

На правах рукописи

A handwritten signature in blue ink, appearing to read 'Швецов', with a horizontal line underneath.

Швецов Сергей Иванович

РАЗРАБОТКА МАСС-СПЕКТРОМЕТРА МТИ-350ГС ДЛЯ
ТЕХНОЛОГИЧЕСКОГО КОНТРОЛЯ СУБЛИМАТНОГО ПРОИЗВОДСТВА
ГЕКСАФТОРИДА УРАНА

Специальность 05.11.13 “Приборы и методы контроля природной среды,
веществ, материалов и изделий”

АВТОРЕФЕРАТ

диссертации на соискание ученой степени
кандидата технических наук

Томск – 2012

Работа выполнена в открытом акционерном обществе «Уральский электрохимический комбинат» Государственной корпорации по атомной энергии «Росатом».

Научный руководитель: **Сапрыгин Александр Викторович**,
доктор технических наук,
начальник ЦЗЛ, ОАО "УЭХК"

Официальные оппоненты: **Кулешов Валерий Константинович**,
доктор технических наук, ФГБОУ ВПО
«Национальный исследовательский Томский
политехнический университет», профессор-
консультант кафедры физических методов и
приборов контроля качества

Купряжкин Анатолий Яковлевич,
доктор физико-математических наук,
Физико-технологический институт ФГАОУ ВПО
"Уральский федеральный университет им. первого
Президента России Б.Н. Ельцина", профессор
кафедры технической физики

Ведущая организация: Открытое акционерное общество "Научно-
исследовательский институт технической физики
и автоматизации" г. Москва

Защита состоится " 11 " декабря 2012 г. в 15 ч. 00 мин. на заседании
диссертационного совета Д212.269.09 при ФГБОУ ВПО «Национальный
исследовательский Томский политехнический университет» по адресу: 634050,
г. Томск, ул. Савиных, 7, ауд. 215 (актовый зал).

С диссертацией можно ознакомиться в научно-технической библиотеке
при ФГБОУ ВПО «Национальный исследовательский Томский
политехнический университет» по адресу: г. Томск, ул. Белинского, 55.

Автореферат разослан " " 2012 г.

Ученый секретарь диссертационного совета

Д 212.269.09 к.т.н., доцент

 Винокуров Б.Б.

ОБЩАЯ ХАРАКТЕРИСТИКА РАБОТЫ

Актуальность работы. Одним из технологических процессов производства ядерного топлива является получение устойчивого газообразного соединения урана – гексафторида урана UF_6 (ГФУ) путем фторирования оксидов урана или тетрафторида урана. Промышленное производство ГФУ осуществляется в аппаратах фторирования (пламенных реакторах) (АФ) сублиматного производства. Производство ГФУ является сложным технологическим процессом, использующим дорогостоящие исходные компоненты, и сложным объектом автоматизации, что обусловлено высокой скоростью протекающих реакций и агрессивностью технологических сред.

Повышение экономической эффективности и конкурентоспособности топлива для атомных станций на внутреннем и внешнем рынках невозможно решить без использования современного технологического оборудования. Основным прибором для контроля и управления процессом сублиматного производства на отечественных предприятиях был разработанный в середине 70-х годов прошлого века, масс-спектрометр “Сибирь”.

Таким образом, актуальность работы по разработке нового масс-спектрометра для технологического контроля процесса производства ГФУ обусловлена необходимостью замены устаревшего масс-спектрометрического оборудования для осуществления своевременной и точной коррекции процесса фторирования, обеспечения наиболее оптимального режима процесса получения ГФУ за счет учета содержания всех компонент реакций, протекающих в АП и достижения максимального использования дорогостоящего фтора. Разработка проводилась в соответствии с программой переоснащения промышленных и научно-исследовательских предприятий атомной отрасли России современными специализированными масс-спектрометрами для прецизионного изотопного, элементного и молекулярного анализа¹.

¹ Распоряжение Министерства РФ по атомной энергии N 150-р от 03.09.1999 г.

Целью работы является разработка нового масс-спектрометра для контроля химического состава технологических газов в автоматизированной системе управления технологическим производством (АСУТП) ГФУ, обладающего высокой степенью автоматизации и улучшенными аналитическими и эксплуатационными характеристиками.

Задачи, которые необходимо решить:

1. Определить схему построения масс-спектрометра, исходя из технических и экономических характеристик.

2. Разработать и рассчитать ионно-оптическую схему масс-спектрометра, включающую в себя:

- источник ионов с минимальной дискриминацией;
- масс-анализатор с высокой пропускной способностью;
- многоколлекторный приемник ионов, обеспечивающий одновременную регистрацию всех измеряемых компонент.

3. Разработать стойку приготовления калибровочных смесей (СПКС), обеспечивающую как приготовление и хранение калибровочных смесей из чистых газов, так коммутацию и напуск технологической смеси газов в источник ионов масс-спектрометра.

4. Разработать электронную систему управления масс-спектрометром, позволяющую осуществлять работу прибора в автоматическом режиме.

Научная новизна работы

1. Для технологического сублиматного масс-спектрометра впервые разработан источник ионов с ионизацией электронным ударом и однородным вытягивающим полем, обеспечивающий минимальную дискриминацию по массе и продолжительное время работы в условиях агрессивной измеряемой среды.

2. Впервые для технологического сублиматного масс-спектрометра предложена и реализована СПКС, позволяющая осуществлять в автоматическом режиме приготовление калибровочных смесей с высокой

точностью из чистых газов, а также осуществлять коммутацию измеряемых смесей в источник ионов масс-спектрометра.

3. Впервые разработан простой комплекс средств автоматизации масс-спектрометра на современной элементной базе, сочетающий высокую точность, надежность и малые габариты.

Практическая ценность работы состоит в создании нового специализированного отечественного масс-спектрометра МТИ-350ГС для анализа состава смесей газовых технологических проб урана в АСУТП сублиматного производства ГФУ. Изготовлены три опытных образца масс-спектрометра, которые успешно прошли заводские приемочные испытания, на которых было подтверждено соответствие характеристик прибора требованиям технического задания. Масс-спектрометры МТИ-350ГС успешно введены в промышленную эксплуатацию и установлены в системе технологического контроля сублиматного производства на ОАО “СХК”. Аналитические характеристики масс-спектрометра, закрепленные в технических условиях, соответствуют, а для ряда параметров даже превосходят требования технического задания.

Для МТИ-350ГС разработан информационно-вычислительный комплекс, обеспечивающий полностью автоматическую работу прибора в технологической схеме сублиматного производства.

Масс-спектрометр МТИ-350ГС с небольшими переделками может быть использован в качестве прототипа изотопного масс-спектрометра «легких масс» для задач в области атомной физики, изотопной химии, геологии, медицины и криминалистики.

В настоящее время планируется использование масс-спектрометров МТИ-350ГС в проекте строительства нового сублиматного завода на Открытом акционерном обществе “Сибирский химический комбинат”.

Защищаемые положения.

1 Оптимизированный для данной задачи источник ионов, в котором дискриминация по массе внутри источника минимизирована за счет комплекса

мер, включающих обеспечение минимальной длины источника, использование постоянных фокусирующих магнитов, расположенных внутри камеры источника, и широкую выходную коллимирующую щель.

2 Специализированная стойка СПКС, позволяющая осуществлять в автоматическом режиме приготовление калибровочных смесей с высокой точностью путем прямого отбора компонентов из соответствующих емкостей с чистыми веществами, в емкость для хранения калибровочных смесей, а также осуществлять коммутацию измеряемых смесей в источник ионов масс-спектрометра.

3 Автоматизация системы управления электронными блоками канала питания источника за счет использования цифровых энкодеров и отказа от аналогового управления.

4 Новая система регистрации ионных токов масс-спектрометра на основе аналого-цифровых преобразователей (АЦП) с соотношением сигнал шум не хуже, чем при использовании классической схемы на основе преобразователей напряжение/частота (ПНЧ).

Апробация.

Результаты работы докладывались на V Съезде ВМСО 5-9 сентября 2011 г., г. Москва.

Проведены заводские приемочные испытания.

Три опытных образца масс-спектрометра МТИ-350ГС введены в опытно-промышленную эксплуатацию, метрологически аттестованы и используются в системе технологического контроля сублиматного производства на ОАО «СХК».

Публикации.

Результаты работы опубликованы в виде двух статей в журнале «Научное приборостроение», статьи в журнале «Масс-спектрометрия» и одного доклада.

Личный вклад соискателя

В рамках темы диссертации соискателем лично были выполнены следующие работы:

1. На этапе проектирования и разработки масс-спектрометра: разработка общей структуры прибора, формирование частных технических заданий для организаций, принимавших участие в разработке и координация связей между разработчиками, согласование технических решений. Предложил схемные решения для системы регистрации и автоматизации управления электронными блоками. Разработал вакуумную схему СПКС и ее конструкцию.

2. На этапе сборки опытных образцов: организация сборки всех частей в единый прибор и проведение испытаний. После проведения испытаний выполнил разработку улучшенного источника ионов масс-спектрометра, доработку приемника ионов тяжелых масс, доработку вакуумной схемы аналитической стойки. Разработал эксплуатационную документацию и часть конструкторской документации.

3. На заключительном этапе работ автор лично осуществлял установку масс-спектрометров в системе технологического контроля на сублиматном производстве ОАО “СХК”, проведение приемочных испытаний в условиях реального технологического производства.

Остальные результаты получены соискателем в соавторстве при его непосредственном участии.

Структура и объем диссертации.

Диссертация состоит из введения, четырех разделов, заключения и двух приложений, включает 161 страницу текста, 49 рисунков, 16 таблиц. Библиографический список содержит 73 наименования.

СОДЕРЖАНИЕ РАБОТЫ

Во введении обоснована актуальность, научная и практическая значимость, сформулированы цель работы и ее научная новизна, изложены

основные, выносимые на защиту положения, приведена краткая характеристика работы.

В первой главе рассмотрен технологический процесс сублиматного производства гексафторида урана в пламенных реакторах и сформированы аналитические и технические требования к разработке масс-спектрометра: должен обеспечивать одновременную регистрацию ионных токов с массовыми числами 20, 28, 32, 38, 40 и 333 а.е.м., разрешающая способность на уровне 10 % интенсивности пиков масс-спектра пяти легких компонент должна быть не менее 100, производить непрерывный анализ газов с выдачей процентного отношения содержаний легкого и тяжёлого компонент газовой смеси, относительное стандартное отклонение единичного определения состава смеси ГФУ не должно превышать 10 % при трехкратном отклонении значений концентраций в контрольных точках пробоотбора от концентраций калибровочных газовых смесей, должен быть пригоден для анализа химически агрессивных и радиоактивных веществ, в конструкции источника ионов должны быть приняты меры к уменьшению эффекта дискриминации по массам.

Далее в главе проведен обзор существующей масс-спектрометрической аппаратуры, используемой для контроля состава газовых смесей, проанализирован опыт эксплуатации масс-спектрометра “Сибирь”. Выполнен сравнительный анализ отдельных систем масс-спектрометров и определение положительных и отрицательных качеств каждой из возможных схем. Проведена экономическая оценка стоимости масс-спектрометров разных типов.

Учитывая экономический фактор, положительный опыт эксплуатации масс-спектрометра “Сибирь”, а также большой опыт разработки и эксплуатации специалистами УЭХК масс-спектрометров различных типов, было решено, что наиболее оптимальным для разработки является масс-спектрометр с магнитным секторным анализатором, источником ионов с ионизацией электронным ударом и многоколлекторным приемником ионов для одновременной регистрации измеряемых элементов.

Вторая глава посвящена разработке аналитической части масс-спектрометра и ее систем. Большую роль в разработке прибора играет аналитическое проектирование и создание математической модели, поэтому вначале обоснован выбор программы, с помощью которой осуществлялось моделирование ионно-оптических систем масс-спектрометра. Далее рассмотрена аналитическая часть масс-спектрометра “Сибирь” – ее преимущества и недостатки.

В следующей части главы приводится описание масс-анализатора МТИ-350ГС (рис. 1), оригинальность которого заключается в использовании “одного масс-анализатора”, в котором ионно-оптические параметры выбирались для наилучшего обеспечения разделения и регистрации на стационарные коллекторы только группы легких газов, необходимых для контроля процесса сублимации, а для регистрации суммы всех продуктов ионизации ГФУ использован один широкий коллектор. В качестве полеобразующего магнита использован постоянный магнит из сплава Nd-Fe-B обеспечивающий в зазоре между полюсными наконечниками магнитную индукцию 0,33 Тл.

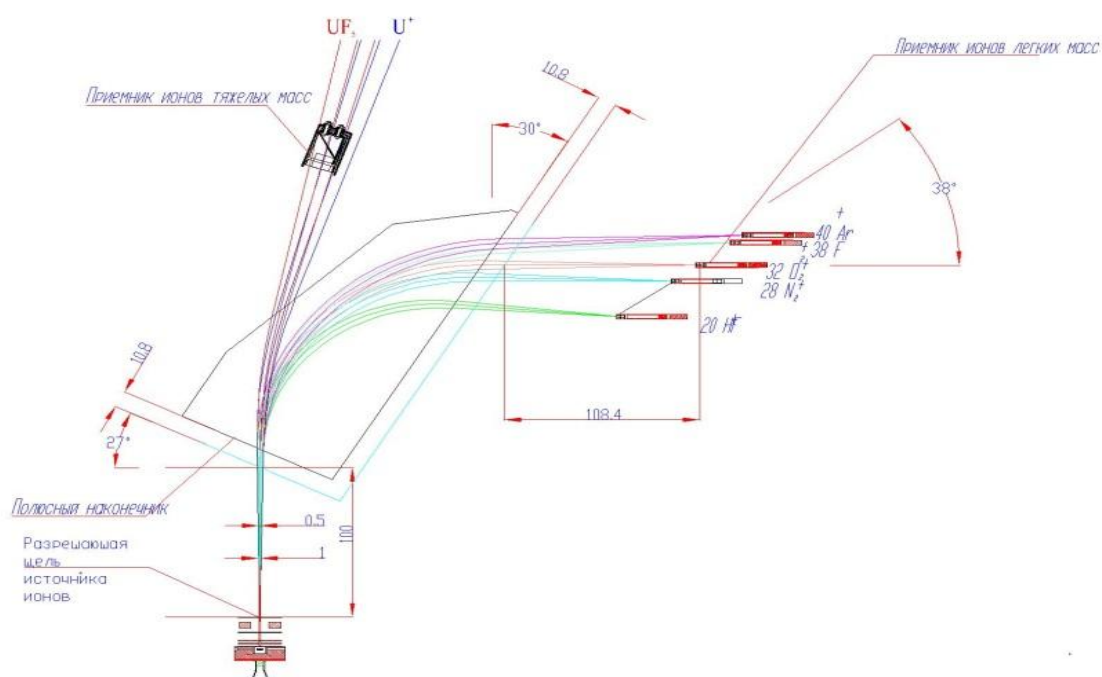


Рисунок 1 – Ионно-оптическая схема масс-спектрометра МТИ-350ГС

Ионизация молекул газов и формирование направленного ионного пучка осуществляется с помощью разработанного источника ионов с ионизацией методом электронного удара. Главной проблемой при разработке ИИ являлась необходимость одновременно измерять концентрации газов, с массовыми числами в диапазоне от 20 до 300 а.е.м., поэтому дискриминация по массе в источнике должна была быть минимальной. Дискриминация обусловлена влиянием магнитных полей как ИИ, так и прочих магнитных полей прибора. Это очень серьезная проблема и даже слабые магнитные поля приводят к значительным изменениям траекторий движения ионов.

Исходя из этого, для источника ионов МТИ-350ГС была выбрана ионно-оптическая система типа Нира (рис. 2), характеризующаяся минимальным числом электродов, уменьшенной длиной и жесткой коллимацией пучка ионов по углам. Кроме того, для уменьшения дискриминации, фокусирующие магниты были расположены внутри камеры источника на минимальном расстоянии от ионизационной камеры. При моделировании электронной системы было рассчитано, что минимально возможная напряженность магнитного поля в центре ионизационной камеры равна 80 Э.

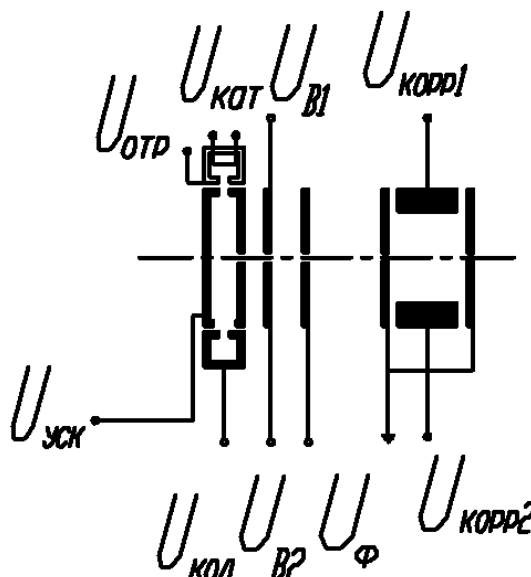


Рисунок 2 – Схема источника ионов с ионизацией электронным ударом

Ионная система источника состоит из разрезной вытягивающей линзы, фокусирующей линзы, двух коллимирующих щелей с расположенными между

ними корректирующими электродами. Все линзы работают в горизонтальной плоскости, фокусировка либо коррекция луча по вертикали не предусмотрена.

Еще одним требованием при моделировании и оптимизации ИИ, было достижение максимального согласования эмиттанса источника ионов (геометрические размеры и угловое распределение траекторий заряженных частиц на выходе источника) с аксептансом масс-анализатора (областью координат и угловых распределений заряженных частиц на выходе источника ионов, находясь в которой они гарантированно пройдут масс-анализатор и попадут в приемник). Критерием такой согласованности является степень совпадения четырехмерного эмиттанса источника с четырехмерным аксептансом масс-анализатора. Численные характеристики эмиттанса ИИ и аксептанса анализатора приведены в таблице 1, а графическое представление в четырехмерном фазовом пространстве на рисунках 3 и 4.

Таблица 1 – Согласованность ИИ и масс-анализатора

Параметр	Эмиттанс источника ионов	Аксептанс анализатора	Коэффициент согласованности K_c
2α	2°	2°	100 %
2β	4°	$2,6^\circ$	64 %
Y	10 мм	8 мм	80 %
Z	0,5 мм	0,5 мм	100 %

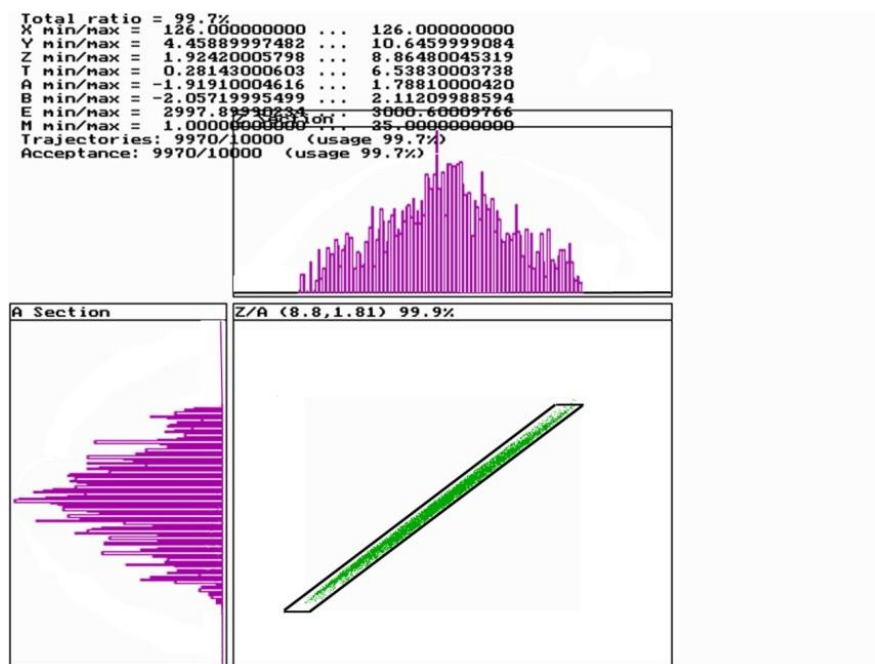


Рисунок 3 – Эмиттанс ионного пучка в горизонтальной плоскости

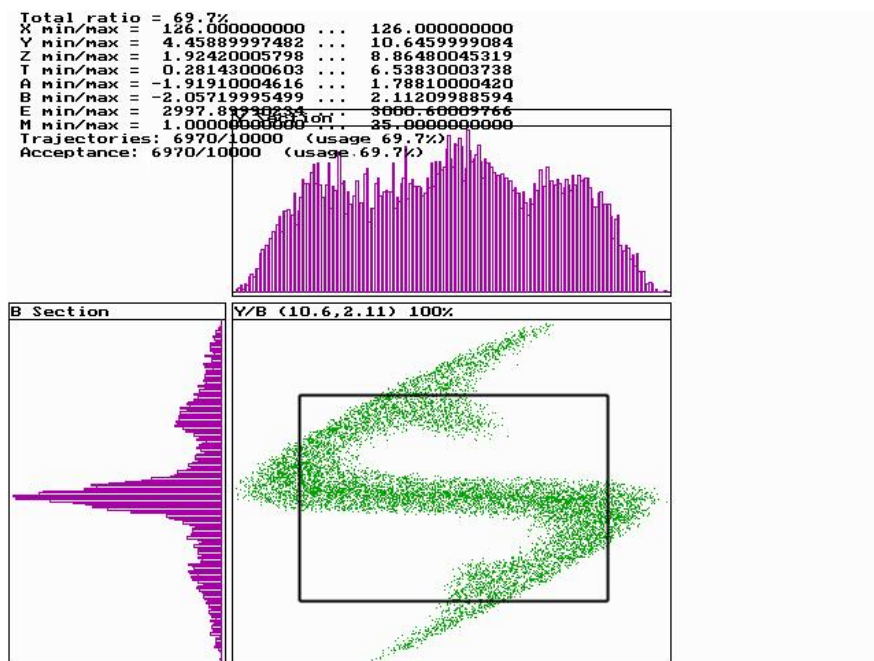


Рисунок 4 – Эмиттанс ионного пучка в вертикальной плоскости

Как видно из рисунков, эмиттанс ионного пучка в горизонтальной плоскости хорошо сформирован, и полностью вписывается в аксептанс масс-анализатора. В вертикальной плоскости, наоборот, имеют место абберационные «хвосты», создаваемые ионами, отбираемыми из области ионизации у краев ионной щели, поэтому в вертикальной плоскости вводится дополнительное коллимирование ионного пучка с помощью диафрагмы на входе масс-анализатора.

Масс-спектрометр МТИ-350ГС имеет два приемника ионов: многоколлекторный приемник ионов легких масс для одновременной и независимой регистрации ионных токов пяти компонент анализируемой смеси на пять отдельных коллекторов, и одноколлекторный приемник ионов для регистрации всего диапазона элементов ионизации ГФУ.

Все коллекторы приемника ионов легких масс имеют единообразную унифицированную конструкцию на основе цилиндра Фарадея. Центральный коллектор закреплен неподвижно, остальные имеют возможность перемещения вдоль линии фокусов при помощи соответствующих ручных приводов. Для регистрации тяжелой компоненты разработан коллектор на основе цилиндра

Фарадея с большой входной щелью, дно которого выполнено из графитовой пластины, расположенной под углом к входу.

В обоих приемниках принят ряд мер для уменьшения шумов и микрофонного эффекта, которые позволили обеспечить низкую амплитуду флуктуаций на выходе системы регистрации $< \pm 1 \text{ mV}$.

В третьей главе приведены схема и описание конструкции разработанной стойки приготовления калибровочных смесей (СПКС), которая предназначена для управления режимом напуска анализируемых газовых смесей в источник масс-спектрометра, приготовления и хранения калибровочных смесей, а также поддержания необходимого теплового режима вакуумных и напускных коммуникаций. В СПКС смонтированы элементы напускной системы масс-спектрометра, а также все необходимые компоненты для хранения чистых веществ и приготовления из них калибровочных смесей, кроме того в стойке расположены электронные блоки управления и питания.

Калибровочная смесь (КС) – это поверочная газовая смесь, применяемая для калибровки и поверки масс-спектрометра, для аттестации методик, выполнения измерений содержания компонент газовых смесей, для контроля точности результатов измерений. Калибровка масс-спектрометра по калибровочной смеси необходима для компенсации влияний нестабильности характеристик масс-спектрометра из-за процессов пассивации и депассивации поверхностей.

В масс-спектрометре МТИ-350ГС с помощью СПКС могут быть приготовлены из чистых веществ и сохранены две калибровочные смеси. Принцип приготовления основан на последовательном разбавлении компонента с минимальной молярной долей основными компонентами смеси. Разработанная методика устанавливает порядок приготовления калибровочных газовых смесей в диапазоне молярных долей каждого из компонентов от 1 % до 99 %. Относительная расширенная неопределенность молярной доли каждого из компонентов газовой смеси, полученной с помощью СПКС, составляет 1 %.

В разработанной стойке все элементы, в которых может находиться ГФУ, были расположены в активном термостате с температурой на уровне $(70\div 90)^\circ\text{C}$, в то время как в масс-спектрометре “Сибирь” все элементы и трубопроводы были оборудованы индивидуальными электрическими нагревателями. Такая температура необходима для поддержания ГФУ в газообразном состоянии и предотвращения его конденсации.

Термостат представляет собой металлический короб с углублением для размещения емкостей большого объема, плотно закрываемый металлической крышкой. Использование термостата позволило компактно разместить все нагреваемые элементы масс-спектрометра и изолировать их от окружающей среды, исключив возможность соприкосновения обслуживающего персонала с нагретыми частями, исключив потери тепла, уменьшить энергопотребление, и позволило разместить непосредственно в стойке все необходимые электронные блоки питания, управления и индикации.

Специально для СПКС были разработаны новые электромагнитные сильфонные клапаны с увеличенным усилием запираения, работающие при температурах до плюс 100°C . Для изготовления пробок клапанов использован новый материал – модифицированный фторопласт, материал со временем не теряет свою форму и надежно запирает клапан. Ресурс работы клапанов превышает предполагаемый срок службы прибора, что значительно уменьшит затраты на обслуживание и ремонт.

Напуск измеряемой смеси газов в источник ионов и плавная регулировка напуска вплоть до его полного прекращения, осуществляется с помощью дозирующего клапана, который представляет собой дросселирующее устройство с иглой, перемещаемой относительно удлиненного седла соответствующей формы.

Далее в главе рассмотрена разработанная электронная система управления, которая обеспечивает питание ионно-оптической и вакуумной систем масс-спектрометра, регистрацию ионных токов и обработку информации. Система состоит из канала питания источника ионов, комплекса

вычислительных средств, системы регистрации, а также панелей управления и индикации, блоков питания.

При проектировании электронных систем масс-спектрометра были разработаны новые блоки, отличающиеся повышенной надежностью и степенью автоматического управления режимами работы.

Почти все электронные блоки масс-спектрометра объединены в информационную сеть на основе последовательного помехозащищенного протокола CAN.

Управление работой прибора, сбор и обработка информации, осуществляются с помощью комплекса вычислительных средств на базе промышленной ЭВМ тип IBM PC. Выход на шину CAN реализован с помощью активной платы фирмы IXXAT. Интерфейсная плата обеспечивает обмен сообщениями по шине CAN в режиме реального времени, что позволяет обрабатывать прерывания независимо от операционной системы (ОС), получать точный тайм-штамп для каждого сообщения, обеспечить предварительную обработку сообщений (например фильтрацию), гарантировать безошибочную обработку данных независимо от плотности трафика.

КВС работает под управлением программного комплекса МТИ-350ГС (далее ПК). Сложность ПК обусловлена спецификой и разнообразием масс-спектрометрических задач, и предполагает постоянное улучшение и изменение методов измерений, способов расчета, вариантов представления информации. Поэтому для автоматизации измерений и обеспечения возможности решения новых задач на всем протяжении срока эксплуатации прибора, ПК имеет собственный встроенный язык программирования, что дает возможность быстрой разработки самим пользователем подпрограмм, реализующих аналитический цикл, алгоритмы расчетов, контроль параметров, вывод информации и т.д. С помощью встроенного языка пишется текст подпрограммы (скрипта), которая в последующем обрабатывается интерпретатором ПК. В

состав программного комплекса включен набор подпрограмм (скриптов), написанных на встроенном ЯП.

Канал питания источника ионов состоит из трех блоков, расположенных в отдельной электронной стойке.

Блок питания источника БПИ-С осуществляет стабилизацию тока эмиссии катода источника и питание электродов источника стабилизированными напряжениями. Блок разделен на высоковольтную и низковольтную части, в которых установлены контроллеры, осуществляющие связь по интерфейсу CAN через оптоволоконные линии. Принципиальной новинкой данного блока является управление режимами работы, осуществляемое с помощью цифровых энкодеров, установленных в контроллерах низковольтной части блока, и ЦАП в высоковольтной части, за счет этого достигается полная автоматизация управления режимами работы.

Блок ускоряющего напряжения предназначен для формирования стабилизированного ускоряющего напряжения в диапазоне от 0,3 до 3 кВ. С помощью изменения ускоряющего напряжения осуществляется сканирование по шкале масс. Блок БУН-С масс-спектрометра МТИ-350ГС является новой разработкой и обладает улучшенной защитой от короткого замыкания или пробоя в источнике, а также имеет возможность полного информационного обмена с КВС посредством CAN-интерфейса. Для ручного управления значением напряжения также использован цифровой энкодер.

Система регистрации масс-спектрометра МТИ-350ГС предназначена для обеспечения питания электрометрических усилителей (УИТ), приема от них усиленного сигнала, пропорционального ионному току, преобразования его в цифровой код с помощью АЦП и передачи его на КВС по шине CAN. Система регистрации специально разработана для масс-спектрометра МТИ-350ГС и является первой среди российских масс-спектрометров, построенной с использованием АЦП и соотношение сигнал/шум для которой не хуже, чем в системах, построенных на основе преобразователя напряжения в частоту (ПНЧ) с последующим преобразованием частоты в цифровой код. Применяемые

сигма-дельта АЦП имеют малые нелинейность и температурный дрейф и позволяют измерять аналоговые сигналы с эффективным разрешением до 18 бит. В системе регистрации используется шесть идентичных каналов, гальванически развязанных от управляющего микроконтроллера с целью снижения высокочастотных помех, возникающих при работе контроллера и негативно влияющих на работу АЦП. Важным преимуществом новой схемы являются ее малые габариты: помимо УИТ в электрометрической головке масс-спектрометра, система занимает одну кросс-плату и один блок питания.

Четвертая глава посвящена проверке характеристик масс-спектрометра условиям технического задания на разработку. Всего в процессе работы было изготовлено три опытных образца масс-спектрометра МТИ-350ГС. В испытаниях участвовали все три опытных образца, на которых проводились исследования аналитических характеристик масс-анализатора, надежности функционирования устройств и определения ресурса работы. Выявленные ошибки проектирования и изготовления устранялись сразу на всех масс-спектрометрах. Методики, по которым проходили испытания, записаны в Технических условиях на масс-спектрометр МТИ-350ГС и согласованы со специалистами ОАО «СХК».

Проверка аналитических характеристик включала проверку следующих показателей:

- 1) проверка геометрических характеристик масс-анализатора;
- 2) определение разрешающей способности;
- 3) проверка режимов работы ионного источника;
- 4) проверка характеристик приемника ионов.

При проверке соответствия технических характеристик определялась работоспособность всех систем масс-спектрометра на реальных пробах. Испытания проводились по следующим показателям:

- 1) определение уровня вторичной электронной эмиссии в приёмнике ионов масс-спектрометра;

2) определение относительного стандартного отклонения единичного определения содержания компонент анализируемой смеси;

3) определение флуктуаций, дрейфа и нелинейности усилителей постоянного тока масс-спектрометром;

4) определение нестабильности ускоряющего напряжения масс-спектрометра;

5) измерение расхода пробы.

В результате испытаний установлено, что масс-спектрометры полностью удовлетворяют показателям назначения и пригодны для осуществления контроля технологических смесей сублиматного производства. Характеристики разработанного масс-спектрометра приведены в таблице 2.

Таблица 2 – Характеристики масс-спектрометра МТИ-350ГС

Параметр	ТЗ МТИ-350ГС	МС МТИ-350ГС
Количество коллекторов	6 (HF, N ₂ , O ₂ , F ₂ , Ar, UF ₆)	6 (HF, N ₂ , O ₂ , F ₂ , Ar, UF ₆)
Разрешающая способность для легкой компоненты	>100	>150
Суммарная нестабильность измерительной системы составляет	$\pm 1 \cdot 10^{-3}$ % за 20 мин.	$\pm 1 \cdot 10^{-3}$ % за 20 мин.
Нелинейность усилителей постоянного тока	0,5 %	0,05 %
Нестабильность ускоряющего напряжения, включая флуктуации и дрейф, не более	$\pm 1 \cdot 10^{-3}$ % за 20 мин	$\pm 0,8 \cdot 10^{-3}$ % за 20 мин
Уровень вторичной электронной эмиссии	0,05 %	0,02 %
Время работы источника при напуске газовых смесей технологических проб, часов	1500	> 1500
Расход газовой смеси	Не регламентирован	0,5 мг/ч в начальное время эксплуатации ИИ 1,5 мг/ч к концу периода в 1500 часов
Относительное стандартное отклонение единичного определения содержания компонент анализируемой смеси	10 %	1 %

В заключении сформулированы основные результаты диссертации.

ОСНОВНЫЕ РЕЗУЛЬТАТЫ И ВЫВОДЫ

В результате выполнения данной работы решена задача осуществления масс-спектрометрического технологического контроля процесса производства гексафторида урана на сублиматном производстве ОАО “СХК” (г. Северск, Томской обл.). Основные результаты, полученные в работе, и выводы:

1. По результатам моделирования электромагнитных полей и движения заряженных частиц разработан оптимизированный источник с ионизацией электронным ударом, обладающий минимальной дискриминацией по массам и максимально согласующийся с масс-анализатором. Минимальная дискриминация была обеспечена за счет минимальной длины источника и минимизации магнитных полей в области источника, что было достигнуто использованием постоянных фокусирующих магнитов, расположенных внутри камеры источника.

2. Разработан специализированный многоколлекторный приемник ионов. Для снижения уровня шумов и микрофонного эффекта в конструкции применен комплекс мер, включающий применение демпферов и фиксирующих пластин.

3. Разработана специализированная стойка СПКС, которая позволяет приготавливать калибровочную смесь непосредственно на масс-спектрометре путем прямого отбора компонентов из емкостей с чистыми веществами в емкость для хранения калибровочных смесей. Погрешность молярной доли каждого из компонентов газовой смеси, полученной с помощью дозирующих клапанов стойки, составляет 1 %. Точность приготовления обеспечивается чувствительными датчиками давления и использованием электромагнитных клапанов, управляемых от КВС, включенных последовательно с регуляторами потока.

4. Для поддержания теплового режима вакуумных и напускных коммуникаций, в которых может находиться ГФУ, впервые применен активный термостат, использование которого позволило компактно разместить все нагреваемые элементы и изолировать их от окружающей среды, повысив

безопасность персонала, уменьшить энергопотребление, и разместить в стойке все необходимые электронные блоки.

5. Канал питания источника ионов автоматизирован и позволяет осуществлять управление режимами работы как в ручном режиме, так и от КВС. Для этого в схеме управления впервые использованы цифровые энкодеры в паре с ЦАП, заменившие собой потенциометры.

6. Разработана новая система регистрации ионных токов. Использование АЦП в системе регистрации позволило значительно упростить схему и уменьшить габариты, при этом соотношение сигнал/шум такое же, как в системах на основе ПНЧ, но меньше нелинейность преобразования.

Основное содержание работы изложено в следующих публикациях:

1. Галль Л. Н., Саченко В. Д., Андреева А. Д., Калашников В. А., Малеев А. Б., Швецов С. И., Кузьмин Д. Н. Специализированный масс-спектрометр МТИ-350ГС для технологического контроля сублиматного производства гексафторида урана. Ч. 1. Ионно-оптическая система масс-спектрометра МТИ-350ГС. – Научное приборостроение – 2011. – том 21, № 2. – С. 11-19.

2. Кузьмин Д. Н., Савина Ж. А., Кузьмин М. Н., Сапрыгин А. В., Калашников В. А., Малеев А. Б., Новиков Д. В., Швецов С. И., Галль Л. Н., Сведенцов М. В., Андреева А. Д. Специализированный масс-спектрометр МТИ-350ГС для технологического контроля сублиматного производства гексафторида урана. Ч. 2. Основные особенности конструкции МТИ-350ГС – Научное приборостроение – 2011. – том 22, № 3, С. 35–41.

3. Кирьянов Г.И., Штань А.С., Джаваев Б.Г., Калашников В.А., Малеев А.Б., Новиков Д.В., Сапрыгин А.В., Швецов С.И., Галль Л.Н., Саченко В.Д., Бородин В.А., Горбунов В.Г., Кузьмин Д.Н., Савина Ж.А., Кузьмин М.Н. Новый специализированный масс-спектрометр МТИ-350ГС для обеспечения сублиматного производства гексафторида урана. Масс-спектрометрия, 2012, том 9, №1, с. 29-35.

4. Новый специализированный масс-спектрометр МТИ-350ГС для обеспечения сублиматного производства гексафторида урана:/ Г.И. Кирьянов, А.С. Штань, Б.Г. Джаваев, В.А. Калашников, А.Б. Малеев, Д.В. Новиков, А.В. Сапрыгин, С.И. Швецов, Л.Н. Галль, В.Д. Саченко, В.А. Бородин, В.Г. Горбунов, Д.Н. Кузьмин, Ж.А. Савина, М.Н. Кузьмин // V Съезд ВМСО 5-9 сентября 2011 г., г. Москва / составитель Хрущева М.Л. – М: ВМСО, ПС-4 – ISBN 978-5-9901043-4-1.