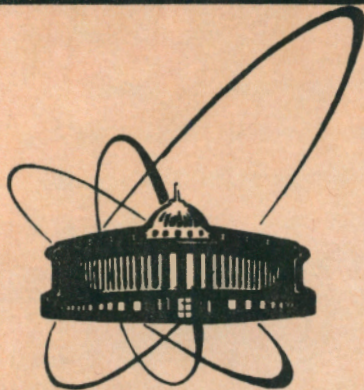


90-380



**сообщения
объединенного
института
ядерных
исследований
дубна**

P13-90-380

**Д.Д.Богданов, А.М.Родин, С.И.Сидорчук,
Г.М.Соловьева, С.В.Степанцов, В.А.Тимаков,
Г.М.Тер-Акопян, В.А.Чугреев**

**ВАКУУМНАЯ СИСТЕМА
МАСС-СПЕКТРОМЕТРА ЛИДИА**

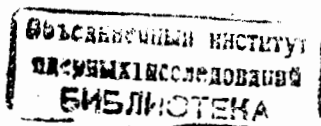
1990

Одной из основных причин, ограничивающих достижение высокой относительной чувствительности масс-спектрометрических установок, является фон перерассеянных и перезаряженных ионов основы образца на остаточном газе. Так, в однокаскадных спектрометрах для достижения предела обнаружения 10^{-7} ат.% в области массовых чисел, отстоящей на несколько процентов от линии основы образца, необходимо получение давления в анализирующей части 10^{-7} Па /1/. Масс-спектрометр ЛИДИА является трехкаскадной системой и требования на вакуум в этом случае менее жесткие. Тем не менее с учетом рекордного уровня чувствительности (10^{-10} - 10^{-12}) ат.% масс-спектрометра /2/ камера анализатора проектировалась и изготовлялась по сверхвысоковакуумной технологии и рассчитана на получение давления 10^{-7} Па.

Конструкция вакуумной камеры

При разработке и конструировании вакуумной системы широко использовался опыт создания накопительных колец в Новосибирске /3/. Конструктивно камера масс-спектрометра состоит из высоковакуумной части, рассчитанной на получение рабочего давления 10^{-4} Па и отделенной от нее дифференциальной ступенью откачки сверхвысоковакуумной камеры, рабочее давление в которой должно быть 10^{-7} Па.

Особенностью конструкции вакуумной системы масс-спектрометра, как и в накопительных кольцах /3,4/, является ее значительная протяженность (17 м) при небольшой площади поперечного сечения (100 см^2). Требования к выбору откачных устройств и к их размещению определяются необходимым вакуумом и гажением со стенок камеры. Предварительные расчеты и стендовые испытания показали, что для получения вакуума 10^{-7} Па откачные агрегаты производительностью $2 \text{ м}^3/\text{с}$ необходимо установить по всей длине камеры с интервалом 3 м.



Другой особенностью вакуумной системы является интенсивное газоотделение из лазерного источника ионов и перезарядного устройства. Так, при работе лазера на частоте 50 Гц с геологическими образцами сложного состава оно может достигать $(1-3) \cdot 10^{-4} \text{ Па м}^3 \text{ с}^{-1}$. Газоотделение из работающего перезарядного устройства меньше приблизительно в 10 раз и не может быть снижено без ухудшения характеристик самого устройства. При реально доступных скоростях откачки $(0,5-1,0) \text{ м}^3 \text{ с}^{-1}$ большое газоотделение не позволяет получить в этой части вакуумного объема давление ниже $(1-5) \cdot 10^{-4} \text{ Па}$. Поэтому при переходе к сверхвысоковакуумной части средствами дифференциальной откачки должен обеспечиваться перепад давлений от 10^{-4} до 10^{-7} Па при сантиметровой апертуре каналов.

Схема масс-спектрометра ЛИДИА и ее вакуумной системы изображена на рис.1. Высоковакуумная часть состоит из лазерного источника ионов (ИИ), лазерного импульсного перезарядного устройства (ПУ), отклоняющего конденсатора (ОК). Откачной агрегат, установленный под источником ионов, представляет собой молекулярный насос ВМН-500 с азотной ловушкой. Предварительное разрежение создается форвакуумным насосом 2НВР5Д. Производительность агрегата по воздуху составляет $0,5 \text{ м}^3 \text{ с}^{-1}$. Объем этой части камеры вместе с насосом - $0,068 \text{ м}^3$, площадь внутренней поверхности - $1,7 \text{ м}^2$. Основная часть деталей изготовлена из нержавеющей стали, остальные - из дюралюминия и латуни. Уплотнения выполнены из черной вакуумной резины. От сверхвысоковакуумной части объем отсекается прямопролетным вакуумным затвором диаметром 60 мм с резиновым уплотнением. Дифференциальная ступень откачки ограничивается двумя диафрагмами площадью 0,8 и $3,0 \text{ см}^2$, между которыми размещен сверхвысоковакуумный откачной агрегат (ВА).

Сверхвысоковакуумная система масс-спектрометра состоит из трех камер в поворотных магнитах (М1, М2, М3), пяти камер в квадрупольных линзах (Q1-5), пяти сверхвысоковакуумных откачных агрегатов (ВА). Отдельные участки вакуумной системы соединяются между собой через цельнометаллические прямопролетные вентили (ВК) ДУ-150 и фланцевые соединения. В качестве уплотняющих элементов используются прокладки из бескислородной меди толщиной 0,5 мм. Все элементы вакуумной системы изготовлены из нержавеющей немагнитной стали марки 12Х18Н9Т. Сварные соединения выполнены аргонно-дуговой сваркой.

Вакуумная камера в анализирующих магнитах представляет собой в поперечном сечении прямоугольник с размерами 60x140 мм, а по длине - четверть окружности диаметром 1 м. Конструктивно каждая камера состоит из пяти прямолинейных участков, сваренных между собой. Толщина стенок - 3 мм.

Вакуумные камеры прямолинейных участков имеют цилиндрическую форму с внутренним диаметром 130 мм и длиной 650 мм. На каждой второй камере имеются четыре боковых фланца для размещения металло-керамических электрических вводов и вакуумных датчиков.

Вакуумный откачной агрегат (рис.2) состоит из диодного магниторазрядного насоса НМДО-0,25 с производительностью по воздуху $0,25 \text{ м}^3 \text{ с}^{-1}$ и титанового сублимационного насоса. Сублимационный насос представляет собой цилиндр с внутренним диаметром 150 мм и высотой 600 мм. В качестве испарителей используются молибденовая проволока 1,5 мм с нанесенным на ее поверхность слоем титана толщиной 1,0 мм. Мощность, потребляемая одним агрегатом, составляет 0,7 кВт при токе через нить 130 А. Площадь титановой пленки $0,2 \text{ м}^2$, скорость откачки в диапазоне давлений $10^{-5}-10^{-8} \text{ Па}$ $3,0 \text{ м}^3 \text{ с}^{-1}$. Совмещение в одном откачном агрегате магниторазрядного и сублимационного насосов позволяет получить как значительное улучшение предельного вакуума, так и повышение скорости откачки за счет эффективного расщепления

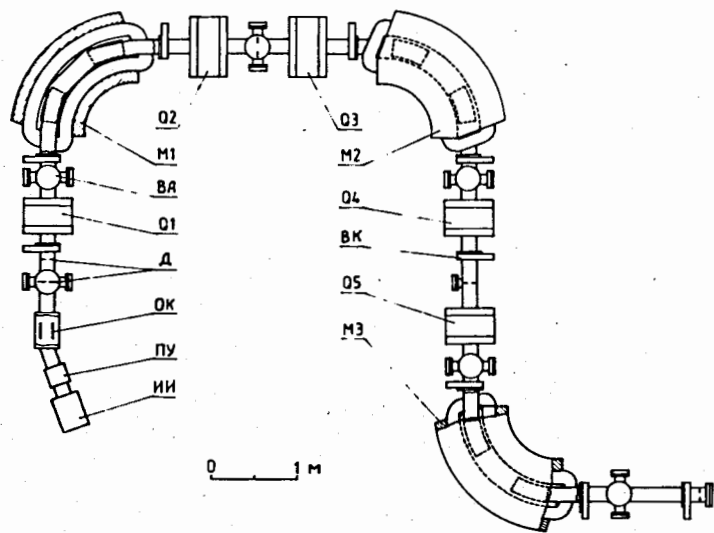


Рис.1. Схема масс-спектрометра ЛИДИА с вакуумной системой.

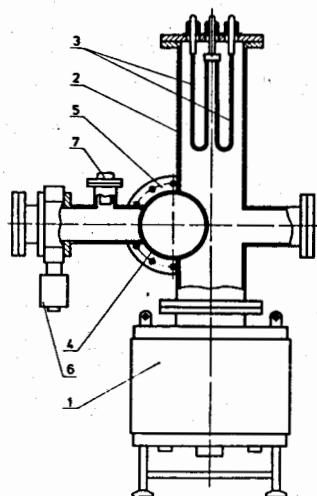


Рис. 2

Сверхвысоковакуумный откачной агрегат.

1. Магниторазрядный насос НМДО-0,25.
2. Корпус сорбционного насоса.
3. Титановые испарители.
4. Ионопровод масс-спектрометра.
5. Стъковочный фланец.
6. Цельнометаллический прямопролетный клапан ДУ-80.
7. Ионизационный датчик МИ-27.

органических молекул и воды в магниторазрядном насосе и хорошей откачки продуктов расщепления сублимационным насосом.

На каждом откачном агрегате имеются три фланца для установки вакуумных датчиков, систем мониторингования пучка с сильфонным вводом вращения и линейного перемещения.

Использование в качестве элементов соединения камер и откачных агрегатов цельнометаллических прямопролетных вентилях ДУ-150 позволяет во время профилактических работ, при замене вышедших из строя элементов осуществлять напуск газа только в необходимый участок масс-спектрометра, оставляя остальные под откачкой. Конструкция вентиля по сравнению с /5/ несколько изменена. В частности, подвижная часть корпуса вентиля и выходной фланец соединены между собой через компенсатор, выполненный на базе пятигофрового сильфона диаметром 150 мм. Наличие компенсаторов облегчает проведение монтажных работ, существенно снижает требования к точности изготовления элементов вакуумной системы и позволяет компенсировать температурное удлинение камеры при прогреве.

Для предварительной откачки системы используется передвижной вакуумный агрегат, изготовленный на базе молекулярного насоса ВМН-500 и форвакуумного насоса 2НВР-5Д. Агрегат подсоединяется к любому сверхвысоковакуумному посту через цельнометаллический вентиль ДУ-80.

Измерение вакуума в системе производится с помощью вакуумметра ВИ-14 и датчиков типа МИ-27, а также по току магниторазрядных насосов. Для анализа состава остаточных газов используется квадрупольный масс-спектрометр МХ-7304.

Конструкторская проработка узлов вакуумной системы полностью выполнена в КБ ЛЯР, а изготовлены узлы в ОП ОИАИ.

Технология получения вакуума

После изготовления отдельные элементы вакуумной системы проходили испытания на стенде, включающем в себя турбомолекулярный насос ТМН-500 с азотной ловушкой и форвакуумным насосом 2НВР-5Д, теческатель ПТИ-10 и средства измерения вакуума. После устранения течей, промывки и обезжиривания поверхностей в отдельных элементах камеры было получено разрежение $(3-5) \cdot 10^{-5}$ Па. После этого камера была собрана непосредственно в ионно-оптической системе масс-спектрометра. Объем анализирующей части вместе с откачными агрегатами составил $0,43 \text{ м}^3$, площадь внутренней поверхности - $15,2 \text{ м}^2$.

В настоящее время в рабочем режиме на масс-спектрометре ЛИДИА поддерживается следующий вакуум: объем источника, перезарядного устройства и поворотного конденсатора - $(2-5) \cdot 10^{-4}$ Па; дифференциальный объем $(0,5-1,0) \cdot 10^{-4}$ Па, анализирующая часть - $(2-3) \cdot 10^{-5}$ Па при работе только магнитозарядных насосов и $3 \cdot 10^{-6}$ Па при включении сублимационных насосов. Анализ состава остаточных газов показывает, что достигнутый вакуум ограничивается гажением углеводородов со стенок и из материала вакуумной камеры. Необходимым условием для дальнейшего улучшения предельного вакуума в масс-спектрометре является прогрев всей вакуумной системы при температуре $400-450^\circ\text{C}$ /3/.

С целью отладки технологии получения сверхвысокого вакуума методом прогрева был изготовлен макетный вариант камеры, которая затем использовалась на масс-спектрометре ЛИДИА-М /6/. Камера имела длину 4 метра, объем 130 литров, площадь внутренней поверхности - 4 м^2 . Основные средства откачки - два сверхвысоковакуумных агрегата, описанные выше, предварительная откачка осуществлялась турбомолекулярным насосом ТМН-500.

После промывки и обезжиривания внутренней поверхности камеры в течение двух суток производилась тренировка вакуумного объема. Это позволило при работе двух магниторазрядных насосов достичь вакуума $2 \cdot 10^{-5}$ Па. После включения сублимационных насосов разрежение составило $2 \cdot 10^{-6}$ Па.

Затем на камеру были установлены нагревательные элементы типа КНМСХ суммарной мощностью 8 кВт. Регулировка тока осуществлялась с помощью масляного автотрансформатора. Поверх нагревателей была намотана теплоизоляция, состоящая из трех чередующихся слоев стеклоткани и алюминиевой фольги.

Прогрев камеры осуществлялся в два этапа. Сначала при 110°C в течение 12 часов, затем трое суток при $400-450^\circ\text{C}$. Во время прогрева непрерывно производилась откачка насосом ТМН-500. Скорость подъема и снижения температуры составляла не более 1°C в минуту.

После прогрева при 110°C в объеме камеры с включенными магниторазрядными и сублимационными насосами получено разрежение $(3-5) \cdot 10^{-7}$ Па. После второго прогрева ($400-450^\circ\text{C}$) и запуска магниторазрядных насосов через 10-12 часов откачки в объеме установилось давление $5 \cdot 10^{-7}$ Па. Затем на 5 мин были включены сорбционные насосы. Примерно через 12 часов давление в камере составило $8 \cdot 10^{-9}$ Па и через 10 суток после этого возросло до $3 \cdot 10^{-8}$ Па.

На рис.3 приведены массовые спектры газовой смеси до прогрева ($p = 2 \cdot 10^{-7}$ Торр) и после прогрева при температуре 110°C ($p = 3 \cdot 10^{-9}$ Торр). Видно, что после прогрева в составе газовой смеси сильно уменьшается относительная доля воды, окиси углерода и интенсивность этих пиков становится сравнимой с интенсивностью отдельных пиков углеводородов, являющихся продуктами разложения масла, попадающего в объем при откачке турбомолекулярным насосом, а также за счет диффузии из поверхностного слоя металла. После

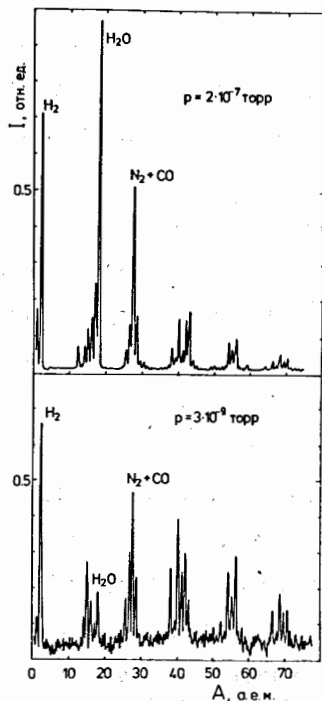


Рис. 3. Масс-спектры остаточных газов.

прогрева при температуре 400-450°C основными компонентами остаточных газов стали водород, смесь азота и окиси углерода, пары воды и незначительная доля аргона. Предельный вакуум при совместной работе магниторазрядных и сублимационных насосов ограничивается наличием в объеме инертных газов. Удельное газоотделение камеры до прогрева составило $q = 1,3 \cdot 10^{-7} \text{ Па} \cdot \text{м}^3 / (\text{м}^2 \cdot \text{с})$ и после прогрева при температуре 400°C - $q = 1,6 \cdot 10^{-9} \text{ Па} \cdot \text{м}^3 / (\text{м}^2 \cdot \text{с})$, что хорошо согласуется с литературными данными [1].

Авторы благодарны академику Г.Н.Флерову за постоянный стимулирующий интерес к данной работе, В.В.Анашину и его коллегам за

консультации по вопросам технологии получения сверхвысокого вакуума, И.В.Колесову за помощь в конструкторской разработке и изготовлении вакуумной системы, А.И.Иваненко и К.Д.Туманову за практические советы и помощь при вакуумных испытаниях.

Литература

1. А.А.Сысоев. Физика и техника масс-спектрометрических приборов и электромагнитных установок, стр.144, М., Энергоатомиздат, 1983.
2. Г.М.Тер-Акопьян и др. ОИЯИ, Р12-84-294, Дубна, 1984.
3. В.В.Анашин и др. Препринт ИЯФ 75-50, Новосибирск, 1975.
4. Ю.Ж.Калинин, В.Г.Рогозинский. ИФВЭ 89-62, ОУНК, Серпухов, 1989.
5. В.В.Анашин и др. Препринт ИЯФ 75-49, Новосибирск, 1975.
6. Д.Д.Богданов и др. ОИЯИ, 13-83-840, Дубна, 1983.
7. Л.Н.Розанов. Вакуумная техника, стр.168, М., Высшая школа, 1982.

Рукопись поступила в издательский отдел
5 июня 1990 года.

Богданов Д.Д. и др.
Вакуумная система
масс-спектрометра ЛИДИА

P13-90-380

Описана вакуумная система масс-спектрометра ЛИДИА и приведены ее характеристики. Вся конструкция выполнена по сверхвысоковакуумной технологии. Показано, что без прогрева в объеме легко достигается давление $3 \cdot 10^{-6}$ Па, а после прогрева при температуре $400-450^{\circ}\text{C}$ был получен вакуум 10^{-8} Па.

Работа выполнена в Лаборатории ядерных реакций ОИЯИ.

Сообщение Объединенного института ядерных исследований. Дубна 1990

Перевод авторов

Bogdanov D.D. et al.
Vacuum System of the Mass Spectrometer LIDIA

P13-90-380

The high vacuum system of the mass spectrometer LIDIA is described and its parameters are presented. The construction is completely based on the superhigh vacuum technology. It is shown that the pressure in the internal volume $3 \cdot 10^{-6}$ Pa can be easily achieved without heating. After the heating with a temperature $400-450^{\circ}\text{C}$ the vacuum 10^{-8} Pa was obtained.

The investigation has been performed at the Laboratory of Nuclear Reactions, JINR.

Communication of the Joint Institute for Nuclear Research, Dubna 1990