

一台自行研制的六氟化铀同位素分析 专用质谱计

汤汉森* 周清萍

(江苏石油化工学院 常州 213016)

顾定理 任 达 郝学元

(兰州 151 信箱)

[摘要] 本文介绍一台自行研制的半径40cm、90°偏转角磁分析器的一级聚焦六氟化铀同位素专用质谱计,其分辨本领优于500,记忆因子0.8%,曾长期使用,一直保持良好状态。

关键词: 同位素 质谱计 研制

原苏制 MI-1305 型质谱计用于测量六氟化铀的同位素丰度时,其测量精度、准确度及单台质谱计所能承担的丰度范围等指标均较差。为此我们自行设计与研制了一台六氟化铀专用质谱计,造价低廉,其主要性能接近进口同类仪器,满足了日常分析的需要。

1 仪器的基本参数与结构

1.1 设计思想

六氟化铀是腐蚀性气体,在测量时会产生“记忆效应”,我们在离子源中采用了分子束进样装置^[1,2]。用于铀同位素分析,要求仪器分辨本领达400以上,最好在500左右;为了得到较强的离子流(如 UF_5^+ 总离子流达 $5 \times 10^{-10} A$),离子源出口狭缝应大于0.2mm,接收狭缝应为0.6mm。为此我们选用了偏转半径40cm,对称式垂直入射的扇形磁质量分析器。这种分析器的离子行程较短,因而在真空度相同的条件下,可以获得更好的丰度灵敏度。

1.2 仪器结构

1.2.1 分析部份

图1是分析部份及进样系统图。离子源采用了分子束进样装置,图中的球阱及冷指用来冷凝六氟化铀分子,某些结构在文献中已报道^[2]。分析室是对称的中心轴半径400mm的90°偏转室,由厚2mm的无磁不锈钢焊成,高10mm,置于电磁铁的磁极之间。前接管连

1994年4月20日收

* 通讯联系人

接离子源与分析室,并装有隔离阀,以保证离子源室破空时分析室仍处于真空状态。后接管用于连接分析室与离子接收器。前后接管均通过超高真空阀与钛泵相接。电磁铁安装在可前后移动的导轨上,与分析室加热时可将其从工作位置移开。电磁铁的绕组为低压大电流供电,最大磁感应强度超过1.2特斯拉。离子接收器可用普通的双接受器,也可用专门设计的六氟化铀专用接收器。

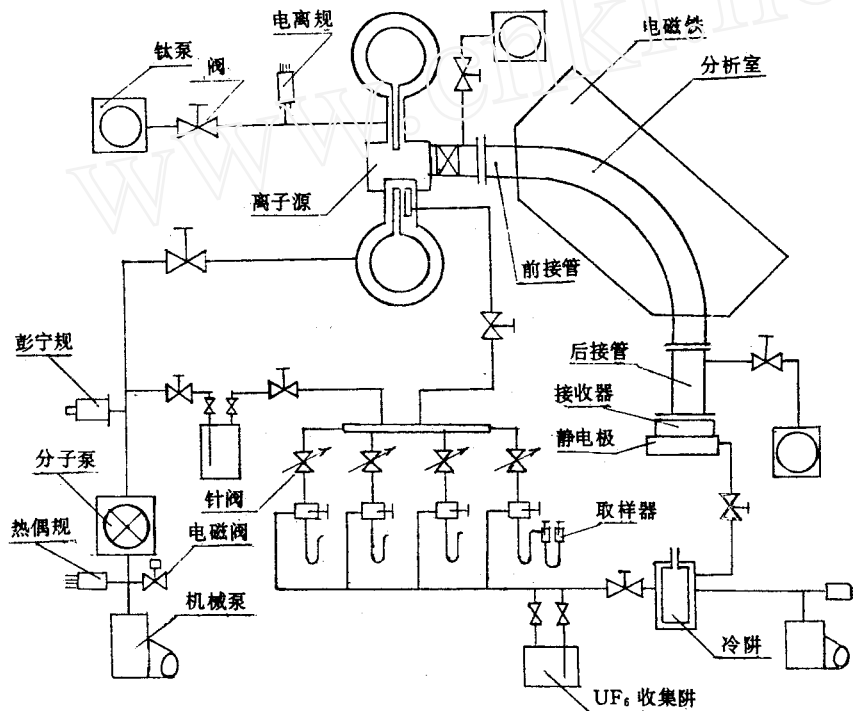


图1 分析部分及进样系统

六氟化铀样品通过可控制流量的针阀进入分子束进样系统,使 UF_6^+ 离子流强度达到规定的数值。在测量结束后打开 UF_6 收集器的阀门,管线中的样品即被抽走,涡轮分子泵可将进样管线抽至高真空。进样装置上可同时装四个取样器供分析用。

1.2.2 电气部份

离子源供电部件是由15kV高压电源,阴极供电电源、稳峰、安全保护等部件组成。高压电源有15、12、9、6kV四档输出,输出电流1mA,长期稳定度优于 2×10^{-4} 。我们还研制了10kV的高压电源,输出电流2mA,稳定度优于 5×10^{-5} ,实测结果稳定度指标优于MAT-250质谱计的高压部件的指标。阴极供电部件保证阴极发射电流为0.5~2mA时,稳定度达 2×10^{-3} 。稳峰部件通过负反馈控制高压,使 $^{235}UF_6^+$ 峰始终处于极大值处。安全保护部件保证在离子源电极出现短路或真空下降时切断高压电源。

磁场供电是低压大电流的供电部件,最大电流为15A,电流稳定度可达 2×10^{-5} ,在预热1小时后,电流漂移小于 $5 \times 10^{-5}/30$ 分钟。该部份配有扫描部件,扫描速度可调。

离子流放大部件在高阻为 $5 \times 10^{11} \Omega$ 的条件下输出电压的零点在 30 分钟内漂移与抖动的总和小于 1mV。

2 仪器的主要性能指标

2.1 真空度

残余气体的压强小于 $6 \times 10^{-6} \text{Pa}$ 。

2.2 分辨本领

图 2 是离子源出口狭缝 0.2mm、接收狭缝为 0.6mm 时的 UF_6 样品的扫描图。由图 2 可得 10% 谷峰比的分辨为 504。

2.3 记忆因子 m

取 A、B 两标准样品, 已知其丰度比 ($D_5 = C_5/C_8$) 的标定比值 $R = 1.1289$ 。用本专用质谱计测量该二样品的丰度比值, 得到 8 个测量值 R' :

$$R' = 1.1272; 1.1278; 1.1267; 1.1263;$$

$$1.1276; 1.1278; 1.1284; 1.1285。$$

$$\bar{R}' = 1.1279。$$

由此求得记忆因子 m 为:

$$m = \frac{R-1}{\bar{R}'-1} - 1 = 0.8\%$$

2.4 精密度

单次测量的相对标准偏差小于 0.1%。

作为实例, 以标样去测量某样品的丰度比 $D_{58} = C_5/C_8$ 。8 次测量值 D' 如下:

$$0.02809; 0.02809; 0.02807; 0.02808;$$

$$0.02811; 0.02811; 0.02811; 0.02810$$

由此求得: $\bar{D}' = 0.02810$

标准偏差: $S = 0.00002$

相对标准偏差: $S/\bar{D}' = 0.07\%$

3 结论

该质谱计已用于铀同位素丰度分析, 长期运行情况良好, 测量结果准确可靠。为考证性能, 我们还对某些样品的测量结果进行了抽查对比, 用本仪器测量所得的数据与用 MAT-250UF 质谱计所得的测量数据对比, 两种仪器的分析结果基本相符。

从主要性能指标及长期使用情况看出, 本质谱计远优于老式质谱计, 某些方面接近先进的 MAT-250UF 质谱计, 而其造价低廉, 因此, 研制工作是成功的。在此基础上, 还可进一步引入新科技加以改进。

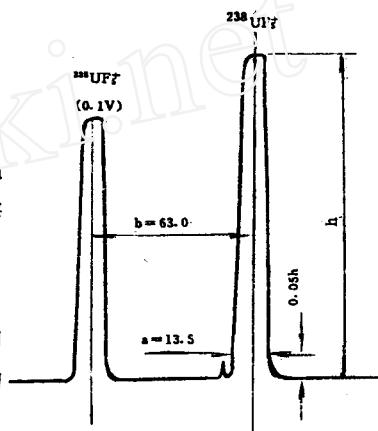


图 2 UF_6 样品扫描图

参 考 文 献

- 1 Brunne C. *Advances in Mass Spectrometry*, 1963, 2:230
- 2 汤汉森,孙培山,桂祖珪等. *质谱学杂志*, 1984, 5(3):67

A Home Mass Spectrometer for Special Use in the Isotopic Analysis of Uranium Hexafluoride

Tang Hansen*, Zhou Qingping
(Jiangsu Institute of Petrochemical Technology,
Changzhou 213016, China)

Yan Dingli, Ren Da, Hao Xueyuan
(P. O. Box 151, Lanzhou, China)

Received 1994-04-20

Abstract

This paper introduces a 40cm and 90° deflection angle first-order focusing mass spectrometer, which is designed and built in our laboratory for special use in the isotopic analysis of uranium hexafluoride. The resolution of the mass spectrometer is better than 500, its memory factor is 0.8%, and its function achieves UF mass spectrometer standard. The mass spectrometer works well in conventional analysis at all times.

Key Words: isotope, mass spectrometer, manufacture.