

احمدی، افسانه^۱؛ ضیایی، احسان اله^۱؛ مزیدی، سیدحسین^۱؛ ولی زاده، جلال^۱

^۱پژوهشکده علوم هسته ای، پژوهشگاه علوم و فنون هسته ای

afahmadi@aeoi.org.ir

چکیده

با توجه به اهمیت آنالیز ایزوتوپی در علوم و تحقیقات هسته ای و نقش طیف سنج جرمی به عنوان یک دستگاه حساس و دقیق برای انجام این آنالیز، با اندازه گیری نسبت ایزوتوپی بور به شرح چگونگی کاربرد خلا در مراحل مختلف آزمایش پرداخته شد. پارامترهای موثر در اندازه گیریها نظیر مقدار نمونه، دمای فیلامانهای تبخیر و یونش و آهنگ افزایش دما مورد بررسی قرار گرفت و مقدار بهینه هر کدام تعیین گردید. اندازه گیریهای انجام شده نشان داد که با انتخاب مناسب این پارامترها می توان نسبت ایزوتوپی بور را با دقتی برابر 0.2 درصد و با قدرت تفکیکی حدود 400 با این طیف سنج اندازه گیری کرد.

Influence of Vacuum on Mass Spectrometer Function in Isotopic Analysis

Ahmadi, Afsaneh¹; Ziaei, Ehsanolah¹; Mazidi, Seied Hosein¹; Valizadeh, Jalal¹

¹Nuclear Science & Technology Research Institute – Nuclear Science Research School

Abstract

According to importance of isotopic analysis in nuclear sciences and technology, Mass spectrometer has a significant role in this field as a sensitive and precise instrument. Application of vacuum was explained by measurement of Boron isotopic ratio. The most effective parameters on measurements were investigated and optimized. Our measurements showed by choosing right parameters, it would be possible to measure B isotopes ratio with resolving power of 400 and precision of 0.2% with this mass spectrometer.

مقدمه

برای حرکت الکترونها و یونها و انجام یونش، خلأ (10⁻⁴-10⁻⁶Torr) در محفظه یونش الزامی است. به علاوه بعد از تولید یون ها در چشمه یونی از آنجائیکه یون ها به دلیل داشتن عمر کوتاه نمی توانند مدت زیادی پایدار باشند، برای انتقال و تفکیک آن ها در آنالیزور جرمی و نهایتاً رسیدن به سیستم کلکتور، وجود خلا فوق بالا (10⁻⁷-10⁻¹⁰Torr) ضروری است. در دستگاه طیف سنج جرمی از آنجائیکه امکان حصول خلأ فوق بالا توسط یک پمپ به تنهایی وجود ندارد از چند پمپ به عنوان

امروزه خلأ در پیشرفت صنایع الکترونیک، شیمیایی، پزشکی، دارو سازی، غذایی و متالورژی نقش عمده ای را ایفا می کند. از جمله کاربردهای مهم خلأ در دستگاههای آنالیز می باشد. طیف سنج جرمی از دستگاههای حساس و دقیق آنالیز است که در علوم و تحقیقات هسته ای برای اندازه گیری فراوانی نسبی ایزوتوپی از اهمیت ویژه ای بر خوردار است. این دستگاه بدون داشتن یک سیستم خلأ بالا و فوق بالا قادر به انجام آنالیز نخواهد بود زیرا

10 μ L از محلول محلول اسید بوریک و تترا بورات سدیم به غلظت 1 mg B/ml در مرکز فیلمان گذاشته شد و به وسیله Preparation heating unit موجود در آزمایشگاه، تحت جریان 1-2A در زمان 5min خشک شد تا یک لایه نازک و همگن روی فیلمان تشکیل گردد. کمتر از 1 μ g باعث عدم پایداری و شدت مناسب جریان یونی بود و مقدار بیشتر از 20 μ g آن، باعث فوران نمونه هنگام گرم شدن فیلمان می گردید [2,3]



شکل ۱: نمونه گذاری

طیف سنج جرمی مورد استفاده MAT-260 ساخت شرکت Finnigan با چشمه یونی حرارتی می باشد. آنالیزور آن، قطعه مغناطیسی از نوع تک کانونی Single focusing است که به وسیله تغییر میدان مغناطیسی می توان طیف جرمی نمونه مورد آنالیز را به دست آورد. زاویه قطاع 90° و شعاع انحناء 23cm است که بیم یونی تحت زاویه 26.5° به این قطاع وارد و از آن خارج می شود. شکاف خروجی از چشمه یونی 0.2mm و شکاف ورودی به دکتور 0.6mm است. برای جمع آوری یونهای عبور کرده از آنالیزور می توان از دکتور قیف فارادی یا تکثیر کننده الکترون استفاده نمود که برای تقویت جریان الکتریکی ایجاد شده به یک تقویت کننده با مقاومت 10¹¹ Ω مجهز شده است.

به منظور آنالیز نمونه، خلأ محفظه چشمه یونی و آنالیزور به ترتیب 10⁻⁷mbar و 10⁻⁸mbar بود. از آنجائیکه فراوانی طبیعی ایزوتوپ های بور 10B و 11B به ترتیب 19.9% و 80.1% است، [4,5] پیک پایه مربوط به ایزوتوپ با بیشترین فراوانی یعنی 11B می باشد با اعمال ولتاژ شتاب ثابت 10KV، با تنظیم میدان مغناطیسی در محدوده جرمی مورد نظر، دمای فیلمان یونش را تا مشاهده پیک مربوط به ایزوتوپ 11 به آرامی افزایش

سیستم خلأ استفاده می شود که عبارتند از: (۱) پمپ رتاری، به عنوان پمپ اولیه جهت پیش خلأ کردن و نگهداری فشار پایین لازم در خروجی پمپ توربو مولکولار (۲) پمپ توربو مولکولار، که دارای سرعت تخلیه زیاد 330 L/S و سرعت چرخش در حدود 24000rpm و فشار نهایی حدود 10⁻⁸ Torr می باشد. مزیت این پمپ بر انواع دیگر پمپ ها چون دیفیوژن نداشتن مسائل الکترواستاتیکی در اثر آلودگی های روغنی است. (۳) پمپ یونی، که دو پمپ یونی با سرعت تخلیه 20L/S محفظه آنالیزور جرمی را تحت خلأ (<3*10⁻⁹ Torr) نگه می دارند. لازم به ذکر است هر چه از فشار های کمتر (حداقل 10⁻⁵ Torr) پمپ شروع به کار کند، عمر مفید آن بیشتر می گردد زیرا تعداد یون هایی که به کاتد تیتانی برخورد می کنند، کمتر می شود. جریان یونی موجود بین آند و کاتد متناسب با فشار است. [1]

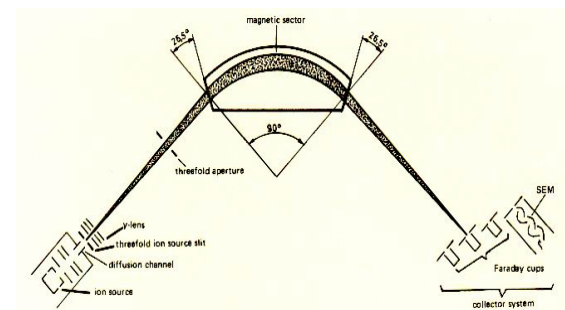
با توجه به اهمیت خلأ در عملکرد طیف سنج جرمی در این مقاله، امکان اندازه گیری نسبت ایزوتوپی بور با طیف سنج جرمی MAT-260، جهت افزایش دامنه کاربرد این دستگاه را مورد بررسی قرار دادیم. از آنجائیکه انرژی یونش بور بالاست (8.298 eV) و قابلیت کاربرد چشمه یونی حرارتی به عناصر با انرژی یونش پایین (6 eV) مانند لانتانیدها محدود می گردد، با بررسی پارامترهای موثر بر یونش حرارتی از جمله ترکیب شیمیایی نمونه و دمای فیلمانهای تبخیر و یونش با ایجاد شرایط مناسب، اندازه گیریهای فراوانی ایزوتوپی انجام شد. نتایج نشان داد که با انتخاب مناسب این پارامترها می توان نسبت ایزوتوپی بور را با دقتی برابر ۰.۲ درصد و با قدرت تفکیکی حدود ۴۰۰ با این اسپکترومتر اندازه گیری کرد.

روش کار

قبل از نمونه گذاری جهت به حداقل رساندن میزان پیک زمینه و نویز، ابتدا سطح فیلمانهای از جنس Re به ابعاد (0.04mm \times 9.5 \times 0.6) که قبلاً روی پایه های نگهدارنده جوش داده شده اند با اعمال جریان در حدود 4A تحت شرایط خلأ 10⁻⁶mbar در مدت 25min تمیز شدند. آنگاه توسط پیپت میکرولیتر در حدود

SCAN No.	$^{11}\text{B}/^{10}\text{B}$	% ^{11}B	% ^{10}B
1	4.21	80.79	19.21
2	4.08	80.31	19.69
3	4.07	80.28	19.72
4	4.05	80.20	19.80
5	4.08	80.31	19.69
6	4.04	80.43	19.57
7	4.11	80.28	19.72
8	4.01	80.04	19.96
9	4.09	80.36	19.64
10	4.05	80.20	19.80
MEAN VALUE		80.32±0.2	19.68±0.2

داده شد. سپس برای به دست آوردن جریان یونی پایدار با شدت کافی (100mv) فیلامان های یونش و تبخیر حرارت داده شدند. برای اندازه گیری متوسط نسبت ایزوتوپی و انحراف استاندارد نسبی با جاروب مغناطیسی در محدوده جرمی مربوطه، ده اسکن انجام گرفت.



شکل ۲: شمای طیف سنج جرمی

جدول ۱: فراوانی نسبی ایزوتوپ های نمونه طبیعی بور

مرجع ها

- [1] J.M. Lafferty; " *Foundations of vacuum science and technology* ", 1998
- [2] I.T. Platzner; " *Modern isotope ratio mass spectrometry* ", 1997
- [3] John R. de Laeter; " *Application of inorganic mass spectrometry* ", 2001
- [4] Edmond de Hoffmann and Vincent; " *Mass spectrometry principles and application* ", 2001
- [5] J.K. Aggarwal and M.R. Palmer, *Analyst*, 120,1301(1995)

بحث و نتیجه گیری

نتایج نشان داد برای آنالیز ایزوتوپی بور، دستگاه موجود با ایجاد شرایط خاص، دارای توانایی مناسب از نظر تغییر محدوده میدان مغناطیسی برای تفکیک جرمهای ایزوتوپیهای سبک 10-11 amu است. همچنین اگر قدرت تفکیک به صورت $M/(M-M').b/a$ تعریف شود، که در آن $M=11$ و $M'=10$ و b فاصله دو پیک، پهنای پیک مربوط به M (ایزوتوپ با بیشترین فراوانی) در 10% ارتفاع است، اندازه قدرت تفکیک برابر 400 می شود که نشان می دهد دو پیک مجاور به خوبی از یکدیگر تفکیک شده اند. به علاوه همانطور که در جدول ۱ نشان داده شده است، دقت نتایج در حدود 0.2% در فراوانی طبیعی ایزوتوپ های بور است. ذکر درصد فراوانی ضروریست زیرا دقت به فراوانی ایزوتوپی بستگی دارد) که در محدوده قابل قبول می باشد.