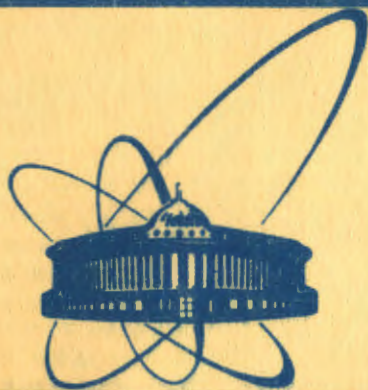


12/III-84



**сообщения
объединенного
института
ядерных
исследований
дубна**

1354/84

13-83-840

Д.Д.Богданов, Г.Н.Иванов, И.В.Колесов,
О.А.Орлова, А.М.Родин, В.А.Тимаков,
Г.М.Тер-Акопьян

**ВЫСОКОЧУВСТВИТЕЛЬНЫЙ
МАСС-СПЕКТРОМЕТР ЛИДИА-М**

1983

Одним из основных направлений развития масс-спектрометрии является разработка приборов с концентрационным пределом обнаружения существенно лучшим, чем 10^{-9} ат/ат. Наибольший успех в этом направлении связан с использованием tandemных масс-спектрометров, причем достигнутые пределы обнаружения составляют 10^{-15} ат/ат в области легких ядер $A < 20$ и 10^{-11} ат/ат - в области $A > 250$. Проведенные исследования также показывают, что в области тяжелых ядер при использовании этого способа трудно рассчитывать на дальнейшее увеличение чувствительности. При этом основным ограничивающим фактором является широкое зарядовое распределение ионов при энергиях в несколько МэВ.

В ОИЯИ для проведения работ по поиску, идентификации и изучению свойств сверхтяжелых элементов в настоящее время создается масс-спектрометр ЛИДИА/3/ с концентрационным пределом обнаружения 10^{-13} - 10^{-14} ат/ат в области $A > 250$. Это трехступенчатый масс-спектрометр, состоящий из лазерного источника ионов, перезарядного устройства - диссоциатора, электростатического зарядового селектора, стигматического ахромата с промежуточным изображением, масс-спектрометра с двойной фокусировкой и позиционно-чувствительного детектора отдельных ионов. Масс-спектрометр ЛИДИА-М/7/, который рассматривается в настоящей работе, является макетным вариантом первой ступени масс-спектрометра ЛИДИА.

Конструктивно масс-спектрометр ЛИДИА-М состоит из лазерного источника ионов, перезарядного устройства и электростатической системы отбора перезаряженной ионной компоненты, магнитооптической системы, электрической системы регистрации ионов и системы высоковакуумной откачки /рис.1/. Рассмотрим конструкцию и характеристики отдельных узлов.

ЛАЗЕРНЫЙ ИСТОЧНИК ИОНОВ

Этот источник подробно описан в/4,5/. В качестве источника лазерного излучения используется твердотельный оптический квантовый генератор ЛТИПЧ-8, работающий в режиме электрооптической модуляции добротности $\lambda = 1,06$ мкм, $E = 60$ мДж/имп, $\tau = 12$ нс, $\nu < 100$ Гц/. При помощи оптического узла с подвижной линзой излучение фокусируется на поверхности исследуемой мишени в пятно диаметром 300 мкм. Достигаемое при этом максимальное значение плотности мощности светового излучения составляет $7 \cdot 10^9$ Вт/см². Устройство сканирования позволяет осуществлять

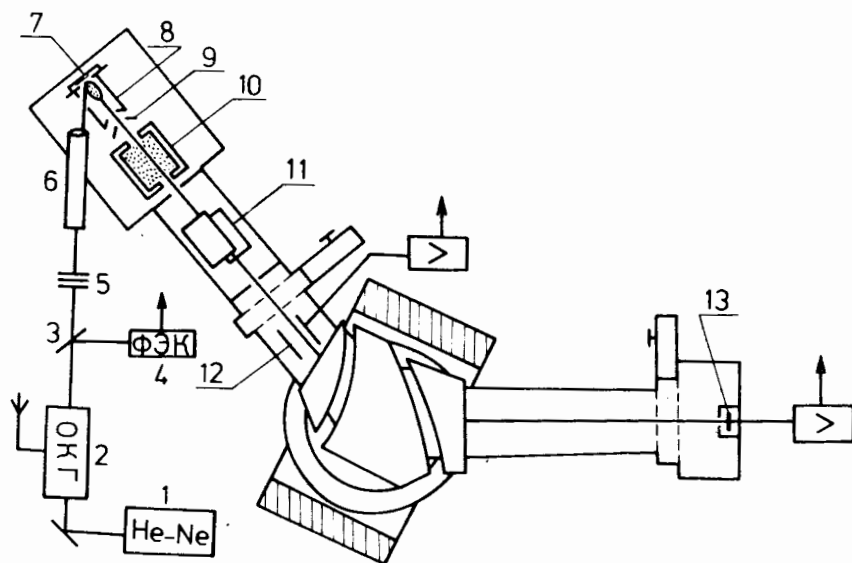


Рис.1. Схема масс-спектрометра ЛИДИА-М: 1 - гелий-неоновый лазер; 2 - лазер ЛТИПЧ-8; 3 - разделительная пластина; 4 - фотозащитный элемент ФЭК-09; 5 - нейтральные светофильтры; 6 - оптический узел; 7 - мишень; 8, 9 - формирующий и ускоряющий электроды; 10 - перезарядная мишень; 11 - отклоняющий конденсатор; 12 - индукционный датчик; 13 - детекторный модуль.

автоматическое перемещение мишени по двум направлениям в диапазоне ± 15 мм. Образованная на поверхности мишени лазерная плазма после свободного разлета внутри первого электрода - экспандера /длиной 125 мм, с диаметром выходного отверстия 3 мм/ попадает в узел формирования и ускорения ионного пучка. Для формирования и ускорения используется простая двухэлектродная оптика типа Фримановской при ускоряющем напряжении 40 кВ. Полное количество извлекаемых ионов составляет около $4 \cdot 10^{10}$ ион/имп, эмиттанс ионного пучка ~ 150 мм.мрад. Зарядовое распределение, в основном, обусловлено ионами с зарядностью 1^+ и 2^+ , выход трехзарядной компоненты составляет $5 \div 10\%$. Использование энергетической селекции /4/ при работе с мишенями сложного химического состава позволяет снизить относительное содержание молекулярных ионов в пучке до значений меньших, чем 10^{-5} даже в однозарядной ионной компоненте.

ПЕРЕЗАРЯДНОЕ УСТРОЙСТВО И ЭЛЕКТРОСТАТИЧЕСКАЯ СИСТЕМА ОТБОРА

Функциональное назначение этого узла состоит в использовании для анализа только перезарядной компоненты определенного типа, например, $2^+ - 1^+$, $3^+ - 2^+$ и т.д. До настоящего времени в экспериментах использовалась простая газовая перезарядная мишень с толщиной $\sim 5 \cdot 10^{13}$ ат/см². Последующий отбор необходимой компоненты осуществлялся в электростатическом поле плоского конденсатора, расположенного за мишенью. Угол отклонения составляет $\theta = 10^\circ$ в вертикальной плоскости, длина пластин конденсатора - 50 мм, зазор - 25 мм. Диапазон рабочих напряжений, необходимых для отбора перезарядных компонент до $3^+ - 1^+$ включительно, составляет $5 \div 15$ кВ. В качестве источника высокого напряжения применяется выпрямитель ВС-20. Конструкция отклоняющего конденсатора допускает плоскопараллельное перемещение пластин вдоль пучка в диапазоне ± 20 мм без нарушения вакуума. Это обеспечивает возможность точной юстировки пучка относительно входной щели масс-спектрометра в вертикальном направлении. Фокусировка пучка во входную щель осуществляется путем подбора расстояния между ускоряющими электродами источника и тонкой электростатической линзой, расположенной между перезарядным устройством и отклоняющим конденсатором.

ВАКУУМНАЯ СИСТЕМА И РЕГИСТРИРУЮЩЕЕ УСТРОЙСТВО

Магнитооптическая система масс-спектрометра /5/ сконструирована и изготовлена на базе типового электромагнита СП-57А и имеет следующие основные характеристики: угол поворота - 60° ; радиус центральной траектории - 80 см, максимальная напряженность поля в центре зазора - 1,3 Т; нестабильность при использовании схемы стабилизации по току - $2 \cdot 10^{-4}$. За счет применения полюсных наконечников с искривленными границами магнитооптическая система позволяет использовать пучки с угловой расходимостью $\pm 5^\circ$ и $\pm 2^\circ$ по горизонтали и вертикали соответственно. Дисперсия ~ 18 мм/ммВр в плоскости, перпендикулярной центральному лучу, разрешающая способность ~ 650 , полная длина траектории от входной щели до детектирующего устройства - 4 м.

В масс-спектрометре ЛИДИА-М применена одноканальная электрическая система регистрации ионных токов с двумя типами детекторных модулей - цилиндром Фарадея и сборкой на основе микроканальных пластин /МКП/. Цилиндр Фарадея имеет трехэлектродную конструкцию с подавлением вторичной электронной эмиссии. Во втором типе детектора использованы микроканальные пластины диаметром 34 мм и максимальным коэффициентом усиления $2 \div 5 \cdot 10^4$. Оба детектора имеют вертикальную щель размером 2x25 мм. Длительность измеряемых импульсов составляет $3 \div 40$ мкс, что опре-

деляется свойствами лазерного источника ионов. Минимальный ток, регистрируемый цилиндром Фарадея, составляет $3 \cdot 10^{-6}$ ион/имп и определяется шумами используемой электронной аппаратуры. Диапазон токов, измеряемых детектором на основе МКП, составляет от $5 \cdot 10^{-8}$ до 100 ионов/имп и может быть расширен путем последовательного включения второй пластины и перехода к счету отдельных ионов.

Для регистрации полного тока ионов, анализируемых масс-спектрометром, за предметной щелью установлен электростатический индукционный датчик, представляющий собой трубу из нержавеющей стали диаметром 50 мм и длиной 100 мм. Пучок ионов движется по трубе, не касаясь стенок. Наведенный сигнал усиливается зарядово-чувствительным предусилителем. Минимальный ток, регистрируемый индукционным монитором, составляет $1 \cdot 10^{-7}$ ионов за один выстрел лазера /средний заряд ионов 2^{+} / и определяется помехами от работы высоковольтной импульсной схемы лазера.

Измерение спектра масс исследуемого образца осуществляется за счет ступенчатого изменения поля анализирующего магнита. Управление экспериментом, сбор и обработка поступающей информации осуществляются автоматически согласно заданной программе. Автоматизированная система сбора данных и управления экспериментом сделана на базе ЭВМ МЭРА-60-30 и подробно описана в [7].

Необходимость уменьшения фона от ионов, перерассеянных на остаточном газе при сравнительно большом размере масс-спектрометра / $L = 4$ м/, требует получения в камере рабочего давления на уровне $5 \cdot 10^{-7}$ Па. При решении этой задачи нами широко использовался опыт и рекомендации ИЯФ СО АН СССР [8,9]. Вакуумная камера масс-спектрометра, представляющая собой в плане изогнутый серповидный патрубок, изготовлена из листов нержавеющей стали /12x18 Н10Т/ толщиной 4 мм, соединенных при помощи электродуговой сварки. Высота камеры постоянна по длине и составляет 70 мм, максимальная ширина - 370 мм. По технологическим соображениям, камера состоит из двух частей, соединенных с помощью аргоно-дуговой сварки по специальному тонкому бортику. Это делает возможным многократное /до 5-10 раз/ разъединение и соединение частей камеры. Конструкция камеры позволяет проводить ее прогрев до 300°C непосредственно в зазоре магнита. Для этого на наружной поверхности камеры закреплены 20 нагревательных элементов из четырехметровых отрезков кабеля КНМСС 0,1 с жилой из нержавеющей стали сечением 1 мм². В качестве теплоизолятора использовано несколько слоев стеклоткани и алюминиевой фольги. Через цельнометаллический прямопролетный высоковакуумный вентиль ДУ-160/9/ выход камеры соединен с приемным устройством масс-спектрометра. В свою очередь, приемное устройство через цельнометаллический вентиль ДУ-80/9/ подсоединено к турбомолекулярному насосу ТМН-500, используемому для черновой откачки приемного устройства и камеры.

Чистовая откачка / $P < 10^{-3}$ Па/ камеры и приемного устройства осуществляется с помощью двух агрегатов, представляющих собой комбинацию магниторазрядного насоса НОРД-250 и сублимационного титанового насоса производительностью 2000 л/с. Сублимационный насос состоит из цилиндрического бака диаметром 150 мм, высотой 450 мм, и трех независимых титановых испарителей, изготовленных из титановых стержней с внутренним вольфрамовым нагревателем. Охлаждение насоса естественное.

Все разъемные соединения выполнены с использованием прокладок из безкислородной меди. При изготовлении элементов камеры, насосов и вентилях кроме механической обработки использовалась электрохимическая полировка. После сборки и устранения течей был проведен трехсуточный прогрев всей высоковакуумной системы /камера + приемное устройство/ при температуре 350°C ± 450°C и непрерывной откачке турбомолекулярным насосом ТМН-500. Осуществление операции высокотемпературного обезгаживания позволило получить предельный вакуум в камере $7 \cdot 10^{-9}$ Па.

Основным источником газоотделения в масс-спектрометре является источник ионов. При работе с частотой 100 Гц и геологическими образцами газоотделение составляет 10^{-3} Тор.л/с. Поэтому трудно рассчитывать на получение в источнике давления меньше 10^{-4} Па. В масс-спектрометре ЛИДИА-М откачка источника осуществляется турбомолекулярным насосом ТМН-500, рабочее давление в источнике составляет $5 \cdot 10^{-4}$ Па. Узел электростатического конденсатора, соединяющий источник и камеру масс-спектрометра, имеет дифференциальную откачку производительностью 100 л/с. Использование дифференциальной откачки и соединительных диафрагм малой площади / $0,5 \pm 0,3$ см²/ позволяет получить рабочее давление в камере $5 \cdot 10^{-7}$ Па. Измерение давления в камере, приемном устройстве и источнике проводится манометрическими датчиками типа ММ-14М, МИ-27 и по току магниторазрядных насосов.

ОСНОВНЫЕ ХАРАКТЕРИСТИКИ МАСС-СПЕКТРОМЕТРА

При проведении работ по элементному анализу образцов наиболее важной характеристикой масс-спектрометра является концентрационный и абсолютный пределы обнаружения. Широко распространенный подход понижения концентрационного предела обнаружения за счет использования масс-спектрометров с высоким разрешением представляется, на наш взгляд, только одним из возможных путей в этом направлении. Одной из основных причин, требующих повышения разрешения, является высокий выход из источников молекулярных ионов / 10^{-3} мол./ат в лучших вариантах/. Поэтому альтернативный подход для достижения низкого концентрационного предела может заключаться в уменьшении вклада молекулярных ионов в массовый спектр до необходимого уровня.

В масс-спектрометре ЛИДИА-М уменьшение вклада молекулярных ионов в массовый спектр осуществляется за счет отбора ионов по времени пролета в экспандере. Вторая возможность снижения вклада молекулярных ионов в спектр связана с использованием для анализа перезаряженной компоненты ионного пучка.

В работе [4] было показано, что для молекулярных ионов, образующихся при взаимодействии лазерного излучения с веществом, характерен "мягкий" энергетический спектр с максимумом выхода при энергиях $1,0 \pm 0,8$ эВ. В то же время основная часть однозарядных атомарных ионов имеет энергию в диапазоне 80 ± 180 эВ. При длине экспандера 100 мм разность времен дрейфа этих компонент составляет 20 ± 50 мкс при $A = 100$. Одновременная электрическая регистрация ионных токов в двух различных временных интервалах, используемая в масс-спектрометре ЛИДИА-М, позволяет проводить раздельное измерение спектров атомарных и молекулярных ионов. При работе с мишенями из окислов металлов, геологическими образцами типа пиритов и доломитов вклад молекулярных ионов в спектр быстрой компоненты не превышал 10^{-6} от интенсивности линий матрицы. В спектрах масс медленной компоненты молекулярные ионы наблюдались с относительным выходом $10^{-3} \pm 10^{-4}$. Концентрационный предел обнаружения, достигнутый в настоящее время на масс-

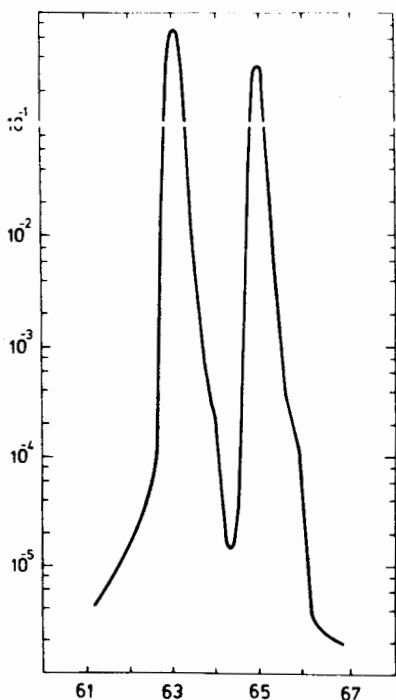


Рис. 2. Форма массовых линий для изотопов ^{63}Cu , ^{65}Cu .

спектрометре ЛИДИА-М для $A > 250$ при использовании однозарядной компоненты, составляет $10^{-7} - 10^{-8}$ при работе с мишенями с $A = 180$ и $A = 60$ соответственно. Для ряда мишеней были проведены эксперименты с использованием перезаряженной компоненты $2+ - 1+$. Молекулярные ионы в этом случае не наблюдались при уровне чувствительности 10^{-5} . Основным ограничивающим фактором в этих экспериментах была недостаточная толщина газовой мишени. В настоящее время ведутся работы по подготовке лазерно-плазменной перезаряженной мишени с плотностью до 10^{15} ат/см².

На рис. 2 показана форма массовой линии для изотопов меди. Из-за отсутствия фокусировки по энергии разрешающая способность масс-спектрометра практически полностью определяется энергетическим спектром ионов лазерной плазмы и составляет

≈ 120 на уровне 10% от высоты пика. Дополнительное уширение линии, связанное с размером источника и разрешающей способностью магнитооптической системы, невелико. Абсолютный предел обнаружения определяется долей ионов, попадающих в свободном разлете на выходную щель экспандера, типом детектирующей системы, и составляет $10^6 - 10^8$ атомов.

Необходимо заметить, что приведенные результаты по основным характеристикам масс-спектрометра не являются окончательными. Проводимые в настоящее время работы по совершенствованию лазерного источника, перезарядной мишени и детекторного модуля позволяют улучшить характеристики прибора на один-два порядка.

В заключение авторы считают своим приятным долгом выразить благодарность академику Г.Н.Флерову за постоянную поддержку работы и полезные обсуждения, а также В.В.Анашину и его коллегам за помощь и советы в вопросах технологии получения высокого вакуума.

ЛИТЕРАТУРА

1. Litherland A.E. et al. Nucl. Instr. and Meth., 1981, 186, p.463-477.
2. Stephens W., Klein J., Zurmühle R. Phys. Rev., 1980, C21, p.1664-1666.
3. Тер-Акопьян Г.М. и др. ОИЯИ, Е13-82-639, Дубна, 1982.
4. Арзуманян Г.М. и др. ОИЯИ, Р7-82-749, Дубна, 1982.
5. Арзуманян Г.М. и др. ОИЯИ, Р7-81-744, Дубна, 1981.
6. Карнаухов В.А. и др. ОИЯИ, Р13-4454, Дубна, 1969.
7. Богданов Д.Д. и др. Автоматизированная система управления и измерения массовых спектров масс-спектрометра ЛИДИА-М. Тезисы докладов Всесоюз. научно-техн. совещ. "Разработка и применение специализированных масс-спектрометрических установок". Энергоиздат, М., 1983, с.114.
8. Анашин В.В. и др. Препринт ИЯФ СО АН СССР 75-50, Новосибирск, 1975.
9. Анашин В.В. и др. Препринт ИЯФ СО АН СССР 75-49, Новосибирск, 1975.

Рукопись поступила в издательский отдел
15 декабря 1983 года.

НЕТ ЛИ ПРОБЕЛОВ В ВАШЕЙ БИБЛИОТЕКЕ?

Вы можете получить по почте перечисленные ниже книги, если они не были заказаны ранее.

	Труды VI Всесоюзного совещания по ускорителям заряженных частиц. Дубна, 1978 /2 тома/	7 р. 40 к.
	Труды VII Всесоюзного совещания по ускорителям заряженных частиц, Дубна, 1980 /2 тома/	8 р. 00 к.
Д11-80-13	Труды рабочего совещания по системам и методам аналитических вычислений на ЭВМ и их применению в теоретической физике, Дубна, 1979	3 р. 50 к.
Д4-80-271	Труды Международной конференции по проблемам нескольких тел в ядерной физике. Дубна, 1979.	3 р. 00 к.
Д4-80-385	Труды Международной школы по структуре ядра. Алушта, 1980.	5 р. 00 к.
Д2-81-543	Труды VI Международного совещания по проблемам квантовой теории поля. Алушта, 1981	2 р. 50 к.
Д10,11-81-622	Труды Международного совещания по проблемам математического моделирования в ядерно-физических исследованиях. Дубна, 1980	2 р. 50 к.
Д1,2-81-728	Труды VI Международного семинара по проблемам физики высоких энергий. Дубна, 1981.	3 р. 60 к.
Д17-81-758	Труды II Международного симпозиума по избранным проблемам статистической механики. Дубна, 1981.	5 р. 40 к.
Д1,2-82-27	Труды Международного симпозиума по поляризационным явлениям в физике высоких энергий. Дубна, 1981.	3 р. 20 к.
Р18-82-117	Труды IV совещания по использованию новых ядерно-физических методов для решения научно-технических и народнохозяйственных задач. Дубна, 1981.	3 р. 80 к.
Д2-82-568	Труды совещания по исследованиям в области релятивистской ядерной физики. Дубна, 1982.	1 р. 75 к.
Д9-82-664	Труды совещания по коллективным методам ускорения. Дубна, 1982.	3 р. 30 к.
Д3,4-82-704	Труды IV Международной школы по нейтронной физике. Дубна, 1982.	5 р. 00 к.
Д2,4-83-179	Труды XV Международной школы молодых ученых по физике высоких энергий. Дубна, 1982.	4 р. 80 к.
	Труды УШ Всесоюзного совещания по ускорителям заряженных частиц. Протвино, 1982 /2 тома/	11 р. 40 к.
Д11-83-511	Труды совещания по системам и методам аналитических вычислений на ЭВМ и их применению в теоретической физике. Дубна, 1982.	2 р. 50 к.
Д7-83-644	Труды Международной школы-семинара по физике тяжелых ионов. Алушта, 1983.	6 р. 55 к.
Д2,13-83-689	Труды рабочего совещания по проблемам излучения и детектирования гравитационных волн. Дубна, 1983.	2 р. 00 к.

Заказы на упомянутые книги могут быть направлены по адресу:
101000 Москва, Главпочтамт, п/я 79
Издательский отдел Объединенного института ядерных исследований

Богданов Д.Д. и др. Высокочувствительный масс-спектрометр ЛИДИА-М	13-83-840
<p>Масс-спектрометр ЛИДИА-М состоит из лазерного источника ионов, газозового перезарядного устройства, электростатической системы отбора перезаряженной компоненты, магнитооптической системы на основе магнита СП-57А, электрической системы регистрации ионов и высоковакуумной системы откачки. Разрешающая способность магнитооптической системы - 600, масс-спектрометра - 300 и определяется начальным энергетическим разбросом ионов. Толщина газовой перезарядной мишени $5 \times 10^{13} - 10^{14}$ ат/см², угол отклонения в электростатической системе отбора - 10°. Рабочий вакуум в источнике ионов - 10^{-3} Па, в масс-спектрометре - 10^{-7} Па. Рабочий ток - 10^9 ион/имп. при работе лазера с частотой до 100 Гц. В качестве детектора ионов используется токовый монитор на основе шевронной сборки МКП с динамическим диапазоном регистрации 10^5. Управление экспериментом, сбор и обработка информации осуществляются при помощи ЭВМ МЕРА 60-30.</p> <p>Работа выполнена в Лаборатории ядерных реакций ОИЯИ.</p> <p>Сообщение Объединенного института ядерных исследований. Дубна 1983</p>	
Bogdanov D.D. et al. High-Sensitive Mass-Spectrometer LIDIA-M	13-83-840
<p>Mass-spectrometer LIDIA-M consists of a laser ion source, gaseous recharge device, electrostatic system for the recharge component selection, magnet-optical system based on the SP-57A magnet, electric ion registration system and high vacuum pumping system. The magnet-optical system resolution is about 600, that of mass-spectrometer - 300. It depends on the initial ion energy spread. The thickness of gaseous recharge target is $5 \times 10^{13} - 10^{14}$ at/cm², deviation angle in electrostatic selection system - 10°. Operating vacuum in the ion source is 10^{-3} Pa, that in the mass-spectrometer - 10^{-7} Pa. A current monitor is used as ion detector in chevron assembly of MCP with 10^5 dynamic range of registration. The experiment control, data acquisition and procession is performed by the МЕРА 60-30 computer.</p> <p>The investigation has been performed at the Laboratory of Nuclear Reactions, JINR.</p> <p>Communication of the Joint Institute for Nuclear Research. Dubna 1983</p>	

Перевод О.С.Виноградовой