

Масс-спектрометр МИ1321 для изотопного анализа газов и твердых веществ. Гудкова И. В., Исаков Ю. А., Манойлов В. В., Пронин В. И., Рутгайзер Ю. С., Соколов Б. Н., Фуксман Б. Е. — В кн.: Научное приборостроение. Теоретические и экспериментальные исследования. Л.: Наука, 1984, с. 83—87.

Описан масс-спектрометр МИ1321 для изотопного анализа газов, паров легколетучих жидкостей и твердых веществ, разработанный на базе масс-спектрометра МИ1320. Переход от анализа газов и паров к анализу твердых веществ и наоборот, связанный с заменой источника ионов, осуществляется быстро, в течение одной рабочей смены. Приведены и иллюстрированы масс-спектрами и таблицами данные о разрешающей способности прибора, форме пика масс-спектра, изотопической чувствительности. Показаны возможности прибора при анализе проб урана 10^{-7} и 10^{-6} г. Лит. — 6 назв., ил. — 6, табл. — 3.

МАСС-СПЕКТРОМЕТР МИ1321 ДЛЯ ИЗОТОПНОГО АНАЛИЗА ГАЗОВ И ТВЕРДЫХ ВЕЩЕСТВ

Специальным конструкторским бюро аналитического приборостроения НТО АН СССР в 1975 г. был разработан масс-спектрометр МИ1320 [1], выпускающийся в двух исполнениях: для изотопного анализа газов и для изотопного анализа твердых веществ. Практика отдельных лабораторий показала, однако, что в ряде случаев, когда исследователь анализирует большие массивы

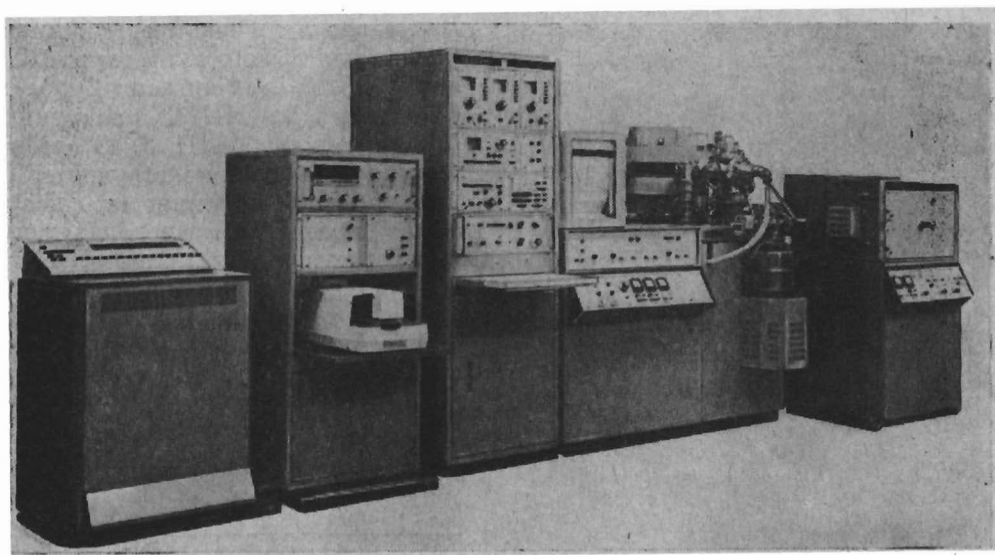


Рис. 1. Общий вид масс-спектрометра МИ1321.

Слева направо: 1 — спектроаналитический вычислитель РОСА-1; 2 — стойка регистрации; 3 — стойка управления и контроля; 4 — стойка масс-анализатора; 5 — стойка ввода газовых проб.

разнородных образцов, необходим универсальный масс-спектрометр, близкий по своим параметрам масс-спектрометру МИ1320, в котором была бы предусмотрена возможность быстрого, в течение одной рабочей смены, перехода от анализа газов к анализу твердых веществ и наоборот. В 1978 г. на базе масс-спектрометра МИ1320 был разработан масс-спектрометр МИ1321 (рис. 1), отвечающий этим требованиям и вместе с тем обладающий более высокими значениями максимальной разрешающей способности и изотопической чувствительности (табл. 1).

Таблица 1

Технические характеристики масс-спектрометров
МИ1320 и МИ1321 (по техническим условиям)

Характеристики	МИ1320	МИ1321	
		с источником ИЭ-28	с источником ИТ-04
Максимальная разрешающая способность	2000	6000	2000
Изотопическая чувствительность	$1 \cdot 10^{-5}$	$2 \cdot 10^{-6}$	$5 \cdot 10^{-6}$

Отличие разработанного масс-спектрометра МИ1321 от масс-спектрометра МИ1320 состоит в следующем:

1) наличие в составе одного прибора двух сменных источников ионов — ИЭ-26 (газового) и ИТ-04 (трехленточного);

2) квадрупольно-октупольная система (КОС) заменена более простой и эффективной системой формирования ионного пучка;

3) более надежная и простая система шлюзования трехленточных блоков в источнике ИТ-04;

4) усовершенствованная конструкция камеры для тренировки сменных трехленточных блоков и блока ее питания;

5) усовершенствованная система прогрева вакуумной системы, выполненная на базе универсального гибкого нагревательного элемента.

Спектроаналитический вычислитель РОСА-1 с математическим и программным обеспечением, стойки 2, 3 и 5 заимствованы из масс-спектрометра МИ1320.

Стойка 4 (рис. 2) разработана заново. В нее входят: вновь разработанная камера для тренировки сменных блоков (КТБ) 1, блок питания 2 и заимствованный из МИ1320 вакуумный откачной пост ВОП1 3. В существенно упрощенной конструкции КТБ предусмотрена возможность одновременной тренировки одного, двух или трех трехленточных блоков. В камере старой конструкции тренировать три трехленточных блока можно было только последовательно, что снижало производительность работы.

Прибор с газовым источником ионов ИЭ-26, разработанный М. С. Ко-

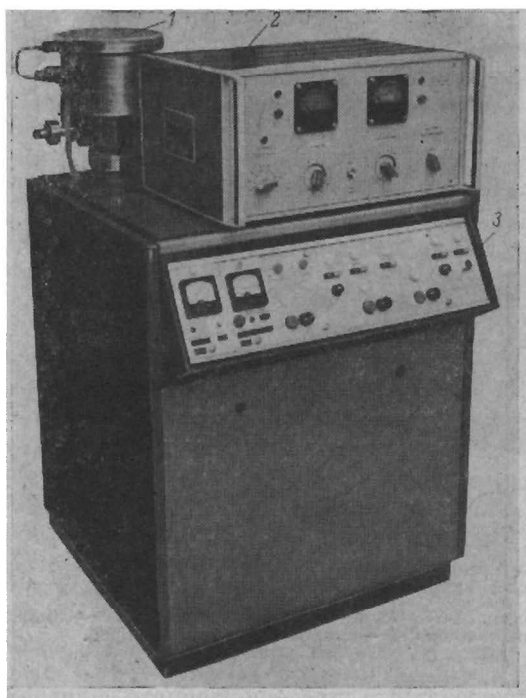


Рис. 2. Стойка тренировки сменных трехленточных блоков.

1 — камера для тренировки сменных блоков (КТБ); 2 — блок питания; 3 — вакуумный откачной пост (ВОП1).

маровым и Е. М. Клепковым, обеспечивает максимальную разрешающую способность порядка 8000 (рис. 3). Высокая разрешающая способность, получаемая с этим источником ионов, объясняется малым значением угла расходимости ионного пучка по горизонтали (около 1°); возникающая при этом сферическая абберрация мала. Угол расходимости ионного пучка в источнике ионов ИТ-04 существенно больше (около 5°), поэтому не удается получить разрешающую способность с ним более 2000—2500.

Форма пика ^{238}U (рис. 4), зарегистрированная самописцем масс-спектрометра при разрешающей способности 400 показывает, что протяженность плоской части вершины пика a составляет около 60 % протяженности основания b , что очень существенно для получения хорошей сходимости показаний прибора при дискретной развертке магнитного поля [2]. При регистрации пиков Хе была получена величина отношения a/b порядка 80 %; для масс-спектрометра МИ1320 с системой КОС та же величина составляет всего 30 % [3].

Изотопическая чувствительность масс-спектрометра определялась по масс-спектрам аргона (ГОСТ 10157—73) и естественного урана. Эта важная характеристика изотопного масс-спектрометра определялась как отношение интенсивности ионного тока ΔI вблизи интенсивной линии масс-спектра к интенсивности ионного тока I этой линии. На масс-спектре аргона (рис. 5) величина ΔI_{40} определялась вблизи массового числа 39,5, а на масс-спектре урана (рис. 6) величина ΔI определена на массе 237. Величины ионного тока I_{40} и I_{233} определялись

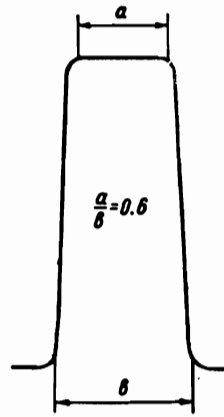
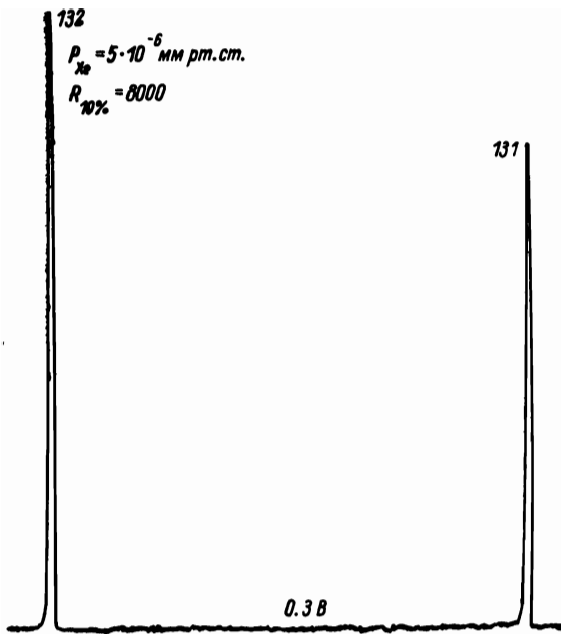


Рис. 4. Пик линии ^{238}U масс-спектра урана.

←

Рис. 3. Масс-спектр ксенона, иллюстрирующий высокую разрешающую способность прибора с источником ИЭ-26.

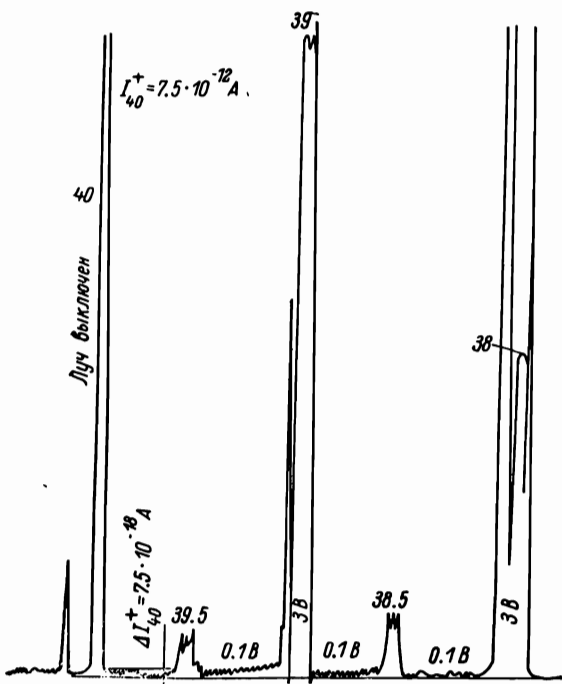


Рис. 5. Масс-спектр аргона, иллюстрирующий изотопическую чувствительность прибора при использовании источника ионов ИЭ-26.

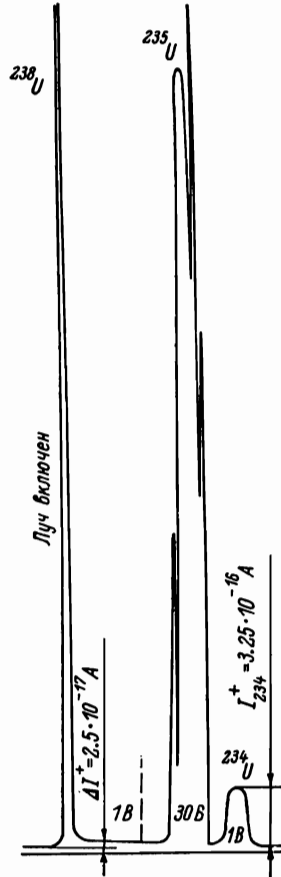


Рис. 6. Масс-спектр урана, характеризующий изотопическую чувствительность прибора при использовании источника ионов ИТ-04.

путем измерения величин ионных токов линий 38 и 234, которые затем умножались на табличное значение коэффициентов распространенности соответствующих изотопов.

Значение изотопической чувствительности прибора при использовании источника ионов ИЭ-26 выше (10^{-6}), чем при использовании источника ионов ИТ-04 ($2 \cdot 10^{-6}$). Это также определяется величинами углов расходимости ионного пучка по горизонтали: при использовании источника ионов ИЭ-26 рассеяние ионов в процессе дрейфа в масс-анализаторе происходит в пределах меньшего угла [4].

Из рис. 3, 5 и 6 видно, что фактически полученные значения характеристик прибора заметно превышают значения, приводимые в технических условиях (табл. 1).

Необходимо отметить, что настройка масс-спектрометра МИ1321 максимально упрощена и относительно легко воспроизводится, поэтому характеристики прибора в течение длительного времени стабильны. Возможности прибора характеризуют опыты, проводившиеся экспресс-методом, т. е. без специальной подготовки прибора и отработки специальной методики, по измерению изотопного состава малых (порядка 10^{-7} г) проб урана (табл. 2) и отношения $^{235}\text{U}/^{238}\text{U}$ проб естественного урана порядка 10^{-4} г (табл. 3).

Т а б л и ц а 2
Результаты измерения изотопного состава малых проб урана

№ образца	Массовое число	Содержание изотопов, %	Сходимость показаний, %	Ионный ток основного изотопа, А	Концентрация раствора пробы, г/см ³
1	234	1.064	0.3	$1 \cdot 10^{-12}$	$4 \cdot 10^{-4}$
	235	89.532	0.01		
	236	0.286	2.7		
	238	9.115	0.11		
2	234	2.59	0.3	$8 \cdot 10^{-13}$	$4 \cdot 10^{-4}$
	235	88.563	0.02		
	236	0.227	4.5		
	238	9.950	0.15		
3	234	0.048	7.4	$4 \cdot 10^{-12}$	$5 \cdot 10^{-4}$
	235	9.743	0.22		
	236	0.024	45		
	238	90.184	0.03		
4	234	0.048	13	$4 \cdot 10^{-12}$	$6 \cdot 10^{-4}$
	235	9.707	0.17		
	236	0.034	45		
	238	90.210	0.03		

Т а б л и ц а 3

Характеристики точности измерения отношения $^{235}\text{U}/^{238}\text{U}$ проб естественного урана

Характеристика	Численное значение, %	Ионный ток основного изотопа, А	Концентрация раствора пробы, г/см ³
Сходимость показаний масс-спектрометра (СКО в пределах одного опыта по 12 масс-спектрам)	0.15	} $2 \cdot 10^{-11}$	$1 \cdot 10^{-1}$
Воспроизводимость результатов измерений (СКО в пределах серии из 6 опытов)	0.10		

Из приведенных выше данных следует, что разработанный прибор не уступает по своим техническим характеристикам соответствующим приборам ведущих капиталистических фирм [5, 6].

Опыт показал, что масс-спектрометр МИ1321 вполне соответствует назначению, надежен и удобен в работе, достаточно высокопроизводителен, а его технические характеристики стабильно воспроизводятся в течение трех лет, прошедших с начала его эксплуатации.

ЛИТЕРАТУРА

1. Масс-спектрометр МИ1320. Техническое описание и инструкция по эксплуатации 1ГЗ.394.005 ТО.
2. *Wasserburg G. J., Papanastassiou D. A., Neuhand E. V., Bauman C. A.* — RSI, 1969, v. 40, N 2, p. 288.
3. *Галль Р. Н., Леднев В. А., Соколов Б. Н., Холодов А. И.* — Научные приборы СЭВ, 1978, № 17, с. 7.
4. *Menat M.* — Can. J. Phys., 1964, v. 42 (1).
5. Масс-спектрометр ТН-5: Проспект фирмы «Вариан МАТ» (ФРГ).
6. Масс-спектрометр МИ1201: Проспект фирмы «Микромасс» (Англия).