

02;03

Масс-спектрометрические исследования фомблина UT-18 и остаточных газов в магнитной ловушке, используемой для измерения времени жизни нейтрона

© P. Geltenbort, В.Ф. Ежов, В.Л. Рябов

Institut Max von Laue–Paul Langevin, 38042 Grenoble, France
Санкт-Петербургский институт ядерной физики им. Б.П. Константинова
РАН, Гатчина, Россия
E-mail: vryabov@npfi.spb.ru

Поступило в Редакцию 15 января 2009 г.

Для определения состава остаточных газов магнитной ловушки со стенками, покрытыми фомблином, получены его идентификационные массовые спектры при ионизации молекул остаточного газа электронным ударом в квадрупольном и монополюсном масс-спектрометрах. При полном давлении остаточных газов в магнитной ловушке $1.2 \cdot 10^{-6}$ Торр парциальное давление фомблина оказалось на уровне $2 \cdot 10^{-9}$ Торр.

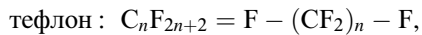
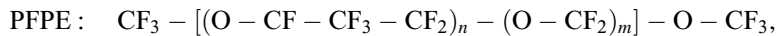
PACS: 07.75.+h, 14.20.Dh, 33.15.Ta

Интерес к прецизионному измерению времени жизни свободного нейтрона обусловлен тем, что его значение дает жесткие ограничения на параметры стандартной модели электрослабого взаимодействия, с одной стороны, и является одним из наиболее критических параметров для процесса ядерного нуклеосинтеза, происходившего в первые минуты после большого взрыва, с другой. Методически существуют два типа подобных измерений: измерение продуктов распада нейтронов в пучке и прямое измерение распада нейтронов при хранении ультрахолодных нейтронов в ловушках. Однако при хранении нейтронов в материальных ловушках неизбежны потери нейтронов при их столкновениях со стенками ловушки. В последнем, наиболее точном измерении времени жизни нейтрона под руководством А.П. Сереброва для уменьшения потерь нейтронов при их столкновениях со стенками использовалось

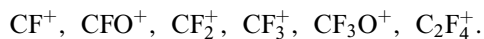
низкотемпературное масло фомблин, в состав которого входят только С, О, F [1].

В другом эксперименте по измерению времени жизни нейтрона при его хранении в магнитной ловушке [2], для сбора деполяризованных нейтронов магнитные стенки ловушки также были покрыты консистентной смазкой на основе фомблина. В обоих экспериментах при хранении нейтронов имеется их дополнительное неупругое рассеяние на остаточном газе, которое вносит ошибку в измерения времени жизни. Для правильного учета этого рассеяния необходимо знать парциальное давление и состав остаточного газа в ловушке. Это связано с тем, что рассеяние нейтронов на остаточном газе зависит от эффективного поперечного сечения рассеивающих молекул. Так, при одном и том же парциальном давлении азота и фомблина эффективное поперечное сечение фомблина примерно на два порядка величины выше из-за большего размера молекулы фомблина. Поэтому для правильного учета этого рассеяния необходимо знать как парциальное давление, так и состав остаточного газа в ловушке.

Для определения парциального давления остаточных газов мы использовали динамические масс-спектрометры квадрупольного типа. Как известно, при анализе нейтральных газов сначала проводится ионизация молекулы газа, при этом в зависимости от энергии ионизирующих электронов исследуемые сложные молекулы могут разваливаться на разные осколочные ионы, которые затем анализируются по массе. Поэтому при анализе такой сложной молекулы, как фомблин, необходимо понять, какие же осколочные ионы имеются в массовом спектре остаточного газа. Для этого были проведены разностные измерения с образцом фомблина UT-18 (это марка используемой нами смазки) при его нагревании до 100°C и при комнатной температуре. Известно, что UT-18 является смесью перфторполиэфира (PFPE) и политетрафторэтилена (тефлона) и имеют следующий молекулярный состав:



где величины n и m порядка десятков и меняются от производителя к производителю. В массовом спектре UT-18 следует ожидать появления следующих простейших осколочных ионов:



Измерения проводились на монопольном масс-спектрометре МХ7304А, который представляет собой однополюсный вариант квадрупольного масс-спектрометра (по существу, это четвертая часть квадрупольного масс-спектрометра, и поэтому оба масс-спектрометра, монопольный и квадрупольный, близки друг другу по принципу действия и параметрам). Для абсолютной калибровки парциальных давлений использовался коллекторный режим сбора ионов в масс-спектрометре. В вакуумную камеру масс-спектрометра с помощью натекателя вводился аргон, так что давление в камере изменялось от фонового $4 \cdot 10^{-7}$ до $5 \cdot 10^{-6}$ Торг. При этом ионный сигнал аргона значительно (на порядок величины) превосходил наиболее интенсивные линии остаточных газов (азота и кислорода). Таким образом, ионный сигнал аргона соответствовал давлению в камере $5 \cdot 10^{-6}$ Торг. Затем напуск аргона прекращался, камера откачивалась до давления $4 \cdot 10^{-7}$ Торг, после чего снова измерялся пик аргона, сначала в коллекторном режиме, а затем в режиме вторичного электронного умножителя (ВЭУ), который обычно используется при измерениях малых токов. Сопоставление этих двух величин и обратный пересчет тока, получаемого при регистрации массового пика в режиме ВЭУ, позволяет найти соответствующее этому пику парциальное давление.

Для точной привязки массового числа использовались аргон и ксенон, который в естественном составе имеет шесть интенсивных изотопов. Перед основными измерениями сосуд для фомблина был тщательно очищен, а затем проведен полный цикл фоновых измерений с прогревом сосуда.

Спектр фомблина определялся по двум измерениям: в первом — измерялся массовый спектр при комнатной температуре, а во втором — сосуд с фомблином был нагрет до 100°C . Реальный спектр фомблина определялся поточечным вычитанием одного спектра из другого. На рис. 1 представлен результирующий массовый спектр, полученный на монопольном масс-спектрометре и используемый для идентификации ионных осколков фомблина УТ-18. Из ожидаемых осколков мы не увидели CF^+ и CF_3O^+ , однако появились более сложные осколочные пики с добавлением основной группы фомблина CF_2 к простейшим осколкам. В таблице приводится идентификация спектра фомблина УТ-18 при его детектировании масс-спектрометром МХ7304А со следующими параметрами: напряжение на ВЭУ-6 2120 V, ток эмиссии электронов 1 mA, энергия электронов 70 V. Энергия ионизации в масс-

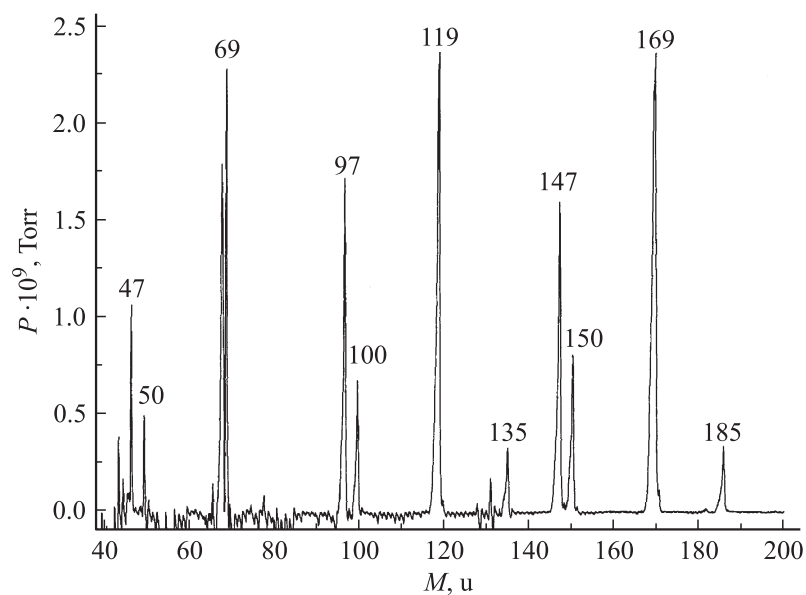


Рис. 1. Разностный массовый спектр при нагревании фомблина до 100°C и при комнатной температуре, полученный на монопольном масс-спектрометре MX7304A.

Идентификация массового спектра фомблина UT-18

M, u	Формула, состав	M, u	Формула, состав	M, u	Формула, состав	M, u	Формула, состав
—	—	50	CF ₂	100	C ₂ F ₄	150	C ₃ F ₆ C ₂ F ₄ -CF ₂
—	—	69	CF ₃	119	C ₂ F ₅ CF ₃ -CF ₂	169	C ₃ F ₇ CF ₃ -(CF ₂) ₂
—	—	—	—	135	C ₂ F ₅ O CF ₃ O-CF ₂	185	C ₃ F ₇ O CF ₃ O-(CF ₂) ₂
47	CFO	97	C ₂ F ₃ O CFO-CF ₂	147	C ₃ F ₅ O CFO-(CF ₂) ₂	—	—

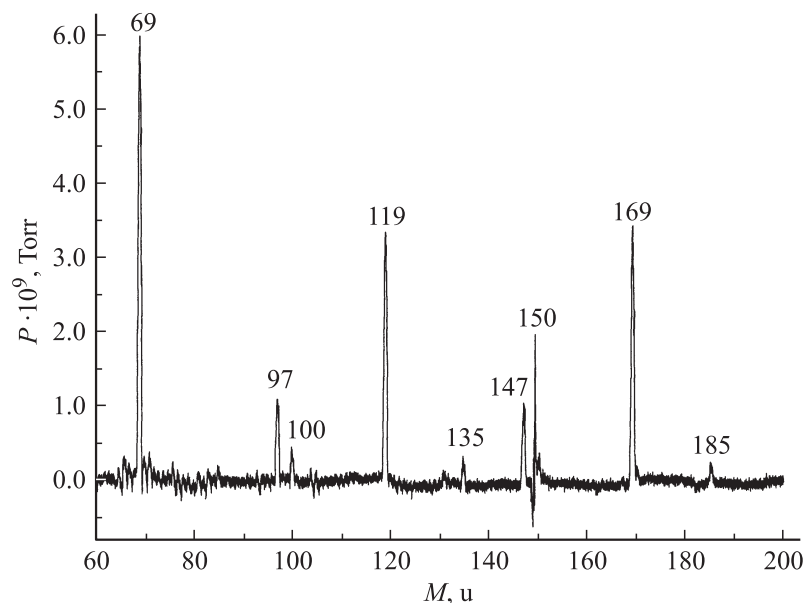


Рис. 2. Разностный массовый спектр при нагревании фомблина до 98°C и при комнатной температуре, полученный на квадрупольном масс-спектрометре RGA Hiden Analytical.

спектрометрах не изменялась в ходе всех измерений, она оптимизирована производителями приборов по максимальной ионизации и разрешению.

Наряду с химической формулой приведен также состав детектируемых осколков. Контрольные измерения были проведены в Гренобле в ИЛЛ на квадрупольном масс-спектрометре RGA фирмы Hiden Analytical. В этом случае также проводились два измерения: при комнатной температуре и при нагреве сосуда с фомблином до 98°C. Разностный спектр представлен на рис. 2. Заметим, что в этом масс-спектрометре массовая привязка шкалы аппаратно сделана точно; это значит, что нет необходимости каждый раз делать привязку массовой шкалы, поэтому правильность положения пиков на спектрах MX7304A была дополнительно проконтролирована по спектрам, получаемым с

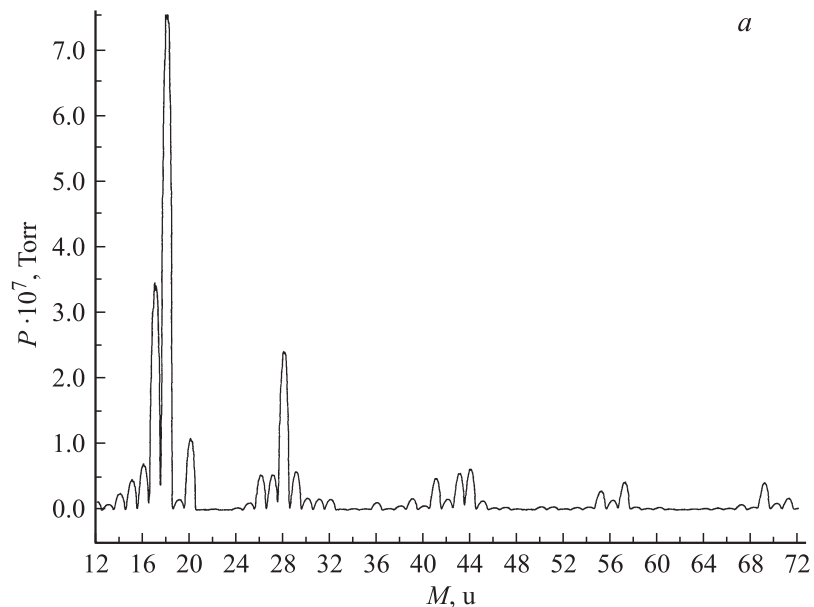


Рис. 3. Массовый спектр остаточных газов в магнитной ловушке (*a, b*), разностный массовый спектр фомблина в магнитной ловушке (*c*).

помощью RGA. В области масс более 60 u положения пиков на спектрах обоих масс-спектрометров совпадают. В области же менее 60 u на спектрах RGA не было зафиксировано пиков с массой 47 и 50 u .

Для определения массового состава остаточных газов был использован масс-спектрометр RGA. На рис. 3, *a, b* приведен массовый спектр остаточных газов в магнитной ловушке [3]. Спектр приводился в двух массовых областях для наглядности из-за значительного падения величины пиков для больших значений масс. Измерения проводились при полном давлении в ловушке $P = 4.2 \cdot 10^{-6}$ Torr. Как видно из более интенсивного спектра 3, *a*, остаточный газ в ловушке состоит, как обычно, в непрогрываемых вакуумных системах, в основном из паров воды, азота и кислорода. На рис. 3, *b* можно идентифицировать ионные осколки от фомблина, которым покрыты стенки, и наибольший пик от группы CF_3 .

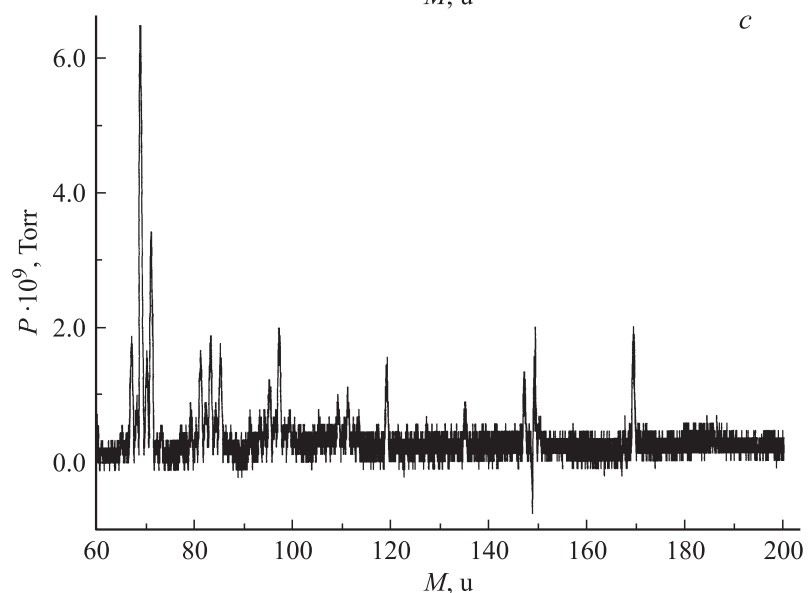
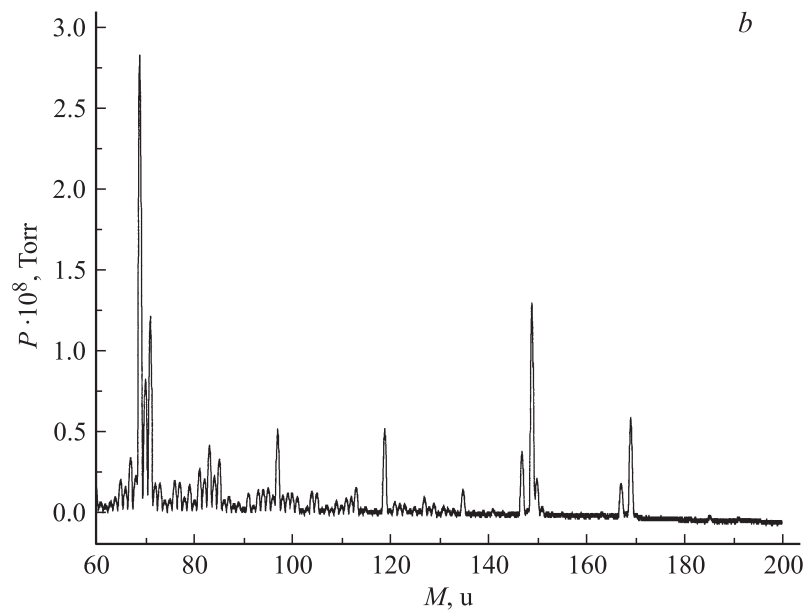


Рис. 3 (продолжение).

На рис. 3, с приведен разностный массовый спектр остаточных газов в магнитной ловушке с открытым и с закрытым краном откачки в масс-спектрометре. Таким образом, этот спектр количественно определяет уровень парциального давления остаточных газов именно в магнитной ловушке. Из этих данных мы оцениваем, что парциальное давление фомблина во время проведения данных измерений было на уровне $6 \cdot 10^{-9}$ Torr. Однако необходимо заметить, что при измерениях времени жизни нейтрона в этой ловушке она откачивалась дополнительными насосами и вакуум в ней был на уровне $1.2 \cdot 10^{-6}$ Torr, соответственно парциальное давление фомблина было на уровне $2 \cdot 10^{-9}$ Torr.

Данная работа выполнена в рамках проведения эксперимента по измерению времени жизни свободного нейтрона в магнитной ловушке из постоянных магнитов и поддержана грантом РФФИ № 07-02-00077.

Список литературы

- [1] *Серебров А.П.* // УФН. 2005. Т. 175. № 9. С. 905.
- [2] *Ежов В.Ф., Базаров Б.А., Гельтенборт П., Коврижных Н.А., Крыгин Г.Б., Рябов В.Л., Серебров А.П.* // Письма в ЖТФ. 2001. Т. 27. В. 24. С. 64.
- [3] *Ezhov V.F., Andreev A.Z., Glushkov A.A., Glushkov A.G., Groshev M.N., Knyazkov V.A., Krygin G.B., Ryabov V.L., Serebrov A.P., Bazarov B.A., Geltenbort P., Hartman F.J., Paul S., Picker R., Zimmer O., Kovrizhnykh N.A.* // J. Res. Natl. Inst. Stand. Technol. 2005. V. 110. N 4. P. 345.