Archive of SID

مقاله نامه هفتمین کنفرانس ملّی خلأ ایران
دانشگاه مازندران
۲۰و۲۱ آبان ۱۳۹۴

# طراحی سیستم گاززدای تحت خلاء فیلامان های دستگاه طیف سنج جرمی یونش حرارتی

**احمدی ، افسانه ؛کوثری، محمدرضا ؛ معینی، مهدی**

*پژوهشکده چرخه سوخت هسته ای، پژوهشگاه علوم و فنون هسته ای، سازمان انرژی اتمی ایران*

## چکیده

*دستگاه طیف‌سنج جرمی یونش حرارتی (TIMS) یکی از مهمترین سیستم‌های آنالیز ایزوتوپی می‌باشد که در صنعت هسته‌ای از اهمیت فوق‌العاده‌ای برخوردار است. محدودیت‌های موجود در زمینه‌ی تهیه‌ی فیلامان‌های دستگاه و نقش اساسی دستگاه گاززدایی فیلامان در هزینه و زمان آنالیز ایزوتوپی نمونه‌ها، ایده‌ی طراحی دستگاه گاززدایی فیلامان تحت خلاء (Vacuum Degasser) را ایجاد نمود. با طراحی این دستگاه دو هدف مهم تامین می‌گردد، اول: انجام مرحله‌ی Degas فیلامان‌های رنیومی قبل از آنالیز که همواره در محفظه اصلی یونش دستگاه طیف‌سنج جرمی انجام می‌گرفت، توسط دستگاه جدید انجام خواهد شد. دوم: به منظور دوباره بکارگیری فیلامان‌های کارکرده می‌توان با تمیزکاری و احیاء آنها در دستگاه Degasser تا حدود زیادی مشکل تامین فیلامان‌ها را مرتفع نمود. هرچند آنالیز ایزوتوپی به روش TIMS یک روش بسیار دقیق و با حساسیت بالا است اما در عین حال یک روش وقت‌گیر و پرهزینه نیز می‌باشد.در این مقاله طراحی سیستم Vacuum Degassing فیلامان های دستگاه طیف سنج جرمی یونش حرارتی انجام شده است و انتظار می رود در صورت ساخت این دستگاه صرفه جویی قابل قبولی در زمان و هزینه هر آنالیز فراهم گردد.*

# Design of Vacuum Filament Degassing System for Thermal Ionization Mass Spectrometer

**Ahmadi, Afsaneh ; Kowsari, Mohammadreza; Moenie, Mahdi**
*Nuclear Fuel Cycle Research and Technology Institute, Atomic Energy Organization of Iran*

## Abstract

*Thermal ionization mass spectrometer (TIMS) is one of the most practical instruments in isotopic analysis field which is important in nuclear industry. Existing restriction on supplying filament of TIMS device from one side and essential role of vacuum degasser in cost and time of isotopic analysis of samples on the other hand, drew attention to design a vacuum degassing filament system. Designing of this system satisfies two important goals: first, performing of the Rhenium filament degassing by new degasser vessel, in which it was been already performed by TIMS. Second, by cleaning and regeneration of the used filaments, the issue of restriction on filament supply can largely solved. It seems that the TIMS method is an effective and more-sensitive way for isotopic analysis; however, it is a method taking a lot of time and cost. Design of vacuum degassing for filament of thermal ionization mass spectrometer was subject of the current study and, it hope that by designing the vacuum degasser system, a thrifty will be achieved in the time and cost of isotopic analysis process.*

**مقدمه**

آنالیز جرمی و ایزوتوپی توسط روش های متفاوتی از جمله طیف سنجی نوری، طیف سنجی جرمی و فعال سازی نوترونی انجام می گیرد. روش طیف سنجی جرمی به دلیل دقت نتایج و انجام آنالیز تحت شرایط قابل کنترل، دارای کاربرد گسترده ای است. نتایج حاصل از اندازه گیری فراوانی ایزوتوپی عناصر در صنایع گوناگون از جمله هسته ای، پزشکی، زمین شناسی و کشاورزی کاربرد دارد. آنالیز ایزوتوپی در صنعت هسته ای در بخش های مختلف چرخه سوخت هسته ای اهمیت بالایی داشته و از دستگاه طیف سنج جرمی با یونش حرارتی(Thermal ionization mass spectrometer) MAT-260 برای این منظور استفاده می شود. دستگاه MAT-260



www.SID.ir

Archive of SID



(شکل ۱) جهت اندازه گیری نسبت های ایزوتوپی نمونه های طبیعی و مصنوعی عناصر محیطی و آزمایشگاهی به کار می رود.

قطعات و مواد مورد نیاز چنین دستگاههایی علاوه بر قیمت بالایی که دارند براحتی در دسترس نمی باشند. علاوه بر این، نگهداری و استفاده از چنین تجهیزاتی با توجه به کاربرد فراوانی که در صنعت هسته ای و صنایع دیگر دارند، اهمیت بالایی دارد. به همین جهت، ایده‌ی طراحی دستگاه گاززدای تحت خلاء (Vacuum Degasser) به دلیل وجود محدودیت‌های موجود در زمینه‌ی تهیه‌ی فیلامان‌های دستگاه و نقش اساسی این قطعه در هزینه و زمان آنالیز ایزوتوپی نمونه‌ها مطرح گردید.

## روش کار

### ۱. دستگاه طیف‌سنج یونش حرارتی MAT-260

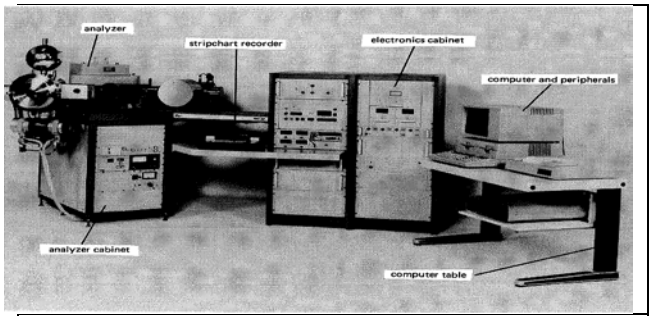
عملیات آنالیز ایزوتوپی در دستگاه MAT-260 تحت خلاء انجام می شود زیرا ایجاد یون ها در محفظه چشمه یونی تحت خلاء($10^{-4}$-$10^{-6}$Torr) ممکن است و برای انتقال و تفکیک یون ها در محفظه آنالیزور جرمی و بالاخره جمع آوری و آشکار سازی در محفظه دتکتور وجود خلا فوق بالا ($10^{-7}$-$10^{-10}$Torr) ضروری است. با توجه به محدوده خلاء مورد نیاز دستگاه طیف سنج جرمی امکان ایجاد چنین شرایطی توسط یک سیستم خلاء شامل یک پمپ روتاری( روغنی گردشی) به عنوان پمپ اولیه جهت پیش خلا کردن و نگهداری فشار پایین لازم در خروجی پمپ توربو مولکولار تا فشار $10^{-3}$Torr ، یک پمپ توربو مولکولار، که دارای سرعت تخلیه زیاد 330 L/S و سرعت چرخش در حدود 24000rpm است برای فراهم کردن فشار نهایی حدود $10^{-8}$ Torr وبالاخره دو پمپ یونی، با سرعت تخلیه 20 L/S برای رساندن فشار نهایی محفظه آنالیزور جرمی و دتکتور به مقدار ($<3*10^{-9}$ Torr) فراهم می شود. برای انجام آنالیز ایزوتوپی از نوار رینیومی با ضخامت ۰/۰۴mm، پهنای ۰/۷mm و درصد خلوص ۹۹/۹۸ به عنوان فیلامان استفاده می شود. قبل از نمونه گذاری ابتدا نوار رینیومی به طول مناسب بریده می شود و با کمک دستگاه جوش نقطه‌ای به پایه‌های نگهدارنده متصل می‌گردد. سپس فیلامان‌ها در خلاء $10^{-6}$mbar و تحت جریان 4A به مدت بیست دقیقه به منظور گاززدایی حرارت داده می‌شوند. این کار به دلیل کاهش پیک زمینه و نیز حذف آلاینده‌های سطحی از روی فیلامان، از اهمیت فوق‌العاده‌ای برخوردار است.

فیلامان های به کار گرفته شده در دستگاه طیف سنج جرمی به دلایل زیر باید گاززدایی حرارتی(پخت) تحت خلاء شوند:

- زدودن آلاینده های آلی از سطح فیلامان (مثل اثر انگشت و باقیمانده حلال ها)
- حذف کردن ناخالصی ها از فیلامان که ممکن است بر فرآیند یونش مؤثر باشند. (مثل Na، K، Ca و Ba).
- حذف کردن ناخالصی ها از فیلامان که ممکن است بر نتایج اندازه گیری شده تأثیر داشته باشند. (مثل 40K، 40Ca، 87Rb روی 87Sr و 58Ni روی 58Fe).
- حذف کردن لایه های اکسید رینیوم که بر فرآیند آماده سازی نمونه تأثیر می‌گذارد.
- برای حذف تنش باقی مانده در مواد فیلامان. بنابراین از تغییر شکل دادن فیلامان در طول فرآیند اندازه گیری به طور گسترده ای جلوگیری می‌شود.
- برای حذف ناخالصی‌های موجود در محیط و نیز موجود در مواد فیلامان مثل Ca، Rb، Ba، Pb و U).

### ۲. دستگاه Degasser

سیستم‌های گاززدای تحت خلا یک محفظه یا اطاقک هستند که فشار داخلی آن بسیار کم است. بنابراین هوا و دیگر ناخالصی‌های گازی مثل بخار آب و حتی فولاد ذوب شده را به کمک این تجهیز می‌توان از قطعات مورد نظر خارج کرد. پس از خارج شدن هوای محفظه خلا و کاهش فشار به حد کافی، نیروی لازم برای خارج سازی آلاینده‌ها از مواد فراهم می‌گردد.




شکل ۱. دستگاه طیف سنج جرمی با یونیزاسیون حرارتی MAT-260



www.SID.ir

Archive of SID



یک محفظه تحت خلا بالا می تواند با کاربردهای مختلفی مثل آزمون محصول و کاربردهای آزمایشگاهی مورد استفاده قرار گیرد. این سیستم اجازه می دهد که کاربر، محصولات یا مواد مختلف را تحت یک شرایط خاص، بررسی نماید. برخی از این شرایط قابل کنترل در دستگاه گاززدای تحت خلا عبارتند از فشار، رطوبت، دما، تابش‌های الکترومغناطیس، تابش‌های ریزموج، وزن مخصوص، چگالی و فشار بخار.

### ۳. اصول و قواعد گاززدایی

۱- در طی فرآیند گاززدایی مقدار زیادی گاز منتشر می‌گردد. بنابراین بهتر است از تجهیز جانبی به جای خود دستگاه برای این فرآیند استفاده شود. چنانچه از دستگاه طیف سنج برای گاززدایی استفاده می شود از پوشش های کاملا بسته روی فیلامان ها استفاده شود تا آلودگی ها به لنزهای الکتروستاتیکی چشمه یونی دستگاه منتقل نشوند.

۲- پیش از آغاز پخت فیلامان‌ها باید خلاء در محدوده ی $10^{-6}$ میلی بار باشد. به این ترتیب در اثر نیروی حاصل از پمپ های خلاء بخارات منتشر شده به بیرون محفظه جریان یافته و از آلودگی دیگر اجزاء به وسیله گاز های باقیمانده جلوگیری می شود.

۳- استفاده از تله نیتروژن برای افزایش سرعت پمپ شدن بخارات تراکم پذیر حائز اهمیت است. همچنین استفاده از این تله در فرآیند سردشدن مهم است. چرا که فیلامان‌ها خیلی سریع‌تر از نگهدارنده خود سرد می شوند. برای بخارات مجدد متراکم شده می توان به مدت ۵ تا ۱۰ ثانیه با همان جریان به کار رفته در پخت، فیلامان‌ها را روشن کرد.

۴- دمای گاززدایی باید تا ۲۰ درصد بیشتر از دمایی که بعداً فیلامان برای اندازه گیری به کار گرفته می شود، باشد و نهایتاً باید ۱۵۰۰°c (حدوداً 3A) باشد. بایستی توجه نمود که دمای خیلی بالا، فرآیند تمیزکاری را شتاب نخواهد داد اما ممکن است خلاء را خراب کند و یا قسمت های عایق یا نارسانا را آلوده نماید. برای عناصر زیر دماهای توصیه شده در جدول ۱ آمده است:

جدول ۱: دماهای مطلوب جهت گاززدایی عناصر مختلف

| عنصر | دمای Degassing |
|---|---|
| سدیم | بیش از ۸۰۰ °c |
| پتاسیم | بیش از ۸۰۰ °c |
| کلسیم | ۱۴۰۰ °c تا ۱۷۰۰ °c |
| روبیدیم | ۹۰۰ °c تا ۱۳۰۰ °c |
| باریم | ۱۴۰۰ °c تا ۱۷۰۰ °c |

۵- زمان حرارت‌دهی احتمالاً باید طولانی در نظر گرفته شود چرا که فرآیند تبخیر از یک تابع نمایی تبعیت می‌کند. یک دوره پخت طولانی در دمایی کمی بیشتر از دمای اندازه‌گیری برای فیلامان هایی که قرار است در اندازه گیری عناصر دارای تداخل (مثل Ca و Ba) یا دارای اثر بر یونش (مثل Ba هنگام اندازه گیری Nd) بکار گرفته شوند ، بایستی اعمال شود.

۶- وقتی پخت دو فیلامان به طور همزمان انجام می گیرد، برای هر دو فیلامان پارامترهای یکسان در نظر گرفته شود تا از آلوده شدن فیلامانی که با دمای کمتر کار می کند جلوگیری شود.

۷- فیلامان و بدنه آن پس از عملیات پخت باید حدوداً یک ساعت خنک شوند. در غیر اینصورت در معرض اتمسفر قرارگرفتن فیلامان داغ می تواند سبب اکسید شدن سریع آن گردد. اگر زمان کافی وجود ندارد، حداقل بایستی ۱۵ دقیقه صبر کرد و سپس عملیات شکستن خلاء را با به کار گرفتن گاز بی اثر و خشک، انجام داد.

## بحث و نتایج

در طراحی اولیه دستگاه گاززدای تحت خلا، نیازها و اهداف مد نظر قرار گرفته شد و با توجه به برخی دستگاههای مشابه ایده-



www.SID.ir

Archive of SID



هایی مطرح گردید. برخی ویژگی های کلی این دستگاه که از جنس استیل زنگ‌نزن ساخته می‌شود، به شرح جدول۲ است.

جدول ۲: برخی ویژگی‌های ابعادی و فیزیکی دستگاه گاززدای تحت خلا

| تجهیزات فیزیکی | مشخصه |
|---|---|
| قطر دهانه محفظه | ۵۰۰ میلی متر |
| ارتفاع مخزن | ۴۰۰ میلی متر |
| قطر پنجره | ۱۰۰میلی متر |
| فیدترو | ۸ کاناله |
| خروجی چند منظوره DN: 25 | ۲ عدد |
| خروجی چند منظوره DN: 13 | ۲ عدد |
| خروجی DN: 25 | ۱ عدد |
| شیر پروانه‌ای DN: 100 | ۱ عدد |
| فشار داخلی | ۶-۱۰ تور |

اجزای اصلی دستگاه گاززدای تحت خلاء عبارتند از :

۱- محفظه خلاء، پایه‌های فیلامان، درب محفظه، خروجی محفظه، خروجی‌های چند منظوره

۲- پمپ‌ها شامل پمپ روغنی گردشی ( Rotary Oil – sealed pump) و پمپ ملکولی توربو

۳- خلاءسنج‌ها شامل خلاءسنج پیرانی و خلاء سنج یونی

## نتیجه گیری

در این مقاله، با مطالعه منابع علمی و بررسی سوابق موضوعی، طراحی مفهومی دستگاه گاز زدای تحت خلا فیلمانهای دستگاه طیف سنج جرمی با یونش حرارتی صورت پذیرفت، سپس با شناسایی عوامل و فاکتورهای تاثیرگذار بر طراحی دستگاه، مدل پایه طراحی گردید. در مرحله بعد با توجه به اطلاعات جمع‌آوری شده از مراکز طراحی تجهیزات خلاء، امکان سنجی طراحی انجام شد. طراحی تجهیزات الکترونیکی مورد نیاز نیز در همین راستا بررسی گردید. ساختار این دستگاه شامل موارد ذیل می‌باشد:

۱- محفظه‌ی خلاء دارای فلنج پنجره‌دار

۲- رابط الکتریکی خلاء حداقل دارای ۱۲ کانال

۳- منبع تغذیه و برد الکتریکی

۴- پمپ‌های خلاء شامل روتاری و دیفیوژن

۵- خلاء سنج‌های خلاء بالا و خلاء پایین

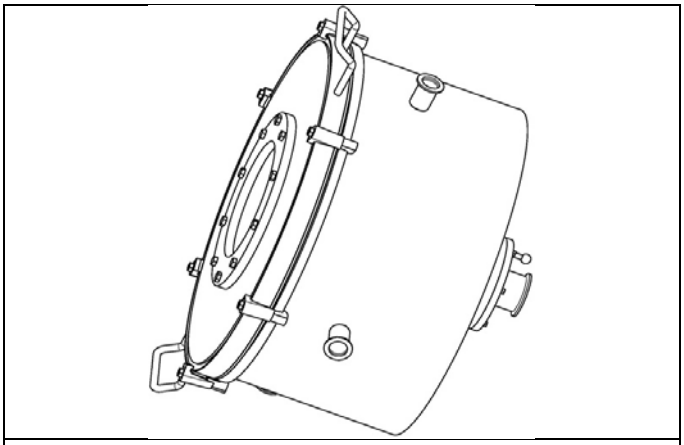
۶- شیر خلاء شکن

۷- سکوی فیلامان‌ها و میز چرخ‌دار

با توجه به نوع طراحی و لزوم رعایت سهولت و صرفه مالی در طراحی محفظه گاززدایی (شکل ۲) و نیز دست‌یافتن به بهترین راندمان در آماده‌سازی فیلامان‌ها برای آنالیز در دستگاه طیف سنج جرمی تجهیزات زیر انتخاب گردید (جدول ۳).

جدول۳: مشخصات تجهیزات مورد نیاز برای طراحی دستگاه گاززدای فیلمان تحت خلاء

| نوع تجهیز | کاربرد |
|---|---|
| پمپ گردشی روغنی | تأمین خلاء تا $10^{-3}$ تور |
| پمپ ملکولی توربو | تأمین خلاء تا $10^{-7}$ تور |
| خلأ سنج یونی | سنجش خلاء پایین و بالا |
| رابط الکتریکی ۱۲ کاناله | تأمین برق فیلامان‌ها |
| منبع تغذیه | تأمین آمپر لازم تا حد 3A |
| شیر خلاء شکن | شکستن خلاء |
| شیر پروانه‌ای | جداسازی فضای پمپ توربوملکولار ازمحفظه قبل از رسیدن به خلاء $10^{-3}$ تور |
| شاسی و کابینت | جهت نگهداری پمپ‌ها و محفظه به طور ساکن و ایمن |
| محفظه | جهت جایگذاری فیلامان ها |



شکل ۲: شماتیک دستگاه گاززدای تحت خلاء

## مرجع‌ها

**[1].**www.geology.utoronto.ca/facilities
**[2].** Vacuum Technology its Foundations Formulae and Tables, *Leybold-Heraeus GMBH Catalogue*,1986, pp.(29-30
**[3].** M. Audi, Pumping speed of sputter ion pumps, *Vacuum* 38 (8-10), (1988) pp. 669
**[4].** J.M. Lafferty; " *Foundations of vacuum science and technology*" ,1998
**[5].** M. Audi, Ion pumps, *Vacuum* 37 (8-9), (1987) pp. 629



www.SID.ir