

ОРИГИНАЛЬНЫЕ СТАТЬИ

УДК 621.384.668.8: 539.183.2

© В. М. Шубин, А. Я. Аникин, Л. Н. Галль,
В. В. Манойлов, В. Д. Саченко, Ю. И. Хасин, М. Л. Либман,
Н. Р. Галль, А. Н. Сафронов

МОДЕРНИЗАЦИЯ МАСС-СПЕКТРОМЕТРА МИ1201Т ДЛЯ ИСПОЛЬЗОВАНИЯ В ТЕХНОЛОГИЧЕСКОМ КОНТРОЛЕ НА ПРЕДПРИЯТИЯХ ЯДЕРНО-ТОПЛИВНОГО ЦИКЛА

Рассмотрены возможности модернизации ионной оптики и конструкции масс-спектрометра МИ1201Т выпуска 80-х годов с целью улучшения его аналитических и эксплуатационных параметров при анализе изотопного состава окислов и солей урана и трансуранов в технологическом контроле на предприятиях ядерно-топливного цикла.

1. МАСС-СПЕКТРОМЕТРИЧЕСКИЙ КОНТРОЛЬ НА ПРЕДПРИЯТИЯХ ЯДЕРНО-ТОПЛИВНОГО ЦИКЛА

Масс-спектрометрический контроль является неотъемлемой частью технологии ядерно-топливного цикла, начиная с сублимационного и разделительного производства, разработки ТВЭЛ'ов и кончая их переработкой. Он также является единственным аналитическим методом контроля и сертификации готовой продукции, причем особое значение масс-спектрометрические методы получают в связи с получением МОКС-топлива. Во всех случаях при масс-спектрометрическом изотопном анализе урана и трансуранидов предъявляются достаточно высокие, но сходные требования к основным масс-спектрометрическим параметрам используемых приборов: диапазону масс, разрешающей способности, пропусканию, величине дисперсии по массе — и требования к аналитическим характеристикам: абсолютной и изотопической чувствительностям, величине "памяти", точности определения изотопных отношений, — тогда как удобство их эксплуатации определяется соответствием конструкции прибора специфике решаемых задач. Это позволяет ставить задачу о создании многообразия приборов, специализированных под решение таких разнородных задач аналитического контроля, как оперативный технологический контроль, работа в составе АСУТП, сертификация готовой продукции на основе единого масс-анализатора, но существенно различающихся системами ввода пробы и системами регистрации ионных токов, учитывающих специфику решаемой аналитической задачи.

Основные требования к ионно-оптическим свойствам масс-анализатора определяются требованиями задачи изотопного анализа урана

и трансуранов: диапазон масс не более 400, форма пика с плоской вершиной и малым абберационным уширением при разрешающей способности по массе порядка 500, высокая абсолютная чувствительность, достигаемая за счет большой площади ионного пучка и его прохождения через анализатор без потерь интенсивности, и высокая изотопическая чувствительность, т. е. низкое значение фона рассеянных ионов. Особое место среди аналитических требований занимает требование малой "памяти" о предыдущих пробах и в ряде случаев — требование высокой точности определения изотопных отношений: до 0.001%. Наиболее распространенные на предприятиях ядерно-топливного цикла масс-спектрометры серии МИ1201 различных модификаций производства Сумского завода (ныне ОАО "SELM", Украина) соответствуют перечисленным выше требованиям лишь частично. При этом важно отметить, что низкие абсолютная и изотопическая чувствительности масс-спектрометра МИ1201, а также низкая производительность анализов обусловлены недостатками его конструкции, заложенными еще на этапе разработки. Первые модификации этого масс-спектрометра разрабатывались почти 30 лет назад, в середине 70-х годов, когда вопросы транспортировки пучков заряженных частиц и многие вопросы устройства магнитных секторных анализаторов, источников ионов и систем ввода пробы были недостаточно ясны, и к настоящему времени приборы МИ1201 разработки 70–80-х годов следует признать морально устаревшими. Тем не менее на предприятиях отрасли находятся сотни действующих масс-спектрометров МИ1201 различных модификаций, и замена их на более современные приборы потребует значительных затрат времени и средств. Следует также учесть, что аналитическая часть

приборов МИ1201 вполне пригодна к эксплуатации, и представляется целесообразным провести их модернизацию, с тем чтобы приблизить параметры этих приборов к современным требованиям, обеспечить повышение эксплуатационных возможностей, повышение экологических характеристик и безопасность персонала при работе. Особое значение это имеет для приборов, используемых для оперативного технологического контроля.

2. ПОСТАНОВКА ЗАДАЧИ МОДЕРНИЗАЦИИ МИ1201: ТЕХНИКО-ЭКОНОМИЧЕСКИЙ ПОДХОД

При решении вопроса о модернизации прибора неизбежен поиск оптимума между стремлением максимально улучшить параметры и необходимостью уложиться в разумные ценовые рамки. При таком подходе правильной была признана модернизация МИ1201, позволяющая максимально улучшить аналитические и эксплуатационные качества прибора без существенной переделки его аналитической части. Было решено, сохранив неизменным ионно-оптическую схему и конструкцию масс-анализатора, разработать новый источник ионов с системой шлюзования блока ионизации, новую систему регистрации ионного тока и модернизировать вакуумную систему, что совместно обеспечит повышение аналитических и эксплуатационных параметров масс-спектрометра. При этом все новые узлы разрабатываются как сменные модули, которые могут быть быстро установлены на работающий прибор без переработки остальных его частей.

Модернизация проводится в три этапа.

На первом этапе разрабатывается новый ионный источник, включающий в себя блок ионизации, систему формирования ионного пучка и механизм шлюзования блока ионизации для быстрого ввода пробы без нарушения вакуума в камере анализатора. В результате этого этапа модернизации будет достигнуто существенное повышение абсолютной чувствительности, уменьшение фона рассеянных ионов, т. е. повышение изотопической чувствительности, уменьшение эффектов "памяти" и существенное уменьшение времени в цикле "загрузка пробы—измерение".

На втором этапе предполагается модернизация вакуумной системы: замена паровых диффузионных насосов на современные турбомолекулярные и ионно-сорбционные.

На третьем этапе будет проведена модернизация детекторной системы прибора и электронной системы питания, измерения и автоматизации.

Описанный выше подход представляется оправданным и выгодным для потребителя, т. к. в зависимости от стоящих задач и имеющихся

средств потребитель может самостоятельно решать вопрос о желаемом для него объеме модернизации. При этом ясно, что чем большее число узлов модернизация затрагивает, тем дороже стоит, но и тем более высокие параметры показывает прибор. Следует, однако, понимать, что даже при полномасштабной модернизации аналитические параметры модернизированного прибора будут уступать таковым для масс-спектрометров более поздней разработки, например приборов серии МТИ350 или МАТ (МАТ261, 281 фирмы FINNIGAN МАТ (Германия)), но и затраты заказчика не будут превышать 30–40 % от стоимости нового прибора.

3. АНАЛИЗ ИОННО-ОПТИЧЕСКОЙ СИСТЕМЫ МИ1201 И ПУТИ ПОВЫШЕНИЯ АНАЛИТИЧЕСКИХ ХАРАКТЕРИСТИК ПРИБОРА

Улучшение аналитических характеристик — центральное звено модернизации масс-спектрометра. С учетом неизменности ионно-оптической схемы и конструкции камеры масс-анализатора, конструкции магнита и условий регистрации сигнала на первом этапе модернизации единственной возможностью для оптимизации работы масс-анализатора является изменение параметров ионного пучка, формируемого источником ионов. При разработке масс-спектрометра МИ1201 на заводе-разработчике расчет масс-анализатора был проведен только для средней плоскости без учета формы спада краевых полей, что соответствовало уровню теории того времени. Проведенный на основе новых теоретических представлений расчет ионно-оптической системы масс-анализатора МИ1201 с ионно-оптическими параметрами: $\Phi_m = 90^\circ$; $r_m = 200$ мм; $\varepsilon' = \varepsilon'' = 26.56^\circ$; $l' = l'' = 400$ мм — с учетом краевых полей и аксиальных aberrаций дал следующие значения его оптических и aberrационных коэффициентов.

- Параметры фокусировки первого порядка: $\Delta_\alpha = 0$ (фокусировка по углу первого порядка); $\Delta_\beta = 27.07$ (вертикальная перефокусировка); $\Delta_\varepsilon = 3.2$ ("хроматическая aberrация").

- Aberrационные коэффициенты второго порядка: сферическая aberrация $\Delta_{\alpha\alpha} = -3.7$; аксиальные aberrации $\Delta_{\beta\beta} = -4.7$, $\Delta_{\beta h} = -0.484$, $\Delta_{hh} = -0.031$.

Измерения краевого поля были выполнены на площадке ФГУП "ПО МАЯК" непосредственно на магните прибора, подлежащего модернизации в первую очередь, и приведены на рис. 1.

Значительные аксиальные aberrации масс-анализатора создают сильное несимметричное искривление изображения щели источника ионов у приемника масс-спектрометра, характерное

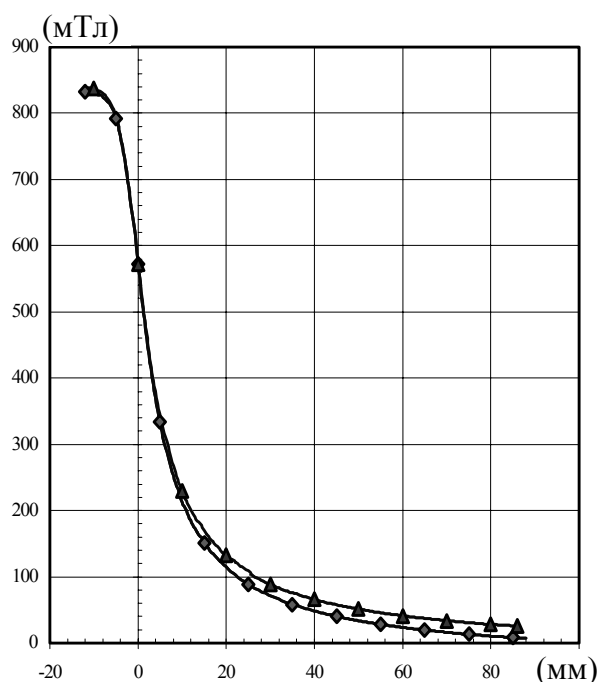


Рис. 1. Диаграмма значений магнитной индукции на краях магнита-анализатора масс-спектрометра МИ1201Т

▲ — на входе, ◆ — на выходе

для МИ1201. Как известно, в таких случаях для получения требуемой разрешающей способности необходимо ограничивать высоту щели приемника, с тем чтобы исключить попадание в нее искривленной части изображения. В МИ1201 высота приемной щели составляет 1 мм, что обуславливает чрезвычайно маленький аксептанс масс-анализатора масс-спектрометра МИ1201 (27 мрад·мм) и соответственно малое пропускание пучка ионов на коллектор. Для традиционной ионной оптики масс-спектрометра МИ1201 при наилучшей настройке источника ионов пропускание составляет 3.7 %. На рис. 2 представлен эмиттанс пучка ионов, формируемого источником МИ1201, и наложенный на него аксептанс масс-анализатора того же прибора.

Расчет новой формирующей оптики источника ионов проводился с целью максимального согласования ионного пучка (эмиттанса) с аксептансом масс-анализатора.

Разработанный источник не только обеспечивает пропускание 15 % ионного пучка на коллектор масс-спектрометра, но и существенно снижает долю ионов, рассеивающихся на камере анализатора. Таким образом, в результате проведенной оптимизации не только в 4 раза увеличена чувствительность, но и существенно снижен фон рассеянных ионов, т. е. увеличена изотопическая чувствительность масс-спектрометра.

Принципиально возможно провести и дальнейшее улучшение аналитических параметров прибора, в первую очередь его изотопической чувствительности, за счет оптимизации формы входного пучка и отсеечения еще до входа в масс-анализатор с помощью дополнительных диафрагм тех его частей, которые создают фон рассеянных ионов.

4. ЭКСПЛУАТАЦИОННЫЕ ПАРАМЕТРЫ

Удобство использования прибора, соответствие его конструкции требованиям и нормам эксплуатации — важнейший критерий качества разработки. Очевидно, что повышение чувствительности анализа позволит снизить величину анализируемой пробы, что весьма существенно при работе с высокоактивными веществами. Не менее важным является удобство нанесения пробы на испаритель блока ионизации, сокращающее время контакта работника с радиоактивным излучением, и быстрота установки этого блока в источник ионов. Возможность же ввода такого блока через шлюз без нарушения вакуума в камере масс-анализатора не только снижает радиационные нагрузки на персонал, но и во много раз увеличивает экспрессность анализа. Последнее обстоятельство, не являющееся существенным при лабораторных исследованиях, становится определяющим в одном из важных вариантов эксплуатации масс-спектрометра — при оперативном технологическом контроле, результаты которого используются для корректировки технологического процесса в режиме реального времени.

В настоящее время в масс-спектрометре МИ1201Т для замены анализируемой пробы необходимо вынуть и разобрать источник ионов. При этом нарушается вакуум в камере анализатора; разборка и последующая сборка источника ионов занимают достаточно много времени; после установки источника с нанесенной пробой значительное время занимает откачка масс-спектрометра и выход его на рабочий режим.

В этих условиях важнейшей задачей является минимизация времени анализа при повышении его точности и воспроизводимости. Попутно может быть решена задача повышения удобства нанесения пробы и уменьшения облучения персонала при работе. При модернизации масс-спектрометра МИ1201Т для решения поставленных задач потребовалась полная замена твердофазного источника ионов с поверхностной ионизацией на источник новой конструкции.

Была избрана схема двухленточного источника с одиночным сменным блоком держателя лент (блоком ионизации) многозарядового использования. Сами ленты с держателями располагаются

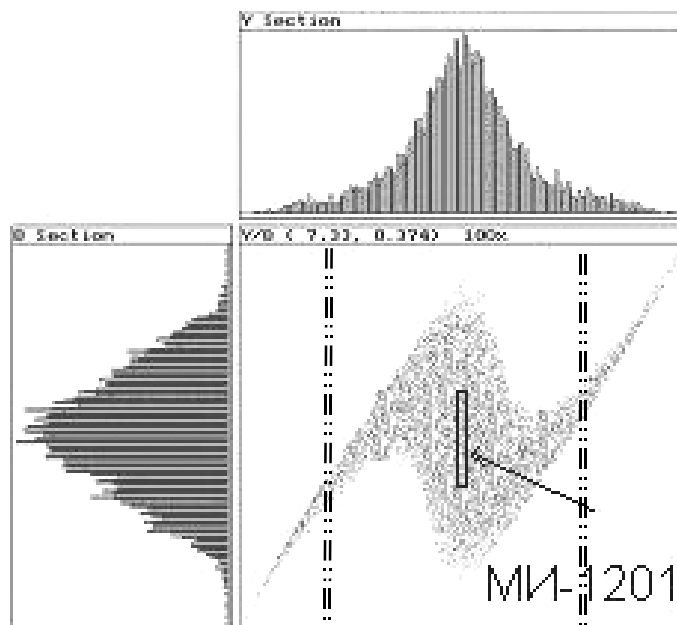


Рис. 2. Пропускание ионных пучков источника ионов МИ1201 и разработанного источника ионов

на маленьких сменных одноразовых платках, взаимозаменяемых с платками, применяемыми в твердофазном варианте МТИ350Т. Ленты ионизатора и испарителя расположены симметрично относительно оси источника, а для обеспечения симметричного режима ввода ионов, образующихся на ленте-ионизаторе, применяются специальные корректирующие линзы. Новая камера источника ионов прибора снабжена двухкамерной шлюзовой системой для ввода блока ионизации с нанесенной пробой, снабженной высоковакуумным затвором, позволяющим отсекающую первую камеру системы — камеру ввода и подготовки образца — от источника ионов при замене анализируемой пробы. Это позволяет в новой конструкции масс-спектрометра непрерывно поддерживать источник ионов, масс-анализатор и коллекторную систему под высоким вакуумом. По сделанным оценкам время, требуемое для получения высокого вакуума в камере подготовки образца после загрузки блока ионизации, составляет 5–6 мин, что позволяет ожидать, что полный цикл "загрузка пробы—откачка—измерение" в модернизированном масс-спектрометре МИ1201 не превысит 20 мин.

ВЫВОДЫ

Проведен трехмерный расчет ионно-

оптической схемы масс-анализатора МИ1201Т с учетом протяженных краевых полей и оптимизация пропускания, обеспечиваемая ионно-оптической системой источника ионов. Разработана новая двухленточная система блока ионизации, вводимая в источник ионов через двухкамерный шлюз. Комплекс проведенных работ позволил повысить пропускание ионного пучка с 3.7 до 15 %, повысить на порядок изотопическую чувствительность прибора и экспрессность выполнения дискретных анализов для технологических задач радиохимического производства.

СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

1. Латыпов З.З., Галль Л.Н., Сапунов П.С. Исследования рассеяния ионов UF_5^+ на молекулах N_2 // Атомная энергия. 2001. Т. 91, № 4. С. 287–291.
2. Бердников А.С., Галль Л.Н., Хасин Ю.И. Методика согласования источника ионов статического масс-спектрометра с анализатором // Научное приборостроение. 2001. Т. 11, № 4. С. 28–34.
3. Бердников А.С. и др. Источник ионов для масс-спектрометрического изотопного анализа газов. Часть III. Разработка источника ионов специализированного масс-спектрометра

- МТИ350Г для изотопного анализа гексафторида урана // Научное приборостроение. 2002. Т. 12, № 1. С. 35–39.
4. Галль Л.Н., Латыпов З.З. Методы теоретических оценок влияния рассеяния и отражения ионов на изотопическую чувствительность статических магнитных масс-спектрометров // Атомная энергия. 2002. Т. 92, № 2. С. 124–130.
 5. Курочкин В.Е., Галль Л.Н. Разработка масс-спектрометрической техники для решения приоритетных задач науки, технологии и промышленности // Научное приборостроение. 2002. Т. 12, № 2. С. 3–9.

ФГУП "ПО МАЯК" (Шубин В.М., Аникин А.Я.)

Институт аналитического приборостроения РАН, Санкт-Петербург (Галль Л.Н., Манойлов В.В., Саченко В.Д., Хасин Ю.И., Либман М.Л.)

Физико-технический институт им. А.Ф. Иоффе РАН (Галль Н.Р., Сафронов А.Н.)

Материал поступил в редакцию 23.10.2003.

UPDATING OF THE MASS SPECTROMETER МИ1201Т FOR THE USE IN THE PROCESS CONTROL AT NUCLEAR FUEL CYCLE PLANTS

V. M. Shubin, A. Ya. Anikin, L. N. Gall^{*}, V. V. Manoilov^{*}, V. D. Sachenko^{*},
Yu. I. Khasin^{*}, M. L. Libman^{*}, N. R. Gall^{**}, A. N. Safronov^{**}

MAYAK Production Association

^{*}*Institute for Analytical Instrumentation RAS, Saint-Petersburg*

^{**}*A.F. Ioffe Physico-Technical Institute RAS, Saint-Petersburg*

The paper offers approaches to updating the ion optics and design of the mass spectrometer МИ1201Т issued in the 1980th aimed at improving its analytical and operating parameters for isotopic analysis of uranium and transuranium oxides and salts in the process control at nuclear fuel cycle plants.