

12

О возможности анализа дейтерий-тритиевых газовых смесей с помощью времяпролетного масс-спектрометра

© Н.Н. Аруев, А.В. Козловский, И.Л. Федичкин,
Г.Л. Саксаганский

Физико-технический институт им. А.Ф. Иоффе РАН, С.-Петербург
ОО "Меттек", С.-Петербург
НИИ электрофизической аппаратуры им. Д.В. Ефремова, С.-Петербург

Поступило в Редакцию 27 июня 1997 г.

Для химического и изотопного анализа газовых смесей, содержащих радиоактивный тритий, предложено использовать времяпролетный масс-спектрометр, ионный источник и детектор которого работают в синхронном режиме. Проведенные эксперименты подтвердили, что фоновый ток детектора, вызываемый тритиевыми β -электронами, практически не влияет на отношение сигнала к шуму и не уменьшает точность анализов.

Масс-спектрометрические методы, вероятно, являются наиболее подходящими для точных количественных анализов дейтерий-тритиевых газовых смесей, которые будут использоваться в качестве топлива в термоядерных реакторах и, в частности, в ИТЕР. Кроме основных компонент D_2 и T_2 , в топливных смесях могут содержаться такие примеси, как H_2 , 3He , 4He , O_2 и окислы различных элементов, углеводороды, N_2 и его соединения и т.д., причем диапазон концентраций примесей может быть очень большим, от 10^{-5} до 5%. Из работы [1] следует, что масс-спектрометр, способный осуществлять полный изотопный и химический анализы водородно-гелиевых смесей в диапазоне масс $2 \div 6$ и должен обладать высокой разрешающей способностью $R_{10\%} \approx 2500$ (при этом дублет $^3He^+ - ^3T^+$ не будет разрешен) и высокой чувствительностью.

В настоящее время для проведения газового анализа топливных смесей в различных термоядерных установках наиболее часто используются масс-спектрометры квадрупольного [2,3] или омегатронного [4,6] типов, а также статические магнитные приборы с двойной фокуси-

ровкой [7]. Общей характеристикой этих приборов является то, что их ионные источники и детекторы работают в непрерывном режиме. Литературные данные [8] и опыт работы на магнитном резонансном масс-спектрометре [9,10] с газовыми смесями, содержащими малые количества трития, показывают, что фоновые токи детекторов, вызываемые образующимися при распаде ядер трития β -электронами, могут возрастать на несколько порядков, если в детекторах используются вторично-электронные умножители или микроканальные пластины, работающие в непрерывном режиме. Это явление не позволяет измерять не только содержание примесей в газовой смеси, но и содержание основных компонент.

Было выдвинуто предположение, что решение проблемы анализа тритийсодержащих газовых смесей может быть достигнуто при использовании времяпролетного масс-спектрометра типа масс-рефлектор [11], ионный источник и детектор которого работают в импульсном синхронном режиме с накоплением ионов за время паузы T между импульсами. Так как временно́е распределение шума, обусловленного β -распадом ядер трития, является равномерным, а шумовой ток пропорционален отношению τ/T (τ — длительность импульса, открывающего детектор), то, чем короче τ , тем меньший вклад в выходной сигнал дает шумовой ток.

Верхнюю оценку основной составляющей шумового тока можно получить, приняв, что при монослойном покрытии на 1 cm^2 поверхности, например, микроканальной пластины находится $\sim 10^{15}$ атомов трития, а активная поверхность микроканальной пластины составляет $\sim 10 \text{ cm}^2$. Учитывая, что период полураспада трития $T_{1/2} \approx 4 \cdot 10^8 \text{ s}$, получаем, что за время рабочего импульса $\tau \approx 2 \cdot 10^{-8} \text{ s}$ величина фонового тока составит ~ 0.5 импульса в секунду. В то же время пакет ионов (полезный сигнал) содержит от единиц до тысяч ионов в зависимости от состава пробы, давления, настройки и т.д.

Для проверки выдвинутого предположения использовался масс-рефлектор с линейной траекторией ионов [12], разработанный ТОО "Меттек" [13] и имеющий следующие характеристики: длина анализатора $\sim 240 \text{ mm}$; длина траектории ионов $L \sim 180 \text{ mm}$; разрешающая способность в диапазоне масс $2 \div 4 \text{ u}$ $R_{10\%} \approx 50 \div 60$; чувствительность по парциальному давлению $\text{Ar} \sim 10^{-8} \text{ Pa}$; динамический диапазон $10^6 \div 10^7$, диапазон измеряемых масс $1 \div 150 \text{ u}$, время детектирования 20 газовых компонент $\sim 1 \text{ s}$. Вакуумная камера и все внутренние узлы и де-

тали масс-рефлектрона изготовлены из нержавеющей стали, в качестве изолирующего материала используется фарфор. Откачка анализатора и специально изготовленной для этих экспериментов системы напуска осуществляется безмасляными насосами, работающими без охлаждения водой или жидким азотом. После предварительной настройки прибор работал в автоматическом режиме.

Основными задачами проведенных экспериментов были регистрация молекулярного пика трития ${}^3\text{T}_2^+$, и исследование влияния фонового тока детектора на погрешность измерения интенсивности линий масс-спектра при длительной работе прибора с тритием.

Перед основными измерениями в спектре остаточного газа при $P_{\text{ост}} \approx 10^{-6}$ Pa регистрировались линии ${}^1\text{H}^+$, ${}^1\text{H}_2^+$, ${}^4\text{He}^+$, ${}^{14}\text{N}^+$, ${}^{16}\text{O}^+$. После напуска тритиевой пробы (начало отсчета времени t_0) до давления $P_{\text{раб}} \approx 10^{-4}$ Pa интенсивности указанных пиков практически не изменились, за исключением пиков атомарного и молекулярного трития, а в спектре появились неразрешенный пик (${}^3\text{T}^+ + {}^3\text{He}^+$) и пик молекулярного трития ${}^3\text{T}_2^+$. Так как напуск исследуемого газа в анализатор осуществлялся из малого мерного объема $\sim 0.5 \text{ cm}^3$, то за длительное время работы ($t_1 - t_0 \approx 40 \text{ min}$, $t_2 - t_0 \approx 80 \text{ min}$) давление в мерном объеме и соответственно интенсивности пиков (${}^3\text{T}^+ + {}^3\text{He}^+$) и ${}^3\text{T}_2^+$ уменьшились примерно на 10% от первоначальной величины. Восстановление давления в мерном объеме в момент времени работы t_n ($t_n - t_0 \approx 120 \text{ min}$) привело к восстановлению интенсивностей молекулярного пика трития и неразрешенного пика (${}^3\text{T}^+ + {}^3\text{He}^+$). Регистрация массовых линий проводилась автоматически без каких-либо подстроек прибора.

Результаты анализа газовой смеси, содержащей тритий, впервые полученные с помощью времяпролетного масс-спектрометра, приведены в таблице. Интенсивности измеряемых линий в масс-спектре даются в относительных единицах.

Полученные результаты показывают, что интенсивность неразрешенного пика (${}^3\text{T}^+ + {}^3\text{He}^+$) значительно превышает интенсивность молекулярного пика ${}^3\text{T}_2^+$. Это объясняется тем, что возраст тритиевой пробы превышал 20 лет, и основной компонентой в пробе стал радиогенный ${}^3\text{He}$. Наличие в спектре довольно больших пиков ${}^{14}\text{N}^+$ и ${}^{16}\text{O}^+$ свидетельствует о недостаточной степени прогрева и обезгаживания анализатора. Мы не обнаружили влияния фонового тока, обусловленного β -распадом трития, на интенсивности измеряемых пиков и на погрешно-

Измеряемые ионы	Интенсивность пиков в момент времени				Погрешность измерения, %
	t_0	t_1	t_2	t_n	
$^1\text{H}^+$	15	17	20	23	0.2
$^1\text{H}_2^+$	174	204	214	203	0.2
$^3\text{T}^+ + ^3\text{He}^+$	1001	910	894	1045	0.4
$^4\text{He}^+$	44	40	39	51	0.1
$^3\text{He}_2^+$	306	284	280	307	0.2
$^{14}\text{N}^+$	46	54	56	57	0.2
$^{16}\text{O}^+$	45	59	63	52	0.2

сти измерений газовых компонент, хотя измерения продолжались более двух часов. Из опыта работы с детектором, действующим в непрерывном режиме [9,10], известно, что уровень фонового тока, вызываемый β -электронами, начинает возрастать сразу же после напуска трития в анализатор.

По нашему мнению, полученные экспериментальные данные позволяют с уверенностью утверждать, что времяпролетный масс-спектрометр, работающий в режиме синхронного детектирования, позволяет исключить влияние фонового тока, вызываемого β -распадом ядер трития, и анализировать с высокой точностью состав газовых смесей, содержащих тритий. Как показывают расчеты, для достаточно надежного (а не полного, как в [1]) количественного анализа водородно-гелиевых смесей разрешающая способность масс-спектрометра должна быть $R_{10\%} \approx 500$. Существует ряд способов, позволяющих увеличить разрешающую способность масс-рефлектрона [14]. В настоящее время ведутся такие работы.

Список литературы

- [1] Алексеев С.А., Аруев Н.Н., Мамырин Б.А. и др. // Атомная энергия. 1981. Т. 51. № 1. С. 27–31.
- [2] Ellefson R.E., Moddeman W.E., Dylla H.F. // J. Vac. Sci. Technol. 1981. V. 18. N 3. P. 1062–1067.
- [3] Hiroki S., Abe T., Murakami Y. et al. // J. Vac. Sci. Technol. 1994. V. A12. N 5. P. 2711–2715.

- [4] *Engelmann U., Glugla M., Perzhorn R.D., Ache H.J.* // Nucl. Instr. and Meth. 1991. V. A302. P. 345–251.
- [5] *Engelmann U., Vassalo G.* // Fusion Engineering and Design. 1995. V. 28. P. 324–328.
- [6] *Lässer R., Caldwell-Nichols C.J., Dallimore J.* et al. Preprint JET-P(91)25. P. 73–78.
- [7] *Рязанцева Н.Н., Давыдов А.И.* // Атомная энергия. 1994. Т. 76. № 2. С. 125–127.
- [8] *Malinowski M.E.* SAND 79-8218. Preprint Sandia Lab. Livermore. USA. 1979. 32 p.
- [9] *Мамырин Б.А., Алексеенко С.А., Аруев Н.Н.* // ЖЭТФ. 1981. Т. 80. № 6. С. 2125–2131.
- [10] *Аруев Н.Н., Байдаков Е.Л., Мамырин Б.А., Яковлев А.В.* // ЖТФ. 1987. Т. 57. № 2. С. 300–305.
- [11] *Мамырин Б.А., Каратаев В.И., Шмик Д.В., Загулин В.А.* // ЖЭТФ. 1973. Т. 64. № 1. С. 82–89.
- [12] *Мамырин Б.А., Шмик Д.В.* // ЖЭТФ. 1979. Т. 76. № 5. С. 1500–1505.
- [13] *Козловский А.В.* Заявитель ТОО "Меттек". "Масс-спектрометр для газового анализа". Положительное решение по патентной заявке № 96102272.07 от 07.02.96 г.
- [14] *Mamyrin B.A.* // Intern. J. Mass Spectr. and Ion Processes. 1994. V. 131. P. 1–19.