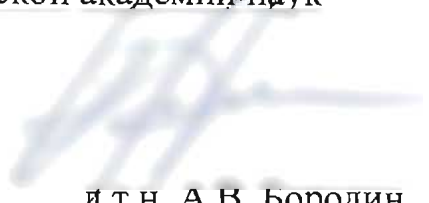


«УТВЕРЖДАЮ»

Генеральный директор Федерального государственного унитарного предприятия Экспериментальный завод научного приборостроения со специальным конструкторским бюро Российской академии наук

  
д.т.н. А.В. Бородин

«22» декабря 2022 г.

### ОТЗЫВ ВЕДУЩЕЙ ОРГАНИЗАЦИИ

На диссертационную работу ДЬЯЧЕНКО АРТЁМА АЛЕКСАНДРОВИЧА «Разработка масс-спектрометра для изотопного анализа лития на базе технологии «МС-платформа» с источником ионов ЭРИАД», представленную на соискание ученой степени кандидата технических наук по специальности 1.3.2 – «Приборы и методы экспериментальной физики»

#### **Актуальность темы и выполненной работы**

В настоящее время соединения лития нашли массовое применение в атомной промышленности как антикоррозионная присадка к теплоносителю первого контура водо-водяных реакторов. Благодаря этим присадкам удается добиться стабильной работы данного вида силовых установок. Литий имеет два изотопа,  ${}^6\text{Li}$  и  ${}^7\text{Li}$ , причем  ${}^6\text{Li}$  обладает сечением захвата нейтронов свыше 900 барн (при 33 миллибарн для  ${}^7\text{Li}$ ). Присутствие в теплоносителе первого контура водо-водяных реакторов такого сильного поглотителя нейтронов ведет к снижению эффективности его работы. Для предотвращения этого литий в антикоррозионных добавках должен быть обогащен изотопом  ${}^7\text{Li}$ . Осуществления контроля изотопного состава лития во время процесса обогащения требует применения масс-спектрометрии как основного метода изотопного анализа. Однако задача определения изотопного соотношения лития имеет ряд особенностей. К масс-

спектрометрам, предназначенным для анализа изотопного состава лития, предъявляются требования, обусловленные спецификой лития как исследуемого образца.

Исходя из этих требований, был спроектирован, рассчитан и изготовлен специализированный макетный масс-спектрометр МИ-20 LowMass-M. Отличительные особенности данного прибора, отвечающие особенностям задачи определения изотопного состава лития, состоят в следующем: малая протяженность траектории ионов, чисто магнитный масс-анализатор, двухканальная система регистрации, метод ионизации – ЭРИАД. Данный масс-спектрограф является первым изотопный прибором, использующим метод ионизации ЭРИАД (электрораспыление с атомизацией в источнике), что позволяет проводить анализ изотопного отношения лития в жидких пробах в относительно сжатые сроки – около 15 минут на один анализ. Для сравнения, при применении источника с поверхностной термоионизацией время на один анализ составляет несколько часов. В диссертации предложена конструкция газодинамического интерфейса источника ЭРИАД для масс-спектрометра для изотопного анализа лития, а также подробнее изложена технология «МС-платформа» и ионно-оптическая система масс-спектрографа для изотопного анализа лития, показаны результаты моделирования работы его ионной оптики. По результатам экспериментальных испытаний данного масс-спектрографа была разработана методика проведения измерений как изотопного состава лития, так и концентрации бериллия. Кроме того, получен ряд научно значимых результатов, приведенных в диссертации, а также их обсуждение и выводы.

ФГУП ЭАН является одной из ведущих организаций России, специализирующихся на разработке и производстве масс-спектрометров для атомной промышленности. Нами были использованы различные конструктивные решения для масс-анализаторов, источников и приемников ионов. Данные представленные в диссертации А.А. Дьяченко могут быть использованы для разработки новых приборов.

### **Научная значимость работы:**

1. Впервые в масс-спектрометрическом изотопном анализе был использован метод ионизации ЭРИАД; в качестве анализируемого образца использовался литий. Применение метода ЭРИАД позволило резко повысить экспрессность выполнения анализов без потери точности в сравнении с общепринятым методом поверхностной термоионизации, и значительно уменьшить их стоимость.

2. Впервые разработан изотопный масс-спектрометр, построенный по технологии «МС-платформа», когда все значимые элементы ионно-оптической схемы, масс-анализатор, источник и приемник ионов, размещены на единой платформе в единой вакуумной камере.

3. Впервые в изотопном анализе использован масс-анализатор «подвешенный» под ускоряющее напряжение, что стало возможным благодаря применению технологии «МС-платформа». Это существенно повысило стабильность и надежность работы прибора по сравнению с традиционной схемой питания масс-анализатора.

4. Впервые в изотопном анализе лития использована двухколлекторная система для одновременного измерения ионных токов изотопов лития, что резко повышает точность измерения.

5. Показана возможность использования разработанного масс-спектрометра для измерения концентрации бериллия в жидких пробах с использованием лития в качестве внутреннего стандарта, позволившая измерять ее в динамическом диапазоне от  $10^{-4}$  до  $10^{-7}$  М.

#### **Практическая значимость работы:**

1. В результате проведенной разработки, моделирования и проектирования был изготовлен макетный масс-спектрометр, позволяющий проводить анализ изотопного состава проб лития в жидкой форме.

2. Разработанный масс-спектрометр оснащен источником ионов ЭРИАД, позволяющим проводить анализ в течение 15-20 минут, что позволяет применять данный прибор для осуществления контроля процесса изотопного обогащения в реальном времени.

3. Разработана методика проведения измерений изотопного состава лития на масс-спектрометре МИ-20 LowMass-M, позволяющая измерять изотопное отношение  ${}^7\text{Li}/{}^6\text{Li}$  с точностью порядка 0.02%.

4. Разработана методика проведения измерений концентрации бериллия на масс-спектрометре МИ-20 LowMass-M, причем в данной методике изотоп  ${}^7\text{Li}$  использовался как внутренний стандарт.

5. Показана возможность применения технологии «МС-платформа» для разработки, проектирования и конструирования малогабаритных масс-спектрометров, позволило как упростить работу оператора, так и само изготовление прибора и его юстировку.

#### **Структура диссертации, публикации и апробация результатов**

Диссертация содержит 4 главы, 109 страниц, 34 рисунка, 1 таблицу, 13 формул, 45 литературных источников.

Полученные результаты работы докладывались на следующих конференциях:

1. Третья международная конференция со школой молодых ученых «Физика — наукам о жизни», 14-18 октября 2019 г., Санкт-Петербург
2. Девятый съезд ВМСО и VIII Всероссийская конференция с международным участием «Масс-спектрометрия и её прикладные проблемы», 14-18 октября 2019 г., Москва
3. Всероссийский симпозиум с международным участием «Физика и химия процессов и материалов: от идей к современной технике и технологии», 26-28 апреля 2021 г., Москва
4. Всероссийская конференция «IV съезд аналитиков России» 25.09-01.10.2022, Москва

Также основное содержание диссертации опубликовано в 4 научных работах, как в зарубежных, так и отечественных изданиях, индексируемых Web of Science и Scopus и соответствующим требованиям ВАК.

Во **введении** затрагивается вопрос применения лития в атомной промышленности и ключевой роли соединений этого элемента для обеспечения стабильной работы водо-водяных ядерных реакторов. В этой части впервые озвучивается существующая на данный момент проблема: отсутствие коммерческих специализированных приборов, предназначенных для проведения изотопного анализа лития. Также во введении обоснована актуальность темы диссертации, сформулированы цель и задачи, показаны практическая значимость и научная новизна исследования, и изложены положения, выносимые на защиту.

**Первая глава** является обзорной и посвящена областям применения изотопных масс-спектрометров, а именно изотопной геологии, ядерной медицине и атомной промышленности. Последняя описывается в контексте задачи определения изотопного состава лития. Также данная глава содержит описание аналитических и эксплуатационных характеристик ряда масс-спектрометров, подходящих для решения задачи определения изотопного состава лития. В конце первой главы приведен **вывод** об общих принципах построения изотопных масс-спектрометров.

**Вторая глава** посвящена особенностям анализа изотопного состава лития. В частности, в ней говорится о влиянии статистического шума и сильного рассеянии ионов лития на измерения. В то же время, ионы  ${}^6\text{Li}$  и  ${}^7\text{Li}$  имеют относительную разницу в массе 15%. В этой главе сравниваются различные методы ионизации, а также дается описание метода ионизации ЭРИАД – электрораспыления с атомизацией в источнике как перспективного. ЭРИАД позволяет анализировать растворимые пробы без сложной пробоподготовки и в режиме реального времени. Также в данной главе показано, что для решения поставленной задачи наиболее подходящим является магнитный масс-анализатор. **Выводом** из второй главы является то, что наилучшим решением для изотопного анализа лития было бы применение статического масс-анализатора с источником ионов ЭРИАД с двухколлекторной системой регистрации.

**Третья глава** содержит описание специализированных экспериментальных масс-спектрометров МИ-20 LowMass и МИ-20 LowMass-M, разработанных для определения изотопного состава лития.

В качестве результатов этой главы говорится, что применение метода ионизации ЭРИАД позволяет проводить анализ жидких проб, статический масс-анализатор и двухканальная система регистрации позволяют проводить регистрацию обоих изотопов в спектрографическом режиме с высокой точностью. Кроме того, протяженность траекторий ионов в данных масс-спектрометрах коротка, благодаря чему потери на рассеяние ионов на остаточном газе для описанных в данной главе приборов малы.

**В четвертой главе** приведены исследовательские испытания масс-спектрометра МИ-20 LowMass-M. Для определения изотопного состава лития в качестве объекта исследования использовались стандартный раствор хлорида лития с природным соотношением изотопов и краун-эфир, включающие в состав литий и обладающие изотопно-избирательной сорбцией к нему. Относительная погрешность определения изотопного отношения для стандарта с учетом дрейфа прибора составила ~0,03%. Также в качестве объекта исследования использовался стандартный раствор сульфата бериллия. В экспериментах с раствором, содержащим хлорид бериллия и хлорид лития было показано, что пики ионов лития и бериллия при анализе изомолярных растворов близки по интенсивности. Отмечено также, что в экспериментах зависимость интенсивностей пиков для лития и бериллия от фрагментирующего напряжения  $\Delta U$  близки. В конце этой главы также описаны условия наблюдения масс-спектрометрических пиков  ${}^{12}\text{C}^+$ . По

мнению автора, наличие в масс-спектре ионов  $^{12}\text{C}^+$  объясняется распадом метастабильных ионов метанола.

**По диссертационной работе имеется ряд замечаний и вопросов:**

1 После формулы 1.2.1.1. дается расшифровка обозначений, однако в ней отсутствуют сами символы, присутствующие в самой формуле

2 В разделе «2.4.2 Магнитный масс-анализатор и масс-анализатор с двойной фокусировкой» подробно изложена ионно-оптическая теория, однако в третьей главе теоретические оценки описанных масс-анализаторов не приведены

3 Насколько надежным является уплотнение вакуумной камеры описанного масс-спектрометра? Каков предельный вакуум, рабочий вакуум?

4 Насколько долговечными и надежными являются системы регистрации, в основе которых лежат ВЭУ-7 или дублет МКП?

5 Подписи к некоторым изображениям не видны.

Указанные замечания не меняют общей положительной характеристики диссертационной работы, которая выполнена на высоком научном уровне и содержит в себе значимые практические результаты.

**Применимость основных результатов работы:**

Полученные результаты могут быть положены в основу дальнейших разработок на базе ФГУП ЭЗАН, ООО «НПО «Центротех», ФТИ им. А.Ф. Иоффе, ИАП РАН, Санкт-Петербургский политехнический университет Петра Великого, ООО «Льюмэкс» и других научных и производственных организаций работающих в сфере разработки и изготовления электрофизических устройств и аналитического оборудования.

**Заключение по работе**

Диссертационная работа А.А. Дьяченко является законченной, самостоятельной научно-исследовательской работой, обладающей актуальностью и новизной и имеющей научную и практическую значимость. Работа выполнена на высоком научном уровне, полученные результаты и выводы достоверны и обоснованы, что подтверждается публикациями и докладами по материалам диссертации.

По своему содержанию и исполнению диссертационная работа А.А. Дьяченко «Разработка масс-спектрометра для изотопного анализа лития на базе технологии «МС-платформа» с источником ионов ЭРИАД», полностью отвечает требованиям, предъявляемым диссертациям в

соответствии с пп. 9-14 «Положения о порядке присуждения ученых степеней», а ее автор Дьяченко Артем Александрович заслуживает присуждения ученой степени кандидата технических наук по специальности 1.3.2 – Приборы и методы экспериментальной физики.

Отзыв составлен на основании ознакомления с текстом диссертации, автореферата и доклада А.А. Дьяченко, обсужден и одобрен на заседании научно-технического совета ФГУП ЭЗАН 22.12.2022 (Протокол №4-22).

Заместитель генерального директора  
главный инженер  
ФГУП ЭЗАН



\_\_\_\_\_ Д.Н. Кузьмин

Подпись Д.Н. Кузьмина заверяю

Начальник Отдела кадров  
ФГУП ЭЗАН



\_\_\_\_\_