

HT-6 托卡马克装置上的质谱诊断*

张维德 陈佳驭 傅积闯

(中国科学院等离子体物理研究所)

用质谱方法研究受控实验中的杂质,已证明是一种有效的诊断手段。在 ST^[1], TFR^[2] 等托卡马克装置上都进行过大量的质谱测量,探测装置的真空特性、杂质运输以及放电过程的化学反应。在我所建造的 HT-6 托卡马克装置上,也进行了质谱研究。我们分析了轻杂质的种类和清洁手段的效果,提出了识别真空油脂和机械泵油污染的方法,并且测量了分子泵的返油。

一、实验条件和仪器

装置的真空系统见图 1。真空室及管道均由不锈钢制成,总容积约为 350 升,内表面积约为 4×10^4 厘米²。经去油、酸洗和电抛光处理,内表面呈镜面。极限真空为 1.7×10^{-7} 托。工作泵为抽口处装有液氮冷阱的 FW-140 型分子泵机组。超高真空部分使用 2 TL-500 型溅射离

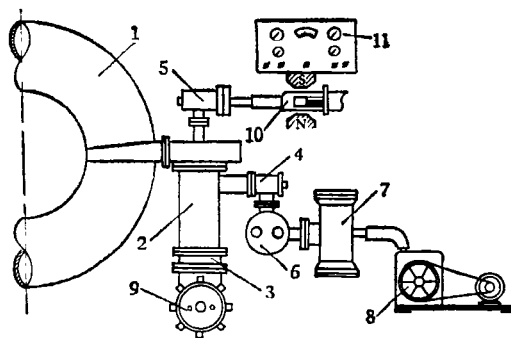


图1 装置的真空系统

1——真空室; 2——管道; 3, 4, 5——超高阀; 6——液氮阱; 7——分子泵; 8——机械泵; 9——钛泵组; 10——质谱管; 11——质谱计

子泵,诊断仪器为西德 LEYBOLD 公司产回旋质谱计。质谱管在实验前经过严格地烘烤处理,质量鉴别使用数字频率计(E 3241 型)。质量数与高频电场的频率有如下关系:

$$\nu \times M = 1533 \times B^{[3]}$$

(ν 为电场频率, B 为磁场强度, M 为质量数)。图谱记录用 X-Y 函数记录仪。

二、诊断结果与分析

1. 真空系统的烘烤实验

用烘烤来清洁真空系统是获得高真空的有效手段。该装置真空室经 80—100°C 的感应加热,管道及泵系统烘烤到 300°C,共烘烤 70 小时。

烘烤前系统剩余气体质谱图见图 2。根据质量数标定和化学分析的结果,将图 2 中对应的气体成分列于表 1 中。情况表明有机物污染严重。主要强峰系列是 29, 43, 57, 71, \dots $C_nH_{2n+1}^+$ 。由高分子断裂机制判断,这属链烷烃裂片。这不是来自机械泵油的污染,因为泵油的主要谱峰是 27, 41, 55, 69, \dots $C_nH_{2n-1}^+$, 属于链烯烃(见图 3), 因此我们认为这些有机污染主要来自不饱和度小的真空油脂。这为后面的实验所证实。

烘烤后的质谱表明质量数为 18, 43, 58 的谱峰明显下降,说明烘烤对除去丙酮和水是有效的。但当时发现图谱中有机污染仍很严重,后因在清除了质谱管附近法兰口残留的真空油

* 1978 年 11 月 17 日收到。

脂痕迹后,有机污染的程度才大大降低(见图4)。这也进一步证实了前述的判断。这说明烘

烤前系统主要污染是真空油脂。这为国产2号真空脂(上海炼油厂出品)提供了质谱图。

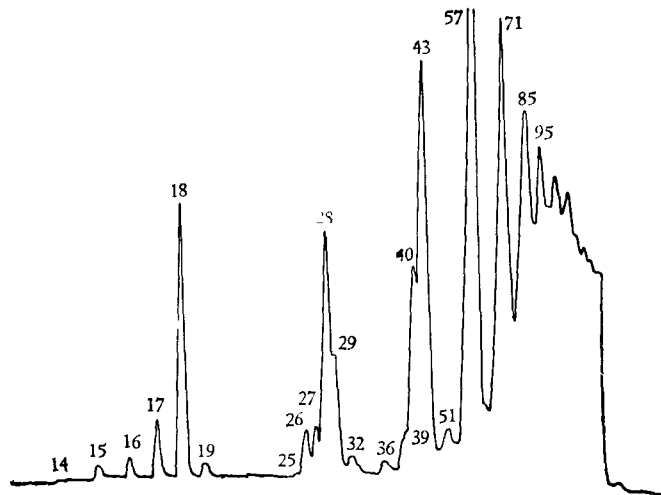


图2 烘烤前真空残气全谱
 $P_{总} = 5.5 \times 10^{-7}$ 托

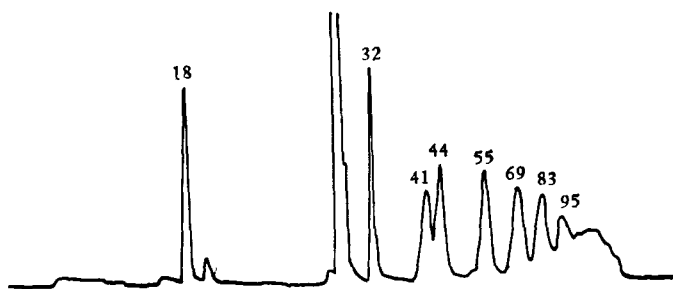


图3 分子泵返油效应质谱图
 $P_{总} = 2.5 \times 10^{-3}$ 托

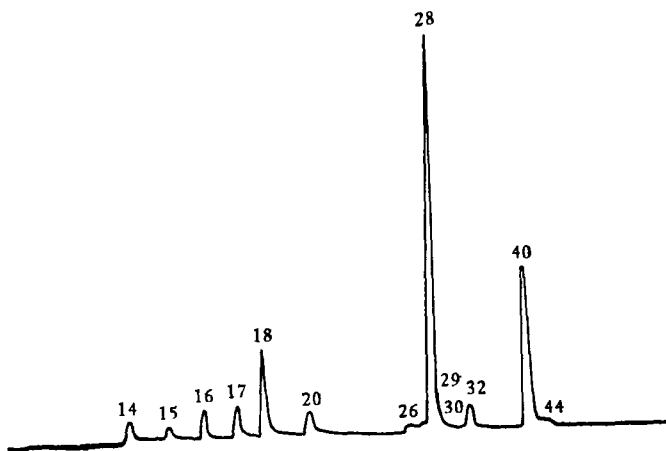
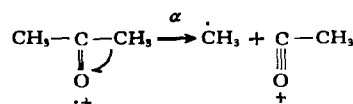


图4 烘烤全清除局部污染后质谱图
 $P_{总} = 6 \times 10^{-7}$ 托

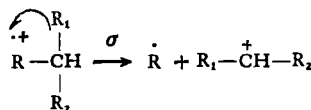
表1 烘烤前真空残气成分

气体	离子
甲烷	$^{16}\text{CH}_3^+$, $^{13}\text{CH}_3^+$, $^{14}\text{CH}_3^+$
水	$^{18}\text{H}_2\text{O}^+$, $^{17}\text{OH}^+$, $^{19}\text{H}_3\text{O}^+$
氮	$^{28}\text{N}_2^+$, $^{14}\text{N}^+$ 或 $^{14}\text{N}_2^{++}$
二氧化碳	$^{44}\text{CO}_2^+$, $^{28}\text{CO}^+$, $^{16}\text{O}^+$
一氧化碳	$^{28}\text{CO}^+$, $^{16}\text{O}^+$
氢	$^2\text{H}_2^+$
氧	$^{32}\text{O}_2^+$, $^{16}\text{O}^+$
乙烯	$^{28}\text{C}_2\text{H}_4^+$, $^{26}\text{C}_2\text{H}_2^+$, $^{27}\text{C}_2\text{H}_3^+$
氩	$^{40}\text{Ar}^+$, $^{20}\text{Ar}^+$
丙酮 ¹⁾	$^{58}\text{C}_3\text{H}_6\text{O}^+$, $^{43}\text{C}_2\text{H}_3\text{O}^+$, $^{15}\text{CH}_3^+$
链烷烃 ²⁾	29, 43, 57, 71, ... $\text{C}_n\text{H}_{2n+1}^+$
链烯烃 ³⁾	27, 41, 55, 69, ... $\text{C}_n\text{H}_{2n-1}^+$

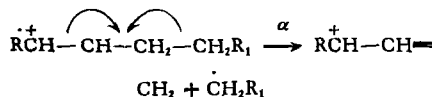
1) 丙酮的断裂机制: (属 α 断裂机制)^[4]



2) 链烷烃的断裂机制: (属 σ 断裂机制)^[4]



3) 链烯烃的断裂机制: (属 α 断裂机制)^[4]



2. 辉光放电清洁处理实验

用辉光放电的方法清洁真空室,虽是电真空常用方法,但从见到的报道来看,使用者甚少,只见到日本一例^[5]。为弄清原因,在HT-6装置上进行了辉光放电清洗效果鉴定。

放电在真空室与插入其内的钨针间进行,放电电流为DC 5 A。充入等效氮压强 5×10^{-1} 托左右的氢气。用机械泵排气并加液氮冷阱挡油。放电时间5小时。

从放电后剩余气体质谱来看,油裂解离子主要是27, 41, 55, 69, 83... $\text{C}_n\text{H}_{2n-1}^+$ 。这表明主要是机械泵油污

染。放电后水分压增高(由 2.8×10^{-7} 托增至 1.1×10^{-6} 托), 氧分压降低了 8.1×10^{-8} 托。这就说明, 放电时充入的氢与由器壁解吸或漏入的氧进行化合形成水。甲烷的分压不因辉光放电而有明显的变化。油分压增高 7.2×10^{-7} 托。

油成分和水的增加告诉我们, 要使辉光放电有较好的效果, 应解决下面几个问题: (1) 辉光放电时应解决析出的气体及时排出, 新的工作气体不断充入更新; (2) 在 10^{-1} 托气压下, 抽气系统不应返油; (3) 装置上透明窗口应加保护, 否则, 金属溅射物会降低窗口透明度。

3. 脉冲清洗的质谱分析

大电流脉冲锻炼放电, 是托卡马克装置普遍使用的清洁手段, HT-6 装置也采用了。放电条件是: 纵场 = 1.5 千高斯, 环电流 = 20 千安培, 初始压强 = 5×10^{-4} 托(等效氮压强)氢气。放电时采用分子泵加冷阱系统排气。

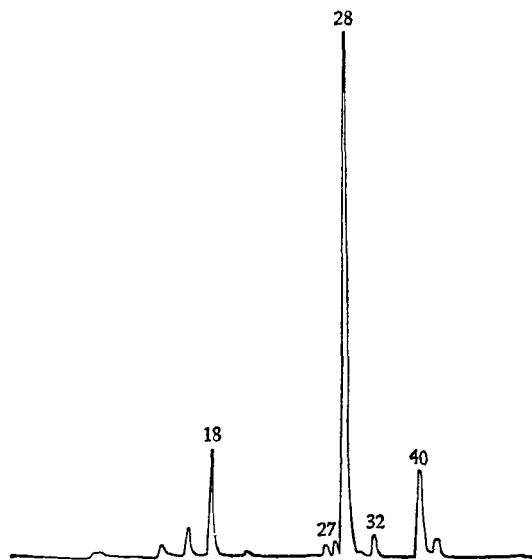


图5 脉冲放电清洗后质谱图
 $P_{总} = 7.0 \times 10^{-7}$ 托

放电前的质谱表明: 油分压为 8.0×10^{-7} 托, 经过 1000 次放电之后(见图 5), 其分压降至 2.0×10^{-7} 托。放电 2200 次后水分压增高 1×10^{-6} 托, 氧分压降低 7.4×10^{-8} 托, 甲烷未变。这样的放电经 5500 次后清洁状况有改善, 但仍可观察到油峰。看来运行的条件还有待改进。

4. 分子泵返油情况测定

为判断油蒸气的来源, 在分子泵运转中停止使用冷阱 1 小时, 这时的质谱结果表明, 机械泵油蒸气分压达 1.4×10^{-5} 托(此时全压强为 2.5×10^{-5} 托)。实验表明 FW-140 型的分子泵返油现象严重, 没有严格的挡油措施是不能在托卡马克装置上使用的。

三、小 结

1. 获得了真空油脂(2号)的回旋质谱图。
2. 提出了在谱图中识别真空脂与机械泵油污染的方法, 图谱中分析裂片离子系列的方法。混合物中峰强以 $C_nH_{2n+1}^+$ 为主, 则真空脂污染为主, 如 $C_nH_{2n-1}^+$ 为主, 则以机械泵油为主。
3. 比较了烘烤、辉光放电、脉冲放电清洗的效果, 提出了辉光放电清洁用于托卡马克装置上需具备的条件。
4. 鉴定了 FW-140 分子泵机组的返油。

参 考 文 献

- [1] S. Vongeler, *Nucl. Fusion*, 15(1975), 301.
- [2] T. F. R. Group, *Proceeding of International Symposium of Plasma Wall Interaction*, (1976), 457.
- [3] Shortened from *Directions for Use of the Omegaatron Control Unit*, Leybold-Heraeus, (Germany), 1968.
- [4] F. W. McLafferty, *Interpretation of Mass Spectra* (Second Edition), W. A. Benjamin Inc. London, 1973.
- [5] A. Sasaki, T. Obik, *Nucl. Fusion*, 14-2 (1974), 287.