

内 容 简 介

《金属铀分析》系1973年8月召开的金属铀分析会议资料选编。本选编选载了无产阶级文化大革命以来有关金属铀和铀同位素分析、铀和铀化合物中微量杂质分析以及金属铀密度测量等工作报告。分析方法包括质谱分析、光谱分析和化学分析等。

本选编可供从事铀分析的工作人员参考。

金 属 铀 分 析

(1973年会议资料选编)

《金属铀分析》编辑组

原子能出版社出版

北京印刷三厂印刷

新华书店北京发行所发行·新华书店经售

(内部发行)

☆

开本 $787 \times 1092^{1/16}$ ·印张 $12^{3/4}$ ·字数 306 千字

1977年4月北京第一版·1977年4月北京第一次印刷

统一书号: 15175·087·定价: 1.30元

毛主席语录

列宁为什么说对资产阶级专政，这个问题要搞清楚。这个问题不搞清楚，就会变修正主义。要使全国知道。

我们必须打破常规，尽量采用先进技术，在一个不太长的历史时期内，把我国建设成为一个社会主义的现代化的强国。

人类总得不断地总结经验，有所发现，有所发明，有所创造，有所前进。

前 言

在无产阶级文化大革命的推动下,我国原子能科学技术有了更加蓬勃的发展。在铀的分析技术方面,有关的工人和分析工作者做了大量的工作,取得了很大的成绩。为了总结和交换已经取得的科研成果和实践经验,我们编辑了这本《金属铀分析》,选载了文化大革命以来有关金属铀和铀同位素分析、铀和铀化合物中微量杂质分析以及金属铀密度测量等工作报告。分析方法包括质谱分析、光谱分析和化学分析。

在六氟化铀同位素质谱分析方面,有关质谱仪改进的报告三篇。其中“CH₄/UF₆型质谱计离子接收器的改进”一文,介绍了三种离子接收器的结构,改进后使二次电子影响明显降低,从而提高了分析水平。另外两篇着重介绍了在国产ZhT-1301型质谱计上采用分子束进样装置的试验情况。改进后离子源“记忆效应”降低,分析精确度有所提高,离子源使用周期增长,从而使得这种通用型仪器可适用于六氟化铀强腐蚀性气体的分析。

“比较法测定铀同位素浓缩比”一文主要介绍在设备条件没有改变的情况下,从改进分析方法着手,采用与“标准样品对”相比较的测量方法,以及对分析管道采用氟气钝化处理等步骤,使分析结果达到了接近上述仪器改装所获得的水平。“单束法进行²³⁵U浓度的控制分析”一文,介绍了在一台仪器上增加样品浓度跨度的办法,改进的结果可使过去需要几台仪器分别进行分析的样品能集中到一台仪器上进行,因此具有较大的经济价值。而且测量系统采用数字化和打印记录,简化了操作手续。当然,这一工作还有待于通过生产实践进一步考验。关于²³⁴U, ²³⁶U浓度测量方法,汇编中列入了两篇报告,一篇采用自动电位差计扫描;另一篇采用电阻箱测定,它们各有特点。汇编中还列入了利用铀同位素本身 α 放射性的特征,测定²³⁵U浓度的报告,它的特点是设备比较简单,不破坏样品等,然而也存在一些原则性的弱点,现尚无法采用标准样品校正。

光谱分析方面收集了三篇资料,其中“金属铀中25种微量杂质元素的化学光谱测定”与“7402季铵反相色层分离光谱法测定铀中22种杂质元素的研究”两文均可一次联合测定二十多种元素,充分显示了光谱分析速度快、联合测定多种元素的优越性。“金属铀中微量铊、钇、铈的化学光谱测定”一文用离子交换分离光谱测定金属铀中三种稀土元素,灵敏度高,操作简便。

化学分析方面共八篇。其中原子吸收分光光度法一篇,电导法一篇,分光光度法六篇。原子吸收分光光度法具有独特优点,近年来应用逐渐广泛。碳的电导法测定是在原有方法的基础上,仅仅对高温管炉作了一些改进,把原来的卧式炉改为竖式炉,使方法较为简便、安全。硼的次甲基蓝法比姜黄素法简便又快速,可惜空白值高而不稳定,虽经采取措施后稳定性有所提高,但空白值尚嫌过高。稀土总量的测定,原有的方法都冗长费时,称样量过多,经改进后,取样量减少,灵敏度提高,并可在当天得出结果。磷、钛、金的测定方法都是比较成熟的,灵敏度和选择性均佳,文中只是把方法引用于铀的样品分析而已。除金属铀中微量杂质分析外,汇编还列入了毫克量钍中微克量铀的测定报告。

汇编中还列入了“八氧化三铀基准试剂的制备”与“铀同位素基准样品的制备”两篇

报告。基准试剂是分析工作所必不可缺少的，这些基准试剂的制备对铀的分析及铀同位素的分析均有所帮助。对于八氧化三铀的品位分析建立了库仑滴定与电位滴定等三种方法，精密度可达0.05%，三种方法核对结果一致。铀同位素基准样品中 ^{235}U 浓度的数据系由质谱计与 γ 谱仪联合测定给出。应当指出，这种用仪器标定基准样品的办法，只是在当前有些条件尚不具备的情况下的一种权宜之计。今后基准样品水平的进一步提高必须走“纯同位素配制”的道路，这是当前提高铀同位素分析水平的一个关键问题。

目 录

CH ₄ /UF 型质谱计离子接收器的改进	(1)
MI-1305 型质谱计改用分子束进样装置的试验报告	(10)
ZhT-1301 型质谱计气体离子源的改进	(16)
用比较法测定铀同位素浓缩比	(23)
用单束法进行 ²³⁵ U 浓度的控制分析	(29)
UF ₆ 样品中 ²³⁴ U, ²³⁸ U 浓度的测量	(36)
用质谱法测定 UF ₆ 样品中 ²³⁴ U 及 ²³⁸ U 的浓度	(41)
铀同位素基准样品的制备	(46)
用 UF ₆ 气体电离室测定机组的浓缩比	(60)
金属铀密度的测量	(67)
金属铀密度的测量	(76)
金属铀中25种微量杂质元素的化学光谱测定	(82)
7402季铵反相色层分离-光谱法测定铀中22种杂质元素的研究	(93)
金属铀中微量铈、钇、铈的化学光谱测定	(107)
原子吸收分光光度法测定金属铀中微量铁、镍	(115)
金属铀中微量碳的电导测定	(122)
金属铀中微量硼的分光光度测定	(126)
金属铀中稀土总量的分光光度测定	(136)
金属铀中微量钛的分光光度测定	(144)
金属铀中微量磷的分光光度测定	(148)
金属铀中微量铈的分光光度测定	(153)
金属铀中微量金的分光光度测定	(158)
辐照钍元件后处理工艺溶液中微量铀的反相色层分离和铬天青 S 分 光 光 度测定	(165)
铀的恒电流库仑滴定	(173)
八氧化三铀基准试剂中铀的称量法电位滴定——亚铬还原硫酸高铈 氧 化 法	(181)
八氧化三铀基准试剂中铀的称量法电位滴定——金属镉还原重铬酸 钾 氧 化法	(187)
八氧化三铀基准试剂的制备	(192)

CH₄/UF 型质谱计离子接收器的改进

谢 党

遵照毛主席关于“要认真总结经验”的教导，我们在使用 CH₄/UF 型质谱计的过程中对其接收器做了研究和改进，现总结如下。

CH₄/UF 型质谱计用于铀同位素组分分析时，采用单束测量法，即用同一接收系统分别记录各同位素的离子流强度，然后通过计算得出浓度。影响这种方法准确度的因素很多，特别是因仪器缺陷造成的系统误差无法补偿，会导致测量结果定向偏离。

接收器上产生的二次电子，是引起较大系统误差的因素之一。

CH₄/UF 型质谱计原接收器（图 1）具有两个接收狭缝和相应的两个法拉第筒，筒间用接地挡板隔开。在狭缝和法拉第筒之间，置有一片公共抑制栅。

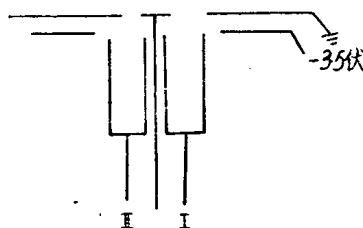


图 1 CH₄/UF 型原接收器结构示意图

分析管外接收器部分装有一对辅助磁铁。我们发现这种结构不能有效地克服离

子束撞击在接收器狭缝板上产生的二次电子进入法拉第筒。当辅助磁铁位置不恰当时，二

次电子的负峰比值 e ($e = \frac{\text{负峰最大强度}}{\text{产生二次电子的峰的强度}}$) 可达 0.2%，特别当被测量的离子峰

处于另一离子峰产生的二次电子负峰区域内时，单束测量的结果会偏小。两峰强度悬殊时，影响更为严重。为了消除上述影响，我们对二次电子的产生和影响其大小的因素进行了一些试验，取得了一些结果。试验中还发现离子峰两侧会有某种正离子造成的“长尾”，使绝对测量的结果偏大。我们试制了三种不同结构的接收器，可以比较有效地克服负峰和“长尾”，使它们的影响降低到测量系统的灵敏度以下。

一、试 验

在我们的工作过程中，察觉到离子束撞击原法拉第筒产生的二次电子。由于采用深法拉第筒和负抑制栅使二次电子的溅出率很小。两个法拉第筒间二次电子的相互影响，由于采用接地挡板屏蔽，亦可忽略不计，但因其抑制栅的缝比较宽，所以形成的负渗透场较弱，并且在狭缝两边不对称，即使加了辅助磁铁，仍不能有效地克服高速离子撞击接收器接地的狭缝板时产生的二次电子。我们针对这一情况做了一些试验和改进。

1. 辅助磁铁的位置和方向对二次电子的影响

接收器的辅助磁铁是为 CH₄/UF 型仪器设计用来偏转二次电子的。试验发现，当去掉辅助磁铁时，在被检查的峰前后有一大片二次电子造成的负峰区（图 2）；在磁铁位置不恰当时，也有一大片负峰区（图 3）；只有当辅助磁铁放在接收狭缝附近时，才可以找



图2 去掉辅助磁铁, $G_1 = -35\text{ V}$, 用 $M = 18$ 峰检查二次电子形成的负峰区

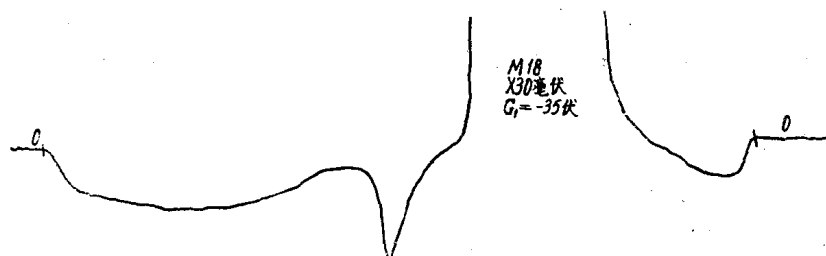


图3 辅助磁铁在离接收器焦面约70毫米时, 用 $M = 18$ 峰检查二次电子形成的负峰区

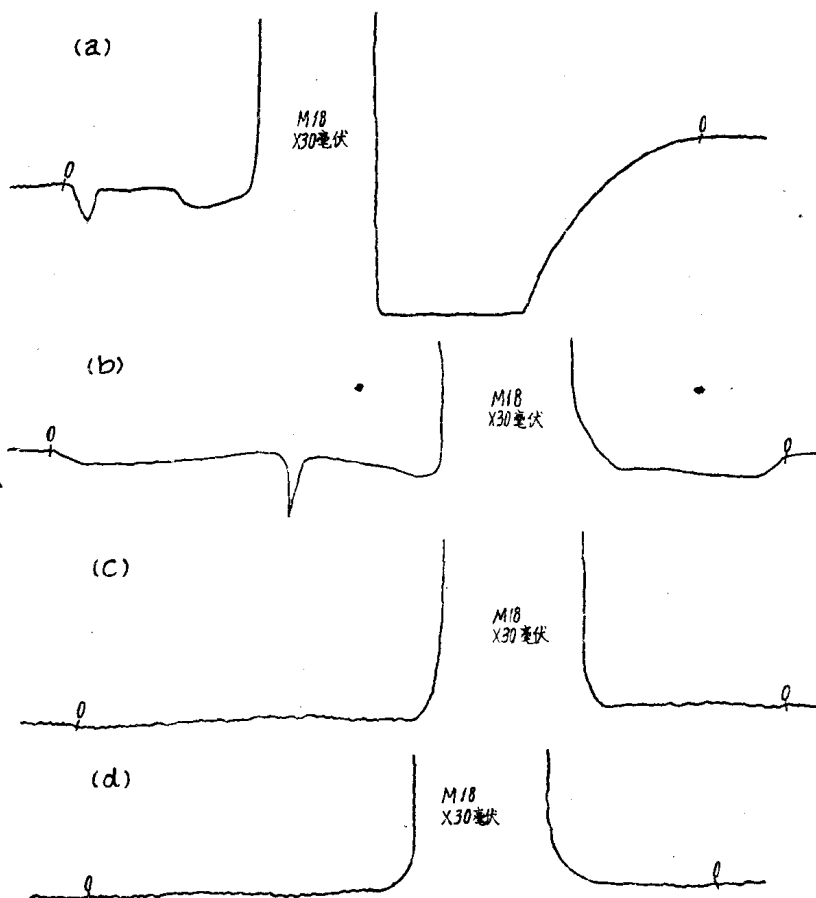


图4 辅助磁铁在接收器焦面附近检查二次电子形成的负峰情况

注: 图(a), (b), (c), (d)分别为辅助磁铁的磁场方向与主磁场方向平行、成 180° 、成 90° 、成 270° 。

到二次电子比较少的状态（图4）。可见接收器外加的辅助磁铁可以使存在的二次电子以一定方向偏转。辅助磁铁的磁场方向可按测量时二次电子影响最小的状态选定。

接收器辅助磁铁对样品峰形观察不到什么变化，可见其对重离子束的偏转作用是很弱的。

2. 抑制栅的负电场对二次电子的影响

为了减少二次电子进入法拉第筒，在辅助磁铁置于接收器附近磁场方向与主磁场平行的情况下，进行了增加抑制栅的有效阻挡电位的试验。

（1）改变抑制栅负电压 在 CH₄/UF 原接收器上，用 M=18 峰（峰值~15 伏）观察改变抑制栅电压时二次电子的变化（表1）。

表 1

抑制栅负电压, 伏	0	-35	-170
二次电子的负峰比值* e, %	0.07	0.03	0.005

* 二次电子数据还和接收器安装状况有关。

（2）改变抑制栅结构 为了提高有效阻挡电位，也可以减小抑制栅缝宽以阻止二次电子进入法拉第筒。试制了一个简单的单接收器（图5）。用天然铀样品检查抑制栅负电场对二次电子的影响（表2）。

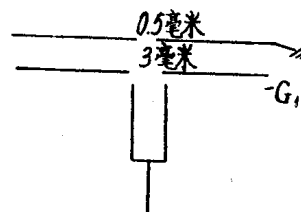


图 5 简单单接收器

上述试验结果表明，抑制栅负电场（G₁）除抑制法拉第筒内二次电子的溅出外，其在狭缝外造成的负渗透场还可以阻挡从狭缝板上打出的二次电子进入法拉第筒。但 CH₄ 原设计的双接收器，由于抑制栅狭缝太大，而且系两个法拉第筒公用，即使加大到 -170 伏，也难于完全阻挡二次电子进入法拉第筒。试制的简单单接收器，当抑制栅电压大于 -30 伏时，二次电子影响虽降低到测量系统灵敏度以下，但与此同时也发现，较强的负渗透场会引进一些正离子，造成峰两侧附加“长尾”（图6），引起测量结果正向偏差；降低抑制栅电压，长尾明显减小，但二次电子影响又有所增加；若适当调节 G₁ 值，可找到综合效应比较好的状态（图7）。

表 2

抑制栅电压, 伏	-30	-10
二次电子的负峰比值 e, %	低于测量系统灵敏度	轻质量方向观察不到, 重质量方向 < 0.01

3. 带有正抑制栅的双层狭缝单接收器试验

为了进一步减小“长尾”和二次电子所造成的影响，又进行了第三种结构接收器的试

验(辅助磁铁位置同前)。该结构(图8)是采用沿轴向排列的两个狭缝,前一个狭缝在焦面上,后一个狭缝略宽于前一个狭缝,在两狭缝之间加一正栅,用来抑制低能的杂散正离子。在接收极和第二道狭缝之间仍然加一负抑制栅,以阻止二次电子进入法拉第筒。

用M=18峰和样品峰在放大器最灵敏档($\times 30$ 毫伏)检查,二次电子和“长尾”情况见图9、10。

试验结果表明:

(1) 适当选择正负栅电压参数,可以得到使二次电子和“长尾”的综合效应低于测量系统灵敏度以下。

(2) 此结构在各种不同参数组合时,测量天然铀样品的平均结果是 $C_s = 0.7192\%$ 。

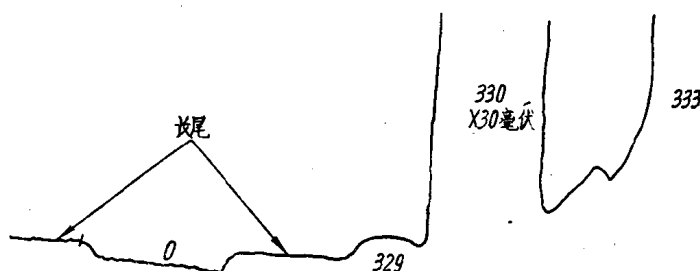


图6 辅助磁铁在接收器的焦面附近,方向和主磁场平行, $G_1 = -30$ 伏,用样品峰检查峰两侧的附加长尾

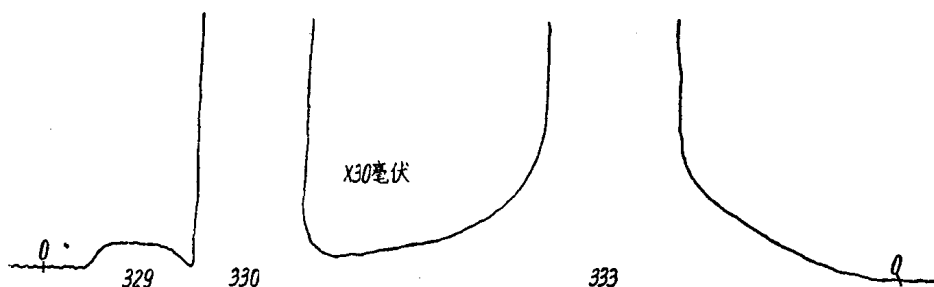


图7 辅助磁铁在接收器的焦面附近,方向和主磁场平行, $G_1 = -10$ 伏,用样品峰检查二次电子和“长尾”

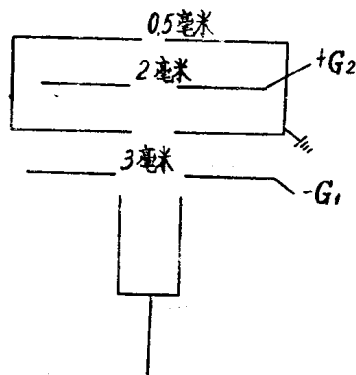


图8 带有正栅的双层狭缝单接收器

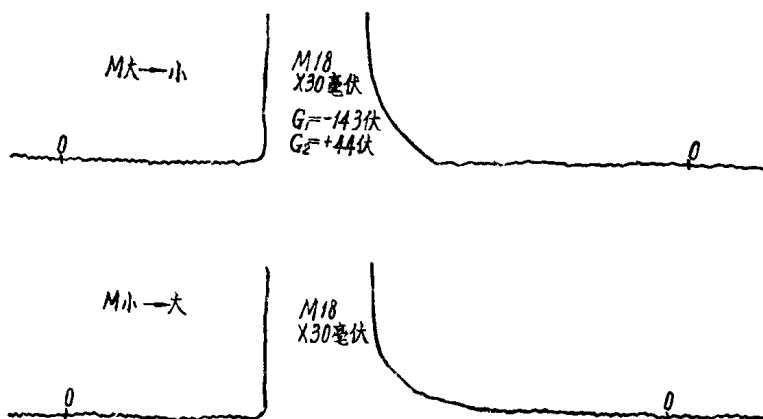


图9 带有正栅的双层狭缝单接收器用 $M=18$ 峰检查二次电子和“长尾”

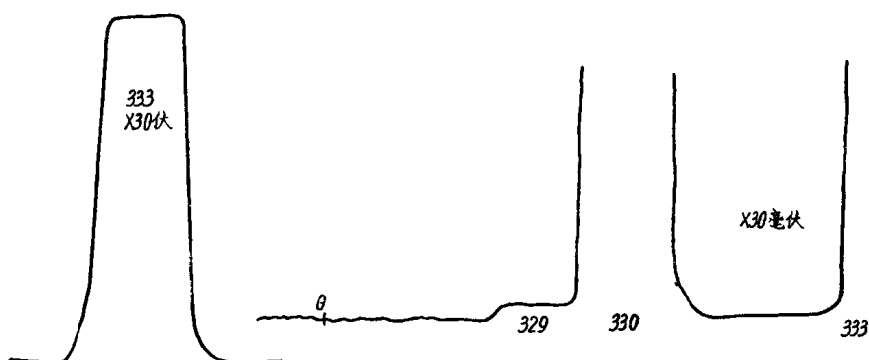


图10 带有正栅的双层狭缝单接收器用天然铀样品检查“长尾”和“二次电子”

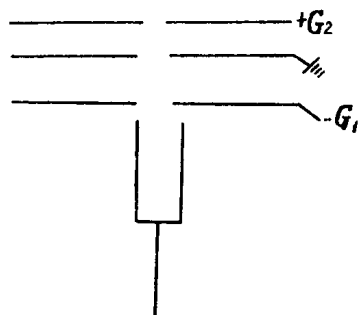


图11 入口狭缝带正压的双层狭缝接收器



图12 入口狭缝带正压的双层狭缝单接收器，用 $M=18$ 峰检查二次电子和“长尾”

(3) 去掉辅助磁铁, 这种接收器仍有较大的二次电子造成的负峰区。

4. 入口狭缝带正压的双层狭缝单接收器试验

为了使改进的结果能推广到其它型号的质谱计, 既不要辅助磁铁, 又能消除二次电子的要求, 又试验了第一层狭缝带正压的双层狭缝单接收器 (图11), 目的在于减少第一道狭缝板上的二次电子逸出率, 而且正压本身也有利于拒斥低能的杂散离子。

用 $M=18$ 峰和样品峰在最灵敏档检查二次电子和“长尾”情况见图12、13 (去掉辅助磁铁)。

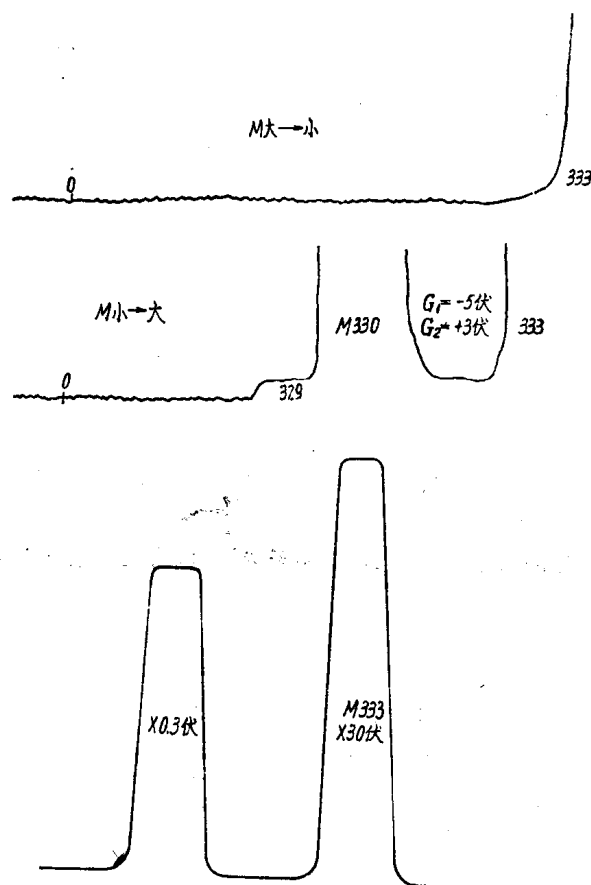


图13 入口狭缝带正压, 用天然铀样品检查二次电子和“长尾”

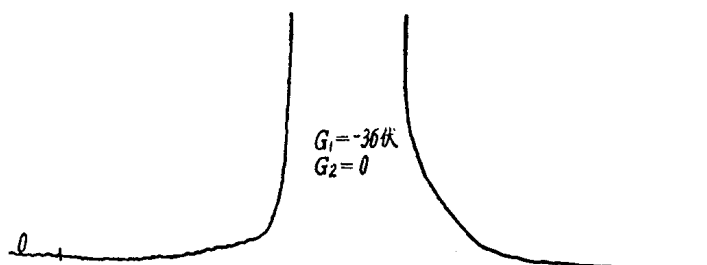


图14 简单双层狭缝接收器, 辅助磁铁放在焦面附近, 用 $M=18$ 峰检查二次电子和“长尾”

同时也在此结构上做了一个附加试验：使 $G_2=0$ ，并加有辅助磁铁的简单双层狭缝接收器试验，结果见图14，15。

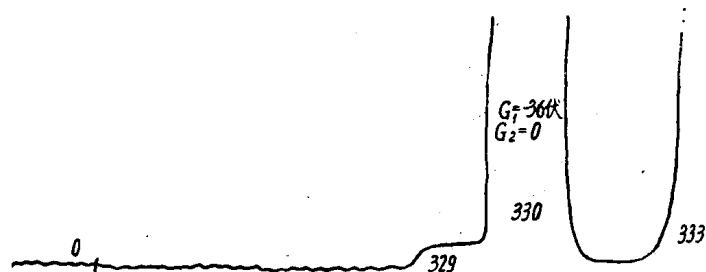


图15 简单双层狭缝接收器，辅助磁铁放在焦面附近，用天然铀样品检查二次电子和“长尾”

实验结果表明：

(1) 第一层狭缝只要加正压（在+3伏—+56伏试验），即使没有辅助磁铁，也可使二次电子和“长尾”影响低于测量系统灵敏度以下。

(2) 加有辅助磁铁的简单双层狭缝接收器 ($G_2=0$)，对克服“长尾”和二次电子的综合效应也比较理想。

(3) 本结构的接收器在不同电压参数测量天然铀的结果见表3。

表3

G_1 , 伏	-5	-35	-7.8
G_2 , 伏	+3	+30	接地，加有辅助磁铁
C_s , %	0.71970	0.72057	0.71871

二、分析和讨论

1. 二次电子的产生

根据上述实验结果，结合有关著作的论述，我们对质谱计离子接收器附近的二次电子的产生和分布有如下初步看法：

当正离子碰击金属表面时，会产生次级发射^[1]，次级发射系数 $\gamma = \frac{\text{二次电子数}}{\text{正离子数}}$ 与离子的动能和金属的表面状态有关。二次电子刚从金属表面逸出时的能量很小，当没有外加电场而存在浓度梯度时，则进行扩散运动。因此，在 CH4 质谱计中，从离子源中获得了3千电子伏动能的正离子束，撞击接收器表面的金属板时，必然会逸出二次电子。当我们调节磁流，使某一离子束聚焦在狭缝口位置并被法拉第筒接收时，高速离子打击法拉第筒底而产生的二次电子在深法拉第筒和负抑制栅作用下将会有效地被吸收在法拉第筒内，对

测量结果不会造成显著影响。但当离子束撞击在狭缝板的金属表面的任一位置时,也必然会逸出数量不少的二次电子,由于狭缝板是接地的,周围也没有外电场,加之仪器处在高真空状态,因此,扩散结果,将使狭缝板附近存在一层由二次电子组成的空间电子云。这样当抑制栅的负电场太弱时,也会因浓度梯度而扩散入狭缝内,并被法拉第筒接收下来,这就是我们所观察到的二次电子效应。

按此观点,前述的实验可以作如下解释:

(1) 抑制栅的负电场在狭缝口形成的负渗透场可以阻止二次电子进入接收极,因此当增加抑制栅电压或减小抑制栅缝宽时,都使负渗透场增加,而在狭缝口形成一个二次电子阻挡门,当电场足够强时,就可以把二次电子完全拒斥于狭缝外。

(2) 接收狭缝附近附加辅助磁铁,在辅助磁场作用下,可以使二次电子云偏向某一边,形成在离子束一侧明显地减少二次电子。

(3) 双层狭缝可减少二次电子进入法拉第筒的立体角,从而减少二次电子的负峰比值。

(4) 狭缝板接正电位的作用可解释为:

①狭缝本身带正电位,周围分析室接地,这样对狭缝板来说就形成了负电场,使金属表面位垒增加,因而在正离子撞击下的二次电子发射系数 γ 值就减小。

②使所产生的二次电子受到负电场抑制,扩散半径减小,或被正压板本身接收,所以即使没有辅助磁铁,也观察不到二次电子。

2. 关于“长尾”形成原因的设想

关于离子峰两侧的“长尾”,根据观察有如下现象:

(1) “长尾”和仪器真空有关,真空不好“长尾”大。

(2) “长尾”和离子束强度有关,强度大“长尾”大。

(3) 当上述条件相同时,“长尾”和接收器入口狭缝附近电场有关,负渗透场大“长尾”大,正渗透场时“长尾”小些。

根据以上事实,我们认为形成“长尾”原因可能有四个方面。

第一、是仪器的离子光学系统引起的。如离子源聚焦不好,存在能量色散,磁分析器的球面象差,以及高压、磁流供电系统的不稳定等造成的。这一部分因素引起的“长尾”可以通过仔细地调整仪器各参数,使其限制在离子束两侧的很窄(小于一个质量数)的范围内。

第二、是分子碰撞引起的,由于离子束在分析室空间运动时和仪器内剩余气体分子碰撞,弹性碰撞结果,使离子束发散,在离子峰两侧引起“长尾”;非弹性碰撞结果,使部分离子损失能量,形成离子束在轻质量一侧的散开。接收器区域距抽气口较远,局部真空差,碰撞几率也就更大。

按照文献[2]所述,一个离子到达接收缝前的碰撞几率可用下式计算。

$$F = \frac{KS}{2\lambda} \left(\log \frac{h}{d} + 1 \right)$$

式中: $K = \frac{\text{离子质量}}{\text{散射分子质量}}$, S 是接收缝宽, λ 是离子自由程, h 是缝高, d 是质量色散。

计算得到在我们 10^{-7} 毫米汞柱真空条件下, 由于碰撞引起离子流的散开, 所造成的附加“长尾”相当原离子流强度十万分之一。我们实验中“长尾”的量级也是在 $10^{-3}\%$ — $10^{-8}\%$ 之间, 和计算结果大致相符。

第三、邻近离子峰的部分引入, 从接收狭缝口渗出的负电场, 也可能将邻近离子束部分的引入而产生“长尾”, 这部分应该说也只是在离子峰两侧的较窄范围之内的。

第四、是剩余气体分子电离引起的。接收器附近的真空差, 强离子流可引起部分剩余气体分子电离。

因此在接收狭缝前面除了有二次电子云外, 还可能存在一些低能正离子。这些低能正离子可能被负渗透电场引入狭缝而到达法拉第筒, 从而产生峰两侧的很长的尾巴(至少可达十来个质量数), 所以在狭缝处存在正渗透场时就可以排斥它们。入口狭缝带正压, 对克服“长尾”也是有好处的, 但若正压加得太高, 也会由于狭缝口等位面扩展, 使得低能正离子又有可能引进一部分, 引起测量结果略微偏大。

由于实际过程中, 二次电子和“长尾”是同时存在, 我们尚无法分别研究, 只能观察两者的综合效应, 因此上述的分析和讨论可能存在若干问题, 尚待进一步由实践验证。

三、结 论

CH₄/UF 型质谱计的离子接收器的改进试验结果指出: 为了有效地减少二次电子和“长尾”对铀同位素浓度测量造成的系统误差, 接收器的结构必须作些特殊考虑, 从我们试用结果看来, 用于单束测量的单接收器建议用以下三种结构。

- (1) 简单双层狭缝单接收器(图16)。
- (2) 带有正栅的双层狭缝单接收器(图8)。
- (3) 入口狭缝带正压的双层狭缝单接收器(图11)。

三种结构接收器的优缺点比较列于表4。要求比较高的精确测量, 采用后两种结构为好。

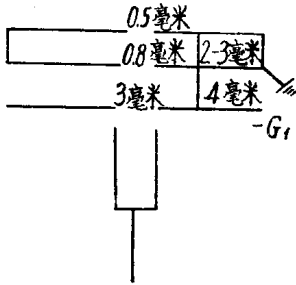


图16 简单双层狭缝单接收器

表4

接收器种类	优点	缺点
简单双层狭缝接收器	简单	二次电子不能完全克服
带有正栅的双层狭缝接收器	有利于抑制“长尾”	必须要有辅助磁铁, 否则二次电子较大
入口狭缝带正压的双层狭缝接收器	可以不用辅助磁铁也观察不到二次电子	1. 正压不能太高, 否则会使测量结果略微偏大 2. 狭缝对中比较困难

参 考 文 献

[1] H. A. 卡普佐夫, 楼格等译, 电子学, 北京高等教育出版社, 1957年。
[2] V. L. Warren, J. C. Harton, K-1400(1964)。

МИ-1305 型质谱计改用分子束 进样装置的试验报告

质 谱 组

本文叙述用分子束进样装置与附加冷阱系统改装 МИ-1305 型质谱计后, 在测量六氟化铀样品的同位素成分时获得了良好的效果。

将六氟化铀样品从进样装置抽出30秒钟后, 离子源中残余离子峰小于最大峰值的0.03%; 对一批浓缩比值为10%左右的样品对进行测量的结果表明, 它的测量值与配制样品对的浓缩比值及 CH₄/UF 型质谱计的测量值之差均不超过±1%。

一、前 言

带尼尔型离子源的 МИ-1305型质谱计, 用作测量六氟化铀浓缩比样品对时, 其测量值往往低于真值, 这是离子源中记忆效应引起的。文献[1—2]和我们的实际工作表明记忆因子大约在10%左右。

根据 CH₄/UF 型质谱计采用分子束进样与冷阱等装置能大大减小记忆效应的事实^[3], 我们应用了此法来改装 МИ-1305型质谱计。

试验表明: 改装后的仪器在减小记忆效应与延长离子源使用期方面均获得了较好的效果。现将仪器结构与试验结果分叙以下。

二、改装后仪器的结构

1. 样品输入系统

在电子轰击型的离子源中, 记忆效应、离子源的使用寿命都和UF₆与电离盒内壁的作用有关。如果 UF₆以很窄的分子束进入电离盒, 这就避免了与内壁的作用, 使记忆效应可以减到很小的程度。图1, 2是将 МИ-1305型质谱计(简称为130机)改为分子束进样系统原理图。

样品输入系统的结构如下: 在分析管道电离盒区域的上方开一个 $\phi 6$ 的孔, 焊接上一个带法兰的 $\phi 46 \times 4$ 的紫铜容器, 分子束形成器就安装在此容器内。在分子束形成器与容器壁之间平行位置上安装了一根用液氮冷却的冷冻器, 用来冷凝被准直孔挡掉的 UF₆ 气体。为了维持分子束进样装置附近足够高的真空度, 还单独安装了一台 GKB-10型水银扩散泵。

在分析管道电离盒区域的下方开一个 $\phi 30$ 的孔, 焊接上 $\phi 46 \times 4$ 的紫铜容器, 容器内安装一根用液氮冷却的冷冻器, 用来冷凝通过电离室后未被电离的 UF₆ 气体。为了提高电离盒区域的局部真空度, 也单独安装了一个 GKB-10 型水银扩散泵。

现用的分子束形成器是由75—80根平行细管组成的。平行细管由15片波浪形的金箔和

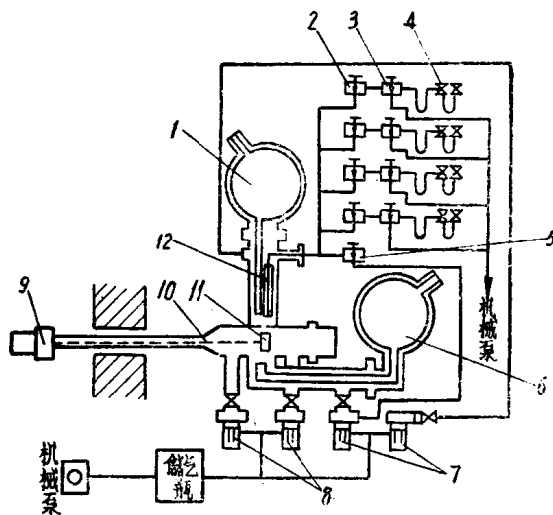


图1 MI-1305质谱计改装部分的原理图

1, 6 ——附加冷阱; 2 ——ДУ-2针阀; 3 —— ДУ-6 球阀; 4 ——取 样器; 5 —— ДУ-6 球阀 (反抽阀); 7 ——附加水银扩散泵; 8 ——主泵; 9 ——接收器; 10 ——离子束; 11 ——电离盒; 12 ——分子束形成器。

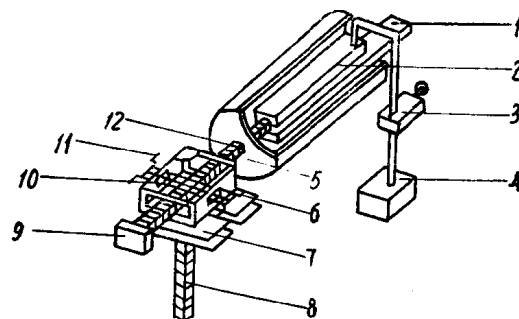


图2 离子源和分子束进样系统图

1 ——冷阱; 2 ——分子束形成器; 3 —— ДУ-2 针阀; 4 ——取 样器; 5 ——准直孔; 6, 11 ——阴极; 7 ——透镜系统; 8 ——离子束; 9 ——冷阱; 10 ——电离盒; 12 ——分子束形成器。

平板金箔交替迭置在 (2×1) 毫米² 截面的矩形槽内构成。金箔的厚度为0.02毫米，平行细管长70毫米，其平均直径约0.2~0.3毫米。

待分析的 UF_6 样品，首先要通过分子束形成器形成分子束，然后再经过 (2.5×1.5) 毫米² 矩形准直孔进入电离室，这就使 UF_6 气体与内壁碰撞的机会减少。进入电离盒的气体，在电子轰击下被电离，未被电离的气体由装在电离盒下方的冷冻器及时冷凝下来。

分子束系统的准直工作在安装时已调整好，使分子束能较好地进入电离盒中心处的电离区。

分子束进样装置包括四套进样系统，实验时只采用了其中的二套，每套进样系统由单独的 ДУ-2针阀控制进样量。

2. 离 子 源

(1) 电离室 改用分子束进样装置后，将原来电离盒支架内的盒去掉，原电离盒支架作为电离盒，但高度增加了1毫米。分子束由原阴极方向进入电离盒。

在电离盒支架两侧中心位置开 (4×1.5) 毫米² 矩形孔，电子束由此孔进入电离盒。使电离区处于电离盒中心处，这样 UF_6 气体与内壁作用就会更小一些 (见图2)。

阴极用厚0.03毫米、宽0.6毫米的钽带点焊在无磁不锈钢片支架上制成。

(2) 永久磁铁 由于阴极位置的变更，永久磁铁位置由原垂直方向改为水平方向，其磁场强度约为350奥斯特。

(3) 离子光学系统 基本上采用原仪器的离子光学系统。只因电离区中心后移1毫米，为了适应正离子引出的需要，将拉出电压及聚焦电压作了适当提高。

三、改装后仪器的主要性能

1. 仪器真空度

仪器分析管道内的真空度，主要仍由分析室和离子源区域的二个水银扩散泵（见图 1 中 8）来获得（在原设计位置）。改装后在电离盒上下两部分增加了两个体积为 3 升的不锈钢冷阱及两个附加水银扩散泵（见图 1 中 1, 6 及 7），仪器的真空度要比原来高。

正常工作情况下，主泵和附加水银扩散泵同时工作，离子源及分析室两边电离真空计指示的真空度均在 1×10^{-7} 毫米汞柱。当 1, 6 两个冷阱加液氮后（每加满一次可维持 24 小时以上）离子源电离真空计指示可达 $(6-8) \times 10^{-8}$ 毫米汞柱。用汞峰作比较，加注液氮后汞峰值明显减小 10—15 倍。可见改装后电离区的局部真空度明显提高了。这是 UF_6 气体进入电离盒后仍能保持分子束形式的有利条件，同时冷冻器将未电离的气体冷凝下来，这就使记忆效应有可能降低。

2. 仪器分辨本领

现用的离子源出口狭缝宽度为 0.1 毫米，接收器狭缝宽度为 0.35 毫米，当加速电压为 2800 伏时，仪器的分辨本领仍可达 300 左右（5 % 峰高时）（见图 3）。 $^{235}UF_6^+$ 与 $^{238}UF_6^+$ 离子峰能完全分开（见图 4）。



图 3 水银质谱图

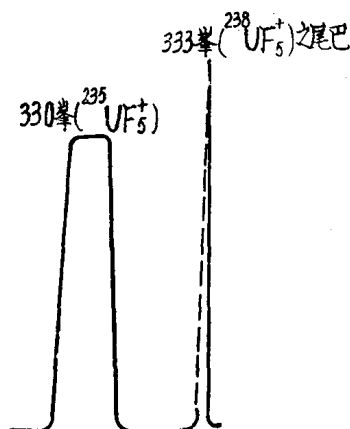


图 4 样品峰(UF_6^+)质谱图

四、试验结果

1. 仪器准备

(1) 仪器真空度及分辨本领按上述要求进行调整，特别注意离子源的清洗及阴极除气。

(2) 接收器二次电子应小于 0.01 %。

(3) 样品净化，按一般步骤即可，这样进入仪器的样品都很干净（见图 4）。在离