

УДК 541.51

ОПЫТ РАБОТЫ МАСС-СПЕКТРОМЕТРИЧЕСКОЙ ЛАБОРАТОРИИ ПРИ КОНТРОЛЕ КАЧЕСТВА ПРОДУКЦИИ ЭЛЕКТРОМАГНИТНОГО ПРОИЗВОДСТВА СТАБИЛЬНЫХ ИЗОТОПОВ

Б.А.Сермягин, А.И.Скориков, Л.Н.Черепанов
 Федеральное государственное предприятие "Комбинат "Электрохимприбор"
 624200, Лесной Свердловской обл.
 main@ehp-atom.lesnoy.ru

Поступила в редакцию 25 января 2002 г.

Приведен опыт работы масс-спектрометрической лаборатории при контроле качества изотопной продукции электромагнитного сепаратора изотопов. Описан подход к оценке метрологических характеристик серийных методик определения изотопного состава. Приведены данные о погрешностях измерений.

Сермягин Борис Анатольевич - начальник лаборатории Центральной лаборатории комбината "Электрохимприбор".

Область научных интересов: масс-спектрометрия, рентгеновский микроанализ, Оже - спектроскопия.

Автор 7 печатных работ.

Скориков Александр Иванович - заместитель начальника Центральной лаборатории комбината "Электрохимприбор".

Область научных интересов: масс-спектрометрия, рентгеновский микроанализ,

Оже-спектроскопия, неразрушающий контроль, экология.

Автор 10 печатных работ.

Черепанов Леонид Никифорович - начальник Центральной лаборатории комбината "Электрохимприбор".

Область научных интересов: методы аналитического контроля материалов и продукции, технологические процессы электронно-лучевой и диффузионной сварки, нанесения покрытий плазменными методами, экология.

Автор 8 печатных работ.

Масс-спектрометрическая лаборатория Центральной лаборатории Федерального государственного унитарного предприятия "Комбинат Электрохимприбор" (город Лесной, Свердловская область) была организована в 1950 году для проведения изотопного анализа элементов, разделение изотопов которых планировалось проводить на электромагнитном сепараторе (установка СУ-20). В 1955 году электромагнитное производство начало серийный выпуск обогащенных стабильных изотопов различных элементов Периодической системы. С 1955 и до настоящего

времени основным направлением работы лаборатории является технологический контроль и аттестация продукции производства: измерение изотопного состава обогащенных изотопов 48 элементов периодической системы. За это время в лаборатории выполнено значительное количество научно-исследовательских и конструкторских работ по улучшению метрологических характеристик масс-спектрометрического метода измерения, его объективизации и автоматизации, созданию базы стандартных образцов изотопного состава. Систематически проводилась

работа по минимизации расхода дорогостоящего изотопно-обогащенного вещества на проведение анализа. За время существования лаборатории (с 1950 по 2001 год) выполнено более 45 тысяч анализов обогащенных изотопов 48 элементов. В таблице указаны элементы, разделение которых выполнено в течение описываемого периода времени и масс-спектрометрический контроль изотопного состава которых проводится лабораторией. В настоящее время проведение масс-спектрометрического анализа изотопного состава продукции электромагнитного производства полностью автоматизировано. Работы по совершенствованию аппаратного обеспечения и метрологической базы изотопного анализа продолжаются.

Перечень элементов, разделение изотопов которых выполнено на комбинате "Электрохимприбор"

	Mg		Si		S				
K	Ca		Ti	V	Cr		Fe		Ni
Cu	Zn	Ga	Ge		Se				
Rb	Sr		Zr		Mo		Ru		Pd
Ag	Cd	In	Sn	Sb	Te				
	Ba	La	Hf	Ta	W	Re	Os		Pt
	Hg	Pb							
Ce	Nd	Sm	Eu	Gd	Dy	Er	Yb	Lu	

При контроле качества продукции изотопного производства определяющими являются два параметра:

- концентрация обогащенного изотопа (изотопная чистота):

- химическая чистота (как правило, суммарное содержание примесей не должно превышать 0,1 % мас.).

Для контроля изотопного состава используется масс-спектрометрический метод. Лаборатория оснащена 6 автоматизированными масс-спектрометрическими комплексами, разработанными на базе стандартных масс-спектрометров МИ 1201Т. Эта аппаратура, в сочетании с разработанными за много лет методиками анализа изотопного состава и квалифицированным персоналом, полностью обеспечивает потребности электромагнитного производства изотопов в серийных технологических анализах и сертификации изотопной продукции, поставляемой на внутренних и международных рынках.

При отработке методик изотопного анализа критерием точности результатов измерений (отсутствия систематических погрешностей и приемлемости для практики значения воспроизводимости измерений) является совпадение результата многократных измерений образцов природного изотопного состава с данными, табулированными IUPAC [1]. При всей условности приема попытаемся сравнить достигнутую лабораторией точность измерений с параметрами точности, приведенными в указанном выше источнике. На рис. 1 приведен график усредненной функции погрешности результатов измерений образцов природного изотопного состава (СКО одиночного измерения), приведенных в таблице IUPAC, и результатов аттестации наших методик измерений.

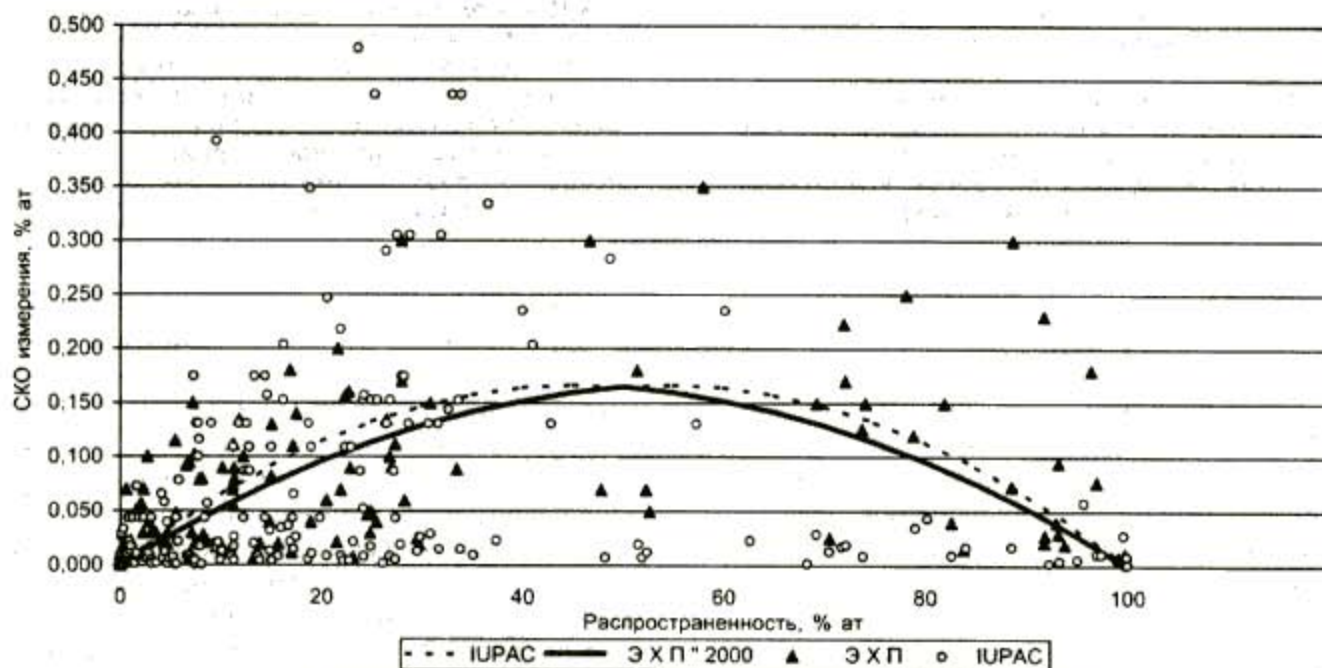


Рис. 1. Функция погрешности измерения изотопного состава природных образцов

Сравнение приведенных выше данных позволяет сделать вывод о достаточно высокой точности проводимых лабораторией измерений изотопного состава природных образцов.

При анализе изотопно-обогащенных образцов мы вынуждены учитывать очевидное отличие в

вероятностях распределения изотопных концентраций по сравнению с образцами природного изотопного состава. На рис.2 приведено распределение суммарных частот появления значений изотопных концентраций для природных ($C_{\text{при}}$) и реальных обогащенных образцов (C_r).

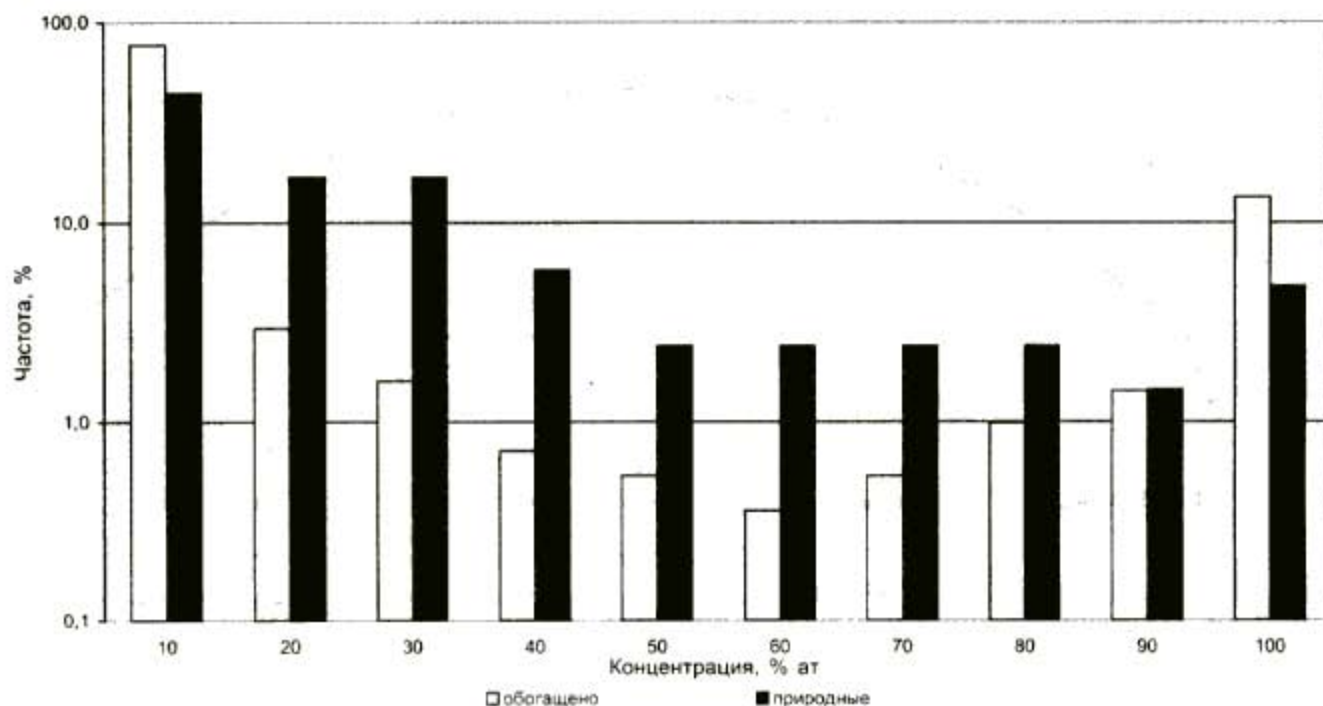


Рис. 2. Частота появления изотопных концентраций

Приведенные на рис.2 данные иллюстрируют, как, собственно, и следует ожидать, существенное отличие частоты появления в обогащенных образцах концентраций, зачастую на порядки отличающихся от распространенности тех же изотопов в природных образцах. Поэтому при разработке методик изотопного анализа изотопно-обогащенных образцов мы вынуждены постоянно уточнять их метрологические параметры в значимо более широком, чем для природных образцов, диапазоне изотопных концентраций.

Для аттестации методик измерений изотопного состава в области реальных концентраций обогащенных изотопов в лаборатории создана картотека стандартных образцов (СО) изотопного состава изотопно-обогащенных образцов: ~ 400 СО [2]. Около 100 СО изотопного состава аттестовано методами статической масс-спектрометрии. Аттестация СО, в связи с достаточно высокой трудоемкостью этого процесса, выполняется по мере возникновения практической потребности в данных СО. Это, в свою очередь, связано с проведением очередной кампании разделения того или иного элемента. Кроме того, совместно с УНИИМ выполнена работа по созданию четырех

государственных стандартных образцов изотопного состава (Ca^{40} , Ca^{48} , Sr^{88} и Ti^{205} - ГСО 7548, 7549, 7550, 7701 - 99). Усредненная функция погрешности измерений, оцененная по результатам аттестации СО, приведена на рис.3. Эта функция погрешности используется при оценке погрешности серийных измерений изотопного состава продукции. Систематическое и целенаправленное проведение работ по созданию картотеки СО изотопного состава изотопно-обогащенных образцов и уточнение методик измерений с их использованием позволяет нам не только обеспечить конкретными экспериментальными данными метрологию измерений изотопного состава в диапазоне концентраций, существенно отличающихся от концентраций изотопов в природных образцах, но и использовать эту материальную и информационную базу для разработки адекватных методик измерения изотопного состава изотопно-обогащенных образцов методом ИСП МС (в нашем конкретном случае - на приборе ELAN 6000). Эти СО используются нами и для определения содержания элементов методом изотопного разбавления.

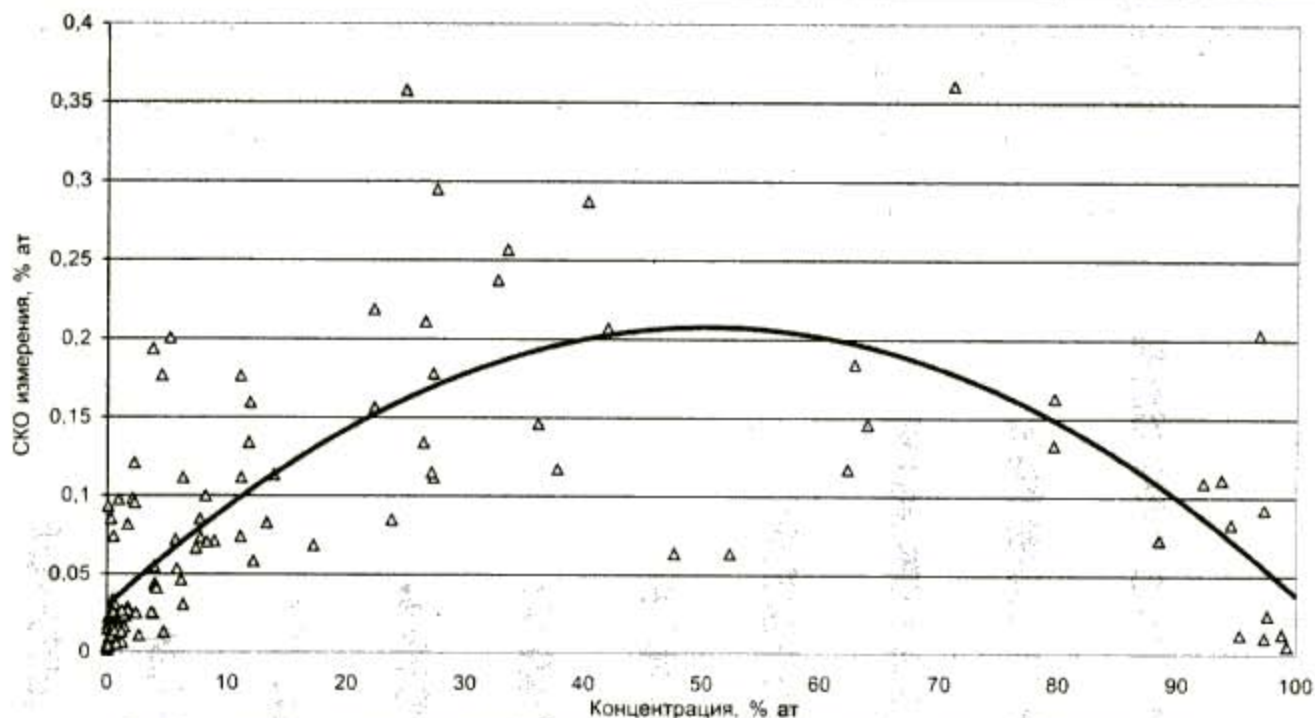


Рис.3. Функция погрешности измерений изотопных концентраций для изотопнообогащенных образцов

ЛИТЕРАТУРА

1. Pure Appl. Chem. 1991. V. 63, N. 7. P. 991 – 1002. става обогащенных стабильных изотопов. ЦЗЛ ФГУП
2. Картоотека стандартных образцов изотопного со- " Комбинат Электрохимприбор ".

* * * * *

THE EXPERIENCE of MASS – SPECTROMETRY LABORATORY AT QUALITY CONTROL of STABLE ISOTOPES PRODUCED BY ELECTROMAGNETIC METHOD
 B.A.Sermyagin, A.I.Scorikow, L.N.Cherepanow

The experience of mass – spectrometry laboratory's work when controlling quality of stable isotopes produced by electromagnetic method is given. The approach to estimation of metrological characteristics of isotopic content definition techniques is described. Data about measurements error is given.