

ПРИБОРЫ И МЕТОДЫ ИССЛЕДОВАНИЙ

Применение динамических масс-спектрометров для исследований в области термоядерного синтеза

Н.Н. Аруев

Рассмотрены устройство, аналитические характеристики и некоторые применения динамических масс-спектрометров двух типов, разработанных в Физико-техническом институте им. А.Ф. Иоффе РАН: магнитного резонансного масс-спектрометра (МРМС) и времяпролётного масс-спектрометра (ВПМС), названного авторами масс-рефлектроном. С помощью МРМС был измерен период полураспада трития, который является кандидатом на роль топлива для термоядерных установок, а также начаты исследования взаимодействия дейтериевой плазмы в сферическом токамаке Глобус-М с конструкционными материалами. Проведённые исследования показали, что масс-рефлектроны могут успешно применяться для анализа топливных газовых смесей для термоядерных установок, которые содержат радиоактивный тритий.

Ключевые слова: динамические масс-спектрометры, магнитные резонансные масс-спектрометры, времяпролётные масс-спектрометры, разрешающая способность, чувствительность, динамический диапазон, топливные газовые смеси, изотопы водорода и гелия, анализ тритийсодержащих смесей, период полураспада трития

PACS numbers: 52.55.Fa, 82.80.Ms, 82.80.Rt

DOI: <https://doi.org/10.3367/UFNr.2016.05.037807>

Содержание

1. Введение (99).
 2. Магнитные резонансные масс-спектрометры (100).
 3. Детектор ионных пучков (104).
 4. Период полураспада трития (105).
 5. Исследования конструкционных материалов токамака с помощью магнитного резонансного масс-спектрометра (107).
 6. Времяпролётные масс-спектрометры (109).
 7. Масс-рефлекτροн с V-образной траекторией движения ионов (110).
 8. Линейный масс-рефлекτροн (111).
 9. Анализ топливных газовых смесей, содержащих тритий, с помощью линейного масс-рефлекτροна (112).
 10. Масс-рефлекτροн с повышенной разрешающей способностью (113).
 11. Заключение (116).
- Список литературы (116).

1. Введение

Динамическими масс-спектрометрами называются такие приборы, в которых ускорение, движение и разделение анализируемых ионов по массам происходят под действием импульсных или радиочастотных электрических полей. Всего в мире существует примерно 10 типов

динамических масс-анализаторов, и два из них: магнитный резонансный и времяпролётный — были разработаны, изготовлены, достаточно полно исследованы и нашли широкое применение в лаборатории масс-спектрометрии Физико-технического института им. А.Ф. Иоффе РАН (ФТИ).

В конце 1970-х — начале 1980-х годов возникло несколько важнейших научных проблем, к которым было приковано внимание физиков: определение массы электронного антинейтрино [1–3] и связанное с ним измерение разности масс дублета ${}^3\text{T}^+ - {}^3\text{He}^+$ [4, 5]; бурное развитие физики плазмы, повсеместное строительство термоядерных установок, в основном тороидальных, а позднее сферических токамаков; связанный с этим поиск методов анализа топливных газовых смесей, содержащих изотопы водорода и гелия, в том числе тритий [6, 7]; исследования взаимодействия изотопов водорода и гелия с конструкционными материалами строящихся и проектируемых установок [8, 9]. Примерно в то же время в США был измерен период полураспада трития методом абсолютного счёта [10] и получено значение $T_{1/2} = 12,43 \pm 0,05$ года, на 0,08 года, т.е. на четыре недели, превышающее значение этой величины, принятое в СССР. Все эти задачи имели непосредственное отношение к масс-спектрометрии, химическому и изотопному анализу веществ. Так как в лаборатории масс-спектрометрии ФТИ был достаточно большой парк действующих приборов и мы имели некий опыт работы с тритием и по прецизионным измерениям фундаментальных физических констант [11], было решено принять участие в этих исследованиях, которое продолжается и по сей день.

Н.Н. Аруев. Физико-технический институт им. А.Ф. Иоффе РАН, Политехническая ул. 26, 194021 С.-Петербург, Российская Федерация
E-mail: aruev.mass@mail.ioffe.ru

Статья поступила 7 декабря 2015 г.

2. Магнитные резонансные масс-спектрометры

Разработка магнитных резонансных масс-спектрометров (МРМС) была начата в Ленинградском физико-техническом институте в начале 1950-х годов, а их совершенствование продолжается до сих пор. В течение более 50 лет работы по созданию и применению этих приборов вёл Б.А. Мамырин (25.05.1919–05.03.2006) со своими учениками и коллегами. Всего было построено семь таких приборов, в настоящее время их существует пять (все в ФТИ), но активно используется только один.

По сути, принцип действия МРМС основан на зависимости частоты движения ионов по круговой орбите в постоянном однородном магнитном поле от величины поля и отношения массы иона к его заряду. По определению, циклотронная частота ионов ω_c с зарядом Zq и массой M в однородном постоянном магнитном поле с напряжённостью H выражается как

$$\omega_c = \frac{ZqH}{cM}, \quad (1)$$

где c — скорость света. При этом магнитное поле обеспечивает ионам совершенную временную и пространственную фокусировку. Период обращения ионов по круговой орбите не зависит от их энергии, угла вылета из источника и определяется выражением

$$T_c = \frac{2\pi Mc}{ZqH}, \quad (2)$$

или для однозарядных ионов:

$$T_c \approx 652 \frac{M}{H}, \quad (3)$$

где T_c измеряется в микросекундах, M — в атомных единицах массы (а.е.м.), а H — в эрстедах. Так, из формулы для радиуса ρ движения заряженной частицы с отношением массы к заряду M/q в постоянном магнитном поле H под действием электрического потенциала U

$$\rho = \frac{(2UM/q)^{1/2}}{H} \quad (4)$$

следует связь между ρ и ускоряющим напряжением в ионном источнике. Для грубых расчётов обычно применяется следующая формула: $\rho = 144(UM/q)^{1/2}/H$, где ρ измеряется в сантиметрах, ускоряющее напряжение U — в вольтах, масса ионов M — в а.е.м., заряд ионов q — в элементарных зарядах, магнитное поле — в эрстедах.

Вероятно, работа [12] была первой, в которой для определения масс атомов предлагалось использовать измерения времени пролёта ионов в магнитном поле по круговой траектории, но она не получила большой известности. Примерно через 10 лет, вскоре после окончания Второй мировой войны, масс-спектрометрия — один из наиболее точных методов исследования состава вещества — стала быстро развиваться, и три группы учёных в СССР и США [13–15] практически одновременно предложили независимые способы определения масс атомов посредством измерения циклотронных периодов. Работа студента четвёртого курса физико-механического факультета Ленинградского политехнического института В.Б. Фикса [14] получила своё кон-

кретное продолжение в одной из лабораторий ФТИ, которая занималась разделением изотопов в рамках Атомного проекта. Вероятно, здесь не следует детально рассматривать устройство магнитных времяпролётных масс-спектрометров, в том числе двух американских, но хотелось бы кратко рассказать об основных этапах развития МРМС.

Первая, опубликованная в ФТИ, работа [16] содержала три схемы времяпролётных магнитных приборов, которые были последовательно построены и исследованы. Приборы постоянно развивались и усложнялись. Принцип работы третьей модели прибора для измерения масс по их циклотронной частоте можно описать так.

Ионы, образовавшиеся в ионном источнике, проходят пол-оборота в постоянном магнитном поле и попадают в трёхсеточный модулятор. Крайние сетки модулятора заземлены, а на среднюю подаётся импульсное напряжение с частотой следования импульсов ω и их длительностью Δt . Проходя модулятор, ионы получают ускорение, приращение радиуса, огибают источник и снова попадают в модулятор. Если частота следования импульсов ω пропорциональна циклотронной частоте ионов ω_c , т.е. $\omega = n\omega_c$, где n — целое число или номер гармоники модулирующего напряжения, то ионы могут совершить несколько оборотов по спиральной траектории в магнитном поле, достичь коллектора и быть зарегистрированы. При этом движении происходит разделение ионов по массам в соответствии с временем пролёта, т.е. с циклотронным периодом. Лёгкие ионы достигают коллектора первыми, а самые тяжёлые — последними.

Авторы [16] показали, что обычное выражение для разрешающей способности $R = M/\Delta M$, где M_1 и M_2 — массы ионов двух сортов, $M = (M_1 + M_2)/2 \approx M_1 \approx M_2$, $\Delta M = M_2 - M_1$, преобразуется в следующее:

$$R = \frac{M}{\Delta M} = \frac{\omega}{\Delta\omega}, \quad (5)$$

где $\Delta\omega$ — ширина массового пика на определённой высоте. В работе [16] при измерениях дублета $^{85}\text{Rb}^+ - ^{87}\text{Rb}^+$ и $n = 3$ была получена разрешающая способность на полувысоте массовой линии ≈ 1200 . Исследование работы этой модели прибора позволило сделать ряд важных выводов: 1) использование высших гармоник модулирующего напряжения ($n \gg 1$) даёт возможность существенно увеличить выходной ток прибора, а следовательно, и его чувствительность; 2) измерения масс ионов сводятся к измерениям частот.

С самого начала целью исследований схем резонансных масс-спектрометров в ФТИ являлось создание аналитического прибора с высокими разрешающей способностью и чувствительностью для решения ряда газодинамических задач. Первый реально действующий прибор [17] был построен по приведённой в [16] схеме, достаточно полно описанной выше. Поэтому здесь мы обратим внимание только на причины, влияющие на аналитические характеристики приборов. По сравнению с чувствительностью магнитных статических масс-спектрометров чувствительность импульсных приборов резко падает из-за того, что ток на детектор идёт только в течение коротких промежутков времени и отсутствует во время пауз между импульсами. Светосила и чувствительность импульсного МРМС снижаются также при прохождении пакетом ионов трёх сеток модулятора.

Чем больше оборотов совершает пакет ионов на орбите дрейфа ($n = 1 - 5$), тем выше разрешающая способность и ниже светосила и чувствительность прибора.

Так как разрешающая способность МРМС определяется длительностью ионных пакетов, т.е. размером пакетов в направлении их движения, это позволяет использовать в ионном источнике и всех диафрагмах щели шириной вплоть до нескольких миллиметров и таким образом значительно повысить рабочий ток и чувствительность прибора без заметной потери разрешающей способности. Отметим, что в статических магнитных масс-спектрометрах для получения $R \sim (5 - 10) \times 10^3$ применяются щели шириной всего в несколько десятков микрометров, т.е. в несколько сотен раз уже, чем в резонансных приборах.

В рассматриваемом импульсном МРМС для увеличения коэффициента использования тока источника и повышения чувствительности был применён режим накопления ионов в ионизационной камере за время между выталкивающими импульсами, которые были синхронизованы через линию задержки с импульсами, поступающими на модулятор. В результате ток ионов из источника стал импульсным, но плотность тока в импульсе увеличилась в T/τ_1 раз, где T — период следования импульсов напряжения к источнику и модулятору, τ_1 — длительность ионного пакета, определяемая в основном шириной ионизационной камеры источника [17].

Построенный импульсный МРМС имел следующие аналитические характеристики. При разрешающей способности прибора 4–5 тыс. на полувысоте массовой линии выходной ионный ток составлял $\approx 10^{-11}$ А. Одним из достоинств прибора авторы [17] считали хорошую форму линии масс-спектра и отсутствие "хвостов" у основания пиков. Основные недостатки этого масс-спектрометра следующие: 1) необходимость работы с большим числом оборотов ионов на орбите дрейфа ($n = 3 - 5$) с целью получения высокой разрешающей способности, что привело к уменьшению выходного тока и потере чувствительности; 2) импульсный режим работы источника; 3) наличие гармоник, т.е. возможность получения пиков одной массы при разных частотах следования импульсов, подаваемых на модулятор и ионный источник.

Для устранения этих недостатков в ФТИ была предложена новая схема импульсного МРМС [18], в котором на модулятор подаётся трапецеидальное периодическое напряжение, а ионный источник работает в непрерывном режиме. Исследования этого прибора позволили теоретически объяснить наличие трёх различных режимов работы МРМС: компенсационного, резонансного и режима прямого заброса, в котором ионы после первого прохождения модулятора получают приращение скорости и радиуса, достаточные для попадания в выходную щель прибора. Было также показано, что высокая разрешающая способность (порядка нескольких тысяч) может быть получена при одном обороте ионов на орбите дрейфа, т.е. всего при двух ускорениях ионов в модуляторе.

Компенсационный режим работы МРМС характеризуется тем, что ионы, получившие при первом ускорении в модуляторе меньшую энергию, при втором ускорении получают большую энергию и, наоборот, ионы, достигшие вначале большей энергии, при втором ускорении получают меньшую. Таким образом, после двух ускорений про-

изойдёт компенсация разбросов по энергии определённой части ионов и энергия всех ионов в пакете станет одинаковой. Плавное изменение частоты в небольших пределах не нарушает компенсации энергий ионов в пакете, и пакет ионов, достигнув выходной щели масс-анализатора, образует компенсационный пик ионного тока. Каждому номеру гармоники модулирующего напряжения соответствуют два компенсационных пика, которые на шкале частот находятся по обе стороны от резонансного пика. По амплитуде резонансный пик примерно вдвое меньше компенсационных, и его амплитуда не критична к изменению частоты в достаточно широкой области частот, в отличие от амплитуды компенсационных пиков. Как оказалось позднее, теория, развитая для трапецеидального модулирующего напряжения [18], полностью справедлива и для синусоидального [19].

Чрезвычайно важный результат, повлиявший на весь ход создания магнитных резонансных приборов, был получен несколько ранее в [20] при рассмотрении процесса ускорения ионов в двухзачорном симметричном модуляторе. Заземлённые боковые электроды этого модулятора находятся на расстоянии a от среднего электрода, на который подаётся высокочастотное синусоидальное напряжение $U_m \sin(\omega t)$. Если ионы входят в модулятор со скоростью v_0 , то под действием модулирующего напряжения они получают приращение скорости Δv , которое в первом приближении синусоидально зависит от времени входа иона в модулятор.

Можно рассматривать это приращение Δv как функцию от фазы модулирующего напряжения φ , которая соответствует моменту прохождения ионами средней сетки модулятора. В этом случае

$$\Delta v = U_m \cos \varphi \frac{1 - \cos \theta}{\theta}, \quad (6)$$

$$\theta = \frac{a\omega}{v_0}, \quad (7)$$

U_m и ω — амплитуда модулирующего напряжения и его угловая частота, a — расстояние между сетками модулятора. Как показано в работе [19], множитель $(1 - \cos \theta)/\theta$ имеет максимум при фазовом угле

$$\theta \approx \frac{3\pi}{4}. \quad (8)$$

Это означает, что максимальное приращение скорости, а следовательно, и радиуса движения ионы получают, если a и ω в (7) подобраны так, что за время пролёта модулятора фазовый угол высокочастотного модулирующего напряжения изменится на $3\pi/4$.

Уравнения (6) и (7) устанавливают связь между геометрическими, электрическими, частотными и фазовыми параметрами резонансных приборов и используются при расчёте их аналитических характеристик. Как оказалось в дальнейшем, условие (8) справедливо также и для двухзачорного симметричного щелевого модулятора. Только в последнем случае a равно не расстоянию между центральным и боковыми электродами модулятора, а некоторой эффективной величине, учитывающей провисание электрических полей в щели электродов.

Построенный на основе этих представлений прибор [21] обладал разрешающей способностью порядка $10 -$

12 тыс. на полувысоте массовой линии и высокой чувствительностью при работе в компенсационном режиме, что позволило использовать его для измерения масс-спектра остаточных газов в камере анализатора МРМС в диапазоне масс 2–45 а.е.м.

Второй масс-спектрометр [22] создавался специально для измерения одной из важнейших фундаментальных констант физики — магнитного момента протона в ядерных магнетонах. Поэтому для повышения точности определения необходимо было получить максимально возможную разрешающую способность при работе прибора в резонансном режиме, при котором резонансная частота ионов практически не зависит от амплитуды модулирующего напряжения и который даёт возможность точно рассчитать модуляторную поправку, связанную с тем, что ионы в зазорах модулятора движутся с ускорением, т.е. с возмущённой циклотронной частотой.

По определению, магнитный момент протона в ядерных магнетонах μ_p/μ_n выражается как

$$\frac{\mu_p}{\mu_n} = \frac{\omega_n}{\omega_{c,p}}, \quad (9)$$

где ω_n — частота спиновой прецессии протона (частота ядерного магнитного резонанса), $\omega_{c,p}$ — циклотронная частота протона, измеренные в одном и том же магнитном поле. Так как на практике измерялись циклотронные частоты ионов $\omega_{c,i}$ (${}^4\text{He}^+$, ${}^{20}\text{Ne}^{++}$, ${}^{20}\text{Ne}^+$), а не протонов, то $\omega_{c,p}$ рассчитывалась в соответствии с равенством

$$\omega_{c,p}M_p = \omega_{c,i}M_i. \quad (10)$$

Для того чтобы учесть влияние на циклотронные частоты ионов паразитных электрических полей, производилась линейная экстраполяция $\omega_{c,i}$ для пар ионов с массами M_1 и M_2 (например, ${}^4\text{He}^+$, ${}^{20}\text{Ne}^{++}$) к нулевой массе. Эта процедура соответствует измерению циклотронной частоты иона, ускоренного бесконечно большим напряжением, по сравнению с которым влияние паразитных электрических полей пренебрежимо мало. Однако при проведении экстраполяции необходимым условием является равенство или постоянство паразитных полей на протяжении траекторий движения пар ионов, которое чрезвычайно трудно выполнить.

Тем не менее высокая разрешающая способность МРМС (порядка 30–35 тыс. на полувысоте пика), использование методики совмещения циклотронного сигнала и сигнала ядерно-магнитного резонанса и тщательный учёт возможных погрешностей измерений позволили определить величину μ_p/μ_n с относительной погрешностью $\approx 7,3$ ppm (parts per million) [22, 23].

Для того чтобы исключить возможную ошибку при экстраполяции $\omega_{c,i}$ к нулевой массе, был разработан двухсекционный источник ионов, из которого одновременно выходили ионы двух масс, составлявшие пары ${}^4\text{He}^+ - {}^{20}\text{Ne}^{++}$, ${}^4\text{He}^+ - {}^{20}\text{Ne}^+$, ${}^4\text{He}^+ - {}^{40}\text{Ar}^{++}$, ${}^4\text{He}^+ - {}^{40}\text{Ar}^+$ [11, 24]. Поэтому влияние паразитных электрических полей на циклотронные частоты ионов в паре было существенно меньше, чем в работах [20, 22]. Кроме того, была значительно уменьшена неоднородность магнитного поля на рабочей орбите до $\Delta B_z/B_0 \approx 7 \times 10^{-6}$ (здесь B_0 — магнитное поле в центре зазора магнита). В работах [11, 24] измерялись все три составляющие магнитного поля на рабочей орбите диаметром 224 мм: вертикаль-

ная, ΔB_z , радиальная, ΔB_ρ , и азимутальная, ΔB_ϕ [25]. Разрешающая способность на полувысоте массовой линии во всём диапазоне масс измеряемых ионов (4–40) составляла $\approx 5 \times 10^4$.

Прибор работал в резонансном режиме [18], что дало возможность точно рассчитать модуляторную поправку, которая связана с тем, что ионы в модуляторе движутся ускоренно и приращение скорости не является строго синусоидальной функцией. Были также введены поправки, обусловленные магнитными свойствами камеры анализатора МРМС, магнитным действием тока накала катода в ионном источнике, и релятивистская поправка, а также оценены все возможные погрешности измерений и расчётов. В результате было получено значение $\mu_p/\mu_n = 2,7927744 \pm 0,0000012$ ($\pm 0,43 \times 10^{-6}$), которое без изменения вошло в согласование фундаментальных физических констант 1973 года [26] и определило значения ряда электромагнитных физических констант до следующего согласования 1986 года [27].

Работы [18, 19, 21–23] завершили первый этап в создании магнитных резонансных масс-спектрометров, показали способы расчёта аналитических характеристик МРМС и наметили два пути дальнейшего развития этих приборов: достижение максимально возможной разрешающей способности с целью измерения фундаментальных физических констант, масс и разностей масс атомов, а также достижение максимально высокой абсолютной и изотопической чувствительности, в частности, для исследований изотопии благородных газов в природных и техногенных образцах. Так как все более поздние работы по усовершенствованию и модернизации МРМС касались разработки теории и улучшения работы отдельных узлов или их параметров и систем этих приборов, а не принципа работы всего масс-спектрометра в целом, то, вероятно, здесь следует привести схему МРМС (рис. 1) и описать принцип его действия.

Анализатор находится в однородном магнитном поле H . Ионы исследуемых газов образуются в источ-

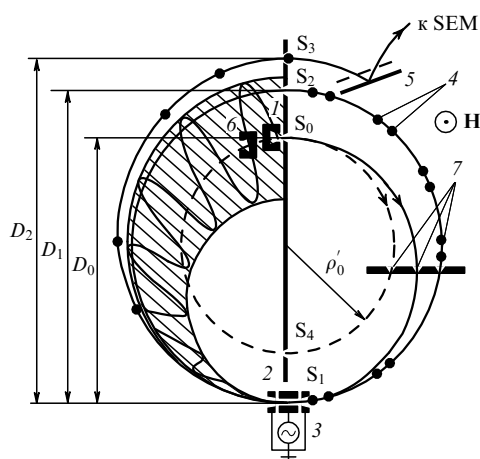
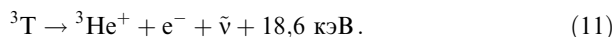


Рис. 1. Схема магнитного резонансного масс-спектрометра: 1 — ионный источник, 2 — модулятор, 3 — высокочастотный генератор, 4 — ионные пакеты, вырезанные щелью дрейфа S_2 из промодулированного пучка, 5 — отражатель ионов, 6 — 360° -ный ионный коллектор, 7 — апертурные щели, S_0 — выходная щель источника, S_1 — щели в электродах модулятора, S_2 — щель дрейфа, S_3 — выходная щель анализатора, S_4 — контрольная щель, D_0 , D_1 , D_2 — диаметры орбит, SEM (Secondary Electron Multiplier) — вторичный электронный умножитель.

нике Нира электронным ударом, выходят из него через щель S_0 и движутся по круговой траектории. Предварительное разделение ионного пучка осуществляется в первой статической 180° -ной ступени прибора. Ионы с близкими значениями M/q попадают в модулятор и подвергаются воздействию высокочастотного электрического поля в двух зазорах между тремя плоскими параллельными друг другу электродами со щелями S_1 . Крайние электроды модулятора заземлены, а на центральный подаётся синусоидальное напряжение с частотой, много большей (n — номер гармоники, равный 100–200), чем циклотронная частота исследуемых ионов в данном магнитном поле. При прохождении зазоров модулятора ионный пучок модулируется по энергии и, следовательно, по радиусу траектории.

В заштрихованной области на рис. 1 показано мгновенное положение ионного пучка. Щель дрейфа S_2 вырезает из пучка короткие пакеты ионов, которые, пройдя ещё пол-оборота в магнитном поле, снова попадают в модулятор. Если амплитуда, частота и фаза модулирующего напряжения установлены правильно, то пакеты ионов получают второе приращение энергии и радиуса, необходимое для того, чтобы они могли попасть в выходную щель S_3 . С помощью отражающего зазора или цилиндрического конденсатора пучок выводится из области магнитного поля и попадает на вторично-электронный множитель (ВЭУ-1 или ВЭУ-6), ток которого регистрируется электрометрическим усилителем.

Как отмечалось во введении, необходимость точного измерения разности масс атомов (ионов) трития и гелия-3 возникла после появления работ [1–3] по определению верхней границы β -спектра трития. Дело в том, что при β -распаде ядра трития образуются ядро гелия-3, электрон, электронное антинейтрино и выделяется энергия около 18,6 кэВ:



Отсюда следует, что если точно известны разность масс атомов трития и гелия-3, масса электрона, а также конечная (максимальная) энергия β -спектра трития, то можно оценить массу электронного антинейтрино $\bar{\nu}$. Разность масс $\Delta M = M({}^3\text{T}) - M({}^3\text{He})$, измеренная масс-спектрометрическим способом в атомных единицах массы, может быть представлена в энергетических единицах с помощью соответствующего коэффициента пересчёта. Эти измерения осложнялись чрезвычайно высокими требованиями. Во-первых, разность масс $\Delta M = M({}^3\text{T}) - M({}^3\text{He}) \approx 0,00002$ а.е.м., поэтому разрешающая способность масс-спектрометра по основанию массовой линии должна составлять $R = M/\Delta M = 3/0,00002 = 1,5 \times 10^5$. Во-вторых, поскольку масса электронного антинейтрино исчезающе мала, близка к нулевой, допустим, ~ 1 эВ (1 а.е.м. ≈ 930 МэВ), относительная погрешность измерения разности масс должна быть порядка 10^{-9} а.е.м. В-третьих, тритий является радиоактивным веществом и его напуск в масс-анализаторы влечёт за собой увеличение темнового тока вторично-электронных умножителей всех типов и микроканальных пластин на несколько порядков, что делает невозможным точное измерение масс или их разностей.

Разработка МРМС с разрешающей способностью $R = 1,5 \times 10^5$ по основанию пика началась с создания теории движения ионов в приборе (см. рис. 1) при

компенсационном режиме работы [28]. Движение ионов в масс-анализаторе от источника до детектора может быть разделено на девять частей и описано девятью трансцендентными уравнениями, которые связывают фазы и углы пролёта ионном зазорах между электродами трёхкамерного модулятора при первом и втором пролётах. Геометрические, электрические и частотные параметры анализатора входят в эти уравнения в качестве коэффициентов. Задавая фазу при первом влёте ионов в модулятор φ_{01} и решая систему полученных уравнений, находим приращение диаметра орбиты ионов после двух проходов ими модулятора, а также форму пакета ионов, его размеры и положение перед выходной щелью S_3 . В работе [28] получены также аналитические выражения для разрешающей способности МРМС по основанию массовой линии и чувствительности анализатора. Выбор всех оптимальных параметров анализатора производился с помощью специальной компьютерной программы из условия максимальной чувствительности при заданной разрешающей способности $R = 1,5 \times 10^5$.

На основе проведённых расчётов был построен МРМС, который настраивался на максимальную разрешающую способность посредством перемещения в малых пределах щели дрейфа S_2 и поворота выходной щели S_3 относительно силовых линий магнитного поля, а также настройки на оптимальную частоту всех питающих напряжений и токов. Результаты расчётов хорошо подтвердились в экспериментах. При тщательной настройке всех параметров и $n = 110$ разрешающая способность прибора на полувысоте массовой линии ${}^3\text{He}^+$ достигала $R_{0,5h} = 350000$, а пик имел традиционно хорошую для МРМС форму.

Для иллюстрации разрешающей способности прибора было зарегистрировано несколько серий (несколько десятков спектров) дублета ${}^3\text{T}^+ - {}^3\text{He}^+$, один из которых приведён на рис. 2. Как видно из рисунка, спектр покрыт импульсами шумового тока, обусловленного β -распадом ядер трития на поверхности динодов умножителя и окружающих элементов в детектирующей системе МРМС. Постоянная составляющая шумового тока на 2–3 порядка превосходит амплитуды пиков в дублете. Несмотря на наличие фонового тока β -электронов, пики ${}^3\text{T}^+$ и ${}^3\text{He}^+$ достаточно хорошо разрешены,

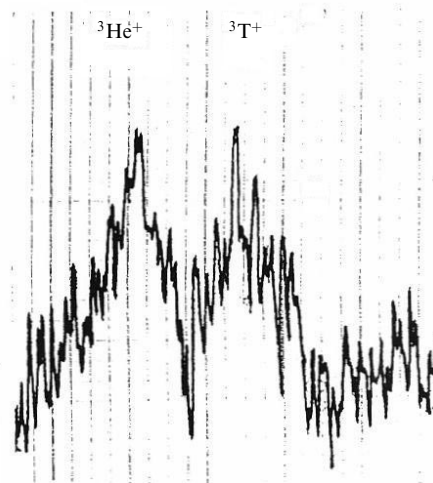


Рис. 2. Масс-спектр дублета ${}^3\text{He}^+ - {}^3\text{T}^+$. $\Delta M = 0,00002$ а.е.м.

что позволило нам оценить разность масс: $\Delta M = M(^3\text{T}) - M(^3\text{He}) \approx 18600$ эВ, но погрешность определения была настолько велика (≈ 200 эВ), что этот результат в то время не был опубликован.

3. Детектор ионных пучков

Возникновение фонового тока после напуска в анализатор МРМС газообразного трития вначале было неожиданным и непонятным, так как в конце 1970-х годов никаких данных о масс-спектрометрических измерениях трития в открытой литературе не было. Исследования фонового тока, обусловленного β -распадом трития, показали, что этот ток увеличивается с возрастанием парциального давления трития в масс-анализаторе и является пропорциональным площади первых динодов в случае использования в детекторе вторично-электронных умножителей типа ВЭУ-1 или ВЭУ-2 или площади входного окна в случае ВЭУ-6 и включает в себя несколько составляющих. Первая составляющая фонового тока, связанная с распадом ядер трития в объёме камеры детектора, определяется парциальным давлением трития в анализаторе. Вторая — обусловлена распадом ядер трития на первых динодах жалюзийных умножителей типа ВЭУ-1 или на поверхности входного окна каналового умножителя ВЭУ-6. Эти ядра приходят на вход умножителей в пучке анализируемых ионов или сорбируются на поверхностях в виде нейтральных атомов. Третья составляющая фонового тока, обусловленная β -распадом трития, сорбированного на конструктивных деталях и стенках вакуумной камеры в зоне расположения ВЭУ, зависит от площади деталей и конструкции системы.

Поскольку мы работали при малых парциальных давлениях трития в анализаторе МРМС, первая составляющая фонового тока была существенно меньше второй и третьей, зависящих не только от парциального давления, но и от времени работы с тритием. Так, в нашем приборе [28] в течение нескольких месяцев наблюдался устойчивый фоновый ток $\sim 10^{-16} - 10^{-15}$ А, т.е. на 3–4 порядка превышающий собственный темновой ток ФЭУ. Примерно такие же результаты в то же самое время были получены в работах [29, 30]. Многократные длительные прогревы анализатора при температуре

$\approx 100^\circ\text{C}$ и выше, "промывки" вакуумной системы химически активными (O_2 , CH_4), инертными (He , Ar) газами и атмосферным воздухом практически не уменьшали величину фонового тока.

В связи с задачей прецизионного измерения с помощью МРМС разности $M(^3\text{T}) - M(^3\text{He})$ был разработан детектор ионных пучков [31, 32], который позволил существенно уменьшить фоновый ток, обусловленный β -распадом трития. В основу детектора положен принцип преобразования ионов во вторичные электроны с последующим преобразованием их в кванты света, которые регистрируются фотоэлектронным умножителем (ФЭУ).

Главной особенностью детектора является наличие защитного слоя, который наносится на сцинтиллятор. Этот защитный слой предохраняет поверхности сцинтиллятора от прямого попадания атомов и молекул трития, задерживает β -электроны во всём диапазоне их энергий (0–18,6 кэВ) и пропускает значительную долю вторичных электронов, энергия которых определяется потенциалом мишени ионно-электронного преобразователя (ИЭП). Это означает, что толщина слоя должна равняться максимальной глубине проникновения электронов с энергией $\approx 18,6$ кэВ для выбранного материала. Слой должен быть сплошным, бездефектным, однородным по толщине, а его материал должен обладать высокой адгезией к материалу сцинтиллятора, кроме того, диффузия изотопов водорода в материале защитного слоя должна быть низкой. В результате длительных поисков и многочисленных экспериментов в качестве материала защитного слоя сцинтиллятора был выбран кислотостойкий фторсодержащий фоторезист марки ФП-25 толщиной 6,5 мкм.

На рисунке 3 схематически изображён детектор ионных пучков. В качестве сцинтиллятора в нём используется монолитный экран из $\text{CaF}_2(\text{Eu})$ [33]. Мишень-эмиттер ИЭП выполнена в форме шара из высокоуглеродистой стали ШХ-15 со срезанным сегментом, и эта плоская часть является рабочей поверхностью. Мишень находится под отрицательным потенциалом, который может плавно изменяться от 0 до 32 кВ. Критерием чистоты поверхности мишени служит наличие или отсутствие автоэмиссионного тока при подаче на мишень высокого отрицательного напряжения. В детекторе ис-

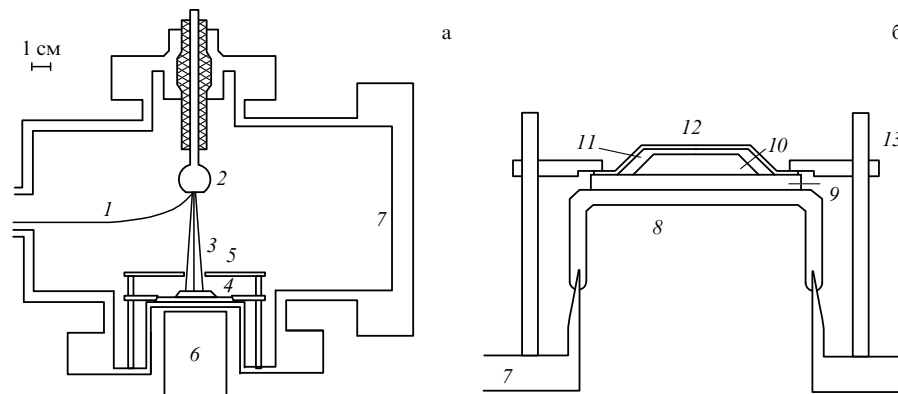


Рис. 3. Схема тритиевого детектора (а) и сцинтилляционного узла (б): 1 — пучок ионов, 2 — мишень ионно-электронного преобразователя, 3 — пучок вторичных электронов, 4 — сцинтилляционный узел, 5 — диафрагма, 6 — фотоэлектронный умножитель, 7 — стенка вакуумной камеры, 8 — оптическое окно, 9 — стеклянная подложка, 10 — монолитный сцинтиллирующий экран $\text{CaF}_2(\text{Eu})$, 11 — защитный слой фоторезиста ФП-25, 12 — слой Al, 13 — детали прижимного устройства.

пользован фотоэлектронный умножитель ФЭУ-92, охлаждаемый парами жидкого азота для уменьшения собственного темнового тока.

Работа рассматриваемого детектора ионных пучков была всесторонне тщательно исследована, и в результате было установлено, что источниками фонового тока детектора являются собственный темновой ток ФЭУ, возможный ток автоэлектронной эмиссии с мишени-эмиттера, фоновый ток космического излучения и часть фонового тока β -электронов, образующихся при распаде ядер трития на рабочей поверхности мишени-эмиттера. Эти электроны, обладающие суммарной энергией 30–48,6 кэВ, проходят через защитный слой и, вероятно, вносят основной вклад в фоновый ток.

Исследования и измерения также показали, что величина фонового тока не превышает 10^{-17} А и в течение длительного времени фоновый ток детектора остаётся постоянным. Это говорит о том, что изотопный обмен атомов трития с атомами водорода в фоторезисте ФП-25 идёт очень медленно. Хотя разработанный детектор дал возможность значительно, по крайней мере на два порядка, уменьшить влияние фоновых токов, вызываемых β -распадом трития, это не позволило нам достичь необходимой точности измерений разности масс $\Delta M = M(^3\text{T}) - M(^3\text{He})$, погрешность измерений составила несколько десятков электронвольт, в то время как погрешности измерений с помощью спектрометров ионноциклотронного резонанса с фурье-преобразованием [4, 5] не превышали нескольких электронвольт.

4. Период полураспада трития

В конце 1970-х годов появилась ещё одна задача, в решение которой мог внести вклад МРМС, способный разделить дублет трития и гелия-3. Измеренный в США период полураспада трития $T_{1/2} = 12,43 \pm 0,05$ года [10] превышал принятую в СССР величину $T_{1/2} = 12,35 \pm 0,03$ на 0,08 года (т.е. практически на месяц). Так как эта характеристика β -распада являлась необходимой для решения ряда научных и технических проблем, например, управляемого термоядерного синтеза, теории β -распада, теории слабого и электромагнитного взаимодействия, для медицинских и биологических целей, а также для выполнения регламентных работ с устройствами, содержащими тритий, мы стали рассматривать возможности измерения $T_{1/2}$ трития, тем более что у нас был опыт работы с тритием и имелось несколько магнитных резонансных масс-спектрометров с различными аналитическими характеристиками.

К тому времени в мире было опубликовано около 15 результатов измерения $T_{1/2}$ трития, и во всех этих измерениях использовались три метода. Я не буду детально рассматривать методики измерения этой величины и присущие им трудности, а также упоминать старые работы, имеющие чисто историческую ценность, а просто приведу названия методов и попытаюсь отметить главные трудности, свойственные всем методам.

Метод абсолютного счёта [10] основан на измерении количества распадающегося материнского вещества — трития (11), а метод накопления [34] — на измерении дочернего вещества — гелия-3. Оба эти метода требуют абсолютных измерений количества вещества в пробе, и вне зависимости от способа измерения (ионизационная камера, масс-спектрометр, β -спектрометр или газовые

весы) необходимо изготавливать эталонные пробы, калибровать измерительные приборы, точно измерять делительные объёмы, контролировать давление и температуру, учитывать сорбцию и диффузию газов в конструкционные материалы измерительного оборудования, так как эксперименты могут длиться несколько лет.

Третий метод измерения $T_{1/2}$ трития, предложенный в 1904 г. Резерфордом, основан на использовании микрокалориметров, которые измеряют тепло, выделяющееся при β -распаде трития в замкнутом объёме [35, 36]. Этот метод, получивший название "кривая распада", по сути, отображает динамику выделения тепла во времени, не требует измерения абсолютного количества трития в пробе и является свободным от погрешностей, обусловленных диффузией и адсорбцией, так как акты распада на поверхностях и в материале калориметров дают вклад в измеряемую величину. Однако этому методу присущи другие источники возможных погрешностей, связанные, например, с прецизионными измерениями малых изменений температуры, термостатированием оборудования, учётом возможных химических реакций пробы с материалом калориметра. Получение надёжных и достоверных данных в таких измерениях осложнялось тем обстоятельством, что эксперименты длились 10 лет [35] и даже 18 лет [36].

Кроме того, для β -распадов с малой граничной энергией существует заметная вероятность захвата электрона на оболочку образующегося атома ^3He , и такой процесс не регистрируется калориметром, поскольку практически вся энергия распада уносится антинейтрино. Вероятность распада трития с захватом электрона на оболочку ^3He может достигать около 1 % от полной вероятности распада. Химическое окружение ядра трития также влияет на вероятность распада и период полураспада [37, 38]. Влиянию этих эффектов на $T_{1/2}$ трития посвящено огромное число работ, и их рассмотрение не входит в нашу задачу. Однако отметим, что при точных измерениях $T_{1/2}$ трития необходимо учитывать влияние химической среды и агрегатного состояния тритиевого образца.

Длительные исследования работы МРМС с рекордно высокой разрешающей способностью при напуске в него трития показали, что фоновый ток детектора не позволяет измерять абсолютные количества вещества в газовых пробах, в частности трития или гелия-3, с погрешностью менее 10 %. Такая погрешность была неприемлема для измерений периода полураспада трития. Поэтому метод измерения $T_{1/2}$ трития в прямых экспериментах по изменениям амплитуд пиков трития и гелия-3 в пробе через длительные интервалы времени был отвергнут, и это заставило нас посмотреть на поставленную задачу с другой стороны.

Для измерения периода полураспада трития было предложено [39] использовать МРМС типа МИ-9301 (или другие подобные приборы), обладающий высокой абсолютной чувствительностью по $^3\text{He}^+$ ($\leq 10^5$ атомов гелия-3 в объёме анализатора), разрешающей способностью на полувысоте линии масс-спектра порядка 10^3 (или выше), что даёт возможность отделить линию $^3\text{He}^+$ от линий изотопов водорода ($^1\text{H}_3^+$, $^1\text{H}_2\text{D}^+$), а также высокой изотопической чувствительностью, которая позволяет измерять отношение $^3\text{He}^+ / ^4\text{He}^+ \approx 10^{-10}$ и менее в случае регистрации ионного тока гелия-3 в режиме счёта ионов.

Суть предложенного метода [39] состоит в исключении абсолютных измерений количеств трития или гелия-3

в пробах и проведении относительных измерений отношения ${}^3\text{He}^+ / {}^4\text{He}^+$ с максимально возможной точностью.

Пусть у нас имеется несколько стеклянных ампул, заполненных смесью изотопов гелия с отношением ${}^3\text{He}^+ / {}^4\text{He}^+ = R_0$. В момент времени t_0 в половину ампул добавляется тритий, ампулы отпаиваются, и все ампулы (контрольные и рабочие) вместе хранятся в жидком азоте. Согласно закону радиоактивного распада

$$N = N_0 \exp(-\lambda \Delta t), \quad (12)$$

где N — число распавшихся за время Δt ядер трития, N_0 — число ядер трития в начальный момент времени t_0 , λ — постоянная распада, количество образовавшегося ${}^3\text{He}$ в первой ампуле к моменту t_1 и во второй ампуле к моменту t_2 составит

$$\Delta {}^3\text{He}^{(1)} = {}^3\text{T}_0^{(1)} \{1 - \exp[-\lambda(t_1 - t_0)]\}, \quad (13)$$

$$\Delta {}^3\text{He}^{(2)} = {}^3\text{T}_0^{(2)} \{1 - \exp[-\lambda(t_2 - t_0)]\}, \quad (14)$$

где постоянная распада λ связана с периодом полураспада выражением

$$\lambda = \frac{\ln 2}{T_{1/2}}. \quad (15)$$

Измеряя изотопные отношения в контрольных пробах R_{c1} и R_{c2} , не содержащих тритий, и в рабочих пробах с тритием R_{w1} и R_{w2} в моменты t_1 и t_2 , находим радиоактивные добавки гелия-3 в пробах $\Delta {}^3\text{He}^{(1)}$ и $\Delta {}^3\text{He}^{(2)}$ и по ним рассчитываем участок кривой распада и период полураспада трития из уравнения

$$\frac{1 - \exp[-\ln 2(t_1 - t_0)/T_{1/2}]}{1 - \exp[-\ln 2(t_2 - t_0)/T_{1/2}]} = \frac{R_1}{R_2}, \quad (16)$$

где $R_1 = R_{w1}/R_{c1} = {}^3\text{He}^{(1)}/{}^4\text{He}^{(1)}$, а $R_2 = R_{w2}/R_{c2} = {}^3\text{He}^{(2)}/{}^4\text{He}^{(2)}$ — изотопные отношения, измеренные в первой и второй ампулах в моменты t_1 и t_2 . В общем случае трансцендентное уравнение (16) относительно $T_{1/2}$ решается численными методами. Однако существуют частные случаи, в которых решения могут быть получены аналитически при $\Delta t_2 = 2\Delta t_1$, $\Delta t_2 = 3\Delta t_1$.

Очевидно, что воссоздание экспоненциальной кривой распада по двум экспериментальным точкам, полученным в течение 1–2 лет, при периоде полураспада более 12 лет может внести значительные погрешности в результат определения $T_{1/2}$ трития, следовательно, или такие измерения надо проводить в течение многих лет, или число точек на кривой распада должно быть большим. В любом случае в таких экспериментах необходимо проведение серии контрольных измерений, которые подтвердили бы отсутствие существенных систематических погрешностей в предложенной методике.

Измерения $T_{1/2}$ трития проводились с помощью МРМС (рис. 4) с рекордно высокой абсолютной чувствительностью по гелию-3 ($\leq 10^5$ атомов в объёме масс-анализатора) [40, 41], который работает в двухлучевом режиме, что даёт возможность одновременно измерять ионные токи ${}^3\text{He}^+$ и ${}^4\text{He}^+$. Двухлучевой режим работы прибора означает, что ионы ${}^3\text{He}^+$ и ${}^4\text{He}^+$ одновременно образуются в ионном источнике, выходят из него с одинаковой энергией и, в соответствии с уравнением (4), движутся по орбитам с разными радиусами. Ионы ${}^4\text{He}^+$

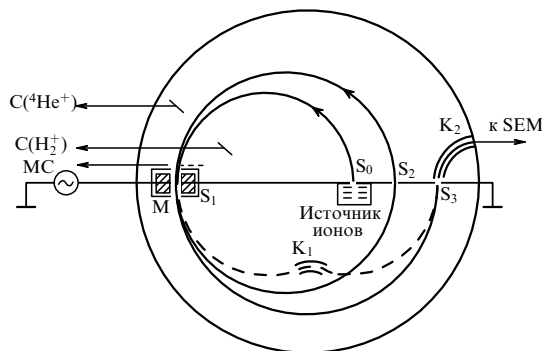


Рис. 4. Схема МРМС-9301 с двухлучевым режимом работы: S_0 — выходная щель ионного источника, S_1 — щели в электродах модулятора М, S_2 — щель дрейфа, S_3 — выходная щель анализатора, K_1 — отклоняющий конденсатор, K_2 — выводной конденсатор, МС — высокочастотный генератор, $C(\text{H}_2^+)$ — коллектор для ионов молекулярного водорода, $C({}^4\text{He}^+)$ — коллектор ионов гелия-4.

летят по большему радиусу, пройдя почти пол-оборота в магнитном поле, попадают на коллектор $C({}^4\text{He}^+)$ и регистрируются электрометрическим усилителем. Эта часть прибора может рассматриваться как статический магнитный секторный масс-спектрометр с низкой разрешающей способностью и высокой чувствительностью. Для получения высокой чувствительности ширина выходной щели ионного источника S_0 установлена равной приблизительно 2 мм, примерно такую же ширину имеет щель S_3 перед ионным коллектором. Разрешающая способность этой ступени прибора равна примерно 20, что вполне достаточно для того, чтобы разделить изотопы гелия. Ионы гелия-3, вышедшие из источника с той же энергией, что и ионы ${}^4\text{He}^+$, движутся по орбите меньшего диаметра, попадают в модулятор М, и их отделение от ионов ${}^1\text{H}_3^+$ и ${}^1\text{H}_2\text{D}^+$ осуществляется в ступени высокого разрешения МРМС. Эта ступень прибора работает в компенсационном режиме, который, как рассматривалось выше, обеспечивает более высокую чувствительность, чем резонансный режим. Повышению абсолютной чувствительности МРМС способствует также работа в режиме статической откачки масс-анализатора [42], когда после напуска исследуемой пробы рабочее давление в анализаторе ($10^{-8} - 10^{-7}$ торр) поддерживается сорбционным насосом, в котором в качестве геттера используется титановое зеркало, охлаждаемое до температуры жидкого азота.

Перед напуском рабочей пробы в анализатор МРМС тритий должен быть отделён от изотопов гелия. Это осуществляется пропуском пробы через нагретую до температуры $500 - 600^\circ\text{C}$ палладиевую мембрану. Моменты прохождения газом мембраны принимаются за t_1 , t_2 , t_3 и т.д. Времена прохождения тритием мембраны, не превышающие 5 мин, не вносят заметной погрешности в окончательный результат. Выделенный тритий собирается посредством его сорбции на активированный уголь при температуре жидкого азота.

Предложенный способ измерения $T_{1/2}$ трития [39] был реализован в лаборатории масс-спектрометрии ФТИ [43, 44]. Было выполнено два варианта эксперимента: с проведением и без проведения калибровочных измерений холостых проб, не содержащих тритий. В способе с калибровочными смесями было выполнено четыре серии измерений: при $t_1 = 243,06$ сут, $t_2 = 460,02$ сут, $t_3 = 488,02$ сут

и $t_4 = 585,97$ сут, и получен результат для газообразного трития $T_{1/2} = 12,296$ года. При этом длительность солнечного года принималась равной 365,25 сут. В бескалориметрическом методе после проведения двух серий измерений при $t_5 = 663,99$ сут и $t_6 = 846,06$ сут получено значение $T_{1/2} = 12,273$ года. Средневзвешенное значение периода полураспада для газообразного трития составило $T_{1/2} = 12,279$ года.

Среднеквадратические погрешности отдельных серий измерений составляли $(2-7) \times 10^{-5}$. Авторы [43, 44] оценили величины возможных систематических ошибок экспериментов, обусловленных потерей газа проб при отпайке ампул, растворением изотопов гелия в стекле ампул и др. Общая погрешность измерения равнялась 0,033 года, а окончательный результат определения [43] составил

$$T_{1/2} = 12,279 \pm 0,033 \text{ года } (\pm 0,27 \%).$$

Таким образом, в результате реализации предложенного изотопно-гелиевого способа был измерен период полураспада молекулярного трития, среднее значение которого хорошо согласуется с результатами других работ. Погрешность определения $T_{1/2}$ составила $\approx 0,27\%$, и анализ экспериментов не выявил новых, ранее не предсказанных, источников погрешностей.

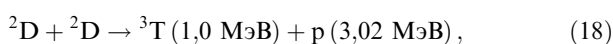
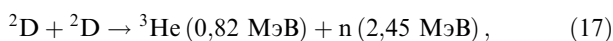
5. Исследования конструкционных материалов токамака с помощью магнитного резонансного масс-спектрометра

Ещё одно применение МРМС, обладающего высокой абсолютной чувствительностью, связано с исследованиями взаимодействия дейтериевой плазмы с конструкционными материалами токамаков и возможностью оценки скорости наработки продуктов реакций ядерного синтеза при достигнутых параметрах плазмы. Сферический токамак Глобус-М принадлежит новому поколению магнитных установок, характеризующихся возможностью достижения лучших параметров плазмы по сравнению с таковыми в традиционных тороидальных токамаках при одинаковых геометрических размерах [45].

Глобус-М предназначен для исследования физических процессов в плазме и отработки инженерных решений сферических токамаков с токами в плазме величиной до 1 МА (10^6 А). Результаты таких исследований представляют непосредственный интерес для проекта Международного термоядерного экспериментального реактора (ITER), так как эксперименты ведутся в широком интервале параметров.

Использование дейтериевой плазмы в значительной степени позволяет моделировать будущую работу токамаков с дейтерий-тритиевым циклом, изучать физику происходящих процессов, исследовать конструкционные материалы, разрабатывать методы и аппаратуру для диагностики параметров плазмы и управления ими.

При горении дейтериевой плазмы в камере токамака могут идти две реакции ядерного синтеза с образованием лёгкого изотопа гелия и тяжёлого изотопа водорода — трития:



причём их вероятности практически одинаковы. Это означает, что если мы сможем измерить количества образовавшегося гелия-3, то можем утверждать, что в процессе ядерного синтеза образовались примерно такие же количества атомов трития, протонов и нейтронов [46].

Сечения ($\sim 10^{-25}$ см²) реакций (17), (18) достигают максимума при энергии электронов $\sim 10^3$ кэВ. Поскольку достигнутая в настоящее время электронная температура плазмы в токамаке Глобус-М не превышает 0,6 кэВ, сечение реакций (17), (18), по грубым оценкам, составляет $\sim 10^{-36}$ см². Таким образом, вероятность реакций ядерного синтеза в дейтериевой плазме токамака Глобус-М пока ещё очень низка. Поэтому оценка абсолютных количеств частиц (протонов, нейтронов, атомов трития и гелия-3), образующихся в этих реакциях синтеза в камере токамака, вряд ли возможна с помощью известных способов. В настоящей статье мы не будем касаться методов детектирования чрезвычайно малых потоков элементарных частиц — протонов и нейтронов, но кратко рассмотрим способы регистрации трития.

Радиометрический метод регистрации и определения количеств трития, при котором осуществляется счёт β -электронов с помощью газонаполненных или жидкостных сцинтилляционных счётчиков, основывается на формуле распада (11) и законе радиоактивного распада (12). Известные параметры распада трития: период полураспада ядра трития $T_{1/2} \approx 12,3$ года $\approx 4 \times 10^8$ с, средняя энергия β -электронов $E_{av} \approx 5,6$ кэВ, максимальная энергия $E_{max} \approx 18,6$ кэВ, энергии более 50% образующихся при распаде трития β -электронов 0–5 кэВ — позволяют сделать вывод о чувствительности этих счётчиков. Для надёжной регистрации событий β -распада в газовой пробе должно находиться $\geq 4 \times 10^8$ атомов трития, так как период полураспада $T_{1/2} \approx 4 \times 10^8$ с предполагает, что каждую секунду (в первом приближении) происходит один β -распад. Для более надёжной регистрации и получения представительной статистики количество атомов трития в пробе должно быть $\geq 10^9$.

Как неоднократно отмечалось выше, чувствительность разработанных в ФТИ магнитных резонансных масс-спектрометров составляет $\sim 10^5$ (и менее) атомов гелия-3 в пробе [47], т.е. чувствительность МРМС по гелию-3 по крайней мере на четыре порядка выше чувствительности радиометрического способа регистрации трития. Здесь, вероятно, уместно напомнить, что изотоп ${}^4\text{He}$ является в основном продуктом распада трансураниевых элементов, а изотоп ${}^3\text{He}$ — продуктом синтеза ядер дейтерия (18) или распада ядер трития (11). Поэтому определение отношения ${}^3\text{He}/{}^4\text{He}$, количеств изотопов гелия и их изменений во времени может дать информацию о динамике природных и техногенных процессов.

Отметим также, что объёмное содержание ${}^4\text{He}$ в воздухе составляет $\approx 5,2 \times 10^{-4}\%$, а отношение изотопов гелия в атмосфере Земли является своеобразной константой, ${}^3\text{He}/{}^4\text{He} \approx 1,4 \times 10^{-6}$. В исследованиях, связанных с изотопией гелия, измеренные изотопные отношения сравниваются именно с этой величиной [48], независимо от природы изучаемых образцов.

Методика выделения и очистки изотопов гелия от химически активных и тяжёлых инертных газов из твёрдых, жидких и газовых образцов хорошо отработана и детально описана в литературе [48, 49], поэтому в настоящей статье мы не будем её рассматривать. Здесь мы

только отметим, что в качестве образцов для исследования использовались конструкционные материалы, длительное время находившиеся в вакуумной камере токамака Глобус-М: фрагмент сетки из нержавеющей стали (образец № 1), листовая нержавеющая сталь (№ 2), кварцевое смотровое стекло (№ 3), а также пыль со дна и стенок камеры (№ 4).

Так как "промывка" и очистка вакуумной камеры после её вскрытий с целью ремонта или усовершенствования производились посредством напуска тяжёлого изотопа гелия до достижения давлений в несколько торр с последующей откачкой, прогревом и зажиганием газового разряда, естественно было предположить, что содержание ^4He в образцах будет очень высоким. Обычно для этой цели использовался гелий-4 высокой чистоты марки 60, в котором объёмная доля примесей (азот, кислород, аргон, метан, водород, неон, пары воды), согласно сертификату, не превышала $2 \times 10^{-4} \%$, но при этом содержание лёгкого изотопа ^3He не было указано. Из литературы [48] известно, что изотопное отношение в баллонном гелии составляет $^3\text{He}/^4\text{He} \approx 2 \times 10^{-8}$, поэтому нами были проведены контрольные измерения изотопного отношения, которые дали среднее значение $^3\text{He}/^4\text{He} \approx (3,9 \pm 1,0) \times 10^{-8}$. Предположение о высоком содержании тяжёлого изотопа гелия в конструкционных материалах токамака подтвердилось уже в первых измерениях, и это стало причиной уменьшения массы исследуемых образцов (навесок) до нескольких миллиграммов, чтобы уменьшить количества экстрагируемого ^4He и избежать эффектов памяти в системе напуска и анализатора масс-спектрометра. Выделение газов, захваченных материалом образца, происходило при его нагреве до высокой температуры (вплоть до 1300°C) в корундизовых тиглях специального реактора [50, 51]. В качестве единицы измерения количеств изотопов гелия, выделенных из образцов, мы использовали часто применяемую в подобных работах величину $1 \text{rv} \approx 3,5357 \times 10^{13}$ атомов, которая соответствует количеству атомов газа в объёме 1мм^3 при давлении 1 торр.

В таблице 1 приведены результаты измерений изотопных отношений $^3\text{He}/^4\text{He}$ и содержания абсолютных количеств ^4He в исследованных образцах с определённой массой, а также расчётные данные о содержании ^3He и ^4He в 1 г исследуемого вещества. Каждый цикл измерений изотопных отношений проводился по следующей схеме: холостая – эталонная – измеряемая – эталонная пробы. В качестве холостой пробы использовался газ из реактора, когда в тигле не было образца. Эталонными пробами служили газовые смеси с изотопными отношениями, близкими (в пределах порядка) к отношениям в измеряемых образцах. Во всех этих измерениях прибор работал в двухлучевом режиме. Измерения ^3He проводились в режиме высокой разрешающей способности

МИ-9301, каждое измерение включало в себя от шести до восьми регистраций массового пика, и эти результаты в основном определяли погрешность измерений, так как пик ^4He , который обычно был очень большим, регистрировался в режиме низкого разрешения с малой погрешностью. При измерениях образцов № 1 и № 4 количества ^4He являлись аномально высокими. Поэтому для штатной работы масс-спектрометра необходимо было уменьшить количество экстрагированного газа на несколько порядков. В процессе измерений осуществить процедуру точного деления выделенного газа и определение отобранной доли было весьма затруднительно, поэтому общее количество экстрагированного гелия оценивалось по величине давления газа в объёме реактора. Погрешности этой процедуры определения были довольно велики, по нашим оценкам, около 30 %.

Из таблицы 1 видно, что измеренные изотопные отношения $^3\text{He}/^4\text{He}$ в образцах №№ 1, 2 и 4 лежат в пределах $(1,6 - 4,3) \times 10^{-7}$, т.е. на порядок больше изотопного отношения баллонного гелия и на порядок меньше изотопного отношения атмосферного гелия. Что касается ^4He , то его аномально большие количества в образцах могут быть объяснены тем, что во время газового разряда при промывке вакуумной камеры и во время плазменных разрядов ионы $^4\text{He}^+$ внедряются в конструкционные материалы. Кроме того, $^4\text{He}^+$ остаётся в щелях между деталями, микротрещинах материалов и других узких местах, из которых затруднена вакуумная откачка после "промывки" камеры.

Полученные значения изотопного отношения в измеренных образцах, казалось бы, могут быть объяснены двумя процессами. Во-первых, атмосферный ^4He мог попадать в камеру токамака во время её разгерметизации, а также в процессе отбора и хранения баллонного гелия, используемого для промывки. Во-вторых, изотопные отношения гелия в пробах могли быть обусловлены образованием ^3He в реакциях (11) и (18). Однако результаты расчётов показывают, что разбавление баллонного гелия по объёму в два раза воздухом смещает изотопное отношение лишь на доли процента. Первое предположение опровергается полностью также тем, что абсолютные количества ^3He в образцах имеют аномально большие значения ($\sim 10^{13}$ атомов на 1 г), что на несколько порядков превышает максимальное содержание лёгкого изотопа гелия в природных и техногенных образцах, измеренных ранее почти за 40 лет. Например, эта величина на три порядка выше, чем в исследованных металлах: различных марках стали, алюминия, серебра — и на два порядка выше, чем в пыли из лабораторного помещения, где ранее проводились работы с тритием. Таким образом, единственным объяснением полученных изотопных отношений $^3\text{He}/^4\text{He} \sim 10^{-7}$ и больших абсолютных количеств ^3He в образцах № 1 и № 4, на наш

Таблица 1. Изотопные отношения и содержание изотопов гелия в образцах

Номер образца	Навеска, мг	$^3\text{He}/^4\text{He}$ в образце	^4He в образце, rv	^3He в образце, rv	^4He в веществе, число атомов на 1 г	^3He в веществе, число атомов на 1 г
1	0,5	$2,5 \times 10^{-7} \pm 14 \%$	$1,5 \times 10^3 \pm 30 \%$	$3,7 \times 10^{-4}$	$1,1 \times 10^{20}$	$2,7 \times 10^{13}$
2	1,4	$4,3 \times 10^{-7} \pm 10 \%$	$1,7 \pm 5 \%$	$7,3 \times 10^{-7}$	$4,2 \times 10^{16}$	$1,6 \times 10^{10}$
3	1,9	$2,2 \times 10^{-6} \pm 2 \%$	$0,45 \pm 7 \%$	$1,0 \times 10^{-6}$	$8,3 \times 10^{15}$	$1,8 \times 10^{10}$
4	7,1	$1,6 \times 10^{-7} \pm 2 \%$	$1,2 \times 10^4 \pm 30 \%$	$1,9 \times 10^{-3}$	$6,0 \times 10^{19}$	$9,5 \times 10^{12}$

взгляд, являются синтез ${}^3\text{He}$ и распад трития. Что касается образцов из нержавеющей стали (№ 2) и кварцевого стекла (№ 3), то содержание в них ${}^3\text{He}$, хотя и достаточно высокое (10^{10} атомов на 1 г), не позволяло сделать однозначного вывода о источнике лёгкого изотопа гелия.

Для того чтобы выяснить, как сорбированный гелий распределён в образце, были проведены измерения изотопного отношения гелия при ступенчатом нагреве образца № 5, идентичного образцу № 1. Образец сначала нагревался до температуры 300°C и проводился весь цикл очистки и измерения изотопного отношения выделившихся изотопов гелия, а затем подобные измерения выполнялись при нагреве образца до температур 500, 700, 900 и 1100°C . Измерения показали, что при нагреве образца от 20°C до 300°C изотопное отношение экстрагированного газа несколько выше, чем в температурных диапазонах $300\text{--}500^\circ\text{C}$ и $500\text{--}700^\circ\text{C}$. Это может означать, что количество содержащегося на поверхности материала ${}^3\text{He}$ немного выше, чем в объёме образца. Суммарная величина ${}^3\text{He}$, выделившегося при ступенчатом нагреве из образца № 5, практически совпала с количеством газа из образца № 1.

По известным числу разрядов дейтериевой плазмы и их длительностям можно оценить скорость генерации гелия-3 и трития. В рассматриваемом случае число разрядов между вскрытиями вакуумной камеры токамака перед отбором исследованных образцов материалов и пыли составляло $\approx 10^4$ при средней длительности разряда $\approx 0,1$ с. Следовательно, скорость генерации гелия-3 и трития в токамаке Глобус-М из расчёта на 1 г материала при достигнутых температурах $500\text{--}600$ эВ составляет $10^7\text{--}5 \times 10^9$ ядер в 1 с или $10^6\text{--}5 \times 10^8$ ядер на один разряд. Оценка полных количеств наработанных ${}^3\text{He}$ и ${}^3\text{T}$ и потоков протонов и нейтронов вряд ли возможна ввиду трудностей оценки массы конструкционных материалов токамака Глобус-М и распределения этих газов по глубине проникновения в материалы.

Вероятно, более системный подход к выбору образцов материалов, используемых в токамаках, с точки зрения их состава, местоположения в камере, времени облучения и соприкосновения с плазмой может дать важные качественные и количественные данные о процессах взаимодействия дейтериевой плазмы с конструкционными материалами токамаков и других плазменных установок.

6. Времяпролётные масс-спектрометры

Вторым типом масс-спектрометров, которые были разработаны в ФТИ, получили международное признание и широко применяются во многих областях науки и техники, стали безмагнитные времяпролётные масс-спектрометры с отражателем, названные авторами масс-рефлектонами.

Прежде чем рассказывать об устройстве и параметрах этих приборов, кратко рассмотрим устройство их предшественников — линейных времяпролётных приборов [52–54]. Идея последних чрезвычайно проста. Ионный источник состоит из трёх плоскопараллельных сеток, создающих два зазора. На сетки подаются соответствующие потенциалы. Ионы, образованные в первом зазоре импульсным электронным пучком, выталкиваются ортогонально направлению движения электронного

пучка во второй зазор, где ускоряются до энергии qU (где q — заряд иона, U — разность потенциалов между сетками, образующими второй зазор источника). Выйдя из источника, ионы движутся в бесполовом пространстве дрейфа по направлению к детектору. При движении ионов происходит их разделение по величине отношения массы к заряду M/q : лёгкие ионы, которые вылетают из источника с большими скоростями, проходят пространство дрейфа быстрее и первыми достигают детектора, а самые тяжёлые ионы — последними. Приравнивая энергию электрического поля qU кинетической энергии ионов и выражая скорость частиц через длину траектории и время движения, получаем, что время движения ионов от источника до детектора определяется выражением

$$T = L \left(\frac{M}{2qV} \right)^{1/2}, \quad (19)$$

где L — расстояние от источника до детектора. Как следует из (19), разрешающая способность по основанию пика такого прибора выражается как

$$R = \frac{M}{\Delta M} = \frac{T}{2\Delta t}, \quad (20)$$

где Δt — интервал времени, в течение которого ионы с одинаковым отношением M/q приходят на детектор. Время Δt определяется "толщиной" (длительностью) ионных пакетов на входе детектора, которые состоят из ионов с одинаковым отношением массы к заряду.

Из уравнений (19) и (20) следует, что разрешающая способность линейных времяпролётных приборов прямо пропорциональна времени пролёта ионами области дрейфа, т.е. длине прибора, и пропорциональна массе исследуемых ионов в степени $1/2$. На последнее обстоятельство практически никто не обращал внимания, так как обычно исследования проводились в диапазонах средних массовых чисел $20\text{--}100$ а.е.м. Что касается длительности ионных пакетов Δt , то она обусловлена [54–56]: начальным тепловым разбросом скорости ионизуемых молекул газа в источнике по величине и направлениям; разбросом кинетических энергий ионов при ионизации электронным ударом; неэквипотенциальностью мест зарождения ионов в ионизационном зазоре источника; длительностью импульса электрического поля в источнике; влиянием поля объёмного заряда в ионных пакетах, а также расширением пакетов в процессе их дрейфа и др. Таким образом, разрешающая способность зависит от всех aberrаций прибора.

При длине дрейфа около 1 м разрешающие способности линейных времяпролётных приборов в области средних масс ($20\text{--}100$ а.е.м.) обычно не превышали 100, а в области лёгких масс ($2\text{--}20$ а.е.м.) были порядка 50 [54, 56], что существенно ограничивало их применение. Тем не менее эти приборы имели и имеют ряд преимуществ над масс-спектрометрами других типов, основными из которых являются:

а) быстрое действие (обзорный спектр во всём диапазоне масс может быть получен за один импульс, выталкивающий ионы из источника, т.е. за доли секунды);

б) неограниченный диапазон масс (все ионы, образующиеся в источнике, достигают детектора и регистрируются);

в) высокая чувствительность (большой объём ионизации и отсутствие апертурных щелей);

г) возможность регистрации спектра в разных режимах (в обычном режиме детектируется весь обзорный спектр, в синхронном режиме — отдельные массовые линии или группа линий).

Всё сказанное только подчёркивает ту важность, которая придавалась повышению разрешающей способности времяпролётных приборов.

Впервые идея увеличения разрешающей способности времяпролётного масс-спектрометра была опубликована в [57], где предлагалось многократно отражать ионы с помощью отражателей, расположенных в противоположных концах масс-анализатора определённой длины ($\approx 0,5$ м). После большого числа циклов (несколько сотен), когда ионы с близкими M/q разделяются, они отклоняются и детектируются. В [57] также впервые была высказана идея о возможности компенсации разброса энергий ионов (а следовательно, и времён пролёта) в отражающих зазорах. Работа носила теоретический или, скорее, заявочный характер, в ней не рассматривались какие-либо технические детали или конструкция прибора, и в дальнейшем она не получила практического продолжения. По всей видимости, работа [57] осталась незамеченной экспериментаторами, так как до последнего времени на неё не было ссылок.

7. Масс-рефлектрон с V-образной траекторией движения ионов

Спустя 10 лет после опубликования статьи С.Г. Алиханова [57] было зарегистрировано изобретение [58], и в ФТИ началась работа по созданию времяпролётного масс-спектрометра, который впоследствии получил в мире название масс-рефлектрона Мамырина [59, 60].

На рисунке 5 схематически изображён времяпролётный масс-спектрометр (ВПМС) с двухзоровым отражателем. Из рисунка видно, что ионы имеют V-образную траекторию. Такая траектория сразу накладывает жёсткие условия на конструкцию и геометрические размеры прибора, так как при длине анализатора порядка 1 м угол

α составляет $\approx 2-3^\circ$, следовательно, диаметр вакуумной камеры анализатора должен быть не менее 0,18 м. Как и в линейном ВПМС, рассмотренном в разделе 6, ионы вылетают из импульсного источника I с определённой энергией в виде плоских пакетов, отклоняются на угол α по направлению к оси анализатора с помощью отклоняющих пластин или четвёртого сеточного электрода, установленного под углом α к трём другим электродам, и движутся в бесполовом пространстве дрейфа L_1 к отражателю RS. Отражатель состоит из двух плоскопараллельных сеток с высокой прозрачностью и сплошного электрода, которые образуют два плоских зазора: d_T и d_K . Все электроды находятся под соответствующими потенциалами. В первом тормозящем зазоре, d_T , ионы теряют значительную часть энергии, а во втором d_K , их скорость падает до нуля, они меняют направление движения на противоположное, ускоряются в поле первого зазора d_T , движутся в бесполовом пространстве L_2 , приходят на вход детектирующего устройства SEM и регистрируются.

Идея работы масс-рефлектрона [59, 60] заключается в том, что он даёт возможность компенсировать разницу во временах пролёта бесполовых участков дрейфа L_1 и L_2 ионами с одним и тем же отношением M/q , которая вызвана разбросом энергий ионов в источнике. Отражатель с двумя зазорами позволяет получить фокусировку второго порядка, необходимую для достижения высокой разрешающей способности при достаточно большом разбросе ионов по энергиям.

Как и для любого ВПМС, разрешающая способность масс-рефлектрона выражается уравнением (20). Для того чтобы рассчитать полное время движения ионов T в приборе, траектория разбивается на отдельные участки, на каждом из которых ионы подвергаются воздействию только одного потенциала. В данной конструкции прибора таких участков пять. Все этапы расчёта времени пролёта ионом от источника до детектора подробно представлены в оригинальных работах [60, 61], поэтому мы приводим лишь окончательные выражения, необхо-

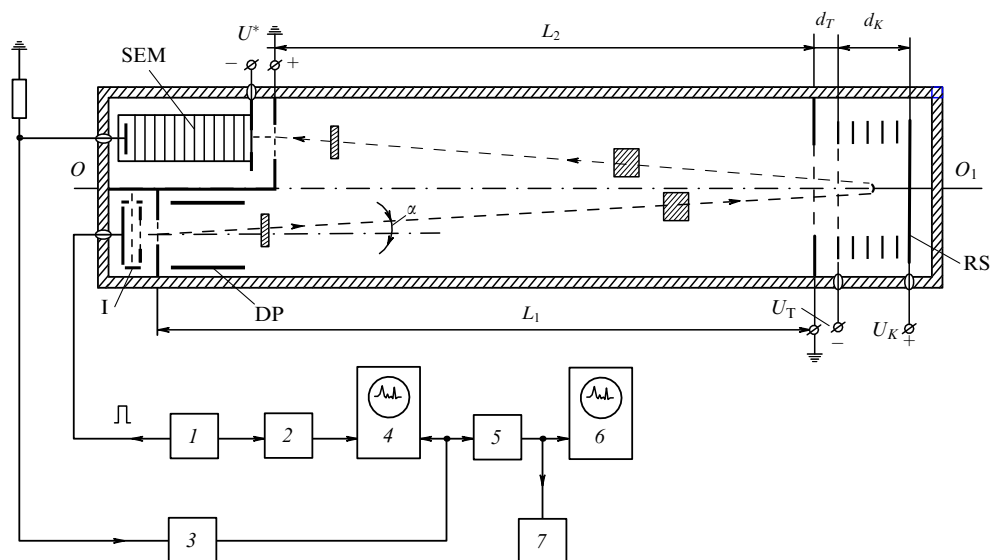


Рис. 5. Схема времяпролётного масс-спектрометра (масс-рефлектрона) с V-образной траекторией движения ионов: I — ионный источник, DP — отклоняющие пластины, RS — отражатель, I — генератор прямоугольных импульсов, 2 — линия задержки, 3 — широкополосный усилитель, 4 — широкополосный осциллограф, 5 — стробоскопическая приставка, 6 — осциллограф, 7 — электронный потенциометр.

димые для дальнейшего анализа:

$$T = CF(k), \quad (21)$$

$$F(k) = \frac{A_1}{k^{1/2}} + nA_1 [k^{1/2} - (k-p)^{1/2}] + (k-p)^{1/2}, \quad (22)$$

где

$$A_1 = \frac{L}{4d_K} \frac{U_K}{U_0}, \quad n = \frac{4d_T}{L} \frac{U_0}{U_T}, \quad p = \frac{U_T}{U_0},$$

$$C = \frac{4d_T}{(2qU_0/M)^{1/2}} \frac{U_T}{U_K}. \quad (23)$$

Здесь приняты обозначения, приведённые на рис. 5; qU_0 — средняя энергия ионов, соответствующая скорости их движения по оси системы; $qU = kqU_0$ — энергия любого иона, $k = U/U_0$, $k \approx 1$; L — общая длина бесполевого пространства дрейфа; d_T — ширина тормозящего зазора; d_K — ширина отражающего зазора. В уравнениях (22), (23) константы A_1 , n , p , C не зависят от k .

Условия фокусировки времени пролёта по энергии второго порядка имеют вид

$$\frac{dT}{dU} = 0 \text{ при } U = U_0, \quad \frac{d^2T}{dU^2} = 0 \text{ при } U = U_0. \quad (24)$$

В более удобном виде условия фокусировки могут быть представлены следующим образом:

$$\left. \frac{dF}{dk} \right|_{k=1} = 0, \quad \left. \frac{d^2F}{dk^2} \right|_{k=1} = 0. \quad (25)$$

Принимая во внимание, что U_0 и U_T соизмеримы, а длина тормозящего промежутка d_T много меньше длины пространства дрейфа L_1 или L_2 , можно полагать, что $n \ll 1$. Приравняв первую и вторую производные от F нулю и решая полученные уравнения, находим величины:

$$p \approx (3)^{1/2}, \quad A_1 \approx \frac{2}{3}, \quad F_0 = F|_{k=1} \approx \frac{4}{(3)^{1/2}}, \quad (26)$$

которые совместно с (23) дают возможность рассчитать основные геометрические и электрические параметры масс-рефлектрона. Что касается расчёта разрешающей способности ВПМС, то, как следует из (20), для этого должна быть известна длительность Δt (толщина Δl) пакетов ионов с одинаковым отношением M/q на входе детектора. Величина Δt включает в себя несколько слагаемых, основное из которых определяется первоначальным разбросом ионов по энергиям в источнике, и она не может быть точно выражена аналитически.

Однако разрешающая способность ВПМС по основанию пика может быть оценена [59] исходя только из неточности фокусировки времени пролёта ионов при изменении их энергии:

$$R_U = \frac{T}{2(T - T_0)} = \frac{F_0}{F - F_0}, \quad (27)$$

где T_0 — среднее время пролёта всей траектории. Разлагая разность $F - F_0$ в ряд Тейлора по степеням малого приращения энергии $\delta = (U - U_0)/U_0$ в окрестности $k = U/U_0 = 1$, из выражений (22), (26) и (27) получаем

$$R_U = \frac{4,6}{\delta^3 - 3,1\delta^4}. \quad (28)$$

По существу, δ определяет разброс ионов по энергии относительно средней энергии. Подставляя различные значения $\delta < 1$ в (28), можно оценить верхнее значение разрешающей способности, которое может быть достигнуто в области высоких массовых чисел. Одной из маленьких "хитростей" этого прибора являлось то, что в конструкцию ионного источника был введён постоянный магнит для фокусировки ионного пучка с целью уменьшения зоны ионизации и толщины пакета ионов, а следовательно, увеличения разрешающей способности масс-рефлектрона [62]. После многочисленных модернизаций и настроек разрешающая способность прибора на полувысоте пиков составила $R_{50\%} \geq 5 \times 10^3$ в области масс 700 а.е.м. и выше; при $M/q \geq 200$ а.е.м. величина $R_{50\%} \approx 3 \times 10^3$, а в области масс лёгких ионов (3–4 а.е.м.) $R_{50\%} \leq 400$. Этот прибор нашёл широкое применение при исследованиях фуллеренов [63], металлофуллеренов [64] и различных тяжёлых ионов [65].

8. Линейный масс-рефлектрон

Одним из недостатков рассмотренного в разделе 7 масс-рефлектрона с V-образной траекторией движения ионов является достаточно большой диаметр цилиндрической вакуумной камеры, так как источник и детектор располагаются в одном конце этого цилиндра. Это обстоятельство значительно увеличивает габариты и вес прибора и не позволяет его использовать для решения ряда задач. Поэтому после проведения многих расчётов и опытов была предложена новая ионно-оптическая схема времяпролётного масс-спектрометра с отражателем ионов, получившая название линейного масс-рефлектрона [66].

На рисунке 6 представлена схема этого прибора. Ионы движутся по траекториям параллельно оси анализатора. Ионные пакеты формируются следующим способом. Ионы, образованные электронным ударом в ионизационном зазоре d_1 , выталкиваются из него прямоугольным импульсом напряжения U_1 , ускоряются в первом ускоряющем зазоре d_5 , пролетают первый бесполовый участок дрейфа L_1 , замедляются и отражаются в отражателе (зазоры d_3 и d_4), проходят дрейф L_1 и источник в обратном направлении, зазор d_2 , второй участок дрейфа L_2 и попадают на детектор. Полное время движения ионов от места их рождения до детектора можно разбить на две части: T_1 — время движения в отражателе, T_2 — время движения на всех остальных участках. На прохождении всего пути, кроме отражателя, ионы с одинаковым отношением M/q , но с большими энергиями, затрачивают времени меньше, чем такие же ионы с меньшими энергиями. Однако при движении в отражателе ионы с большими энергиями проникают глубже внутрь отражателя и находятся в нём большее время, чем ионы с меньшими энергиями. Необходимо так подобрать параметры отражателя, чтобы полное время движения $T = T_1 + T_2$ ионов с одним и тем же отношением M/q от места рождения до детектора слабо зависело от их энергии. Тогда ионы одного сорта будут приходить на вход детектора в виде короткого (тонкого) пакета, что и необходимо для получения высокой разрешающей способности.

Точно так же как для любого ВПМС, разрешающая способность линейного масс-рефлектрона выражается формулой (20). Важным отличием от прибора с V-об-

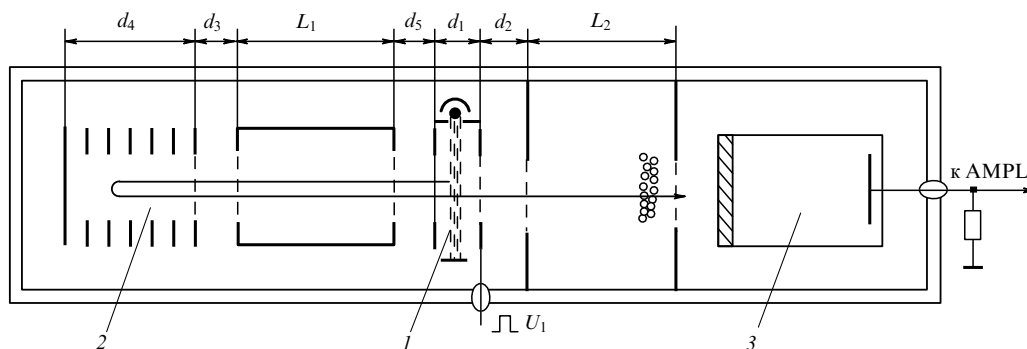


Рис. 6. Схема масс-рефлектрона с линейной траекторией движения ионов: 1 — двухзорный ионный источник, 2 — отражатель, 3 — детектор, AMPL — широкополосный усилитель в системе регистрации, U_1 — амплитуда выталкивающего импульса в ионном источнике, d_i и L_i — длины промежутков между конструктивными элементами анализатора.

разной траекторией движения ионов является то, что число независимых участков движения и потенциалов в линейном масс-рефлектроне значительно больше (см. рис. 6), поэтому число слагаемых в выражении для полного времени пролёта становится равным 11:

$$T = \left(\frac{M}{2q}\right)^{1/2} \left\{ \frac{2d_1}{U_1} \left(\frac{U_1 x}{d_1}\right)^{1/2} + \frac{2d_2}{U_2} \left[\left(\frac{U_1 x}{d_1} + U_2\right)^{1/2} - \left(\frac{U_1 x}{d_1}\right)^{1/2} \right] + \frac{4d_3}{U_3} \left[\left(\frac{U_1 x}{d_1} + U_5\right)^{1/2} - \left(\frac{U_1 x}{d_1} + U_5 - U_3\right)^{1/2} \right] + \frac{4d_4}{U_4} \left(\frac{U_1 x}{d_1} + U_5 - U_3\right)^{1/2} + \frac{4d_5}{U_5} \left[\left(\frac{U_1 x}{d_1} + U_5\right)^{1/2} - \left(\frac{U_1 x}{d_1}\right)^{1/2} \right] + \frac{2L_1}{(U_1 x/d_1 + U_5)^{1/2}} + \frac{L_2}{(U_1 x/d_1 + U_2)^{1/2}} + \frac{d_1}{(U_1 x/d_1)^{1/2}} \right\}, \quad (29)$$

где d_i и U_i — расстояния и разности потенциалов между электродами соответствующих зазоров, x — отрезок траектории, проходимый ионами в ионизационной камере источника.

Длительность ионных пакетов на входе в детектор Δt определяется в основном разбросом начальных энергий ионов ΔU и параметрами ионизационной камеры:

$$\Delta t = \frac{4d_1}{U_1} \left(\frac{M\Delta U}{2q}\right)^{1/2}, \quad (30)$$

где d_1 — ширина ионизационной камеры источника, U_1 — амплитуда выталкивающего импульса, q и M — заряд и масса иона. Из формулы (30) видно, что увеличение амплитуды выталкивающего импульса U_1 и уменьшение ширины ионизационной камеры ионного источника d_1 уменьшают длительность ионных пакетов на входе в детектор и увеличивают разрешающую способность линейного ВПМС. После проведения многочисленных расчётов, оптимизации геометрических и электрических параметров, а также длительных исследований прибора его создателям удалось получить $R_{50\%} = 1200$ в области масс 300–350 а.е.м., при этом длина вакуумной камеры масс-рефлектрона составляла 0,9 м, а её внутренний диаметр равнялся 60 мм.

Линейный масс-рефлектрон имеет более низкую разрешающую способность по сравнению с таковой масс-рефлектрона с V-образной траекторией движения ионов при одинаковой длине масс-анализатора (вследствие более короткой траектории движения) и более низкую чувствительность из-за большего числа сеток, которые отделяют разные участки траектории друг от друга и через которые проходит пучок ионов. Однако многие достоинства, присущие времяпролётным приборам: быстродействие, неограниченный диапазон масс и возможность детектирования ионных токов в различных режимах, а также компактность, простота и достаточно низкая стоимость — делают линейные масс-рефлектроны незаменимыми для контроля за сложными технологическими процессами [67], а также создания малогабаритных приборов для исследований верхних слоёв атмосферы [68] и, возможно, собственной атмосферы космических станций и аппаратов.

9. Анализ топливных газовых смесей, содержащих тритий, с помощью линейного масс-рефлектрона

Одной из важных задач при создании термоядерного реактора, в частности ИТЕР, является разработка онлайн-метода химического и изотопного анализов дейтерий-тритиевых газовых смесей, которые будут использоваться в качестве топлива. Кроме главных компонентов — дейтерия и трития, в топливных смесях могут содержаться примеси: H_2 , ^3He , ^4He , O_2 , а также оксиды различных элементов, углеводороды, азот и его соединения и т.д., причём диапазон концентраций примесей может быть очень большим, от 10^{-5} до 5 %.

Обычно для проведения анализа топливных газовых смесей в термоядерных установках используются масс-спектрометры квадрупольного или омегатронного типов, а также статические магнитные приборы с двойной фокусировкой. Общим для этих приборов является тот факт, что их детектирующие системы работают в непрерывном режиме; и до тех пор пока исследования работы токамаков ведутся на дейтериевой плазме, такие масс-спектрометры позволяют анализировать и наличие примесей в дейтерии, и продукты горения плазмы. При переходе к топливным смесям, содержащим тритий, фоновые токи детекторов таких масс-спектрометров могут возрасти на несколько порядков, как указывалось ранее в [7, 28], что не позволит измерять содержание не только

примесей в составе газовых смесей, но и основных компонентов.

Было предложено [69] использовать для анализа тритийсодержащих газовых смесей времяпролётный масс-рефлектор, ионный источник и детектор которого работают в импульсном синхронном режиме с накоплением ионов за время паузы T между импульсами. Так как временное распределение шума, обусловленное β -распадом ядер трития, является равномерным, а шумовой ток пропорционален отношению τ/T (τ — длительность импульса, открывающего детектор), то чем меньше τ , тем меньший вклад в выходной сигнал даёт шумовой ток. Верхнюю оценку одной из составляющих шумового тока можно получить, приняв, что при монослойном покрытии на поверхности площадью в 1 см^2 , например, микроканальной пластины находится 10^{15} атомов трития, а площадь поверхности всей пластины $\approx 10 \text{ см}^2$. Учитывая, что период полураспада трития $T_{1/2} \approx 12,3$ года $\approx 4 \times 10^8$ с, получаем, что за время рабочего импульса $\tau \approx 2 \times 10^{-8}$ с величина фонового тока составит $\approx 0,5$ импульса в 1 с. В то же время число ионов в пакете полезного сигнала может составлять от нескольких единиц до нескольких тысяч, в зависимости от состава пробы, её давности, настройки прибора и т.д.

Для проверки выдвинутой идеи использовался масс-рефлектор с линейной траекторией движения ионов, имеющий длину анализатора ≈ 240 мм и длину ионной траектории ≈ 180 мм. Разрешающая способность прибора в области масс лёгких ионов (3–4 а.е.м.) составляла $R_{10\%} \approx 50-60$, чувствительность по парциальному давлению $\text{Ag} \approx 10^{-11}$ торр, диапазон измеряемых масс 1–150 а.е.м., время детектирования 20 газовых компонентов ≈ 1 с. Основной задачей экспериментов являлись регистрация пика молекулярного трития ${}^3\text{T}_2^+$ и исследование влияния фонового тока детектора на погрешности измерения интенсивности линий масс-спектра при длительной работе прибора с тритием.

Перед основными измерениями прибор настраивался на линии ${}^1\text{H}^+$, ${}^1\text{H}_2^+$, ${}^4\text{He}^+$, ${}^{14}\text{N}^+$, ${}^{16}\text{O}^+$ при остаточном давлении в анализаторе $\approx 10^{-8}$ торр, и затем он работал в автоматическом режиме. После напуска тритиевой пробы (время начала отсчёта t_0) до давления $\approx 7 \times 10^{-7}$ торр интенсивности указанных пиков практически не изменились, за исключением интенсивностей пиков атомарного и молекулярного трития, а в спектре появились неразрешённый 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 объёма (около $0,5 \text{ см}^3$), то за достаточно длительное время работы прибора в режиме постоянной откачки ($t_1 - t_0 = 40$ мин и $t_2 - t_0 = 80$ мин) давление в мерном объёме и интенсивности пиков ${}^3\text{T}^+ - {}^3\text{He}^+$ и ${}^3\text{T}_2^+$ уменьшились примерно на 10 % от первоначальной величины. После восстановления давления в мерном объёме в момент $t_3 = 120$ мин интенсивности пиков также вернулись к прежним значениям.

Результаты анализа газовой смеси, содержащей тритий, впервые полученные с помощью времяпролётного масс-рефлектора, приведены в табл. 2. Мы не обнаружили влияния фонового тока, обусловленного β -распадом ядер трития, на интенсивности измеряемых пиков и погрешности измерений газовых компонентов, хотя цикл измерений продолжался более двух часов. Из предыдущего опыта работы с тритием известно, что уровень

Таблица 2. Интенсивности пиков остаточных газов в масс-анализаторе ВПМС при напуске в него трития в зависимости от времени экспозиции

Измеряемые ионы	Интенсивность пиков в момент времени				Погрешность измерения, %
	t_0	$t_1 = 40$ мин	$t_2 = 80$ мин	$t_3 = 120$ мин	
${}^1\text{H}^+$	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
${}^3\text{T}_2^+$	306	284	280	307	0,2
${}^{14}\text{N}^+$	46	54	56	57	0,2
${}^{16}\text{O}^+$	45	59	63	52	0,2

фонового тока начинает возрастать сразу после напуска трития в анализатор. Из таблицы 2 видно, что интенсивность неразрешённого пика ${}^3\text{T}^+ - {}^3\text{He}^+$ значительно превышает интенсивность молекулярного пика трития ${}^3\text{T}_2^+$. По всей видимости, это связано с тем, что возраст тритиевой пробы превышал 20 лет и значительная часть трития распалась, превратившись в гелий-3, который мы и регистрируем.

Результаты этих экспериментов позволяют с уверенностью утверждать, что времяпролётный масс-спектрометр, работающий в режиме синхронного детектирования, позволяет исключить влияние фонового тока тритиевых β -электронов и анализировать состав газовых смесей, содержащих тритий, с высокой точностью. При этом основным преимуществом масс-рефлекторов для анализа топливных газовых смесей является существенно более высокая разрешающая способность таких приборов [70, 71], чем у обычно используемых.

10. Масс-рефлектор с повышенной разрешающей способностью

Основными компонентами топливных газовых смесей для термоядерных реакторов являются изотопы водорода: протий, дейтерий и тритий, а также два изотопа гелия: ${}^3\text{He}$ и ${}^4\text{He}$.

На рисунке 7 показан расчётный спектр такой смеси и указаны разрешающие способности, необходимые для полного разделения двух соседних линий масс-спектра [7]. Как видно из рисунка, полное разделение мультиплетов однозарядных ионов требует разрешающей способности масс-спектрометров $\approx 3 \times 10^3$, а для разделения дублета ${}^3\text{T}^+ - {}^3\text{He}^+$ необходимо иметь разрешающую способность по основанию массового пика $R = 1,5 \times 10^5$. На уровне высоты массового пика 10 % и меньшей необходимая разрешающая способность будет определяться соотношением содержания компонентов в газовой смеси. Поскольку соотношения компонентов могут составлять $10^3 - 10^4$, необходима также высокая изотопическая чувствительность масс-спектрометра, которая в основном определяется разрешающей способностью, формой линий масс-спектра и наличием "хвостов" у пиков. Как говорилось ранее, наличие в топливной газовой смеси малых количеств тяжёлых примесей (N_2 , O_2 , Ar) на уровне $10^{-2} - 10^{-3}$ % выдвигает ещё одно требование к таким приборам — необходимость высокой абсолютной чувствительности.

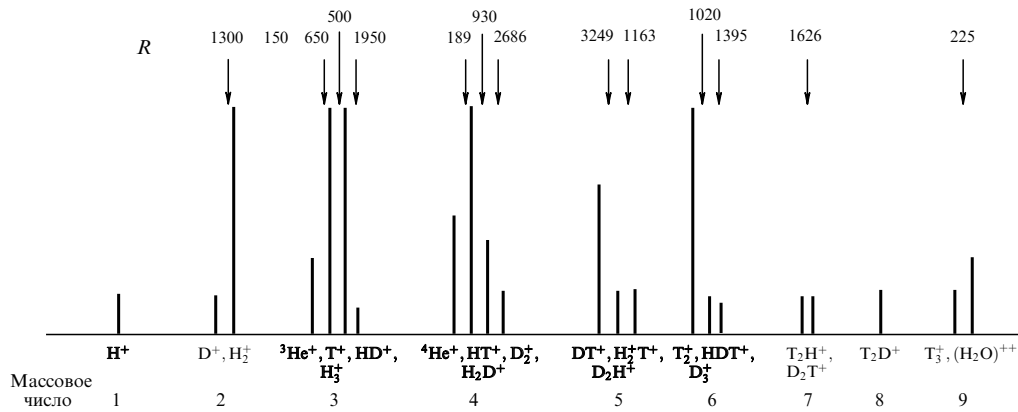


Рис. 7. Расчётный масс-спектр смеси изотопов водорода и гелия. В верхней части рисунка указаны значения разрешающей способности R по основанию пиков, необходимые для разделения двух соседних линий.

Конструкция масс-рефлекторов заведомо удовлетворяет этим требованиям, так как в них отсутствуют апертурные щели и сечение ионного пучка в источнике, отражателе и детекторе, которое ограничено только размером входного диода вторично-электронного умножителя или площадью используемых микроканальных пластин, может составлять более 10 см^2 . Отсутствие дискриминации ионов по массе в источнике и высокая прозрачность сеток в источнике и отражателе, которая может достигать 90 %, также способствуют получению высокой абсолютной и изотопической чувствительности этих приборов. Для полного и надёжного анализа водородно-гелиевых смесей надо учитывать наличие атомов протия, дейтерия и трития во всех молекулах, присутствующих в этих смесях.

Из рисунка 7 видно, что для разделения всех тримерных пиков (H_3^+ , H_2D^+ , HD_2^+ , HDT^+) надо иметь $R \geq 3 \times 10^3$, что вряд ли будет достигнуто в ближайшее время на масс-рефлекторах обычной конструкции при разумных габаритах приборов, а не на многоотражательных масс-рефлекторах [72]. Однако дейтерий и тритий, входящие в тримеры, могут быть учтены, если при калибровке прибора с помощью эталонных смесей изучить соотношения атомарных, молекулярных, ассоциированных и тримерных пиков протия, дейтерия и трития. Из литературы известно, что отношения тримерных и молекулярных массовых линий для протия и дейтерия лежат в диапазоне от 2×10^{-5} до 10^{-3} [30, 73, 74]. Соотношения атомарных и молекулярных пиков в масс-спектрах газовых смесей, состоящих из изотопов водорода, лежат в пределах 0,01–0,03, в зависимости от условий измерений, в частности от энергии ионизирующих электронов, степени очистки и промывки масс-анализатора, наличия прогрева, откачки и др. [30, 74].

Интенсивность ассоциированных пиков HD^+ , HT^+ , DT^+ в масс-спектрах определяется концентрацией изотопов в газовой смеси и зависит от температуры и времени перемешивания. Известно, что скорость ионно-обменных реакций при комнатной температуре мала, изменение температуры в зоне электронной пушки при длительной непрерывной работе анализатора присутствует, хотя и незначительное, и будет влиять на соотношение между ассоциированными и молекулярными пиками. Отсюда вытекает требование к режимам ра-

боты прибора: ток накала катода, ток эмиссии электронов и энергия ионизирующих электронов должны быть минимальными.

Основным требованием к разрешающей способности масс-рефлектора для данной задачи является разделение мультиплета с $M = 3$ а.е.м. О разделении дублета ${}^3\text{He}^+ - {}^3\text{T}^+$ уже многократно писалось, а для разделения ассоциированного пика HD^+ и тримерного пика H_3^+ нужна разрешающая способность ≈ 1940 . Поэтому разделение двух неразрешённых дублетов, ${}^3\text{He}^+ - {}^3\text{T}^+$ и $\text{HD}^+ - \text{H}_3^+$, является необходимым условием. Для этого разрешающая способность прибора по основанию массовой линии должна быть не менее 500. Вклад в неразрешённый пик ${}^3\text{He}^+ - {}^3\text{T}^+$ ионов атомарного трития может быть оценён по заранее определённому соотношению атомарного и молекулярного пиков трития. Вклад ассоциированного пика HD^+ и тримерного H_3^+ может быть оценён исходя из калибровочных измерений на эталонных смесях. При разрешающей способности прибора $R \sim 500$ мультиплет с $M = 4$ а.е.м. будет состоять из двух пиков: пика ${}^4\text{He}^+$ и пика неразрешённого триплета $\text{HT}^+ - \text{D}_2^+ - \text{H}_2\text{D}^+$. Относительный вклад тримера H_2D^+ в интенсивность неразрешённого пика, по всей видимости, не превысит 10^{-3} , вклад HT^+ также будет не более $\approx 10^{-2}$, если принять во внимание, что содержание протия в топливных смесях не должно превышать 1 %. Таким образом, основной вклад в неразрешённый пик $\text{HT}^+ - \text{D}_2^+ - \text{H}_2\text{D}^+$ даёт молекулярный дейтерий.

Приведённые оценки основаны на том, что количество вещества исследуемых компонентов газовой смеси пропорционально интенсивности регистрируемых пиков в масс-спектре, в том числе неразрешённых. Отметим, что более точным методом является определение соотношения количества вещества не по амплитуде массового пика, а по его площади. В случае неразрешённых пиков их уширение и увеличение площади позволяют учесть малые количества вещества. Калибровка масс-спектрометра производится по всем компонентам смеси, и в её процессе определяются все коэффициенты, связывающие количества вещества с площадью массовых пиков. Для этой цели используются эталонные газовые смеси с точно известным составом. В работе [70] предложены составы трёх эталонных смесей с разным содержанием необходимых компонентов, которые позволяют в полном объёме осуществить калибровку

масс-рефлектрона, предназначенного для анализа топливных водородно-гелиевых смесей.

Как неоднократно отмечалось, разрешающая способность времяпролётных приборов (см. (20)) пропорциональна времени движения ионов от источника до детектора T и обратно пропорциональна длительности ионных пакетов в плоскости входа в детектор Δt .

Рассмотрим более подробно факторы, которые снижают разрешающую способность времяпролётных масс-спектрометров с электронной ионизацией. Так как время пролёта T пропорционально корню квадратному из массы иона M , а Δt зависит от всех aberrаций прибора и не может быть меньше времени отклика детектора на приход одного иона, которое практически не зависит от массы иона, то с уменьшением массы ионов уменьшается и R .

При расчёте масс-рефлектрона с необходимой разрешающей способностью порядка 500 и более по основанию пиков масс-спектра при $M = 3$ а.е.м. мы исходили из того, что существуют различные типы ионных источников: одно-, двух- и трёхзачорные. Для источников всех типов общим является то, что лёгкие ионы, которые при определённой температуре имеют более высокие скорости, за время ионизации успевают занять больший объём $V = \Delta x \Delta y \Delta z$ ионизационного зазора, чем тяжёлые ионы. Следовательно, начальная ширина пакета лёгких ионов Δx больше, чем тяжёлых, что вызывает уширение линий масс-спектра в области масс лёгких ионов. Увеличение ΔU , кроме того, приводит к возрастанию начального разброса лёгких ионов по энергиям ΔU по сравнению с разбросом тяжёлых ионов. При развороте ионов фронтом выталкивающего импульса лёгкие ионы получают ещё больший разброс по энергиям ΔU на выходе из источника, что также приводит к дополнительному уширению массового пика. Оба фактора (увеличение Δx и ΔU) ведут к снижению разрешающей способности в области масс лёгких ионов по сравнению с таковой в области масс тяжёлых ионов. Очевидно, что целью расчёта источника является одновременное уменьшение пространственного Δx и энергетического ΔU разбросов ионов. Если ввести понятие коэффициента энергетического разброса ионов в источнике, допустим, $k = U_{\max}/U_{\min}$ (где U_{\max} и U_{\min} — максимальная и минимальная энергии ионов), то для двухзачорного источника типичным является энергетический разброс с $k \approx 1,2$. Проведённые численные моделирование и расчёты позволили определить геометрические параметры и выбрать в качестве оптимального варианта двухзачорный источник с $k \approx 1,18$ и $\Delta x \approx 0,7$ мм.

В работе [70] предложена и реализована методика расчёта параметров двухзачорного отражателя, обеспечивающая оптимальную фокусировку ионов с заданным отношением энергий $k = U_{\max}/U_{\min}$. В отличие от условий для отражателя, представленного в [59], условия фокусировки не требуют совпадения корней первой и второй производных, а необходимо только попадание этих корней в промежуток между U_{\min} и U_{\max} . Это позволяет подбирать параметры отражателя так, что численное значение разрешающей способности по фактору компенсации энергетического разброса ионов увеличивается в два раза. Для расчётов отражателя мы используем выражение для времени пролёта одиночного иона с зарядом q и массой M через отражатель, (см. уравнение (19)), которое можно представить в виде

функции f , зависящей только от безразмерных параметров:

$$L_{\text{dr}} \left(\frac{M}{2qU_T} \right)^{1/2} = f(k, \lambda, \mu, \nu, y), \quad (31)$$

где L_{dr} — величина дрейфового промежутка, U_T — потенциал на тормозящей сетке, $k = U_{\max}/U_{\min}$ — энергетический разброс ионов в источнике, $\lambda = d_T/L_{\text{dr}}$, d_T — величина тормозящего зазора отражателя, $\mu = d_{\text{ref}}/L_{\text{dr}}$, d_{ref} — величина отражающего зазора отражателя, $\nu = U_{\text{ref}}/U_T$, $U_{\text{ref}}(U_{\max})$ — потенциал на отражающей сетке, $y \equiv U/U_T$, U — потенциальная энергия пробного иона.

Для расчёта отражателя строится и минимизируется безразмерный функционал

$$(\Delta t)^2 = \frac{1}{y_{\max} - y_{\min}} \int_{y_{\min}}^{y_{\max}} dy (f - f_{\text{mid}})^2, \quad (32)$$

где

$$f_{\text{mid}} = \frac{1}{y_{\max} - y_{\min}} \int_{y_{\min}}^{y_{\max}} dy f,$$

$y_{\max} = U_{\max}/U_T$, $y_{\min} = U_{\min}/U_T$. Из формулы (32) следует, что значения функционала $(\Delta t)^2$ зависят только от безразмерных коэффициентов k , λ , μ , ν и поэтому величина L_{dr} может быть выбрана независимо от параметров отражателя. После того как выбрана L_{dr} , рассчитываются d_T и d_{ref} . При этом каждый рассчитанный отражатель будет оптимальным для компенсации фиксированного энергетического разброса k . Оказалось, что нет никаких ограничений на выбор тормозящего промежутка d_T , и его можно выбрать произвольным, как и параметр λ , в который входит d_T .

Третьим элементом, который определяет работу ВПМС типа масс-рефлектрона, является детектор. Для оптимизации работы детектора в приборе с повышенной разрешающей способностью было увеличено отношение V/l , где V — напряжение между выходной микроканальной пластиной (МКП) и коллектором электронов, l — расстояние между ними. Это позволило уменьшить величину aberrации $\Delta T_{\Delta t}$, связанную с временем отклика МКП Δt на приход одного иона. Измерения показали, что Δt уменьшилось в несколько раз и составило не более 1 нс.

После краткого обсуждения работы основных элементов масс-рефлектрона рассмотрим влияние aberrаций на разрешающую способность прибора в целом. Уравнение (20) для разрешающей способности времяпролётного прибора с отражателем на половине высоты массового пика может быть представлено в виде [71]

$$R = \frac{T}{\sum_i \Delta T_i} = \frac{T}{\sum_i \Delta T_i + [\sum_j (\Delta T_j)^2]^{1/2}} = \frac{1}{\sum_i 1/R_i + [\sum_i (1/R_i)^2]^{1/2}}, \quad (33)$$

где T — полное время пролёта от источника до детектора, $1/R_i = \Delta T_i/T$. Из (33) следует, что разрешающая способность масс-рефлектрона R сложным образом зависит от разрешающей способности R_i по i -му aberrационному фактору. Каждая из R_i зависит от большого числа физических параметров прибора, поэтому использовать непосредственно формулу (33) для оптимизации

аналитических характеристик масс-спектрометра не представляется возможным.

Практически задача получения максимальной разрешающей способности масс-рефлектрона решалась следующим образом. На основе опыта работы мы строили иерархию разрешающих способностей R_i по принципу $R_1 \leq R_2 \leq R_3 \leq \dots \leq R_k$, и затем проводились расчёты. Так как влияние R_1 на общую разрешающую способность R является доминирующим, физические параметры задачи изменяются таким образом, чтобы R_1 возрастала. Аналогичная операция производилась с R_2 , R_3 и т.д. При этом должен соблюдаться принцип, согласно которому в результате расчёта каждый раз повышается самая малая по величине разрешающая способность R_i . Опыт работы показывает, что R_i редко объединяются в группы из более чем двух абберационных факторов с близкими численными значениями разрешающих способностей.

Второй принцип использования формулы (33) при расчёте ВПМС состоит в том, что траектория ионов в приборе разбивается на два участка: от источника до первого фокуса, расположенного между источником и отражателем, и от первого фокуса до второго, расположенного в плоскости детектора. Второй участок содержит отражатель. Задача решается с конца. Сначала рассчитывается отражатель и начальные условия для фазового объёма в первом фокусе, а затем подбираются параметры источника, создающие элементы фазового объёма Δx , ΔU в фокусе источника.

На основе проведённых расчётов был разработан и построен масс-рефлектрон [71] с длиной камеры анализатора 80 см и длиной дрейфа ионов около 90 см. Результаты расчётов геометрических и электрических параметров и аналитических характеристик прибора полностью подтвердились в экспериментах.

На рисунке 8 приведена впервые зарегистрированная с помощью времяпролётного прибора осциллограмма масс-спектра газовой смеси ${}^4\text{He} + {}^2\text{D}_2$ с содержанием гелия порядка 15 объёмных процентов. Из масс-спектра следует, что разрешающая способность прибора на 10 % амплитуды пика составляет ≈ 600 . Как говорилось ранее, такая разрешающая способность позволяет надёжно разрешить два неразделённых дублета: ${}^3\text{He}^+ - {}^3\text{T}^+$ и $\text{HD}^+ - \text{H}_3^+$ — на массовом числе 3 а.е.м. и отделить пик ${}^4\text{He}^+$ от неразрешённого триплета $\text{HT}^+ - \text{D}_2^+ - \text{H}_2\text{D}^+$ на массовом числе 4 а.е.м. Таким образом, разработанный масс-рефлектрон в значительной степени позволяет ре-

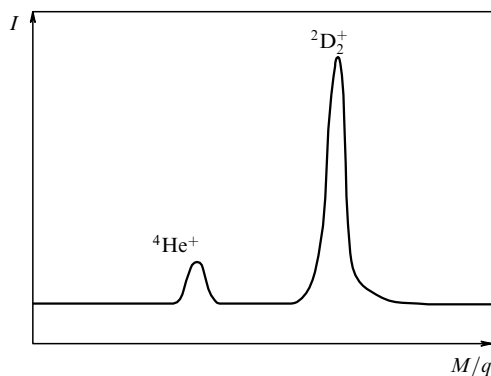


Рис. 8. Осциллограмма масс-спектра газовой смеси ${}^4\text{He}^+ - {}^2\text{D}_2^+$ с содержанием гелия $\approx 15\%$. $\Delta M = 0,0256$ а.е.м.

шить задачу достаточно точного непрерывного химического и изотопного анализа водородно-гелиевых тритий-содержащих газовых смесей, что является жизненно необходимым для дальнейших исследований в области управляемого термоядерного синтеза, в том числе при создании ITER.

11. Заключение

Разработанные в лаборатории масс-спектрометрии Физико-технического института им. А.Ф. Иоффе РАН динамические приборы двух типов: магнитные резонансные масс-спектрометры и времяпролётные масс-спектрометры, получившие название масс-рефлектрон, обладают высокими аналитическими характеристиками и могут работать в различных режимах. Сфера применения приборов обоих типов широка и многообразна как в науке, так и в промышленности: от исследования отдельных актов ядерных реакций или расшифровки генома живого существа до контроля над быстро протекающими пиропроецессами при выплавке нескольких десятков тонн стали на металлургических комбинатах.

Времяпролётные масс-рефлектроны выпускаются практически всеми приборостроительными фирмами мира в больших количествах ввиду их востребованности, простоты изготовления и эксплуатации, а также относительно низкой стоимости. Магнитные резонансные масс-спектрометры являются чисто российскими, и всего было построено только семь таких приборов. Это сложные в изготовлении и дорогие приборы, обладающие уникальными аналитическими характеристиками. Достаточно сказать, что с их помощью могут быть, например, одновременно измерены (идентифицированы) с высокой точностью два изотопа гелия в газовой смеси, где тяжёлый изотоп (${}^4\text{He}$) может превышать по количеству лёгкий изотоп (${}^3\text{He}$) в 10^{10} раз. Благодаря своим возможностям, обусловленным высочайшими аналитическими характеристиками, эти приборы постоянно востребованы специалистами по геологии, геохронологии, космохимии, физике твёрдого тела, наноматериалам, физике плазмы, ядерным технологиям и др. К сожалению, эти приборы были построены около 40 лет назад, и в настоящее время требуются значительные материальные вложения для их ремонта, модернизации и повышения надёжности работы.

Список литературы

1. Третьяков Е Ф и др. *Изв. АН СССР сер. физ.* **40** 2026 (1976); Tret'yakov E F et al. *Bull. Acad. Sci. USSR Phys. Ser.* **40** (10) 1 (1976)
2. Любимов В А и др. *ЖЭТФ* **81** 1158 (1981); Lyubimov V A et al. *Sov. Phys. JETP* **54** 616 (1981)
3. Simpson J J *Phys. Rev. D* **23** 649 (1981)
4. Николаев Е Н и др. *Письма в ЖЭТФ* **39** 441 (1984); Nikolaev E N et al. *JETP Lett.* **39** 534 (1984)
5. Липпмаа Э Т и др. *Письма в ЖЭТФ* **39** 529 (1984); Lippmaa E T et al. *JETP Lett.* **39** 646 (1984)
6. Chastagner P, Daves H L, Hess W B *Int. J. Mass Spectrom. Ion Phys.* **48** 353 (1983)
7. Алексеенко С А и др. *Атомная энергия* **51** (1) 27 (1981); Alekseenko S A et al. *Sov. Atom. Energy* **51** 436 (1981)
8. Ferguson R B, Chastagner P *Int. J. Mass Spectrom. Ion Phys.* **24** 403 (1977)
9. Maroni V A, Van Deventer E N *J. Nucl. Mater.* **85–86** 257 (1979)
10. Unterweger M P et al. *Int. J. Appl. Radiat. Isot.* **31** 611 (1980)
11. Мамырин Б А, Аруев Н Н, Алексеенко С А *ЖЭТФ* **63** 3 (1972); Mamyurin B A, Aruev N N, Alekseenko S A *Sov. Phys. JETP* **36** 1 (1973)

12. Bleakney W, Hipple J A (Jr.) *Phys. Rev.* **53** 521 (1938)
13. Goudsmit S A *Phys. Rev.* **74** 622 (1948)
14. Фикс В Б, в сб. *Доклады научно-технической конф. ЛПИ* (Л.: ЛПИ, 1949) с. 25
15. Smith L G *Rev. Sci. Instrum.* **25** 115 (1951)
16. Ионов Н И, Мамырин Б А, Фикс В Б *ЖТФ* **23** 2104 (1953)
17. Мамырин Б А, Шустров Б Н *ЖТФ* **27** 1347 (1957)
18. Шустров Б Н *ЖТФ* **30** 860 (1960); Shustrov B N *Sov. Phys. Tech. Phys.* **5** 810 (1961)
19. Bennett W H *J. Appl. Phys.* **21** 143 (1950)
20. Мамырин Б А, Франсузов А А *ПТЭ* (3) 114 (1962)
21. Мамырин Б А, Шустров Б Н *ПТЭ* (5) 135 (1962)
22. Mamyrin B A, Frantsuzov A A, in *Atomic Masses. Proc. of the Third Intern. Conf., 28 August–1 September, 1967, Winnipeg, Canada* (Ed. R C Barber) (Winnipeg: Univ. of Manitoba Press, 1967) p. 427
23. Мамырин Б А, Франсузов А А *ЖЭТФ* **48** 416 (1965); Mamyrin B A, Frantsuzov A A *Sov. Phys. JETP* **21** 274 (1965)
24. Мамырин Б А, Аруев Н Н, Алексеев С А, Авт. свид. № 445901; *Бюлл. изобрет.* (37) 113 (1975)
25. Алексеев С А, Аруев Н Н, Мамырин Б А *Метрология*(4) 54 (1974)
26. Cohen E R, Taylor B N *J. Phys. Chem. Ref. Data* **2** 663 (1973)
27. Cohen E R, Taylor B N *Rev. Mod. Phys.* **59** 1121 (1987)
28. Мамырин Б А, Алексеев С А, Аруев Н Н *ЖЭТФ* **80** 2125 (1981); Mamyrin B A, Alekseenko S A, Aruev N N *Sov. Phys. JETP* **53** 1109 (1981)
29. Malinowski M E, SAND 79-8218 (Livermore: Sandia Laboratories, 1979)
30. Ellefson R E, Moddeman W E, Dylla H F *J. Vac. Sci. Technol.* **18** 1062 (1981)
31. Аруев Н Н, Байдаков Е Л, Мамырин Б А, Авт. свид. № 1123392; *Бюлл. изобрет.* (11) (1986)
32. Аруев Н Н, Байдаков Е Л, Мамырин Б А *ЖТФ* **57** 300 (1987); Aruev N N, Baidakov E L, Mamyrin B A *Sov. Phys. Tech. Phys.* **32** 180 (1987)
33. Купревич В В, Лунтер С Г *Опт.-мех. промышленность* (9) 51 (1969)
34. Jones P M S *J. Nucl. Mater.* **21** 239 (1967)
35. Rudy C R, Jordan K C, Mound Laboratory Report MLM 2458 (Miamisburg, Ohio: Monsanto Res. Corp., 1977)
36. Jordan K C, Blanke B C, Dudley W A *J. Inorg. Nucl. Chem.* **29** 2129 (1967)
37. Шиманская Н С, Препринт РИ-111 (Л.: Радиевый ин-т им. В. Г. Хлопина, 1979)
38. Тихонов В Н, Чукреев Ф Е, Препринт ИАЭ-3102 (М.: Институт атомной энергии им. И. В. Курчатова, 1979)
39. Акулов Ю А и др., Авт. свид. № 1295918; *Бюлл. изобрет.* (4) 265 (1988)
40. Мамырин Б А и др. *ПТЭ* (2) 151 (1982)
41. Мамырин Б А и др. *ЖТФ* **53** 1139 (1983)
42. Ануфриев Г С и др. *ПТЭ* (4) 211 (1979)
43. Акулов Ю А и др. *Письма в ЖТФ* **14** 940 (1988); Akulov Yu A et al. *Sov. Tech. Phys. Lett.* **14** 416 (1988)
44. Акулов Ю А, Мамырин Б А *УФН* **173** 1187 (2003); Akulov Yu A, Mamyrin B A *Phys. Usp.* **46** 1153 (2003); Мамырин Б А, Акулов Ю А *УФН* **174** 791 (2004); Mamyrin B A, Akulov Yu A *Phys. Usp.* **47** 729 (2004)
45. Гусев В К и др. *ЖТФ* **69** (9) 58 (1999); Gusev V K et al. *Tech. Phys.* **44** 1054 (1999)
46. Aruev N N, Boltcnkov B S, Novokhatsky A N *Int. J. Mass Spectrom.* **351** 76 (2013)
47. Акулов Ю А и др. *ПТЭ* (2) 173 (1985)
48. Мамырин В А, Tolstikhin I N *Helium Isotopes in Nature* (Amsterdam: Elsevier, 1984)
49. Аруев Н Н, Болтенков Б С *Письма в ЖТФ* **36** (7) 89 (2010); Aruev N N, Boltcnkov B S *Tech. Phys. Lett.* **36** 337 (2010)
50. Ануфриев Г С и др. *ПТЭ* (1) 248 (1977)
51. Алексейчук Б К и др. *ПТЭ* (4) 206 (1979)
52. Cameron A E, Eggers D F (Jr.) *Rev. Sci. Instrum.* **19** 605 (1948)
53. Ионов Н И, Мамырин Б А *ЖТФ* **23** 2101 (1953)
54. Wiley W C, McLaren I H *Rev. Sci. Instrum.* **26** 1150 (1955)
55. Агишев Е И, Ионов Н И *ЖТФ* **26** 203 (1956)
56. Агишев Е И, Ионов Н И *ЖТФ* **28** 1776 (1958)
57. Алиханов С Г *ЖЭТФ* **31** 517 (1956); Alikhanov S G *Sov. Phys. JETP* **4** 452 (1957)
58. Мамырин Б А, Авт. свид. № 198034 (1966); *Бюлл. изобрет.* (13) 148 (1967)
59. Каратаев В И, Мамырин Б А, Шмикк Д В *ЖТФ* **26** 1498 (1971); Karataev V I, Mamyrin B A, Shmikk D V *Sov. Phys. Tech. Phys.* **16** 1177 (1972)
60. Мамырин Б А и др. *ЖЭТФ* **64** (1) 82 (1973); Mamyrin B A et al. *Sov. Phys. JETP* **37** 45 (1973)
61. Шмикк Д В, Дубенский Б М *ЖТФ* **54** 912 (1984)
62. Каратаев В И, Аруев Н Н *Письма в ЖТФ* **37** (12) 67 (2011); Karataev V I, Aruev N N *Tech. Phys. Lett.* **37** 575 (2011)
63. Каратаев В И *Письма в ЖТФ* **19** (15) 65 (1993); Karataev V I *Tech. Phys. Lett.* **19** 498 (1993)
64. Каратаев В И *Письма в ЖТФ* **24** (3) 1 (1998); Karataev V I *Tech. Phys. Lett.* **24** 167 (1998)
65. Каратаев В И *Письма в ЖТФ* **34** (24) 90 (2008); Karataev V I *Tech. Phys. Lett.* **34** 1082 (2008)
66. Шмикк Д В *ЖТФ* **51** 1024 (1981); Shmikk D V *Sov. Phys. Tech. Phys.* **26** 615 (1981)
67. Тучкевич В М *Вестн. АН СССР* (5) 59 (1985)
68. Мамырин Б А и др. *ЖТФ* **63** (11) 200 (1993); Mamyrin B A et al. *Tech. Phys.* **38** 1033 (1993)
69. Аруев Н Н и др. *Письма в ЖТФ* **23** (20) 83 (1997); Aruev N N et al. *Tech. Phys.* **23** 811 (1997)
70. Аруев Н Н и др. *Атомная энергия* **104** (4) 233 (2008); Aruev N N et al. *Atom. Energy* **104** 308 (2008)
71. Аруев Н Н, Ждан В Т, Козловский А В *Масс-спектрометрия* **5** (4) 289 (2008)
72. Веренчиков А Н и др. *ЖТФ* **75** (1) 74 (2005); Verentchikov A N et al. *Tech. Phys.* **50** 73 (2005)
73. von Seggern J et al. *J. Vac. Sci. Technol. A* **2** 1516 (1984)
74. Engelmann U et al. *Nucl. Instrum. Meth. Phys. Res. A* **302** 345 (1991)

The application of dynamic mass spectrometers for investigations in the field of thermonuclear synthesis

N.N. Aruev

*Ioffe Physical-Technical Institute, Russian Academy of Sciences,
ul. Politekhnikeskaya 26, 194021 St. Petersburg, Russian Federation
E-mail: aruev.mass@mail.ioffe.ru*

This review discusses the design, analytical characteristics and some applications of two types of dynamic mass spectrometers that have been developed at the A.F. Ioffe Physical-Technical Institute, Russian Academy of Sciences: magnetic resonance mass spectrometer (MRMS) and time-of-flight mass spectrometer (TOFMS), the latter of which the authors named mass reflectron. With the aid of MRMS it was possible to measure the half-life of tritium, which is a fusion fuel candidate; and to start investigating how deuterium plasma interacts with the structural materials of the spherical tokamak Globus-M. The research done shows that mass reflectrons can be used successfully in the analysis of tritium-containing fusion fuel gas mixtures.

Keywords: dynamic mass-spectrometers, magnetic resonance mass-spectrometers, time-of-flight mass spectrometers, resolution, sensitivity, dynamic range, fuel gas mixtures, hydrogen and helium isotopes, analysis of tritium-containing mixtures, tritium half life

PACS numbers: 52.55.Fa, 82.80.Ms, 82.80.Rt

Bibliography — 74 references

Received 7 December 2015

Uspekhi Fizicheskikh Nauk **187** (1) 99–117 (2017)
DOI: <https://doi.org/10.3367/UFNr.2016.05.037807>

Physics – Uspekhi **60** (1) (2017)
DOI: <https://doi.org/10.3367/UFNe.2016.05.037807>