

ОТЗЫВ

официального оппонента 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"

Разработка отечественного масс-спектрометра для изотопного анализа является важной научно-технической задачей. Такого рода приборы востребованы и являются критически важными для решения огромного спектра научно-прикладных задач в атомной промышленности, геологии, медицине, криминалистике и сельском хозяйстве.

Предложенный А.А.Дьяченко метод изотопного анализа, основанный на применении для изотопных измерений электрораспылительной ионизации является пионерской работой и может стать основой для создания совершенно новых классов изотопных масс-спектрометров. Он реализован в диссертации на примере лития.

Актуальность разработки прибора именно для экспрессного изотопного анализа лития из раствора связана с текущей потребностью атомной промышленности, а именно необходимости контроля качества его изотопного обогащения.

Диссертация состоит из 4 глав, материалы изложены на 109 страницах, содержат 34 рисунка, 13 формул, 1 таблицу. Список использованных литературных источников содержит 45 наименований.

Введение. Озвучивается существующая на данный момент проблема: необходимость экспрессного изотопного анализа лития и отсутствие коммерческих специализированных приборов, предназначенных для решения этой конкретной научно-технической задачи. Также во введении 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 в области геохронологии, ядерной медицине и атомной промышленности. Также данная глава содержит

описание типов изотопных масс-спектрометров. 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 шумов, сильного рассеяния ионов лития на остаточном газе и большой относительной разницы массы ионов его изотопов. Описывается метод ЭРИАД (электрораспыление с атомизацией в источнике) т проведен критический анализ возможностей этого метода ионизации вещества по сравнению с альтернативными методами ионизации вещества (термическая ионизация, плазма, электронный удар). Также в данной главе показано, что применение распространенных квадрупольного и времяпролетного масс-анализатора сопряжено с рядом принципиальных затруднений, в то время как магнитный масс-анализатор и анализатор с двойной фокусировкой могут быть использованы без всяких трудностей. 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 этой главе представлена принципиальные схемы масс-спектрометров, описаны выбранные технологические решения по обеспечению вакуума в системе, системы ввода пробы, и юстировке компонентов масс-анализатора, выполненной по технологии «МС-платформа».

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-эфиры, включающие в состав литий и обладающие изотопно-избирательной сорбцией к нему. Также в качестве объекта исследования использовались растворы солей бериллия. Показана воспроизводимость изотопных отношений лития в диапазоне 0,1%, что является хорошим результатом. Продемонстрирована принципиальная возможность количественного определения концентрации бериллия в растворе методом сопоставления интенсивности пиков.

Научная новизна:

1. Впервые в масс-спектрометрическом изотопном анализе был использован метод ионизации ЭРИАД; в качестве анализируемого образца использовался литий.
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. Это позволило сконструировать масс-анализатор «подвешенный» под ускоряющее напряжение, тем самым повысить стабильность сигнала по сравнению с традиционной схемой питания масс-анализатора.
3. Показана возможность использования разработанного масс-спектрометра для измерения концентрации бериллия в жидких пробах с использованием лития в качестве внутреннего стандарта.

Практическая значимость заключается в том, что был разработан, изготовлен и протестирован специализированный масс-спектрометр МИ-20 LowMass-M для экспрессного изотопного анализа лития из раствора. Воспроизводимость изотопных отношений на уровне $\sim 0.1\%$. На примере бериллия показано, что данный масс-спектрометр с системой ионизации ЭРИАД может быть использован и для определения концентраций других нелетучих легких элементов в растворе.

Замечания по содержанию диссертации:

1. Как остаточное давление в камере анализатора сказывается на величине фона системы регистрации? Предусмотрен ли контроль вакуума в системе анализатора?
2. Какая чувствительность у прибора? Например, можно ли определять изотопный состав лития в растворах, где его содержание на уровне первых ppb?
3. На 83 странице автор пишет: "скорость смены пробы положительно сказывается на точности". Какие представления стоят за этим утверждением?
4. В научной новизне автор пишет «впервые в изотопном анализе лития использована двухколлекторная система ...». Но это утверждение не совсем верно. В геологии для изотопного анализа лития уже давно используются мультиколлекторные масс-спектрометры типа Neptune (MC-ICP-MS).
5. В первой и вторых главах рассматриваются разные методы ионизации вещества, но не рассматривается метод SIMS, который в настоящий момент времени используется для высокоточного изотопного анализа лития.

Несмотря на наличие замечаний, с учетом полученных результатов и объема проведенных исследований, диссертация оценивается положительно.

Заключение по работе:

Указанные замечания и вопросы касаются изложения материала и не снижают положительную оценку диссертационной работы. Принимая во внимание объем проведенных исследований и полученные результаты, диссертация оценивается как весомый научный и технический труд, вносящий вклад в развитие масс-спектрометрии и изотопный анализ.

Тема диссертации и характер выполненных работ и исследований полностью соответствует специальности 1.3.2. – Приборы и методы экспериментальной физики. Результаты проделанной работы исчерпывающе изложены в публикациях в рецензируемых журналах и в докладах на конференциях, автореферат полностью отражает основные положения и выводы диссертации.

Диссертационная работа Дьяченко Артема Александровича «Разработка масс-спектрометра для изотопного анализа лития на базе технологии «МС-платформа» с источником ионов ЭРИАД» является завершенной научно-исследовательской работой, соответствует критериям, предъявляемым к диссертациям на соискание ученой степени кандидата технических наук согласно пунктам 9-11, 13, 14 «Положения о присуждении ученых степеней», утвержденного постановлением Правительства РФ №842 от 24.09.2013, ред. 11.09.2021. Автор диссертации Дьяченко Артем Александрович заслуживает присуждения ему ученой степени кандидата технических наук по специальности 1.3.2. – Приборы и методы экспериментальной физики.

Официальный оппонент

11.01.23

Жутоевич

Ольга Валентиновна



Санкт-Петербургского
государственного
университета

199034, Санкт-Петербург, 10-я линия
Васильевского острова, д. 33–35
Телефон: +7 (812) 363–62–21

Электронная почта: olya.v.yakubovich@gmail.com