

02;15

Призменный масс-спектрометр для изотопного анализа водородно-гелиевых смесей

© Л.Н. Галль¹, Е.М. Якушев², Л.М. Назаренко²,
А.С. Антонов^{1,3}, А.А. Семенов⁴, Н.Р. Галль^{1,3}

¹ Институт аналитического приборостроения РАН, Санкт-Петербург, Россия

² Институт ядерной физики Министерства энергетики Республики Казахстан, Алматы, Казахстан

³ Физико-технический институт им. А.Ф. Иоффе РАН, Санкт-Петербург, Россия

⁴ АО „ВНИИНМ“, Москва, Россия

E-mail: lngall@yandex.ru

Поступило в Редакцию 20 октября 2017 г.

Предложена оригинальная схема специализированного магнитного масс-спектрометра для изотопных измерений в диапазоне масс водорода–гелия и их основных примесей. Ионно-оптическая система содержит двумерную магнитную призму, дополненную двумя идентичными цилиндрическими электростатическими конденсаторами, согласованными таким образом, что полученная система работает в режиме полной тройной фокусировки ионного пучка по двум взаимно перпендикулярным направлениям и по разбросу энергий ионов. Она обеспечивает высокую дисперсию, позволяет получить требуемую для анализа разрешающую способность (не менее 3500) при высокой яркости и длине центральной ионной траектории порядка 1 м.

DOI: 10.21883/PJTF.2018.14.46350.17090

Проблема корректного определения изотопного состава водородно-гелиевых смесей [1] вызвана необходимостью точного знания их состава, в частности, при исследованиях водородно-гелиевой плазмы в установках термоядерного синтеза. Высокочувствительные измерения изотопов водорода важны и для экологических исследований, особенно в отношении термоядерных установок, поскольку использование трития в значительных количествах увеличивает угрозу его выбросов в окру-

жающую среду [2–4]. Спецификой масс-спектрометрического анализа в этой задаче является необходимость обеспечения прецизионного количественного измерения содержания всех компонентов водородно-гелиевой смеси, представленных в масс-спектре в виде мультиплетных линий в диапазоне 1–9 u , для чего требуется одновременно высокая разрешающая способность, высокая точность измерения амплитуд пиков всех масс в мультиплетах и большой динамический диапазон измерений. Кроме того, необходимо измерять значимые примеси: атмосферные газы и изотопно-замещенный метан в области 18–32 u .

В течение последних 60 лет эта задача решалась масс-спектрометрически, в основном с использованием секторных магнитных приборов с двойной фокусировкой, громоздких и сложных в использовании, что породило множество попыток сменить технологию измерений, не давших тем не менее положительных результатов, поскольку только статические масс-спектрометры обладают необходимым качеством формы пика для обеспечения высокоточных изотопных данных. В связи с этим поиск масс-спектрометрического решения — компактного, недорогого, технологичного — является своевременным и желательным. Задача настоящей работы состоит в построении масс-анализатора, удовлетворяющего перечисленным выше требованиям, на базе инновационных ионно-оптических подходов.

Проведенные нами ранее теоретические и экспериментальные исследования [5–9], направленные на разработку и создание призмных масс-спектральных приборов высокого разрешения, подтвердили ряд преимуществ призмных масс-анализаторов перед общеизвестными секторными, главным из которых является возможность „развязать“ габариты диспергирующего магнита и разрешающую способность масс-спектрометра. Магнитная призма по определению обеспечивает только угловую дисперсию по массе, а линейная дисперсия масс-анализатора достигается за счет организованной дополнительными электростатическими элементами масс-анализатора достаточно большой протяженности ионных траекторий s_0 не в магните, а вне поля магнитной призмы. Независимость дисперсии по массе призмного масс-спектрометра от величины радиуса r_m поворота ионных траекторий в магнитной призме, т. е. от линейных размеров отклоняющего магнита, позволяет выбирать величину r_m только из соображений необходимого диапазона анализируемых масс, не связывая его с величиной разрешающей способности прибора. В свою очередь линейные размеры и фокусные

расстояния электростатических элементов призмного масс-анализатора, во многом определяющие величину s_0 ($s_0 \gg r_m$ — общая протяженность ионных траекторий от щелей источника или приемника ионов до соответствующих граней магнитной призмы), также являются не зависящими от величины r_m и задаются только требуемой величиной разрешающей способности масс-спектрометра. Дополнительным достоинством призмных масс-анализаторов по сравнению с секторными является то, что магнитная призма всегда обеспечивает вертикальную фокусировку ионных пучков, т.е. в призмном масс-спектрометре может быть реализована полная тройная фокусировка ионного пучка: по двум направлениям и по энергии.

Новым для магнитных статических анализаторов является исключительное свойство призмы, заключающееся в возможности построения на одном и том же призмном магнитном элементе двух различных по параметрам масс-анализаторов: традиционного с радиусом поворота ионов r_m и углом поворота $2\theta_k$, обеспечивающего режим высокой разрешающей способности, и анализатора с половинной дисперсией с поворотом ионов по удвоенному радиусу $2r_m$ на половинный угол отклонения θ_k . Это открывает возможность построения двухканальных масс-анализаторов с использованием единого диспергирующего магнита. Массовые числа ионов, одновременно проходящих по первому и второму каналам, различаются в 4 раза.

Ионно-оптическая система призмного двухканального масс-анализатора, специализированного для одновременного измерения состава водородно-гелиевой смеси и значимых примесей в ней, схематически представлена на рис. 1. Первый канал — масс-анализатор с тройной фокусировкой, предназначенный для анализа водородно-гелиевой смеси (1–9 u) в режиме высокой разрешающей способности и чувствительности, который содержит двумерную магнитную призму и два идентичных секторных цилиндрических конденсатора, расположенных симметрично с двух сторон от нее и согласованных с ней по угловой дисперсии. Радиус поворота ионов r_m и полный угол отклонения ионного пучка в магнитной призме $2\theta_k$ определяют ширину магнитной призмы $2d = 2r_m \sin \theta_k$. Входное и выходное плечи фокусировки конденсаторов определяют соответственно положение щелей источника S и детектора ионов D_1 .

Второй канал — масс-анализатор, предназначенный для анализа примесей в диапазоне масс до 36 u — ориентирован на радиус поворота

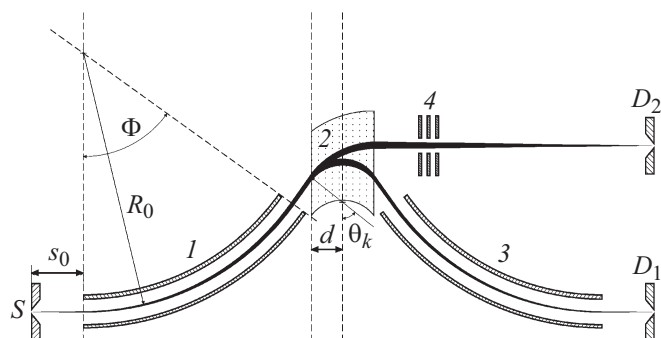


Рис. 1. Ионно-оптическая система призмного масс-спектрометра. *I* — входной электростатический конденсатор, *2* — магнитная призма, *3* — выходной электростатический конденсатор, *4* — выходная электростатическая линза второго канала. *S* — щель источника ионов, s_0 — длина основной ионной траектории, Φ — угол поворота ионов в конденсаторе, R_0 — радиус конденсатора, θ_k — половинный угол отклонения ионного пучка в магнитной призме, $2d$ — ширина призмы, D_1 — щель приемника основного канала, D_2 — щель приемника второго канала.

ионов $2r_m$ и половинный угол отклонения θ_k , в связи с чем второй электростатический конденсатор не требуется, а ионный пучок, прошедший по радиусу $2r_m$, после магнитной призмы фокусируется бифокальной ионной линзой, обеспечивающей в своей плоскости фокусировки линейную дисперсию по массе.

Для реализации двухканального масс-спектрометра, предназначенного для анализа водородно-гелиевой смеси, были выбраны радиус поворота ионов $r_m = 85$ мм и ширина магнитного полюсного наконечника 137.5 мм. Пучок ионов, образованных при ионизации анализируемой водородно-гелиевой газовой смеси в камере источника, требуемым образом сформированный, после выхода из щели источника *S* преобразуется первым конденсатором в параллельный и входит в магнитную призму. В результате отклонения в магнитном поле призмы пучок разделяется на параллельные пучки по массам входящих в него ионов. Диафрагмы, установленные на выходе из поля магнитной призмы, выделяют из этих пучков два потока, проходящих, соответственно по радиусам r_m и $2r_m$. К первому потоку относятся ионы водородно-гелиевой смеси

в диапазоне масс 1–9 u, а ко второму — ионы возможных примесей (атмосферные газы, легкие углеводороды), ожидаемые в диапазоне масс от 15 u и более. При развертке по магнитному полю ионы обоих потоков одновременно и независимо друг от друга регистрируются двумя измерительными каналами „легких“ D_1 и „тяжелых“ ионов D_2 . При этом по обоим измерительным каналам ионно-оптическая схема масс-спектрометра обеспечивает фокусировку пучков анализируемых ионов по двум углам вылета и разбросу ионов по энергиям.

Основные ионно-оптические характеристики рассматриваемой магнитной призмы (ее угловое увеличение Γ , угловая дисперсия по массе D_m^θ и угловая дисперсия по энергии D_V^θ), как следует из [10], определяются следующими выражениями:

$$\Gamma_1 = 1, \quad D_{V1}^\theta = D_{m1}^\theta = m \frac{d\theta}{dm} = \operatorname{tg} \theta_k \quad (\text{по первому каналу}), \quad (1)$$

$$\Gamma_2 = \cos \theta_k, \quad D_{V2}^\theta = D_{m2}^\theta = m \frac{d\theta}{dm} = \frac{1}{2} \sin \theta_k \quad (\text{по второму каналу}). \quad (2)$$

Как видно из соотношений (1), (2), удельная угловая дисперсия магнитной призмы по разбросу энергий и масс ионов во втором канале регистрации в 2 раза меньше, чем в первом:

$$D_{m2}/\Gamma_2 = 0.5 \operatorname{tg} \theta_k = 0.5 D_{m1}/\Gamma_1, \quad (3)$$

что связано с вдвое меньшей величиной полного угла отклонения ионов в магнитной призме по второму каналу. Но фокусировка ионных пучков по энергии по обоим каналам регистрации в призмном масс-спектрометре достигается одновременно, поскольку для этой цели в первом канале используются два отклоняющих электростатических конденсатора (на входе и на выходе из призмы), а во втором — только один, входной конденсатор.

Остальными важными ионно-оптическими характеристиками масс-анализатора, используемыми при его расчете, являются следующие:

— условие ахроматичности ионно-оптической системы

$$\operatorname{tg} \theta_k = \sqrt{2} \sin \sqrt{2}\Phi, \quad (4)$$

— линейная дисперсия по массам для первого канала

$$D_\perp = m \left(\frac{\Delta l}{\Delta m} \right) = R_0, \quad (5)$$

— плечо фокусировки электростатического конденсатора

$$L_0 = \frac{R_0}{\sqrt{2}} \operatorname{ctg} \sqrt{2}\Phi. \quad (6)$$

При расчете первого канала принималось, что радиус R_0 электростатического конденсатора, найденный из условия ахроматичности, равен 345 mm, межполюсный зазор призмы был выбран 5 mm, напряжение, ускоряющее ионы, 2000 V. Численный расчет матрицы абберационных коэффициентов с учетом влияния краевых полей призмного масс-спектрометра проведен при помощи программы COSY INFINITY [11]. Краевые поля учитывались в соответствии с [12]. Начальные параметры пучка для определения формы пика масс-анализатора были приняты следующими: ширина и высота пучка ± 0.025 и ± 2 mm соответственно, угол горизонтальной расходимости $\alpha = \pm 0.004$ rad, угол вертикальной расходимости $\beta = \pm 0.005$ rad. Были рассмотрены две величины разброса ионов по энергии $\delta = \pm 0.001$ и ± 0.008 , отвечающие ожидаемым величинам для электронной и холодной ионизации соответственно. Для обоих случаев были определены координаты 10^6 заряженных частиц в плоскости фокусировки. Рассчитанные распределения интенсивности в горизонтальной плоскости для обоих вариантов энергоразброса представлены на рис. 2. В первом случае разрешающая способность на 10% высоты составляет 3250, по основанию 3200, во втором случае — 3080 и 2900 соответственно. Дополнительным преимуществом предложенной схемы может быть реализация второго канала регистрации ионов с вдвое большим радиусом, в котором также осуществляется двойная фокусировка и может быть достигнут режим спектрографической регистрации, как в [13].

Таким образом, совокупность достоинств масс-анализаторов, построенных на магнитных призмах, открывает большие возможности для создания новых компактных статических масс-спектрометров высокого разрешения и чувствительности, причем эти достоинства особенно проявляются в случае приборов, предназначенных для изотопной и элементной масс-спектрометрии, в которой диапазон массовых чисел анализируемых ионов, как правило, не превышает 500 u. Благодаря независимости аналитических параметров от величины радиуса магнита, имеющей место при использовании призмного диспергирующего элемента, такие приборы, сохраняя все достоинства, присущие

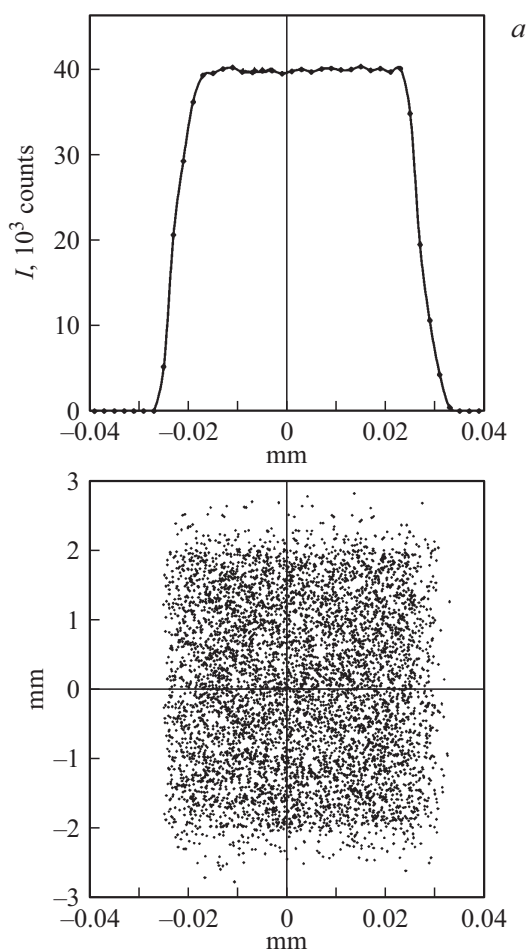


Рис. 2. Результаты расчета распределения интенсивности в ионном пучке и формы выходного пятна в плоскости фокусировки для пучка ионов с энергетическим разбросом δ , характерным для источника с электронной ионизацией ($\delta = \pm 0.001$) (a) и источника с электрораспылением ($\delta = \pm 0.008$) (b).

статическим масс-анализаторам, обладают существенно меньшими габаритами и весом, чем секторные статические масс-спектрометры того

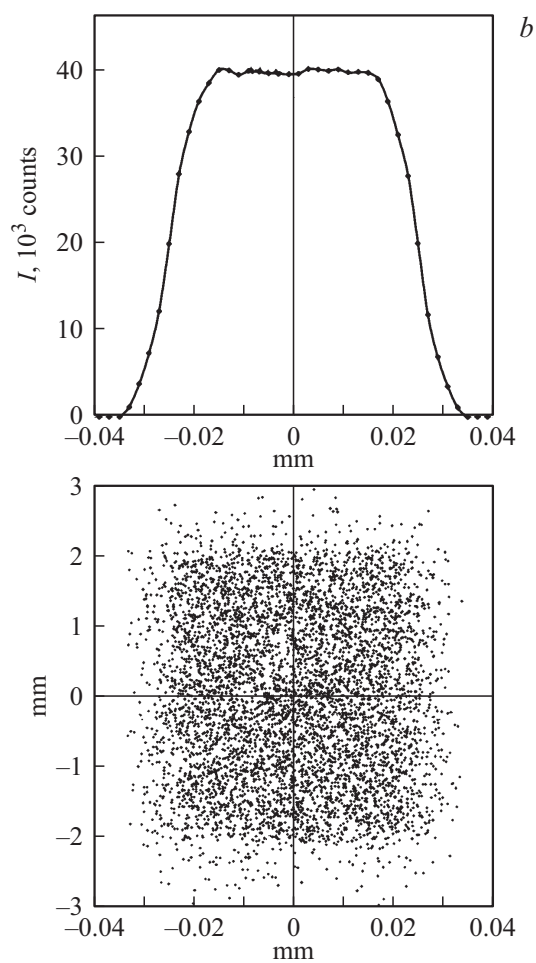


Рис. 2 (продолжение).

же назначения. Кроме того, отсутствие в ионно-оптической схеме промежуточных фокусов существенно упрощает настройку прибора, являющегося благодаря этому менее сложным и более технологичным в исполнении. Возможность двухканальной регистрации представляет со-

бой важную опцию, способную существенно улучшить потребительские свойства прибора за счет параллельной регистрации. Прибор идеально соответствует требованиям задачи изотопного анализа водородно-гелиевых смесей, а также обеспечивает удобство зонального размещения и маркетинговые преимущества.

Список литературы

- [1] Галль Л.Н., Семенов А.А., Кудрявцев В.Н., Лизунов А.В., Лесина И.Г., Иванов Б.В., Букин А.Н., Штань А.С., Кирьянов Г.Е., Антонов А.С., Галль Н.Р. // Научн. приборостроение. 2016. Т. 26. № 3. С. 24–34.
- [2] Мажейка И., Пятрошюс Р., Ясюленис Р., Ширвайтис П. // Атом. энергия. 1993. Т. 75. В. 6. С. 471–477.
- [3] Ратиа Г.Г., Бончук Ю.В. // Радиационная гигиена. 2009. Т. 2. № 2. С. 54–58.
- [4] Gross J.H. Mass spectrometry. Berlin–Heidelberg–N.Y.: Springer, 2011. 753 p.
- [5] Кельман В.М., Галль Л.Н. // ЖТФ. 1961. Т. 31. В. 9. С. 1083–1091.
- [6] Галль Р.Н., Галль Л.Н., Кельман В.М., Князьков Л.Г., Родникова И.В., Павленко В.А., Шерешевский А.М., Якушев Е.М. Призмный масс-спектрометр. Патент SU № 353186. 1972.
- [7] Кельман В.М., Карецкая С.П., Федулina Л.В., Якушев Е.М. Электронно-оптические элементы призмных спектрометров заряженных частиц. Алма-Ата: Наука, 1979. 232 с.
- [8] Кельман В.М., Назаренко Л.М., Якушев Е.М. // ЖТФ. 1972. Т. 42. В. 7. С. 963–971.
- [9] Бимурзаев С.Б., Воронин Б.М., Кельман В.М., Назаренко Л.М., Печалина Е.Э., Соколов Б.Н., Фридлянский Г.И., Якушев Е.М. // ЖТФ. 1983. Т. 53. В. 11. С. 2195–2199.
- [10] Кельман В.М., Явор С.Я. Электронная оптика. Изд. 3-е, перераб. и доп. Л.: Наука, 1968. 487 с.
- [11] Makino K., Berz M. // Nucl. Instrum. Meth. A. 2005. V. 558. N 1. P. 346–350; http://www.bt.pa.msu.edu/index_cosy.htm
- [12] Brown K.L., Spencer J.E. // IEEE Trans. Nucl. Sci. 1981. V. NS-28. N 3. P. 2568–2570.
- [13] Аверин И.А., Бердников А.С., Галль Н.Р. // Письма в ЖТФ. 2017. Т. 43. В. 3. С. 39–43.