

На правах рукописи

Дмитриев Андрей Юрьевич

**РАЗРАБОТКА АВТОМАТИЗИРОВАННОГО КОМПЛЕКСА
ДЛЯ МАССОВОГО МНОГОЭЛЕМЕНТНОГО
НЕЙТРОННОГО АКТИВАЦИОННОГО АНАЛИЗА
НА РЕАКТОРЕ ИБР-2 ЛНФ ОИЯИ**

01.04.01 – Приборы и методы экспериментальной физики

АВТОРЕФЕРАТ

диссертации на соискание ученой степени
кандидата физико-математических наук

Дубна – 2015

Работа выполнена в Лаборатории нейтронной физики им. И.М. Франка Объединённого института ядерных исследований.

Научный руководитель: Кандидат физ.-мат. наук, доцент
Фронтасьева Марина Владимировна

Официальные оппоненты:

1. Колотов Владимир Пантелеймонович,
доктор хим. наук, профессор
2. Ляпунов Сергей Михайлович,
кандидат геолого-минералогических наук

Ведущая организация: Федеральное государственное автономное образовательное учреждение высшего профессионального образования «Национальный исследовательский ядерный университет «МИФИ».

Защита состоится «__» _____ 2015 года в ____ часов на заседании диссертационного совета Д 720.001.06 при ЛЯР им. Г.Н. Флерова и ЛНФ им. И.М. Франка ОИЯИ по адресу: 141980, Московская область, г. Дубна, ул. Жолио-Кюри, д. 6.

С диссертацией можно ознакомиться в библиотеке ОИЯИ или на сайте <http://www.info.jinr.ru/dissertation/>.

Автореферат разослан «__» _____ 2015 г.

Ученый секретарь
диссертационного совета,
к.ф.-м.н., с.н.с.



А.Г. Попеко

ОБЩАЯ ХАРАКТЕРИСТИКА РАБОТЫ

Актуальность темы

Нейтронный активационный анализ (НАА) является одним из наиболее передовых аналитических методов, широко используемых в геологии, биологии, медицине, экологии и материаловедении, как для проведения научных исследований, так и в прикладных целях [1].

Развитие метода инструментального нейтронного активационного анализа (ИНАА) и расширение масштабов его применения во многом связано с развитием реакторной техники. Нейтронный активационный анализ на реакторных нейтронах характеризуется, прежде всего, стабильностью условий анализа и возможностью проведения массовых измерений при проведении масштабных исследований. При этом обеспечивают высокую плотность потока нейтронов и возможность их использования во всем энергетическом спектре (тепловых, резонансных и быстрых), в результате чего значительно улучшают избирательность, чувствительность и точность НАА.

Следующей значимой ступенью в развитии метода стало появление современных полупроводниковых детекторов с высокой степенью разрешения, а также персональных компьютеров, существенно изменивших технический уровень спектрометрических измерений при проведении ИНАА. В дальнейшем развитие метода напрямую определяли компьютерные технологии в обработке спектрометрической информации.

С начала нового тысячелетия основные тенденции в методических разработках были связаны с использованием различных вариантов НАА (абсолютный и относительный методы [2], k_0 -метод [3], метод циклической активации, метод с подавлением комптоновского излучения [4] и другие), а также с совершенствованием качества аналитических измерений и методов обработки спектров, созданием новых компьютерных программ и т.д. В то же время расширились масштабы использования НАА в прикладных исследованиях в области наук о жизни и в материаловедении, зачастую в сотрудничестве со многими странами.

Следует отметить, что в международной аналитической практике метод НАА был признан референтным (primary) методом [5].

НАА является неразрушающим методом анализа, при его проведении нет необходимости в химическом растворении пробы, что позволяет избежать потерь и обеспечить высокую точность анализа. Метод дает возможность определять концентрации 40-45 элементов одновременно, обладает высокой чувствительностью, избирательностью и производительностью.

В рамках исследовательских международных программ проводят массовый анализ большого количества образцов, что требует организации маркировки, хранения и учета анализируемых образцов, измерений и обработки спектров, а также систематизации результатов анализа.

Таким образом, на современном этапе развития метода НАА приоритетной задачей становится автоматизация процесса его проведения с использованием аналитических установок, работающих на исследовательских реакторах в условиях проведения массовых многоэлементных анализов. Эта задача содержит несколько аспектов:

- создание устройств и систем для автоматизации анализа;
- разработка компьютерных технологий и программного обеспечения, как для их работы, так и для обработки аналитической информации;
- разработка новых методов организации и проведения процесса массового многоэлементного НАА.

Несмотря на то, что создание автоматизированных систем НАА является насущным этапом развития метода, работы в этом направлении, в силу их сложности, в настоящее время малочисленны и продвигаются очень медленно.

Мероприятия по усовершенствованию и стандартизации методов НАА, повышению качества аналитических измерений и их надежности широко пропагандирует и поддерживает Международное Агентство по Атомной Энергии (МАГАТЭ) в рамках ряда международных программ. С помощью Согласованных исследовательских проектов и программ Технической кооперации МАГАТЭ проводит постоянную работу для достижения высокого уровня исследований, обеспечения стандартизации и удовлетворительной сходимости их результатов при выполнении анализов в разных странах. В настоящее время (2012-2015) усилия МАГАТЭ направлены, в том числе, на реализацию международной программы по разработке единого подхода к автоматизации процесса НАА [6].

В Лаборатории нейтронной физики (ЛНФ) им. И.М. Франка Объединённого института ядерных исследований (ОИЯИ) уже более четырёх десятилетий проводят научно-исследовательские и прикладные работы с использованием НАА [7, 8] на радиоаналитическом комплексе РЕГАТА при импульсном быстром реакторе ИБР-2.

Радиоаналитическая установка РЕГАТА включает пневмотранспортную систему, предназначенную для транспортировки образцов на облучение и обратно; детекторы гамма-излучения со спектрометрической измерительной аппаратурой; устройства для смены измеряемых образцов (УСО) на детекторах гамма-излучения; аппаратурно-программное и программное обеспечение. Установка работает в полуавтоматическом режиме, где часть операций выполняют автоматически, а часть – с участием персонала. Качество аналитических измерений во многом зависит от степени автоматизации операций НАА, поэтому работы в этом направлении ведут постоянно.

В настоящей работе представлены результаты исследований по разработке, созданию и вводу в эксплуатацию аппаратурно-программного комплекса для автоматизации массового многоэлементного НАА на импульсном быстром реакторе ИБР-2 ЛНФ ОИЯИ. Аппаратурно-программный комплекс [9, 10, 11, 12] включает:

- автоматическую систему измерения спектров наведённой активности для проведения массового многоэлементного НАА образцов на основе трёх одновременно используемых оригинальных УСО и универсального программного обеспечения для автоматического управления, контроля и оптимизации процесса измерения спектров;
- базу данных НАА;
- а также аппаратурно-программное и программное обеспечение для получения, передачи, обработки, учёта и анализа аналитической информации, получаемой на всех этапах НАА.

Результаты выполненных исследований позволили повысить степень автоматизации операций НАА на реакторе ИБР-2, сократить время, необходимое для проведения измерений облучённых образцов, улучшить качество аналитических данных, увеличить производительность аналитических работ и уменьшить влияние субъективных факторов. Кроме того, создание автоматической системы измерения спектров позволило избавить сотрудников от необходимости выполнения круглосуточной работы по смене образцов на детекторах, избежать получения дополнительной дозы радиации, оказывающей негативное воздействие на организм человека.

Работы проводились в рамках следующих программ МАГАТЭ:

- IAEA Coordinated Research Project 1888 – «Development of an Integrated Approach to Routine Automation of Neutron Activation Analysis» (2012-2015) [6];
- IAEA Technical Cooperation Project (RUS7003) «Harmonization of QA/QC systems according to ISO and international standards in nuclear analytical laboratories of the Russian Federation» (2007-2012).

Цели и задачи диссертационной работы

Целью работы является разработка комплекса методов для автоматизации НАА:

- разработка новой методики проведения массового многоэлементного НАА с обеспечением высокого качества аналитических результатов, надежности и производительности;
- организация процесса получения, передачи, хранения, учёта и анализа всей необходимой информации в ходе приёма, хранения, подготовки к облучению и облучения образцов, измерения спектров наведённой активности, при выполнении расчетов при обработке спектрометрической информации, т.е. на всех этапах массового многоэлементного НАА.

Основной задачей является создание аппаратурно-программного комплекса с использованием современного оборудования и компьютерных технологий для автоматизации проведения массового многоэлементного НАА на радиоаналитическом комплексе РЕГАТА реактора ИБР-2 ЛНФ ОИЯИ, включающего:

- автоматическую систему для измерения спектров наведённой активности облученных образцов с одновременным использованием трёх оригинальных устройств автоматической смены образцов, в комплексе с тремя полупроводниковыми детекторами гамма-излучения и спектрометрической аппаратурой, а также соответствующее управляющее программное обеспечение;
- базу данных НАА, предоставляющую возможность использования необходимой информации в автоматическом и полуавтоматическом режимах на всех этапах анализа, как программному обеспечению, так и сотрудникам сектора;
- аппаратурно-программные и программные средства, обеспечивающие автоматизацию и оптимизацию процесса получения, передачи, хранения, обработки и анализа всей необходимой информации.

Методы исследования

При выполнении диссертационной работы применяли:

- новое оборудование – двух-координатные устройства линейного перемещения с инкрементными энкодерами, референсными и концевыми датчиками;
- а также устройства кругового перемещения, оборудованные шаговыми двигателями с инкрементными энкодерами и референсными датчиками;
- контроллеры устройств линейного и кругового перемещения;
- современные среды программирования Visual Basic и Delphi;
- современную систему управления базами данных MS SQL Server;
- среду Motion Basic для отладки процесса управления УСО;
- библиотеку XemoDll для создания программного обеспечения, управляющего УСО;
- язык REXX (REstructured eXtended eXecutor – «реструктурированный расширенный исполнитель») для динамического создания программы, управляющей спектрометрической программой «Genie-2000»;
- среду поддержки пакетного режима S561 для «Genie-2000» для выполнения динамически создаваемой программы на языке REXX;
- язык SQL (Structured Query Language – структурированный язык запросов) для работы с базой данных;
- методы математической статистики.

Научная новизна

Разработан комплекс методов автоматизации массового многоэлементного НАА образцов на реакторе ИБР-2 ЛНФ ОИЯИ. Создан аппаратурно-программный комплекс для автоматизации НАА.

Впервые разработана, создана и введена в эксплуатацию не имеющая аналогов автоматическая система измерения спектров наведённой активности для проведения массового многоэлементного НАА образцов. Разработаны и внедрены устройства автоматической смены образцов. Разработан метод массовых измерений больших партий образцов на основе комплекса из трёх автоматических УСО (ёмкостью 45 образцов каждое) и, соответственно, трёх полупроводниковых детекторов гамма излучения на основе сверхчистого германия со спектрометрической аппаратурой, а также управляющего программного обеспечения. Все УСО могут быть задействованы одновременно. Разработаны методы и алгоритмы управления системой автоматического измерения активности облученных образцов и её взаимодействия с базой данных. Создано управляющее программное обеспечение. Разработанная система предусматривает возможность увеличения числа одновременно используемых детекторов и связанных с ними УСО.

Разработаны методы и алгоритмы автоматизации основных этапов исследования очередной партии образцов, начиная от получения образцов, до выдачи отчёта о результатах анализа с концентрациями определяемых элементов и другими характеристиками.

Создана оригинальная база данных НАА, а также интерфейс базы данных для получения, хранения, передачи, поиска, сортировки и анализа всего спектра информации об образцах, стандартных образцах и мониторах потока на всех этапах НАА. База данных особенно эффективна при работе с большими партиями образцов в ходе исследовательских работ международного масштаба.

Разработано аппаратурно-программное устройство для автоматизации взвешивания образцов. Автоматизирован процесс получения и дальнейшего использования информации о весе анализируемых образцов, стандартных образцов и мониторов потока.

Разработаны алгоритмы расчёта концентраций элементов относительным методом НАА с использованием программы анализа спектров «Genie-2000» и базы данных НАА. Реализована возможность учёта разницы в потоках нейтронов при облучении образца и стандарта в разное время и/или в разных местах канала облучения. Обеспечена возможность выбора типа файлов измерений, предпочтительных при определении конкретных нуклидов. Внедрён оригинальный метод расчета концентраций с применением так называемого группового стандарта. Разработан метод и алгоритм автоматизированного создания группового стандарта.

Разработан метод и алгоритм подбора стандартных образцов при заданном значении погрешности определения содержания элементов и необходимом элементном составе.

С использованием методов математической статистики предоставлена возможность выявления корреляций между концентрациями некоторых элементов, важных при проведении экологических исследований.

Разработаны алгоритмы контроля качества и достоверности анализа на разных этапах его проведения при массовом многоэлементном анализе образцов.

Предложенный аппаратурно-программный комплекс способствует осуществлению мероприятий системы обеспечения и контроля качества аналитических исследований (QC/QA) согласно требованиям международного стандарта ISO/IEC 17025 (ГОСТ Р ИСО/МЭК 17025-2006) [13].

Достоверность результатов диссертационной работы

Достоверность результатов исследований подтверждается ручной и программной проверкой тестовых данных, проводимой как в ЛНФ ОИЯИ, так и в рамках межлабораторных испытаний на международном уровне, а также повседневным рутинным использованием в ЛНФ ОИЯИ оборудования и методов, предлагаемых в диссертации. Достоверность результатов также подтверждается качеством аналитических исследований, выполняемых на радиоаналитическом комплексе реактора ИБР-2 ЛНФ ОИЯИ в рамках международных проектов, публикациями результатов в реферируемых журналах.

В декабре 2013 года получен сертификат МАГАТЭ с высокой оценкой результатов проделанной работы специалистами из 19 стран и секретариатом МАГАТЭ (стр. 28).

Основные положения, выносимые на защиту:

- Устройство и принцип работы автоматической системы измерения активности облученных образцов, предназначенной для анализа больших партий и включающей в себя три одновременно работающих оригинальных устройства автоматической смены образцов, обслуживающие три полупроводниковых детектора со спектрометрической электроникой, и управляющее программное обеспечение. Методы и алгоритмы комплексного управления УСО, полупроводниковыми детекторами и процессами обмена информацией на всех этапах функционирования автоматической системы измерения спектров.
- Методика проведения массового многоэлементного НАА с обеспечением высокого качества аналитических результатов и производительности с использованием аппаратурно-программного комплекса. Методы и алгоритмы работы аппаратурно-программного комплекса, включающего автоматическую систему измерения спектров наведённой активности, базу данных НАА и программное обеспечение.
- Оригинальный подход к построению и использованию сетевой базы данных, предназначенной для сбора, передачи и хранения информации обо всех этапах НАА, предоставляющей широкие возможности поиска, сортировки, анализа и повседневного использования накопленных данных. Оригинальный интерфейс базы данных, обеспечивающий широкие возможности для использования необходимой информации, а также для электронного документооборота.

- Многоуровневое программное обеспечение для управления устройствами и процессами получения, передачи, анализа и обработки информации.
- Алгоритмы автоматического контроля качества аналитических измерений, промежуточных и окончательных результатов анализа образцов.

Практическая значимость

Разработан аппаратурно-программный комплекс, позволяющий автоматизировать НАА на реакторных нейтронах, апробированный в ЛНФ ОИЯИ. С его помощью проводят анализы больших партий различных образцов, обрабатывают большие объёмы данных, в результате чего повысилась производительность анализа, улучшилось качество анализа, снизилось количество субъективных ошибок, вносимых сотрудниками при проведении и обработке результатов НАА. Автоматическая система измерения спектров, одновременно использующая три оригинальных УСО, позволила минимизировать участие человека в рутинных процессах измерения спектров, сократить время контакта персонала с радиоактивными образцами. Программное обеспечение комплекса разрабатывалось с учётом опыта персонала. Программное обеспечение обеспечивает возможность быстрого проведения статистической обработки больших объёмов информации, обладает удобным интерфейсом. Два языка интерфейса (русский и английский) позволяют эксплуатировать программное обеспечение не только сотрудникам сектора, но и иностранным специалистам.

Внедрение результатов работы

Разработанный аппаратурно-программный комплекс является безальтернативным повседневным рабочим инструментом сотрудников сектора нейтронного активационного анализа и прикладных исследований (СНААПИ) ЛНФ ОИЯИ. Он может быть использован и рекомендован МАГАТЭ в качестве примера для автоматизации НАА на других реакторах в исследовательских лабораториях мира.

Апробация работы

Основные положения диссертации докладывались и обсуждались на следующих конференциях и семинарах:

1. А.Ю. Дмитриев. Разработка комплекса методов для автоматизации массового многоэлементного нейтронного активационного анализа на реакторе ИБР-2 ЛНФ ОИЯИ. Семинар Отделения ядерной физики ЛНФ ОИЯИ, 24 декабря 2014 г.
2. A.Yu. Dmitriev. Software complex for automation of reactor neutron activation analysis. 3rd International Conference on Circuits, Systems, Communications, Computers and Applications (CSCCA '14), November 22-24, 2014, Florence, Italy.
3. A.Yu. Dmitriev, S.S. Pavlov, I.A. Chepurchenko, M.V. Frontasyeva. Automation system for gamma spectra measurement in neutron activation analysis at the reactor IBR-2. 22th International Seminar on Interaction of Neutrons with Nuclei, May 27-30, 2014, Dubna, Russia.

4. M.V. Frontasyeva, S.S. Pavlov, A.Yu. Dmitriev. Automation of reactor neutron activation analysis. The International Atomic Agency's second Research Coordination Meeting on Development of an Integrated Approach to Routine Automation of Neutron Activation Analysis (CRP 1888), December 02–06, 2013, Vienna, Austria.
5. A.Yu. Dmitriev. Automation of neutron activation analysis (NAA) at the IBR-2 reactor of FLNP JINR. Seminar at St. Cyril and Methodius University, November 05, 2013, Skopje, Macedonia.
6. A.Yu. Dmitriev, S.S. Pavlov. NAA database in mass neutron activation analysis at the IBR-2 reactor of FLNP, JINR. 21th International Seminar on Interaction of Neutrons with Nuclei, May 20–25, 2013, Alushta, Ukraine.
7. A.Yu. Dmitriev. Software for automation of neutron activation analysis (NAA) at IBR-2 reactor of FLNP JINR, Russia. Seminar at Comenius University, December 12, 2012, Bratislava, Slovakia.
8. M.V. Frontasyeva, S.S. Pavlov, A.Yu. Dmitriev. Automation of reactor neutron activation analysis. The International Atomic Agency's first Technical Meeting on Development of an Integrated Approach to Routine Automation of Neutron Activation Analysis (CRP 1888), August 27–31, 2012, Delft, Netherlands.
9. A.Yu. Dmitriev, S.S. Pavlov, T.M. Ostrovnaya, S.F. Gundorina. Software for automation of neutron activation analysis at the IBR-2 reactor of FLNP JINR. 20th International Seminar on Interaction of Neutrons with Nuclei, May 21–26, 2012, Alushta, Ukraine.
10. А.Ю. Дмитриев. Программный комплекс для автоматизации нейтронного активационного анализа на реакторе ИБР-2 в ЛНФ ОИЯИ. Семинар Отделения ядерной физики ЛНФ ОИЯИ, 17 апреля 2012 г.

Публикации

1. S.S. Pavlov, A.Yu. Dmitriev, I.A. Chepurchenko, M.V. Frontasyeva. Automation system for measurement of gamma-ray spectra of induced activity for multi-element high volume neutron activation analysis at the reactor IBR-2 of Frank Laboratory of Neutron Physics at the Joint Institute for Nuclear Research. *Письма в журнал «Физика элементарных частиц и атомного ядра» (ЭЧАЯ)*. 2014. Т 11, №6(190). С. 1143-1149.
2. S.S. Pavlov, A.Yu. Dmitriev, M.V. Frontasyeva. Automation of reactor neutron activation analysis. *Communications of JINR*, D18-2013-87, Dubna, 2013.
3. А.Ю. Дмитриев, С.С. Павлов. Автоматизация количественного определения содержания элементов в образцах методом нейтронного активационного анализа на реакторе ИБР-2 в ЛНФ ОИЯИ. *Письма в журнал «Физика элементарных частиц и атомного ядра» (ЭЧАЯ)*. 2013. Т 10, №1(178). С. 58-64. Работа удостоена Премии журнала за 2013 год.

4. А.Ю. Дмитриев, С.С. Павлов. Программное обеспечение для автоматизации нейтронного активационного анализа на реакторе ИБР-2 в ЛНФ ОИЯИ. *Ядерные измерительно-информационные технологии*. 2012. №4. С. 54-66.

Структура и объем диссертации

Диссертация состоит из введения, обзорной главы, двух глав в основной части, заключения и приложений. Диссертация изложена на 100 страницах машинописного текста, в котором приведены 2 таблицы и 34 рисунка, содержит список литературы из 58 источников.

СОДЕРЖАНИЕ РАБОТЫ

Во введении диссертации обоснована актуальность темы, показана научная новизна и практическая значимость выполненных исследований. Даны положения, выносимые на защиту. Представлены все аспекты практического внедрения результатов работы на радиоаналитическом комплексе РЕГАТА реактора ИБР-2. Обоснована достоверность полученных результатов.

В обзорной главе диссертации дан литературный обзор работ по автоматизации проведения НАА и методам обработки спектрометрической информации.

Описаны особенности отдельных лабораторий НАА, функционирующих в настоящее время на ядерных реакторах. Рассматриваются работы по автоматизации некоторых отдельных операций НАА. Отмечены малочисленные примеры комплексного подхода к проблеме автоматизации [14, 15, 16], а также примеры проведения работ на уровне, не соответствующем современным требованиям [17]. Обзор демонстрирует недостаточную степень автоматизации проведения НАА и ограниченное использование современной техники и компьютерных технологий.

Обработка спектрометрической информации с целью массового расчета концентраций определяемых элементов во многих случаях также оставляет желать лучшего и требует более полного использования современных компьютерных технологий. Учитывая массовый многоэлементный характер НАА, значение работ по совершенствованию процесса обработки спектрометрической информации трудно переоценить.

Несмотря на то, что потребность в проведении аналитических исследований большого числа образцов в рамках масштабных международных проектов неуклонно возрастает, проблема организации массового многоэлементного анализа, как правило, не рассматривается. Таким образом, не полностью используют аналитические возможности реакторных установок мира, преимущества современного оборудования, а также высокий уровень компьютерных технологий, доступный на сегодняшний день.

В целом, литературные данные подтверждают актуальность выбора основных идей для решения задач комплексной автоматизации НАА при организации массового

многоэлементного анализа образцов и новаторский характер работ, проводимых на реакторе ИБР-2 ЛНФ ОИЯИ.

В первой главе диссертации рассмотрены методические проблемы автоматизации массового многоэлементного НАА, варианты НАА, которые используют при рутинных массовых измерениях: абсолютный метод, k_0 -метод, относительный метод и метод группового стандарта.

Классический **относительный метод** предполагает одновременное облучение анализируемого образца и стандарта с точно известным количеством определяемого элемента. После облучения измеряют спектры наведённой активности стандартного и исследуемого образцов и вычисляют активности изотопов. Концентрацию элемента в образце $C_{обр.}$ рассчитывают из соотношения:

$$C_{обр.} = C_{ст.насч.} \frac{A_{обр.}}{A_{ст.}} K, \quad (1)$$

где $C_{ст.насч.}$ – концентрация элемента в стандартном образце; $A_{обр.}$, $A_{ст.}$ – рассчитанные активности изотопов исследуемых и стандартных образцов, соответственно; K – коэффициент, учитывающий изменение потока нейтронов в случае облучения исследуемого и стандартного образцов в разное время и/или в разных местах канала облучения.

Относительный метод облегчает проведение НАА и повышает точность определения концентрации элементов в исследуемых образцах. Некоторые погрешности, существенные при использовании абсолютного метода, не оказывают влияния на конечные результаты.

Метод группового стандарта, используемый в практике массового многоэлементного НАА в ЛНФ ОИЯИ (автор С.С. Павлов), является оригинальным усовершенствованным вариантом классического относительного метода.

В связи с тем, что многоэлементный НАА предполагает качественное и количественное определение нескольких десятков элементов, приходится, как правило, одновременно использовать несколько стандартов, содержащих, иногда, одинаковые элементы. При определении концентраций приходится повторять расчёты столько раз, сколько было взято стандартов. Окончательную таблицу с концентрациями составляют вручную из полученного набора таблиц для разных стандартов.

Метод группового стандарта служит для оптимизации работы со стандартами. Он позволяет выбрать для каждого элемента наилучший из облученных стандартов, уменьшить количество проводимых расчетов и операций по составлению общего результата анализа, уменьшить погрешности определения концентраций, а также получить результат сразу для всех определяемых элементов.

Перед составлением группового стандарта, при необходимости, осуществляют учёт флуктуации потока нейтронов при облучении стандартов в разное время и/или в разных местах канала облучения. Для этого одновременно со стандартным образцом облучают

монитор потока нейтронов. Один из мониторов потока нейтронов выбирают как базовый. Значения активностей изотопов стандартов, соответствующие остальным мониторам, пересчитывают к базовому потоку нейтронов по формуле (2):

$$A_{ст.кор.} = A_{ст.} \frac{A_{баз.мон.ст.}}{A_{мон.ст.}}, \quad (2)$$

где $A_{ст.кор.}$ – скорректированная активность изотопа стандарта; $A_{баз.мон.ст.}$ – активность базового монитора стандарта; $A_{мон.ст.}$ – активность монитора стандарта.

Для составления группового стандарта на основе базовых и пересчитанных активностей изотопов отдельных стандартов создают сводную таблицу активностей изотопов стандартных образцов. Погрешность определения активности изотопа стандарта $\sigma_{Аст.расч.}$ (%), рассчитывают по формуле (3):

$$\sigma_{Аст.расч.} = 100 \cdot \frac{\Delta_{Аст.}}{A_{ст.}}, \quad (3)$$

где $\Delta_{Аст.}$ – погрешность активности изотопа стандарта.

Кроме того, в таблицу добавляют паспортные значения концентрации соответствующего элемента и погрешности, а также среднеквадратичную погрешность $\sigma_{ср.кв.др.}$ (%), которую рассчитывают по формуле (4):

$$\sigma_{ср.кв.др.} = \sqrt{\left(100 \cdot \frac{\Delta_{Аст.}}{A_{ст.}}\right)^2 + \sigma_{Сст.пасп.}^2}, \quad (4)$$

где $\sigma_{Сст.пасп.}$ – паспортная погрешность концентрации элемента стандарта.

Сводная таблица содержит строки с повторяющимися изотопами, из этих строк оставляют те, где паспортное значение концентрации является сертифицированным. Из оставленных строк с сертифицированными значениями выбирают ту, где суммарная погрешность определения активности изотопа и паспортного значения концентрации соответствующего элемента являются наименьшими. Остальные строки удаляют. Оставшиеся изотопы составляют оптимальный групповой стандарт.

После создания группового стандарта проводят проверку правильности его создания. Для этого по формулам (5) и (6) производят расчёт концентраций элементов $C_{ст.наГРС}$ и погрешностей их определения $\sigma_{СГРСрасч.}$ в каждом из облученных стандартов с использованием составленного группового стандарта:

$$C_{ст.наГРС} = C_{ст.пасп.} \frac{A_{ст.кор.}}{A_{ГРС}}, \quad (5)$$

где $C_{ст.пасп.}$ – сертифицированная (паспортная) концентрация элемента стандарта; $A_{ГРС}$ – активность изотопа группового стандарта.

$$\sigma_{C_{ГРС\text{расч.}}} = 100 \cdot \sqrt{\left(\frac{\Delta_{A_{ст.}}}{A_{ст.}}\right)^2 + \left(\frac{\Delta_{A_{ГРС}}}{A_{ГРС}}\right)^2 + \left(\frac{\sigma_{C_{ст.насп.}}}{100}\right)^2}, \quad (6)$$

где $\Delta_{A_{ГРС}}$ – погрешность активности изотопа группового стандарта.

Созданный групповой стандарт считают правильным, если рассчитанные значения концентраций элементов с погрешностью $\pm 2\sigma_{C_{ГРС\text{расч.}}}$ совпадают с паспортными значениями. В противном случае экспериментатору рекомендуют повторить обработку спектров и расчёт концентраций с целью устранения причины увеличенной погрешности.

После составления группового стандарта и проверки его правильности рассчитывают концентрации по формуле (1) для классического относительного метода.

Определение концентраций элементов на основе спектрометрической информации осуществляют в два этапа. На первом этапе вычисляют активности изотопов с использованием программы «Genie-2000».

На втором этапе вычисляют концентрации элементов $C_{обр.}$ (мкг/г), минимально детектируемые концентрации (МДК) $C_{обр.МДК}$ и погрешности определения концентрации элементов образца $\sigma_{C_{обр.}}$ (%) по формулам (7), (8) и (9) соответственно:

$$C_{обр.} = C_{ст.насп.} \frac{A_{обр.} A_{монст.}}{A_{ГРС} A_{монобр.}}, \quad (7)$$

где $A_{монобр.}$ – активность монитора исследуемого образца.

$$C_{обр.МДК} = C_{ст.насп.} \frac{A_{обр.МДА} A_{монст.}}{A_{ГРС} A_{монобр.}}, \quad (8)$$

где $A_{обр.МДА}$ – минимально детектируемая активность изотопа исследуемого образца (мкКи/г).

$$\sigma_{C_{обр.}} = 100 \cdot \sqrt{\left(\frac{\Delta_{A_{обр.}}}{A_{обр.}}\right)^2 + \left(\frac{\sigma_{A_{ст.расч.}}}{100}\right)^2 + \left(\frac{\sigma_{C_{ст.насп.}}}{100}\right)^2 + \left(\frac{\sigma_{СП}}{100}\right)^2}, \quad (9)$$

где $\Delta_{A_{обр.}}$ – погрешность определения активности изотопа образца, абсолютная величина; $\sigma_{СП}$ – систематическая погрешность, %.

Комплекс методов для автоматизации массового многоэлементного НАА на реакторе ИБР-2 ЛНФ ОИЯИ.

Массовый многоэлементный НАА на реакторе ИБР-2 [18] ЛНФ ОИЯИ с использованием пневмотранспортной установки РЕГАТА [19] до внедрения комплекса методов автоматизации представлял собой трудоемкий процесс, где многие операции выполнялись вручную. Использовались бумажные журналы со сведениями об облучении и об измерениях спектров наведённой активности. Данные из них о датах и времени начала и

окончания облучения образцов, а также значения веса измеряемых образцов и необходимые калибровки заносили в файл со спектром вручную. Групповые стандарты составляли и проверяли вручную. Особенно трудоёмким был процесс измерения спектров наведённой активности при определении ДЖИ-1 и ДЖИ-2, сопряжённый со сменой образцов на детекторах. Имена файлов с измеренными спектрами записывали в журналы вручную. Все перечисленные процедуры могли служить источниками субъективных ошибок.

В рамках целого ряда масштабных международных проектов, таких, например, как Европейская программа биомониторинга, в ЛНФ ОИЯИ выполняют исследования, связанные с проведением массового многоэлементного НАА больших партий образцов. При этом необходимо проведение круглосуточных измерений спектров наведённой активности со сменой образцов на детекторах, регистрацией в журналах и последующей кропотливой работой по обработке спектров, что может быть связано с риском субъективных ошибок и потерей информации.

С учетом всех вышеперечисленных особенностей, для автоматизации проведения массового многоэлементного НАА в условиях ЛНФ ОИЯИ был разработан целый комплекс методов. Комплекс методов автоматизации предусматривает широкое использование современного оборудования, компьютерной техники, программных средств и современной системы управления базами данных (СУБД). Комплекс методов охватывает большинство операций НАА в ЛНФ ОИЯИ.

Новая схема массового многоэлементного НАА на реакторе ИБР-2 ЛНФ ОИЯИ представлена на рис. 1.

База данных. Работа с огромным количеством образцов (свыше шести с половиной тысяч образцов на момент написания работы, без учета стандартных образцов и мониторов потока) требует наличия универсального средства, позволяющего оперативно сохранять и беспрепятственно использовать большие объёмы данных (более трёхсот двадцати параметров для одного образца). Причём возможность сохранять и использовать данные должна быть предоставлена как сотрудникам сектора, так и программному обеспечению комплекса. Без сомнения, только должным образом организованная база данных может в максимальной степени отвечать перечисленным требованиям.

Несмотря на очевидную необходимость использования базы данных при проведении массового многоэлементного НАА, в мировой практике крайне редки случаи наличия базы данных в исследовательских лабораториях. Кроме того, как правило, лаборатории, имеющие в своём арсенале базы данных, не в полной мере используют их возможности. Обзор работ в области автоматизации НАА показывает, насколько актуальна задача создания адекватной базы данных, учитывающей как можно больше требований массового многоэлементного НАА.

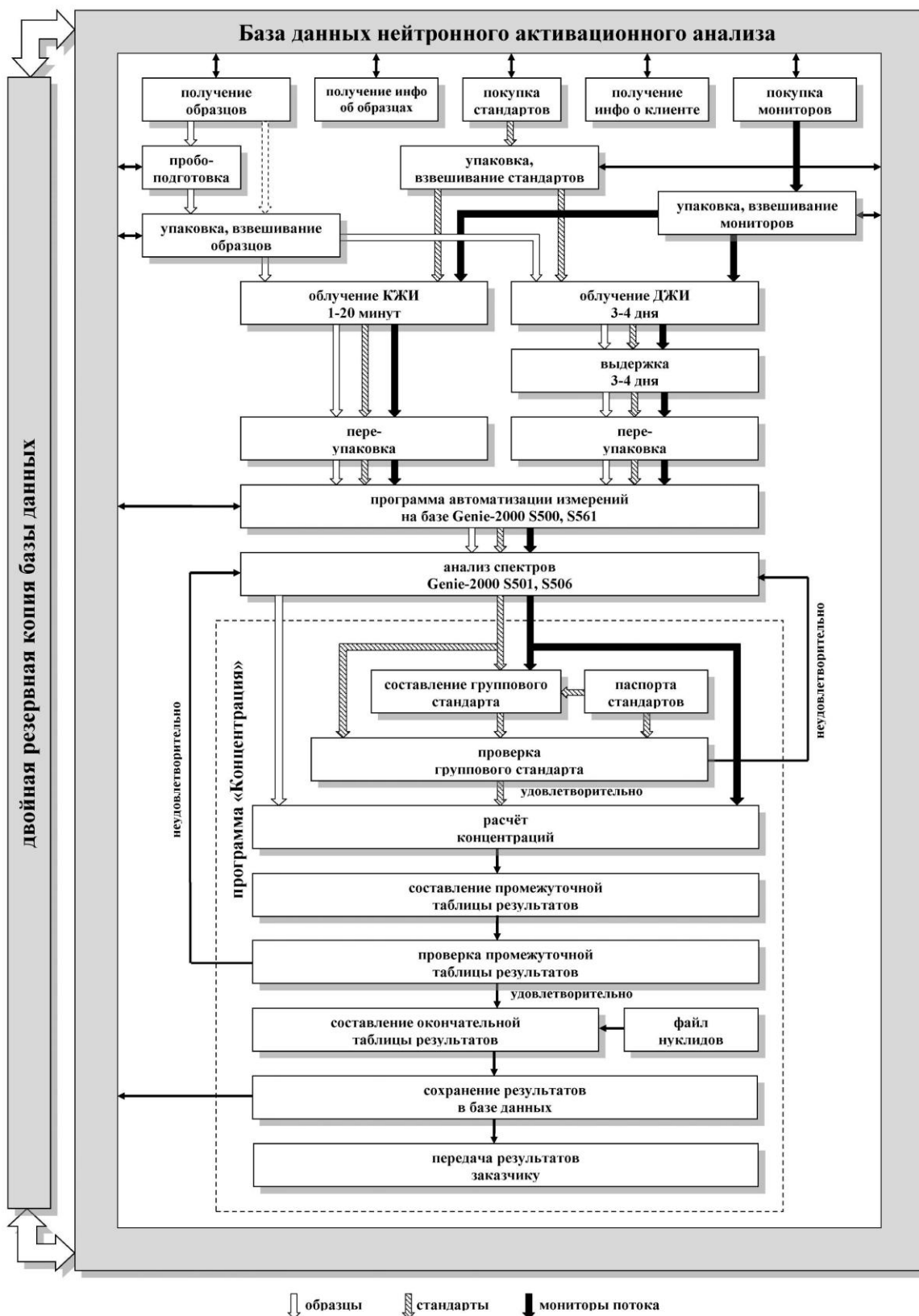


Рисунок 1. Схема проведения массового многоэлементного НАА в ЛНФ ОИЯИ

Комплекс методов требует сохранения информации обо всех этапах НАА в сетевой базе данных. Информация из базы данных доступна программному обеспечению и сотрудникам сектора. Программные средства, создаваемые в рамках комплекса методов, взаимодействуют с базой данных с помощью автоматически создаваемых SQL запросов. Для

работы с базой данных сотрудники СНААПИ используют специальный интерфейс. Интерфейс обеспечивает удобную для экспериментаторов визуализацию информации. Интерфейс предусматривает широкое использование программных возможностей для сохранения информации в базе данных в автоматическом режиме с использованием файлов утверждённого формата. При сохранении информации в полуавтоматическом режиме интерфейс обеспечивает использование средств контроля за правильностью вводимой информации, а также средств для ускорения ввода информации. Интерфейс обеспечивает сохранение информации из базы данных в формате файлов электронных таблиц MS Excel. СУБД периодически дублирует базу данных на разные персональные компьютеры СНААПИ. СУБД также обеспечивает различные уровни доступа экспериментаторов к данным в зависимости от выполняемых задач.

Приём образцов для анализа. Каждой партии образцов присваивают уникальный код. Объём партии – не более 99 образцов. При приеме для каждого образца сохраняют примерно 90 параметров, включая координаты места сбора, интересующие заказчика элементы, а также информацию о месте хранения принятого образца в секторе НААПИ. Информацию о клиенте, передавшем образцы для анализа (около 20 параметров) также сохраняют в базе данных. Для обмена информацией об образцах и клиенте комплексом методов предусмотрено применение специального программного обеспечения, используемого клиентом для создания информационных текстовых файлов. Формат этих файлов позволяет автоматически сохранять информацию в базе данных.

Стандартные образцы и мониторы потока. Приобретение некоторого количества стандартного образца или монитора потока отражают в базе данных в виде создания новой партии стандартных образцов или мониторов потока, соответственно. При использовании стандартных образцов и мониторов потока из любой партии в базе данных фиксируют вес взятых проб, а также осуществляют контроль баланса веса партии. Для сохранения информации о весе в базе данных используют файл утверждённого формата.

Подготовка образцов к облучению. Как правило, каждый образец очищают от посторонних примесей, сушат до постоянного веса и перемалывают. Из общего количества отбирают и взвешивают две пробы. Одну из них используют для определения КЖИ, вторую – ДЖИ. Информацию обо всех проведённых процедурах пробоподготовки сохраняют в базе данных. Для взвешивания образцов используют аналитические весы с возможностью программного считывания измеренных величин и автоматически создают так называемый весовой файл, предназначенный для сохранения в базе данных. В будущем предполагается обеспечение возможности сохранения измеренных значений непосредственно в базе данных, минуя промежуточный весовой файл.

Фиксируют также и параметры окружающей среды (температура и влажность) при проведении пробоподготовки.

Облучение образцов. Пробы для определения КЖИ упаковывают в полиэтиленовые контейнеры, а для определения ДЖИ – в алюминиевые. Информацию об облучениях – так называемые журналы облучений КЖИ и ДЖИ, включающую в сумме более пятидесяти параметров, сохраняют в базе данных.

Измерения спектров наведённой активности производят автоматически с использованием трёх одновременно работающих УСО ёмкостью 45 контейнеров каждое, обслуживающих три HPGe детектора. Файлы со списками образцов для измерений создают автоматически программными средствами. Перед началом измерений экспериментатор размещает контейнеры с образцами на УСО в соответствии со списками из файлов. Необходимую для обработки спектров информацию, сохранённую в базе данных на предыдущих этапах анализа, и необходимые калибровки считывают из базы данных и соответствующих файлов и записывают в файл со спектром автоматически. Во время измерений автоматически визуализируют окно спектрометрической программы «Genie-2000». Зоны интересов (графические границы пиков) в окне программы «Genie-2000» отображают автоматически в зависимости от выбранного типа измерений. По окончании измерений номера файлов со спектрами и дату измерений записывают в соответствующий журнал базы данных автоматически. На следующем шаге обеспечивают автоматическую смену образцов на трёх детекторах с использованием трёх УСО. Процесс измерения спектров циклически повторяют необходимое количество раз.

Комплекс методов предусматривает также измерение спектров в **полуавтоматическом** режиме. Измерение спектров в этом режиме аналогично описанному выше, за исключением смены образцов, которую экспериментатор осуществляет вручную.

В будущем развитие комплекса методов предполагает реализацию возможности автоматического подбора высоты образца над детектором в зависимости от предварительно измеренного мёртвого времени. Программные возможности предусматривают увеличение количества детекторов и УСО в соответствии с необходимостью.

Обработку спектров наведённой активности осуществляют в два этапа. На первом этапе вычисляют активности изотопов с использованием программы «Genie-2000». На втором этапе вычисляют концентрации элементов и подготавливают итоговые таблицы результатов, для чего применяют программное средство автоматизации. Программное средство для автоматизации количественного определения содержания элементов в образцах предусматривает широкое использование групповой обработки файлов. При вычислениях учитывают разницу в потоках нейтронов при облучении образцов и стандартов в разное время и/или в разных местах канала облучения. Особенностью программного средства является использование метода группового стандарта, позволяющего повысить точность и радикально сократить количество вычислений. Программные возможности позволяют максимально облегчить создание группового стандарта. Проводят контроль правильности

создания группового стандарта. Также проводят контроль правильности расчетов концентраций элементов с помощью создания промежуточной таблицы результатов. Для этого в промежуточной таблице сравнивают концентрации одних и тех же элементов, полученные по данным разных измерений. Как правило, в образцах одного типа наблюдают корреляционную зависимость концентраций некоторых элементов друг от друга. С этой целью строят графики линейной регрессии с коэффициентами корреляции. Эти зависимости проверяют для того, чтобы обнаружить грубые ошибки. При нахождении ошибок повторяют процесс обработки спектрометрической информации на предыдущих этапах. При отсутствии ошибок создают окончательную сводную таблицу концентраций элементов, найденных в образце. Программные возможности обеспечивают сохранение обеих таблиц концентраций в формате файлов электронных таблиц.

Результаты анализа (около 200 параметров для каждого образца) сохраняют в базе данных автоматически. Эти результаты доступны для сортировки, сохранения в формате файлов электронных таблиц и последующего анализа.

Дополнительные возможности программного комплекса. В рамках комплекса методов предусмотрено использование компьютерных средств для подбора подходящих стандартных образцов на основе списка необходимых элементов и требуемого значения погрешности; для создания журнала измерений с целью поиска нужных спектров и выявления ошибочных спектров; для автоматического запуска актуальных версий программных средств автоматизации НАА; для организации электронного документооборота и др.

Во второй главе подробно описан автоматизированный комплекс, созданный в результате реализации предложенного комплекса методов автоматизации массового многоэлементного НАА. Основу комплекса составляют автоматическая система измерения спектров облученных образцов на основе трёх оригинальных УСО, специальная база данных НАА, многоуровневое аппаратно-программное и программное обеспечение.

В новом аппаратно-программном комплексе, разработанном для массового многоэлементного НАА в ЛНФ ОИЯИ, используют **автоматическую систему измерения спектров наведённой активности**, которая работает с одновременным использованием трёх оригинальных УСО, обслуживающих, соответственно, три высокочистых германиевых детектора [11, 12] (рис. 2).

Каждое УСО состоит из двух-координатного модуля линейного перемещения и диска с 45-ю ячейками для контейнеров с образцами (рис. 3).

Модуль линейного перемещения закреплён с помощью алюминиевых профилей над двумя металлическими столами с регулируемыми опорами. На одном из столов установлен вращающийся диск с образцами, под другим - сосуд Дьюара с детектором. Головка детектора проходит через отверстие в столешнице и находится выше поверхности стола. На

поверхностях обеих столов размещены колодцы из свинцовых блоков, предназначенные для обеспечения биологической защиты.

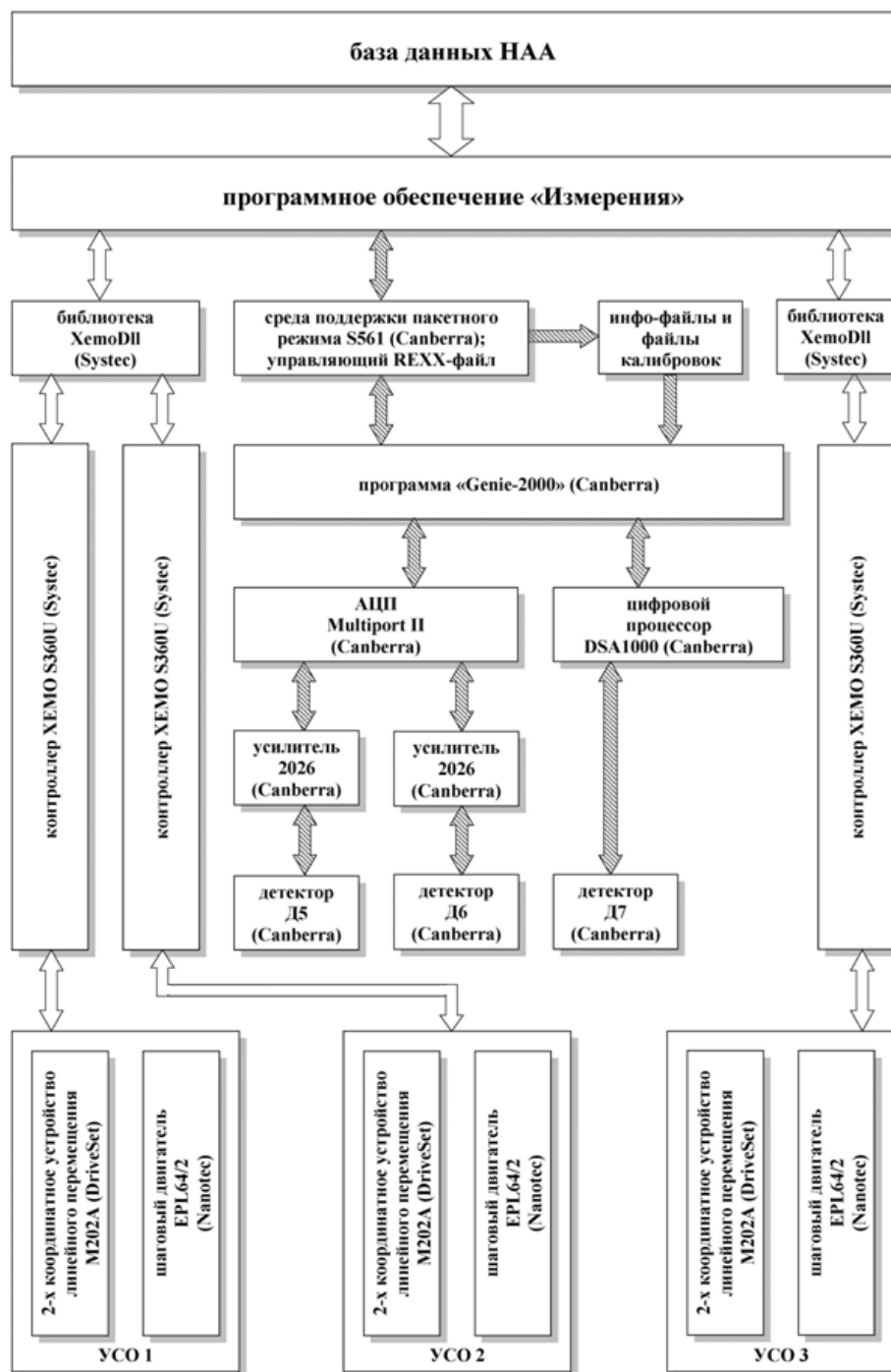


Рисунок 2. Схема автоматической системы измерения спектров

Диск с образцами приводят во вращение шаговым двигателем. С одной стороны от двигателя вал, закрепленный в подшипнике, связан с валом диска с помощью переходной муфты. С другой стороны на нём установлен инкрементный энкодер, с помощью которого контролируют выбор ячейки с образцом. Начальную ячейку диска фиксируют с помощью электромагнитного датчика.



Рисунок 3. Общий вид устройств автоматической смены образцов

Перемещение контейнеров от диска к детектору и обратно по горизонтальной и вертикальной осям осуществляют с помощью модуля линейного перемещения. Каждая ось снабжена инкрементным энкодером, позволяющим определять положение каретки, а также двумя концевыми и одним референсным датчиками. Захват контейнеров осуществляют с помощью пружинного механического приспособления.

Обмен информацией между управляющим программным обеспечением «Измерения» и модулями линейного перемещения и/или электродвигателями диска с образцами осуществляют с помощью контроллеров.

Контейнер, выбранный из диска с образцами, перемещают к детектору и удерживают над ним в течение времени измерения спектра. Измерения спектров производят на одной из четырёх фиксированных высот положения контейнера над детектором, для которых измерены кривые эффективности детекторов. После окончания измерения контейнер возвращают в ту же ячейку диска. Затем диск с образцами поворачивают для выбора следующего образца.

Управляющее программное обеспечение «Измерения» предназначено для автоматизации процесса измерений спектров наведённой активности посредством:

- одновременного комплексного управления тремя УСО с использованием контроллеров, а также программой накопления спектров «Genie-2000» и соответствующей спектрометрической аппаратурой, связанной с тремя полупроводниковыми детекторами;
- обмена информацией с базой данных НАА.

Программное обеспечение «Измерения» взаимодействует с детекторами гамма-излучения с помощью динамически создаваемой REXX-программы, работающей в среде поддержки пакетного режима S561 для «Genie-2000». Для управления контроллерами УСО программное обеспечение «Измерения» использует библиотеку XemoDll. Программа «Измерения» имеет два режима – полностью автоматический с использованием УСО и полуавтоматический, в котором осуществляют ручную смену контейнеров с образцами.

В автоматическом режиме, который используют для измерения образцов ДЖИ, перед началом цикла измерений необходимо указать путь к ранее созданным файлам со списками измеряемых образцов или составить эти списки, используя программные возможности. Также необходимо убедиться в наличии измеряемых образцов на дисках УСО и соответствии образцов составленным спискам. После старта последовательно производят автоматическое измерение спектров наведённой активности, сохранение спектров на диске компьютера и смену образцов.

Во время работы программное обеспечение обменивается информацией с базой данных НАА. Всю необходимую для обработки спектров информацию автоматически считывают из базы данных НАА, соответствующих информационных файлов и полей программы и записывают в спектр. Сюда входит: код партии и номер измеряемого образца, тип измерений, даты и время начала и окончания облучения, вес образца и единица измерения веса, высота образца над детектором и фамилия экспериментатора. В зависимости от номера детектора, используемого для измерений, программа автоматически находит необходимый файл с данными калибровки по энергии и файл калибровки по эффективности для выбранной позиции образца над детектором и сохраняет данные калибровки в спектр. Также, для удобства визуализации информации, в зависимости от типа измерений, программа автоматически находит файл с зонами интересов и отображает эти зоны в окне программы

«Genie-2000». Зоны интересов представляют собой графические границы пиков. Номера файлов со спектрами и сопутствующую информацию (дата измерений, фамилия экспериментатора) автоматически записывают в соответствующий журнал измерений в базе данных НАА.

При одновременной работе трёх УСО общее число автоматически измеряемых образцов составляет 135 штук. Таким образом, разработанная автоматическая система позволяет осуществлять долговременные сеансы рутинных измерений спектров наведённой активности при минимальном участии персонала и создает условия проведения многоэлементного анализа больших партий образцов. При этом значительно уменьшают вероятность субъективных ошибок.

Программу «Измерения» используют также и для проведения фоновых и циклических измерений.

Схема программного обеспечения для автоматизации НАА в ЛНФ ОИЯИ [9, 10] показана на рисунке 4.

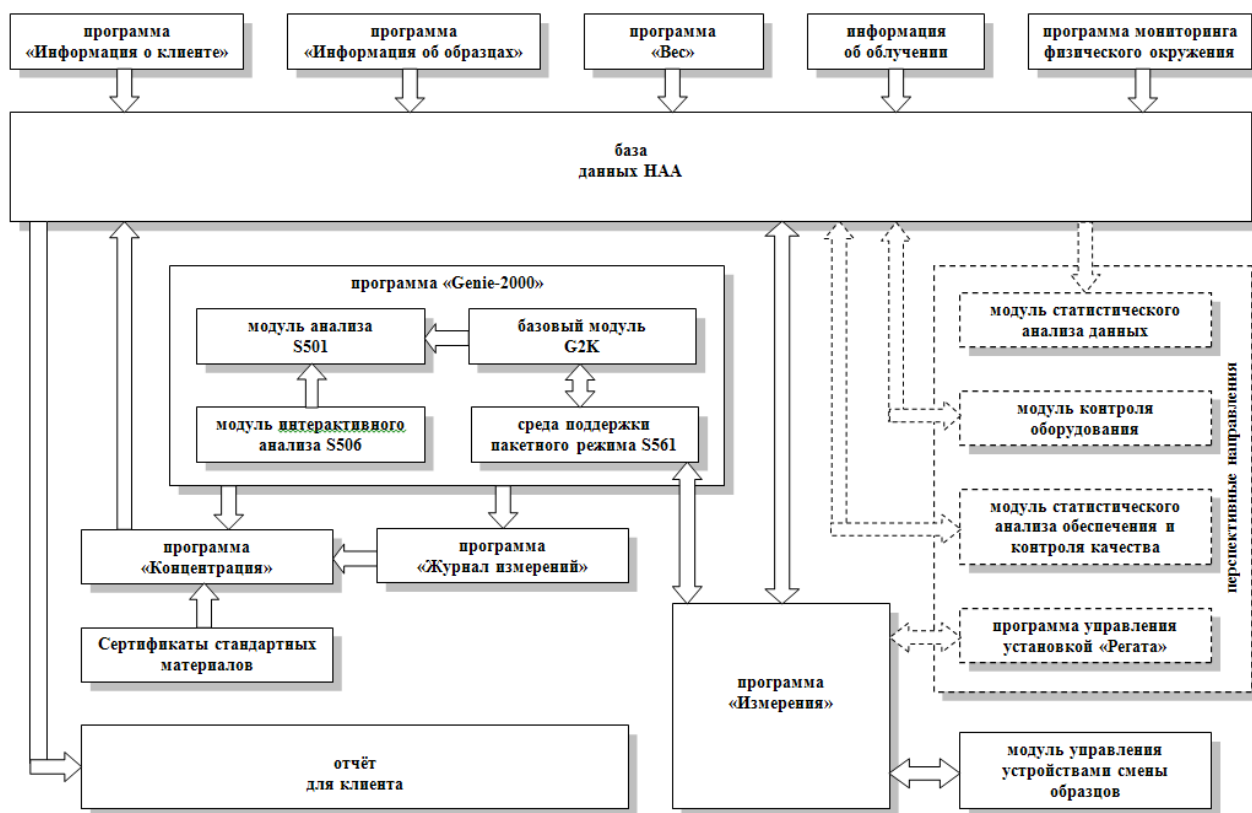


Рисунок 4. Схема программного обеспечения для автоматизации НАА в ЛНФ ОИЯИ

На схеме сплошными линиями показаны уже существующие программные средства, а прерывистыми линиями – те, которые планируется создать.

Параметры разработанных программ автоматизации НАА сведены в таблицу 1.

Таблица 1. Параметры программ автоматизации

	«Измерения»	«Концентрация»	«Информация о клиенте»	«Информация об образцах»	«Поиск стандартов»	«Вес»	«Журнал измерений»	«Среда НАА»
Среда программирования	Visual Basic и REXX	Visual Basic	Delphi	Delphi	Visual Basic	Delphi	Visual Basic и REXX	Visual Basic
необходимость установки	MS.NET Framework, «Genie-2000», S561 для «Genie-2000», библиотека XemoDll	MS.NET Framework	нет	нет	MS.NET Framework	нет	MS.NET Framework, «Genie-2000» и S561 для «Genie-2000»	MS.NET Framework
возможность скачивания в сети	нет	нет	да	да	нет	нет	нет	нет
языки интерфейса	английский, русский	английский, русский	английский, русский	английский, русский	русский	русский	русский	русский
тип создаваемого файла	бинарный	MS Excel	текстовый	текстовый	MS Excel	текстовый	текстовый	—
расширение файла	CNF	XLSX	TXT	NAS	XLSX	VES	TXT	—
возможность редактирования файла	нет	нет	да	да	нет	да	нет	—
возможность занесения содержимого файла в базу данных	да, после расчёта концентраций	да	да	да	нет	да	нет	—

Оригинальная программа «Концентрация» предназначена для количественного определения содержания элементов в образцах относительным методом НАА с использованием группового стандарта. Схема работы программы показана на рисунке 5.

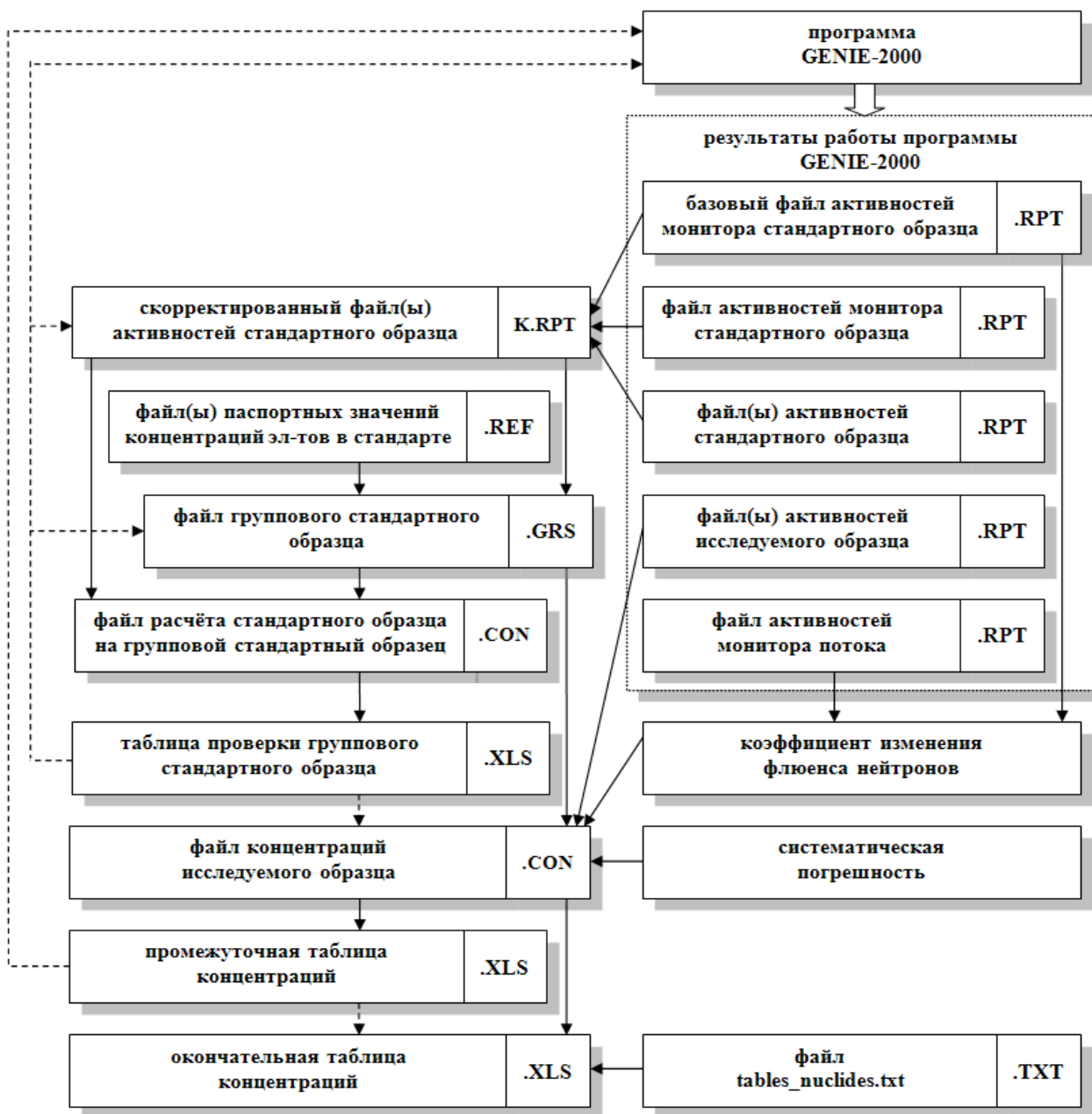


Рисунок 5. Схема работы программы «Концентрация»

В рамках относительного метода облучают анализируемый образец и стандарт, концентрации элементов в котором известны и сертифицированы. Конечный результат НАА – концентрацию элементов в образце – рассчитывают с помощью программы «Концентрация» путём пропорционального сравнения активностей одинаковых изотопов в образце и в групповом стандарте, а также известных концентраций элементов в групповом стандарте. Программа позволяет учитывать разницу в потоках нейтронов при облучении образца и стандарта в разное время и/или в разных местах канала облучения. Кроме того, программа позволяет провести анализ полученных результатов для выявления возможных

случайных ошибок. Программой предусмотрено широкое использование групповой обработки файлов.

Работа с программой «Концентрация» состоит из следующих основных этапов, подробно описанных в методическом разделе работы:

- пересчёт активностей стандартов к единой величине потока нейтронов, принятой за базовую;
- автоматизированное составление группового стандарта и его проверка;
- вычисление концентраций, минимально детектируемых концентраций, погрешностей и составление промежуточной и окончательной таблиц результатов. Окончательную таблицу сохраняют в базе данных НАА.

Реализация комплекса методов в области **менеджмента проведения массового многоэлементного анализа** образцов различной природы и происхождения привела к созданию **базы данных НАА**.

В работе нового аппаратурно-программного комплекса оригинальная база данных НАА играет основополагающую, связующую роль. Она предназначена для хранения всего спектра информации, связанной с проведением НАА в ЛНФ ОИЯИ [10].

На рисунке 6 представлена схема универсальной базы данных НАА, созданной и используемой на радиоаналитическом комплексе РЕГАТА реактора ИБР-2.

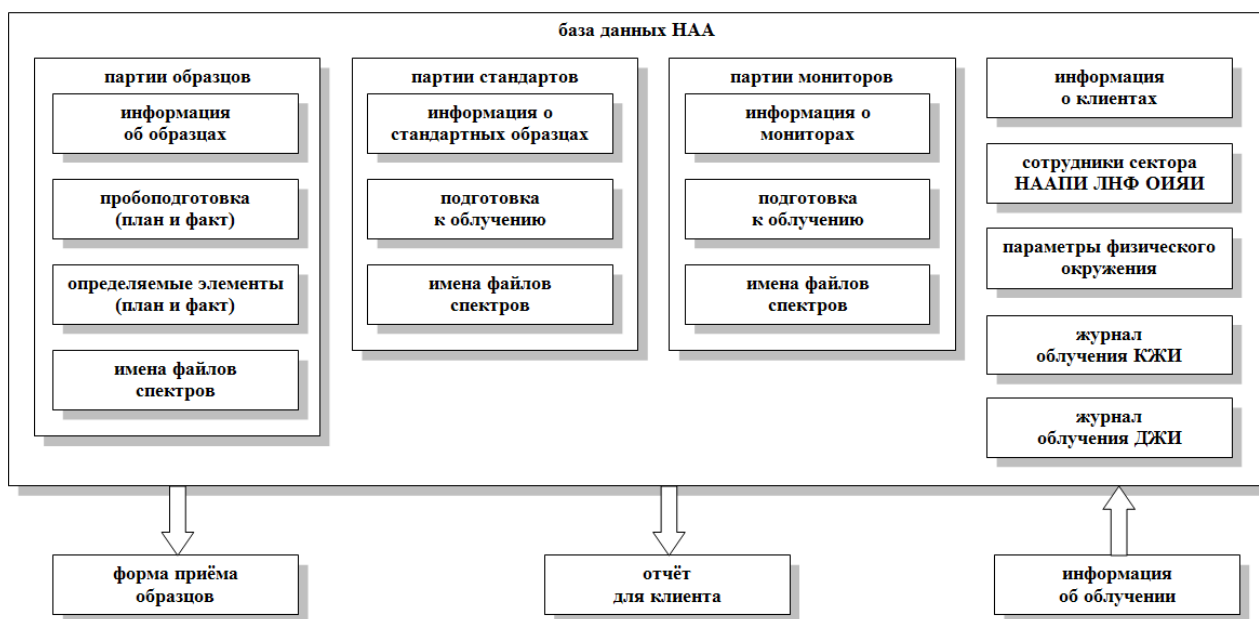


Рисунок 6. Схема базы данных НАА

База данных НАА является сетевой. Доступ к базе НАА данных возможен с любого компьютера СНААПИ. На разных этапах НАА в базу данных поступают запросы, как со стороны программного обеспечения, так и со стороны сотрудников сектора. С помощью **специального интерфейса базы данных НАА** каждый сотрудник может просматривать любую информацию, хранящуюся в базе данных НАА, однако права доступа на изменение

данных у всех сотрудников разные, в зависимости от выполняемых задач. Интерфейс работает на двух языках – русском и английском.

Интерфейс обеспечивает как автоматический ввод информации с использованием файлов утверждённого формата, так и полуавтоматическое занесение данных. База данных НАА с интерфейсом обеспечивает широкие возможности поиска и сортировки необходимой информации, а также анализа результатов НАА. Возможности интерфейса по сохранению результатов из базы данных в формате файлов электронных таблиц отлично подходят для пост-обработки данных с использованием MS Excel. Использование базы данных НАА позволило перейти к электронному документообороту, имеющему особенно важное значение при массовых анализах больших партий образцов. База данных способствует обеспечению достоверности и надёжности результатов НАА. СУБД обеспечивает независимое хранение всей информации об НАА на разных компьютерах.

В заключение обобщены основные результаты диссертационной работы.

Разработана новая методика массового многоэлементного НАА, обеспечивающая высокое качество аналитических результатов и их надёжность при высокой производительности, необходимой в условиях проведения многоэлементного анализа больших партий образцов различного происхождения с использованием радиоаналитического комплекса РЕГАТА на реакторе ИБР-2.

Разработан и создан аппаратурно-программный комплекс для автоматизации НАА в ЛНФ ОИЯИ, включающий в себя автоматическую систему измерения спектров наведённой активности, базу данных НАА с интерфейсом, а также аппаратурно-программные и программные средства.

Аппаратурно-программный комплекс обеспечивает условия проведения научно-исследовательских и прикладных работ в секторе НААПИ ЛНФ ОИЯИ на более высоком научно-техническом уровне, а также большую производительность анализа.

Достигнута более высокая степень автоматизации как в процессе выполнения операций НАА, так и в обработке аналитических результатов.

Использование оригинальных автоматических устройств смены образцов позволило полностью автоматизировать процесс измерения облученных образцов (до 135 образцов за один цикл измерений).

Созданная база данных НАА предоставляет широкие возможности хранения, сортировки и использования информации, необходимой для проведения НАА. База данных позволяет осуществлять учет массовых партий образцов, менеджмент проведения НАА, а также электронный оборот документации.

Созданное оборудование и программные средства используют в повседневной практике в ЛНФ ОИЯИ для проведения массовых многоэлементных исследований методом НАА. Разработанные методы обеспечивают надёжную организацию многоэлементного НАА

образцов при проведении массовых экологических исследований в рамках масштабных международных проектов.

Эксплуатация разработанного аппаратурно-программного комплекса в повседневной аналитической практике СНААПИ показала его высокую эффективность и возможности обеспечения качества аналитических результатов. При этом обеспечена привязка к сертифицированным стандартам («traceability») результатов НАА.

Предложенный аппаратурно-программный комплекс может служить примером для использования на всех передовых ядерных реакторах мира, где развит метод НАА.

Сертификат МАГАТЭ, полученный в декабре 2013 года (стр. 28) является подтверждением актуальности и значения выполненных работ.

Основные результаты

На экспериментальной установке РЕГАТА реактора ИБР-2 в ЛНФ ОИЯИ разработана новая методика проведения массового многоэлементного НАА, а также создан и внедрён аппаратурно-программный комплекс. Комплекс содержит автоматическую систему измерения спектров наведённой активности, базу данных НАА и многоуровневое аппаратурно-программное и программное обеспечение. Автоматическая система измерения спектров состоит из трёх оригинальных УСО, трёх полупроводниковых детекторов излучения со спектрометрической аппаратурой и управляющего программного обеспечения. Автоматическая система позволяет проводить измерения спектров наведённой активности на трёх детекторах одновременно, а также допускает возможность увеличения количества используемых УСО.

Создана база данных НАА, предназначенная для сбора, передачи и хранения информации на всех этапах НАА. База данных НАА обеспечивает электронный учёт образцов и предоставляет широкие возможности поиска, сортировки и анализа накопленных данных. Программы из состава аппаратурно-программного комплекса на разных этапах анализа обмениваются информацией с базой данных НАА. Сотрудники сектора имеют возможность доступа к базе данных НАА с помощью оригинального интерфейса.

Обеспечивается контроль качества аналитических измерений в рамках международных стандартов.

Созданы условия для существенного облегчения работы персонала лаборатории при получении и обработке аналитической информации.

Выполненные исследования позволили значительно поднять уровень автоматизации процесса НАА, а также обосновать системный подход к организации его процедур при массовых многоэлементных аналитических работах на исследовательских реакторах.

Разработанные методы могут быть внедрены на других исследовательских реакторах с целью автоматизации НАА и оптимизации его проведения.

Благодарности

Автор выражает глубокую благодарность своему научному руководителю – кандидату физико-математических наук, доценту, начальнику СНААПИ ЛНФ ОИЯИ

Марине Владимировне Фронтасевой

за неоценимую помощь при выполнении работы и постоянное внимание;
ведущему инженеру СНААПИ ЛНФ ОИЯИ

Сергею Сергеевичу Павлову

за полезные консультации и сотрудничество;
а также всем сотрудникам сектора НААПИ ЛНФ ОИЯИ и лично

Светлане Фёдоровне Гундориной и

Татьяне Михайловне Островной

за содействие во время разработки и на этапе внедрения аппаратурно-программного комплекса на реакторе ИБР-2.

Автор особо благодарит

Елену Ивановну Киркесали

за возможность постоянного обсуждения и серьёзную помощь при подготовке рукописи работы.

Автор благодарен МАГАТЭ за поддержку работ в рамках проекта IAEA Coordinated Research Project 1888 – «Development of an Integrated Approach to Routine Automation of Neutron Activation Analysis» (2012-2015).



IAEA

International Atomic Energy Agency

Atoms For Peace

This is to certify that
Mr Andrey Dmitriev
is an active member of
the **IAEA Coordinated Research Project 1888**
on **Development of an Integrated Approach to**
Routine Automation of Neutron Activation Analysis
(2012-2015)

In the frame of the above project, **Mr Andrey Dmitriev** has successfully developed and presented a number of specific tools for automation of neutron activation analysis (NAA): both the hardware (the design of a sample changer) and the software (the NAA database, including integrated interface of the database and additional software programmes). The work and results reported by **Mr Andrey Dmitriev** were highly appreciated by the CRP partners representing 19 countries as well as the IAEA Secretariat. It was suggested that implementation of such an advanced system could be taken as a reference example by other NAA laboratories world-wide, interested in increasing their measurement capacity through large scale automation.

Danas Ridikas
Technical Officer of the Project
IAEA-NAPC Physics Section

Vienna, 10 December 2013

СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

1. М.В. Фронтасьева. Нейтронный активационный анализ в науках о жизни. Физика элементарных частиц и атомного ядра. 2011, т. 42, вып. 2, стр. 636-701.
2. Р.А. Кузнецов. Активационный анализ, М., Изд-е 2-е. М., Атомиздат, 1974.
3. F. De Corte, A. De Wispelaere. The performance of k_0 -INAA in recent exercises on the certification of rare earth elements in bio-environmental materials. Journ. Radioanal. Nucl. Chem. (2004) 259, 3, 401-408.
4. S. Landsberger, S. Peshev. Compton suppression neutron activation analysis: Past, present and future. Journ. Radioanal. Nucl. Chem. (1996) 202, 201-224.
5. P. Bode, R.R. Greenberg, E.A. De Nadai Fernandes. Neutron Activation Analysis: A Primary (Ratio) Method to Determine SI-Traceable Values of Element Content in Complex Samples. CHIMIA, 2009, V. 63, No. 10. p. 678-680.
6. D. Ridikas, D. Adelfang, K. Aldred, M. Ferrari. New opportunities for the enhanced NAA services through the reactor coalition and networks. Journ. Radioanal. Nucl. Chem. (2012) 291, 329-334.
7. M.V. Frontasyeva, S.S. Pavlov, V.N. Shvetsov. NAA for applied investigations at FLNP JINR: present and future. Journ. Radioanal. Nucl. Chem. (2010) 286, 2, 519–524.
8. M. Frontasyeva, E Kirkesali. Epithermal neutron activation analysis in applied microbiology. Journ. Radioanal. Nucl. Chem. (2012) 291, 2, 421-426.
9. А.Ю. Дмитриев, С.С. Павлов. Автоматизация количественного определения содержания элементов в образцах методом нейтронного активационного анализа на реакторе ИБР 2 в ЛНФ ОИЯИ. Письма в ЭЧАЯ. 2013. Т 10, №1(178). С. 58-64. Работа удостоена премии журнала за 2013 год.
10. А.Ю. Дмитриев, С.С. Павлов. Программное обеспечение для автоматизации нейтронного активационного анализа на реакторе ИБР-2 в ЛНФ ОИЯИ. Ядерные измерительно-информационные технологии. 2012. №4. С. 54-66.
11. S.S. Pavlov, A.Yu. Dmitriev, M.V. Frontasyeva. Automation of reactor neutron activation analysis. Communications of JINR, D18-2013-87, Dubna, 2013.
12. S.S. Pavlov, A.Yu. Dmitriev, I.A. Chepurchenko, M.V. Frontasyeva. Automation system for measurement of gamma-ray spectra of induced activity for multi-element high volume neutron activation analysis at the reactor IBR-2 of Frank Laboratory of Neutron Physics at the Joint Institute for Nuclear Research. Physics of Particles and Nuclei Letters. 2014. Vol. 11, No 6(190), pp. 1143-1149.
13. Национальный стандарт Российской Федерации. ГОСТ Р ИСО/МЭК 17025-2006.
14. P. Bode, M. Blaauw. Performance and robustness of a multi-user, multi-spectrometer system for NAA. Journ. Radioanal. Nucl. Chem. (2012) 291, 299-305.
15. B. Ni, C. Xiao, D. Huang, H. Sun, G. Zang, C. Liu, P. Wang, H. Zang, W. Tian. A brief introduction to NAA facilities of China advance research reactor at CIAE. Journ. Radioanal. Nucl. Chem. (2012) 291, 313-319
16. D. Sahin. «Tracing footprints of environmental events in tree ring chemistry using neutron activation analysis», PhD Dissertation, Department of Mechanical and Nuclear Engineering, Pennsylvania State University, University Park, PA, USA, 2012.
17. J.W. Bennett. Commissioning of NAA at the new OPAL reactor in Australia. Journ. Radioanal. Nucl. Chem. (2008) 278, 671–673
18. Параметры реактора ИБР-2. <http://flnp.jinr.ru/559/>. Сайт доступен 23.01.2015.
19. M.V. Frontasyeva, S.S. Pavlov. REGATA Experimental Setup for Air Pollution Studies. In «Problems of Modern Physics». Editors: A.N. Sissakian, D.I. Trubetskov. Dubna, JINR, 1999, p. 152-158.