

УСПЕХИ ФИЗИЧЕСКИХ НАУК

НОВЫЙ МАСС-СПЕКТРОМЕТР ВЫСОКОЙ ТОЧНОСТИ

В. А. Гравцов

Наиболее точные измерения масс атомов изотопов до недавнего времени производились на масс-спектрографе Маттауха с сотрудниками в Химическом институте им. Макса Планка в Майнце (ФРГ) и на масс-спектрометре Нира с сотрудниками в Миннесотском университете в Миннеаполисе (США). Все эти установки описаны в книге Рика¹. В последние годы к ним добавилась построенная М. Арденне советская масс-спектрографическая установка с двойной фокусировкой типа Бейбриджа и Иордана, не уступающая по точности установкам Маттауха и Нира².

Ниром с сотрудниками в Миннесотском университете в 1956 г. был построен и пущен в ход новый большой масс-спектрометр³. Он представляет собой масс-спектрометр большого размера с двойной фокусировкой и с новым методом регистрации ионов. Как видно из рис. 1, новый прибор Нира имеет 90-градусный электростатический анализатор с радиусом кривизны $R_e = 50,8$ см и 60-градусный магнитный анализатор с радиусом кривизны оси ионного пучка $R_m = 40,6$ см. Ионы, полученные в источнике, ускоряются разностью потенциалов $V_a = 40$ киловольт и фокусируются на входной щели S_1 шириной около 13 μ ; такова же ширина щели S_4 , на которую проектируется изображение. Апертурная щель S_2 имеет ширину около 200 μ ; щель S_3 , на которую проектируется изображение электростатического анализатора, имеет ширину около 400 μ . За щелью S_3 расположен зонд, облегчающий подбор отношений V_a/V_d , т. е. потенциалов анализатора V_d и ускоряющего потенциала V_a источника ионов. На щель S_4 магнитным анализатором проектируется изображение источника ионов. Ионный ток силой 10^{-12} — 10^{-9} а регистрируется десятиступенчатым электронным умножителем с катодами из сплава серебра с магнием. Ширину и положение всех щелей можно регулировать снаружи, не нарушая вакуума, что облегчает юстировку прибора. Существенное отличие нового прибора от предыдущих—это применение осциллографа и развертывание участка массового спектра. При этом применяются пилообразные импульсы, которые одновременно с перемещением луча по экрану осциллографа используются для модуляции магнитного поля в анализаторе. Глубина модуляции подбирается такой, чтобы масс-спектр развертывался у щели S_4 примерно на удвоенную ширину одной линии дублета. Это мгновенное развертывание пика массы существенно облегчает фокусировку.

Как известно, если масса иона M изменилась на ΔM , то для того чтобы траектория иона в данном электромагнитном поле не изменилась, нужно все электрические потенциалы изменить в $\Delta M/M$ раз. Таким образом, для перехода от одной легкой составляющей дублета с массой M к другой составляющей, имеющей массу на ΔM большую, нужно первоначальные

разности потенциалов, поданные на анализатор V_d и на источник ионов V_a , изменить соответственно на ΔV_d и ΔV_a так, чтобы

$$\frac{\Delta M}{M} = \frac{\Delta V_d}{V_d} = \frac{\Delta V_a}{V_a}. \quad (1)$$

Таким образом, разность масс ΔM дублета можно измерить по разности потенциалов ΔV_d , нужной для того, чтобы сфокусировать вместо одной составляющей дублета— другую.

Разность потенциалов подается и измеряется по схеме рис. 2. Все сопротивления, кроме R_2 , манганиновые (эталонные) и заключены в термостате. $R=R'=3371630 \pm 65 \text{ ом}$ ΔR может изменяться от 0 до 100 000 ом так, что отношение будет известно с точностью, не меньшей, чем до 1/50 000. Реле Re —быстродействующее с ртутными контактами. Сопротивление ΔR подбирается так, что при положении реле, включенном на контакт А, на щели S_4 оказывается сфокусированная одна линия дублета, а при реле, включенном на В,—другая линия дублета. Реле переключается после каждого цикла развертывания в осциллографе, и поэтому на экране можно видеть одновременно развертки обеих линий дублета: изменение потенциала ΔV_d , вызванное сопротивлением ΔR , можно считать подобранным, если обе развертки совпадают. При этом дополнительная

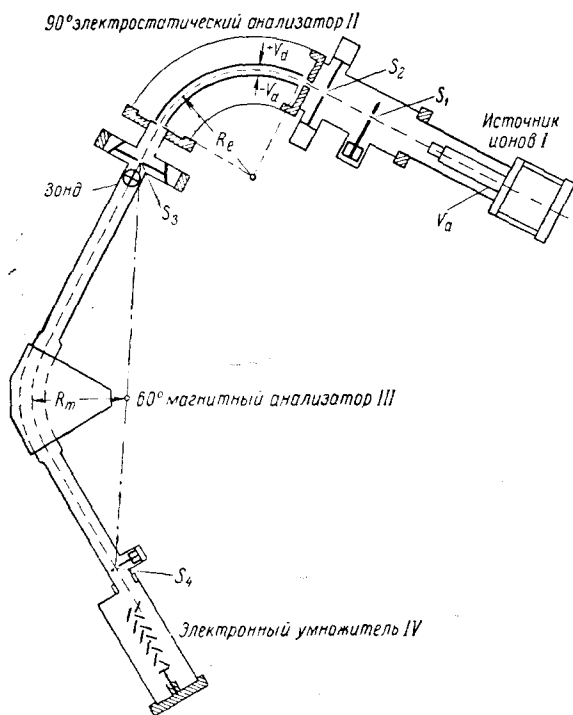


Рис. 1. Схема большого масс-спектрометра с двойной фокусировкой: I—источник ионов; II—электростатический анализатор; III—магнитный анализатор; IV—электронный умножитель; S_1 —входная щель; S_2 —апертурная щель; S_3 —щель изображения электростатического анализатора, Зонд—зонд для подбора отношения потенциалов V_a/V_d , S_4 —щель изображения магнитного анализатора. Все щели могут перемещаться без нарушения вакуума. Потенциалы приблизительно $V_d = \pm 1500 \text{ в}$ и $V_a = 38\,000 \text{ в}$. $R_e = 50,8 \text{ см}$, $R_m = 40,6 \text{ см}$.

зированным реле должна обеспечить изменение ускоряющего напряжения V_a на ΔV_a так, чтобы

$$\frac{\Delta V_a}{V_a} = \frac{\Delta V_d}{V_d}. \quad (2)$$

Тогда разность масс дублета ΔM определяется по дисперсионной формуле

$$\frac{\Delta M}{M} = \frac{\Delta R}{R}. \quad (3)$$

Так как частота развертки обычно велика (например, 30 сек^{-1}), источники напряжения должны быть свободны от шумов, но длительная устойчивость не обязательна. В этих условиях идеальным источником являются батареи.

Разрешающая сила ограничивается требованием сравнительно больших ионных токов, так как частота развертки велика. В данном приборе разрешающая сила в пределе может достигнуть наибольшего значения 75 000, но чаще разрешающая сила меньше. Наименьшая разрешающая сила имеет значение 30 000. Такие разрешающие силы позволяют разделить основные ионы от ионов примесей почти во всех случаях.

Перед началом работы спектрометра и через определенные промежутки времени работы прибора измерялись контрольные дублеты O_2-S и C_2H_4-CO , причем в течение нескольких месяцев никаких заметных изменений разностей масс не обнаружено.

Для проверки линейности шкалы одна и та же разность масс определялась при разных массовых числах, например, по дублетам CH_4-O , C_2H_4-CO и $1/2 (C_3H_8-CO_2)$. В результате этих контрольных измерений были получены числа, отличающиеся друг от друга лишь в пределах погрешностей.

Дополнительной проверкой правильности результатов измерений являлись измерения трех разностей масс в триплете; алгебраическая сумма этих разностей должна быть равной нулю. Результаты таких измерений для трех триплетов при разных массовых числах, т. е. в разных частях шкалы, оказались удовлетворительными.

Последним и очень важным контрольным измерением было измерение массы атома при больших массовых числах. Это измерение было проделано один раз для $A=87$ как разность масс дублета $C_4H_8O_2-C_4H_7O_2$. Результат $-1,00816 \pm 0,00002$ а.е.м. с точностью до $1 : 50\,000$ согласуется с непосредственно измеренной массой $H-1,0081442 \pm 0,000002$, причем величина погрешности, в основном, определяется и точностью калибровки сопротивлений для этой части шкалы, и точностью измерения ΔR .

Новый метод регистраций пиков и измерения масс по отношениям сопротивлений оказался настолько удачным, что старый меньший масс-спектрометр Миннесотского университета был тоже реконструирован. Новые масс-спектрометры такого типа строятся сейчас в Японии в Университете в Осака, в ФРГ в Химическом институте Макса Планка в Майнце в США в Гарвардском университете и в Канаде в Мак-Мастеровском университете.

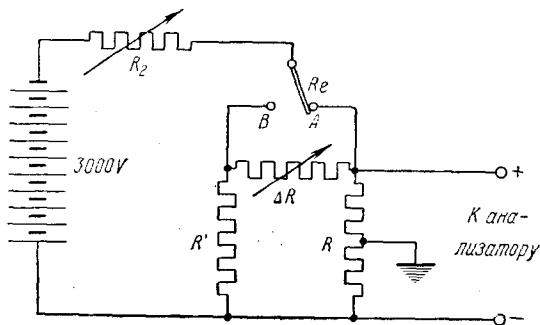


Рис. 2. Электрическая схема контура, с которого подается потенциал V_d на электростатический анализатор. R_2 —переменное неэталонное сопротивление, служащее для восстановления падения потенциала батареи. $R=R'=3\,371\,630 \pm 65$ ом — эталонное манганиновое сопротивление. ΔR —эталонное манганиновое сопротивление, которое можно изменять от 1 до 100 000 ом. Отношение $\Delta R/R$ может быть известно для любых значений с точностью до $1/50\,000$; R_e —быстро действующее реле с ртутными контактами. Эталонные сопротивления ΔR , R' и R заключены в термостат.

ЦИТИРОВАННАЯ ЛИТЕРАТУРА

1. Рик Г. Р., Масс-спектроскопия, Гостехиздат, 1953.
2. Демирханов Р., Гуткин Т., Дорохов В. и Руденко А., Атомная энергия № 2, 21 (1956).
3. Quisenberry K., Scolman T. and Nier A., Phys. Rev. 102, 1071 (1956).