

На правах рукописи

УДК 539.075: 621.384.8

13-85-883

**ДЕЛЬ ПОРТИЛЬО ГАРРОТЕ**  
Рене Мигель

**АППАРАТУРНОЕ И ПРОГРАММНОЕ ОБЕСПЕЧЕНИЕ  
ИЗМЕРЕНИЙ МАЛЫХ КОНЦЕНТРАЦИЙ ЭЛЕМЕНТОВ  
МЕТОДАМИ МАСС-СПЕКТРОМЕТРИИ  
И АКТИВАЦИОННОГО АНАЛИЗА**

Специальность: 01.04.01 - экспериментальная физика  
(технические науки)

Автореферат диссертации на соискание ученой степени  
кандидата технических наук



Работа выполнена в Лаборатории ядерных реакций Объединенного института ядерных исследований, г. Дубна

Научный руководитель – кандидат технических наук,  
старший научный сотрудник  
Челноков Л.П.

Официальные оппоненты: доктор физико-математических наук,  
старший научный сотрудник  
Голутвин И.А.  
кандидат физико-математических наук,  
младший научный сотрудник  
Дмитриев В.Д.

Ведущее научно-исследовательское учреждение: Институт геохимии  
и аналитической химии им. В.И.Вернадского, г.Москва.

Защита диссертации состоится "28" января 1986 г. в  
"10" час на заседании специализированного совета Д 047.01.05  
при Лаборатории нейтронной физики и Лаборатории ядерных  
реакций Объединенного института ядерных исследований,  
г.Дубна Московской области.

С диссертацией можно ознакомиться в библиотеке ОИЯИ.

Автореферат разослан "27" дек. 1985 г.

Ученый секретарь Специализированного Совета

Ю.В.ТАРАН

## ОБЩАЯ ХАРАКТЕРИСТИКА РАБОТЫ

Актуальность работ. В настоящее время в Лаборатории ядерных реакций (ЛЯР) в рамках программы поиска сверхтяжелых элементов (СТЭ) в природе сооружается высокочувствительный масс-спектрометр ЛИДИА. Он рассчитан на достижение чувствительности порядка  $10^{-14}$  ат/ат в области СТЭ. Из-за сложности проектируемого спектрометра было решено вначале создать простой вариант спектрометра – ЛИДИА-М, на котором, как на макете, отработать основные узлы и испытать систему автоматизации. Кроме того, в экспериментах для поиска СТЭ в природе требуется предварительное определение содержания других нуклидов в образцах. Эти нуклиды могут существовать в концентрации менее  $10^{-8}$  грамма/грамм. Для этого потребовалось разработать многоканальные амплитудные анализаторы с повышенной скоростью накопления. Такие анализаторы необходимы и в прикладных исследованиях по определению содержания элементов в геологических образцах, например, на Кубе при изучении новых месторождений полезных ископаемых и в процессе их последующей переработки.

Цель работы состояла в разработке и создании системы управления, контроля параметров и регистрации информации масс-спектрометра ЛИДИА-М и выработки предпосылок для построения автоматизированной системы управления сооружаемого высокочувствительного масс-спектрометра ЛИДИА, а также в разработке многоканального амплитудного анализатора с повышенной скоростью накопления на основе мини-ЭЕМ СИД-300 (СМ-3) или аналогичных с целью использования не только в ОИЯИ, но и на Кубе для прикладных исследований.

## НАУЧНАЯ НОВИЗНА

Новыми результатами, полученными в диссертации, являются следующие:

1. Разработана система управления, контроля параметров и регистрации масс-спектрометра ЛИДИА-М, позволяющая оптимально использовать возможности этой установки и достичь рекордных характеристик.
2. Разработан алгоритм накопления информации на ЭЕМ в режиме многоканального амплитудного анализа, превосходящий существующие в 4-5 раз по быстродействию.
3. Разработана система измерения энергетических спектров радио-

активных изотопов с периодом полураспада порядка минуты. Она позволяет накапливать до восьми спектров последовательно. С помощью этой системы впервые были изучены или уточнены характеристики некоторых изотопов W, Ta и Hf.

4. Модернизация распространенного печатающего устройства DZM -180, предложенная автором, открывает новые возможности для использования его в качестве устройства вывода графической информации на бумагу с восемью градациями по интенсивности.

Практическая ценность работ, описанных в диссертации, состоит в создании действующей системы автоматизации спектрометра ЛИДИА-М. Большинство блоков программ и технических решений, примененных в ней, будет использовано в сооружаемом спектрометре ЛИДИА, что позволит сократить сроки ввода его в эксплуатацию. Все это открывает новые возможности исследования существования СТЭ в природных образцах с большей чувствительностью, чем в ранее используемых установках. Применение программного анализатора РАПИД увеличивает возможности существующих мини- и микроЭВМ для накопления информации в фундаментальных и прикладных исследованиях в ОИЯИ, а также в прикладных исследованиях на Кубе. Электронная аппаратура, описанная в диссертации, может быть использована и при создании других автоматизированных систем.

Апробация работ. Материалы, положенные в основу диссертации докладывались на XI Международном симпозиуме по ядерной электронике, Братислава 1983, на XII Международном симпозиуме по ядерной электронике, Дубна 1985 и обсуждались на семинарах Отдела новых электронных разработок ЛЯР ОИЯИ.

Публикации. По результатам диссертационной работы опубликовано семь печатных работ (список прилагается).

Объем и структура диссертации. Диссертация состоит из введения, трех глав, заключения и трех приложений. В ней содержится 105 страниц машинописного текста, включая 26 рисунков, 5 таблиц и список литературы из 72 наименований.

#### СОДЕРЖАНИЕ ДИССЕРТАЦИИ

Во введении сформулирована основная цель работы, подчеркивается актуальность темы, представлены основные результаты, полученные автором, и дано краткое содержание диссертации по главам.

Первая глава диссертации содержит краткое введение к проблеме поиска СТЭ в природе. Даны главные научные предпосылки проблемы и

описывается роль, которую должны играть в ее решении масс-спектрометр ЛИДИА и ЛИДИА-М. Дано описание масс-спектрометра ЛИДИА-М и сформулированы общие требования, предъявляемые к системе его автоматизации:

- программное управление магнитным полем с шагом  $\leq 0,1\%$  от максимальной величины;
- программное управление положением мишени с точностью  $\leq 300$  мкм;
- синхронизация работы двух лазеров между собой и с каналом регистрации с точностью - 0,1 мкс;
- достоверная регистрация прихода отдельных ионов на сборку микроканальных пластин (МКП);
- регистрация токовых импульсов на выходе МКП в динамическом диапазоне  $\sim 10^5$  с точностью 1-2%.

Далее анализируются измерительные системы для спектрометрического определения малых концентраций элементов в образцах сложного состава. Знание этих концентраций необходимо при предварительной обработке проб для поиска СТЭ и при решении прикладных задач, связанных с определением содержания элементов в геологических образцах, в том числе в кубинских минералах. Обе эти задачи характеризуются большим числом образцов, которые необходимо измерить. Изучение характеристик короткоживущих изотопов также требует спектрометрического анализатора с хорошими характеристиками с точки зрения энергетического разрешения и быстродействия.

Анализаторы, решающие перечисленные проблемы, должны обладать коротким временем измерения, компенсацией мертвого времени и возможностью оперативной обработки информации по выделению малоинтенсивных линий на общем интенсивном фоне.

Затем обсуждаются особенности автоматизации экспериментов по измерению малых концентраций элементов. В начале приводятся некоторые примеры использования МКП в качестве детектора ионов. Рассматривается их использование как в режиме счета отдельных ионов, так и в режиме измерения интегральных токов.

Далее обсуждаются различные варианты синхронизации работы экспериментальных установок. Сравниваются возможности аппаратных и программных подходов. Изучаются факторы, влияющие на скорость накопления информации в многоканальных амплитудных анализаторах.

Во второй главе описываются специализированные анализаторы, разработанные автором, для определения малых концентраций элементов. Основное внимание уделяется вопросу обеспечения высокой скорости накопления и оптимизации организации работы программ в реальном масштабе времени.

В литературе описываются анализаторы, работающие по программному

каналу. Процессор в них постоянно занимается обслуживанием дисплея. Обслуживание таймера, видеотерминала и накопления информации осуществляется по прерыванию работы процессора. Для приема каждого события требуется выполнять процесс входа в прерывание и выхода из него, запоминать и восстанавливать содержание регистров общего назначения и выполнять саму программу регистрации. Приблизительно две трети времени тратится на выполнение второстепенных операций, что существенно снижает скорость накопления.

Предлагается альтернативный подход – разделение времени между задачами. Вначале определяется необходимая периодичность обновления информации на экране дисплея и организуется обслуживание дисплея в режиме прерывания с помощью таймера. Это дает возможность организовать накопление информации в режиме непрерывного опроса во время между прерываниями. Следует заметить, что в этом режиме не тратится время на запоминание и восстановление содержания регистров общего назначения процессора. Полная длительность цикла накопления равна 33,1 мкс с процессором СИД-300 (СМ-3). Это время в 5 раз меньше, чем в традиционных анализаторах и соизмеримо со средним временем преобразования АЦП (25 мкс).

Далее дается подробное описание анализатора РАПИД, разработанного для экспрессного определения малых концентраций элементов. На рис. 1 представлена структурная схема анализатора. Программное обеспечение анализатора РАПИД занимает 8К слов, из них 4К слова на языке макроассемблер РТ-II и 4К слова на фортране. Таймер анализатора (КВ-005, КС-013) генерирует запрос прерывания с частотой раз в секунду. Прерывание от таймера служит сигналом для суммирования времени измерения и обновления информации на экране телевизора.

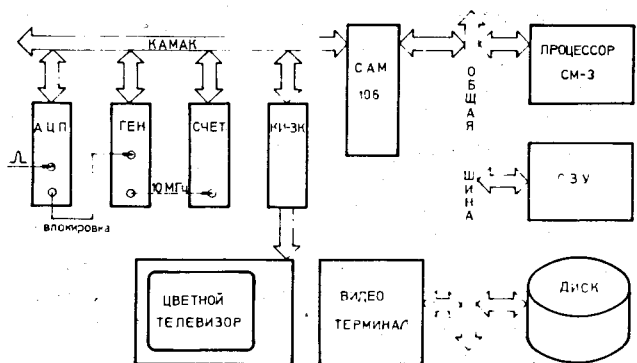


Рис. 1. Структурная схема анализатора РАПИД.

Время выполнения программы обслуживания таймера с процессором СМ-3 меняется от 13 мс в режиме накопления без дисплея до 70 мс в режиме наблюдения с максимальным масштабом содержимого в канале.

Во время измерения процессор непрерывно опрашивает АЦП. Опрос приостанавливается прерыванием от таймера или с клавиатуры. Скорость накопления достигает – 31000 соб/с без дисплея и – 29000 соб/с с дисплеем при наблюдении с максимальным вертикальным масштабом. Ранее описанные в литературе анализаторы достигали скорости накопления 5 – 7 тыс соб/с.

Анализатор имеет набор 37 различных приказов, которые позволяют задавать режим его работы. Приказы задаются с клавиатуры видеотерминала и, в основном, состоят из одной латинской буквы. Полный перечень приказов дается в приложении к диссертации.

Программа РАПИД обеспечивает предварительную обработку информации и выдает распечатку содержания каналов, график или площадь участков спектра между метками. Также обеспечивается вывод информации на магнитный диск или на перфоленту для последующей обработки.

При измерении короткоживущих элементов необходимо последовательно снимать несколько энергетических спектров за интервал времени, соизмеримый с периодом полураспада этих изотопов. В диссертации предлагается программное решение в виде варианта программы РАПИД (программа РАПИД 4) и аппаратное решение с помощью блока-разветвителя КР-1К и двух анализаторов.

Блок КР-1К принимает код из преобразователя, добавляет к нему код номера спектра, образуемый внутренним счетчиком, и распределяет информацию по памяти двух анализаторов. На первом анализаторе накапливаются четыре спектра материнского изотопа и на втором четыре спектра дочернего изотопа.

Программа РАПИД 4 накапливает четыре спектра по 1024 каналов каждый. Для этого в подпрограмму накопления добавлены две инструкции. Длительность цикла накопления удлиняется на 7,3 мкс.

С помощью вышеописанных систем были изучены характеристики новых изотопов вольфрама ( $^{168}\text{W}$ ,  $^{169}\text{W}$ ,  $^{170}\text{W}$ ), тантала ( $^{163}\text{Ta}$ ,  $^{164}\text{Ta}$ ,  $^{165}\text{Ta}$ ) и гафния ( $^{161}\text{Hf}$ ,  $^{162}\text{Hf}$ ,  $^{163}\text{Hf}$ ) с временем полураспада порядка минуты.

Для вывода информации на бумажный носитель с помощью цифрового печатающего устройства МПУ-16-3 разработаны два блока в стандарте КАМАК. Блок КИ-4К – интерфейс к цифropечати МПУ-16-3 и блок управления КУ-1К. Эти блоки вместе с контроллером КК-001 осуществляют автономное, без использования ЭВМ, чтение информации с нескольких модулей в крейте и передачу ее на МПУ-16-3. Система предназначена для вывода сопровождающей информации при облучении исследуемых образцов на микротроне.



Для представления графической информации предложена и осуществлена модернизация мозаичного печатающего устройства ДЗМ-180. В результате модернизации увеличено количество знаков в строке со 128 до 256, количество строк на листе с 72 до 99 для текстов и до 199 для графиков. Добавлены 64 новых двойных графических символа, с помощью которых изображаются 8 уровней интенсивности. Модернизация заключается в изменении конструкции одной механической детали и добавлении трех микросхем. Все прежние возможности ДЗМ - 180 сохранены.

В третьей главе рассматривается система контроля параметров, управления и регистрации информации масс-спектрометра ЛИДИА-М. Описывается узел синхронизации на основе блока управления КУ-2К. Этот узел позволил в течение трех лет осуществлять исследования на масс-спектрометре и существенно улучшить параметры спектрометра.

Включение в масс-спектрометр второго лазера для перезаряда ионов и разработанного устройства регистрации отдельных ионов потребовали создания более универсального и гибкого узла синхронизации. Для этой цели был разработан блок КТ-16К, который генерирует шестнадцать последовательных интервалов времени. Длительность интервалов времени измеряется в тактах. Число тактов в интервале меняется от одного до 2048. Каждый интервал может иметь свой период следования тактов в диапазоне от 0,1 мкс до 1 с. Таким образом, в одном и том же цикле работы возможно получить интервалы времени, отличающиеся друг от друга в  $10^{10}$  раз.

На рис. 2 показана структурная схема системы управления масс-спектрометром ЛИДИА-М, построенная на основе блока КТ-16К. На рис. 3 дан пример временной диаграммы цикла работы системы.

После прихода команды  $F(25)$  генерируется сигнал "ПУСК" для запуска перезарядного лазера. Импульс от фотодиода лазера служит сигналом "СТАРТ 1" и началом цикла работы блока КТ-16К. Первый интервал времени используется как задержка для запуска второго лазера. Второй интервал - длительность импульса запуска. После окончания второго интервала следует программируемая приостановка, которая длится до прихода импульса от второго лазера на разъем "СТАРТ 2". Третий интервал определяет задержку открытия каналов регистрации, четвертый - время открытия каналов. Пятый и шестой интервалы - задержка и длительность импульса начала работы чтения информации. После шестого интервала цикл оканчивается, и блок выставляет запрос "L".

На масс-спектрометре ЛИДИА-М задача управления включает не только синхронизацию, но и управление магнитным полем масс-сепаратора и управление перемещением мишени. Питание секторного магнита осуществляется с помощью тиристорного регулятора тока, управляемого с выхода

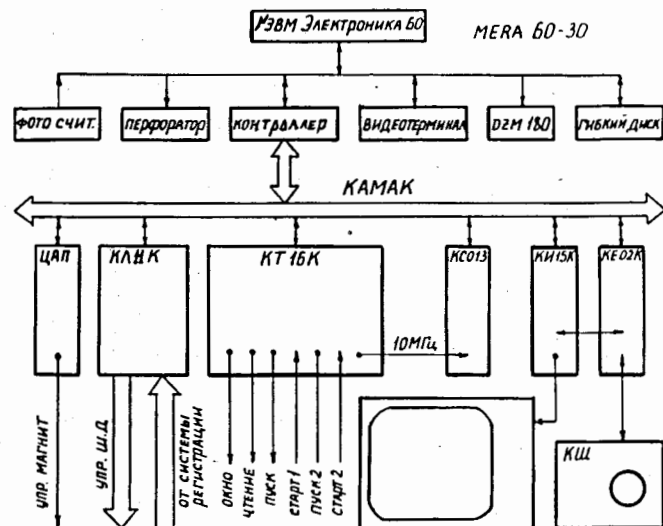


Рис. 2. Структурная схема системы управления масс-спектрометром ЛИДИА-М.

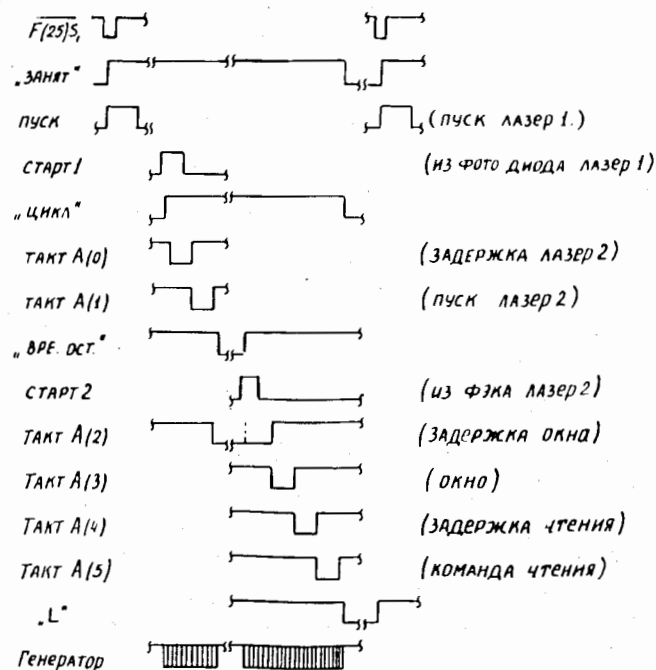


Рис. 3. Временная диаграмма цикла работы масс-спектрометра ЛИДИА-М.

цифроаналогового преобразователя (ЦАП), находящегося в кресте управления спектрометром.

Для перемещения мишени по двум направлениям используются шаговые двигатели (ШД) с угловой величиной шага, равной  $1,5^\circ$ . Полному обороту двигателя соответствует перемещение мишени на один миллиметр. Взамен специализированного интерфейса, осуществляющего логический цикл управления обмотками шагового двигателя, применен потенциальный выходной регистр с усилителем мощности, а вся логика подключения обмоток задается программой ЭВМ.

Далее в диссертации описывается использование микроканальных пластин в качестве детектора ионов на масс-спектрометре ЛИДИА-М. На рис. 4 приведена схема включения МКП в масс-спектрометре ЛИДИА-М.

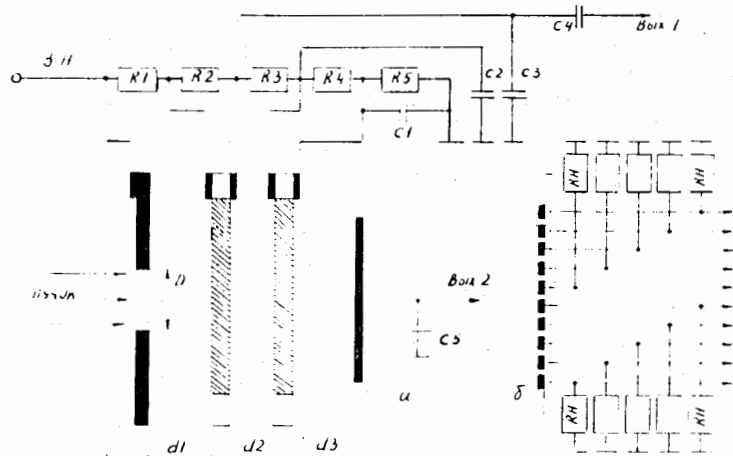


Рис. 4. Схема включения МКП.

Количество ионов на выходе масс-сепаратора может меняться от единиц до  $5 \cdot 10^8$ . Обнаружение присутствия малых концентраций элементов, особенно в районе СТЭ, требует достоверности регистрации прихода единичных ионов в детектор. Приход одного иона вызывает появления электрического импульса с амплитудой 30 мВ и длительностью 5 нс на нагрузке 100 Ом.

Для приема этих импульсов, то есть счета отдельных ионов, используются многоэлементный анод (рис. 4 б) и счетчики КС-021, способные принимать импульсы с частотой до 200 МГц. Счетчики КС-021 модифицированы добавлением в них формирователей на основе компаратора К597СА1.

Установка формирователей в счетчик КС-021 потребовала укоротить

кабели от детекторов до счетчиков и установить крест в 30 метрах от управляющей машины. Для снятия показаний счетчиков используется контроллер с фиксированной программой КК-001. Структурная схема узла снятия информации показана на рис. 5.

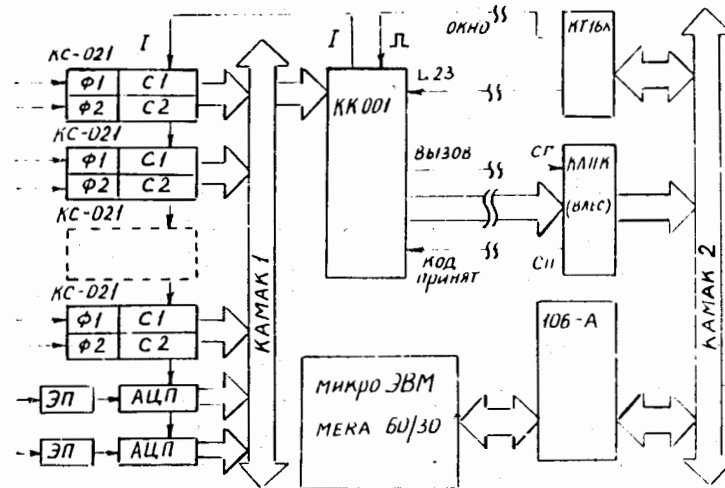


Рис. 5. Структурная схема узла снятия информации.

С целью регистрации ионных токов, отличающихся по интенсивности в  $10^5$  раз, был предпринят одновременный съем двух сигналов: с общего анода, расположенного после второй МКП и непосредственно с выхода первой пластины (рис. 4 а). Так как коэффициент усиления тракта между этими точками приблизительно равен 300, динамический диапазон всего узла регистрации увеличивается в 100 раз. На каждом тракте используется 14-разрядный АЦП с порогом регистрации не более 1 мВ.

Кроме основной информации — величины ионного тока на детекторе, снимается дополнительно следующая информация: мощность выстрела ионизационного лазера, полный ток ионов на входе масс-сепаратора, мощность выстрела перезарядного лазера. Эти данные используются для диагностики работы спектрометра и для корректировки полученной информации. Программа управления, набора и предварительной обработки экспериментальной информации "LIDA" реализована на языке макроассемблер РТ-60. В начале программы в диалоговом режиме производится ввод или изменение параметров: начальное и конечное значение магнитного поля, шаг изменения его, частота выстрелов лазера, задержка открытия каналов регистрации. Во время паузы между выстрелами регистрируется информация и подготавливается следующий выстрел. Информация вначале

накапливается в определенном районе оперативной памяти ЭВМ и, когда он заполняется, автоматически переписывается на гибкий диск.

Оперативный контроль за ходом эксперимента осуществляется с помощью графического телевизионного дисплея. Одновременно часть информации в виде таблиц передается на экран символьного дисплея. На нем в каждой строке выдаются данные об одном выстреле лазера. Этот список может быть также выведен на бумагу в виде таблиц с помощью печати ДЗМ - 180. В программе предусматривается диагностика работы масс-спектрометра.

В настоящее время на масс-спектрометре ЛИДИА-М в интервале значений массовых чисел 200 - 300 достигнута чувствительность, равная  $10^{-8}$  ат/ат при матрице мишени А ~ 60 и  $2 \cdot 10^{-7}$  ат/ат при матрице мишени А ~ 180. Разрешающая способность спектрометра ( $A/\Delta A$ ) составляет 120 на уровне 10% от высоты пиков.

В заключении сформулированы основные результаты диссертационной работы:

1. Разработана система автоматического управления масс-спектрометром ЛИДИА-М. Она обеспечивает управление магнитным полем с шагом 0,1% от максимальной величины, синхронизацию работы лазеров и канала приема информации с точностью до 0,1 нс, управление перемещением мишени с помощью шаговых двигателей по двум направлениям в диапазоне  $\pm 15$  мм ( $\pm 3600$  шагов).

2. Разработано устройство счета отдельных ионов в фокальной плоскости масс-спектрометра ЛИДИА-М, преобразуемых микроканальными пластинами в токовые импульсы длительностью 5 нс с амплитудой примерно 30 мВ. Для уменьшения влияния шумов введено временное стробирование входов счетчиков. Регистрация импульсов осуществляется с частотой до 100 МГц одновременно по 24 независимым каналам.

3. Разработано устройство регистрации ионных токов в широком динамическом диапазоне, превышающем пять десятичных порядков, без изменения коэффициента усиления сборки микроканальных пластин. Это устройство позволило достигнуть в интервале значений массовых чисел 200 - 300 чувствительности, равной  $10^{-8}$  ат/ат при матрице мишени А ~ 60 и равной  $2 \cdot 10^{-7}$  ат/ат при матрице мишени А ~ 180. Разрешение спектрометра ( $A/\Delta A$ ) 120 на уровне 10% от высоты пиков.

4. Созданная автором система управления и программное обеспечение, контроля параметров и регистрации информации масс-спектрометра ЛИДИА-М, позволили поднять уровень проводимых на спектрометре исследований, достичь рекордных по чувствительности характеристик и уменьшить время анализа полного массового спектра до двух часов.

5. С помощью этой системы были испытаны основные узлы для сооружаемого высокочувствительного масс-спектрометра ЛИДИА. В том числе: многозарядный источник ионов, лазерное перезарядное устройство, узел регистрации ионных токов на основе сборки двух МКП, узел автоматического управления.

6. Разработан многоканальный амплитудный анализатор РАПИД, оптимально использующий быстродействие процессора для получения высокой скорости накопления. Достигнуто увеличение скорости накопления до 30000 соб/с с процессором типа СИД-300 (СМ-3), что в 4-5 раз превышает скорости, полученные в лучших, из известных, аналогичных разработках.

7. Создана система измерения энергетических спектров короткоживущих изотопов (период полураспада порядка нескольких десятков секунд) для использования в экспериментах на ускорителе У-300 в реальном масштабе времени. Реализовано аппаратное решение для работы со стандартными анализаторами без использования ЭВМ и программное решение в форме варианта программы РАПИД. С помощью этих систем изучены радиоактивные характеристики новых изотопов вольфрама ( $^{168}\text{W}$ ,  $^{169}\text{W}$  и  $^{170}\text{W}$ ), тантала ( $^{163}\text{Ta}$ ,  $^{164}\text{Ta}$  и  $^{165}\text{Ta}$ ) и гафния ( $^{161}\text{Hf}$ ,  $^{162}\text{Hf}$  и  $^{163}\text{Hf}$ ).

8. Разработаны два способа вывода экспериментальных данных на бумажный носитель. Предложена и осуществлена модернизация мозаичного печатающего устройства ДЗМ-180 для представления графической информации. Увеличено число характеров по горизонтали в два раза (до 256) и по вертикали в 2,77 раз (до 200 для стандартного листа) с возможностью изображения восьми градаций по интенсивности. Разработано устройство автономного, без использования ЭВМ, вывода сопровождающей информации при облучении исследуемых образцов на микротроне.

#### ОСНОВНЫЕ РЕЗУЛЬТАТЫ ДИССЕРТАЦИИ ОПУБЛИКОВАНЫ В РАБОТАХ:

1. Портие Р., Челноков Л.П. Драйвер цифрового печатающего устройства в стандарте КАМАК (КИ-4К). - Дубна, 1981, - 5 с. (Сообщения /Объед. ин-т ядер. исслед.: IO-8I-584).
2. Портие Р., Челноков Л.П., Орлова О.А. Рапид - быстрый многоканальный амплитудный анализатор на базе ЭВМ СМ-3 или МЭРА-60. - Дубна 1983. - 8 с. (Сообщения / Объед. ин-т ядер. исслед.: IO-83-17).
3. Богданов Д.Д., Орлова О.А., Портие Р. и др. Автоматизированная система управления масс-спектрометра "ЛИДИА-М". - В кн.: XI Международный симпозиум по ядерной электронике. Братислава 1983. - Дубна 1984, Д13-84-53, с. 345-349.

4. Фефилов Б.В., Вакатов В.И., Портие Р. и др. Многомашинный комплекс для автоматизации экспериментов на ускорителях ионов и прикладных задач.- Там же, с. 448-451.
5. Богданов Д.Д., Орлова О.А., Дель Портильо Р. и др. Автоматизированная система управления и измерения массовых спектров масс-спектрометра ЛИЦИА-М.- Дубна, 1983 - 5 с. (Сообщения/ Объед. ин-т ядер. исслед.: I3-83-84I).
6. Брухертзайфер Х., Айхлер Б.,... , Дель Портильо Р. и др. Выделение и идентификация короткоживущих изотопов вольфрама из продуктов реакций  $^{154}\text{Gd} + ^{20}\text{Ne}$ .- Дубна, 1985,- 6 с. (Препринт/ Объед. ин-т ядер. исслед.: P6-85-2II).
7. Дель Портильо Р. Генератор программируемых интегралов времени.- Дубна, 1985.- 4 с. (Препринт/ Объед. ин-т ядер. исслед.: P13-85-447).

Рукопись поступила в издательский отдел  
9 декабря 1985 года.