

24.10.2022 № 10341-387/101

«УТВЕРЖДАЮ»

Директор Федерального  
государственного бюджетного  
учреждения науки Институт  
аналитического  
приборостроения Российской  
академии наук (ИАП РАН)  
доктор технических наук



А.А. Евстапов

« 7 » июля 2022 г.

## ЗАКЛЮЧЕНИЕ

ФГБУН Институт аналитического приборостроения РАН  
по диссертационной работе Дьяченко Артема Александровича  
«Разработка масс-спектрометра для изотопного анализа лития на базе  
технологии «МС-платформа» с источником ионов ЭРИАД», представленной  
на соискание ученой степени кандидата технических наук по специальности  
1.3.2. «Приборы и методы экспериментальной физики»

### Информация о соискателе и диссертационной работе

В 2018 г. Дьяченко Артем Александрович окончил Государственное образовательное учреждение высшего профессионального образования «Санкт-Петербургский политехнический университет» по направлению «Техническая физика». В 2018-2022 гг. соискатель проходил обучение в аспирантуре на базе Федерального государственного бюджетного учреждения науки «Институте аналитического приборостроения Российской академии наук» (ИАП РАН).

Федеральном государственном бюджетном учреждении науки «Институте аналитического приборостроения Российской академии наук» в лаборатории **экологической масс-спектрометрии** и в Федеральном государственном бюджетном учреждении науки «Физико-технический институт им. А.Ф. Иоффе Российской академии наук» в лаборатории физики адсорбционно-десорбционных процессов.

Научный руководитель – Галль Николай Ростиславович, доктор физико-математических наук, ведущий научный сотрудник лаборатории экологической масс-спектрометрии Федерального государственного бюджетного учреждения науки «Институт аналитического приборостроения Российской академии наук».

Работа выполнена в ИАП РАН.

#### **Актуальность темы исследования**

Гидроксид лития широко применяется в качестве антикоррозионной присадки теплоносителя первого контура водо-водяных реакторов. Этот элемент имеет два изотопа,  ${}^6\text{Li}$  и  ${}^7\text{Li}$ , причем  ${}^6\text{Li}$  обладает сечением захвата нейтронов около 938 барн (для сравнения сечение захвата нейтронов изотопом  ${}^7\text{Li}$  составляет величину около 33 миллибарн), что снижает эффективность работы реактора. Для предотвращения этого литий в антикоррозионных присадках должен быть обогащен изотопом  ${}^7\text{Li}$ . Для технологического контроля изотопного состава лития как во время процессов обогащения, так и в теплоносителе первого контура, незаменима масс-спектрометрия. Однако задача изотопного масс-спектрометрического анализа лития обладает своей спецификой.

К масс-спектрометрам, предназначенным для анализа изотопного состава лития, предъявляются особые требования. Исходя из них был спроектирован, рассчитан и изготовлен 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). Благодаря простоте пробоподготовки и ввода пробы оказывается возможным проведение большого числа анализов в относительно короткое время: от начала проведения анализа до получения его результата требуется около 15 минут, что позволяет в режиме реального времени осуществлять контроль проводимого изотопного обогащения. Малая

протяженность траектории ионов требуется из-за того, что масса ионов лития мала и при столкновении с молекулами остаточного газа они рассеиваются на большие углы, что приводит к потерям в ионном токе, а значит и в точности определения соотношения изотопов. Эта траектория проходит через небольшой (с радиусом центральной траектории 65 мм) чисто магнитный анализатор. Благодаря большой относительной разнице в массах изотопов, даже магнит небольшого радиуса позволяет достичь пространственного разделения ионных пучков на выходе из масс-анализатора. Одновременная регистрация токов обоих изотопов позволяет проводить измерение с высокой точностью, поскольку все нестабильности работы источника ионов и системы регистрации сказываются одновременно на токах обоих изотопов, благодаря чему соотношение между этими ионными токами сохраняется. Источник ионов, масс-анализатор и система регистрации расположены на единой плите, устанавливаемой внутри вакуумной камеры. Такой подход к конструированию был назван технологией «МС-платформа». Благодаря этой технологии существенно упростилась сборка аналитической части масс-спектрометра и ее юстировка. Также благодаря этому подходу появилась возможность устанавливать потенциал масс-анализатора, равным ускоряющему напряжению, что дало возможность иметь потенциал скиммера газодинамического интерфейса под потенциалом земли. Заземленный скиммер позволил существенно сократить потенциал распылительного капилляра и сопла газодинамического интерфейса, что также упрощает работу на данном масс-спектрографе.

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

## Основные научные результаты и их новизна

### *Научная новизна:*

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:*

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.

#### **Личный вклад автора**

1. Разработка и проектирование оптики ионного источника масс-спектрометра МИ-20 LowMass-M, магнитного масс-анализатора и МС-платформы, на которой расположены все элементы ионно-оптической системы масс-спектрометра.
2. Проектирование трехколлекторного детектора ионов на основе двух последовательных МКП. Применение детектора данной конструкции позволяет производить перестройку масс-спектрометра между режимами развертки ускоряющим напряжением с регистрацией на один коллектор со щелью и двухколлекторной регистрацией без щелей, причем перестройка возможна без остановки работы прибора.
3. Разработка методики проведения измерения изотопного состава лития, позволяющая определять изотопное отношение  ${}^7\text{Li}/{}^6\text{Li}$  с точностью 0.08%.
4. Разработка методики измерения концентрации бериллия с использованием лития в качестве внутреннего стандарта
5. Создание программного обеспечения, осуществляющего управление потенциалами ионно-оптической системы масс-спектрометра и его системой регистрации, а также запись и отображение результатов измерений.

#### **Апробация результатов диссертационного исследования**

Основные положения и результаты работы докладывались на следующих конференциях:

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

Основные результаты по теме диссертации изложены в 6 печатных работах, опубликованных в журналах, рекомендованных ВАК и сборниках трудов двух всероссийских конференций по масс-спектрометрии с международным участием (5 докладов).

Основные публикации соискателя по теме диссертации:

1. **А.А. Дьяченко**, Н.М. Блашенков, Н.С. Самсонова, Л.Н. Галль, А.А. Семенов, А.В. Лизунов, Н.Р. Галль, «Масс-спектрометрическое наблюдение иона  $C^+$  при электрораспылении с атомизацией в источнике», Письма в Журнал технической физики. 45. 52. DOI: 10.21883/PJTF.2019.18.48240.17899  
(**A.A. D'yachenko**, N.M. Blashenkov, N.S. Samsonova, L.N. Gall, A.A. Semenov, A.V. Lizunov, N.R. Gall, «Mass-Spectrometric Observation of  $C^+$  Ions during Electrospray with In-Source Atomization», Technical Physics Letters, 2019, Vol. 45, No. 9, pp. 955–957. DOI: 10.1134/S1063785019090220)
2. Н.С. Самсонова, Н.М. Блашенков, **А.А. Дьяченко**, А.А. Семёнов, А.В. Лизунов, Н.Р. Галль, «Газодинамический интерфейс типа “сэндвич” для измерения элементного состава пробы методом ЭРИАД (электроспрей с атомизацией в источнике)», Приборы и техника эксперимента. 65-70. DOI: 10.1134/S0032816219050252
3. **Дьяченко А.А.**, Блашенков Н.М., Самсонова Н.С., Галль Л.Н., Семенов А.А., Лизунов А.В., Галль Н.Р., Беляева О.А. Особенности регистрации аналитического сигнала бериллия методом масс-спектрометрии ЭРИАД при различных способах пробоподготовки. Заводская лаборатория. Диагностика материалов. 2020;86(7):7-11. DOI: 10.26896/1028-6861-2020-86-7-7-11  
(**A. A. Dyachenko**, N. M. Blashenkov, N. S. Samsonova, L. N. Gall, A. A. Semenov, A. V. Lizunov, N. R. Gall, and O. A. Belyaeva, «Beryllium Analytical Signal using ERIAD Mass-Spectrometry for Various Sample Preparation Methods», Inorganic Materials, 2021, Vol. 57, No. 14, pp. 27–30, DOI: 10.1134/S0020168521140041)

Доклады по результатам работы:

1. **А.А. Дьяченко**, Н.М. Блашенков, Н.Р. Галль, «Масс-спектрометрическая регистрация ионов бериллия методом ЭРИАД», стендовый, Сборник трудов: Тезисы докладов Третьей международной конференции со школой молодых ученых «Физика — наукам о жизни». — СПб.: ФТИ им. А.Ф. Иоффе, 2019. —с. 218. С 167
2. Н.М. Блашенков, Н.С. Самсонова, А.С. Антонов, И.А. Громов, **А.А. Дьяченко**, Л.Н. Галль, А.А. Семенов, А.В. Лизунов, О.А. Беляева, Н.Р. Галль «Специализированный малогабаритный масс-спектрометр для определения

следовых концентраций бериллия», стендовый, Сборник трудов: IX съезд ВМСО, Издатель «Всероссийское масс-спектрометрическое общество», Москва, 14-18 октября 2019 года – 162. С. 48

3. **А.А. Дьяченко**, Н.М. Блашенков, Н.С. Самсонова, Л.Н. Галль, А.А. Семенов, А.В. Лизунов, Н.Р. Галль, «Наблюдение иона  $C^+$  при электрораспылении с атомизацией в источнике», стендовый, Сборник трудов: IX съезд ВМСО, Издатель «Всероссийское масс-спектрометрическое общество», Москва, 14-18 октября 2019 года – 162. С. 47
4. Н.С. Самсонова, **А.А. Дьяченко**, А.А. Семенов, А.В. Лизунов, Л.Н. Галль, Н.Р. Галль, «Масс-спектрометрия ЭРИАД как метод измерения изотопных отношений химических элементов», устный, Сборник трудов: IX съезд ВМСО, Издатель «Всероссийское масс-спектрометрическое общество», Москва, 14-18 октября 2019 года – 162. С. 40
5. **А.А. Дьяченко**, Н.М. Блашенков, А.А. Семенов, Н.Р. Галль, «Масс-спектрометрическое определение изотопного состава лития методом ЭРИАД», Всероссийский симпозиум с международным участием «Физика и химия процессов и материалов: от идей к современной технике и технологии», устный, 26-28 апреля 2021, Санкт-Петербург. С. 135-138

#### **Специальность, которой соответствует диссертация**

Диссертационная работа Дьяченко А.А. посвящена развитию аппаратных средств анализа изотопного состава лития, а именно – масс-спектрометрии, для технологического контроля процесса изотопного обогащения этого элемента, что является востребованным атомной промышленностью. Работа демонстрирует расчет и разработку изотопного малогабаритного масс-спектрометра, предназначенного для измерения изотопного отношения лития в жидких пробах. При этом впервые для решения этой задачи был применен метод ЭРИАД. Кроме того, был обоснованно применен ряд удачных технических и ионно-оптических решений (использование осесимметричной оптики источника, магнитный сектор в качестве масс-анализатора, двухколлекторная регистрация), что привело к получению необходимой точности измерения изотопного состава лития. В работе также показан ряд новых экспериментальных результатов, значимых в научном плане.

Указанная выше тематика исследований полностью согласуется с формулой специальности 1.3.2 «Область науки и техники, включающая экспериментальные и теоретические исследования, направленные на разработку новых принципов и методов физических измерений, а также на



создание новых приборов и устройств для изучения физических явлений и процессов» области знаний «технические науки».

Представленная диссертация соответствует паспорту специальности 1.3.2 по следующим пунктам:

1. Изучение физических явлений и процессов, которые могут быть использованы для создания принципиально новых приборов и методов экспериментальной физики.

2. Разработка новых принципов и методов измерений физических величин, основанных на современных достижениях в различных областях физики и позволяющих существенно увеличить точность, чувствительность и быстродействие измерений.

3. Разработка и создание научной аппаратуры и приборов для экспериментальных исследований в различных областях физики.

На основании этого можно заключить, что диссертационная работа соответствует выбранной специальности 1.3.2 «Приборы и методы экспериментальной физики».

По результатам проделанной работы принято решение рекомендовать диссертацию Дьяченко Артема Александровича «Разработка масс-спектрометра для изотопного анализа лития на базе технологии «МС-платформа» с источником ионов ЭРИАД» к защите на соискание ученой степени кандидата технических наук по специальности 1.3.2. «Приборы и методы экспериментальной физики» в диссертационном совете 24.1.029.01 Института аналитического приборостроения РАН.

Заключение принято на заседании Научного Семинара ИАП РАН (протокол № 6 от 31.05.2022 г). Присутствовали: 6 докторов наук, 9 кандидатов наук. Общее число участников – 23. Результаты открытого голосования: за принятие заключения – 22, против – нет, воздержавшихся – 1.

Председатель  
Главный научный сотрудник  
доктор физико-математических наук

Секретарь



Явор М.И.

Хорошавина Л.П.