

## Прецизионный электромагнит для масс-спектрометра

© Н.Н. Аруев, Е.Л. Байдаков, Б.А. Мамырин

Физико-технический институт им. А.Ф. Иоффе РАН,  
194021 Санкт-Петербург, Россия  
e-mail: aruev.mass@mail.ioffe.ru

(Поступило в Редакцию 8 июня 2006 г.)

Разработан, изготовлен и исследован прецизионный электромагнит с диапазоном изменения индукции от 0.05 до 0.5 Т для магнитного резонансного масс-спектрометра с расчетной разрешающей способностью порядка  $10^6$ . Неоднородность магнитного поля  $\Delta B/B_0$  на круговой орбите диаметром 400 мм, по которой движется ионный пучок, не превышает  $\pm 1 \cdot 10^{-5}$  от поля  $B_0$  в центре магнитного зазора. Нестабильность магнитного поля в любой точке орбиты в течение нескольких минут, достаточных для регистрации масс-спектров, меньше  $10^{-6}$ .

PACS: 07.75.+h, 07.55.Db

### Введение

Одним из основных элементов строящегося магнитного резонансного масс-спектрометра (МРМС) с расчетной разрешающей способностью  $\sim 10^6$ , который предполагается использовать для точного измерения масс атомов стабильных и долгоживущих изотопов, а также ряда электромагнитных физических констант, является прецизионный электромагнит с диапазоном изменения индукции магнитного поля 0.05–0.5 Т.

Принцип действия МРМС был подробно рассмотрен в ряде работ [1,2]. Напомним, что траектория движения ионов в этом приборе представляет собой плоскую спираль с увеличивающимся радиусом. При движении от источника до детектора исследуемые ионы совершают два оборота в однородном магнитном поле, дважды проходя трехэлектродный модулятор (рис. 1). Рабочей орбитой прибора является окружность с радиусом  $r_1$ , по которой двигаются ионы между первым и вторым прохождением модулятора. Боковые электроды модулятора заземлены, а на центральный подается высокочастотное синусоидальное напряжение частотой  $f \approx n f_c$ , где  $f_c = qB_0/M$  — циклотронная частота ионов с массой  $M$  и зарядом  $q$  в однородном магнитном поле  $B_0$ , направленном перпендикулярно плоскости движения ионов. Коэффициент кратности  $n$ , называемый номером гармоники, равен ближайшему целому числу к отношению  $f/f_c$ . При заданной разрешающей способности МРМС  $R = M/\Delta M = f/\Delta f \approx 10^6$ , где  $\Delta M$  и  $\Delta f$  — ширина линии масс-спектра в единицах массы и частоты соответственно, требования к стабильности частоты, амплитуды и фазы модулирующего напряжения являются чрезвычайно высокими и жесткими. Точно так же необходимо обеспечить высокую однородность и стабильность магнитного поля на рабочей орбите движения ионов. Однако это не означает, что для достижения разрешающей способности  $\sim 10^6$  значение неоднородностей магнитного поля на рабочей орбите  $\Delta B/B_0$  должно быть  $\approx 10^{-6}$ . Возможность работы прибора на высоких гармониках циклотронной частоты

$n \gg 1$  снижают требования к однородности магнитного поля, в строящемся приборе  $n = 200$ .

Неоднородности магнитного поля влияют на разрешающую способность и чувствительность масс-спектрометров несколькими путями:

- 1) увеличивают геометрические размеры ионного пучка;
- 2) искажают изображение выходной щели источника в плоскости выходной щели анализатора;
- 3) изменяют период циклотронного движения ионов  $T_c$  по сравнению с  $T_0$  в однородном магнитном поле  $B_0$ .

Эти три составляющие в данном случае можно считать независимыми друг от друга, и их влияние на параметры движения ионов в приборе и на аналитические характеристики МРМС суммируется.

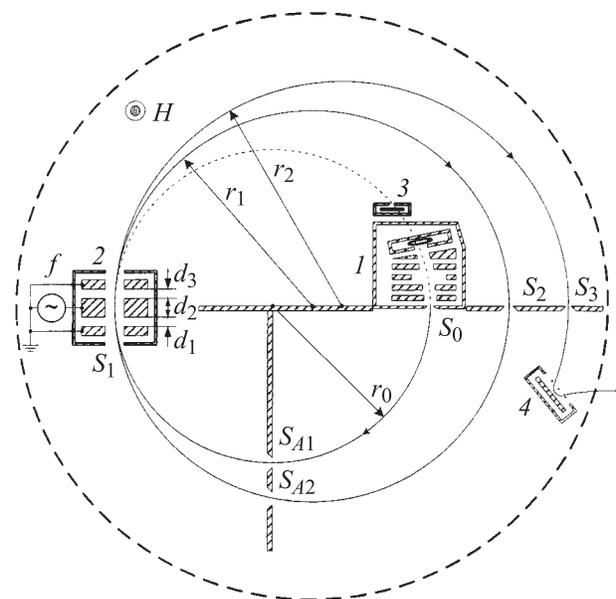


Рис. 1. Схема МРМС. 1 — источник ионов; 2 — модулятор; 3 — коллектор ионов; 4 — отражатель ионов.

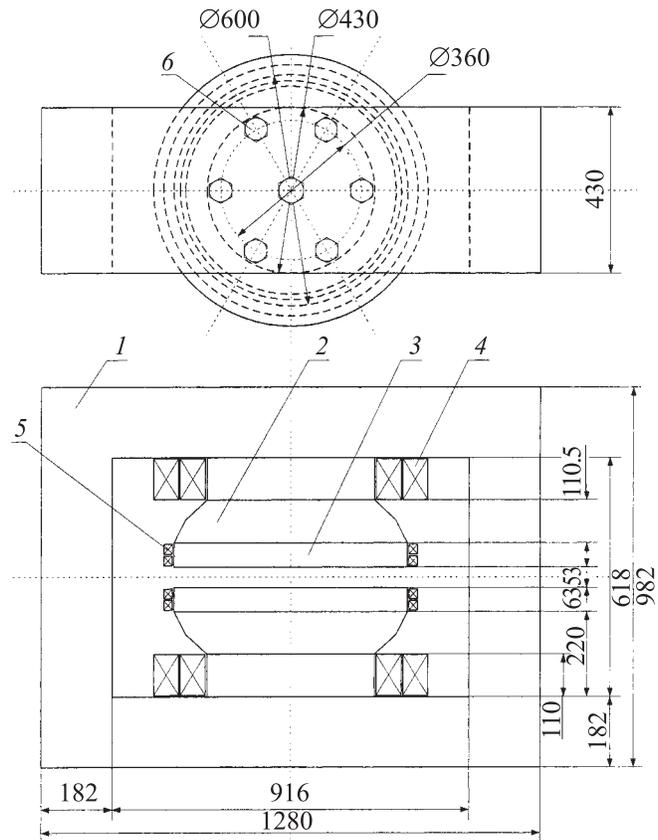
Теоретические оценки влияния неоднородностей магнитного поля на уширение пучка и искажение изображения для МРМС являются чрезвычайно сложными, и нахождение аналитического или матричного решения, как, например, в случае магнитного статического прибора [3] или радиочастотного масс-спектрометра по схеме L.G. Smith [4], вряд ли возможно. Численное моделирование работы МРМС [5] и соответствующие оценки показывают, что для достижения разрешающей способности МРМС  $\sim 10^6$  на полувысоте линии масс-спектра достаточно, чтобы вертикальная составляющая неоднородности магнитного поля на рабочей орбите  $\Delta B_z/B_0$  была на уровне  $\sim 10^{-5}$ . Косвенным подтверждением этой оценки может служить тот факт, что на макете МРМС [2] нами была достигнута разрешающая способность  $3.5 \cdot 10^5$  при уровне неоднородности магнитного поля на рабочей орбите  $\Delta B_z/B_0 \approx 10^{-4}$  при  $B_0 \approx 0.12$  Т и  $n = 100-110$ .

Что касается влияния неоднородностей магнитного поля на период циклотронного движения ионов на рабочей орбите МРМС, то способ измерения всех трех составляющих неоднородности магнитного поля  $\Delta B_z$ ,  $\Delta B_\rho$  и  $\Delta B_\phi$  был детально представлен в работе [6]. Там же приведена методика расчета изменения циклотронного периода  $\Delta T_c$  ионов за счет всех составляющих неоднородности магнитного поля по сравнению с циклотронным периодом  $T_0$  в однородном магнитном поле  $B_0$ .

## Устройство электромагнита

Исходя из требования получения максимально возможной однородности магнитного поля на круговой рабочей орбите диаметром  $\sim 400$  мм был рассчитан, сконструирован и изготовлен прецизионный электромагнит с диапазоном изменения индукции магнитного поля 0.05–0.5 Т. В соответствии с принципом работы МРМС вакуумная камера масс-анализатора располагается в зазоре между полюсными наконечниками магнита и определяет высоту зазора. При высоте каюты  $\sim 50$  мм высота зазора была выбрана равной 53 мм. Этот размер, в свою очередь, повлиял на размер полюсных наконечников электромагнита. Как показал анализ работ по созданию магнитов с высокой однородностью магнитного поля ( $\Delta B/B = k \cdot 10^{-5}$ ) в большом объеме [7–9], рабочая орбита должна отстоять от края полюсного наконечника не менее, чем на 1.5 ширины межполюсного зазора, чтобы исключить влияние краевых эффектов на однородность поля на орбите. Так как наши требования к однородности выше, чем в указанных работах, был выбран диаметр полюсного наконечника 600 мм. Таким образом, рабочая орбита отстоит от края полюсного наконечника на 1.9 ширины межполюсного зазора.

В то же время при таком диаметре полюсных наконечников их края, ближайšie к вертикальным стойкам ярама, располагаются на расстоянии  $\sim 3$  ширины зазора,



**Рис. 2.** Схематическое изображение прецизионного магнита; 1 — яро; 2 — магнитные полюса; 3 — полюсные наконечники; 4 — катушки питания; 5 — катушки развертки и стабилизации магнитного поля; 6 — болты крепления полюсных наконечников.

и это препятствует оттягиванию магнитного поля в яро (рис. 2).

Ш-образное яро электромагнита отлито из арможелеза, полюса грибовидной формы изготовлены из железа, полученного при двойном электрошлаковом переплаве. Полюсные наконечники сделаны из железа двойного электрошлакового переплава с последующей ковкой и отжигом при температуре порядка  $950^\circ\text{C}$  в атмосфере водорода в течение 4 ч для получения максимально однородной структуры металла, а следовательно, и однородности магнитного поля.

Максимальное значение индукции магнита составляет  $\sim 0.5$  Т, а величина магнитной индукции насыщения  $B^*$  для мягких сортов железа  $\sim 1$  Т [8], это позволило применить грибовидную форму полюсов, при которой их сечение плавно увеличивается от  $\sim 1400$  см<sup>2</sup> в месте стыка с яром до  $\sim 2800$  см<sup>2</sup> в местах сопряжения с полюсными наконечниками, получить при относительно небольшой массе магнита ( $\sim 4000$  кг) однородное магнитное поле в большом объеме магнитного зазора. По этой же причине полюсным наконечникам была придана простая цилиндрическая форма с радиусом закругления краев порядка 2 мм, а не десятков миллиметров или

закругления по логарифмической кривой, как в работах [7,8,10].

Большое внимание при конструировании было уделено способу крепления магнитных полюсов к ярму и полюсных наконечников к полюсам. Каждый из полюсов крепится к ярму семью болтами из низкоуглеродистой мягкой стали, причем один болт располагается в центре полюса на оси симметрии ярма, а шесть расположены на окружности диаметром 360 мм через 60°. Три из шести болтов (через один), а также центральный притягивают полюс к ярму, а остальные три отжимают. Болты крепления верхнего и нижнего полюсов смещены друг относительно друга на 30°. При конструировании магнита полагалось, что болты крепления полюсов будут служить своеобразными шиммами со сложным механизмом действия.

Во-первых, материал болтов обладает магнитными свойствами, отличными от материала полюсов. Во-вторых, при закручивании или выкручивании болтов происходит локальное перераспределение магнитного потока из-за изменения площади соприкосновения материала болтов с материалом полюсов. В-третьих, при регулировке болтов может изменяться контакт полюсов с ярмом. И, в-четвертых, при этих процессах не исключены прогибы, смещения и другие виды механических напряжений в полюсных наконечниках, которые, вероятно, могут влиять на однородность магнитного поля в зазоре. В процессе юстировки магнита и регулировки однородности магнитного поля на рабочей орбите авторы путем закручивания или выкручивания болтов могли дозированно, предсказуемо и достаточно тонко изменять величину индукции магнитного поля в определенных зонах (по крайней мере, ее вертикальную составляющую  $\Delta B_z$ ) на уровне  $10^{-6}$  от поля  $B_0$  в центре зазора.

Крепление полюсных наконечников к полюсам осуществлено 24 винтами М5 из мягкого железа, расположенными по краю полюсов на окружности диаметром 570 мм. Влияние этих винтов на однородность поля на рабочей орбите исчезающе мало и поэтому практически не исследовалось.

При изготовлении и юстировке электромагнита самое пристальное внимание уделялось чистоте обработки поверхностей полюсных наконечников, параллельности плоскостей, образующих магнитный зазор, а также соосности установки полюсных наконечников. Как следует из [11], величина неоднородности магнитного поля зависит от непараллельности магнитного зазора следующим образом:

$$(B - B_0)/B_0 = -c(d - d_0)/d_0,$$

где  $B_0$  и  $B$  — индукция в геометрическом центре зазора и исследуемой точке рабочей области магнита,  $d_0$  и  $d$  — ширина зазора в центре и исследуемой точке,  $c$  — эмпирический коэффициент,  $0.66 \leq c \leq 0.75$ . При установленных ширине магнитного зазора  $d_0 \sim 53$  мм

и требуемой однородности магнитного поля на орбите  $\Delta B/B \sim 10^{-6}$  это означает, что параллельность полюсных наконечников должна быть выдержана с погрешностью  $0.07-0.08 \mu\text{m}$ , что на порядок превосходит реально достижимую точность оптических измерений. Поэтому установка полюсных наконечников производилась с помощью трех мерных кварцевых столбиков высотой 53 мм, погрешность изготовления которых составляла  $\leq 1 \mu\text{m}$ .

Требование к параллельности плоскостей, образующих магнитный зазор, автоматически определяет требование к чистоте обработки поверхностей полюсных наконечников. Они были обработаны с оптической точностью, и их отклонение от плоскости не превышало  $\pm 1 \mu\text{m}$ .

Несоосность выставления (сдвиг) полюсных наконечников может повлечь за собой увеличение неоднородности поля на рабочей орбите. В работе [12] на основе экспериментальных данных было получено эмпирическое соотношение, которое гласит, что относительное смещение  $\kappa = \Delta x/D$  (где  $\Delta x$  — линейное смещение, а  $D$  — диаметр полюсных наконечников) на  $10^{-4}$  приводит к дополнительной неоднородности магнитного поля в зазоре на  $10^{-6}$ . Отсюда следует, что в нашем магните несоосность полюсников не должна превышать 0.06 мм. Очевидно, что погрешности изготовления (диаметры) полюсных наконечников также не должны превышать эту величину. В действительности погрешность изготовления полюсных наконечников составила 0.05, а соосность их установки лежит в пределах 0.05–0.1 мм.

Магнитное поле в зазоре образуется за счет протекания стабилизированного постоянного электрического тока через 7 включенные параллельно катушки, закрепленные с помощью каркасов по 2 на верхнем и нижнем полюсах. Общее сопротивление катушек питания — 3  $\Omega$ . На полюсах магнита также закреплены 2 пары катушек обратной связи и развертки магнитного поля. Опорное сопротивление схемы питания магнита выполнено из параллельно включенных марганитовых спиралей общим сопротивлением 0.1  $\Omega$ . Катушки питания и опорное сопротивление охлаждаются водой. С помощью

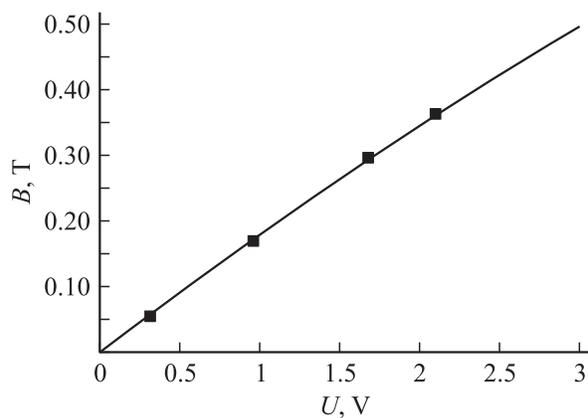


Рис. 3.

переменного сопротивления в блоке управления можно устанавливать с высокой точностью любое значение опорного напряжения в диапазоне 0–3 В и изменять индукцию в пределах 0.05–0.5 Т. Кривая намагничивания приведена на рис. 3.

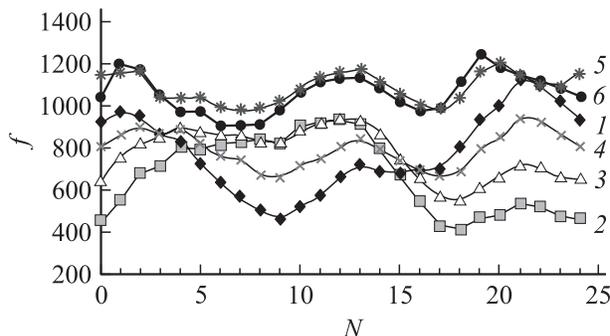
В зазоре электромагнита размещается датчик ядерной стабилизации магнитного поля, содержащий 4 ампулы со слабым раствором медного купороса в воде. Три ампулы диаметром 10 мм используются для стабилизации поля на частотах: 7.23 (что соответствует индукции 0.172 Т), 12.58 (0.295), 15.32 МГц (0.359 Т) и ампула диаметром 15 мм для частоты 2.34 МГц (0.055 Т). Опорные значения частот ядерного магнитного резонанса (ЯМР) стабилизации выбраны так, чтобы равномерно охватывать весь диапазон изменения индукции.

## Результаты исследований

Исследования неоднородности индукции магнитного поля на рабочей орбите движения ионов диаметром 400 мм проводились с помощью 2 датчиков ЯМР, установленных на специальном координатном устройстве. Первый опорный датчик является неподвижным и располагается в геометрическом центре магнитного зазора, а второй перемещается по рабочей орбите и может фиксироваться в 24 точках окружности. Измеряя частоты сигналов ЯМР от двух датчиков, мы определяем значения магнитной индукции  $B_i$  в соответствующей точке на орбите и поля  $B_0$  в геометрическом центре зазора. Проведя эту процедуру в 24 точках орбиты, получим так называемую карту магнитного поля. Метод ЯМР позволяет измерять только модуль вектора поля  $|\mathbf{B}|$ , не давая информации о его направлении (составляющих вектора  $B_z$ ,  $B_\rho$  и  $B_\varphi$ ). Методика измерения составляющих вектора поля  $\mathbf{B}$  была нами разработана ранее [6], но на данном этапе исследований не применялась.

На рис. 4 приведены карты магнитного поля. Кривые 1–4 соответствуют распределению поля на орбите в процессе юстировки магнита, 5 и 6 сняты в другие дни. Как видно из рисунка, характер кривых сохраняется всегда. Амплитуды разбросов  $B_{i\max} - B_{i\min}$  на картах поля, снятых в разные дни, составляют от 200 до 400 Hz при  $B_0 = 14.412 \cdot 10^6$  Hz, т.е.  $\Delta B/B_0 = \pm(7 \cdot 10^{-6} - 1.5) \cdot 10^{-5}$ . В течение одного дня уровень магнитного поля в любой точке орбиты изменяется не более чем на  $\pm 2 \cdot 10^{-6}$ , что, вероятно, связано с дрейфом температуры в помещении или с температурой охлаждающей воды. Нестабильность поля в любой точке орбиты в течение нескольких минут, достаточных для записи масс-спектров, существенно меньше  $1 \cdot 10^{-6}$ .

При включении электромагнита в разные дни уровень поля может отличаться на  $\pm 1 \cdot 10^{-5}$  (см. рис. 4), что, вероятно, обусловлено гистерезисом магнитного поля в материалах ярма и полюсных наконечников и, по всей видимости, зависит от процедуры включения и выключе-



**Рис. 4.** Магнитное поле на орбите ( $N$  — точки орбиты). Частота ЯМР  $f = 14\,411\,000$  Hz. Средняя частота  $\langle f \rangle$  Hz: 1 — 14 411 785, 2 — 14 411 671, 3 — 14 411 774, 4 — 14 411 794, 5 — 14 412 089, 6 — 14 412 064; размах  $\Delta f$ , Hz: 1 — 661, 2 — 519, 3 — 388, 4 — 278, 5 — 220, 6 — 334;  $\Delta f/\langle f \rangle$ : 1 —  $4.6E \cdot 10^{-5}$ , 2 —  $3.6E \cdot 10^{-5}$ , 3 —  $2.7E \cdot 10^{-5}$ , 4 —  $1.9E \cdot 10^{-5}$ , 5 —  $1.5E \cdot 10^{-5}$ , 6 —  $2.3E \cdot 10^{-5}$ .

ния электромагнита. Эти эффекты требуют дальнейшего тщательного изучения.

Для оценки градиентов индукции  $\Delta B_z$  и  $\Delta B_\rho$  мы использовали датчик ЯМР со стеклянной ампулой с внешним диаметром  $\sim 6$  мм, наполненной водным раствором  $\text{CuSO}_4$ . Измерения проводились в разных точках на орбите движения ионов. В каждой из точек производилось пять серий измерений: в самой точке орбиты и при смещении центра ампулы на 2.0–2.5 мм вверх, вниз, к центру и от центра зазора. Измерения показали, что при вертикальных смещениях датчика изменения частот ЯМР лежат в пределах от 0 до  $\pm 40$  Hz, т.е.  $\Delta B_z/B_0 = 0 - \pm 1 \cdot 10^{-6} \text{ mm}^{-1}$ . Радиальные градиенты индукции в измеренных точках орбиты оказались несколько больше и достигали  $\pm 60$  Hz, т.е.  $\Delta B_\rho/B_0 = 0 - \pm 1.7 \cdot 10^{-6} \text{ mm}^{-1}$ .

## Заключение

Таким образом, сконструирован, построен и исследован прецизионный электромагнит с диаметром полюсных наконечников 600 мм и шириной межполюсного зазора 53 мм для магнитного резонансного масс-спектрометра, обладающий стабильным и однородным магнитным полем в большом объеме магнитного зазора. Пути дальнейшего повышения однородности магнитного поля на рабочей орбите движения ионов известны, но они будут иметь смысл только после исследований, связанных с гистерезисом магнитного поля, и нахождения оптимальных режимов включения и выключения электромагнита.

Авторы признательны одному из разработчиков, бывшему сотруднику Института аналитического приборостроения РАН Ю.Л. Клейману за помощь при настройке и юстировке прецизионного электромагнита.

## Список литературы

- [1] Мамырин Б.А., Французов А.А. // ПТЭ. 1962. № 3. С. 114–119.
- [2] Мамырин Б.А., Алексеенко С.А., Аруев Н.Н. // ЖЭТФ. 1981. Т. 80. № 6. С. 2125–2131.
- [3] Yagi K. // Nucl. Instr. and Methods. 1966. Vol. 36. P. 88–92.
- [4] Cock A., Le Gac R., De Saint Simon M. et al. // Nucl. Instr. and Methods. 1988. Vol. A271. P. 512–517.
- [5] Аруев Н.Н., Байдаков Е.Л. // ЖТФ. 1999. Т. 69. Вып. 4. С. 89–96.
- [6] Алексеенко С.А., Аруев Н.Н., Мамырин Б.А. // Метрология. 1974. № 4. С. 54–62.
- [7] Kumagai H. // Nucl. Instr. and Methods. 1960. Vol. 6. N 2. P. 213–216.
- [8] Huber A., Primas H. // Nucl. Instr. and Methods. 1965. Vol. 33. N 1. P. 125–130.
- [9] Ehrhardt K. // Messugen and einem Modellmagneten zur Reproduzierbarkeit von Feldem Feldhohen and Materialuntersuchungen im Hinblick auf ihre Magnetisierbarkeit. Kernforschungsanlage. Julich GmbH. Institut für Kernphysic. 1977. 37 p.
- [10] Braams C.M. // Nucl. Instr. and Methods. 1964. Vol. 26. N 1. P. 83–89.
- [11] Tsuno K. // Jpn. J. of Appl. Phys. 1977. Vol. 17. N 2. P. 283–289.
- [12] Tsuno K. // Jpn. J. of Appl. Phys. 1978. Vol. 17. N 5. P. 837–841.