırıcı elektronların elektron volt (eV) birimi cinsinden ifade edilen kinetik enerjisidir. Yaklaşık olarak filamanın besleme gerilimi ile anot gerilimi arasındaki fark ile elektron yükü çarpımına eşittir.

Elektron Çoğaltıcı: Kütle spektrometresinin hassasiyetini arttırmak için kullanılan yükselticidir. Yüksek gerilim uygulandığında pozitif iyonların çoğaltıcıya hızlandırılması ile gelen her iyon başına çıkışta çok fazla sayıda elektronun salınmasına sebep olur.

Emisyon Akımı: Isıtılmış filamandan yayılan elektron akımıdır.

Fragmentasyon Faktörü: Belirli kütlede sahip bir maddeden üretilen toplam iyonların kesri olarak tanımlanabilir. Bu maddeden üretilmiş tüm iyonların fragmentasyon faktörleri toplamı birdir.

Hassasiyet: Kütle spektrometresinin hassasiyeti, belirli bir gazın belirli bir kütledeki iyon akımının o gazın kısmi basıncına oranıdır.

İletim Faktörü: Filtrenin çıkışında algılanan iyon akımının, aynı kütledeki iyon kaynağından filtreye giriş kısmındaki iyon akımına oranı olarak ifade edilir.

İyon Enerjisi: İyon demeti ile ilişkili elektron volt (eV) birimi cinsinden ifade edilen kinetik enerjidir. İyon demetinin hızlandırıldığı (ya da yavaşlatıldığı) yol boyunca oluşturulan gerilim farkı ile iyon yükü çarpımına eşittir. Kuadropol kütle spektrometrelerinde ise özel olarak kütle filtreleme eksenini boyunca ilerleyen iyonların kinetik enerjisidir ve yaklaşık olarak anod gerilimi ile kuadropol merkez gerilimi arasındaki fark ile iyon yükü çarpımına eşittir.

İyon Kaynağı: Kütle spektrometrelerinde, nötral gaz moleküllerinin veya atomların elektron bombardımanı ile iyonize edildiği kısımdır.

Kısmi Basınç: Gaz karışımındaki bir kimyasal bileşenin oluşturduğu basınçtır. Kısmi basınçların toplamı toplam basıncı oluşturur.

Lineerite: İyon akımı ile bu akıma sebebiyet veren kısmi veya toplam basınç arasındaki matematiksel ilişkidir.

Toplam Basınç: Gaz moleküllerinin içerisinde bulunduğu hacmin duvarlarına birim alan başına uyguladığı kuvvettir.

1. GİRİŞ:

Vakum sistemlerinde detaylı bilgi edinilmesi istendiğinde mutlaka kısmi basınç bilgisine sahip olmamız gerekir. İyon ölçerler ile yapılan toplam basınç ölçümlerinde Nitrojen dengi basınç okumaları elde edilir ve tüm gazların nitrojen gibi aynı iyonlaşma olasılığına sahip olduğu varsayımına dayanır. Oysa ki gazların iyonlaşma olasılıkları farklıdır. Örneğin, helyum gazının iyonlaşma olasılığı nitrojeninkine göre 6,5 kat daha küçüktür. Bu sebeple vakum sistemlerindeki toplam basınç ölçümleri, içerilerindeki gazların doğası ve bulunma oranlarının bilinmediği ölçüde belirsizliğini korur. Gaz basınçlarının bilinmesi gerekliliği de bu sebeple ortaya çıkmaktadır.

Vakum sistemlerinde kısmi basınç ölçümleri genellikle kütle spektrometreleri ile gerçekleştirilir. Bilinen en genel tipi ise 1958'de kullanıma geçen Kuadropol Kütle Spektrometresi'dir. İlk yıllarda vakum bilim adamları tarafından endüstriyel uygulamalardaki vakum sistemlerinde daha çok teşhis amaçlı kullanılan QMS'ler, sonraki yıllarda gaz analizleri, yüzey bilimi, plazma çalışmaları gibi kısmi basınç ölçümlerinin gerekli olduğu uygulamalarda kendisini göstermiştir. Günümüzde ise QMS cihazları çevresel ve biyolojik araştırmalar için analitik sistemlere entegre edilmişlerdir. Bu cihazların standart cihazlara göre en belirgin üstünlükleri düşük algılama limitleri ve oldukça düşük gaz salınım oranlarıdır [1,2].

Kısmi basınç ölçer kütle spektrometreleri de aynı zamanda iyonizasyon vakum ölçerlerdir. İlave olarak, algılanmadan önce kütle/yük oranlarına göre çeşitli tip iyonları ayırıştırırlar. Bu bağlamda, bir sonraki bölümde iyonlaşma, filtreleme ve algılama kısımları aktarılacaktır.

2. QMS ÇALIŞMA PRENSİBİ:

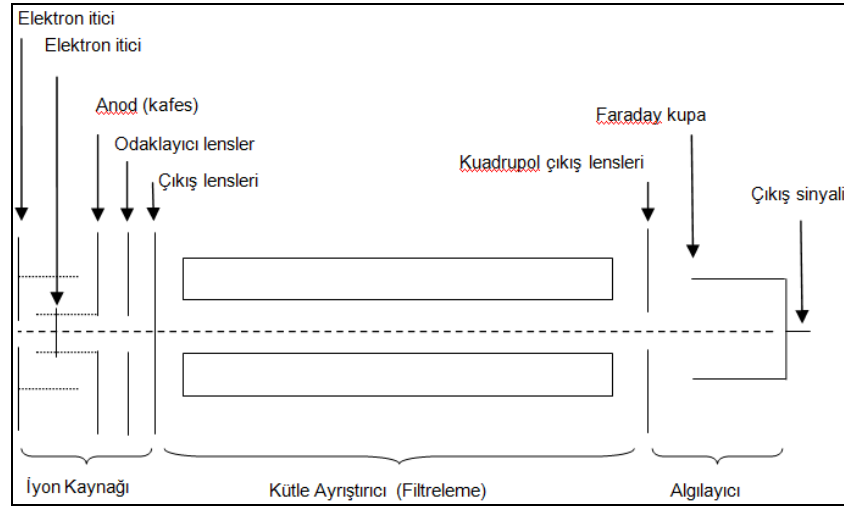
QMS cihazı üç ana bölümden oluşmaktadır: İyon kaynağı, kütle ayırıştırma (filtreleme) ve iyon algılayıcı.

2.1. İyon Kaynağı:

QMS'in çalışması, parçacıkların cihaz içerisinde m/e (kütle/yük) oranına göre elektrik alan etkisi altında ayrışması prensibine dayanır. Dolayısıyla ilk olarak nötral atomların ya da moleküllerin iyonize edilmeleri gerekir. En bilinen yöntem "elektron etki" iyonizasyonudur. Bu yöntemde DC akım ile ısıtılmış filamandan yayılan elektronlar anoda doğru hızlandıklarında gelen gaz moleküllerini bombardıman ederler ve elektriksel yük kazandırır. İyonize edilmiş moleküller bu haliyle elektrik alanlar ile yönlendirilebilirler. Yüksek çalışma sıcaklığında oksijenle reaksiyona girmesinden dolayı tungsten yerine genellikle iridyum filamanlar tercih edilir. QMS'in genel yapısı Şekil 1'de verilmektedir. Anoda bağlı açık örgülü yapıdaki iyon kafesi gaz moleküllerinin akışını kolaylaştırmak için

tasarlanmıştır. Yine açık örgü yapısındaki anot potansiyeli elektron iticiye göre pozitifdir. Filamanın gerilimi ise bu iki elektrotun arasında bir değerde tutulur. Filaman ile anot arasındaki gerilim farkı yayılan elektronların, elektron enerjisi olarak da bilinen kinetik enerjilerini belirler. Kafes içerisinde oluşturulan iyonlar “ekstraktör” olarak bilinen odaklama lens potansiyeli ile çekilir ve demet haline getirilirler. Anoda göre negatif gerilime sahip odaklama lensleri aynı zamanda iyon demetini yine negatif gerilime sahip çıkış lenslerindeki deliklere odaklarlar. Bu haliyle iyonların bir kısmı ayrışma bölümüne geçiş yapar.

İyonlaşma, söz konusu atom ya da molekülün yapısına ve elektron enerjisine bağlıdır. İyonlaşma işlemi, iyonlaşma potansiyeli olarak tariflenen minimum elektron enerji seviyesinde başlar, üretilen iyonların sayısı artan enerjiyle hızla artar ve 50-150 eV aralığında maksimum değere ulaşır. Enerji artışı ile iyonlaşmada yavaşça bir azalma gözlemlenir. Kısmi basınç ölçerin hassasiyeti gaz tipine ve özellikle elektron enerjisi olmak üzere cihazın parametre ayarlarına bağlıdır [2-5].

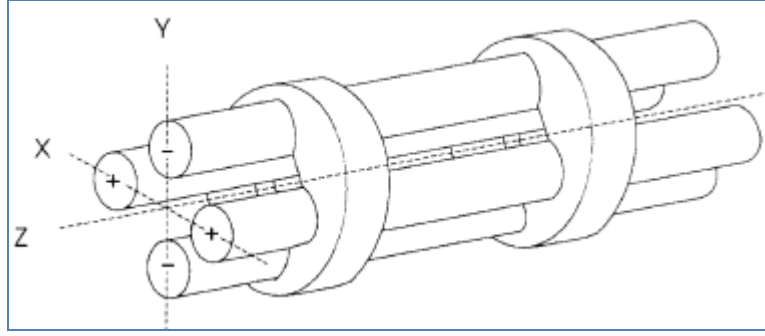


Şekil 1. QMS genel yapısı [2]

2.2. Kütle Ayırıştırma (Filtreleme):

İyon kaynağında üretilen iyonlar, yüksek frekanslı elektrik alan içerisindeki alana birkaç elektron volt enerji ile süpürülürler. Bu alan içerisinde sadece tanımlanmış kütle/yük oranına sahip iyonlar kararlı yörünge takip ederek çıkış yaparlar. Kütle taraması, uygulanan doğru ve alternatif gerilimlerin arttırılması ile gerçekleştirilir. Filtreleme işlemi için kararlı RF frekansı gereklidir ve içerisindeki küçük dielektrik parçacıklar ve kaplamalar gibi safsızlıklar cihazın performansını olumsuz olarak doğrudan etkileyici unsurlardır.

W.Paul tarafından tasarlanan kuadrupol kütle filtresindeki ayrışma, kare dizininde yerleştirilmiş idealde hiperbolik olarak şekillendirilmiş dört adet paralel silindirik çubuk elektrotlar ile sağlanan yüksek frekanslı elektrik alanda sağlanır (Şekil 2). Elektrotlar arasındaki gerilim, yüksek frekanslı değişen bileşen ve üzerine bindirilmiş doğru gerilim bileşeni kombinasyonundan oluşur. RF frekansı ve genliği kütleyi, RF/DC oranı ise filtre seçiciliğini belirler. Alan eksenini boyunca ilerleyen iyonlar, yüksek frekanslı elektrik alan sebebiyle eksene dik açılarda salınım yaparlar ve bazı iyonlar bu yoldan geçerlerken diğerleri elektrotlara çarparak nötrale olur ve gaz olarak boşaltılırlar. Dizinin merkezi ile en yakın elektrot yüzeyi arasındaki mesafe r_0 , “kuadrupol yarıçapı” olarak bilinir. Karşılıklı elektrotlar elektriksel olarak bağlıdır. İyonlar, kutuplar arasındaki alanda elektrotların uzunlukları boyunca yönlendirilirler ve elektrotlara uygulanan gerilimlerin sonucu oluşan yanıl kuvvetler aracılığıyla kütle/yük oranına göre ayrıştırılırlar.



Şekil 2. QMS kütle ayrıştırıcısı [1]

Kararlı yörüngeyi takip edip algılanan iyonların hareket denklemleri "Mathieu diferansiyel eşitlikleri" ile tanımlanır ve söz konusu salınımların genliklerinin herhangi bir zaman aralığı için sınırlı olması durumunda "kararlı", sürekli artan genlikle karakterize edilmesi durumunda ise "kararsız" çözümlere sahip olurlar. Kararlı bölge iki parametre ile karakterize edilir: $a = 4eU/mr_0^2\omega^2$ ve $q = 2eV/mr_0^2\omega^2$ ve operasyonel parametreler olarak tanımlanırlar. Burada $\omega = 2\pi f$ açısal frekans (rad/s) olarak tanımlanır. V, U, ω ve r_0 parametreleri verildiğinde sadece belirli kütle numarasına sahip ya da belirli kütle numarası aralığındaki iyonlar alan içerisinde geçerek algılayıcıya ulaşırlar ve salınım genlikleri belirli bir değerde r_0 'dan küçük olarak kalırlar. Diğer tüm iyonlar elektrotlara çarparak daha sonrasında gaz olarak dışarıya alınırlar [2-5].

Ayrıştırıcıda iyonlara uygulanan gerilimler matematiksel olarak şu şekilde ifade edilirler:

$$X = V \cdot \cos(2\pi ft) + U \quad (\text{Volt}) \quad (1)$$

$$Y = V \cdot \cos(2\pi ft + \pi) - U \quad (\text{Volt}) \quad (2)$$

Burada V; RF genliği (Volt), f; RF frekansı (MHz), t; zaman (s), U; DC gerilimi (Volt) ifade eder. RF bileşeni düşük kütle filtresi gibi çalışır. Düşük kütleli iyonlar gittikçe artan genlikle salınım yaparak yolculukları boyunca elektrotlardan bir tanesine çarparak nötralize olurlar. Diğer yandan, yüksek kütleli iyonlar ise bu bileşen tarafından kuvadrupol eksenini boyunca (z-ekseni) odaklanırlar. DC bileşeni ise RF bileşeninin merkeze odaklama etkisinin aksine, iyon demetinden yüksek kütleli iyonları negatif elektrotlara doğru sapıtırmak için devreye girer. Uygun DC/RF oranının seçilmesi ile filtreleme işlemi çalışır.

Filtreden geçen iyonların kütle sayıları RF genliği, RF frekansı ve kuvadrupol yarı çapı ile belirlenir:

$$V = 14.438mf^2r_0^2 \quad (\text{Volt}) \quad (3)$$

Burada, V; RF genliği (Volt), m; elektron yük başına iyon kütle numarası (amu), f; RF frekansı (MHz), r_0 ; kuvadrupol yarıçapı (cm)'dir. Kütle spektrumunun frekansının sabit tutulması durumunda RF genliğinin DC gerilimi ile süpürülmesi ile elde edilebileceği görülmektedir [2-5].

2.3. Algılama:

m/e oranlarına göre filtrelenmiş iyonlar elektriksel olarak algılanırlar. Algılama yöntemleri istenen hassasiyet ve ölçüm hızına bağlı olarak değişiklik gösterir. Filtre çıkışında ölçülen doğrudan iyon akımıdır ve ölçülmesi için uygulamaya bağlı olarak çeşitli yöntemler söz konusudur. İyon algılayıcısı, kuvadrupol çıkış lensleri ve algılayıcının kendisinden oluşur. İyonları algılayıcıya odaklayan çıkış lensi anoda göre genel olarak negatif gerilime sahiptir. Bu amaçla Faraday Kabı (FC-Faraday Cup) veya İkincil Elektron Çoğaltıcılar (SEM-Secondary Electron Multiplier) veya ikisi birlikte kullanılır. Düşük algılama limiti, hızlı ölçüm gerektiren prosesler veya yüksek hassasiyet ihtiyacı durumunda iyon akımı yükselteçleri olarak 100 milyon kat kadar yükseltme sağlayan SEM'ler kullanılır.

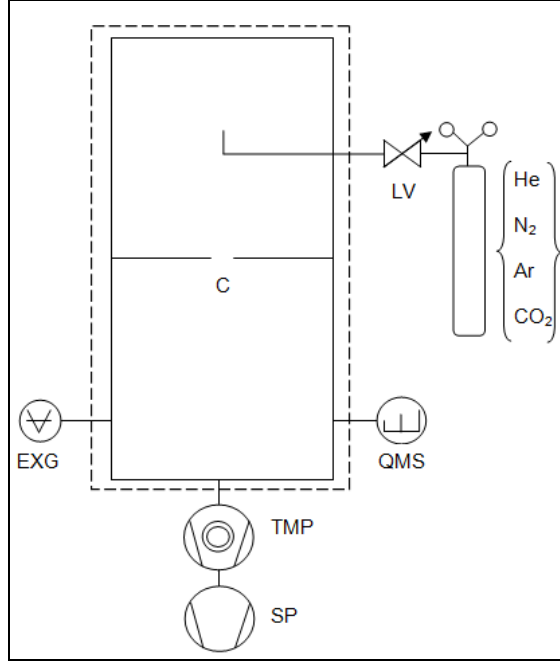
Metal plaka veya kupa şeklinde elektrot olan Faraday kapta, toplayıcıya çarpan iyonlar nötralize olarak yüklerini bırakırlar ve iyon akımıyla orantılı akım-gerilim dönüştürücüsü ile çıkış sinyali verirler. SEM ise hassasiyeti arttırmaya yönelik olarak yükselteç görevi görür. Algılanacak iyonlar SEM girişine doğru birkaç kilo-elektron-volt değerlerine kadar negatif gerilim ile hızlandırılarak (genellikle -1,0 kV veya fazlası) çoğaltıcı plakalara çarparlar ve ikincil elektronları açığa çıkarırlar. Bu elektronlar, diğer elektronların açığa çıkmasına sebep olacak daha yüksek pozitif gerilimdeki ikincil yüzeye hızlandırılırlar. Çoğaltıcı çıkışından elektron sinyali ortaya çıkıncaya kadar bu işlem devam eder ve Faraday kap üzerinde toplanırlar. Elektron çıkış akımının gelen iyon akımına oranı SEM kazancı olarak tanımlanır ve genel olarak SEM tipine, girişine uygulanan gerilime, SEM boyunca uygulanan gerilime ve daha az ölçüde kütleye ve gelen iyonun kimyasal yapısına bağlıdır. SEM algılayıcısının en önemli avantajı yüksek hassasiyete sahip olmasıdır. 2×10^{-4} Amper/Torr hassasiyete sahip tipik bir FC ile algılanabilecek minimum kısmi basınç $6,7 \times 10^{-10}$ Pa iken, SEM ile bu basınç $2,7 \times 10^{-12}$ Pa'a kadar düşebilmektedir (bu değerler modele göre değişiklik gösterir). Bu haliyle, 10^4 ile 10^8 arasında değişen oldukça yüksek akım kazancı elde etmek mümkündür ancak daha az kararlıdır. Bunun kullanımının da nicel değerlendirme için belirsizliği yükselten bazı dezavantajları vardır. Her çoğaltıcı plakalarda iyon başına açığa çıkan elektron sayısı sadece iyon kütlesi ve tipine bağlı değil, aynı zamanda iyon enerjisine de bağlıdır ve gelen iyonun enerjisi yaklaşık olarak SEM'in işleme gerilimine karşılık gelir ve dönüştürme oranında belirli oranda azalmaya neden olur. Bir diğer etki de ikincil elektronları açığa çıkaran yüzey durumunun zamanla değişme durumudur.

Algılama neticede istatistiksel bir işlemdir ve bu işlemde kaynaklanan hatayı azaltmak, ölçüm zamanının uzun tutulması veya hassasiyetin artırılması ile sağlanabilir. Algılamayı ve ölçüm doğruluğunu sınırlayan diğer faktörler ise arka plan yoğunluğu (yumuşak X-ray, foton gibi) veya yüksek toplam basınçlardaki saçılmalardan kaynaklanabilecek istenmeyen kütle geçişleridir [2-5].

3. UME KUADRUPOL KÜTLE SPEKTROMETRESİ:

UME Vakum Laboratuvar'ında, harici bilgisayar ve özel yazılımı ile birlikte kullanılan INFICON marka Transpector2 model kuadrupol kütle spektroskopisi (1-200 amu), Dinamik Vakum Sistemi ikili hacim üzerinde kullanılmaktadır. Sistemin QMS bağlantısını gösteren kısmının şematik diyagramı Şekil 3'de verilmektedir. Yüksek vakumda ($6,7 \times 10^{-2}$ Pa aşağısı) kullanılan spektrometre, elektronik ünitesi ve yazılım olmak üzere üç ana kısımdan oluşmaktadır.

Spektrometre, yukarıda çalışma prensipleri anlatılan iyon kaynağı, filtre ve iyon algılayıcısından oluşmaktadır. Burada algılayıcı olarak Kanal Elektron Çoğaltıcı/Faraday Kap (Channel Electron CEM/FC) kombinasyonundan oluşan algılayıcı kullanılmaktadır. Avantajı, her iki algılayıcının bir ünite içerisinde toplanmasıdır. Yukarıda tanımlanan geleneksel tip bakır-berilyum alaşımı ayrıkt elektrot yapısının aksine süreklilik arz eden ve bir çeşit cam olan tek parça elektrot yapısından oluşan CEM atmosfere maruz bırakıldığında diğer tipin aksine performansında azalma gözlenmez. Ömrünü uzun tutmak için ayrıkt tip elektrotları vakum altında tutmak gerekir. Belirli bir sürenin üzerinde atmosfere maruz bırakıldığında ise maksimum elde dileyebilir kazancında belirgin bir azalma söz konusu olur. CEM kullanımının da maksimum çalışma sıcaklığının 150 °C olması gibi bazı dezavantajları vardır. Kararlı hale gelmesi için yüksek voltaj değişiminden sonra biraz daha uzun zamana ihtiyaç duyarlar.



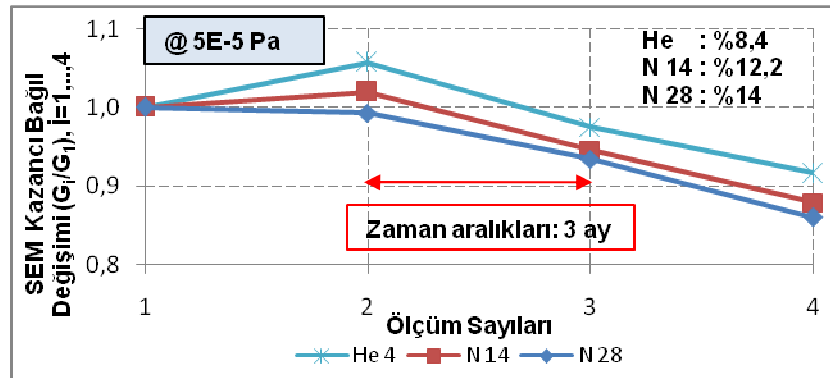
Şekil 3. UME Kuadrupol Kütle Spektrometresi Yerleşimi Şematik Gösterimi (EXG: Ekstraktör Ölçer, TMP: Turbomoleküler Pompa, SP: Scroll pompa, LV: Sızıntı Vanası, C: İletkenlik (orifis))

4. KARARLILIK ÖLÇÜMLERİ

Kütle spektrometresinin hassasiyeti, belirli bir gazın belirli bir kütledeki iyon akımının o gazın kısmi basıncına oranı olarak tanımlanır. Zaman içerisindeki hassasiyet ölçümleri kullanılarak SEM kazancı değişimi belirli basınç değerinde ölçülmüş ve cihazın kararlılık ölçümleri alınmıştır. Şekil 4'de farklı gazlar için (Helyum ve Nitrojen) 5×10^{-5} Pa basınç değerindeki SEM kazancının üçer aylık zaman aralıklarıyla değişimleri verilmektedir. Burada SEM kazancı (G), SEM hassasiyetinin Faraday hassasiyetine oranını ifade etmektedir ($G = S_{SEM}/S_{Faraday}$).

$$S = \frac{(I-I_0)}{(P-P_0)}$$

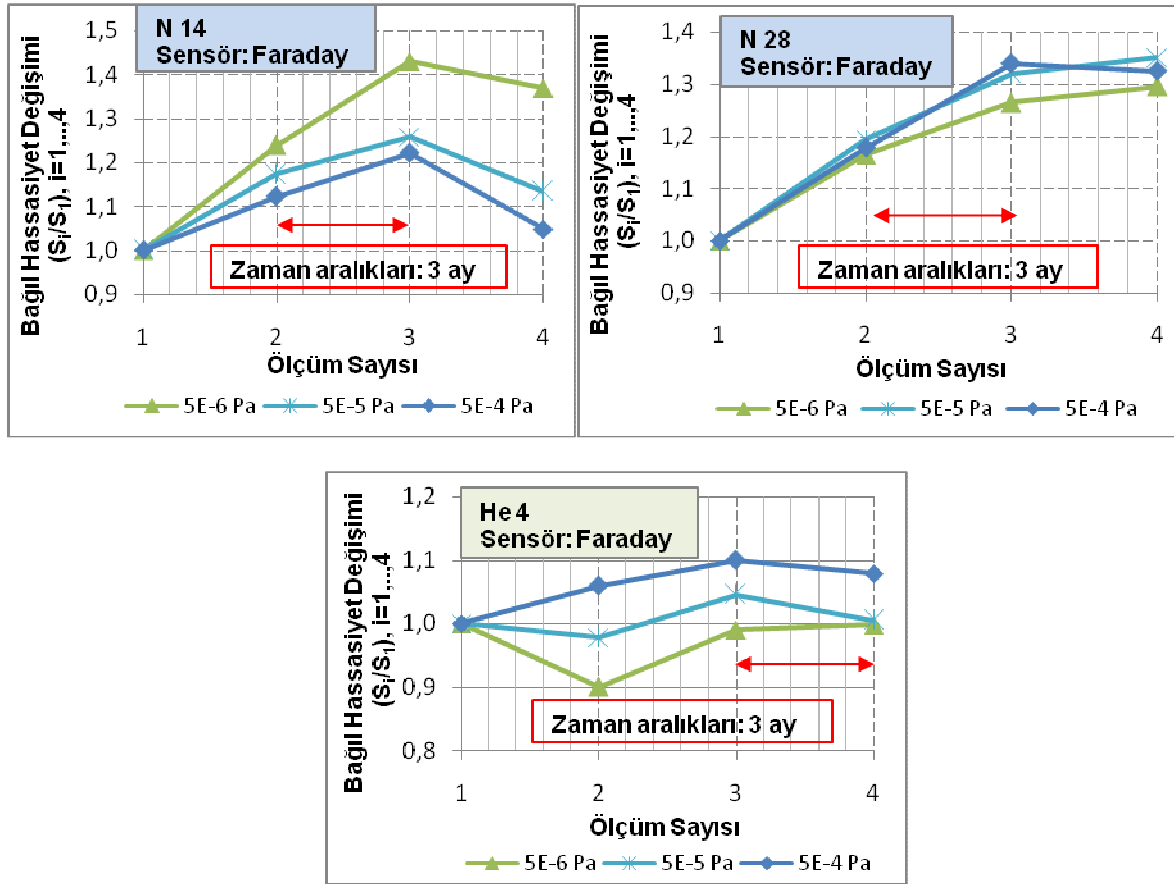
($\mu\text{A}/\text{mbar}$) (4)



Şekil 4. SEM kazancının zamana bağlı değişimleri (Helyum ve Nitrojen)

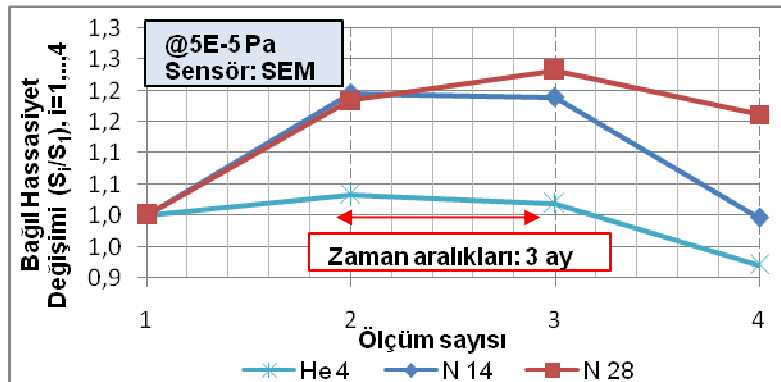
Faraday sensörü için zamana bağlı hassasiyet değişimleri ise Şekil 5'de verilmektedir. Üçer aylık zaman aralıklarıyla alınan ölçümlerden yola çıkarak ilk ölçüme göre normalize edilmiş bağıl hassasiyet

değerleri 5×10^{-6} Pa, 5×10^{-5} Pa ve 5×10^{-4} Pa basınç değerleri için Helyum ve Nitrojen gazları kullanılarak alınmıştır.



Şekil 5. Bağıl hassasiyetin farklı basınçlardaki zamana bağlı değişimleri (Sensör:Faraday, Gazlar: Helyum ve Nitrojen)

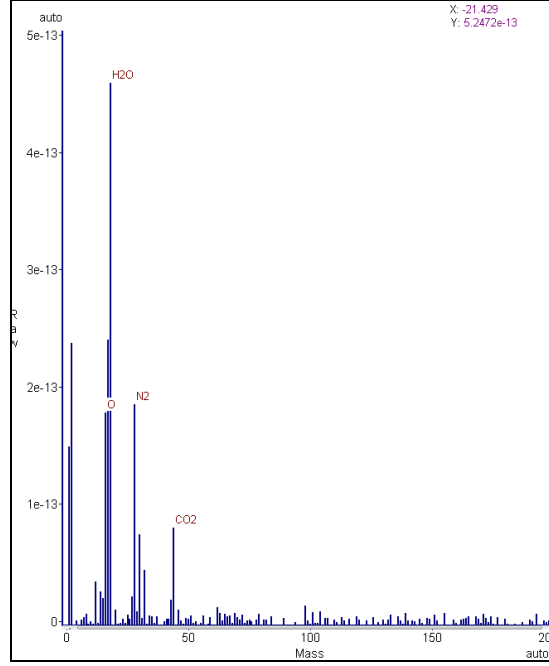
SEM sensörü için zaman içerisindeki hassasiyet değişimleri Şekil 6'da sunulmaktadır. Üçer aylık zaman aralıklarıyla alınan ölçümlerden yola çıkarak ilk ölçüme göre normalize edilmiş bağıl hassasiyet değerleri 5×10^{-5} Pa basınç değeri için Helyum ve Nitrojen gazları kullanılarak alınmıştır.



Şekil 6. Bağıl hassasiyetin zamana bağlı değişimleri (Sensör: SEM, Gazlar: Helyum ve Nitrojen)

Tablo 1. Faraday ve SEM için bağıl hassasiyet değişim oranları (5E-5 Pa için)

| Basınç @ 5x10 ⁻⁵ Pa | % Değişim=($\Delta S_{\text{bağıl}}/S_{1\text{bağıl}}$)*100 $\Delta S_{\text{bağıl}}=S_{4\text{bağıl}}-S_{1\text{bağıl}}$ | | | |
|-----------------------------------|--|-------|-------|-------|
| | Sensör | He 4 | N 14 | N 28 |
| Faraday | | %0,5 | %13,5 | %35,1 |
| SEM | | %-8,0 | %-0,4 | %16,1 |

**Şekil 7.** Artık gaz spektrumu (Toplam basınç 1,4x10⁻⁷ Pa)

5. SONUÇ

Kuadrupol kütle spektrometreleri kullanımında operasyonel parametrelerin doğru kullanımı ve zaman içerisindeki değişimleri oldukça önemlidir. Şekil 5'den görüleceği üzere hassasiyet üzerindeki en az değişimi Faraday sensörü kullanımı durumunda en küçük kütleye sahip Helyum göstermektedir. Özellikle 5x10⁻⁵ Pa basınç değerindeki değişimin Nitrojene göre bağıl olarak düşük olması, SEM kazanç değişiminde de bu yönde etkisini göstermektedir.

Üçer aylık zaman aralıkları sonucunda alınmış ölçüm sonuçlarına göre, Şekil 4'den görüleceği üzere SEM kazanç değerindeki en az değişimi yine Helyum göstermektedir ve 14 amu ile 28 amu'ya doğru kütle artışı ile bu değişim de artış göstermektedir. SEM kazanç değişimi yorumu için Şekil 6 ve Tablo 1'deki sonuçlar, en az değişimi Helyum yönünde desteklemektedir.

QMS kullanımının konusundaki bazı önemli hususları şu şekilde özetleyebiliriz:

- Ölçümler öncesinde, vakum hacmi içerisindeki arka plan (background) durumunu gözlemlemek ve hacim içerisinde olası artık gaz varlığının veya kaçakların kontrol edilmesi için sisteme gaz verilmeden artık (residual) gaz spektrumunun alınması daha yüksek doğruluklu ölçümlerin gerçekleştirilmesine olanak tanıyacaktır.

- Elektron çoğaltıcıda gereğinden yüksek voltaj kullanımı hızlı yaşlanmaya neden olur ve zaman içerisinde belirli bir EM kazanımı için gerekli olan gerilim değerini artırır. Bu da vaktinden önce parça değişimine sebep olur.
- EM performansı iç yüzey şartlarına bağlı olduğundan hidrokarbon gibi kirlenmelerden kaçınılmalıdır. Difüzyon pompa kullanılıyor ise yağ geri akışını engellemek için uygun tuzaklama yapılmalıdır. Turbomoleküler pompa kullanımı durumunda ise uygun olanı yağ içermeyen mekanik besleyici pompa kullanımıdır. Yağ içeren mekanik pompa kullanılacak ise gelebilecek yağ geri akışını giderecek engelleyici vana kullanımı ile kilitleme yapılmasında fayda vardır. Aksi durumda bu tür problemlerden ötürü EM kazancında %90'a varan kayıplar söz konusu olabilmekte bu da yine vaktinden önce yedeğiyle değişim zorunluluğuna kadar götürebilmektedir.
- QMS'in sensörü açıldığında sıcaklık kararlılığına ulaşılması için ölçümlere başlamadan önce yeterli süre beklenmelidir. Cihazın yapısına ve sistem yapılandırmasına bağlı olmakla birlikte ölçümler öncesinde en az 3-4 saat beklenmesi tavsiye edilir.
- İyon kaynağının kendisi ve vakum sistemi yapılandırmasının, algılanacak olan gazların bağlı konsantrasyonları üzerinde etkisi söz konusudur. Bu türden etkileri en aza indirmek için doğru tip iyon kaynağı, filaman ve doğru konfigürasyon seçilmelidir. Algılanacak olan gaz kompozisyonu üzerinde önemli etkisi olan vakum ortamı ve algılayıcı arasındaki dört temel etkileşimden bahsedebiliriz. Bunlar "outgassing etkisi", "Pompalama etkisi", yüzeyler tarafından bazı gazların salınması ya da tüketilmesine neden olan "gaz reaksiyonları" ve elektron bombardımanı ile iyon kaynağı yüzeyleri üzerinden bazı iyonların yayınımlarıdır [2,3].

TÜBİTAK UME Vakum Laboratuvarı, Avrupa Birliği Metroloji Projesi "EMRP IND12 Vacuum Metrology for Production Environment" başlıklı projede, QMS zaman kararlılığı ve operasyonel parametrelerin cihazın hassasiyeti üzerindeki etkilerinin incelenmesi konulu çalışmalarında görev liderliği dahil olmak üzere aktif katılımcı olarak yer almaktadır. Çalışmalarını diğer katılımcı ülkelerin metroloji enstitüleri ve firmaları ile birlikte koordineli olarak sürdürmektedir.

KAYNAKLAR

- [1] PETER, G.J., MULLER, N., Partial Pressure Gauges Günter, INFICON
- [2] INFICON, Transpector 2 Gas Analysis System, Operating Manual, 2007.
- [3] JOUSTEN, K., "Handbook of Vacuum Technology", Wiley-VCH Verlag GmbH & Co. KGaA, 2008.
- [4] LAFFERTY, J.M., "Foundations of Vacuum Science and Technology", John Wiley & Sons. Inc., Aug.1998.
- [5] HOFFMAN, D.M. et al, "Handbook of Vacuum Science and Technology", Academic Press, 1998.

ÖZGEÇMİŞLER

Alper ELKATMIŞ

1974 Konya doğumludur. 1995 yılında Ankara Üniversitesi Fen Edebiyat Fakültesi Fizik Mühendisliği Bölümü'nde Lisans eğitimini, 1996 yılında İstanbul Teknik Üniversitesi Yabancı Diller Yüksekokulu'nda İngilizce dil eğitimini, 1999 yılında İstanbul Teknik Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü Fizik Mühendisliği Bölümü'nde Yüksek Lisans eğitimini tamamlamıştır. 2004 yılında Yeditepe Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü Fizik Anabilim dalında doktora çalışmalarına başlamış ve "Experimental Investigation on Nanofluids with and without the Effects of External Magnetic Field" konulu tezini 2011 yılında tamamlayarak Doktora derecesini almıştır. Çalışma hayatına, 1997 yılında TÜBİTAK MAM Gen Mühendisliği ve Biyoteknoloji Enstitüsü'nde yarı zamanlı Araştırmacı olarak başlamıştır. 8 yılı

Akışkanlar Grubu Laboratuvarları'nda olmak üzere, 1998 yılından beri TÜBİTAK Ulusal Metroloji Enstitüsü'nde Araştırmacı/Uzman Araştırmacı olarak görev almakta ve halen TÜBİTAK UME Vakum Laboratuvarı'ndaki çalışmalarına Avrupa Birliği Metroloji Projesi'ndeki görevlerinin yanı sıra Vakum Metrolojisi ve Teknolojisi konularında devam etmektedir.

Rıfat KANGI

1958 Semerkant (Özbekistan) doğumludur. 1980 yılında Semerkant Devlet Üniversitesi Fizik Fakültesi Fizik Bölümü'nden yüksek lisans ve Rusya Bilimler Akademisi İnorganik Kimya Enstitüsü'nden (Novosibirsk, Rusya) 1992 yılında Doktor unvanını almıştır. 1984-1992 yılları arasında adı geçen Enstitüde Araştırmacı/Uzman Araştırmacı olarak görev yapmıştır. 1993-2010 yılları arasında TÜBİTAK Ulusal Metroloji Enstitüsü (UME) Basınç ve Vakum Laboratuvarında Araştırmacı/Uzman Araştırmacı olarak görev yapmıştır. 2005-2011 yılları arasında UME Fotonik ve Elektronik Sensörler Laboratuvarında (yarı zamanlı) Uzman Araştırmacı ve 2011 yılından beri UME Basınç ve Vakum Laboratuvarında Uzman Araştırmacı/Başuzman Araştırmacı ve aynı birimin laboratuvar sorumlusu olarak görev yapmaktadır. Vakum metrolojisi ve teknolojisi konularında çalışmaktadır.