

УДК 621.384.668.8

© Д. Н. Кузьмин, Ж. А. Савина, М. Н. Кузьмин, А. В. Сапрыгин, В. А. Калашников, А. Б. Малеев, Д. В. Новиков, С. И. Швецов, Л. Н. Галль, М. В. Сведенцов, А. Д. Андреева

## СПЕЦИАЛИЗИРОВАННЫЙ МАСС-СПЕКТРОМЕТР МТИ-350ГС ДЛЯ ТЕХНОЛОГИЧЕСКОГО КОНТРОЛЯ СУБЛИМАТНОГО ПРОИЗВОДСТВА ГЕКСАФТОРИДА УРАНА. Ч. 2. ОСНОВНЫЕ ОСОБЕННОСТИ КОНСТРУКЦИИ МТИ-350ГС

Описаны особенности конструкции магнитного секторного масс-спектрометра для газового анализа с масс-анализатором на постоянном магните, источником ионов с электронным ударом и пятиколлекторным приемником ионов.

*Кл. сл.:* сублиматное производство гексафторида урана, магнитный статический масс-спектрометр, постоянный магнит, источник ионов с электронным ударом, пятиколлекторный приемник ионов

### ВВЕДЕНИЕ

Специализированный масс-спектрометр МТИ-350ГС предназначен для работы в составе автоматизированной системы управления реакторами сублиматного производства ядерно-топливного цикла. Прибор является основным источником информации о количественном составе отходящих газов, содержащих как продукт — гексафторид урана  $UF_6$ , так и сопровождающие газы, из которых обязательно измерению подлежат фтор ( $F_2$ ), кислород ( $O_2$ ), фторид водорода ( $HF$ ), азот ( $N_2$ ) и аргон ( $Ar$ ). При этом измерения состава компонент смеси технологических газов проводят в различных рабочих точках системы. Для выполнения поставленной задачи масс-спектрометр МТИ-350ГС должен не только поставлять необходимую для АСУТП количественную информацию, но и отвечать требованиям высокой надежности

в условиях непрерывного анализа смеси агрессивных газов. Все это налагает особые требования на используемые материалы и конструкцию наиболее ответственных узлов вакуумно-аналитической системы масс-спектрометра. Не менее важна стабильность и надежность электронной системы питания и управления масс-спектрометром, а обработка получаемой информации должна быть максимально оперативна. Общий вид масс-спектрометра МТИ-350ГС приведен на рис. 1.

Экспериментальные результаты, полученные на этапе приемно-сдаточных испытаний масс-спектрометра МТИ-350ГС показали, что ионно-оптические решения, описанные в части 1 этой статьи [1], и их конструктивное воплощение полностью соответствуют поставленной задаче. Далее будут кратко описаны основные технические решения, реализованные в процессе разработки масс-спектрометра.

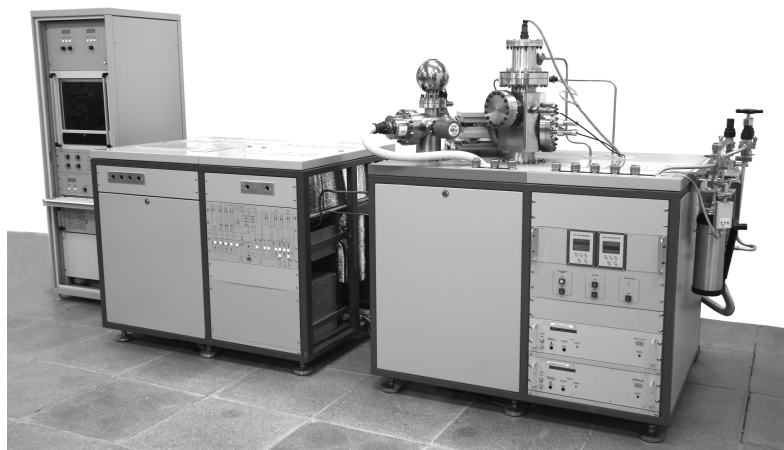


Рис. 1. Масс-спектрометр МТИ-350ГС

### КОНСТРУКТИВНЫЕ ОСОБЕННОСТИ АНАЛИТИЧЕСКОЙ ЧАСТИ ПРИБОРА

Общая схема вакуумно-аналитической системы масс-спектрометра МТИ-350ГС приведена на рис. 2.

Источник ионов, приемники ионов, камера анализатора посредством элементов вакуумных коммуникаций объединены в вакуумную систему, оснащенную средствами откачки. Герметичность вакуумных стыков обеспечивается фланцевыми соединениями типа Conflat и ISO. Быстроразъемные фланцевые соединения ISO использованы для установки шибера Ду40 между камерой источника ионов и камерой анализатора. Условия эксплуатации и назначение масс-спектрометра требуют обеспечения оперативной замены источника ионов с последующим быстрым выходом на рабочий вакуум. Чтобы обеспечить быструю откачку вакуумной системы до рабочего давления, камера источника ионов отделена от остального вакуумного объема прибора с помощью двух шиберных клапанов. Первый из них установлен между источником ионов и масс-анализатором, второй расположен между камерой источника ионов и высоковакуумным насосом. Очень важным вопросом

обеспечения работоспособности прибора является время замены источника ионов. Для минимизации этого времени в конструкции аналитической стойки предусмотрены вакуумные "гнезда", в которых расположены два запасных источника ионов, находящихся в горячем резерве, т. е. в рабочей среде в условиях среднего вакуума и постоянно готовые к работе. Быстрота смены источника обеспечивается использованием двух шиберов для отсечения камеры источника от магниторазрядного насоса и камеры анализатора.

Для сбора гексафторида урана и уменьшения его выхода в систему откачки, а также для снижения давления в области источника ионов к камере анализатора подсоединена ловушка, охлаждаемая жидким азотом. Конструктивно вымораживающая ловушка состоит из корпуса с соединительным фланцем, емкости для жидкого азота и вымораживающего пальца. При работе вымораживающий палец ловушки должен всегда охлаждаться жидким азотом, для чего необходимо поддерживать достаточный уровень жидкого азота в емкости. Конструкция ловушки обеспечивает минимальную скорость испарения жидкого азота, благодаря чему заливку ловушки азотом проводят один раз в сутки.

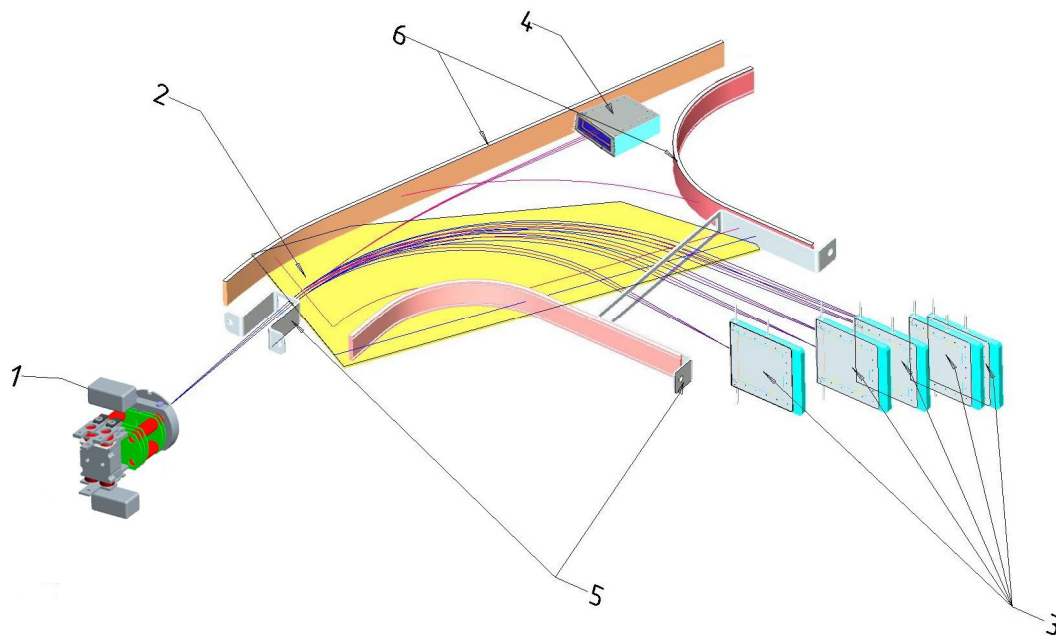
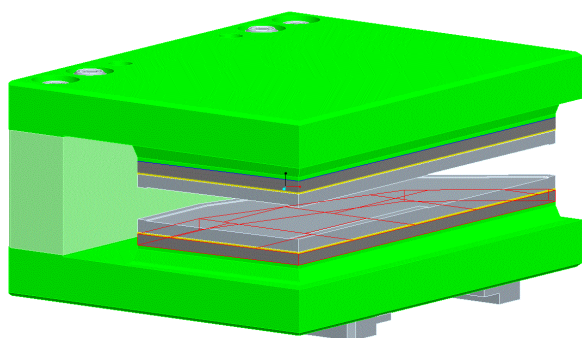


Рис. 2. Общий вид вакуумно-аналитической системы масс-спектрометра МТИ-350ГС.

1 — источник ионов; 2 — полюсный наконечник полеобразующего постоянного магнита; 3 — блок коллекторов легких масс; 4 — коллектор тяжелой компоненты; 5 — входная и выходная диафрагмы масс-анализатора; 6 — камера масс-анализатора (без крышек)

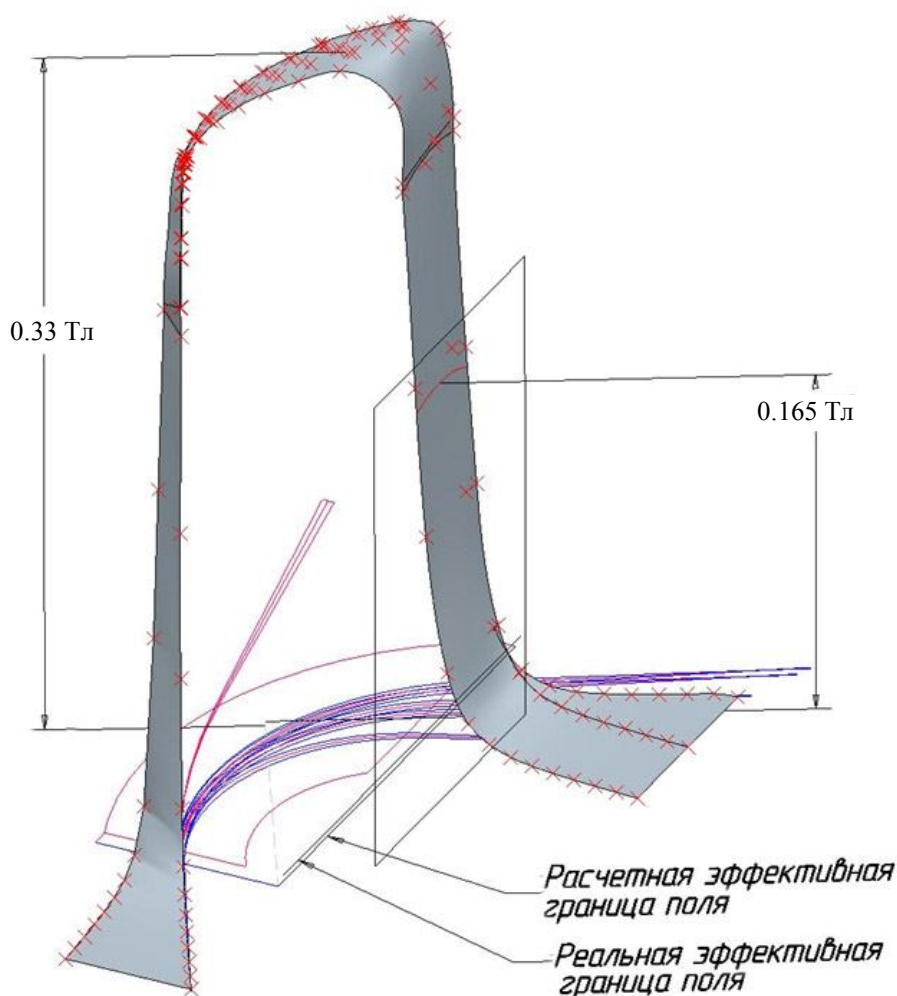
### ПОЛЕОБРАЗУЮЩИЙ МАГНИТ МАСС-АНАЛИЗАТОРА МАСС-СПЕКТРОМЕТРА МТИ-350ГС

В масс-спектрометре МТИ-350ГС магнитное поле масс-анализатора формируется постоянным магнитом. Внешний вид магнита представлен на



**Рис. 3.** Полеобразующий магнит масс-анализатора МТИ-350ГС

рис. 3. Магнит имеет разборную конструкцию и состоит из ярма, двух полюсных наконечников и двух магнитоактивных вкладышей из сплава Nd-Fe-B. Полюсные наконечники и вкладыши соответствуют ионно-оптической схеме масс-анализатора, показанной на рис. 1. Зазор между полюсными наконечниками равен 18 мм, при этом в зазоре обеспечивается магнитная индукция не менее 0.36 Тл. Для уменьшения потерь на рассеянное магнитное поле по внешнему и внутреннему контурам полюсных наконечников выполнены приливы высотой 2 мм, что позволяет также получить высокую однородность магнитного поля в зазоре магнита на максимальной площади полюсных наконечников. Верхняя и нижняя плиты ярма соединяются с массивной задней стенкой. На нижней плите ярма закреплены направляющие для установки магнита на механизм перемещения, который позволяет установить его в оптимальное положение в процессе сборки и юстировки масс-спектрометра, а также служит для его перемещения на край плиты аналитической стойки при прогреве камеры анализатора.



**Рис. 4.** Распределение магнитного поля по центральной ионной траектории в магните масс-спектрометра МТИ-350ГС

При конструировании магнита на основании аналитического описания краевого (рассеянного) поля было принято, что эффективная граница магнитного поля расположена на расстоянии 10.8 мм от края полюсного наконечника. После изготовления магнита для уточнения этого расстояния и выяснения достигнутой однородности основного магнитного поля было проведено измерение его распределения как внутри зазора, так и краевых полей на входе и на выходе магнита. Для измерения использовалось координатное устройство с датчиком Холла. Краевые поля измерялись по нормали к границе магнита по железу. Распределение магнитного поля в полеобразующем магните и его краевых полей на входе и выходе ионного пучка показано на рис. 4.

На рисунке крестами обозначены точки замера напряженности магнита, по которым затем была построена трехмерная поверхность, иллюстрирующая распределение магнитного поля в средней плоскости рабочей области полюсных наконечников. Ось  $X$  есть траектория центрального луча (массы 32), по оси  $Z$  откладывалась величина напряженности поля в точке измерения. Измерения показали, что однородность магнитного поля в области прохождения пучка ионов не хуже чем  $10^{-4}$ , что с большим запасом достаточно для обеспечения требуемой разрешающей способности. Интегрированием полученного распределения определялась ширина прямоугольника, в котором рассеянное поле создало бы магнитный поток с амплитудой, равной основному магнитному полю, и эта ширина в приближении прямоугольной модели определяет положение эффективной границы магнитного поля по отношению к точке начала интегрирования. Измерения показали, что для данной конструкции первоначально заложенное и измеренное положение эффективной границы магнита оказались достаточно близки. По полученным интегралам входного и выходного краевых магнитных полей было скорректировано положение коллекторов приемника ионов. Интересно также отметить, что, как следует из рис. 4, протяженность краевого магнитного поля у магнита масс-спектрометра МТИ-350ГС существенно меньше, чем у электромагнитов с аналогичным магнитным зазором.

### ИСТОЧНИК ИОНОВ

Источник ионов масс-спектрометра предназначен для ионизации молекул газов методом электронного удара и для формирования направленного ионного пучка с требуемыми характеристиками. Фотография источника ионов приведена на рис. 5. Основными составными частями источника

ионов являются: фланец с цоколем; ионизационная камера, катодный блок; коллекторный блок; блок электродов, магнитная фокусирующая система.

Ионно-оптическая система источника ионов крепится к массивному крепежному фланцу источника при помощи металлических стоек. Фланец источника жестко соединен с кольцом, которое подпружинено по отношению к фланцу цоколя источника пружиной. Такая конструкция дает возможность наклонять источник с ионно-оптической системой на небольшой угол по отношению к фланцу цоколя и перемещать его вдоль траектории движения ионов, а при помощи штифта-ловителя строго позиционировать положение источника, устанавливая выходную щель источника ионов в расчетное положение в соответствии с ионно-оптической схемой масс-спектрометра. Электрические выводы источника ионов выполнены в виде высоковакуумных гермовводов, сваренных во фланец источника. Для их защиты от механических нагрузок установлен дополнительный

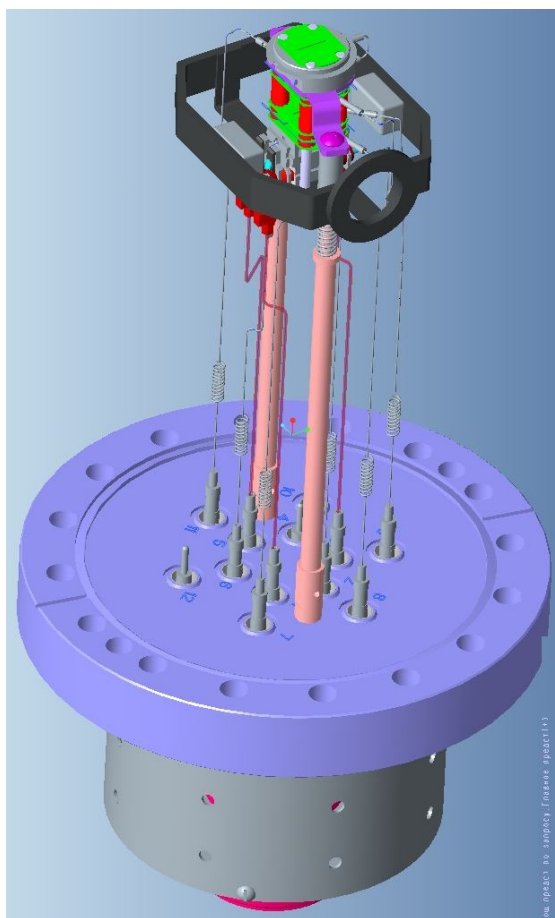


Рис. 5. Источник ионов

цоколь, на котором смонтирован 17-контактный электрический разъем. Такое решение за счет уменьшения механических воздействий при отключении и подключении питающего кабеля источника ионов увеличивает срок службы гермовводов.

На крепежном фланце источника ионов закреплены сапфировые траверсы, на которые последовательно надеваются элементы ионно-оптической системы: выходная щель источника, блок электродов и ионизационная камера. Расстояние между элементами ионной оптики устанавливается с помощью дистанционных изолирующих шайб. Ионизационная камера источника ионов (открытого типа) является базой для установки электронно-оптической системы ионизирующих электронов, а именно катодного и коллекторного блоков. Катодный блок представляет собой конструкцию на основе керамической платы, на которой на вводах установлен накаливаемый катод из вольфрамовой проволоки. Эмиттируемые катодом электроны ускоряются разностью потенциалов между катодом и стенкой ионизационной камеры (анодом) и дополнительно фокусируются электродом Венельта. Энергия электронов может регулироваться в диапазоне от 60 до 150 эВ. Коллектор электронов установлен за выходной стенкой ионизационной камеры и представляет собой плоскую пластину, установленную на керамическом основании. На коллектор подается положительный потенциал относительно ионизационной камеры, регулируемый в пределах от 100 до 300 В. Электронная система обеспечивает ток ионизирующих электронов не менее 200 мкА с эффективностью в ионизационной камере не ниже 75 %.

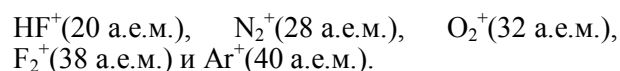
Для дополнительной фокусировки электронного луча и стабилизации его положения в ионизационной камере используется магнитная фокусирующая система, расположенная в вакууме в непосредственной близости от ионизационной камеры. Магнитная система формирует поле напряженностью 80 Э, достаточное для стабилизации электронного пучка. Диполи магнитов, входящих в фокусирующую систему, соединены магнитопроводом из никеля и для защиты от агрессивной среды покрыты слоем никеля методом напыления. Для уменьшения нагрева диполь магнита отодвинут от катодной сборки на 5 мм.

Важным элементом источника ионов является устройство ввода анализируемого газа в ионизационную камеру. В масс-спектрометре МТИ-350ГС использован прямой напуск пробы. Узел ввода пробы смонтирован на отдельном фланце. Он выполнен из лейкосапфировой трубки, фиксирующейся с помощью фторопластовой трубочки на байонетном механизме перемещения. Внутри лейкосапфировой трубки устанавливается формирователь потока газа длиной 10 мм с фиксацией

с помощью распорной пружины. В данной конструкции металлическая трубка механизма перемещения, находящаяся под нулевым потенциалом, отодвинута от ионизационной камеры на 16 мм и не искажает форму электрического потенциала внутри камеры, что важно, поскольку в источнике ионов МТИ-350 использована ионизационная камера открытого типа.

## ПРИЕМНИКИ ИОНОВ

Многоколлекторный приемник ионов легких масс предназначен для одновременной и независимой регистрации ионных токов пяти компонент анализируемой смеси:



В состав приемника ионов входят следующие узлы:

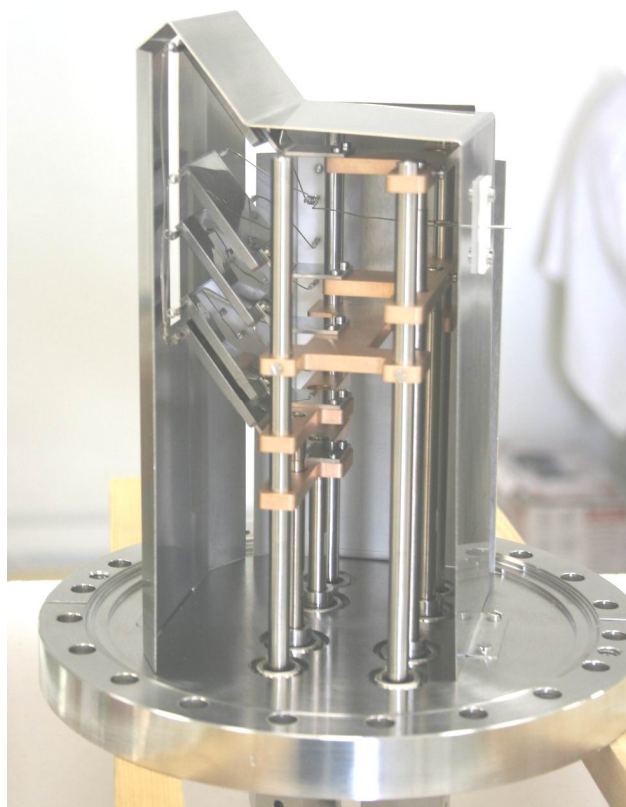
- корпус с фланцами, обеспечивающими вакуумную изоляцию и подсоединение к магнитоэлектрическому насосу и камере анализатора;
- электрометрическая головка;
- коллекторы, служащие для приема ионного тока, и система их позиционирования.

Общий вид коллекторов приемника ионов легких масс, смонтированных на системе позиционирования, приведен на рис. 6.

Камера приемника ионов соединяется с камерой анализатора фланцевым соединением типа Conflat с металлическим уплотнением. В нижней части камеры находится фланец для установки магнитоэлектрического насоса.

В приемнике предусмотрена одновременная и независимая регистрация ионных токов пяти компонентов газовой смеси на отдельные коллекторы. Во время юстировки прибора положение центрального коллектора, закрепленного неподвижно, принимается за точку отсчета и фиксируется. Положение же остальных четырех коллекторов может быть изменено при помощи соответствующих ручных приводов извне. Каждый привод представляет собой устройство для вращения штока, передаваемого в линейное перемещение кронштейна коллектора в приемнике ионов. Благодаря этому осуществляется управляемое перемещение коллекторов вдоль линии фокусов и фиксация положений с точностью, достаточной для обеспечения наилучшего приема регистрируемых ионных пучков.

Коллекторы имеют единообразную унифицированную конструкцию в виде цилиндра Фарадея, и представляют собой узкие и длинные металлические коробочки. В целях снижения династического эффекта внутренняя поверхность коробочек покрыта графитом. Перед коллекторами расположе-



**Рис. 6.** Система позиционирования коллектора приемника ионов легких масс

ны входные диафрагмы (щели). Ширина диафрагмы 0,8 мм обеспечивает свободное прохождение ионного пучка во внутреннюю полость коллектора. Коллекторы системы приемника ионов находятся в области высокого вакуума и связаны с соответствующими усилителями вакуумно-плотными разъемами с сопротивлением изоляции по отношению к корпусу прибора выше  $10^{17}$  Ом. Диапазон ионных токов, измеряемых при помощи коллектора, составляет  $10^{-9}$ – $10^{-16}$  А.

Одноколлекторный приемник ионов тяжелых масс предназначен для регистрации ионных токов всех компонентов масс-спектра гексафторида урана  $UF_6$ . Корпус приемника ионов соединяется с камерой анализатора фланцевым соединением с уплотнением типа Conflat. Коллектор — цилиндр Фарадея с шириной входной щели 10 мм введен вглубь камеры анализатора на расстояние 100 мм от фланца. Это обеспечивает лучший перехват ионных пучков в области, где они еще не успели разойтись на заметные расстояния. Соответственно диапазон массовых чисел ионов, одновременно регистрируемых коллектором, — от 234 до 352. Таким образом, на коллектор одновременно принимаются все интенсивные осколки, образующие-

ся при ионизации гексафторида урана электронным ударом. Это не только увеличивает надежность анализа, т. к. регистрация всех компонент повышает чувствительность в два раза по сравнению с регистрацией только иона  $UF_5^+$ , но и делает результат измерений менее чувствительным к режиму источника ионов. Для уменьшения влияния вторичной электронной эмиссии перед коллектором установлен антидинаatronный электрод, на который подано отрицательное напряжение  $-180$  В. Приемник ионов тяжелых масс обеспечивает измерение ионного тока в динамическом диапазоне  $10^{-9}$ – $10^{-16}$  А.

### ЗАКЛЮЧЕНИЕ

В результате проведения работ по разработке ионно-оптической схемы и конструкции специализированного масс-спектрометра МТИ-350ГС создан новый аналитический прибор, соответствующий современному уровню развития масс-спектрометрической техники. При этом были решены не только узкоспециализированные задачи управления сложным и дорогостоящим технологическим процессом получения гексафторида урана, но также найдены оригинальные масс-спектрометрические и конструкторские решения нетривиальных задач прикладной масс-спектрометрии. Масс-спектрометр может с успехом использоваться в решении широкого круга задач изотопного и химического анализа в области легких масс, в том числе — в экологии и медицине.

### СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

1. Галль Л.Н., Саченко В.Д., Андреева А.Д. и др. Специализированный масс-спектрометр МТИ-350ГС для технологического контроля сублиматного производства гексафторида урана. Ч. 1. Ионно-оптическая система масс-спектрометра МТИ-350ГС // Научное приборостроение. 2011. Т. 21, № 2. С. 11–19.

*Экспериментальный завод научного приборостроения РАН, г. Черноголовка, Московская обл.*  
(Кузьмин Д.Н., Савина Ж.А., Кузьмин М.Н.)

*ОАО "Уральский электрохимический комбинат", г. Новоуральск* (Сапрыгин А.В., Калашиников В.А., Малеев А.Б., Новиков Д.В., Швецов С.И.)

*Институт аналитического приборостроения РАН, г. Санкт-Петербург* (Галль Л.Н., Сведенцов М.В., Андреева А.Д.)

Контакты: Галль Лидия Николаевна,  
Ingall@narod.ru

Материал поступил в редакцию 4.04.2011.

**SPECIALIZED MASS SPECTROMETER MTI-350GS  
FOR TECHNOLOGICAL CONTROL OF URANIUM  
HEXAFLUORIDE SUBLIMATE PRODUCTION.  
PART 2. CONSTRUCTION FEATURES  
OF THE MASS SPECTROMETER MTI-350GS**

**D. N. Kuzmin<sup>1</sup>, Zh. A. Savina<sup>1</sup>, M. N. Kuzmin<sup>1</sup>, A. V. Saprygin<sup>2</sup>,  
V. A. Kalashnikov<sup>2</sup>, A. B. Maleev<sup>2</sup>, D. V. Novikov<sup>2</sup>, S. I. Shvetsov<sup>2</sup>,  
L. N. Gall<sup>3</sup>, M. V. Svedentsov<sup>3</sup>, A. D. Andreeva<sup>3</sup>**

<sup>1</sup>*Experimental Factory of Scientific Engineering RAS, Chernogolovka, Moscow region*

<sup>2</sup>*PC Industrial Electrochemical Complex, Novouralsk*

<sup>3</sup>*Institute for Analytical Instrumentation RAS, Saint-Petersburg*

Construction features of a sector mass spectrometer for gas analyses based on permanent magnet, EI ion source and five collector ion detectors have been discussed.

*Keywords:* uranium fluoride sublimate production, static magnetic sector mass spectrometer, permanent magnet, electron impact ion source, five collector ion detector