

12.1

Исследование состава остаточного газа в вакуумной системе циклотрона ФТИ им. А.Ф. Иоффе

© Н.Н. Аруев, М.А. Козловский, М.Ф. Кудояров[¶], М.Я. Патрова, П.А. Романов, Р.В. Тюкальцев, И.Л. Федичкин, С.В. Филиппов

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

[¶] E-mail: mkud@cycla.ioffe.ru

Поступило в Редакцию 29 апреля 2019 г.

В окончательной редакции 13 мая 2019 г.

Принято к публикации 13 мая 2019 г.

С помощью разработанного в ФТИ малогабаритного времяпролетного масс-спектрометра ФТ-200 получены спектры масс молекул остаточного газа в вакуумной системе циклотрона ФТИ им. А.Ф. Иоффе в различных условиях эксперимента. Измерения проводились в вакуумной камере циклотрона и в оконечной части ионопровода вблизи камеры облучения образцов. Установлено, что основной вклад в состав остаточного газа в камере циклотрона вносят молекулы используемого вакуумного масла (до 82 vol.%) и молекулы воды (до 15–17 vol.%), а в ионопроводе вблизи камеры облучения с полимерной пленкой — молекулы воды (до 63 vol.%). Полученные данные являются основанием для модернизации циклотронного комплекса ФТИ.

Ключевые слова: времяпролетный масс-спектрометр, вакуумная система циклотрона, состав остаточного газа.

DOI: 10.21883/PJTF.2019.16.48153.17860

Изучение спектров масс молекул остаточного газа в вакуумных системах крупных ядерно-физических установок играет весьма важную роль, так как дает возможность понять, детально исследовать и воздействовать на процессы, происходящие при работе этих сложнейших инструментов, путем введения новых и модернизации старых элементов в конструкции установки.

В качестве примера, подтверждающего важность указанных исследований, можно сослаться на работы [1–3], выполненные сотрудниками ОИЯИ. Результаты этих работ послужили основанием для глубокой модернизации существовавших ускорителей тяжелых ионов У-200, МЦ-400, ИЦ-100, а также разработки и изготовления новых ускорителей ДЦ-60 и ДЦ-110. В первую очередь модернизация привела к замене внутренних источников ионов типа Пеннинга (PIG-источники) на внешние ионные источники, основанные на эффекте электронно-циклотронного резонанса (ЭЦР-источники), что кардинально изменило ситуацию с вакуумом внутри камеры циклотрона и привело к увеличению эффективности вывода из циклотрона тяжелых многозарядных ионов.

Заметим, что ЭЦР-источники используются для получения тяжелых ионов, в то время как в уникальном циклотроне ФТИ им. А.Ф. Иоффе используется внутренний PIG-источник, который дает возможность получать пучки ускоренных ионов средних масс (до $m = 40$ u), а также легких ионов начиная с протонов, α -частиц и т.д. Указанные возможности циклотрона ФТИ позволяют проводить на нем широкий спектр работ в области модифицирования различных структур, в том числе полупроводниковых, в области мембранных технологий и др., что в свою очередь требует эффективной работы

ускорителя при ускорении различных ионов. Полное сечение перезарядки ионов на остаточном газе зависит от атомного номера и заряда иона, его энергии, состава и давления остаточного газа [3]. А поскольку характеристики и устройство циклотрона ФТИ значительно отличаются от большинства существующих ускорителей, представлялось интересным и полезным проведение исследований состава остаточного газа в ускорительном комплексе циклотрона ФТИ, чего ранее не делалось.

Вакуумная система ускорительного комплекса ФТИ схематически представлена на рис. 1. Она состоит из камеры циклотрона, ионопровода переменного сечения длиной 15 м, вакуумных камер (отмечены цифрами 8 и 9) для облучения различных материалов, включая рулонные полимерные (камера 9), и группы откачных устройств (позиции 1–7). Вакуумная камера циклотрона представляет собой цельное латунное кольцо с внутренним диаметром 1120 мм и две крышки из АРМКО-железа, внутренние поверхности которых плакированы слоем меди. В камеру введены и закреплены на кольце PIG-источник, дуанты и электрод дефлектора канала вывода пучка. Перечисленные элементы уплотнены жгутом вакуумной резины. Ионопровод и камеры мишеней изготовлены из нержавеющей стали. На всей длине ионопровода расположены многочисленные вводы различных устройств, системы измерения тока и диагностики ускоренных пучков, различные диафрагмы, элементы систем формирования пучков и смотровые окна из оргстекла или толстого стекла, которые уплотнены преимущественно с помощью витона, а также вакуумной резины. Для визуальной диагностики используется несколько подвижных экранов с нанесенным люминесцирующим составом. Откачка системы осуществляется

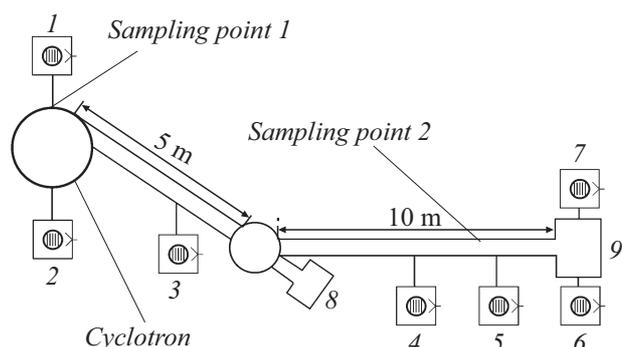


Рис. 1. Схема вакуумной системы циклотрона с ионопроводом. 1–7 — турбомолекулярные насосы, 8, 9 — камеры для облучаемых материалов, точки 1 и 2 — места подсоединения масс-рефлектора ФТ-200 к исследуемой системе.

турбомолекулярными насосами (позиции 1–7 на рис. 1) с разными скоростями откачки от 500 до 2000 л/мин. Система подачи рабочего газа в ионный источник выполнена из немагнитных медных трубок внутри ионного источника и нержавеющей трубок вне его.

Исследования состава остаточных газов проводились с помощью разработанного в ФТИ малогабаритного времяпролетного масс-спектрометра ФТ-200, который при длине масс-анализатора порядка 0,5 м обладает разрешающей способностью ~ 200 на полувысоте массовой линии в области средних масс 20–50 у. Прибор имеет линейную траекторию движения ионов, т.е. ионный источник, отражатель и детектор расположены на одной прямой [4–6]. Обычно приборы такого типа называются масс-рефлекторами. В приборе используется источник ионов с электронным ударом, энергия ионизирующих электронов может изменяться от единиц до 130 эВ и выше, а энергия вылетающих ионов достигает ~ 1200 эВ, что определяется амплитудой выталкивающих импульсов, следующих с частотой 10 кГц.

Перед подключением масс-спектрометра к вакуумной системе циклотрона он был тщательно прогрет и обезгажен для того, чтобы уменьшить фоновые линии в спектре остаточного газа самого инструмента. На рис. 2, *a* представлен масс-спектр прибора при остаточном давлении $< 10^{-7}$ Торр, который вычитался из всех далее полученных спектров. На этом спектре и всех последующих интенсивность массовых пиков по оси ординат дана в произвольных единицах, а по оси абсцисс для однозарядных ионов отношение массы к заряду m/z равно m . В приведенном спектре каждой массе соответствует свой тип ионов, за исключением неразрешенного триплета масс при $m = 28$ у, который содержит ионы $^{14}\text{N}_2^+ - ^{12}\text{C}^{16}\text{O}^+ - ^{12}\text{C}_2^{14}\text{H}_4^+$, для разделения которых необходима разрешающая способность порядка 5000 по основанию массовой линии.

Подключение масс-спектрометра к вакуумной системе циклотрона производилось в двух точках, отмеченных на рис. 1. Точка 1 расположена на кольце камеры циклотрона, в этом случае масс-рефлектор подключался к

циклотрону через насос (позиция 1 на рис. 1). Точка 2 подключения масс-рефлектора находилась в ионопроводе вблизи камеры облучения крупноразмерных мишеней, в том числе пленочных материалов (позиция 9 на рис. 1). Масс-спектры регистрировались при различных режимах работы циклотронного комплекса. Все измерения проводились в вакуумной системе при открытых вакуумных шиберах и заслонках и всех работающих насосах. При достаточно длительной откачке системы, отсутствии магнитного поля, высокочастотного поля и напряжения на дефлекторе, а также при закрытой магистральной подачи рабочего газа в ионный источник, т.е. в „стационарном“ режиме откачки, давление остаточного газа в камере циклотрона, составляло $\sim 7 \cdot 10^{-7}$ Торр.

На рис. 2, *b* приведен типичный масс-спектр остаточного газа в точке 1 при давлении в системе $\sim (5-7) \cdot 10^{-7}$ Торр, при этом давление в масс-рефлекторе составляло $\sim 5 \cdot 10^{-8}$ Торр, такой перепад давлений позволял регулировать напуск пробы в анализатор. Как видно из спектра, максимальный по амплитуде пик соответствует $m = 18$ у, т.е. ионам H_2O^+ .

Обработка масс-спектра и расчет содержания компонент по площадям массовых пиков показывают, что вода составляет порядка 15–17 vol.%, а пики органики, вероятно обусловленные парами вакуумного масла, начиная с $m = 45-48$ у и до $m = 96-99$ у дают от 70 до 82 vol.% от суммы всех ионных токов, обусловленных молекулами остаточного газа в точке 1 вакуумной системы циклотрона. На рис. 2, *c* приведен масс-спектр остаточного газа также в точке 1, но при напуске в ионный источник небольшого количества рабочего газа ^{40}Ar , имитирующего штатную работу ионного источника, которое изменило давление в системе на $\sim 5 \cdot 10^{-8}$ Торр.

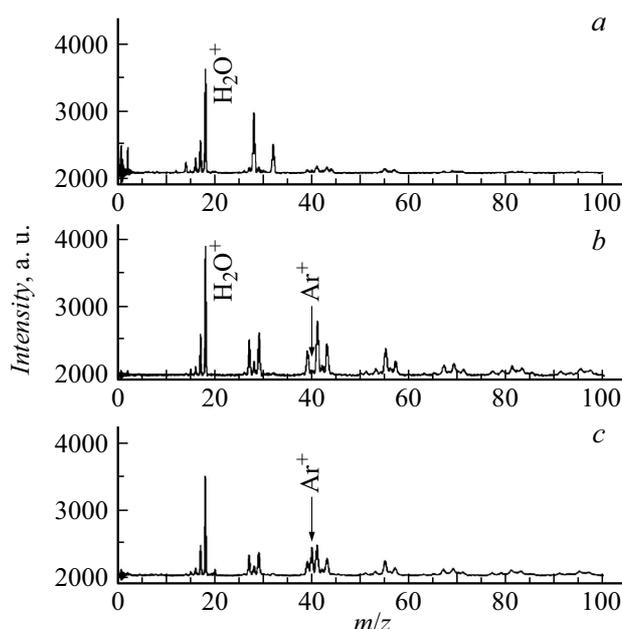


Рис. 2. Масс-спектры остаточного газа в масс-анализаторе ФТ-200 (*a*), в точке 1 вакуумной камеры циклотрона (*b*) и в точке 1 при напуске в камеру циклотрона малого количества Ar.

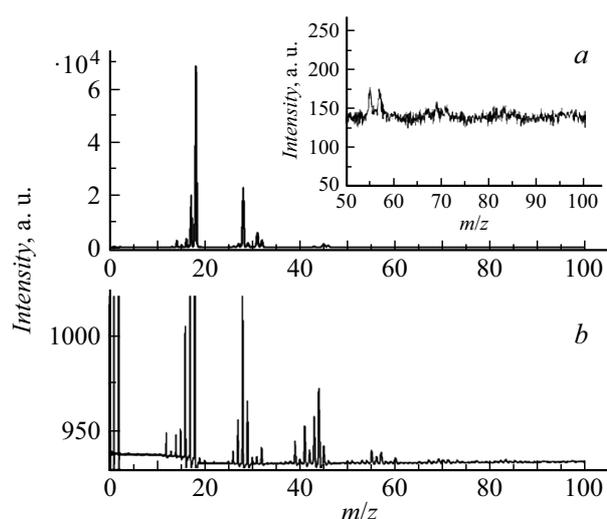


Рис. 3. *a* — масс-спектр остаточного газа в точке 2 ионопровода в присутствии рулона лавсановой пленки. На вставке показан участок спектра паров масла в увеличенном масштабе по оси ординат. *b* — масс-спектр паров масла, зарегистрированный при комнатной температуре.

На масс-спектре можно видеть пики $^{40}\text{Ar}^+$ и $^{40}\text{Ar}^{++}$. Вклад ионного тока аргона в общий ток составил менее 10% от суммы токов.

Измерениям остаточного вакуума в точке 2 предшествовала продолжительная предварительная откачка системы, в результате которой устанавливалось равновесное, но неравномерное распределение давления остаточного газа. При этом в камеру мишеней был помещен рулон лавсановой пленки. В такой конфигурации давление остаточного газа на участке между насосами 4 и 5 (ближе к 4) составляло $(7-9) \cdot 10^{-6}$ Торг, а в камере 9 — $2.5 \cdot 10^{-4}$ Торг.

На рис. 3, *a* представлен один из масс-спектров, полученных в точке 2 в присутствии рулона лавсановой пленки при напуске остаточного газа из ионопровода в масс-рефлектор до давления $\sim 5 \cdot 10^{-7}$ Торг. Максимальный по амплитуде пик (примерно 68 000 а.е.) соответствует ионам воды, он в 15 раз больше, чем в точке 1 при том же самом давлении пробы. Неразрешенный массовый пик при $m = 28$ и также примерно в 10 раз превышает этот пик, измеренный в точке 1. На вставке к рис. 3, *a* изображен фрагмент спектра от $m/z = 50$ до $m/z = 100$ в увеличенном масштабе по оси ординат для удобства сравнения с рис. 3, *b*, на котором представлен отдельно измеренный спектр паров вакуумного масла, используемого при эксплуатации циклотрона. Оценка содержания компонент по площадям соответствующих пиков в масс-спектрах показывает, что содержание воды в остаточном спектре в точке 2 составляет в разных экспериментах от 51 до 63 vol.%, на неразрешенный пик при $m = 28$ приходится от 20 до 32 vol.%, а площади массовых пиков при $m = 19, 31, 45$ и 46 у, которых не было на спектрах, измеренных в точке 1 и которые мы не смогли точно идентифицировать, в сумме составляют от 8 до 11 vol.%.

Возможно, это какие-то осколочные ионы вакуумного масла, которое традиционно в течение многих лет применялось в ионопроводе циклотрона ФТИ для смазки трущихся подвижных деталей, или осколочные ионы этанола $\text{C}_2\text{H}_5\text{OH}$, которым протираются вакуумные детали при вскрытии камеры циклотрона или ионопровода. По крайней мере масс-спектр масла, показанный на рис. 3, *b*, содержит пики при $m = 19, 31, 45, 46$ у, а также пики вплоть до $m = 96-99$ у. К сожалению, в контрольном эксперименте, который проводился на другом масс-рефлекторе, масс-спектр следовых количеств этого вакуумного масла был зарегистрирован при давлении в анализаторе $\sim 10^{-8}$ Торг при комнатной температуре, поэтому амплитуды линий на высоких массах (выше $m = 59$ у) оказались очень маленькими. В то же время попытка обнаружить какие-то вещества на лавсановой пленке из облучаемого рулона не дала результата, и полученный спектр дублировал спектр, представленный на рис. 2, *a*. По всей видимости, идентификация и установление происхождения пиков при $m = 19, 31$ и $45-46$ у потребуют дальнейшего изучения.

Проведенные масс-спектрометрические исследования показали, что основными компонентами остаточного газа в камере циклотрона ФТИ и ионопроводе являются вода и пары масел, которые существенно влияют на эффективность вывода ускоренных пучков ионов, в первую очередь многозарядных, а также на точность электрометрических измерений в связи с перезарядкой ионов. Представляется полезным на первом этапе модернизации циклотрона ФТИ установить криогенную технику для вымораживания паров воды в самом циклотроне и, особенно, в ионопроводе, а также минимизировать давление паров масла за счет подбора оптимальных смазывающих материалов. Полученные результаты также будут использованы в дальнейших исследованиях перезарядки ускоренных многозарядных ионов. Эти работы необходимо проводить при постоянном масс-спектрометрическом контроле остаточных газов в вакуумной системе прибора.

Конфликт интересов

Авторы заявляют, что у них нет конфликта интересов.

Список литературы

- [1] Гульбекян Г.Г., Иваненко А.И., Гикал Б.Н. // ЖТФ. 1984. Т. 44. В. 7. С. 1288–1293.
- [2] Гикал Б.Н. Новое поколение циклотронов тяжелых ионов для прикладных исследований и промышленного применения. Докт. дис. Дубна: ОИЯИ, Лаборатория ядерных реакций им. Г.Н. Флерова, 2013. 257 с.
- [3] Карамышев О.В., Карамышева Г.А., Скрипка Г.М. // Прикладная физика. 2011. № 6. С. 121–126.
- [4] Мамырин Б.А., Шмигк Д.В. // ЖЭТФ. 1979. Т. 76. В. 5. С. 1500–1505.
- [5] Пилогин И.И., Ждан В.Т., Козловский А.В. // Масс-спектрометрия. 2018. Т. 15. № 4. С. 274–276.
- [6] Аруев Н.Н. // УФН. 2017. Т. 187. № 1. С. 1–19.