



<https://doi.org/10.22184/2227-572X.2022.12.1>

Аналитика

НАУЧНО-ТЕХНИЧЕСКИЙ ЖУРНАЛ

8

РАЗВИТИЕ ПЕРЕДОВЫХ ФИЗИКО-ХИМИЧЕСКИХ ИССЛЕДОВАНИЙ В ИОНХ РАН. ИНТЕРВЬЮ ДИРЕКТОРА В. К. ИВАНОВА

38

ОПЫТ ПРИМЕНЕНИЯ СПЕКТРАЛЬНОГО ОБОРУДОВАНИЯ КОМПАНИИ «ВМК-ОПТОЭЛЕКТРОНИКА» НА ПРОИЗВОДСТВЕ

14

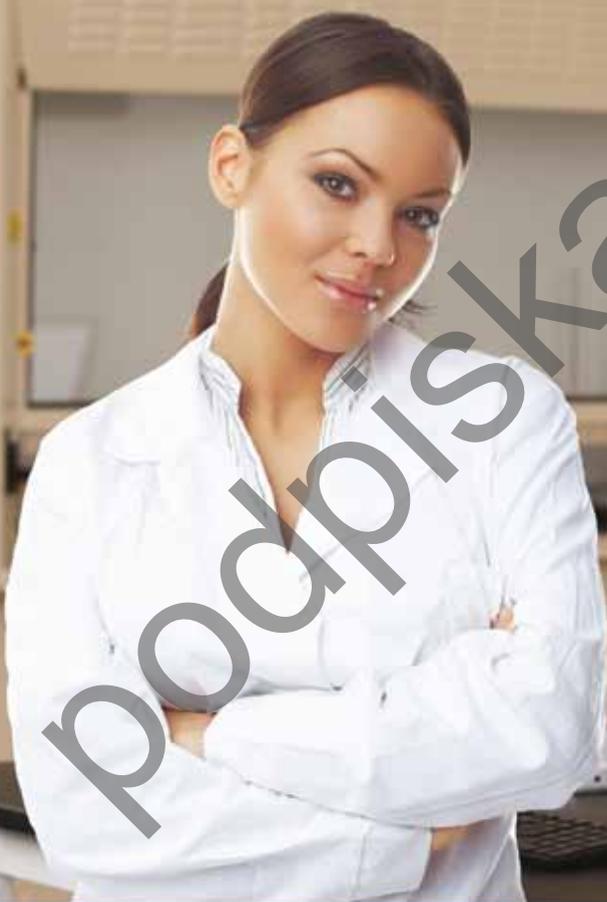
ПРИБОРНАЯ БАЗА ИОНХ РАН ДЛЯ ИННОВАЦИОННЫХ МАТЕРИАЛОВ И ТЕХНОЛОГИЙ

64

ИТОГИ 10-ГО СЪЕЗДА ВСЕРОССИЙСКОГО МАСС-СПЕКТРОМЕТРИЧЕСКОГО ОБЩЕСТВА

1

2022
ТОМ 12



Agilent 8700 LDIR – УНИКАЛЬНАЯ ЛАЗЕРНАЯ СИСТЕМА ВИЗУАЛИЗАЦИИ ХИМИЧЕСКОГО СОСТАВА



РЕКЛАМНО-ИЗДАТЕЛЬСКИЙ ЦЕНТР
ТЕХНОСФЕРА

www.technosfera.ru
www.j-analytics.ru

Том 12 № 1
2022

ISSN 2227-572X





**АНАЛИТИКА
ЭКСПО**

20-я Международная выставка
лабораторного оборудования
и химических реактивов

19-22.04.2022

Москва, МВЦ «Крокус Экспо»



analitikaexpo.com

Забронируйте стенд





Thermo Scientific™ Vanquish™ Core HPLC System

Просто по своей сути

- Простейшая процедура переноса методов между системами
- Интеллектуальный мониторинг растворителей для предотвращения пересыхания капилляров
- Встроенное совместимое программное обеспечение или использование с уже имеющейся программной инфраструктурой – выбор за вами



АО Термо Фишер Сайентифик
Химки Бизнес Парк
Ленинградское ш., 39 стр. 6
Тел.: +7 495 739 7641
Email: analyze.ru@thermofisher.com

Узнайте больше на thermofisher.com/vanquishcore

Opinion

V. K. Ivanov

Development of Advanced Physical and Chemical Research and Diagnostics of Substances and Materials at IGIC RAS

Modern Laboratory

V. B. Baranovskaya, M. S. Doronina

Scientific Equipment of IGIC RAS for Innovative Materials and Technologies. Report from the Joint Research Center of Physical Investigation Methods for Substances and Materials

Joint Research Center of physical investigation methods for substances and materials was developed the basis of one of the leading research institutes in the country with a rich history and huge development potential. IGIC RAS is an institute of the I (highest) category according to the rating of the Ministry of Education and Science RF. Included in the international academic ranking of leading scientific institutions and universities CWUR (Center for World University Rankings). IGIC RAS is one of three leaders in the rating of publication activity of scientific organizations in Russia in chemistry for the period 2018–2021, according to the international database Scopus. Member of the Association of Analytical Centers of Russia Analytica.

Keywords: analytical control, materials science, spectrometer, diffractometer, scanning electron microscope, EPR and NMR radio spectrometer

I. R. Nureeva

Experience of Using a MAES Analyzer for Analytical Control of Uranium Products in the Central Plant Laboratory of the Novosibirsk Chemical Concentrates Plant

The VMK-Optoelektronika company has made a significant contribution to the development of spectral instrumentation for atomic emission spectrometry. The cooperation of the Central Plant Laboratory of the Novosibirsk Chemical Concentrates Plant with this company began in the mid-1990s with the upgrading of spectrographs and quantometers. At present, an Express spectrometer, which includes a universal Vezuvii-3 generator. Flexibility in setting the generator discharge parameters and the capabilities of the Atom 3.3 software allow analysis

Мнение

В. К. Иванов

Развитие передовых физико-химических исследований и диагностики веществ и материалов в ИОНХ РАН

Современная лаборатория

В. Б. Барановская, М. С. Доронина

Приборная база ИОНХ РАН для инновационных материалов и технологий. Репортаж из Центра коллективного пользования

Центр коллективного пользования физическими методами исследования веществ и материалов создан на базе одного из ведущих научно-исследовательских институтов страны с богатейшей историей и огромным потенциалом развития. ИОНХ РАН является институтом первой (высшей) категории по рейтингу Минобрнауки РФ. Входит в международный академический рейтинг ведущих научных институтов и вузов CWUR (Center for World University Rankings). Находится в тройке лидеров в рейтинге публикационной активности научных организаций России по химии за период 2018–2021 годов по данным международной базы Scopus. Состоит в Ассоциации аналитических центров России «Аналитика».

Ключевые слова: аналитический контроль, материаловедение, спектрометр, дифрактометр, сканирующий электронный микроскоп, радиоспектрометры ЭПР и ЯМР

И. Р. Нуреева

Применение анализатора МАЭС для аналитического контроля урановой продукции в центральной заводской лаборатории Новосибирского завода химконцентратов

Спектральное оборудование компании «ВМК-Оптоэлектроника» внесло значительный вклад в развитие приборного обеспечения метода атомно-эмиссионной спектрометрии. Сотрудничество центральной заводской лаборатории ПАО «Новосибирский завод химконцентратов» (НЗХК) с этой компанией началось в середине 90-х годов с модернизации спектрографов и квантометров. В настоящее время для аналитического контроля урановой продукции в лаборатории внедрен спектрометр «Экспресс». Гибкость

АНАЛИТИКА®

Перегистрирован в Федеральной службе по надзору в сфере связи и массовых коммуникаций 7 сентября 2017 г., ПИ №ФС77-70983

Журнал издается с 2011 года 6 раз в год.

Журнал включен

в Российский индекс научного цитирования (РИНЦ), в Перечень рецензируемых научных изданий ВАК 18.03.2016.

На сайте Научной электронной библиотеки eLIBRARY.RU доступны полные тексты статей. Статьи из номеров журнала текущего года предоставляются на платной основе.

Учредитель –

АО «РИЦ «ТЕХНОСФЕРА»

Генеральный директор:

О. А. Казанцева

Главный редактор:

В. Б. Барановская

Заместитель главного редактора:

В. В. Родченкова

Корректор:

А. В. Лужкова

Компьютерная верстка:

А. А. Небольсин

Руководитель проекта:

О. А. Лаврентьева, j-analytics@mail.ru

Ответственный секретарь:

Э. А. Газина, journal@electronics.ru

Сбыт и подписка:

А. А. Метлов, sales@technosphera.ru
Е. В. Зайкова, magazine@technosphera.ru

Тираж 4 500 экз. Цена договорная. Сдано в печать 05.03.2022, заказ № 220370.

© При перепечатке ссылка на журнал «АНАЛИТИКА» обязательна. Мнение редакции не всегда совпадает с точкой зрения авторов статей.

Рукописи рецензируются, но не возвращаются. Срок рассмотрения рукописей – 6 недель.

За содержание рекламных материалов редакция ответственности не несет.

Отпечатано в соответствии с предоставленными материалами в ООО «Юнион Принт», г. Н. Новгород, ул. Окский съезд, д. 2

АО «РИЦ «ТЕХНОСФЕРА»

Адрес редакции:

Москва, ул. Краснопролетарская, д. 16, стр. 2
Тел.: +7 495 234-01-10
Факс: +7 495 956-33-46
journal@electronics.ru

Для писем:

125319, Москва, а/я 91
www.j-analytics.ru
elibrary.ru
www.e.lanbook.ru

Мы заботимся о качестве



Наука для безопасности мира

LGC Standards является ведущим поставщиком сертифицированных стандартных образцов и стандартных образцов, а также организатором программ проверки компетентности для промышленных лабораторий и проводящих исследования окружающей среды. Наши европейские лаборатории аккредитованы в соответствии с Руководством ISO 17034, ISO/IEC 17043 и ISO/IEC 17025.

- Стандартные образцы для многих секторов, в том числе нефтехимического и металлургического
- Программы проверки компетентности нефтехимических и металлургических анализов
- Оборудование для пробоподготовки
- Экспертная техническая поддержка, в основе которой лежит научный опыт нескольких десятилетий

Контакты:

E-mail: cis@lgcgroup.com

ARMI | MBH
ANALYTICAL LTD

DR EHRENSTORFER™

VHG

AXIO
PROFICIENCY TESTING



of uranium powder samples evaporated from the graphite electrode crater with metrological characteristics that meet regulatory requirements. The Express spectrometer allows the Central Plant Laboratory to successfully cope with the tasks of analytical control of uranium products and other analytes.

Keywords: atomic emission, spectrometer, spectrum analyzer, MAES, Express, spectral overlaps, Atom software

E. A. Lukina

Experience of Using the MAES Analyzer for Analytical Control of Lithium Products in the Central Laboratory Plant of The Novosibirsk Chemical Concentrates Plant

Analytical control of lithium production at the Novosibirsk Chemical Concentrates Plants carried out by the Proximate Analysis Laboratory which is part of the Central Plant Laboratory. The Proximate Analysis Laboratory has at its disposal three spectrometric systems that allow analysis by flame photometry. The object of analysis is a process solution, which can contain analyte elements in a wide range of concentrations. Concentrations in the range of 0.01–5 mg / l are determined using a modified S-115 spectrometer with a MAES analyzer, concentrations in the range of 0.1 mg / l–100 mg / l are determined on a Pavlin spectrometer, and high concentrations (up to 70 g / l) on a Kolibri-2 spectrometer. The analysis is controlled from the Atom software, which has extensive capabilities.

Keywords: flame photometry, lithium production, alkali metals, calcium

N. I. Silkova, A. S. Mokerov, E. A. Tarasova

Experience of the Spectral Analysis Laboratory of the NPO NIIIP-NZIK company

The Spectral Analysis Laboratory of the Central Plant Laboratory of the NPO NIIIP-NZIK performs incoming inspection and monitoring in the production of metal alloys based on tin, iron, copper, aluminum, and zinc in order to ensure the quality of products manufactured by the company. The product assortment ranges from foil and wire to heavy plates, sheets, and profiles. Atomic emission analysis is carried out using two spectral systems: an ISP-30 spectrograph with a MAES analyzer, a Vezuvi-3 generator, and a Kristall stand and an Express spectrometer. A comparison of the analytical capabilities of the two spectral systems has been carried out, showing that the spectral system based on the ISP-30 is inferior in analytical capabilities to the Express.

Keywords: atomic emission, spectrometer, spectral resolution, aperture ratio, spectrum analyzer, MAES, Express, metal analysis

настройки параметров разряда генератора и использование возможностей программы «Атом 3.3» позволяют получать результаты анализа порошковых проб урановой продукции методом испарения из кратера графитового электрода с высокими метрологическими характеристиками.

Ключевые слова: атомно-эмиссионный спектрометр, анализатор спектров, МАЭС, «Экспресс», спектральные наложения, программа «Атом»

Е. А. Лукина

Аналитический контроль литиевой продукции в центральной заводской лаборатории Новосибирского завода химконцентратов

Аналитический контроль литиевого производства Новосибирского завода химконцентратов осуществляется в экспресс-лаборатории. В ее распоряжении три спектрометрических комплекса для проведения анализа методом пламенной фотометрии. Объект анализа – технологический раствор, который может содержать целевые элементы в широком диапазоне концентраций. Для определения содержаний в диапазоне 0,01–5 мг / л используется модернизированный спектрометр «С-115» с анализатором МАЭС. Образцы с концентрациями элементов в диапазоне 0,1–100 мг / л исследуют на спектрометре «Павлин», а с высокими содержаниями (до 70 г / л) – на спектрометрическом комплексе «Колibri-2». ПО «Атом» обладает обширными возможностями.

Ключевые слова: Пламенная фотометрия, литиевое производство, щелочные металлы, кальций

Н. И. Силкова, А. С. Мокеров, Е. А. Тарасова

Опыт работы спектральной лаборатории на предприятии АО «НПО НИИИП-НЗиК»

Лаборатория спектрального анализа центральной заводской лаборатории АО «НИИ измерительных приборов – Новосибирский завод имени Коминтерна» («НПО НИИИП-НЗиК») проводит входной контроль и мониторинг в процессе производства металлических сплавов на основе олова, железа, меди, алюминия, цинка. Атомно-эмиссионный анализ проводится с помощью двух спектральных комплексов. Первый включает спектрограф ИСП-30 с анализатором МАЭС (многоканальный анализатор эмиссионных спектров), генератором «Везувий-3» и штативом «Кристалл»; второй – на основе спектрометра «Экспресс». Показано, что аналитические возможности «Экспресс» выше.

Ключевые слова: атомно-эмиссионный, спектрометр, спектральное разрешение, светосила, анализатор спектров, МАЭС, «Экспресс», анализ металлов

Реклама в номере

IPHEB Russia	33	И-Глобалэдж Корпорейшн	37	ПТЯ	63
LGC STANDARDS	3	Композит-Экспо	67	Спектрон	17
ААС Аналитика	57	Нефтегаз	75	Съезд аналитиков России	78–79
Аналитика Экспо	II обложка	НКЦ «ЛАБТЕСТ»	вклейка	Термо Фишер Сайентифик	1
Вакуумтехэкспо	7	«Новые полимерные композиционные материалы. Микитаевские чтения»		Территория NDT	43
ВМК Оптоэлектроника	5	XVIII Международная научно-практическая конференция	35	Тескан	27
Газ. Нефть. Технологии	III обложка			Энерглоб	I обложка, 73
ДЖЕОЛ (РУС)	IV обложка				



З **ВМВ**

VMK.RU – оборудование для спектрального анализа

New Approaches to Reduce the Operating Costs of High Performance Liquid Chromatography Equipment

The Thermo Scientific Vanquish HPLC and UHPLC systems deliver best-in-class configuration flexibility, efficiency and performance for HPLC and UHPLC applications in both single and dual channel options. The latest addition to the Vanquish platform, the Thermo Scientific Vanquish Core LC system, directly addresses the needs of laboratories performing routine analysis. The article shows the advantages of introducing new technological methods from an economic point of view.

Keywords: *operating costs, Vanquish Core, HPLC, UHPLC, routine analysis laboratories*

Exhibitions and conferences

R. S. Borisov, A. R. Gubal, V. G. Zaikin, A. T. Lebedev, A. I. Revelsky, A. A. Sysoev
10th Congress of the All-Russian Mass Spectrometric Society. Results, Successes, Achievements, Long-Term Plans

Analyzing Plastic Microparticles with the Agilent 8700 LDIR Laser Chemical Imaging System

Agilent has developed a new, unparalleled equipment for the analysis of plastic microparticles, as well as a method for visualizing chemical composition based on direct laser IR spectroscopy – the Agilent 8700 LDIR. The Agilent 8700 LDIR with automated Agilent Clarity software was tested on real samples collected in the Indian Ocean using the Geesthacht Microplastics Fractionation (GIMPF) system. It has shown high efficiency and reliability for the search and characterization of microparticles and microfibers of plastics in various samples.

Keywords: *plastic microparticles, microparticle identification and sizing, laser chemical imaging system, Agilent 8700 LDIR, automated solution, Agilent Clarity software*

A. Ley

А. Ли

58 Новые подходы к сокращению эксплуатационных расходов оборудования для высокоэффективной жидкостной хроматографии

Системы ВЭЖХ и УВЭЖХ Thermo Scientific Vanquish обладают лучшими в своем классе характеристиками: гибкость в настройках, эффективность и производительность для приложений ВЭЖХ и УВЭЖХ как в одноканальном, так и в двухканальном вариантах. Последнее дополнение к платформе Vanquish, система ВЭЖХ Thermo Scientific Vanquish Core, напрямую решает задачи лабораторий, проводящих рутинные анализы. В статье показаны преимущества внедрения новых технологических приемов с экономической точки зрения.

Ключевые слова: *эксплуатационные расходы, Vanquish Core, ВЭЖХ, УВЭЖХ, лаборатории рутинного анализа*

Выставки и конференции

Р. С. Борисов, А. Р. Губаль, В. Г. Заикин, А. Т. Лебедев, А. И. Ревельский, А. А. Сысоев
10-й съезд Всероссийского масс-спектрометрического общества. Итоги, успехи, достижения, перспективные планы

M. I. Melnik

М. И. Мельник

68 Анализ микрочастиц пластика с помощью лазерной системы визуализации химического состава Agilent 8700 LDIR

Agilent разработал для анализа микрочастиц пластика новое, не имеющее аналогов оборудование и метод визуализации химического состава на основе прямой лазерной ИК-спектроскопии – Agilent 8700 LDIR. Agilent 8700 LDIR с автоматизированной методикой программы Agilent Clarity опробован на реальных образцах, отобранных в Индийском океане с помощью системы фракционирования микрочастиц пластика Geesthacht. Он показал высокую эффективность и надежность для поиска и характеристики микрочастиц и микроволокон пластика в различных образцах.

Ключевые слова: *микрочастицы пластика, лазерная система визуализации химического состава, Agilent 8700 LDIR, Agilent Clarity*

Редакционный совет

БАРАНОВСКАЯ Василиса Борисовна
 доктор химических наук,
 Институт общей и неорганической химии
 им. Н. С. Курнакова РАН,
 председатель ред. совета

ЗОЛОТОВ Юрий Александрович
 доктор химических наук, академик РАН,
 Химический факультет МГУ
 им. М. В. Ломоносова

АПЯРИ Владимир Владимирович
 доктор химических наук, Химический факультет МГУ им. М. В. Ломоносова

БОЛДЫРЕВ Иван Владимирович
 исполнительный директор Ассоциации аналитических центров «Аналитика»

ГАЛСТЯН Арам Генрихович
 доктор технических наук,
 профессор РАН, член-корреспондент РАН,
 ВНИИПБиВП

ДВОРКИН Владимир Ильич
 доктор химических наук, Институт нефтехимического синтеза им. А. В. Топчиева РАН

ИСТОМИНА Наталья Леонидовна
 доктор физико-математических наук,
 начальник отдела – заместитель
 академика-секретаря отделения
 физических наук РАН

КАРЦОВА Людмила Алексеевна
 доктор химических наук, профессор, Институт химии Санкт-Петербургского государственного университета

КУЦЕВА Надежда Константиновна
 кандидат химических наук,
 Аналитический центр ЗАО «Роса»

МАРЮТИНА Татьяна Анатольевна
 доктор химических наук, заведующая лабораторией концентрирования Института геохимии и аналитической химии им. В. И. Вернадского РАН

МИЛЬМАН Борис Львович
 доктор химических наук,
 ФГБУ «Научно-клинический центр токсикологии им. акад. С. Н. Голикова» ФМБА РФ
НОВИКОВ Евгений Анатольевич
 кандидат химических наук,

генеральный директор ООО «СокТрейд»

ПЕРМИНОВА Ирина Васильевна
 доктор химических наук,
 профессор, Химический факультет
 МГУ им. М. В. Ломоносова

САНЖАРОВА Наталья Ивановна
 доктор биологических наук, профессор,
 член-корреспондент РАН,
 директор ВНИИРАЭ

УСТЫНЮК Юрий Александрович
 доктор химических наук, профессор,
 главный научный сотрудник,
 МГУ им. М. В. Ломоносова

ФИЛИППОВ Михаил Николаевич
 доктор физико-математических наук, профессор, заведующий лабораторией химического анализа Института общей и неорганической химии им. Н. С. Курнакова РАН

ХАМИЗОВ Руслан Хажсетович
 доктор химических наук,
 Институт геохимии и аналитической химии им. В. И. Вернадского РАН



16-я Международная выставка
вакуумного и криогенного оборудования

12–14 апреля 2022

Москва, ВДНХ, Павильон 57



Представьте
свою продукцию
потенциальным
заказчикам



Вакуумное
оборудование

Криогенное
оборудование

Оборудование
для нанесения
функциональных
покрытий

Забронируйте стенд
vacuumtechexpo.com

Организатор



Международная
Выставочная
Компания

+7 (495) 252 11 07
vacuumtechexpo@mvk.ru

При поддержке



Развитие передовых физико-химических исследований и диагностики веществ и материалов в ИОНХ РАН

Рассказывает директор Института общей и неорганической химии им. Н. С. Курнакова Российской академии наук Владимир Константинович Иванов, доктор химических наук, член-корреспондент РАН



Обновление приборной базы в российских научных институтах в рамках национального проекта «Наука» проводится в России на конкурсной основе с 2019 года. Всего с 2020 по 2024 годы на эти цели предусмотрено выделить 84,54 млрд руб. Участвовать в конкурсах на получение такой поддержки могут только институты первой категории, показывающие результаты мирового уровня, к числу которых относится и ИОНХ им. Н. С. Курнакова РАН. О том, как в старейшем академическом институте распорядились новым оборудованием, и кто может использовать его в научных исследованиях, рассказал Владимир Константинович Иванов.

Владимир Константинович, расскажите, пожалуйста, об истории ИОНХ РАН

ИОНХ РАН – это старейший химический институт в России. Он берет начало в 1746 году, когда в Санкт-Петербурге при Академии наук по инициативе М. В. Ломоносова была основана химическая лаборатория. Фактически построена она была в 1748 году,

а до этого Ломоносов много раз ходатайствовал о ее создании перед императрицей Елизаветой Петровной. В результате на Васильевском острове появилась первая в России химическая лаборатория, продуманно спроектированная и оснащенная, в которой проводили научные опыты и вели занятия для студентов.

Уже в 20 веке, в непростом 1918 году, выдающийся российский химик Николай Семенович Курнаков

основал Институт физико-химического анализа, а Лев Александрович Чугаев, создатель российской научной школы по химии координационных соединений, организовал Институт по изучению платины и других благородных металлов. В 1934 году эти научные организации переехали в Москву и вместе с лабораторией общей химии Академии наук вошли в состав вновь созданного Института общей неорганической химии, который возглавил Н. С. Курнаков.

Институт вел обширные исследования в области физико-химического анализа, изучения солевых систем и металлических сплавов, его сотрудники анализировали руды и природные соединения. В стенах института разработаны методы выделения соединений магния и калия, которые легли в основу промышленной добычи хлорида магния и карналита. Столь же широко изучались комплексные соединения платиновых металлов; результаты этих исследований были использованы для разработки технологических процессов аффинажа.

За многолетнюю историю в институте сложились ведущие научные школы, признанные во всем мире. Ученые института опубликовали сотни монографий и десятки тысяч статей в российских и зарубежных научных журналах.

В 2000 году в ИОНХ был основан Центр коллективного пользования. Его ключевой задачей на тот момент стало обеспечение сотрудников ИОНХ РАН возможностью работы на современном оборудовании. Очень много для ее решения на первом этапе сделал академик А. Ю. Цивадзе. Благодаря общим усилиям руководства и сотрудников Института складывался Центр коллективного пользования в ИОНХ РАН, были определены состав оборудования, принципы функционирования, порядок распределения машинного времени между научными сотрудниками. Огромный вклад в развитие Центра коллективного пользования внес недавно ушедший от нас академик Ю. А. Карпов, ведущий российский специалист по диагностике материалов. Сегодня Центром руководит д. х. н. В. Б. Барановская, специалист в области аналитической химии, обладающая большим опытом организации ЦКП в научно-исследовательских организациях.

Новый этап в развитии ЦКП ИОНХ РАН начался после того, как в соответствии с поручением Президента РФ было принято решение об оснащении ведущих научных организаций современным исследовательским оборудованием. ИОНХ им. Н. С. Курнакова РАН как институт первой категории имел право

претендовать на такое переоснащение и, разумеется, в полной мере им воспользовался.

Начиная с 2019 года, в институт стало поступать новое высокотехнологичное аналитическое лабораторное оборудование. Работа по переоснащению ЦКП продолжается по сей день: в 2022 году мы получим от государства на эти цели 135 млн руб. Естественно, этой суммой мы не ограничимся, потратим на закупки и собственные средства.

На сегодняшний день в ЦКП уже собран полноценный комплект диагностического оборудования для исследования состава, структуры и свойств материалов и химических объектов. Это аппаратура для рентгеновских исследований, для изучения микроструктуры, анализа дисперсных материалов и др.

Какие приборы ЦКП пользуются повышенным спросом у ученых?

В нашем Центре коллективного пользования сформировался очень сильный блок электронной микроскопии. Сюда относятся два сканирующих (растровых) электронных микроскопа высокого разрешения. Один такой микроскоп производства фирмы Carl Zeiss установлен в ЦКП в 2010 году. На момент покупки он стоил 2 млн евро и нисколько не утратил функциональности за годы эксплуатации. Второй высокотехнологичный прибор фирмы Tescan мы получили в конце прошлого года.

Помимо этого, в ЦКП имеется прекрасно укомплектованный комплекс рентгеновских дифракционных методов для определения структуры монокристаллов, поликристаллов и т.д.

Стараниями В. Б. Барановской в нашем Центре коллективного пользования собран парк современных приборов для химического анализа: атомно-эмиссионные спектрометры с дуговым возбуждением и с индуктивно связанной плазмой, позволяющие определять большинство химических элементов в широком диапазоне концентраций. Для тех же целей служит рентгенофлуоресцентный спектрометр.

Обновленный и оснащенный новейшими приборами ЦКП ИОНХ РАН по-прежнему ориентирован на поддержку научных исследований только сотрудников института?

Участие в программе обновления приборной базы влечет за собой определенные обязательства

За многолетнюю историю в институте сложились ведущие научные школы, признанные во всем мире

по привлечению в ЦКП сторонних пользователей. Их доля в общей численности ученых, работающих с оборудованием, должна быть довольно значимой. По счастью, у нас достаточно органично получается выполнять эти требования.

Мы ликвидировали существовавшие ранее административные препоны, так что обратиться в ЦКП нетрудно: достаточно зайти на сайт и воспользоваться простой процедурой оформления заявки. После этого перед заявителем откроется «зеленый коридор», который мы постарались организовать, реализуя принцип: минимум бумаг и максимум результата.

За каждым прибором ЦКП закреплено некоторое количество сотрудников. Помимо ответственного за прибор, к нему имеют доступ и другие ученые. К примеру, количество специалистов, допущенных к работе с электронными микроскопами, достигает у нас 30 человек. Для распределения времени между операторами, как внутренними, так и сторонними, мы пользуемся нашими внутренними электронными системами.

Такая организация работы на приборах позволяет обслуживать по мере поступления все заявки, внутренние и внешние. Мы стараемся, чтобы заторов не возникало. Например, наиболее востребованное у нас рентгеновское оборудование, поддерживающее дифракционные исследования, работает в ЦКП круглосуточно без выходных. Блок электронной микроскопии функционирует в режиме 16×7, операторы уходят отсюда только ночью.

Какие категории сторонних пользователей предпочтительны для Центра коллективного пользования ИОНХ РАН?

Мы с руководителем ЦКП сегодня активно работаем над созданием пула квалифицированных потребителей услуг Центра: нам важно найти тех, кто сможет наиболее эффективно пользоваться предоставленными возможностями. Мы заинтересованы в привлечении нескольких категорий пользователей, в первую очередь – исследователи. Важно, чтобы выполняемое ими исследование было новым, актуальным, и нашей квалификации вполне достаточно для того, чтобы его оценить. И мы фактически всем даем шанс попробовать поработать с нами и понять, насколько мы друг другу подходим. Если мы друг

другом довольны, то вступаем в долгосрочные отношения. А результаты таких исследований публикуются в научных журналах. Это обязательное условие: работа на оборудовании нашего ЦКП не может быть сделана, а затем положена в дальний ящик.

Вторая категория – это заказчики из реального сектора экономики. Как правило, они приходят в ЦКП с полным финансированием своего объема задач. Мы с ними обсуждаем детали и договариваемся о характере проводимых исследований. При этом стараемся выделить целевые группы промышленных клиентов, с которыми нам предпочтительно

работать. Одной из таких целевых групп является фармацевтическая промышленность. Другую, конечно же, составляют давние заказчики из металлургической промышленности, для которых институт много лет проводит различные исследования.

Кроме того, по существующим правилам, мы обязаны предоставлять доступ к оборудованию Центра коллективного пользования Центра грантодержателям Российского научного фонда. У нас в институте реализуется 30–40 проектов РНФ, и понятно, что все наши грантодержатели

активно пользуются ЦКП. Но мы очень заинтересованы в том, чтобы институт и ЦКП стали бы исследовательским хабом и для ученых из других учреждений, фактически прошедших предварительный отбор в рамках конкурсных процедур Российского научного фонда. Они уже подтвердили свою квалификацию, поэтому двери нашего Центра коллективного пользования для них всегда открыты.

Какие научные направления развиваются в институте с опорой на ЦКП?

Конечно, ЦКП и институт ориентированы друг на друга, связь между ними безусловная. В ИОНХ РАН существует очень сильная школа по координационной химии, широко известная на мировом уровне. И полный цикл исследований в этой области полностью обеспечен оборудованием ЦКП.

Другое направление наших работ – химико-материаловедческое. Для научной деятельности у нас, по большому счету, также имеется все необходимое. Это электронные микроскопы, порошковые дифрактометры и различная спектральная аппаратура.

В ЦКП собран
полноценный комплект
диагностического
оборудования
для исследования
состава, структуры
и свойств материалов
и химических объектов

В ИОНХ РАН разрабатываются химические технологии, формируются основы новых технологических процессов. В России мало осталось организаций, где проводятся такие работы. А между тем использование готовых решений, приобретаемых за рубежом, влечет за собой риски, которые сейчас стали очевидны для всех. В ИОНХ РАН такие разработки ведутся, а сотрудники ЦКП их поддерживают. В частности, с анализом процессов разделения, например, редких и редкоземельных элементов, разделения органических соединений, приборный парк Центра прекрасно справляется.

Помимо этого, исторически в ИОНХ РАН сложилась очень сильная школа по соединениям бора. Это активно развивающаяся область химии, довольно сложная, потому что требует особого искусства синтетика. Здесь одно из важнейших направлений работы сегодня – так называемая бор-нейтронозахватная терапия онкологических заболеваний.

В ИОНХ существует не очень крупная, но значимая в масштабах страны и мира, лаборатория пероксидных соединений. Таких соединений достаточно много, однако большая часть из них еще не открыта. Исследования в этой области опять-таки требуют от ученых большого мастерства химика-синтетика. ЦКП позволяет продуктивно вести исследования в этой области.

У нас очень сильная научная школа по термохимии, которая изучает высокотемпературные процессы. Материалы, пригодные к работе при высоких температурах, представляют для ИОНХа значительный исследовательский интерес. Сейчас авиационная и космическая промышленность требуют соответствующих материалов, и тут есть над чем работать, в том числе с помощью оборудования ЦКП.

Замечу, что моя группа, которая работает над созданием новых нанодисперсных биоматериалов, часто пользуется Центрами коллективного пользования других научных организаций.

Почему?

Это междисциплинарная задача, над которой должны работать химики, материаловеды, нанотехнологи, физики. Для того чтобы направленно получать такие биоматериалы, необходимо досконально знать механизмы роста наночастиц, уметь модифицировать их поверхность органическими лигандами, чтобы

частицы попадали именно в те органы и ткани, для которых требуется адресная доставка. Тут возникает много исследовательских задач и для биологов, медиков.

В чем суть вашей работы, в которой необходимо участие столь широкого круга ученых?

Примерно 10-15 лет назад мы обнаружили, что у нанодисперсных материалов, в частности нанокристаллического оксида церия, существует специфическая биологическая активность, очень высокая, совершенно неожиданная для неорганического материала.

Мы были одними из первых в мире, кто начал исследовать это соединение, и за годы напряженной поисковой работы и фундаментальных исследований получили огромный массив экспериментальных данных о нем. Оксид церия обладает мощным антиоксидантным и противовоспалительным действием, способен защищать живые системы от ионизирующего излучения.

Мы обнаружили у нанодисперсного оксида церия ранозаживляющее действие, обусловленное его антибактериальными и противовоспалительными свойствами. Два года назад мы начали масштабную научную работу во Вьетнаме: наносим на текстильные материалы оксид церия и испытываем в полевых условиях. Оказалось, наши

ткани не по зубам не только бактериям, но и грибкам. Аналогичные работы мы ведем с Институтом медико-биологических проблем, поскольку в космических аппаратах тоже очень востребованы материалы с антибактериальными и противогрибковыми свойствами.

В другой нашей научной работе, хорошо известной в России и за рубежом, доказано, что стволовые клетки ускоренно размножаются в присутствии оксида церия. Сегодня мы работаем над созданием композитных подложек на основе оксида церия для культивирования стволовых клеток.

Вокруг нас сформировался очень большой консорциум из организаций и научных групп, которым проблема создания нанобиоматериалов на основе оксида церия интересна, потому что это перспективная междисциплинарная задача. По этой теме мы взаимодействуем как минимум с 30-40 научными организациями. Совместно с коллегами-биологами движемся в сторону внедрения препаратов на основе оксида церия в косметологии, там проще оформить

Мы сегодня активно работаем над созданием пула квалифицированных потребителей услуг Центра

разрешительную документацию. Уже получены сертификаты соответствия на некоторые церийсодержащие средства, они уже поступили в продажу. Ведется работа и с Минздравом, но понятно, что это довольно долгий процесс. В одиночку, конечно, с этой работой сложно справиться.

Каковы, на ваш взгляд, современные тенденции развития академической науки?

Безусловно, перспективу имеют в первую очередь междисциплинарные исследования, потому что в узких областях современная наука продвинулась очень далеко. Искать новые темы проще на стыках между физикой и химией, химией и биологией. Науки о жизни – это сейчас очень актуальное направление, у которого имеется очевидное социальное измерение. Разумеется, в широком смысле при постановке фундаментальных исследований нам необходимо помнить, что в конечном итоге наши заказчики – это общество и государство. И мы должны работать в их интересах.

Является ли трендом цифровизация? В химии она не является чем-то новым. У нас в ИОНХе существует лаборатория квантовой химии, которая с успехом занимается расчетными задачами, в том числе и компьютерным моделированием. Вместе с тем, химия и материаловедение – преимущественно экспериментальные науки. И мне кажется, цифровые двойники вряд ли в обозримой перспективе сумеют заменить работу экспериментаторов. Второй момент заключается в том, что объекты, которые мы изучаем, становятся все сложнее. Казалось бы, тот же оксид церия имеет простейшую формулу – CeO_2 . Однако для того, чтобы его можно было использовать именно в качестве материала с требуемыми физико-химическими свойствами и биологической активностью, с ним нужно поработать: модифицировать его поверхность, поместить наночастицы в биосовместимую матрицу. В результате получается материал сложного состава, сконструированный направленно, и промоделировать или теоретически предсказать его свойства затруднительно. Зачастую материал проще синтезировать, чем просчитать, это получается экономичнее и намного быстрее. И опять-таки в химии многие открытия происходят случайно, ну разве компьютер на такое способен?

Конечно, цифровые технологии могут быть очень полезны для улучшения условий труда

и деятельности исследователей. В частности, благодаря им существенно упростился доступ ученых к актуальной научной литературе. Искусственный интеллект может помочь исследователю обрабатывать новую информацию, поскольку она накапливается чрезвычайно высокими темпами. Эта помощь будет нелишней и при определении направлений развития науки на национальном уровне, поскольку расстановка приоритетов должна основываться на своевременном анализе актуальных мировых тенденций и трендов. Сейчас, насколько мне известно, такой анализ не проводится. А без него легко потерять ориентиры в море информации, не разобраться, какие из опубликованных работ имеют перспективы и могут дать значимые результаты, а какие нет.

Следствием цифровизации стало кардинальное изменение в коммуникациях, в способах доведения информации о результатах научных исследований до сообщества ученых. Хотим мы этого или нет, но в наше время, чем громче ты о себе заявил, тем больше шансов, что тебя услышат. Мало результат получить, его надо донести до коллег и ученых из смежных научных отраслей.

Когда мы начали работать с оксидом церия, то первые результаты получили быстро. А вот убедить коллег взять наши материалы и хотя бы попробовать – это долгая история. Лет пять мы потратили на это.

Как вы решаете кадровые вопросы?

Мы проводим кадровую политику по двум основным векторам. Первый – в отношении института, второй – в отношении Центра коллективного пользования. В институте сегодня работают 64 доктора наук и 108 кандидатов наук. За 5 лет, с 2015 по 2020 годы, средний возраст наших сотрудников уменьшился на 5 лет. И сейчас он составляет 43–44 года. Мы с молодежью активно работаем и стараемся быть для нее привлекательным работодателем.

Что касается ЦКП, то поскольку все оборудование, которое к нам поступает, это фактически готовые высокотехнологичные рабочие места, нам нужно подбирать квалифицированный персонал и обеспечивать его достойным финансированием. И тут встает вопрос относительно того, из каких средств должна оплачиваться работа сотрудников Центров коллективного пользования? Этот вопрос пока вне поля зрения государства. Хотя я считаю, что его обсуждение необходимо.

Безусловно, перспективу имеют в первую очередь междисциплинарные исследования

За минувшие три года мы добавили в ЦКП три молодежные вакансии и таким образом полностью закрыли потребность в обслуживании новых приборов. Как исследовательская организация, мы заинтересованы в том, чтобы на таких приборах работали люди со степенью кандидата наук, а до этого они обучались в нашей аспирантуре, поработали у нас.

Поскольку в ЦКП имеют возможность работать в качестве операторов все сотрудники института, мы, как администрация, следим за тем, чтобы они освоили работу на этих приборах. Они проходят авторизованное обучение, организованное компаниями поставщиками оборудования, отдельные курсы организованы на уровне института, потому что мы имеем хорошую квалификацию. Мы способны самостоятельно обслуживать свои научные интересы, а также помогать коллегам неизбежно повышать ценность исследователя на рынке труда.

Как вы работаете с молодыми людьми, у которых нет кандидатской степени?

Уже несколько лет мы участвуем в программе «Академический класс в московской школе» Департамента образования и науки города Москвы. Она предусматривает проектную деятельность школьников, которая ведется при взаимодействии школ, вузов и академических институтов. У нас около 30 прямых договоров со школами: от каждой из них может прийти двое-трое учеников, которым интересна неорганическая химия и материаловедение. Школьники приезжают к нам в ИОНХ с учителями и ведут полноценные исследования, в том числе и на оборудовании ЦКП. Они смотрят, как работает современное научное оборудование, осваивают базовые операции, а потом представляют очень достойные исследовательские работы. За три года нашего участия в программе вышли в свет семь полноценных научных статей, в том числе в ведущих международных журналах, в число авторов которых вошли наши школьники. В рамках своей проектной деятельности они наработали столько экспериментального материала, что мы сочли возможным включить их в число авторов.

В соавторстве с Александром Щербаковым мы подготовили для старших школьников книгу – практикум по нанотехнологиям и наноматериалам. Это сборник из 54 исследовательских задач, многократно апробированных и хорошо воспроизводимых. Каждая задача – это маленький проект, который

можно начать выполнять в школе, а потом прийти к нам или в какой-либо вуз для того, чтобы дополнить свои результаты, используя современное оборудование, находящееся в ЦКП. В основе задач – материалы статей, опубликованных за последние 5-10 лет.

Распространять практикум мы начали среди учителей московских школ во время большой конференции «Наука для жизни», которую проводили для школьников в ИОНХ РАН в 2019 году. Позже с помощью благотворительного фонда Андрея Мельниченко мы передали 200 экземпляров книги учителям в регионах. На сегодняшний день в общей сложности в школы направлено уже 700 экземпляров практикума.

Разумеется, мы традиционно активно сотрудничаем с вузами. Среди наших давних партнеров – Факультет наук о материалах и Химический факультет МГУ, МИТХТ, ИГХТУ и другие университеты. В последнее время у нас сложились очень хорошие отношения с Волгоградским государственным техническим университетом; не так давно большая делегация молодых ученых вместе с ректором ВолгГТУ А. В. Навроцким познакомилась с работой ЦКП и реализовала на нашем оборудовании ряд экспериментов. Мы считаем, что такая работа тоже очень важна.

Сейчас многие ведущие российские университеты участвуют в программе развития вузов «Приоритет 2030». Государство выделило им значительные средства. В рамках этой программы предполагается создание консорциумов организаций, которые будут сообща решать исследовательские задачи. Я думаю, что сотрудничество с нами по линии ЦКП поможет вузам выполнить условия программы.

Каковы планы развития ЦКП на ближайшее будущее?

Программа развития приборной базы ведущих научных организаций будет действовать еще три года. За это время мы полностью завершим переоснащение ЦКП и таким образом создадим полноценную материально-техническую базу для выполнения работ по приоритетным научным направлениям, в первую очередь, вошедшим в Стратегию научно-технического развития Российской Федерации.

Спасибо за интересный рассказ

С.В.К. Ивановым беседовали
О.А. Лаврентьева, А.Е. Крылова и В.В. Родченкова

ЦКП и институт ориентированы друг на друга

Приборная база ИОНХ РАН для инновационных материалов и технологий

Репортаж из Центра коллективного пользования

В. Б. Барановская, д. х. н.¹, М. С. Доронина, к. т. н.¹

УДК 543.4; 54.084

Центр коллективного пользования физическими методами исследования веществ и материалов создан на базе одного из ведущих научно-исследовательских институтов страны с богатейшей историей и огромным потенциалом развития.

ИОНХ РАН является институтом I (высшей) категории по рейтингу Минобрнауки РФ. Входит в международный академический рейтинг ведущих научных институтов и вузов CWUR (Center for World University Rankings). Находится в тройке лидеров в рейтинге публикационной активности научных организаций России по химии за период 2018–2021 годов по данным международной базы Scopus. Состоит в Ассоциации аналитических центров России «Аналитика».

Развитие науки и техники требует лабораторий высокого уровня и уникальных возможностей, включая проведение перспективных исследований по мировым стандартам.

Требования к веществам и материалам, используемым и создаваемым в научной и промышленной сферах, непрерывно возрастают, как по перечню показателей качества, так и по их значениям.

Несмотря на все разнообразие существующих веществ и материалов, и еще большим набором их характеристик, можно выделить три основные группы показателей: химический состав (элементный, фазовый, молекулярный, изотопный), строение (структура) и свойства. Каждая из этих групп, в свою очередь, делится на многочисленные индивидуальные показатели, определяющие реальное качество вещества или материала и его пригодность для решения той или иной задачи.

Определение всех этих показателей составляет отдельный сегмент науки – симбиоз химии, физики, метрологии, электроники, приборостроения

и информатики и называется материаловедческой диагностикой, или аналитическим контролем.

Современная диагностика в материаловедении – это сложнейшие приборы, реактивы высокого качества, специальные помещения, метрологическое, методическое и информационное обеспечение, высококвалифицированные кадры и система работы, объединяющая отдельные инструменты в гармоничный ансамбль. И вся эта диагностическая триада представлена в Центре коллективного пользования нашего института.

Центр коллективного пользования ИОНХа создан в 2000 году. Цель его организации – повышение эффективности совместного пользования имеющимся уникальным диагностическим оборудованием, необходимым для решения научных задач, определенных приоритетными направлениями развития науки и технологий РФ.

С 2016 года ЦКП функционирует с соблюдением законодательных и нормативных требований Правительства РФ (Постановление от 17 мая 2016 года № 429) и Минобрнауки РФ – Приказ от 18 июля 2016 года № 871.

¹ ЦКП ФМИ ИОНХ РАН, ckp@igic.ras.ru.

В развитие этих требований разработаны и введены следующие основополагающие документы:

- Положение о ЦКП ФМИ ИОНХ РАН;
- Регламент использования научного оборудования ЦКП ФМИ ИОНХ РАН;
- методики исследований и измерений;
- унифицированные формы заявки, в том числе онлайн заявка через сайт института.

Функционирует электронная система учета обращений и сбора статистической информации.

Для повышения доступности, востребованности и загрузки исследовательской инфраструктуры в ЦКП в 2019 году разработана система типовых исследовательских работ. Существует «Порядок обращения в ЦКП ФМИ ИОНХ РАН для проведения типовых исследовательских работ (ТИР)», позволяющий исследовательским организациям, юридическим и физическим лицам обращаться в ЦКП для проведения исследований, измерений, испытаний веществ и материалов по утвержденным методикам.

В арсенал ЦКП ИОНХа входит:

- дифрактометрическое оборудование для рентгеноструктурного и рентгенофазового анализа;
- сканирующие электронные микроскопы;
- автоматизированный комплекс измерения физических свойств PPMS;
- спектральное и рентгеноспектральное оборудование для химического анализа;
- радиоспектрометр ЯМР;
- прибор синхронного термического анализа и адиабатический низкотемпературный калориметр;
- ИК-фурье-спектрометры;
- люминесцентный спектрометр;
- радиоспектрометры ЭПР;
- CHNS-анализатор.

Более подробно ознакомиться с характеристиками оборудования можно в процессе виртуальной экскурсии на сайте института.

В рамках Программы обновления приборной базы ИОНХ РАН при поддержке федерального проекта «Развитие передовой инфраструктуры для проведения исследований и разработок в Российской Федерации» национального проекта



Василиса Борисовна Барановская

Д. х. н., заведующая ЦКП

« Мы открыты для общения, консультаций и готовы содействовать в подготовке публикаций, в развитии исследований, создании новых материалов. »

«Наука» ИОНХом приобретены и введены в эксплуатацию:

- в 2019 году монокристалльный рентгеновский дифрактометр Bruker D8 Venture (Германия);
- в 2020 году дуговой атомно-эмиссионный комплекс «Гранд-Глобула» (Россия); оптический спектрометр с индуктивно связанной плазмой Thermo Scientific iCAP XR (США); гелиевый реконденсатор PT 415 (США);
- в 2021 году анализатор размеров частиц и дзета потенциала Photocor Compact-Z (Россия); рентгенофлуоресцентный спектрометр «Спектроскан Макс GVM» (Россия); климатическая испытательная камера тепла-холода влаги (Россия) и, наконец, сканирующий электронный микроскоп TESCAN (Чехия).

Программа поддержки приборной инфраструктуры научных организаций высшей категории продолжается. Работа над обновлением приборной базы в институте проводится постоянно.

С использованием оборудования ЦКП за последние три года подготовлено свыше 500 статей в ведущих зарубежных и отечественных изданиях.

В ИОНХ РАН накоплен богатый экспериментальный опыт не только в области разработки синтетических подходов к получению неорганических и гибридных материалов, но и существует обширная экспериментальная база для анализа их химического состава, структуры и функциональных характеристик, крайне важных с точки зрения их практического использования. Для этого имеется комплекс современного высокотехнологического оборудования, позволяющий решать широкий спектр задач, как в области неорганического материаловедения, так и имеющих выраженный междисциплинарный характер.

Определение химического состава веществ и материалов

Для определения химического состава в ЦКП используется новейшее современное оборудование: рентгенофлуоресцентный спектрометр «Спектроскан Макс GVM», дуговой атомно-эмиссионный комплекс «Гранд-Глобула», оптический спектрометр с индуктивно связанной плазмой Thermo Scientific iCAP XR, а также комплекс оборудования для пробоподготовки.

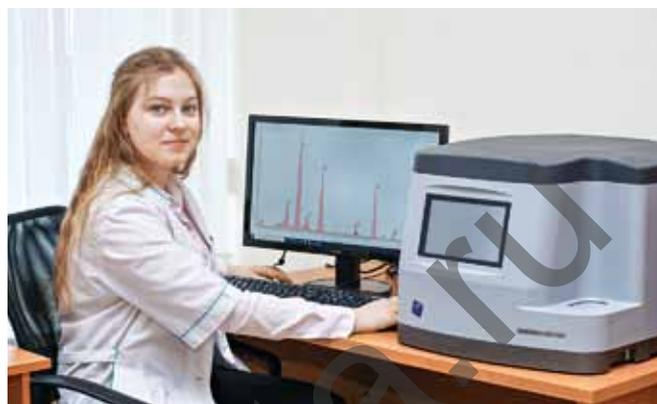
Возможности оптико-спектральных и рентгено-спектрального методов достаточно широки. В совокупности их совместное взаимодополняющее применение позволяет провести как идентификационное исследование состава веществ и материалов, так и определить содержание компонентов от 10^{-6} до 100 мас. %.

К достоинствам рентгенофлуоресцентного метода анализа (РФА) относятся высокая точность, многоэлементность, экспрессность, универсальность и широкий диапазон определяемых содержаний. Рентгенофлуоресцентный спектрометр «Спектроскан Макс GVM» позволяет определять в образце все элементы от натрия до урана. При этом не требуется трудоемкая подготовка проб. Они могут быть представлены в виде монолита, порошка, раствора, а также вещества, нанесенного на поверхность или осажденного на фильтры.

Дуговой атомно-эмиссионный анализ (ДАЭА) – один из самых известных методов определения



Атомно-эмиссионный комплекс «Гранд-Глобула»



Александра Архипенко
младший научный сотрудник ЦКП,
аспирант 2-го года обучения

Приборы «Гранд-Глобула» и «Спектроскан Макс GVM» дополняют друг друга: дуговой спектрометр позволяет определить примеси в образце в диапазоне от 10^{-1} до 10^{-6} мас. %, а рентгеновский спектрометр – основные компоненты материала. Рентгенофлуоресцентный спектрометр используется также для идентификации проб: нам важно заранее знать, что именно поступило на анализ. Основной наш научный интерес при использовании этого комплекса твердофазных аналитических методов представляют материалы на основе редкоземельных элементов. Приборы продемонстрировали высокую востребованность как для проектов ИОНХ, так и для ученых из других организаций. >>

состава неорганических веществ и материалов. Но начиная с 90-х годов 20 века из-за несовершенства спектральной аппаратуры, его потеснили методы с растворением пробы – АЭС- и МС-ИСП. Однако за последние 15 лет, благодаря кардинальному совершенствованию приборов, возможности ДАЭА значительно расширились.

Атомно-эмиссионный комплекс «Гранд-Глобула», разработанный компанией «ВМК-Оптоэлектроника», оснащен многоканальным анализатором атомно-эмиссионных спектров (МАЭС) и программным обеспечением «Атом» для обработки спектральной информации и обладает возможностью без перевода пробы в раствор определять большое



спектрометры
и анализаторы

Спектральный анализ
элементного состава

СПЕКТРОСКАН

Серия рентгенофлуоресцентных
спектрометров и анализаторов



■ СПЕКТРОСКАН МАКС-GVM

Назначение

Спектрометр предназначен для элементного анализа в диапазоне от ^{11}Na до ^{92}U в порошковых, спрессованных, сплавленных и жидких образцах, а также нанесенных на поверхности или осажденных на фильтры.

Интервал измерения массовых долей элементов составляет от 1 ppm до 100%.



- Анализ твердых образцов, жидкостей, порошков, а также нанесенных на поверхности или осажденных на фильтры
- Высокое спектральное разрешение, увеличивающее точность и достоверность анализов
- Не требует подключения к внешнему источнику охлаждения и подвода газа
- Программное обеспечение исследовательского уровня
- Большое число аттестованных методик выполнения измерений и стандартизованных решений для рутинных аналитических задач в самых разных отраслях
- Поставляется с необходимым методическим обеспечением, расходными материалами и дополнительным оборудованием для подготовки проб в виде комплекса, позволяющего решать поставленную аналитическую задачу
- Освобожден от радиационного контроля и учета

ООО «НПО «СПЕКТРОН»
ул. Циолковского, д. 10А, а/я 214
Санкт-Петербург, 190103, Россия
info@spectronxray.ru

+7 (812) 325-81-83
spectronxray.ru



Ксения Вадимовна Петрова

к. т. н., старший научный сотрудник ЦКП

« Индуктивно связанная плазма (ИСП/ICP) характеризуется высокой стабильностью, низким уровнем шумов и малой величиной фонового сигнала. Новейший спектрометр Thermo Scientific iCAP XR позволяет решить большое количество задач, работать с нестереотипными многокомпонентными материалами. Прибор оснащен дополнительными опциями: гибридной приставкой и системой ввода проб с агрессивной химической матрицей. »

количество примесных элементов в широком круге объектов в диапазоне $n \cdot 10^{-6}$ – $n \cdot 10^{-1}$ % масс.

Еще один высокочувствительный, многоэлементный, производительный и гибкий метод, позволяющий получать точные результаты при определении микро- и макроконцентраций элементов в объектах сложного состава – это атомно-эмиссионная спектрометрия с индуктивно связанной плазмой (АЭС-ИСП).

Атомно-эмиссионный анализ с индуктивно связанной плазмой в настоящее время является одним из самых эффективных, универсальных и распространенных методов многоэлементного химического анализа. С его помощью определяют элементный состав экологических проб, продуктов металлургического производства (руды, концентраты, флюсы, полупродукты, металлы и сплавы, шлаки, сбросные воды и т. д.), геологических объектов, веществ и материалов химического производства и др.

В ЦКП этот метод представлен **оптическим спектрометром с индуктивно связанной плазмой Thermo Scientific iCAP XR.**

Спектрометр управляется компьютером с помощью программного обеспечения на русском языке, позволяющего устанавливать условия проведения анализа и градуировки, контролировать выполнение измерений, автоматически производить расчет концентрации аналита по градуировочным графикам, корректировать результаты анализа (коррекция фона и учет спектральных наложений).

Комплексное применение новых подходов, современных возможностей спектрального оборудования и программного обеспечения позволяет проводить исследования и разрабатывать методики анализа самых разнообразных объектов.

За 2021 год разработаны и оформлены шесть методик химического анализа для материалов на основе редкоземельных элементов. Эти работы осуществляет аналитическая группа ЦКП.

С появлением оборудования для химического анализа значительно расширились возможности контроля состава исходных материалов, промежуточных



Марина Сергеевна Доронина, к. т. н., научный сотрудник ЦКП



Ольга Игоревна Лямина

к. т. н., старший научный сотрудник лаборатории химического анализа

«*Элементный анализатор CHNS (EuroVector) предназначен для выполнения анализов по определению четырех элементов – углерода, водорода, азота и серы – в пробах. Объем вещества в пробе очень небольшой – порядка 1 мг. Прибор, в основном, рассчитан на работу с органическими веществами.*

Проба подвергается высокотемпературному разложению, проще говоря, сжигается в печи и превращается в смесь простых газов. Эти продукты сгорания очищаются, компоненты пробы разделяются и определяются с помощью высокочувствительных детекторов. Исходя из данных хроматограммы и массы сожженного образца, рассчитывается содержание элементов с довольно высокой точностью – десятых и даже сотых долей процента.

Образцы могут поступать в виде порошков, волокон, пленок, а иногда в виде вязких жидкостей. Это представляет сложность, но мы справляемся. Для каждого объекта разрабатываются индивидуальные методики.»

соединений и конечных продуктов исследований и синтеза.

Всего за год аналитическая группа ЦКП выполнила анализ более 700 образцов по почти 100 заявкам.

Оказано содействие в проведении исследований по восьми грантам РФФ, государственному заданию и другим проектам.

ИК-спектроскопия с фурье-преобразованием

Благодаря относительной простоте эксперимента, высокой скорости регистрации при одновременно высокой информативности спектров ИК-спектроскопия на сегодняшний день является лидером среди аналитических методов анализа. При этом практически нет ограничений по агрегатному состоянию исследуемых образцов – это могут быть газообразные вещества, жидкости (растворы солей, органические жидкости, масла и др.), твердые вещества. В связи с этим области использования инфракрасной спектроскопии достаточно широки – от идентификации новых соединений до контроля чистоты веществ.

Принцип инфракрасной спектроскопии заключается в поглощении резонансных частот, соответствующих частоте собственных колебаний молекулы. Поглощение электромагнитного излучения стимулирует различные колебания внутри молекулы. Поэтому чем разнообразнее состав вещества, тем больше вариантов колебаний существует. Другими словами, чем больше функциональных групп входит в состав молекулы (например, гидроксильные (ОН-), карбонильные (С=О), амино (NH₂-), карбоксильные (-COOH) и т. д.), тем сложнее получаемая спектральная картина.

Диапазон ИК-излучения находится от границы видимой части спектра до микроволновой, это означает, что шкала электромагнитного излучения определяется длинами волн от 1 мкм до 1 мм. Получаемые спектры дают качественную характеристику внутреннего строения молекулы, то есть на основании различных полос поглощения (которые соответствуют видам колебаний функциональных групп – валентным, деформационным или типам химической связи – простые, кратные и др.) можно охарактеризовать и спрогнозировать состав анализируемого образца. При этом для идентификации веществ можно составить собственную библиотеку соединений или же воспользоваться спектральным поиском с помощью компьютерных программ.

В ЦКП нашего института представлен прибор **Spectrum-65 PerkinElmer FT-IR**.

Основными достоинствами ИК-фурье-спектрометра являются:

- мультиплексность – одновременная регистрация всех длин волн;
- высокая светосила – световой поток большой интенсивности поступает от источника излучения через пробу к детектору;



Дмитрий Сергеевич Ямбулатов

к. х. н., научный сотрудник лаборатории химии координационных полиядерных соединений

« В лаборатории мы занимаемся синтезом веществ в инертной среде – ищем так называемые бистабильные системы: синтезируем вещества, у которых при изменении магнитного поля, температуры, освещенности, изменяются физические свойства. К примеру, одно из направлений, исследований, которые мы проводим – химический дизайн молекулярных и монокристаллических магнитов. Эту работу мы ведем в ЦКП, где очень активно используем ИК-спектрометр Spectrum 65 (Perkin Elmer), оснащенный приставкой НПВО. Анализируемое вещество помещается на предметный столик и запускается процесс сканирования; при этом на компьютере в режиме реального времени видим, как записывается ИК-спектр, и через 5 с получаем результат. ИК-спектрометр активно используется сотрудниками практически всех лабораторий нашего института. »

- все длины волн автоматически соотносятся с внутренним стандартом;
- возможность значительно улучшать отношение сигнал-шум в спектрах за счет экспрессной записи интерферограмм.

Люминесцентный анализ

Люминесцентный спектрометр LS55 (PerkinElmer) позволяет выполнять исследования в различных областях науки и техники – от рутинного контроля качества материалов до сложных биохимических исследований. Использование большого количества взаимозаменяемых аксессуаров позволяет легко переконфигурировать прибор под решение различных задач. Интуитивно понятное программное обеспечение FLWinLab, работающее в среде Windows, и отличные технические характеристики спектрометра LS55 дают возможность получать надежные результаты в различных областях химии, биологии и материаловедения. Приставки позволяют исследовать образцы, находящиеся в различных агрегатных состояниях – жидком и твердом, а также выполнять низкотемпературные измерения.

По исполнению LS55 представляет собой однолучевой люминесцентный спектрометр, работающий в режимах регистрации флуоресценции, фосфоресценции, хеми- или биолюминесценции. В качестве источника используется ксеноновая лампа мощностью 150 Вт, работающая в пульсирующем режиме с частотой 50 Гц, монохроматор типа Монка – Джиллисона. Область длин волн при возбуждении – 200–800 нм; при эмиссии – 200–900 нм, что полностью перекрывает весь видимый диапазон длин волн, а также частично захватывает диапазон УФ. Спектральная ширина щели составляет 2,5–15 нм (возбуждение) и 2,5–20 нм (эмиссия) при инкременте 0,1 нм, при этом точность установки длины волны составляет ± 1 нм, а воспроизводимость установки длины волны равна $\pm 0,5$ нм. Важной характеристикой спектрометра является отношение сигнал / шум, и для LS55 этот показатель



ИК-спектрометр Spectrum 65 (Perkin Elmer)

лучше, чем 2500:1 (RMS) при измерении шумов базовой линии. Имеется возможность применять эмиссионные фильтры 290, 350, 3900, 430 и 515 нм, которые уже встроены в оптическую схему прибора. Скорость сканирования спектра может варьироваться в диапазоне от 10 до 1500 нм/мин с инкрементом 1 нм.

Система управления и обработки данных дает возможность математической обработки результатов, включая сглаживание, дифференцирование, интегрирование и нормализацию спектра. Задание волновой программы позволяет запоминать до 15 пар длин волн возбуждения и эмиссии, а специальные процедуры позволяют измерять затухание флуоресценции и поляризацию спектра.

Перспективными областями применения спектрометра LS55 являются биология и биохимия, включая клеточную биологию (цитотоксичность, жизнеспособность, пролиферация, злокачественное перерождение, подсчет и адгезия клеток, репликация генов, экспрессия генов) и клинические анализы (энзимология, анализ порфиринов, стероидов, анализ крови). Очень актуальны исследования, связанные с охраной окружающей среды (определение пестицидов, ПАУ, диоксинов и т. д. в различных природных объектах, определение нефтепродуктов, определение хлорофилла).

В области неорганической химии и материаловедения с помощью данного спектрометра можно проводить анализ большого числа элементов (Al, Pb, Zn, Mg, Mn, Se, Sn, U и др.), а также исследовать координационные соединения широкого класса. Перспективен спектрометр и при анализе различных функциональных материалов – это анализ конструкционных материалов, стабилизаторов и добавок в полимерах, деталей ЖК дисплеев и т. д.

Определение кристаллической структуры и анализ микроструктуры

Самым эффективным и надежным методом для поиска корреляций «структура – свойства» на основе сравнительного анализа супрамолекулярного строения разнообразных классов органических, металлорганических, координационных, природных биологически активных соединений, в том числе:

- для создания веществ и материалов с заданными физико-химическими характеристиками;
- для определения закономерностей образования кристаллических упаковок, надмолекулярных

ассоциатов, кластеров и других агрегированных систем;

- для исследования молекулярных и кристаллических структур широкого ряда оригинальных соединений

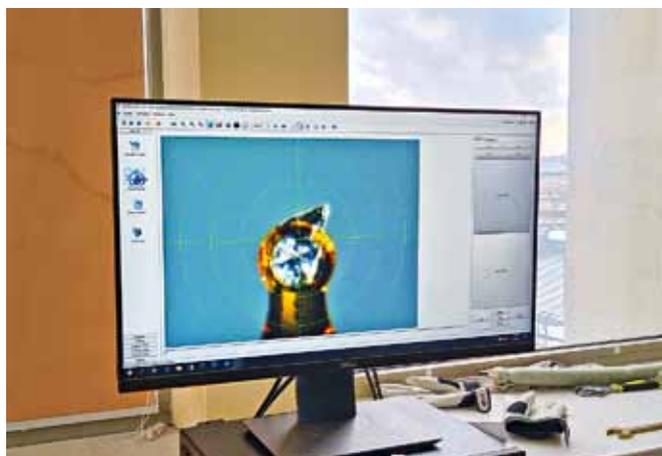
является выполнение многотемпературных рентгеноструктурных исследований (в том числе прецизионных).

Совместный анализ получаемых результатов проводится с привлечением статистических методов, базирующихся как на собственных кристаллоструктурных измерениях, так и на извлекаемых из кристаллографических баз структурных данных (CSD, ICSD). Особое внимание уделяется тщательному сравнению полученных структурно-химических характеристик с данными иных физико-химических методов (ЯМР, ДТА, ИК, Раман и т. д.), а также квантово-химических расчетов с использованием периодических граничных условий.

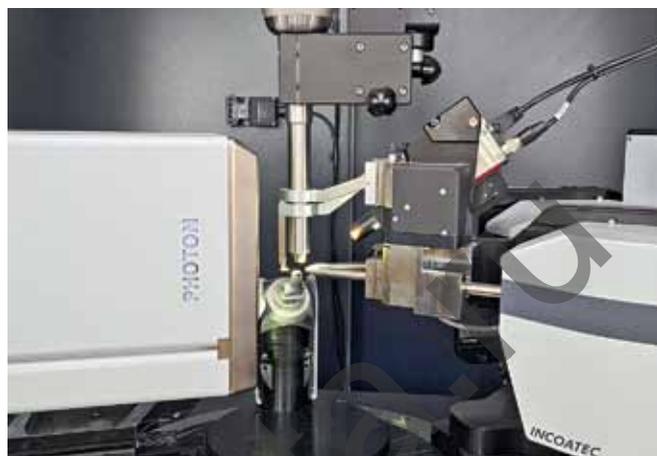
ЦКП располагает мощным и современным приборным парком для проведения разнообразных дифракционных исследований.

Монокристалльные рентгеновские автоматические трехкружные дифрактометры **Bruker SMART APEX II** и **Bruker D8 Venture** предназначены для определения кристаллической и молекулярной структуры (то есть взаимного пространственного расположения атомов) широкого круга химических соединений. Эти приборы являются одними из лучших современных рентгеновских дифрактометров, выпускаемых сейчас в мире, и позволяют существенно (в десятки раз) сократить время и увеличить точность эксперимента, работать с очень маленькими и малоустойчивыми монокристаллами. Они снабжены самыми чувствительными на настоящее время координатными рентгеновскими детекторами серий Photon II и Photon III и двумя высокоинтенсивными рентгеновскими источниками (с молибденовым и медным анодами). Получаемая с помощью данного оборудования информация о строении является мощным инструментом для решения важнейших проблем современной науки о веществе, в том числе:

- установление кристаллической структуры новых перспективных неорганических веществ и материалов (в том числе и при низких температурах вплоть до 90 K), обладающих набором специфических полезных свойств;
- определение пространственной молекулярной структуры и кристаллической упаковки органических (в том числе природных) и металлорганических соединений, представляющих интерес для развития представлений о строении вещества;



Центрирование монокристалла примерного размера $0,35 \times 0,20 \times 0,20$ мм на дифрактометре



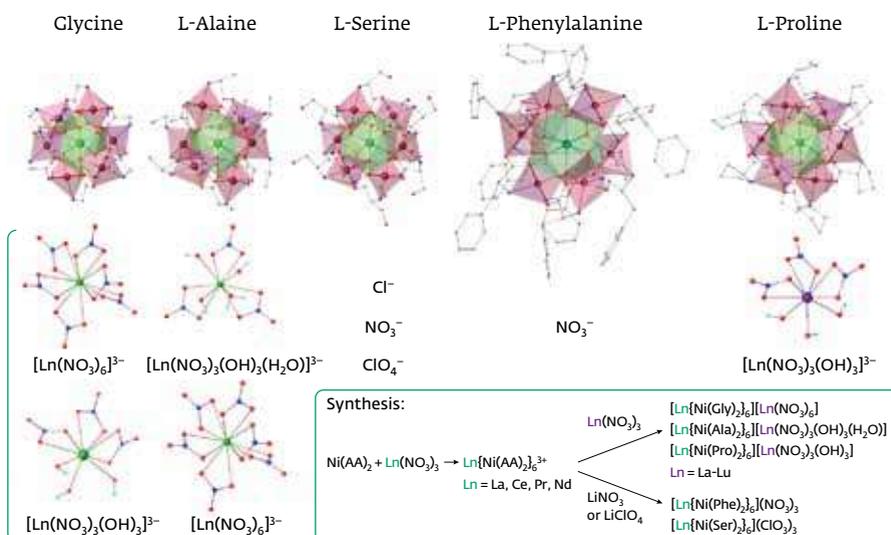
Монокристалльный рентгеновский дифрактометр Bruker D8 Venture

- исследование фазовых переходов;
- изучение корреляций «структура – свойства» для широкого круга химических соединений и предсказания возможных путей протекания химических процессов;
- проведение прецизионных исследований электронной плотности в кристаллах для выявления тонких закономерностей в природе химической связи.

Многоцелевой высокоточный порошковый дифрактометр D8 ADVANCE предназначен для выполнения качественного и количественного фазового анализа широкого спектра новых перспективных функциональных материалов, таких как полимеры, интерметаллиды, катализаторы промышленно важных процессов, керамики, фармацевтические препараты, тонкопленочные покрытия, нанопористые адсорбенты, высокопрочные пластмассы, полупроводниковые образцы, материалы для солнечных батарей и аккумуляторов. Этот прибор позволяет проводить исследования не только при обычных внешних условиях, но и в широком интервале температур и давлений. Изменяемая геометрия дает возможность выполнять прецизионные измерения, собирать высокоточные экспериментальные данные, необходимые для определения абсолютно новых кристаллических структур, исследовать текстурирование и напряжения в образцах.

Прибор снабжен инновационным высокоскоростным твердотельным позиционночувствительным детектором LynxEye, наиболее современной рентгеновской оптикой (зеркала Гебеля, моторизованные щели), а также многопозиционным сменщиком образцов, позволяющим осуществлять измерения в автоматическом поточном режиме. Оборудование полностью укомплектовано всем необходимым программным обеспечением для сбора данных, их первичной обработки, качественного и количественного анализа, расшифровки и уточнения структур и порошковыми базами данных по известным соединениям.

Наиболее традиционными для института являются исследования строения и физико-химических свойств координационных соединений. Проведенные недавно детальные исследования



гетерометаллических комплексов РЗЭ и никеля(II) с различными природными аминокислотами показали, что подобные кластерные комплексы, где ион Ln^{3+} находится в кислородном окружении во внутренней икосаэдрической полости комплексов (рис. 1), могут быть использованы для селективного извлечения из смеси ионов РЗЭ(3+) только с определенным ионным радиусом. В частности, установлено, что соединения на основе L-аланина пригодны для извлечения ионов La^{3+} – Nd^{3+} , тогда как в случае L-пролина удается получить такие комплексы для ионов вплоть до Gd^{3+} .

Рентгеноструктурный анализ этих катионных гетерометаллических комплексов, закристаллизованных с различными по природе анионами (как лантанид-содержащих, так и простых, например, NO_3^-), позволил раскрыть причину наблюдаемой селективности – фиксированный размер икосаэдрической полости в комплексных катионах. При этом геометрические характеристики полости не зависят от радиуса внедренного в нее иона Ln^{3+} , тогда как замена аминокислоты оказывает драматическое воздействие на размер полости и, как следствие, на прочность образуемых комплексов. Последнее проявляется в том, что по ряду лантанидов, для каждой конкретной аминокислоты, существует граница устойчивости комплексного катиона, так что ионы, находящиеся правее этой границы (то есть, меньшие по размеру), не образуют подобные

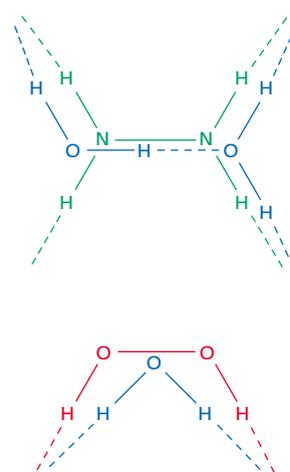
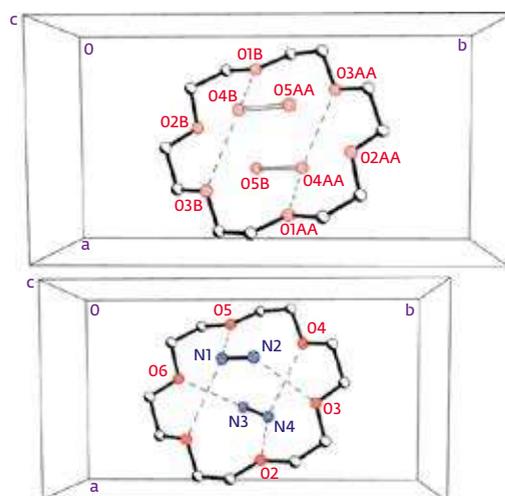
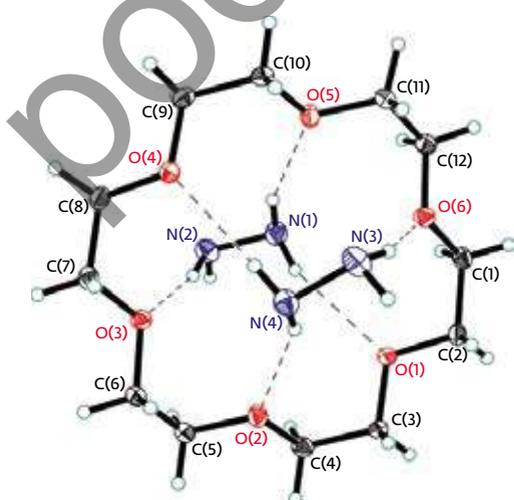


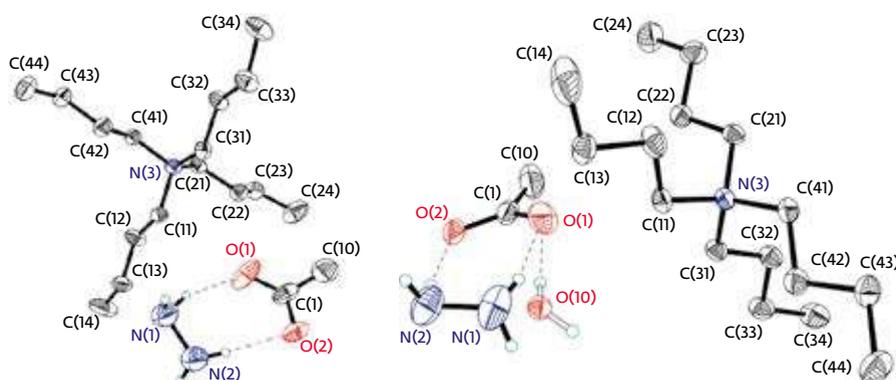
Андрей Викторович Чураков
к. х. н., заведующий лабораторией кристаллохимии и рентгеноструктурного анализа

« Одной из «горячих» тематик лаборатории является исследование структуры и свойств сокристаллов малых молекул. »

комплексы. Отдельного внимания заслуживают комплексы на основе L-серина, кристаллическая упаковка которых образована за счет большого числа водородных связей, из-за чего они обладают пониженной растворимостью и выпадают в осадок с простыми анионами Cl^- , ClO_4^- или NO_3^- . В связи с этим, из раствора, содержащего все 14 лантанидов, а также иттрий, при добавлении серината никеля(II) в осадок переходят лишь La, Ce, Pr и Nd, тогда как в растворе остаются остальные катионы.

Так, совсем недавно был впервые получен и структурно охарактеризован гидразин-дисольват 18-краун-6 эфира $C_{12}H_{24}O_6 \cdot 2N_2H_4$ (1). Структура включает в себя один 18-краун-6 эфирный коформер и две кристаллографически независимые молекулы гидразина. Соединение 1 изоструктурно ранее исследованному тетрагидрату 18-краун-6 $C_{12}H_{24}O_6 \cdot 4H_2O$ (2). Следует отметить, что изоморфизм





пероксосольватов/гидратов является хорошо известным явлением. Несмотря на то, что гидразин и перекись водорода являются изоэлектронными соединениями, **1** и **2** являются первым примером изоморфизма между сольватами гидразина и их соответствующими гидратами. Однако природа этого изоморфизма иная, чем в пероксосольватах. Два Н-связанных атома кислорода молекулы воды занимают позиции вблизи атомов азота гидразина и образуют до трех водородных связей с соседними акцепторами. Таким образом, молекула N_2H_4 заменяется двумя молекулами воды.

Впервые получены и структурно охарактеризованы структуры крайне нестабильных изоморфных гидразинесольватов ацетата тетрабутиламмония ($n-Bu$) $N^+OAc \cdot N_2H_4$ (**3**) и ($n-Bu$) $N^+OAc \cdot 0.9(N_2H_4) \cdot 0.1(H_2O)$ (**4**). В структуре **3** молекула гидразина дает лишь две водородные связи с ацетат-анионом. Структура **4** является аналогом структуры **3**, где молекула гидразина частично изоморфно замещена молекулой воды, образующей только одну водородную связь с атомом кислорода ацетатного аниона [M. A. Navasardyan, L. G. Kuz'mina, A. V. Churakov, Unusual isomorphism in crystals of organic solvates with hydrazine and water, *Cryst.Eng.Comm.*, 2019, 21, 5693–5698. DOI: 10.1039/c9ce00978g].

Микроскопия

В приборном парке электронной микроскопии ЦКП ИОНХ РАН два растровых электронных микроскопа высокого разрешения – NVision 40 (CarlZeiss, Германия) и AMBER GMH (TESCAN, Чехия). Оба прибора позволяют решать широкий класс задач, направленных на всестороннее исследование структуры и состава различных веществ, материалов, артефактов культурного наследия, биологических образцов и т. д. К объектам исследования, для которых уже накоплен значительный опыт анализа

методами электронной микроскопии, относятся керамики, дисперсные материалы, сорбенты, катализаторы для нефтепереработки, ионпроводящие мембраны, компоненты устройств электрохимического хранения энергии и микроэлектроники, сенсоры (в т. ч. на основе фотонных кристаллов), полимерные покрытия, тканые и нетканые материалы и многие другие.

Растровый электронный микроскоп CarlZeiss NVision 40 позволяет с высокой производительностью исследовать образцы размером до нескольких сантиметров, с пространственным разрешением до нескольких нанометров. Варьирование режимов съемки, а также наличие нескольких детекторов – как обратно отраженных, так и вторичных электронов – позволяют получать изображения поверхности образцов (режим топографического контраста), а также визуализировать области с различным химическим составом (режим композиционного контраста) с предельным увеличением до 900 тыс. крат.

Важной особенностью микроскопа, определяющей его уникальность и востребованность для решения материаловедческих задач, является возможность получения изображений в режиме низких ускоряющих напряжений (менее 1 кВ). Благодаря ей можно получать высококачественные изображения диэлектриков, в том числе объемных, биологических объектов, например микроорганизмов, и полимеров, в том числе сколов мембран, без нанесения на их поверхность слоя проводящего материала (углерода или металла), с увеличениями до 50–100 тыс. крат, а в некоторых случаях – даже больше.

Дополнительно микроскоп оснащен рентгено-спектральным микроанализатором X-MAX (Oxford Instruments, Великобритания), позволяющим с высокой точностью выполнять как анализ химического состава материалов, так и строить карты распределения химических элементов по поверхности образцов. Детектор дифракции обратно отраженных электронов Nordlys II S (Oxford Instruments, Великобритания), которым также оснащен микроскоп, позволяет исследовать кристаллические материалы (шлифы, пленки), определяя размеры и кристаллографическую ориентацию отдельных зерен в металлах и керамиках. Благодаря этому можно не только установить локальный фазовый состав образцов, но и определить взаимную ориентацию



Электронный микроскоп Tescan Amber в ЦКП ИОНХРАН

зерен, что крайне важно для материалов, обладающих выраженной анизотропией физических свойств.

Существует возможность травления поверхности образцов фокусированным ионным пучком (FIB = Focused Ion Beam), что позволяет использовать прибор для подготовки ультратонких ламелей для последующего исследования методом просвечивающей электронной микроскопии, а также для построения трехмерных карт распределения химических элементов по объему образцов. Таким образом, микроскоп CarlZeiss NVision 40 решает широкий спектр задач при исследовании наноструктурированных функциональных материалов, биологических объектов и биоматериалов, полимеров, аэрогелей и ксерогелей различного состава, керамических материалов, шлифов различных сплавов и сталей, геологических объектов и компонент микроэлектроники.

Растровый электронный микроскоп Tescan Amber GMH является передовым прибором в линейке Tescan, обладая рекордным для классической электронной оптики разрешением в широком диапазоне токов и напряжений. Это, в совокупности с высокой чувствительностью детекторов обратно

рассеянных и отраженных электронов и детектора рентгеновского излучения UltimMax 100 (Oxford Instruments, Великобритания), приводит к значительному увеличению полезного сигнала и разрешения для образцов с низкой проводимостью, которые затруднительно исследовать с использованием классических электронных микроскопов. Для данного микроскопа также доступен режим съемки при низких ускоряющих напряжениях (менее 100 В).

Преимуществом растрового электронного микроскопа Tescan Amber является реализация просвечивающего режима съемки с помощью детектора STEM (STEM = Scanning Transmission Electron Microscopy) в режиме темного или светлого поля. Этот режим позволяет проводить исследования структуры ультратонких образцов и ультрадисперсных материалов, а также качественно и количественно определять их химический состав путем анализа характеристического рентгеновского излучения с разрешением порядка десятка нанометров. Наличие интегрированной ионной галлиевой колонны и системы инъекции газов позволяет осуществлять и исследовать срезы образцов, а также проводить пробоподготовку непосредственно в камере электронного микроскопа для исследования в просвечивающем режиме.

С помощью травления пучком ионов галлия, осаждения металлической маски и действий иглой микроманипулятора из объемного образца можно подготовить и извлечь очень тонкий (~ 100 нм толщиной) фрагмент материала – ламель, которая является объектом исследования в просвечивающем электронном микроскопе либо здесь же, в камере электронного микроскопа Amber в просвечивающем (STEM) режиме съемки.

Конструкция микроскопа Amber позволяет создать ламель и тут же исследовать ее детектором STEM, не доставая ламель из вакуумной камеры и не переставляя ее в другой держатель. Сочетание в одном приборе возможностей растрового и просвечивающего электронного микроскопов дает очевидные преимущества при анализе гигроскопичных, склонных к окислению веществ и материалов, так как от момента создания до момента изучения ламель не подвергается воздействию атмосферного воздуха. Анализ элементного состава ламелей энергодисперсионным спектрометром позволяет получать данные об их химическом составе с беспрецедентным пространственным разрешением – 10–100 нм. Для сравнения, при исследованиях объемных образцов локальность аналогичного анализа составляет от ~1 мкм в зависимости от плотности изучаемого материала и энергии электронного пучка.



Алексей Александрович Михайлов

к. х. н., старший научный сотрудник лаборатории пероксидных соединений и материалов на их основе

«*Лаборатория пероксидных соединений и материалов на их основе изучает различные покрытия, пленки на поверхности углеродных материалов, например оксида графена. Сейчас вы можете видеть на первом мониторе изображение наночастиц нитрида германия. Второй монитор отражает процесс элементного анализа, позволяющего определить химический состав образца.*

Отметим, что у микроскопа TESCAN AMBER образец можно наклонить на значительный угол как в сторону ионной колонны, так и от нее. Первое реализовано у любого микроскопа с ионной колонной, второе является отличительной особенностью именно микроскопа AMBER GMH. Благодаря этому можно направить ионный пучок не только по нормали к поверхности образца, но и практически по касательной к ней. Эта особенность позволяет проводить прецизионную полировку части поверхности образца, причем этот процесс можно отслеживать в реальном времени с помощью электронной колонны. Такой метод полировки часто используют для изучения текстуры образца методом упомянутого выше анализа дифракции обратно отраженных электронов EBSD-детектором Nordlys II S.

Прецизионная модификация поверхности образцов фокусированным ионным пучком,

реализованная как у микроскопа Carl Zeiss NVision 40, так и у микроскопа TESCAN AMBER GMH, позволяет создавать локальные микрошлифы и ламели на определенных участках образца, например поперек нужной межфазной границы или сквозь включение. Подобная прицельность невозможна при изготовлении шлифов/сколов/тонких фольг более грубыми механическими методами. Микрошлифы, получаемые полировкой ионным пучком, гораздо более гладкие, чем шлифы после механической полировки, поэтому на микрошлифах, приготовленных с помощью фокусированного ионного пучка, можно анализировать включения и слои размером вплоть до 10 нм, а на механически полированных поверхностях столь мелкие объекты теряются среди неровностей микрорельефа.

Наличие ионной колонны у сканирующего электронного микроскопа значительно расширяет функционал последнего, позволяя изучать не только поверхность образца, но и его внутреннюю структуру, причем исследование внутренней структуры на микрошлифах не требует разрушать образец целиком (а лишь создает в образце незаметные глазу дефекты размером 10–30 мкм), что важно, например, с точки зрения сохранности музейных экспонатов.

ЯМР-спектроскопия

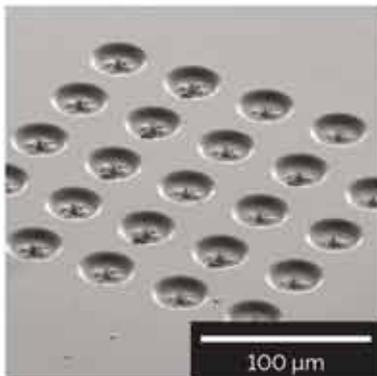
Для изучения строения (структуры) химических соединений на молекулярном уровне одним из наиболее эффективных современных методов является спектроскопия ядерного магнитного резонанса (ЯМР), основанная на взаимодействии магнитных ядер с внешним магнитным полем. Метод позволяет изучать электронное (химическую связь) и топологическое строение (стехиометрию молекул, расположение атомов в кристаллической решетке и аморфных твердых телах), динамические свойства атомов и молекул – иными словами, всю совокупность физико-химических явлений, определяющих свойства веществ. ЯМР применим для изучения веществ в твердом, жидком и газообразном состояниях.

Дополнительным достоинством ЯМР является то, что метод применим ко многим элементам (количество таких элементов равно 80, а число изотопов еще больше, так как резонанс может наблюдаться на нескольких изотопах одного элемента), входящим в состав неорганических, органических и биологических соединений и материалов. Исследовательские возможности метода существенно возрастают при наличии в химическом соединении нескольких типов резонансных ядер.

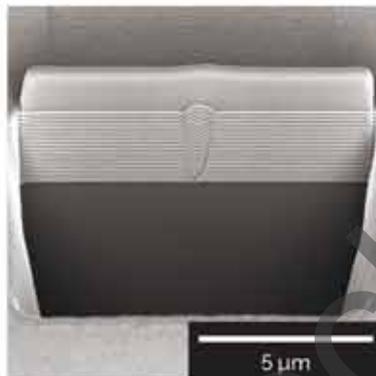


TESCAN AMBER

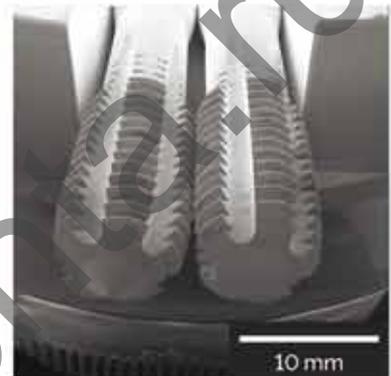
FIB-SEM для материаловедения



▲ Массив элементов для анализа микромеханических свойств



▲ Микрошлиф дефекта в многослойном покрытии



▲ Широкое поле обзора для удобной навигации по образцу





Никита Алексеевич Селиванов

младший научный сотрудник лаборатории химии легких элементов и кластеров

« Радиоспектрометр ядерного магнитного резонанса используется нами, в основном, в качестве рутинного метода анализа: исследуем, прошла реакция или нет, и если да, то в каком направлении. Также мы проводим на этом приборе исследования с замораживанием исходного вещества и последующим размораживанием его в самом спектрометре, во время которого мы наблюдаем за протеканием реакции, фиксируем ее переходные стадии.

При изучении твердых тел радиоспектрометр ядерного магнитного резонанса применим для веществ с любым строением (атомных и молекулярных кристаллов, неупорядоченных неорганических и органически стекол, частично упорядоченных полимеров) и с разными свойствами: это могут быть диэлектрики, полупроводники, диамагнетики, парамагнетики и магнитоупорядоченные вещества, металлы.

В настоящее время разработаны различные методики регистрации ЯМР: с непрерывным и импульсным возбуждением для измерения продолжительности релаксации намагниченности; резонанс в градиентном магнитном поле, с одновременным облучением на частотах нескольких

резонансных ядер; а также многомерная ЯМР-спектроскопия.

ЯМР-спектроскопия представлена в ЦКП радиоспектрометром ЯМР Bruker AVANCE-300. В ИОНХ РАН проводятся исследования термодинамики, кинетики химических реакций, термодинамических и структурных характеристик различных классов соединений – оксидов, оксидных многокомпонентных систем, полупроводниковых, координационных соединений с органическими лигандами, фуллеридов.

Разработана экспресс-методика определения содержания изотопов кислорода (^{16}O , ^{17}O , ^{18}O) в воде, основанная на применении спектроскопии ЯМР Tc-99. Данная методика важна при диагностике онкологических заболеваний на ранних стадиях.

Определение свойств веществ и материалов

ЦКП располагает двумя достаточно редкими для России приборами – автоматизированным комплексом проведения физических измерений PPMS-9 фирмы QuantumDesign и спектрометром электронного парамагнитного резонанса ElexsysE680X фирмы Bruker, а также установкой реконденсации жидкого гелия, которая позволяет работать на пер-вом из них в непрерывном режиме круглый год.

Автоматизированный комплекс проведения физических измерений PPMS-9 оснащен опциями для измерения теплоемкости, теплопроводности, электрических (проводящих) и магнитных свойств. В рамках нашего ЦКП мы в основном проводим измерения магнитных свойств и теплоемкости. Такое оборудование очень востребовано в связи со своей редкостью и постоянно загружено на 100%. Измерения происходят круглосуточно в автоматизированном режиме. Один образец измеряется в среднем сутки. Прибор работает в широком диапазоне температур от комнатной до температур кипения жидкого гелия (4,2 K) и даже немного ниже. Жидкий гелий в PPMS-9 необходим как для регулировки температуры, так и для поддержания магнита прибора в сверхпроводящем состоянии.

В 2020 году приобретен и успешно введен в эксплуатацию реконденсатор жидкого гелия. До приобретения реконденсатора жидкого гелия была постоянная необходимость заливки в PPMS-9 дорогостоящего жидкого гелия – 40 л в неделю.

Благодаря опции измерения магнитных свойств PPMS-9 способен проводить весь спектр магнитных измерений, необходимых для всесторонней характеристики новых соединений с магнитной



TELEDYNE
ADVANCED CHEMISTRY SYSTEMS
Everywhereyoulook™



ПЕРЕДОВЫЕ НАДЁЖНЫЕ СПЕКТРОМЕТРЫ И АНАЛИЗАТОРЫ

- Атомно-эмиссионные спектрометры с индуктивно-связанной плазмой (ICP)
- Атомно-эмиссионные спектрометры с дугой постоянного тока (DC-Arc)
- Автоматические анализаторы ртути в жидких пробах, а также в твёрдых образцах без предварительной пробоподготовки

ЭФФЕКТИВНОСТЬ

НАДЁЖНОСТЬ

ПРОСТОТА



АВТОСАМПЛЕРЫ
И СИСТЕМЫ ВВОДА
ПРОБЫ
ДЛЯ ICP И ICP-MS

СИСТЕМЫ ЛАЗЕРНОЙ
АБЛЯЦИИ
ДЛЯ ICP-MS

АНАЛИЗАТОРЫ
ОБЩЕГО
ОРГАНИЧЕСКОГО
УГЛЕРОДА

Xenometrix

The Power to Change Energy Into Information



ЭНЕРГОДИСПЕРСИОННЫЕ РЕНТГЕНОФЛУОРЕСЦЕНТНЫЕ СПЕКТРОМЕТРЫ

X-Calibur, Genius-IF, P-Metrix, Appolo, VEGA, NOVA, S-Mobile

- Лабораторные и переносные приборы
- Уникальные системы вторичных мишеней
- Выбор материалов анода, фильтров и мишеней
- Современные детекторы высокого разрешения
- Мощный арсенал программных средств
- Выбор моделей и конфигураций под любые задачи
- Надёжная и оперативная поддержка

Элементный анализ
от C(6) или F(9)
до Fm(100)

Диапазон
определяемых
концентраций –
от долей г.т до 100%

Детекторы SDD
высокого разрешения –
от 123 эВ.



Николай Николаевич Ефимов

к. х.н., заведующий лабораторией магнитных материалов

« ЭПР-спектрометр Bruker ELEXSYS E680X предназначен для регистрации спектров спиновых переходов в веществах и материалах в твердой и жидкой фазе, анализа сырья и продукции химического производства, фармацевтической промышленности, металлургии, полупроводниковой промышленности и т. д. Мы применяем ЭПР-спектроскопию чаще всего при исследованиях координационных соединений металлов. В ИОНХе существует хорошая школа магнетохимии, сохранившаяся с советских времен. Стоит заметить, что метод ЭПР является достаточно трудоемким и требующим наличия специальных знаний с точки зрения интерпретации результатов. »

точки зрения в магнитных полях до 9 Тесла (90 000 Эрстед; магнитное поле Земли, для сравнения, равно ~0,5 Эрстед). По большей части объектами исследований с применением магнетометра являются соединения лантанидов, перспективных с точки зрения применения в качестве материалов элементов магнитной памяти и логических элементов перспективной (спиновой) электроники. Вторым вариантом использования этих соединений является получение нанодисперсных сложных оксидов металлов, перспективных с точки зрения их применения в качестве катализаторов.

При этом информация, которую получают по данным о магнитной восприимчивости вещества, является усредненной по объему образца. В то же время наличие в приборном парке ЦКП спектрометра ЭПР позволяет судить о наличии тонких взаимодействий в веществе и различать магнитные сигналы разных ионов. Так, марганец можно хорошо отличить от меди или свободных радикалов. Метод ЭПР является неразрушающим, высокочувствительным и экспрессным. С его помощью появляется возможность определения наличия микропримесей

Автоматизированный комплекс проведения физических измерений PPMS-9 фирмы Quantum Design, оборудованный реконденсатором жидкого гелия PT415 производства Cryotech



металлов в парамагнитном состоянии (содержащих неспаренные электроны).

При использовании метода ЭПР возможные направления исследований ограничиваются только фантазией ученого и его временем – в отличие от РРМС-9, ЭПР-спектрометр требует постоянного внимания оператора и способен работать в автоматизированном режиме лишь в некоторых специфических случаях (например: накопление слабого сигнала для улучшения соотношения сигнал / шум).

Эти два метода прекрасно дополняют друг друга. Магнетометр дает количественную информацию, а спектрометр – качественную. Наличие же квалифицированных специалистов, умеющих ее интерпретировать, позволяет получать высококачественные результаты исследований, которые по своему уровню ни в чем не уступают мировым лидерам в этой области. Считаю, что всем сотрудникам института и мне лично очень повезло, что такое высококлассное оборудование есть в нашем ЦКП.

Благодаря такому оборудованию развивается направление по синтезу новых веществ и материалов, а именно, магнитных полупроводников и молекулярных магнетиков. При этом в ИОНХе проводятся исследования гораздо более широкого спектра объектов. Например, совместно с коллегами из Института химической физики РАН мы исследуем магнитные свойства сверхпроводников, с коллегами из ГЕОХИ РАН – возможности применения гидрогелей в качестве аналитов для определения содержания солей тяжелых металлов в воде. Спектр возможных применений результатов исследований очень широк.

Выполнять сложные исследования помогает не только современное высокотехнологичное оборудование, но и ценные специалисты, которые смогли передать молодым ученым свои уникальные знания. Ключевую роль в обеспечении преемственности сыграл бывший директор института и заведующий нашей лабораторией, академик Владимир Михайлович Новоторцев – ученый-магнетохимик, один из мэтров отечественной магнетохимии.

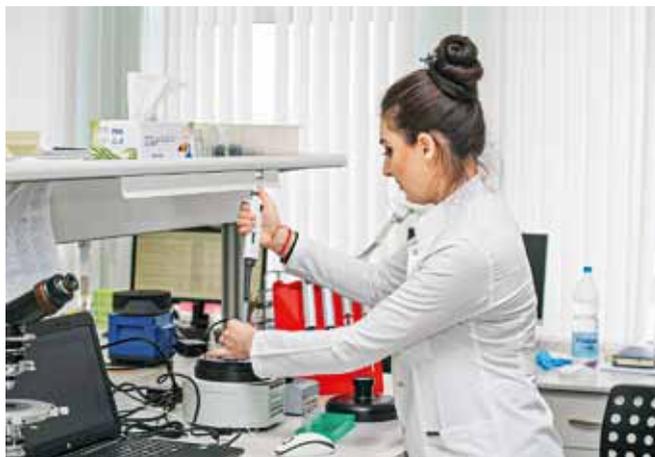
Исследования биологической активности наноматериалов

Основная тематика научных исследований лаборатории синтеза функциональных материалов и переработки минерального сырья связана с созданием наноматериалов на основе редкоземельных элементов для биомедицинских применений. Ее коллектив работает в тесном сотрудничестве с биологами, в частности с Институтом теоретической и экспериментальной биофизики РАН, с рядом медицинских

организаций. «С их помощью мы тестируем материалы, которые создаем, показываем их защитное действие к живым системам и анализируем его механизм», – рассказывает Александр Евгеньевич Баранчиков, заведующий лабораторией.

Для оценки размеров, коэффициентов диффузии и дзета-потенциала коллоидных частиц, а также молекулярного веса полимеров в ИОНХ РАН представлены приборы производства российской компании Photocor (**Photocor Compact Z** и **Photocor Complex**). Анализ размера частиц и коэффициент диффузии дисперсных частиц в жидкости проводят с помощью метода динамического рассеяния света (англ. dynamic light scattering, другие названия этого метода: фотонная корреляционная спектроскопия; квазиупругое рассеяние света).

Крайне важным параметром коллоидных систем является их стабильность (агрегативная и седиментационная устойчивость). Один из способов количественной оценки стабильности коллоидных растворов основан на измерении их дзета-потенциала методом электрофоретического рассеяния света. Дзета-потенциал соответствует разности потенциалов между дисперсионной средой и неподвижным слоем жидкости, окружающим частицы дисперсной фазы. Часто он является единственным доступным способом оценки свойств двойного электрического слоя коллоидных частиц. Золи неорганических частиц со значением дзета-потенциала выше 30 мВ по модулю считаются электрически стабилизированными в то время, как золи со значением дзета-потенциала ниже 30 мВ по модулю склонны коагулировать или флокулировать. С точки зрения



Мадина Магамедовна Созарукова, к. х. н., Лаборатория синтеза функциональных материалов и переработки минерального сырья



ИК-фурье-спектрометр «ИНФРАСПЕК ФСМ 2202» необходим для анализа гибридных органо-неорганических наноматериалов, координационных соединений, биополимеров

практического применения методы рассеяния света также важны для экспрессного анализа материалов в химической, нефтехимической, косметической и пищевой промышленности, поскольку являются незаменимыми для контроля состояния мицеллярных, эмульсионных и других коллоидных систем.

Следует отметить, что методы рассеяния света позволяют провести анализ дисперсности и стабильности коллоидных систем самого разного состава, начиная от надмолекулярных комплексов (например, агрегированных форм сложных органических молекул) до биологических объектов, таких как вирусы и клетки. Важным достоинством методов является их экспрессность, а метод динамического рассеяния света, являющийся неразрушающим, можно использовать для исследования кинетики химических реакций, фазовых переходов и протекания различных процессов *in situ*, включая процессы формирования наночастиц и гелеобразования.

Аналитическое оборудование ИОНХ РАН может быть использовано для решения ряда задач, возникающих при создании новых эффективных катализаторов, адсорбентов, теплоизоляционных материалов, мембран, суперконденсаторов и т. д. Чаще всего свойства таких материалов напрямую определяются характеристиками их поверхности. Анализ состояния поверхности материалов немислим без использования адсорбционных методов анализа, прежде всего – низкотемпературной адсорбции азота.

Имеющееся в ИОНХ РАН оборудование (сорбтометры Катакон АТХ-06 и Сорбтометр-М с системой автодоливки жидкого азота) позволяет измерять удельную поверхность в широком диапазоне:

1–2000 м²/г. Возможность построения полных изотерм адсорбции-десорбции азота позволяет получить информацию о типе пористости в исследуемых материалах, форме и удельном объеме пор, а также о распределении пор по размерам в диапазоне 1–100 нм. Такая информация является ключевой при анализе мембран, катализаторов и сорбентов.

Сочетание метода низкотемпературной адсорбции азота и гелиевой пикнометрии позволяет получать дополнительную ценную информацию о свойствах пористых тел. Имеющийся в распоряжении ИОНХ РАН гелиевый пикнометр **Thermo Fisher Scientific Pycnomatic ATC** позволяет проводить высокоточное измерение скелетной плотности материалов для навесок массой от 0,1 до 100 г и объемом от 4 до 100 мл с точностью до 0,5% с термостатированием в диапазоне температур 18–35 °С. Полученные данные могут быть использованы как для подтверждения формирования веществ с нужной кристаллической структурой, так и в качестве отправной точки для расчетов объемной пористости материалов.

Растущий интерес к потенциальным биомедицинским применениям неорганических наноматериалов актуализирует проблему комплексной оценки их безопасности. Одной из ключевых задач является анализ биохимической активности материалов, однако использование для этого специфических биологических моделей *in vitro* и, тем более, *in vivo*, зачастую является неоправданно времязатратным и сложным в исполнении. Оценить потенциальную биологическую активность материалов можно с использованием чувствительных, экспрессных и информативных хемилюминесцентных методов анализа модельных свободнорадикальных



Александр Евгеньевич Баранчиков

заведующий лабораторией синтеза функциональных материалов и переработки минерального сырья

«Приборная база ЦКП ИОНХ РАН включает в себя 1- и 12-канальные хемилюминометры Lit-100 и Lit-1200, оснащенные современным инструментом регистрации, визуализации, обработки и анализа данных – программным обеспечением PowerGraph. Хемилюминометр Lit-1200 позволяет проводить параллельные измерения до 12 образцов, хемилюминометр Lit-100 имеет дополнительное оснащение для возможности регистрации кинетики быстрых свободнорадикальных процессов.»

реакций, аналогичных протекающим в живых системах. Важно, что свободнорадикальные реакции являются одними из ключевых в метаболизме живых систем, они напрямую связаны с процессами кислородного обмена и программируемого апоптоза (смерти) клеток.

Представленные в ИОНХ РАН приборы позволяют проводить анализ биохимической активности неорганических наноматериалов в свободнорадикальных реакциях с использованием различных модельных систем (молекулярные, субклеточные (надмолекулярные), клеточные, тканевые), определить степени окисленности биологических объектов,

пищевых продуктов и других субстратов, провести анализ про- и антиоксидантных свойств биологических жидкостей, фармакологических препаратов, пищевых добавок и косметических средств, осуществить исследование функциональной активности клеток крови, биологических тканей и др.

Термический анализ

«Термодинамика прямого применения к материалам не имеет, но позволяет понять может ли происходить та или иная химическая реакция», – говорит Константин Сергеевич Гавричев, д. х. н., заведующий лабораторией термического анализа и калориметрии. На протяжении четырех лет ее коллектив работает по проекту Российского научного фонда над созданием материалов для термобарьерных покрытий, востребованных в авиа- и двигателестроении, а также в энергетике.

В своей научной работе по изучению параметров и природы фазовых превращений в веществе, моделированию температурных зависимостей теплоемкости, изучению влияния размерного фактора на термические и термодинамические свойства вещества, небольшой, но слаженный коллектив лаборатории активно использует современное высокотехнологическое оборудование ЦКП.

Для точного измерения термических характеристик неорганических веществ и материалов в конденсированном состоянии служит установка синхронного термического анализа STA 449F1 Jupiter фирмы NETZSCH (Германия, 2011 г.).

Экспериментальные работы проводятся в динамической атмосфере инертного газа – газообразного аргона марки 5.5 (не менее 99.9995 об.%) в тиглях из Al_2O_3 или Pt/Rh. Используемая скорость нагревания-охлаждения составляет 20 К/мин. Возможно использование других инертных газов, воздуха и некоторых не токсичных и не огнеопасных химически активных газов с меньшими скоростями нагревания-охлаждения. В этом случае проводится дополнительная калибровка установки по температуре и чувствительности.

Тип тигля выбирается в зависимости от материала исследуемого образца в соответствии с таблицей совместимости ДСК тиглей и материалов, рекомендуемой фирмой NETZSCH-Gerätebau GmbH. Исследуемые образцы находятся в порошкообразной или твердой форме и не относятся к токсичным, огнеопасным, взрывоопасным и радиоактивным веществам. При измерении образцов, не входящих в таблицу совместимости, или при наличии вероятного необратимого загрязнения тиглей, датчиков



Международная выставка и форум
по фармацевтике и биотехнологиям

5-7 апреля 2022

Санкт-Петербург, Экспофорум, павильон Н

gotoipheb.com

Санкт-Петербург –
лучшее место
для бизнеса



19

стран



3000+

посетителей



100+

экспонентов



Международное событие для участников фармацевтического и смежных рынков (БАД и здоровое питание)

признанная платформа для встречи с ведущими фармацевтическими компаниями
со всего мира на одной площадке

Поддержка:



СПХФУ



Санкт-Петербургский
интеррегиональный совет
фармацевтических университетов

Организатор:





Константин Сергеевич Гавричев

д. х. н., заведующий лабораторией термического анализа и калориметрии

« Измерения проводятся методом ДСК с одновременной регистрацией изменения их массы в диапазоне температур от 300 К до 1700 К и теплоемкости в интервале температур 300–1300 К после калибровки по температуре и чувствительности с использованием набора металлических стандартов фирмы NETZSCH на основе разработанной и утвержденной методики синхронного термического анализа неорганических веществ (включая комплексные) и материалов в области высоких температур (300–1700 К). »

или внутреннего объема установки, проводится обязательная предварительная проверка.

Диапазоны измерений удельной теплоты фазовых переходов составляют 0–30 000 кДж/кг, удельной теплоемкости 10–5000 кДж/(кг·К). Пределы допускаемой абсолютной погрешности измерения температуры составляют 1,5 К; измерения удельной теплоты фазовых переходов и удельной теплоемкости $\pm 3\%$; относительной погрешности измерений массы $\pm 1\%$.

За время работы установки проведено более 2 тыс. измерений для выполнения как работ по госзаданиям, грантам РНФ, РФФИ и других организаций,

так и инициативных, студенческих и аспирантских исследований. Результаты измерений вошли в материалы более 80 опубликованных работ в журналах высокого уровня индексируемых в Web of Science и Scopus и были представлены в докладах на международных и российских научных конференциях.

Подводя итоги

Высокую востребованность приборы и методы химической диагностики ЦКП ИОНХ РАН имеют у сторонних заказчиков. В их числе научные институты, малые промышленные предприятия и медицинские организации. Заинтересованные лица достаточно легко находят возможность связаться с ЦКП – на сайте ИОНХ РАН в разделе ЦКП приведена полная контактная информация.

В 2021 году была модернизирована Программа развития Центра коллективного пользования ИОНХ РАН. Заданы два основных вектора мероприятий: организационно-технические; научно-исследовательские и образовательные.

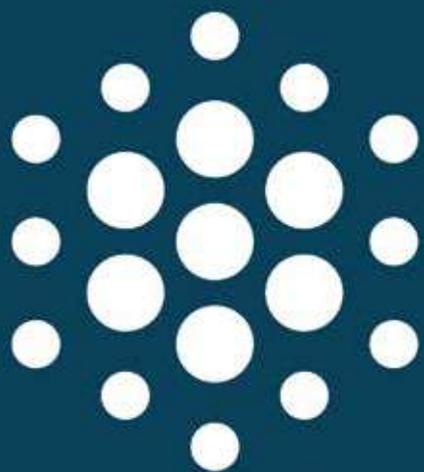
К организационно-техническим мероприятиям можно отнести дальнейшее обновление приборной базы института, упорядочивание технического и метрологического обеспечения приборов, расширение перечня диагностических возможностей, дальнейшую оптимизацию системы типовых исследовательских работ; актуализацию интернет-сайта Центра коллективного пользования; планирование и участие в выставочных мероприятиях; подготовку публикаций о диагностических возможностях ИОНХа в научных и научно-технических журналах, усиление связей и договорных отношений с предприятиями реального сектора экономики.

В части научно-исследовательской и образовательной деятельности мы связываем перспективы с исследованиями и разработкой новых методик анализа, испытаний, измерений на оборудовании ЦКП, продолжением научно-исследовательских работ в рамках грантов РНФ, содействия в подготовке научных статей, заявок на изобретения, отчетов с использованием оборудования и участием сотрудников ЦКП. А также планируем разработку учебных курсов по повышению квалификации для специалистов на современном оборудовании ЦКП ИОНХа.

Центр коллективного пользования не только не стоит на месте, но при поддержке руководства и коллег делает все возможное, чтобы развиваться дальше, повышая свой научно-экспериментальный и репутационный уровень, и бороться за ведущие позиции в отрасли химической и материаловедческой диагностики в будущем. ■

МИНИСТЕРСТВО НАУКИ И ВЫСШЕГО ОБРАЗОВАНИЯ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ
КАБАРДИНО-БАЛКАРСКИЙ ГОСУДАРСТВЕННЫЙ УНИВЕРСИТЕТ ИМ. Х. М. БЕРБЕКОВА
ИНСТИТУТ ПРОБЛЕМ ХИМИЧЕСКОЙ ФИЗИКИ РОССИЙСКОЙ АКАДЕМИИ НАУК
ИВАНОВСКИЙ ГОСУДАРСТВЕННЫЙ ПОЛИТЕХНИЧЕСКИЙ УНИВЕРСИТЕТ
ИНСТИТУТ НЕФТЕХИМИЧЕСКОГО СИНТЕЗА ИМ. А.В. ТОПЧИЕВА РАН
РОССИЙСКОЕ ХИМИЧЕСКОЕ ОБЩЕСТВО ИМ. Д.И. МЕНДЕЛЕЕВА

XVIII международная научно-практическая конференция



Новые полимерные композиционные материалы

Микитаевские чтения

посвященная 80-летию Абдулаха Касбулатовича Микитаева

ИНФОРМАЦИОННОЕ СООБЩЕНИЕ

4-9 июля 2022 г. / п.Эльбрус, Россия

5-8 июля научная программа

в рамках конференции пройдет первая очная
ПОЛИМЕРНАЯ ШКОЛА МОЛОДЫХ УЧЕНЫХ

ТЕМАТИКА КОНФЕРЕНЦИИ

Синтез новых мономеров;

Синтез и модификация полимеров;

Методы исследования полимеров и компози-
тов на их основе;

Структура и свойства термопластов,
эластомеров и реактопластов и композитов
на их основе;

Теоретическое моделирование синтеза,
структуры и свойств полимеров и полимер-
ных композиционных материалов;

Полиэлектролиты и биополимеры: синтез и
свойства;

Полимерные (в т.ч. армированные) компози-
ционные материалы дисперсной структуры;

Полимеры и композиты нового поколения
для аддитивных технологий;

Технологические принципы получения и
переработки полимеров;

Применение полимеров и полимерных
композиционных материалов в промышлен-
ных отраслях и медицине.

ОТКРЫТ НОВЫЙ КЛАСС ФУНГИЦИДОВ ДЛЯ БОРЬБЫ С ГРИБКОВЫМИ БОЛЕЗНЯМИ РАСТЕНИЙ

Российские ученые создали с помощью электрического тока соединение, которое является сильным фунгицидом – веществом для борьбы с грибковыми болезнями растений. Высокая противогрибковая активность нового синтезированного вещества установлена и подтверждена в лабораторных условиях. Коллектив изучит действие фунгицида в реальных условиях на опытном поле в Подмоскowie в 2022 году, а разработанная технология его получения будет запатентована в ближайшее время.

Коллектив исследователей Российского химико-технологического университета им. Д. И. Менделеева (РХТУ), Института органической химии им. Н. Д. Зелинского Российской академии наук (ИОХ РАН) и Всероссийского научно-исследовательского института фитопатологии (ВНИИФ) создал новое соединение, которое найдет применение в сельском хозяйстве в качестве средства для борьбы с грибковыми болезнями растений. В работе российских ученых описана перспективная лабораторная методика этого сложного соединения класса тетрагидрохинолинов из относительно простого и доступного сырья. Впервые установлена и подтверждена в лабораторных условиях противогрибковая активность синтезированного вещества. Результаты исследования, проведенного при финансовой поддержке РНФ, представлены в журнале *Advanced Synthesis and Catalysis* (DOI: 10.1002/adsc.202101355).

Как отмечает научный руководитель коллектива, директор Высшего химического колледжа РАН (факультет РХТУ) и заместитель директора ИОХ РАН Александр Терентьев, открытие противогрибковых свойств у тетрагидрохинолиновых структур само по себе стал большой находкой для науки и сельского хозяйства. По словам ученого, коллектив провел комплексную работу, включающую фундаментальную химическую часть, электрохимию и совместные опыты, в которых были задействованы специалисты РХТУ, ИОХ РАН и ВНИИФ.

«Общее название средств для защиты растений – пестициды. В их число входят и уничтожители грибковых культур фунгициды, они занимают львиную долю рынка. Фитопатогенные грибы являются причиной большинства болезней сельскохозяйственных культур – картофеля, моркови, свеклы, злаков. Тетрагидрохинолины уже используются, например, в медицине для лечения малярии и неврологических заболеваний, теперь же мы выяснили, что этот класс соединений может применяться в качестве фунгицидов», – пояснил Александр Терентьев.

Русская смекалка

Сложное соединение получили из доступных реагентов: анилина, альдегидов и простых эфиров (широко применяемых растворителей). Под воздействием электрического тока эти базовые соединения органического синтеза в результате целого ряда последовательных превращений образовали искомым фунгицид.

«Применив то, что называется обычно русской смекалкой, мы получили очень сложное вещество из базовых соединений. Заранее никто бы не дал гарантии, что оно у нас получится. К счастью, сработала интуиция и помог опыт. Дальние «родственники» нашей реакции известны. Концептуальные основы таких химических превращений были разработаны в ИОХ РАН



Изображение: Sandra Bisotti/Flickr (Creative Commons)

Леонардом Сергеевичем Поваровым», – объяснил другой автор работы, аспирант РХТУ Сергей Гришин.

Коллектив успешно испытал в лаборатории синтезированное соединение: им обработали высаженные в чашке Петри паразитические грибковые культуры и затем наблюдали подавление их роста. Эффективность нового фунгицида оказалась примерно на одном уровне со сложными в производстве коммерческими пестицидами, такими как, например, широко использующийся в сельском хозяйстве триадимефон.

Полученное соединение обладает рядом преимуществ в сравнении с другими фунгицидами, уверены ученые. Болезнетворные грибки становятся все более стойкими, то есть менее восприимчивыми к часто применяемым препаратам, и этот процесс можно сравнить с антибиотикорезистентностью в медицине, отметил Александр Терентьев. Создание нового класса фунгицидов позволяет обойти подобное препятствие. К тому же открытие перспективно с точки зрения реализации политики импортозамещения.

«У России колоссальная зависимость от зарубежных технологий производства фунгицидов. В основном такие препараты к нам идут уже фасовкой, и для их создания необходим многостадийный синтез из реагентов, которые в стране не производятся. У нас развит лишь базовый синтез, позволяющий из сырья получать основные продукты первого и второго переделов, тогда как среднего синтеза практически нет. Как правило, для производства высокотехнологичных продуктов, состоящих из сложных молекул, нам за редким исключением приходится импортировать реагенты, относящиеся к среднему синтезу. Настоящей удачей можно считать наше открытие, которое позволяет создавать сложное соединение высокого класса из базовых продуктов органического синтеза», – заметил Александр Терентьев.

«Зеленая» химия

Авторы отмечают и другой немаловажный, «зеленый» аспект своей работы – экологичность процесса получения фунгицида. Использование электрического тока сделало производство практически безотходным и позволило обойтись без дополнительных реагентов. В качестве электролита в процессе применяются добавки – соли, дающие минимальный объем отходов.

Бояться вредоносного действия нового соединения на организм также не стоит, считают Александр Терентьев и его коллеги. Для обработки одного гектара сельскохозяйственных угодий норма расходов фунгицида составляет всего несколько граммов, а потенциальная токсичность препарата не выходит за рамки статистической погрешности, уверены ученые. Яды, которые вырабатываются самими болезнетворными грибами, на порядок опаснее тех, что содержат фунгициды. Более того, противогрибковое соединение может впоследствии найти применение не только в сельском хозяйстве, но и в медицине, однако для этого потребуются провести весь необходимый комплекс доклинических и клинических испытаний, отмечают исследователи.

В настоящее время ученые получают патент на новый фунгицид и способ его производства. Практическое использование полученных результатов ожидается уже в текущем году на подмосковных полях Всероссийского научно-исследовательского института фитопатологии. Весной химики обработают несколько килограммов семенного материала, который высадят в грунт. Первые полевые испытания дадут также возможность



Александр Терентьев во время полевых испытаний новых соединений, весна 2020 года. Изображение предоставлено авторами исследования

проверить влияние соединения на урожайность растений, обработанных экспериментальным веществом.

Подготовлено по материалам отдела научной коммуникации РХТУ им. Д. И. Менделеева



Rigaku
Leading With Innovation

Представитель Ригаку Корпорейшн в странах СНГ:



E-Globeedge Corporation
イーグローバレッジ株式会社

123610, Россия, г. Москва,
Краснопресненская наб., 12. ЦМТ
Тел.: +7 495 967 0959;
E-mail: info@e-globeedge.ru
www.e-globeedge.ru

Анализатор остаточных напряжений AutoMATE II Rigaku



Посмотреть видеоматериалы:



www.rigaku.com

Специализированный лабораторный прибор, предназначенный для анализа напряжений рентгеновским методом в микрizonaх поликристаллических материалов, таких как керамика и металлы, оснащен современным полупроводниковым детектором 1D (D/teX Ultra). Помимо остаточных напряжений прибор позволяет определять количественное содержание остаточного аустенита в сталях.



Применение анализатора МАЭС для аналитического контроля урановой продукции в центральной заводской лаборатории Новосибирского завода химконцентратов

И. Р. Нуреева¹

УДК 543.423

Спектральное оборудование компании «ВМК-Оптоэлектроника» внесло значительный вклад в развитие приборного обеспечения метода атомно-эмиссионной спектрометрии. Сотрудничество центральной заводской лаборатории ПАО «Новосибирский завод химконцентратов» (НЗХК) с этой компанией началось в середине 90-х годов с модернизации спектрографов и квантометров путем замены устаревших систем регистрации на основе фотопластинок и ФЭУ на многоканальные анализаторы эмиссионных спектров МАЭС с программой обработки спектров «Атом», а устаревших дуговых генераторов на генератор «Везувий». Один из спектральных комплексов на основе квантометра МФС-8 до сих пор используется для решения аналитических задач лаборатории. В настоящее время для аналитического контроля урановой продукции в лаборатории внедрен спектрометр «Экспресс», в состав которого входят универсальный генератор «Везувий-3» и спектроаналитический штатив «Кристалл». Гибкость настройки параметров разряда генератора и использование возможностей программы «Атом 3.3» – запись последовательности спектров в течение экспозиции (кривых выгорания) для использования фракционного поступления элементов пробы из кратера угольного электрода, учет спектральных наложений при измерении интенсивности линий определяемых элементов – позволяют получать результаты анализа порошковых проб урановой продукции методом испарения из кратера графитового электрода с метрологическими характеристиками, удовлетворяющие нормативным документам. Штатив «Кристалл», в комплект которого входят три сменных держателя электродов, дополнительно дает возможность анализа металлических образцов произвольной формы весом до двух килограмм. Наличие в программе «Атом 3.3» базы данных сплавов существенно облегчает идентификацию неизвестного образца. Спектрометр «Экспресс» позволяет полностью справляться с задачами аналитического контроля урановой продукции и других объектов анализа Центральной заводской лаборатории.

Ключевые слова: атомно-эмиссионный спектрометр, анализатор спектров, МАЭС, «Экспресс», спектральные наложения, программа «Атом»

¹ ПАО «Новосибирский завод химконцентратов», Россия, 630110, г. Новосибирск, Б. Хмельницкого, д. 94. IRNureeva@rosatom.ru.

Атомно-эмиссионную спектроскопию (АЭС) широко используют для входного контроля, контроля технологических процессов и готовой продукции на предприятиях, специализирующихся в различных областях. На сегодняшний день АЭС признан одним из самых информативных и многоэлементных методов анализа для оперативного определения состава веществ и материалов. Большой вклад в развитие метода атомно-эмиссионной спектроскопии внесли приборы компании «ВМК – Оптоэлектроника».

История сотрудничества Новосибирского завода химконцентратов с компанией «ВМК-Оптоэлектроника» берет свое начало с середины 90-х годов, когда на имеющиеся в лаборатории спектральные приборы производства «ЛОМО» – спектрографы ДФС-8 и ДФС-13, работающие на фотопластинках, и квантометры МФС-8, регистрирующие спектральные линии с помощью ФЭУ – были установлены многоканальные анализаторы эмиссионных спектров МАЭС [1]. В этих приборах спектры регистрируются с помощью линеек фотодиодов, которые разработаны в компании. А использование фотопластинок осталось далеко в прошлом.

Анализаторы МАЭС работают под управлением программы «Атом» [2], которая реализует практически все известные алгоритмы обработки спектральных данных и способна решать большинство задач количественного, полуколичественного и качественного анализа с использованием баз данных по спектральным линиям, сплавам, нормативам и образцам сравнения.

Для эффективного возбуждения излучения в спектральных комплексах дуговой генератор УГЭ-4 заменили на малогабаритный универсальный генератор дугового разряда «Везувий» с электронной стабилизацией тока дуги и управлением из компьютера. Однако параметры электрической дуги задавались с помощью переключателей на передней панели генератора. Один из этих генераторов все еще продолжает работать на предприятии в составе модернизированного квантометра МФС-8.

Но время и технологии не стоят на месте, и на смену старым приборам приходят новые, более совершенные. Таким приобретением для Центральной заводской лаборатории ПАО «НЗХК» стал спектрометр «Экспресс», в состав которого входят универсальный генератор «Везувий-3» и спектроаналитический штатив «Кристалл» [3]. Внешний вид спектрометра показан на рис. 1. Он создан по оптической схеме Пашена – Рунге с неклассической отражательной вогнутой дифракционной решеткой с переменным шагом и криволинейными штрихами, благодаря чему появилась возможность достичь высокого разрешения



Рис. 1. Спектрометр «Экспресс»

с минимальной спектральной интерференцией в широком диапазоне длин волн. Спектры регистрируются анализатором МАЭС с двумя сборками по десять линеек фотодиодов [4].

Благодаря широкому рабочему спектральному диапазону 195–540 нм спектрометр позволяет выполнять анализ и работу с теми спектральными линиями, которые раньше были не доступны. Использование неклассической дифракционной решетки с большой площадью заштрихованной части обеспечило высокую светосилу прибора, что позволило уменьшить время базовой экспозиции до 100 мс с соответствующим увеличением количества накоплений спектров, и увеличило динамический диапазон регистрируемых спектров.

Закись-окись урана – основная продукция, которая анализируется на спектрометре. К пробе массой 1 г добавляют 50 мг внутреннего стандарта, состоящего из оксидов кобальта и индия, которые при дальнейших измерениях дают линии сравнения для ряда элементов. В него также входит фторид натрия, который помогает «сдерживать» спектр урана во время экспозиции и дает возможность измерить интенсивность других элементов. Для построения градуировочных графиков используется комплект стандартных образцов закиси-окиси урана ГСО 7678–99, в состав которого входят шесть образцов, изготовленных Уральским федеральным университетом имени первого Президента России Б. Н. Ельцина.

Возбуждение спектров эмиссии анализируемых веществ осуществляется универсальным генератором электрического разряда «Везувий-3», который входит в состав спектрометра «Экспресс». Этот генератор обладает широким набором параметров электрического разряда (длительность и величина импульсов тока, изменение параметров разряда в процессе одной экспозиции и др.) с возможностью их задания из компьютера.

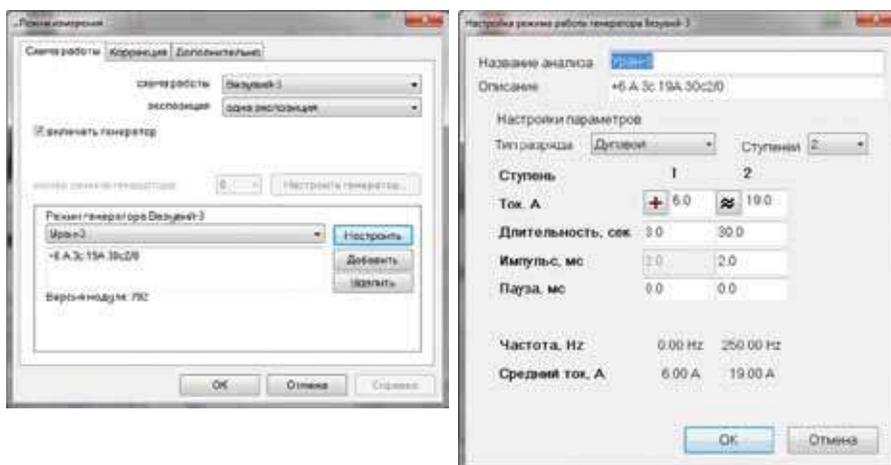


Рис. 2. Окна программы «Атом» с выбранным режимом работы генератора «Везувий»

Программа «Атом 3.3» позволяет записывать последовательность спектров в течение экспозиции (кривые выгорания), что дает возможность выбрать оптимальный режим для анализа с учетом фракционного поступления элементов из кратера угольного электрода с пробой. Параметры выбранного в ходе ряда экспериментов режима, который позволил получить наилучшие метрологические характеристики результатов анализа, приведены на рис. 2. При установке нулевой паузы между токовыми импульсами в генераторе отсутствует импульс поджига при переключении полярности тока, что способствует уменьшению интенсивности линий основы в регистрируемом спектре.

Возможность измерения интенсивности линий определяемых элементов с учетом спектральных наложений реализована в программе «Атом 3.3». На рис. 3 приведен пример способа компенсации влияния кобальта на линию кадмия путем соответствующих установок в окне «Настройки анализа».

На следующих рисунках градуировочный график для линии Cd I 228,8022 нм без коррекции спектрального наложения приведен на рис. 4а, а с коррекцией – на рис. 4б.

В ходе набора статистических данных с помощью ГСО 7678-99, используемых для построения графика, и ГСО 7679-99 – для контроля правильности, для таких элементов как В, Cd, Мо, Pb, Sn было установлено, что оптимальным режимом измерения является использование кривых выгорания для вычисления интенсивностей способом «старт+накопление», который устанавливается в окне «Настройки анализа» (рис. 5).

Благодаря спектроаналитическому штативу «Кристалл», в комплект которого входят три сменных держателя электродов для установки проб, появилась возможность анализа не только порошковых проб из канала графитового электрода, но и металлических образцов произвольной формы весом до двух килограмм. Наличие в программе «Атом 3.3» баз данных сплавов и образцов сравнения упрощает и ускоряет идентификацию неизвестного образца.

В заключение отметим, что с помощью спектрометра «Экспресс» с универсальным

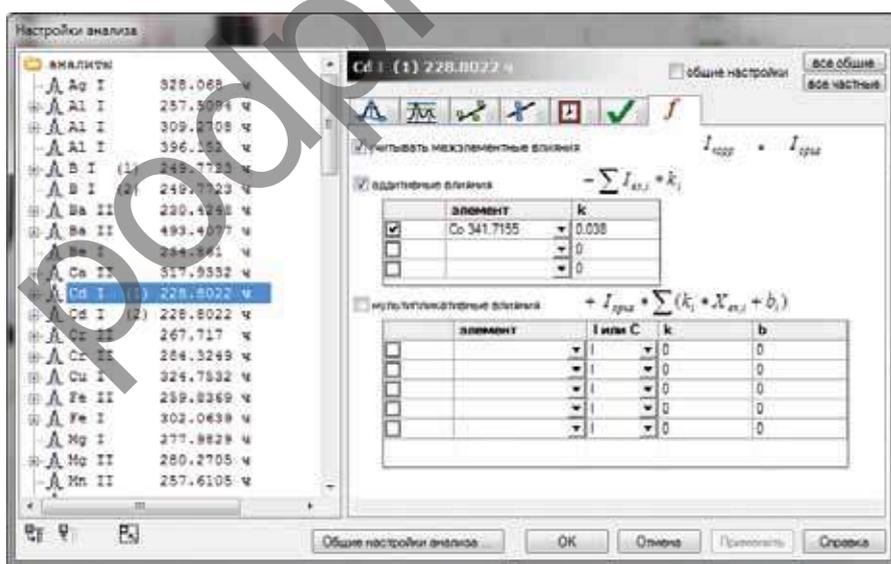


Рис. 3. Окно «Настройки анализа» с настройкой измерения интенсивности Cd с учетом влияния спектрального наложения линии Co

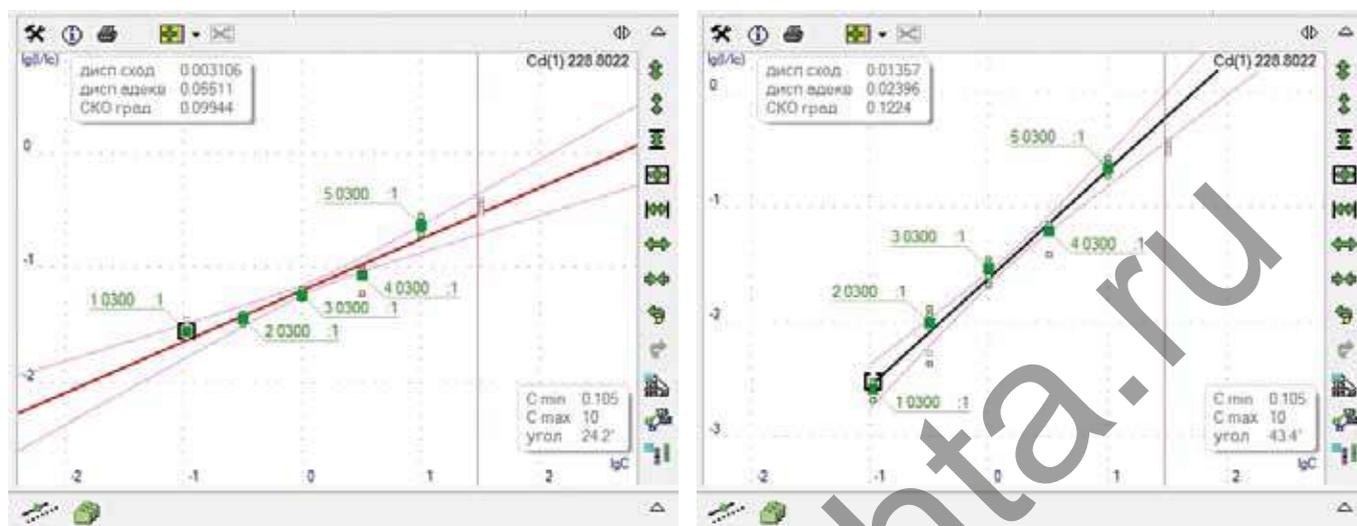


Рис. 4. Градуировочный график по линии Cd I 228.8022 без учета спектрального наложения (а) и с учетом спектрального наложения (б)

генератором «Везувий-3», спектроаналитическим штативом «Кристалл» и программным обеспечением «Атом 3.3» мы полностью справляемся с задачами аналитического контроля урановой продукции, стоящими перед Центральной заводской лабораторией, а также с другими вопросами, возникающими в процессе непрерывной работы лаборатории.

В перспективе планируется набрать статистический материал на пробах с уменьшенным количеством оксида кобальта с дальнейшей обработкой полученных результатов и присвоением метрологических характеристик, соответствующих скорректированной методике.

Литература

1. Путьмаков А.Н., Попов В.И., Лабусов В.А., Борисов А.В. Новые возможности модернизированных спектральных приборов. *Заводская лаборатория. Диагностика материалов*. 2007;73(S):26–28.
2. Гаранин В.Г., Неклюдов О.А., Петроченко Д.В., Семёнов З.В., Панкратов С.В., Ващенко П.В. Программное обеспечение атомного спектрального анализа «Атом». *Заводская лаборатория. Диагностика материалов*. 2019;85(1(II)):103–111. <https://doi.org/10.26896/1028-6861-2019-85-1-II-103-111>.
3. Лабусов В.А., Гаранин В.Г., Зарубин И.А. Новые спектральные комплексы на основе анализаторов МАЭС. *Заводская лаборатория. Диагностика материалов*. 2017;83(1-II):15–20. <https://doi.org/10.26896/1028-6861-2018-83-1-II-15-20>.
4. Лабусов В.А. Многокристалльные сборки многоканальных анализаторов атомно-эмиссионных спектров. *Заводская лаборатория. Диагностика материалов*. 2007;73(S):13–17.
5. Лабусов В.А., Гаранин В.Г., Шелпакова И.Р. Многоканальные анализаторы атомно-эмиссионных спектров. Современное состояние и аналитические возможности. *Журнал аналитической химии*. 2012;67(7):697–707. <https://doi.org/10.1134/S1061934812070040>.
6. Боровиков В.М., Петроченко Д.В., Путьмаков А.Н., Селюнин Д.О. Универсальный генератор «Везувий-3». *Заводская лаборатория. Диагностика материалов*. 2012;78(1-2):62–66.
7. Путьмаков А.Н., Печуркин В.И., Попков В.А., Селюнин Д.О. Универсальный спектроаналитический штатив «Кристалл». *Заводская лаборатория. Диагностика материалов*. 2012;78(1-2):66–68.
8. Попов В.И. Оборудование для атомно-эмиссионного анализа – основное направление деятельности «ВМК-Оптоэлектроника». *Аналитика и контроль*. 2005;9(2):99–103.
9. Панкратов С.В., Лабусов В.А., Неклюдов О.А., Ващенко П.В. Автоматическая градуировка спектрометров с анализаторами МАЭС по длинам волн

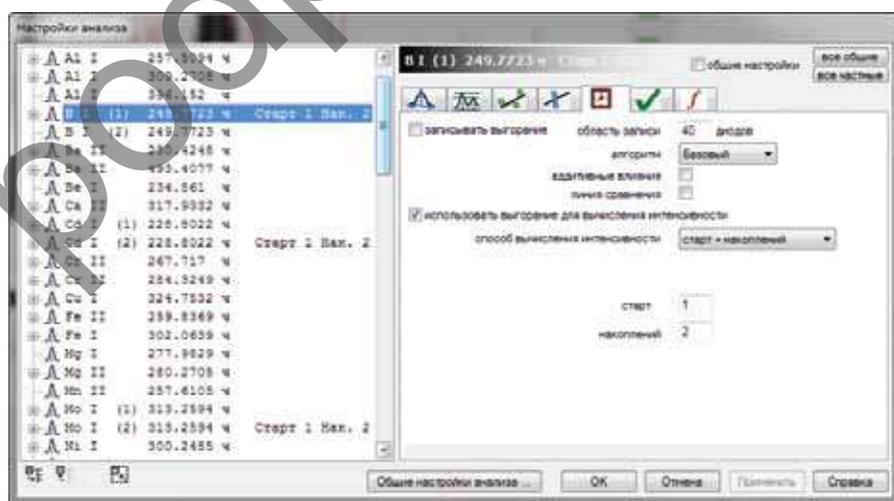


Рис. 5. Окно «Настройки анализа» с выбором способа вычисления интенсивности

- (профилирование). *Заводская лаборатория. Диагностика материалов.* 2015;81(1-2):128-134.
10. **Домбровская М. А., Лисиенко Д. Г., Кубрина Е. Д.** Создание методик определения содержания основных компонентов в реактивах, используемых для синтеза стандартных образцов состава. *Стандартные образцы.* 2017;13(2):27-36.
 11. **Зарубин И. А., Лабусов В. А., Бокк Д. Н.** Оптимальная система освещения входной щели многоканальных спектрометров «Гранд» и «Экспресс». *Заводская лаборатория. Диагностика материалов.* 2015;81(1-2):114-116.

References

1. **Putmakov A. N., Popov V. I., Labusov V. A., Borisov A. V.** New possibilities of modernized spectral instruments. *Industrial laboratory. Diagnostics of materials.* 2007;73(S):26-28. [in Russian].
2. **Garanin V. G., Neklyudov O. A., Petrochenko D. V., Semenov Z. V., Pankratov S. V., Vashchenko P. V.** Atom software for atomic spectral analysis. *Industrial laboratory. Diagnostics of materials.* 2019;85(1(II)):103-111. <https://doi.org/10.26896/1028-6861-2019-85-1-II-103-111> [in Russian].
3. **Labusov V. A., Garanin V. G., Zarubin I. A.** New Spectral Complexes Based on MAES Analyzers. *Inorganic Materials.* 2018;54(14):1443-1448. <https://doi.org/10.1134/S0020168518140133>.
4. **Labusov V. A.** Multichip assemblies of multichannel analyzers of atomic emission spectra. *Industrial laboratory. Diagnostics of materials.* 2007;73(S):13-17. [in Russian].
5. **Labusov V. A., Garanin V. G., and Shelpakova I. R.** Multichannel Analyzers of Atomic Emission Spectra: Current State and Analytical Potentials. *Journal of analytical chemistry.* 2012;67(7):632-641. <https://doi.org/10.1134/S1061934812070040>.
6. **Borovikov V. M., Petrochenko D. V., Putmakov A. N., Selyunin D. O.** Vesuvius-3 universal generation. *Industrial laboratory. Diagnostics of materials.* 2012;78(1-2):62-66. [in Russian].
7. **Putmakov A. N., Pechurkin V. I., Popkov V. A., Selyunin D. O.** Universal spectroanalytical holder Crystal. *Industrial laboratory. Diagnostics of materials.* 2012;78(1-2):66-68. [in Russian].
8. **Popov V. I.** Atomic-emission spectrometry equipment as the main activities direction of VMK-Optoelektronika. *Analytics and control.* 2005;9(2):99-103. [in Russian].
9. **Pankratov S. V., Labusov V. A., Neklyudov O. A., Vashchenko P. V.** Automatic wavelength calibration of the spectrometers with MAES analyzers (profiling). *Industrial laboratory. Diagnostics of materials.* 2015;81(1-2):128-134. [in Russian].
10. **Dombrovskaya M. A., Lisienco D. G., Kubrina E. D.** Creating procedures for determining the content of main components in reagents used for synthesizing certified reference materials for composition. *Standard samples.* 2017;13(2):27-36. [in Russian].
11. **Zarubin I. A., Labusov V. A., Bock D. N.** Optimum system for illuminating the entrance slit of Grand and Ekspres multichannel spectrometers. *Industrial laboratory. Diagnostics of materials.* 2015;81(1-2):114-116. [in Russian].

Статья получена 12.01.2022

Принята к публикации 12.02.2022

РАЗРАБОТАНА ИННОВАЦИОННАЯ ДОБАВКА С РАДИОПОГЛОЩАЮЩИМИ СВОЙСТВАМИ



СЕВЕРО-ЗАПАДНЫЙ ЦЕНТР ТРАНСФЕРА ТЕХНОЛОГИЙ

Производственная компания «Функциональные материалы» Северо-Западного наноцентра разработала инновационную добавку для придания радиопоглощающих свойств композитным материалам. Исследование опытно-промышленных образцов показало снижение мощности электромагнитного излучения более чем в 20–30 раз для полиуретановой продукции и материалов на основе высокомолекулярных силиконов.



Разработанная радиопоглощающая добавка может использоваться для защиты от внешних воздействий (поисковых радиолучей, электромагнитных импульсов), а также от утечек радиосигналов.

По заказу предприятия радиоэлектронного приборостроения «Северный пресс» компания «ФМ» провела тестирование опытно-промышленных образцов. Исследование показало способность функциональной добавки обеспечить снижение мощности электромагнитного излучения в 20–30 раз при частоте электромагнитного поля 2,45 ГГц в зависимости от рецептуры состава различных композиционных материалов толщиной 0,5–1 мм.

Свойства радиопоглощающей добавки открывают широкие возможности для выбора сферы применения продукта: от строительства судов и объектов военного назначения до обеспечения безопасности центров обработки данных. Так, например, добавка может использоваться при производстве герметиков и заливочных компаундов для обработки радиопрозрачных стыков в местах соединения крупных конструктивных элементов – иллюминаторов, дверей, панелей на основе композитных материалов. Использование продукта в лакокрасочных материалах, сухих строительных смесях позволяет создавать радиопоглощающие покрытия большой площади.

По словам директора компании «Функциональные материалы» Полины Журавлевой, следующим этапом работы станет пилотное внедрение технологии создания материалов с радиопоглощающими свойствами совместно с индустриальным партнером. «Мы заинтересованы в совместной работе с промышленными компаниями, под цели которых можно проводить дальнейшую разработку радиопоглощающей добавки: адаптацию рецептур полимерного состава для придания необходимых характеристик конечному продукту».

Северо-западный центр трансфера технологий,
группа РОСНАНО. www.nwtcc.ru



24-26 октября 2022
МОСКВА • ЦВК ЭКСПОЦЕНТР

КРУПНЕЙШАЯ ОТРАСЛЕВАЯ ПЛОЩАДКА
В РОССИИ И СНГ



18+
КРУГЛЫХ СТОЛОВ
С УЧАСТИЕМ ЭКСПЕРТОВ



3 000+
РУКОВОДИТЕЛЕЙ
И СПЕЦИАЛИСТОВ



60+
КОМПАНИЙ-ЛИДЕРОВ
В ОБЛАСТИ НК И ТД

НОВЕЙШИЕ ТЕХНОЛОГИИ И ОБОРУДОВАНИЕ • ИННОВАЦИИ
РУКОВОДИТЕЛИ КОМПАНИЙ • КЛЮЧЕВЫЕ ЗАКАЗЧИКИ
ПРЕДСТАВИТЕЛИ ВЛАСТИ • ОТРАСЛЕВЫЕ СМИ

НЕРАЗРУШАЮЩИЙ КОНТРОЛЬ • ДЕФЕКТОМЕТРИЯ
МОНИТОРИНГ СОСТОЯНИЯ • ИСПЫТАНИЯ • ДИАГНОСТИКА
ОЦЕНКА РИСКА • ПРОГНОЗИРОВАНИЕ РЕСУРСА

В РАМКАХ
РОССИЙСКОЙ ПРОМЫШЛЕННОЙ НЕДЕЛИ



32 000 +
М² ВЫСТАВОЧНОЙ ПЛОЩАДИ



29 000 +
ПОСЕТИТЕЛЕЙ



500 +
КОМПАНИЙ УЧАСТНИЦ



Аналитический контроль литиевой продукции в центральной заводской лаборатории Новосибирского завода химконцентратов

Е. А. Лукина¹

УДК 543.42

Свойства лития и его соединений реализуются в полной степени при условии отсутствия в них посторонних примесей, в частности щелочных металлов и кальция. Аналитический контроль литиевого производства НЗХК (Новосибирский завод химконцентратов) осуществляется в экспресс-лаборатории, входящей в состав лаборатории химического анализа ЦЗЛ. В распоряжении лаборатории имеется три спектрометрических комплекса для проведения анализа методом пламенной фотометрии. Применение трех комплексов обеспечивает необходимый диапазон концентраций всех анализируемых элементов для одновременного определения кальция, калия, натрия и лития в процессе производства. Объектом анализа является технологический раствор, который может содержать целевые элементы в широком диапазоне концентраций. Для определения содержания в диапазоне 0,01–5 мг/л используется модернизированный спектрометр «С-115» с анализатором МАЭС. Образцы с концентрациями элементов в диапазоне 0,1–100 мг/л исследуют на спектрометре «Павлин», а высокие содержания (до 70 г/л) определяются на спектрометрическом комплексе со спектральным прибором «Колибри-2». Определение выполняется по методике, разработанной и аттестованной на предприятии в 2009 году. Управление анализом осуществляется из программы «Атом», обладающей обширными возможностями, среди которых коррекция списка аналитических линий в уже зарегистрированном спектре, гибкая настройка для учета фона вблизи спектральной линии, экспорт данных в базы данных предприятия, обширная статистическая обработка результатов анализа.

Ключевые слова: пламенная фотометрия, литиевое производство, щелочные металлы, кальций

¹ ПАО «Новосибирский завод химконцентратов», Россия, 630110, г. Новосибирск, Б. Хмельницкого, д. 94. lely26anna@yandex.ru.



Рис. 1. Литиевая продукция ПАО «НЗХК»

Одним из основных направлений деятельности ПАО «Новосибирский завод химконцентратов» (НЗХК) является производство лития и его соединений (рис. 1). Литиевую продукцию НЗХК потребляют производители аккумуляторов и химических источников тока, химическая промышленность, ядерная энергетика, предприятия оргсинтеза и ряд других отраслей. Полезные свойства металлического лития, его соединений и сплавов наиболее полно реализуются в условиях максимальной чистоты от сопутствующих природных и техногенных примесей. Именно поэтому глубокая очистка от примесей и получение продукции высокой чистоты стали основой деятельности литиевого комплекса НЗХК.

Аналитический контроль большинства технологических процессов литиевого производства осуществляется на участке экспресс-лаборатории, входящей в состав лаборатории химического анализа ЦЗЛ. Экспресс-лаборатория на данный момент

оснащена пламенным спектрометром «Павлин», спектрометром С-115 с анализатором МАЭС [1-3], а также спектральным комплексом, включающим кварцевую горелку и смесительную камеру собственного производства, систему регистрации на основе спектрометра «Колибри-2» [4-5]. Перечисленные приборы успешно решают задачи определения содержания натрия, калия, кальция и лития в технологических растворах.

Метод пламенной фотометрии обеспечивает низкие пределы обнаружения щелочных и щелочноземельных металлов, так как температура пламени достаточна лишь для возбуждения этих элементов и нет спектральных наложений от других [6].

В 2009 году первым на участке экспресс-лаборатории был модернизирован атомно-эмиссионный спектрометр С-115 (рис. 2) путем замены морально устаревшей системы регистрации на многоканальный анализатор МАЭС. Разработана и аттестована методика измерений содержания лития, калия и натрия в литиевых технологических растворах методом пламенной фотометрии [7]. Спектрометр позволяет проводить одновременное определение натрия, калия, кальция и лития в диапазоне концентраций от 0,01 до 5 мг/л.

Расширение круга аналитических задач, связанных со снижением пределов обнаружения элементов и анализом новых объектов, требовало создания новых и совершенствования существующих спектральных приборов. Важно было при этом повысить экономичность расходования горючего газа и обеспечить безопасность работы с прибором.



Рис. 2. Атомно-эмиссионный спектрометр С-115 с анализатором МАЭС



Рис. 3. Атомно-эмиссионный спектрометр «Павлин»

В 2013 году был приобретен атомно-эмиссионный спектрометр «Павлин» [8] для одновременного определения натрия, лития, калия, кальция в технологических растворах методом пламенной фотометрии в диапазоне концентраций от 0,1 до 100 мг/л (рис. 3). Прибор состоит из горелки с контролем наличия пламени, пневматического распылителя, распылительной камеры, оптической системы ввода излучения в спектрометр «Колибри-2» и автоматической системы подачи воздуха и ацетилен, с возможностью контроля и регулировки расхода газа. Изначально горелка в приборе была однощелевая, что приводило к низкой интенсивности регистрируемых линий (в частности, кальция) вследствие того, что воздух, окружающий пламя, снижает его температуру. Поэтому с учетом наших замечаний специалисты компании «ВМК-Оптоэлектроника» разработали трехщелевую горелку. Так как температура пламени в центральной щели трехщелевой горелки выше, то это способствовало повышению интенсивности спектральных линий [9]. Еще одна особенность спектрометра «Павлин» – светофильтр, выравнивающий регистрируемую интенсивность аналитических линий. Необходимость его использования обусловлена значительной разностью

в интенсивности сигналов кальция и щелочных элементов. Установка светофильтра позволила, не уменьшая регистрируемую интенсивность кальция, снизить значение этой величины для натрия в 10 раз (для линии 589,6 нм), для калия в 2 раза (для линии 769,9 нм). Для определения высоких значений концентраций используются менее интенсивные линии Na 812,6 нм и K 404,4 нм.

В 2019 году для анализа высокосолевых растворов компания «ВМК-Оптоэлектроника» разработала спектрометрический комплекс с системой регистрации на основе спектрального прибора «Колибри-2». Особенность данного комплекса в том, что он сопряжен с имеющейся системой ввода пробы и горелкой, предназначенной для анализа растворов с высокой концентрацией матричного элемента (до 70 г/л).

В ходе эксплуатации комплексов возникало много важных нюансов, которые разработчики учитывали и оперативно устраняли.

Во-первых, корпус прибора, конструктивные детали, в том числе крепежные элементы, выполнены из коррозионно-устойчивых материалов для эксплуатации оборудования в агрессивной среде.

Во-вторых, добавлена постоянная цифровая индикация расхода газов.

В-третьих, обеспечена возможность дистанционного запуска измерений.

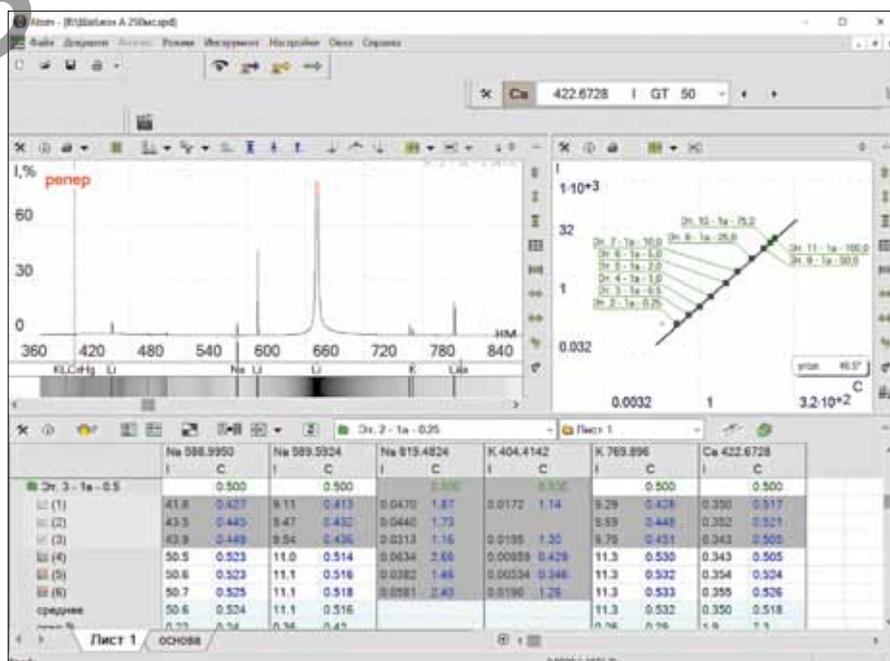


Рис. 4. Главное окно программного обеспечения «Атом»

При возникновении вопросов в процессе эксплуатации спектрометрических комплексов всегда есть возможность связаться со специалистами компании «ВМК-Оптоэлектроника», передать рабочие файлы со спектрами, получить помощь в настройке.

Отдельно отметим основные достоинства программного обеспечения «Атом» (рис. 4). Программа «Атом» предоставляет аналитику большой набор универсальных и специализированных инструментов [10]:

- измерение спектра и реализация различных методик анализа: количественный, качественный, полуквадратный;
- статистическая обработка результатов: вывод средних значений, контроль сходимости и воспроизводимости по заданным нормативным значениям, размахов и т. д.;
- возможность изменения списка анализируемых линий, расчет скорректированных результатов анализа без необходимости повторного измерения проб;
- учет наложений на аналитические линии, выбор оптимального положения точек для измерения уровня фона в пробах, расчет содержаний каждого элемента по нескольким аналитическим линиям;
- экспорт результатов анализа в другие программы и передача в базы данных.

Заключение

Наличие в нашем распоряжении трех комплексов, разработанных компанией «ВМК-Оптоэлектроника» и работающих под управлением программного обеспечения «Атом», позволяет проводить аналитический контроль технологических процессов литейного производства, выполняя одновременное экспресс-определение калия, кальция, натрия и лития в диапазоне концентрации от 0,01 мг/л до 70 г/л. Для успешного решения аналитических задач большое значение имеет оперативность устранения специалистами компании «ВМК-Оптоэлектроника» замечаний, возникающих в процессе эксплуатации оборудования.

Литература

1. Бабин С. А., Селюнин Д. О., Лабусов В. А. Быстродействующие анализаторы МАЭС на основе линеек фотодетекторов БЛПП-2000 и БЛПП-4000. *Заводская лаборатория. Диагностика материалов*. 2019;85(1-2):96-102. <https://doi.org/10.26896/1028-6861-2019-85-1-II-96-102>.
2. Лабусов В. А., Гаранин В. Г., Зарубин И. А. Новые спектральные комплексы на основе анализаторов МАЭС. *Заводская лаборатория. Диагностика материалов*. 2017;83(1, ч. 2):15-20.
3. Путьмаков А. Н., Попов В. И., Лабусов В. А., Борисов А. В. Новые возможности модернизированных спектральных приборов. *Заводская лаборатория. Диагностика материалов*. 2007;73(S):26-28.
4. Зарубин И. А., Лабусов В. А., Бабин С. А. Характеристики малогабаритных спектрометров с дифракционными решетками разных типов. *Заводская лаборатория. Диагностика материалов*. 2019;85(1, ч. 2):117-121. <https://doi.org/10.26896/1028-6861-2019-85-1-II-117-121>.
5. Зарубин И. А. Возможности малогабаритного спектрометра «Колибри-2» в атомно-эмиссионном спектральном анализе. *Заводская лаборатория. Диагностика материалов*. 2017;83(S1):114-117.
6. Пупышев А. А. *Атомно-абсорбционный спектральный анализ*. М.: ТЕХНОСФЕРА, 784 с.
7. Матвеева А. Г., Гапеева С. И. Применение многоканального спектрометра «Колибри-2» для анализа литиевых соединений методом пламенной фотометрии. *Заводская лаборатория. Диагностика материалов*. 2012;78(1, ч. II):90-94.
8. Путьмаков А. Н., Зарубин И. А., Бурумов И. Д., Селюнин И. О. Спектрометр «Павлин» для пламенного атомно-эмиссионного спектрального анализа. *Заводская лаборатория. Диагностика материалов*. 2015;81(1, ч. II):105-108.
9. Прайс В. *Аналитическая атомно-абсорбционная спектроскопия* – М.: Мир, 1976. 358 с.
10. Гаранин В. Г., Неклюдов О. А., Петроченко Д. В., Семенов З. В., Ващенко П. В. Программное обеспечение атомного спектрального анализа «Атом». *Заводская лаборатория. Диагностика материалов*. 2019;85(1, ч. 2):103-111. <https://doi.org/10.26896/1028-6861-2019-85-1-II-103-111>.

References

1. Babin S. A., Selyunin D. O., Labusov V. A. High-Speed Multichannel MAES Analyzers Based on BLPP-2000 and BLPP-4000 Photodetector Arrays. *Inorganic Materials*. 2020;56(14):1431-1435. <https://doi.org/10.1134/S0020168520140022>.
2. Labusov V. A., Garaniin V. G., Zarubin I. A. New Spectral Complexes Based on MAES Analyzers. *Inorganic Materials*. 2018;54(14):1443-1448. <https://doi.org/10.1134/S0020168518140133>.
3. Putmakov A. N., Popov V. I., Labusov V. A., Borisov A. V. New capabilities of modernized spectrometers. *Zavodskaja laboratoriya. Diagnostika materialov = Industrial laboratory. Diagnostics of materials*. 2007; 73(S):26-28 [in Russian].
4. Zarubin I. A., Labusov V. A., Babin S. A. Characteristics of Compact Spectrometers with Diffraction Gratings of Different Types. *Inorganic Materials*. 2020;56(14):1436-1440. <https://doi.org/10.1134/S0020168520140162>.
5. Zarubin I. A. Capabilities of a Compact Kolibri-2 Spectrometer in Atomic Emission Spectral Analysis. *Zavodskaja laboratoriya. Diagnostika materialov = Industrial laboratory. Diagnostics of materials*. 2017;83(S, part 1): 114-117. [In Russian].
6. Pupyshov A. A. *Atomic absorption spectral analysis*. Moscow: Technosphere publ., 2009. 784 p. [In Russian].
7. Matveeva A. G., Gapeeva S. I. Application of the multichannel spectrometer Kolibri-2 for the analysis of lithium compounds by flame photometry. *Zavodskaja laboratoriya. Diagnostika materialov = Industrial laboratory. Diagnostics of materials*. 2012;78(1, part 2): 90-94 [in Russian].
8. Putmakov A. N., Zarubin I. A., Burumov I. D., Selyunin D. O. Spectrometer Pavlin for atomic-emission analysis. *Zavodskaja laboratoriya. Diagnostika materialov = Industrial laboratory. Diagnostics of materials*. 2015;81(1, part 2):105-108 [in Russian].
9. Price V. *Analytical atomic absorption spectroscopy*. Moscow: Mir publ., 1976. 358 p. [In Russian].
10. Garaniin V. G., Neklyudov O. A., Petrochenko D. V., Semenov Z. V., Pankratov S. V., Vashchenko P. V. Atom software for atomic spectral analysis. *Zavodskaja laboratoriya. Diagnostika materialov = Industrial laboratory. Diagnostics of materials*. 2019;85(1, part 2):103-111. <https://doi.org/10.26896/1028-6861-2019-85-1-II-103-111> [in Russian].

Статья получена 12.01.2022

Принята к публикации 10.02.2022

Опыт работы спектральной лаборатории на предприятии АО «НПО НИИИП-НЗиК»

Н. И. Силкова¹, А. С. Мокеров¹, Е. А. Тарасова¹

УДК 543.423

Лаборатория спектрального анализа центральной заводской лаборатории АО «НИИ измерительных приборов – Новосибирский завод имени Коминтерна» («НПО НИИИП-НЗиК») проводит входной контроль и мониторинг в процессе производства металлических сплавов на основе олова, железа, меди, алюминия, цинка с целью обеспечения качества производимой предприятием продукции. Сортмент – от фольги и проволоки до толстолистового проката, плит и профилей. Атомно-эмиссионный анализ проводится с помощью двух спектральных комплексов. Первый включает спектрограф ИСП-30 с анализатором МАЭС (многоканальный анализатор эмиссионных спектров), генератором «Везувий-3» и штативом «Кристалл»; второй – на основе спектрометра «Экспресс». Для каждого типа основы подобраны унифицированные режимы генераторов «Везувий», обеспечивающие возможность одновременного определения всех необходимых элементов, как с малыми, так и большими концентрациями, а также оптимальные держатели проб в штативе «Кристалл». Построены графики выгорания и выбраны режимы с наиболее стабильной динамикой поступления материала проб в зону разряда, при этом не допускалось зашкаливание и самопоглощение аналитических и реперных линий элементов. Результаты анализа, получаемые в выбранных режимах, удовлетворяют требованиям точности, указанным в ГОСТ. Проведено сравнение аналитических возможностей используемых спектральных комплексов. Показано, что спектральный комплекс, созданный на основе ИСП-30, уступает по аналитическим возможностям «Экспресс».

Ключевые слова: атомно-эмиссионный, спектрометр, спектральное разрешение, светосила, анализатор спектров, МАЭС, «Экспресс», анализ металлов

Введение

Лаборатория спектрального анализа (ЛСА) входит в состав Центральной заводской лаборатории АО «НПО НИИИП-НЗиК», крупнейшего предприятия радиоэлектронной промышленности в Новосибирской области. Центральная заводская лаборатория (ЦЗЛ) проводит анализ широкого спектра материалов: химические реактивы, лакокрасочные материалы, резинотехнические изделия, пластмассы,

металлы и сплавы. Основная задача ЦЗЛ – входной контроль поступающих на территорию предприятия материалов с целью обеспечения качества производимой продукции. Непосредственно в ЛСА, в рамках входного контроля, проводится анализ металлопродукции на основе олова, железа, меди, алюминия, цинка. Список марок продукции, подлежащих контролю в ЛСА, приведен в табл. 1. Спектр сортамента – от фольги и проволоки до толстолистового проката, плит и профилей. Кроме входного контроля, ЛСА также участвует в мониторинге металлических изделий в процессе производства.

Согласно внутренним требованиям поступающие в лабораторию пробы должны сопровождаться

¹ АО «НИИ измерительных приборов – Новосибирский завод имени Коминтерна», 630015, г. Новосибирск, Россия.
lsa204@komintern.ru.

документацией с указанием марки материала, которую необходимо подтвердить. В случае несоответствия состава материала указанной марке, она определяется проведением дополнительных анализов для установления действительного состава. При необходимости проводится дополнительный качественный визуальный анализ на стилоскопе. Все процедуры контроля проходят в соответствии с ГОСТами. В ЛСА есть возможность определения 6–15 элементов в зависимости от использованного комплекта ГСО и материала основы. ЛСА не имеет аккредитации – все заключения, выдаваемые лабораторией, действительны только на территории предприятия. В случае обнаружения несоответствия на входном контроле при необходимости экспертизы привлекается сторонняя аккредитованная организация.

Помимо основной деятельности, лаборатория взаимодействует с Новосибирским химико-технологическим колледжем имени Д. И. Менделеева. Так, в 2018–2020 годах на базе лаборатории проходили практику студенты, обучающиеся по специальности «Аналитический контроль качества химических соединений». Некоторые сотрудники ЦЗЛ являются выпускниками колледжа.

С компанией «ВМК-Оптоэлектроника» лаборатория начала сотрудничать с 2010 года, когда, в рамках программы технического перевооружения, была проведена модернизация спектрографа ИСП-30.

Обустройство и оборудование ЛСА

Лаборатория спектрального анализа разделена на несколько участков.

На участке подготовки проб выполняются следующие операции: обезжиривание образцов, отбор проб для анализа на углерод и серу, механическая обработка образцов для проведения спектрального анализа. На участке установлены: сверлильный и наждачно-точильный станки, электропечь ПВК-1,4-8 (для прокаливания фарфоровых лодок), два вытяжных шкафа фирмы ЛАБ-ПРО и технические весы.

На участке кулонометрического анализа и инфракрасной спектроскопии проводится определение массовой доли углерода и серы в сталях посредством сжигания стружки в потоке кислорода. Изначально участок был оснащен двумя экспресс-анализаторами на углерод АН-7529М и аналитическими весами СЕ 224С. В 2019 году один из приборов был заменен на анализатор «МетавакС-30», поскольку появилась необходимость определения серы в некоторых марках стали.

Таблица 1. Марки металлопродукции, контролируемые в ЛСА

Нормативный документ, регламентирующий химический состав	Марки материала
Стали	
ГОСТ 380-2005	Ст3
ГОСТ 1050-2013	08пс, Ст10, Ст20, Ст45
ГОСТ 9045-93	08пс
ГОСТ 14959-2016	65Г, 60С2, 51ХФА
ГОСТ 1414-75	А12
ГОСТ 1435-99	У8, У10
ГОСТ 4543-2016	40Х, 30ХГСА, 12ХНЗА
ГОСТ 5632-2014	20Х13, 14Х17Н2, 12Х18Н10Т
ГОСТ 19281-2014	10ХСНД
ГОСТ 11036-75	Сталь электротехническая нелегированная
ГОСТ 19265-73	Р6М5, Р18
Прецизионные сплавы	
ГОСТ 10994-74	29НК
Алюминиевые сплавы	
ГОСТ 4784-2019	АД31, 1915, АМг3, АМг6, АМц, Д16, В95, АД0
ГОСТ 11069-2019	А5, А7
ГОСТ 1583-93	АК7, АК12
Сплавы на основе меди	
ГОСТ 859-2014	М2
ГОСТ 15527-2004	ЛС59-1, Л63
ГОСТ 18175-78	БрБ2, БрКМц3-1, БрАЖ9-4
ГОСТ 5017-2006	БрОФ7-0,2
Припои оловянно-свинцовые	
ГОСТ 21930-76	ПОС61, ПОС40, ПОСК50-18
Цинковые сплавы	
ГОСТ 3640-94	Ц0
ГОСТ 19424-97	ЦАМ4-1

На участке атомно-эмиссионного спектрального анализа проводится съемка и дешифровка спектров образцов металлов в ближней ультрафиолетовой области, а также визуальный анализ на стилоскопах. Изначально было установлено два кварцевых спектрографа ИСП-30, укомплектованных генераторами ИВС-28 и ИВС-23, соответственно настроенных на дуговой и искровой режимы, микрофотометр МФ-2 для фотометрирования фотопластинок и стилоскопы СЛ-13 и «Спектр».

В 2010 году один из спектрографов ИСП-30 модернизирован посредством установки анализатора МАЭС производства компании «ВМК-Оптоэлектроника» [1]. Второй спектрограф ИСП-30 впоследствии был законсервирован, а в 2016 году заменен на спектрометр «Экспресс», укомплектованный генератором «Везувий-3» и штативом «Кристалл» [2]. В том же году был списан микрофотометр МФ-2. В 2017 году штатив ШТ-23 и генератор ИВС-28, установленные на ранее модернизированном спектрографе ИСП-30, заменили на второй комплект из штатива «Кристалл» и генератора «Везувий-3». После последней модификации прибор зарегистрировали как спектрометр «ИСП-30 – МАЭС». Одновременно со спектрометром «Экспресс» в лаборатории установили станок для заточки электродов – «Кратер 2». В 2019 году произведена плановая замена стилоскопа СЛ-13 на СЛ-15.

Оба спектрометра оснащены программой «Атом 3.3». На спектрометре «Экспресс» установлена версия от 15 августа 2016 года для операционной системы Windows 8. На спектрометре «ИСП-30 – МАЭС» установлена версия от 18 апреля 2018 года для операционной системы WindowsXP.

В период эксплуатации спектрометра «Экспресс» опробовано несколько типов держателей для проб (рис. 1), наиболее удобным оказался образец под номером 2, так как позволяет зажимать образцы разного размера при минимальных усилиях.



Рис. 1. Виды держателей, опробованные в лаборатории

Используемые методики анализа

В лаборатории используются методики анализа, приведенные в следующих ГОСТах (см. врезку).

Ни в одном из этих документов, ни в [3] нет указаний по работе с оборудованием, произведенным компанией «ВМК-Оптоэлектроника». Кроме того, это оборудование открыло перспективы широкого

Используемые ГОСТы

- ГОСТ 3221-85. Алюминий первичный. Методы спектрального анализа
- ГОСТ 7727-81. Сплавы алюминиевые. Методы спектрального анализа
- ГОСТ 9716.1-79. Сплавы медно-цинковые. Метод спектрального анализа по металлическим стандартным образцам с фотографической регистрацией спектра
- ГОСТ 9716.2-79. Сплавы медно-цинковые. Метод спектрального анализа по металлическим стандартным образцам с фотоэлектрической регистрацией спектра
- ГОСТ 20068.1-79. Бронзы без оловянные. Метод спектрального анализа по металлическим стандартным образцам с фотографической регистрацией спектров
- ГОСТ 20068.2-79. Бронзы без оловянные. Метод спектрального анализа по металлическим стандартным образцам с фотоэлектрической регистрацией спектров
- ГОСТ 1429.14-2004. Припои оловянно-свинцовые. Методы атомно-эмиссионного спектрального анализа
- ГОСТ 15483.10-2004. Олово. Методы атомно-эмиссионного спектрального анализа
- ГОСТ 18895-97. Сталь. Метод фотоэлектрического спектрального анализа
- ГОСТ Р 54153-2010. Сталь. Метод атомно-эмиссионного спектрального анализа
- ГОСТ 27809-95. Чугун и сталь. Методы спектрографического анализа
- ГОСТ 17261-2008. Цинк. Методы атомно-эмиссионного спектрального анализа
- ГОСТ 23328-95. Сплавы цинковые. Методы спектрального анализа
- ГОСТ 9717.2-2018. Медь. Метод спектрального анализа по металлическим стандартным образцам с фотографической регистрацией спектра

выбора линий анализируемых элементов и линий сравнения. Однако, методики, приведенные в данных ГОСТах и в источнике [3], ориентированы на работу с приборами типа квантометров и спектрофотографов с использованием классических электрических генераторов, а не на работу с приборами в которых применяются матричные детекторы и полупроводниковые генераторы. В связи с этим с 2016 по 2020 год в лаборатории проводились работы по подбору аналитических линий элементов и линий элементов сравнения, а также по выбору оптимальных режимов работы генераторов. Приборы сознательно были разделены: на спектрометре «Экспресс» введены в основном режимы с низкой скважностью, а на спектрометре «ИСП-30 – МАЭС» – с большой скважностью. Используемые режимы приведены в табл. 2.

Основная задача состояла в подборе режима, максимально унифицированного для каждого типа основы, с возможностью одновременного анализа по всем элементам с учетом как малых, так и больших концентраций, с минимальными затратами на подготовку проб и проведение анализа. Перевод проб в оксиды не рассматривался – анализ проводили исключительно по металлическим образцам.

В качестве отправной точки взяли некоторые рекомендации из статей [4-7], в которых затрагивались вопросы выбора оптимальных режимов.

В целом выбор режимов проводили перебором параметров генератора в диапазоне от 3 до 25 А. Строили кривые выгорания и выбирали режимы с наиболее стабильной динамикой поступления материала проб в зону разряда. Учитывали наличие зашкалов в спектре основы, самопоглощение линий основы и элементов, выполнение корректировки спектров по заданным реперным линиям. Впоследствии, после появления функции привязки к реперному элементу, реперные линии убрали во всех основах, кроме алюминиевой и цинковой, так как корректировка спектров по реперному элементу в заданных режимах выполнялась не корректно.

Кроме того, в лаборатории проведена унификация формы угольных электродов. Ранее, до 2016 года, в лаборатории применяли электроды различной формы в соответствии с приведенными рекомендациями в паспортах комплектов. После сравнения спектров, полученных при использовании электродов разного профиля, выбор был сделан в пользу конического профиля с площадкой шириной в 2 мм и углом наклона в 60 градусов. Унификация

Таблица 2. Режимы работы генераторов «Везувий-3», используемые в ЛСА

Название	Ток, А	Длительность, с	Импульс, мс	Пауза, мс	Скважность	Обжиг, с	Экспозиция, с
Спектрометр «ИСП-30 – МАЭС»							
ЦО, ЦАМ	10	3,0	0,5	5,0	11	10	20
Латуни ЛС	15	30	0,5	5,0	11	10	25
Латунь Л, ЛО, ЛК	20	30	0,5	5,0	11	10	25
Стали ИСП	7	100	1,0	4,0	5	10	20
Прецизионные сплавы	8	100	1,0	4,0	5	10	15
Припой	7,0	100	1,0	5,0	6	2	7
Алюминий ИСП	8	3,0	0,5	5,0	11	10	20
Бронзы ИСП	8	100	0,5	5,0	11	5	20
Спектрометр «Экспресс»							
Бронзы	10	20	2	10	6	10	10
Цинк	7	20	2	10	6	10	10
ПОС	7	20	2	10	6	2	8
Латуни	15	20	2	10	6	10	10
Алюминий и цинк	5	20	2	10	6	10	10
Стали	10	30	2	20	11	10	20



Рис. 2. Градуировочные графики меди в комплекте ИСО ЛГд (слева линия Cu II 211,2100 нм, справа линия Cu I 324,7532 нм)

электродов также позволила оставить без изменений базовую комплектацию лезвий на станке «Кратер-2».

Выбор аналитических линий и линий сравнения проводили по снятым в новых режимах спектрам комплектов ГСО. В основном использовали линии, рекомендованные в паспортах к ГСО и приведенные в ГОСТах. При этом учитывали наличие «мертвых зон» на фотолинках приборов. Критериями отбора были: отсутствие зашкала и самопоглощения при заданном режиме, по возможности отсутствие наложений линий других элементов. Кроме того, в большинстве случаев проводили ручную настройку границ линий для минимизации влияния окружения. В настройках акцент был сделан на «минимальный фон», в некоторых случаях указывался «фон под максимумом пика». Кроме того, при подборе аналитических пар учитывали степень ионизации и значение энергии возбуждения линии. Значения энергии возбуждения были взяты из электронного источника [8], их по возможности сверяли с указанными в [9, 10]. Часть рекомендованных линий была нами заменена. Например, из-за небольших углов наклона графиков, рекомендуемые линии меди Cu I 324,7532 нм и Cu I 327,3954 нм практически во всех комплектах были заменены линиями Cu II 211,2100 нм, Cu II 219,2268 нм и Cu II 224,2618 нм. В качестве примера на рис. 2 приведены градуировочные графики меди из комплекта ИСО ЛГд. По той же причине линии молибдена Mo I 313,2594 нм и Mo I 317,0343 нм заменены на линии Mo II 277,540 нм и Mo II 281,615 нм. Линия Mo I 315,8166 нм не рассматривалась, поскольку она находится в «мертвой зоне».

Для каждого анализируемого элемента выбрали две аналитические пары – основную и вспомогательную. Для элементов с широким диапазоном определяемых концентраций (хром, никель) подбирали пары линий для низких и высоких концентраций. Например, линии хрома Cr II 205,5596 нм и Cr II 267,716 нм были использованы для низких концентраций (примерно до 5%), а линии Cr II 298,919 нм и Cr II 297,1899 нм – для высоких (от 5% и больше).

Отдельно стоит отметить прием, применяемый в лаборатории для анализа припоев. В ГОСТах приводятся методики, в которых требуется расплавлять припой под слоем канифоли и отливать стержни диаметром 8 мм и длиной не менее 50 мм, а в качестве противоэлектрода использовать аналогичный образец. Так как на анализ поступают образцы припоев в виде проволоки диаметром 1-2 мм, то описанный выше способ слишком затратный. В качестве альтернативы мы опробовали анализ пробы припоя в канале угольного электрода, а в качестве противоэлектрода использовали графитовый электрод, заточенный на конус.

Используемые в настоящее время режимы позволяют получать результаты, удовлетворяющие требованиям точности, указанным в ГОСТах. Кроме того, в работе часто приходится сталкиваться с тем, что масса образцов значительно отличается от массы ГСО. В основном это касается проволоки и фольги. Для решения этой проблемы в лаборатории используют два приема. Первый – намотка проволоки на сердечник и проведение анализа спирали вместе с сердечником, второй – многократное складывание с механической обработкой и последующий анализ на подложке из материала основы.

Сравнительные характеристики приборов

Наличие в лаборатории двух разных спектрометров, характеристики которых приведены в табл. 3, позволяет сравнить их по степени удобства в эксплуатации.

Как видно из таблицы, приборы незначительно отличаются по рабочему спектральному диапазону, однако существенно различимы по практической разрешающей способности, расчет которой был проведен по формуле $R_{\text{п}} = 10^3 \lambda D_1$, взятой из [11], и по габаритам. Проиллюстрируем разницу в разрешающей способности приборов на следующих примерах.

1. Линии сурьмы SbI 259,8073 нм и железа FeII 259,8369 нм не разрешаются в спектрах, полученных на «ИСП-30 – МАЭС», и четко разделены в спектрах, снятых на спектрометре «Экспресс». В качестве примера на рис. 3 приведены спектры образца латуни из комплекта VSL3, снятые на «Экспрессе» и «ИСП-30 – МАЭС».
2. Линии бериллия BeII 313,04219 нм и BeII 313,10667 нм не разрешаются в спектрах алюминиевых сплавов, снятых на «ИСП-30 – МАЭС», и хорошо

Таблица 3. Сравнение характеристик спектральных комплексов

Параметр	Комплекс «Экспресс»	Комплекс «ИСП-30 – МАЭС»
Габариты	1 150 × 750 × 1 230 мм	1 850 × 520 × 430 мм
Рабочий диапазон, нм	189,3–402,6	208,8–403,6
Питание от сети	220 В, 50 Гц	220 В, 50 Гц
Время готовности, мин	20	15
Диспергирующий элемент	Вогнутая дифракционная решетка (1 800 штр / мм)	Призма кварцевая, преломляющий угол 60°
Обратная линейная дисперсия	0,53 нм / мм	0,35 нм / мм при 200 нм 3,9 нм / мм при 400 нм
Практическая разрешающая способность	471 698 – при 250 нм	277 500 – при 250 нм

разделены в спектрах, снятых на «Экспрессе». Наглядно это продемонстрировано на рис. 4, где сравниваются спектры образца дюрэля с содержанием бериллия в 0,0086%.

3. Замена при работе на «ИСП-30 – МАЭС» линии AlI 309,27099 нм на линию AlI 396,15200 нм из-за того, что при малых концентрациях алюминия линия не разрешена.
4. Невозможно использовать ряд линий кобальта (CoI 340,5117 нм и CoI 345,3511 нм), ванадия (VII 310,2289 нм) и вольфрама (WII 330,0822 нм) в спектрах сталей, снятых на «ИСП-30 – МАЭС», в виду их неразрешенности.

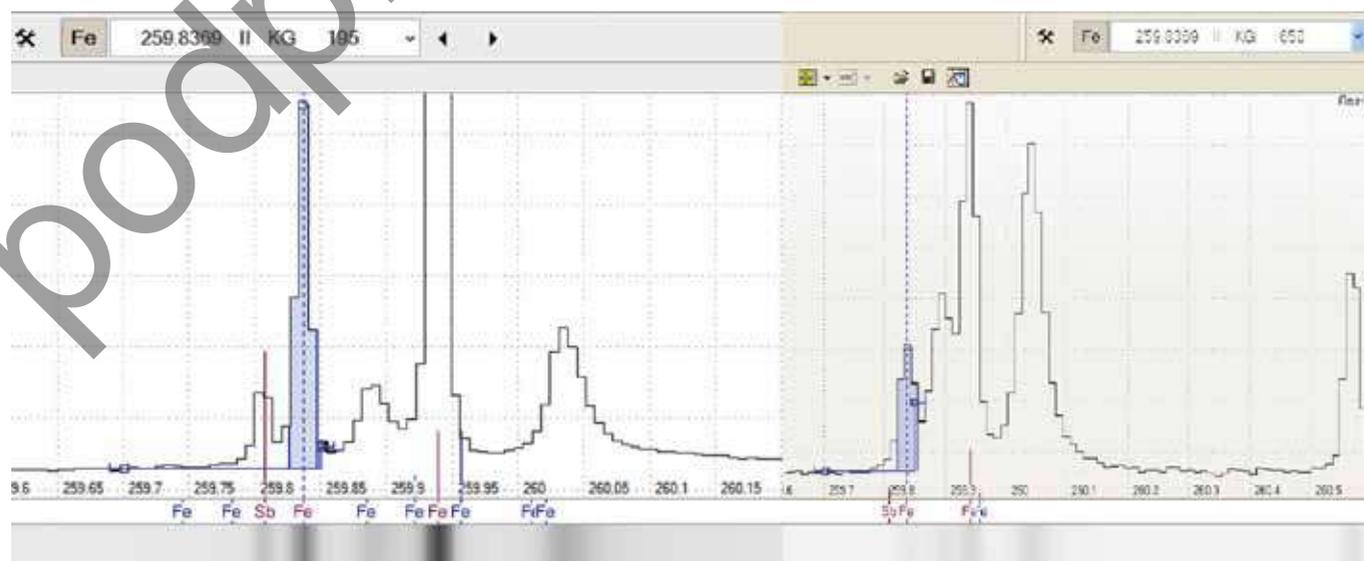


Рис. 3. Спектры латуни (комплект VSL3), снятые на «Экспрессе» (слева) и «ИСП-30 – МАЭС» (справа)

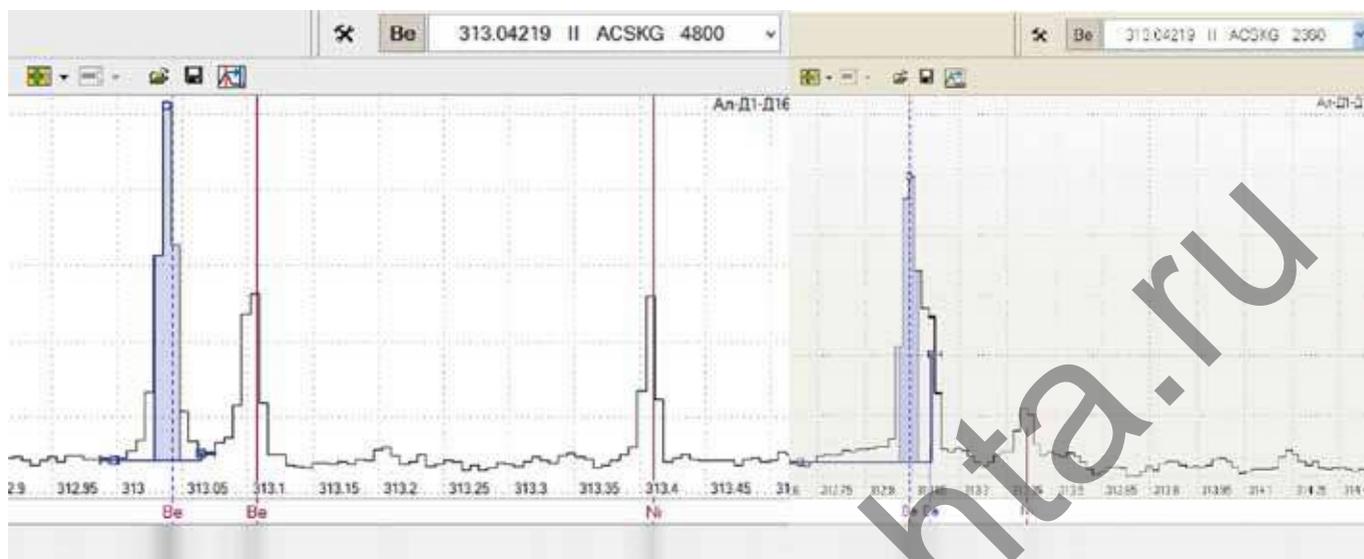


Рис. 4. Спектры образца дюрала (комплект Д1-Д16), снятые на «Экспрессе» (слева) и «ИСП-30 – МАЭС» (справа)

Кроме того, в фотодиодных линейках, установленных на приборах, присутствуют «мертвые зоны», что также накладывает определенные ограничения. Например, на спектрометре «Экспресс» в «мертвую зону» попадает линия висмута Bi I 306,772 нм. В то же время на спектрометре «ИСП-30 – МАЭС» в «мертвую зону» попадает линия меди Cu II 224,2618 нм. Стоит также отметить, что спектрометр «ИСП-30 – МАЭС» из-за массивного металлического корпуса чувствителен к пониженным температурам в помещении. В результате охлаждения происходит смещение спектров, поэтому прибор приходится длительное время прогревать. Еще один минус спектрометра «ИСП-30 – МАЭС» – низкая интенсивность спектра в коротковолновой области. Пример – линия меди Cu II 211,2100 нм в спектрах сталей, из-за чего от ее использования пришлось фактически отказаться. В целом «ИСП-30 – МАЭС» уступает по аналитическим возможностям спектрометру «Экспресс», однако в рамках повседневной работы вполне справляется с поставленными задачами.

ГСО для спектрального анализа

Широкий спектр анализируемых материалов предполагает наличие большой базы стандартных образцов в лаборатории. Сегодня в лаборатории используются ГСО и СОП производства ЗАО «Институт стандартных образцов», ЗАО «Мценскпрокат», ООО «Виктори-стандарт», ФГУП «ВИАМ» и «ЦНИИОлово»:

Стали и прецизионные сплавы производства ЗАО «Институт стандартных образцов»:

- комплект ИСО 002 – ИСО 005 (ГСО 10117-2012) – для 08пс;
- комплект ИСО УГ120 – ИСО УГ124 (ГСО 10231-2013) – для углеродистых сталей;
- комплект ИСО УГ0л – ИСО УГ9л (ГСО 11018-2018) – для углеродистых сталей, 65г, У8, У10, 30ХГС, 40Х, 10ХСНД, ХВГ;
- комплект ЛГ37а – ЛГ43а (ГСО 7546-99) – для 20Х13 и 14Х17Н2;
- комплект ЛГ32д – ЛГ36д (ГСО 4506-92П – 4510-92П) – для 12Х18Н10Т;
- комплект РГ10 – РГ18 (ГСО 8207-2002) – для Р6М5 и Р18;
- комплект НГ156 – НГ176 (ГСО 6499-92/6501-92) – для 29НК;
- комплект СОП 121 (СОП 16073-2016 – 16076-2016) – для 31Х19Н9МВБТ;
- комплект СОП 116 (СОП 16061-2016 – 16064-2016) – для 15ХФ, 15ХМ;
- комплект СОП 115 (СОП 16053-2016 – 16056-2016) – для 45Х14Н14В2М.

Бронзы, медь:

- комплект М103 (ГСО 3145-85-3149-85) – для БрБ2/ЗАО «Мценскпрокат»;
- комплект М72 (ГСО 1751-80-1755-80) – для БрКМц3-1/ЗАО «Мценскпрокат»;
- комплект VSB3.2 (ГСО 10902-2017) – для БрАЖ9-4/ООО «Виктори-стандарт»;
- комплект М14 (ГСО 2131-81 – 2135-81) – для анализа БрОФ4-0,25/ЗАО «Мценскпрокат»;

- комплект M152 (ГСО 2659-90П – 2663-90П) – для анализа БрО10Ф1/ЗАО «Мценскпрокат»;
- комплект M32 (ГСО 3200-85 – 3205-85) – для М0, М1/ЗАО «Мценскпрокат»;
- комплект M94 (ГСО 3514-86 – 3519-86) – для М2, М3/ЗАО «Мценскпрокат»;
- комплект А411 (М7) (СОП 4111-93 – 4116-93) – для БрАЖ9-4/ЗАО «Мценскпрокат»;
- комплект А381 (М18) (СОП 3811-92 – 3816-92) – для БрБ2/ЗАО «Мценскпрокат»;
- комплект А361 (М10) (СОП 3611-92 – 3615-92) – для БрАЖН10-4-4/ЗАО «Мценскпрокат»;
- комплект А546 (М53) (СОП 5461-2000 – 5465-2000) – для БрНЦрТ/ЗАО «Мценскпрокат».

Латуни:

- комплект VSLS1 (ГСО 10892-2017) – для ЛС59-1/ООО «Виктори-стандарт»;
- комплект VSL3 (ГСО 10742-2016) – для ЛБ3/ООО «Виктори-стандарт»;
- комплект М22 (ГСО 1448-78 – 1453-78) – для латуни типа ЛМцА/ЗАО «Мценскпрокат»;
- комплект М23 (ГСО 1457-78 – 1462-78) – для латуни типа ЛЖС/ЗАО «Мценскпрокат»;
- комплект М51 (ГСО 2349-82 – 2353-82) – для латуни типа ЛНКМц/ЗАО «Мценскпрокат»;
- комплект А377 (М2) (СОП 3771-92 – 3775-92) – для ЛБ3/ЗАО «Мценскпрокат».

Алюминий:

- комплект Д1-Д16 (ГСО 11024-2018) – для Д16/ФГУП «ВИАМ»;
- комплект VSA5 (ГСО 10983-2017, 10984-2017, 10985-2017, 10988-2017, 10989-2017, 10990-2017) – для АД0, А5, А7/ООО «Виктори-стандарт»;
- комплект VSAV (ГСО 11370-2019, 11371-2019, 11372-2019, 11373-2019, 11374-2019) – для АДЗ1, АМц/ООО «Виктори-стандарт»;
- комплект VSAC4 (ГСО 10820-2016) – для АМг3, АМг6/ООО «Виктори-стандарт»;

- комплект VSAC12 (ГСО 11301-2019, 11302-2019, 11303-2019, 11304-2019, 11305-2019, 11306-2019, 11307-2019, 11308-2019, 11309-2019) – для АК7, АК12/ООО «Виктори-стандарт»;
- комплект А511 (СОП 5111-10-5115-10) – для В95/ЗАО «Мценскпрокат»;
- комплект А443 (СОП 4431-2000 – 4435-2000) – для АМц/ЗАО «Мценскпрокат»;
- комплект А509 (СОП 5091-06 – 5095-06) – для 1915, 1925/ЗАО «Мценскпрокат».

Олово и припой:

- комплект СО для спектрального анализа олова (ГСО 669-75 – 672-75) – для припоев/ЦНИИОлово.

Цинк:

- комплект VSZ2 (ГСО 10623-2015) – для Ц0, Ц1/ООО «Виктори-стандарт»;
- комплект VSZAM1 (ГСО 11073-2018, 11074-2018, 11075-2018, 11076-2018, 11077-2018, 11078-2018, 11078-2018, 11079-2018, 11080-2018) – для сплавов типа ЦАМ/ООО «Виктори-стандарт».

Внешний вид комплектов представлен на рис. 5. В планах – замена комплекта марочного олова от «ЦНИИОлово» на комплект олова от ООО «Виктори-стандарт». Все образцы для спектрального анализа представляют собой металлические цилиндры. Образцы очень удобны в работе, имеют хорошо оформленную маркировку. Старые ГСО, которые производили в СССР, были ориентированы на каждый конкретный тип материала и имели ограниченное количество нормированных элементов. ГСО российского производства имеют более широкие возможности, что позволило сократить количество используемых стандартов и расширить спектр определяемых элементов. Например, появилась возможность определения содержания галлия в алюминии марок А5 и А7.



Рис. 5.
Комплекты ГСО и СОП

Заключение

Модернизация и замена старого оборудования на приборы производства компании «ВМК-Оптоэлектроника» позволили расширить возможности лаборатории в выборе режимов анализа, аналитических линий элементов и линий сравнения. Удалось ускорить время проведения анализов, а также заметно снизить роль визуального анализа на стилоскопах.

Оборудование компактно и занимает заметно меньше пространства по сравнению с ранее установленным, удобно в эксплуатации.

Возможности оборудования, производимого компанией «ВМК-Оптоэлектроника», позволяют провести оперативный анализ металлических образцов различной конфигурации при минимальной подготовке проб и без использования специальных сред (вакуум, аргон), что очень важно в условиях производства.

Отдельно стоит отметить активное взаимодействие компании с пользователями оборудования, оперативное реагирование на возникающие проблемы, постоянное внимание и модернизацию оборудования в процессе эксплуатации.

Литература

- Путьмаков А. Н., Попов В. И., Лабусов В. А., Борисов А. В. Новые возможности модернизированных спектральных приборов. *Заводская лаборатория. Диагностика материалов*. 2007;73(S):26–28.
- Лабусов В. А., Гаранин В. Г., Зарубин И. А. Новые спектральные комплексы на основе анализаторов МАЭС. *Заводская лаборатория. Диагностика материалов*. 2017;83(1-11):15–20.
- Буравлев Ю. М. *Атомно-эмиссионная спектроскопия металлов и сплавов*. Донецк: ДонНУ, 2000. 356 с.
- Кузнецова Т. В., Федоров Ю. А. Разработка новых методик прямого АЭСА на модернизированном квантометре МФС-6 с генератором «Везувий-2». *Материалы VIII Международного симпозиума «Применение анализаторов «МАЭС» в промышленности»*. Новосибирск. Академгородок. 14–17 августа 2007. С. 62–66. <http://www.vmk.ru/publications.html> (дата обращения 03.10.2021).
- Гаранин В. Г., Путьмаков А. Н. О выборе режимов работы универсальных генераторов «Шаровая молния» и «Везувий». *Материалы IX Международного симпозиума «Применение анализаторов «МАЭС» в промышленности»*. Новосибирск. Академгородок 19–22 августа 2008. С. 74–78. <http://www.vmk.ru/publications.html> (дата обращения 03.10.2021).
- Ощепкова Е. В., Ситникова Н. В., Горбунова А. В. Влияние режимов генератора «Везувий-2» на качество результатов спектрального анализа на примере алюминиевых сплавов. *Материалы IX Международного симпозиума «Применение анализаторов «МАЭС» в промышленности»*. Новосибирск. Академгородок 19–22 августа 2008. С. 79–85. <http://www.vmk.ru/publications.html> (дата обращения 03.10.2021).
- Ощепкова Е. В., Ситникова Н. В., Трофимова Е. В. Разработка методики определения химического состава латуни методом атомно-эмиссионной спектроскопии. *Материалы XII международного симпозиума «Применение анализаторов «МАЭС» в промышленности»*. Новосибирск. Академгородок 14–17 августа 2012. С. 76–81. <http://www.vmk.ru/publications.html> (дата обращения 03.10.2021).
- NIST Atomic Spectra Database Lines Form. *NIST Standard Reference Database 78. Last Update to Data Content: October 2020*. Дата обращения: Июль 2020. Доступно: <https://www.nist.gov/pml/atomic-spectra-database> (дата обращения 03.10.2021).
- Стриганов А. Р., Свентицкий Н. С. *Таблицы спектральных линий нейтральных и ионизированных атомов: H, He, Li, C, N, O, F, Ne, Na, Mg, Al, Si, Cl, Ar, K, Ca, Ti, Fe, Cu, Kr, Xe, Cs. M.*: Атомиздат, 1966. 900 с.
- Зайдель А. Н., Прокофьев В. К., Райский С. М., Славин В. А., Шрейдер Е. Я. *Таблицы спектральных линий*. М.: Гостехиздат, 1952. 560 с.
- Зайдель А. Н., Островская Г. В., Островский Ю. И. *Техника и практика спектроскопии. Серия «Физика и техника спектрального анализа»*. М.: Наука, 1972. 375 с.

References

- Putmakov A. N., Popov V. I., Labusov V. A., Borisov A. V. New Possibilities of Modernized Spectral Instruments. *Industrial Laboratory. Diagnostics of Materials*. 2007;73(S):26–28. [in Russian].
- Labusov V. A., Garanin V. G., Zarubin I. A. New Spectral Complexes Based on MAES Analyzers. *Inorganic Materials*. 2018;54(14):1443–1448. <https://doi.org/10.1134/S0020168518140133>.
- Buravlev Yu. M. *Atomic Emission Spectroscopy of Metals and Alloys*. Donetsk: DonNU, 2000–356 p. [in Russian].
- Kuznetsova T. V., Fedorov Yu. A. Development of New Techniques for Direct AESA on a Modernized MFS-6 Quantum Meter with a Vesuvius-2 Generator. *Proceedings of the VIII International Symposium: Application of MAES Analyzers in Industry*. Novosibirsk. Akademgorodok. August 14–17, 2007. PP. 62–66. Available at: <http://www.vmk.ru/publications.html> (accessed 3 october 2021) [In Russian].
- Garanin V. G., Putmakov A. N. On the Choice of Operating Modes for Universal Generators Fireball and Vesuvius. *Proceedings of the IX International Symposium Application of MAES Analyzers in Industry*. Novosibirsk. Akademgorodok. 19–22 August 2008. PP. 74–78. Available at: <http://www.vmk.ru/publications.html> (accessed 3 october 2021) [In Russian].
- Oshchepkova E. V., Sitnikova N. V., Gorbunova A. V. Influence of the Vesuvius-2 Generator Modes on the Quality of Spectral Analysis Results on the Example of Aluminum Alloys. *Proceedings of the IX International Symposium Application of MAES Analyzers in Industry*. Novosibirsk. Akademgorodok. 19–22 August 2008. PP. 79–85. Available at: <http://www.vmk.ru/publications.html> (accessed 3 october 2021) [In Russian].
- Oshchepkova E. V., Sitnikova N. V., Trofimova E. V. Development of a Method for Determining the Chemical Composition of Brass by Atomic Emission Spectroscopy. *Proceedings of the XII International Symposium Application of MAES Analyzers in Industry*. Novosibirsk. Akademgorodok / August 14–17, 2012. PP. 76–81. Available at: <http://www.vmk.ru/publications.html> (accessed 3 october 2021) [In Russian].
- NIST Atomic Spectra Database Lines Form. *NIST Standard Reference Database 78. Last Update to Data Content: October 2020*. Available at: <https://www.nist.gov/pml/atomic-spectra-database> (accessed 3 october 2021).
- Striganov A. R., Sventitsky N. S. *Tables of Spectral Lines of Neutral and Ionized Atoms: H, He, Li, C, N, O, F, Ne, Na, Mg, Al, Si, Cl, Ar, K, Ca, Ti, Fe, Cu, Kr, Xe, Cs. M.*: Atomizdat, 1966. 900 p. [In Russian].
- Zaidel A. N., Prokofiev V. K., Raisky S. M., Slavin V. A., Shreider E. Ya. *Tables of Spectral Lines*. M.: Gostekhizdat, 1952. 560 p. [In Russian].
- Zaidel A. N., Ostrovskaya G. V., Ostrovsky Yu. I., *Technique and Practice of Spectroscopy. Series Physics and Technique of Spectral Analysis*. Moscow: Nauka, 1972. 375 p. [In Russian].

Статья получена 12.01.2022

Принята к публикации 09.02.2022

Ежегодное собрание Ассоциации «Аналитика»

18-22 апреля 2022 года

ФГАУ «ОК «Клязьма»

Глубокоуважаемые коллеги!

Ассоциация аналитических Центров «Аналитика» приглашает Вас принять участие в Ежегодном собрании Ассоциации, которое состоится в период с 18 по 22 апреля 2022 года в пансионате ФГАУ «ОК «Клязьма».

Если Вы хотите выступить с докладом, просим сообщить тему Вашего доклада до 01 марта 2022 года.

Заявку на участие в собрании можно подавать до 01 апреля 2022 года по электронной почте info@aac-analitica.ru

Для регистрации необходимо направить в Оргкомитет заполненную заявку в свободной форме с указанием ФИО и вида размещения, а также реквизиты Вашей организации, с указанием ФИО лица, подписывающего договор, для выставления счета и оформления договора.

Оплата взноса для участия в собрании производится перечислением денежных средств на расчетный счёт ААЦ «Аналитика».

Информацию о нашем Собрании Вы также можете посмотреть на наших сайтах:

www.analitica.org.ru

www.aac-analitica.ru

Заезд в пансионат 18 апреля с 12.00, отъезд 22 апреля до 11.00 часов.

При возникновении необходимости заехать в пансионат ранее указанной даты или времени просьба заранее известить Оргкомитет.

По интересующим Вас вопросам обращайтесь в Оргкомитет к Тарасовой Екатерине Вячеславовне по телефону 8 (495) 108-58-37.

В рамках Собрания пройдет вручение премии лучшей лаборатории года «Серебряный моль».



ОРГКОМИТЕТ СОБРАНИЯ

Почтовый адрес:

117218, г. Москва, ул. Кржижановского, дом 14, корпус 3, этаж 2, пом. XVI, ком. 6

Тел.: +7 (495) 108-58-37

E-mail: info@aac-analitica.ru

Новые подходы к сокращению эксплуатационных расходов оборудования для высокоэффективной жидкостной хроматографии*

А. Ли¹

УДК 543.07:543.423

Системы ВЭЖХ (высокоэффективная жидкостная хроматография) и УВЭЖХ (ультра-высокоэффективная жидкостная хроматография) Thermo Scientific Vanquish обладают лучшими в своем классе характеристиками: гибкость в настройках, эффективность и производительность для приложений ВЭЖХ и УВЭЖХ как в одноканальном, так и в двухканальном вариантах. Последнее дополнение к платформе Vanquish, система ВЭЖХ Thermo Scientific Vanquish Core, напрямую решает задачи лабораторий, проводящих рутинные анализы. В систему ВЭЖХ Vanquish Core встроено множество инновационных и надежных функций, присущих платформе Vanquish, с дополнительными модернизациями, такими как system intelligence – для простоты использования и интеллектуальной диагностики. В статье показаны преимущества внедрения новых технологических приемов с экономической точки зрения.

Ключевые слова: эксплуатационные расходы, Vanquish Core, ВЭЖХ, УВЭЖХ, лаборатории рутинного анализа

Улучшенная работа системы за счет производительности аппаратного обеспечения

Многие современные фармакопеи, в том числе Фармакопея США, включают сотни статей с использованием колонок с частицами размером 5 мкм.

Сегодня все больше публикаций посвящены быстрой ВЭЖХ и УВЭЖХ, в которых колонки содержат частицы размером менее 3 мкм. Для современной хроматографической системы важна многофункциональность, когда наряду с традиционными методами ВЭЖХ и колонками диаметром 3–5 мкм,

можно применять и более современные методы УВЭЖХ с размером частиц менее 3 мкм. Приборы для ВЭЖХ, предназначенные для рутинных анализов, обычно рассчитаны на максимальное давление от 400 до 600 бар. Система ВЭЖХ Vanquish Core обеспечивает работу при давлении до 700 бар, гарантируя применение более современных хроматографических методов.

В системе ВЭЖХ Vanquish Core, как и во всей платформе Vanquish, используются затягиваемые вручную фитинги Thermo Scientific Viper (рис. 1), которые обеспечивают практически полное отсутствие мертвого объема и герметичность соединений при давлении до 1500 бар без использования каких-либо инструментов. В системе УВЭЖХ Thermo Scientific Vanquish Horizon, используется технология SmartInject, благодаря которой практически отсутствуют скачки давления во время введения. В результате значительно снижается износ колонки и продлевается срок ее службы. Опция Prepare Next

* На правах рекламы. Приведенные цифры являются ориентировочными, фактические результаты зависят от уникальных параметров каждой лаборатории.

¹ Alexander Ley, Thermo Fisher Scientific, Inc., г. Гермеринг, Германия.

Injection упрощает и ускоряет ввод каждой последующей пробы, экономя время, что особенно важно для работы в потоке в лабораториях с высокой нагрузкой.

Кроме того, система ВЭЖХ Vanquish Core позволяет пользователю автоматически промывать/перезаполнять линии подвижной фазы. Благодаря этому лаборант может перейти к выполнению более важных задач, что еще больше повышает производительность лаборатории. Чтобы соответствовать требованиям метода и предпочтениям лаборатории, система ВЭЖХ Vanquish Core имеет несколько видов насосов, в том числе изократический, четырехкомпонентный, бинарный и двойной градиентный. Оператор выбирает наилучший вариант, имитирующий поведение устаревшей системы ЖХ, и может оптимизировать трансфер аналитических методик на более современную платформу ЖХ.



Рис. 1. Затягиваемые вручную фитинги Viper обеспечивают герметичность с почти нулевым мертвым объемом

Таблица 1. Предполагаемые расходы на лабораторию и использование

Название / параметр	Вывод
Расходы на оплату труда (FTE – эквивалент полной занятости), включая заработную плату, льготы, обеспечение, налоги	380 долл. / день
Время обработки стандартного анализа образцов	25 мин / образец
Часы анализа образцов	10 часов / день
Среднесуточная пропускная способность образцов	24 образца / день
Дней работы в году	250 дней / год
Годовая пропускная способность образцов	6 000 образцов / день
Прибыль от анализов	30 долл. / образец
Средний расход	1 000 мкл / мин
Расход растворителя	600 мл / день
Расход растворителя в год	150 л / год
Срок службы колонки	500 образцов / колонка
Стоимость колонки	500 долл. / колонка
Расход колонок	12 колонок / год
Количество промывок	1 промывка / день
Среднее количество незначительных сбоев системы (работа «всухую», негерметичные клапаны и т. д.)	2 сбоя / год
Среднее (внутреннее) время, затрачиваемое на устранение неполадок и документирование незначительных сбоев	1 день / сбой
Среднее количество серьезных системных сбоев (не может быть устранено в течение дня)	1,5 сбоя / год
Среднее (внутреннее) время, затрачиваемое на устранение неполадок и документирование серьезных сбоев	2 дня / сбой
Среднее время, затрачиваемое сервисной службой на устранение серьезных сбоев (до запуска образцов)	4 дня / сбой
Средняя стоимость услуги (время) одного вызова (серьезный сбой)	2 000 долл. / вызов
Средние материальные затраты на один сервисный вызов (серьезный сбой)	600 долл. / вызов

Системный интеллект

Система ВЭЖХ Vanquish Core обладает множеством новых функций, которые улучшают производительность системы, облегчают работу оператора и помогают предотвратить непредвиденные сбои. Одна из этих инновационных функций включает проверку работоспособности системы, которую можно запускать автоматически без участия пользователя в то время, когда система не используется. Результаты проверки регистрируются по времени, что позволяет операторам оценить изменения в работе и выявить возможные их причины. Пользователь будет предупрежден о любом отклонении в работе системы, что позволит избежать непредвиденного простоя прибора и предотвратить необходимость повторного анализа проб. Сведена к минимуму вероятность получения результатов, не соответствующих техническим требованиям. Кроме того, диагностические тесты могут выполняться во время простоя системы, что позволяет лаборанту быстрее обнаружить проблему.

Дополнительным средством повышения производительности является контроль расхода растворителя Thermo Scientific Vanquish, позволяющий лаборанту измерять текущие уровни растворителя и отходов в восьми контейнерах с растворителем / отходами, обеспечивая достаточный объем элюента и отходов в системе ВЭЖХ для работы с ними в любой

выбранной последовательности. Аппарат Vanquish Solvent Monitor поставляется с выбираемой опцией, которая контролирует объем растворителя и дает команду начать новую последовательность, практически исключая ошибки, связанные с ненадлежащей подачей элюента, что может привести к непредвиденному простоя прибора. Если уровень элюента превышает определенный порог, система подает сигнал и сообщает о возникшей проблеме. Таким образом, пользователь с гораздо меньшей вероятностью позволит системе работать «всухую», увеличивая срок службы деталей и расходных материалов, тем самым снижая общую стоимость эксплуатации.

Еще одна новая функция – пользовательский интерфейс Vanquish для быстрого просмотра состояния системы (рис. 2). Теперь нет необходимости подключать ПК и Систему данных хроматографического анализа (CDS) только для того, чтобы увидеть состояние прибора. Давление насоса, уровни растворителя, балансировка и другие общие параметры можно увидеть непосредственно на экране. Пользовательский интерфейс Vanquish отображает пошаговые интерактивные руководства, помогающие оператору устранить неполадки в работе (например, повышенный базовый уровень шума), а затем предлагает соответствующие видеоруководства по сервисному обслуживанию, чтобы максимально быстро привести оборудование в рабочее состояние.

Таблица 2. Улучшенная работа системы и преимущества аппаратного обеспечения

Название / параметр	Метрическая система	Преимущества	Образцы
Фитинги Viper Экономия времени на смену колонки благодаря простоте использования без применения инструментов	60 мин / год 5 мин / колонка	2,4 72 долл.	Дополнительные образцы в год Прибыль от дополнительных образцов
Фитинги Viper Экономия времени за счет переключения приложений (колонок и капилляров)	1250 мин / год 5 мин в день	50 1 500 долл.	Дополнительные образцы в год Прибыль от дополнительных образцов
Система SmartInject Процентное увеличение срока службы колонки за счет уменьшения скачков давления	150 образцов / колонка 30% / колонка ¹	2 1 000 долл.	Меньше колонок в год Сокращение затрат на колонки в год
Подготовка следующего введения Экономия времени на введение благодаря подготовке следующего введения	0,24 образца / день 0,25 мин / образец	60 1 800 долл.	Дополнительные образцы в год Прибыль от дополнительных образцов
Автоматическая полная промывка Экономия времени на ручную очистку прибора	500 мин / год 2 мин / промывка	20 600 долл.	Дополнительные образцы в год Прибыль от дополнительных образцов
Максимально допустимое давление в системе 700 бар Экономия времени за счет более быстрого метода (модернизированного) по сравнению с исходным	2,67 образца / день 2,5 мин / образец	667,5 20025 долл.	Дополнительные образцы в год Прибыль от дополнительных образцов



Рис. 2. Пользовательский интерфейс системы Vanquish

Экономическая ценность, обусловленная снижением затрат при сбоях в работе

Система ВЭЖХ Vanquish Core снижает вероятность незапланированного простоя системы и позволяет лаборантам гораздо быстрее вернуться к работе с образцами (в случае если простой неминуем) (табл. 3а). Система автоматически проверяет

работоспособность и производительность, а также готовность к предстоящей работе. Пользователю с первого взгляда должно быть ясно, все ли работает хорошо и нужно ли менять контейнеры для растворителей или отходов. Такая оптимизация лабораторных операций за счет улучшенного UI & UX (графический пользовательский интерфейс и качество пользовательского взаимодействия) экономит FTE (эквивалент полной занятости) более пяти дней в год, что в среднем составляет более 2 тыс. долл. в год на систему. Кроме того, проверки работоспособности системы, диагностика, а также видеоролики с инструкциями по устранению неполадок и техническому обслуживанию экономят как внутренние метрологические ресурсы, так и затраты на обслуживание. Вместе мы экономим в среднем более 4 тыс. долл. в год.

Наконец, SmartInject позволяет реже заменять колонки, экономя в среднем на покупке двух новых или одну тысячу долларов. В общей сложности система ВЭЖХ Vanquish Core помогает сэкономить в среднем более 5 тыс. долл. на каждую систему в год.

Экономическая ценность, обусловленная увеличением количества образцов в год

Система ВЭЖХ Vanquish Core рассчитана на обработку большого количества образцов благодаря

Таблица 3а. Параметры работы системы под управлением системного интеллекта

Название / параметр	Вывод
Проверка работоспособности Процентное снижение серьезных сбоев в год из-за проверок работоспособности и предупреждений	0,375 сбой/год 25%/год
Диагностика Процентное сокращение времени, необходимого инженеру по техническому обслуживанию для диагностики при серьезных сбоях	1 день / вызов 25% / вызов
Устранение неполадок с помощью видеороликов с инструкцией по техническому обслуживанию Процентное сокращение времени, необходимого для устранения внутренних незначительных сбоев	0,5 дня / вызов 50%/год
Контроль за уровнем растворителя Процентное снижение незначительных сбоев в год благодаря соблюдению стандартной методики работы и предотвращению работы системы «всухую»	0,2 сбой / год 10% / год
Пользовательский интерфейс Минуты, сэкономленные при проверке производительности системы путем входа в систему ПК и просмотра Системы данных хроматографического анализа	41,67 часа / год 10 мин / день

Приведенные цифры приблизительные. Фактические результаты зависят от параметров, уникальных для каждой лаборатории.

Таблица 36. Преимущества System Intelligence

Название / параметр	Значение	Единица	На единицу	Выход	Преимущество 1 (Внутренняя метрология)	Преимущество 2 (Обслуживание)	Преимущество 3 (Образцы)			
Проверка работоспособности	0,375	Сбои	Год	0,375 сбоя в год	0,75	Меньший FTE (эквивалент полной занятости) (дней в году)	1,5	Меньше вызовов сервисной службы (дней)	54	Дополнительные образцы в год
Процентное снижение серьезных сбоев в год из-за проверок работоспособности и предупреждений	25	%	Год	25% в год	285 долл.	Снижение затрат на метрологию (FTE)	975 долл.	Снижение стоимости вызова из расчета времени и материалов в год	1 620 долл.	Прибыль от дополнительных образцов
Диагностика	1	Дни	Вызов	1 день / вызов			500 долл.	Снижение стоимости вызова за время	24	Дополнительные образцы в год
Процентное сокращение времени, необходимого инженеру по техническому обслуживанию для диагностики при серьезных сбоях	25	%	Вызов	25% / вызов			750 долл.	Снижение стоимости вызова за время в год	720 долл.	Прибыль от дополнительных образцов
Устранение неполадок с помощью видеороликов с инструкцией по техническому обслуживанию	0,5	Дни	Вызов	0,5 дня / вызов	0,5	Меньший FTE (эквивалент полной занятости) (дней в году)			12	Дополнительные образцы в год
Процентное сокращение времени, необходимого для устранения внутренних незначительных сбоев	50	%	Год	50% в год	190 долл.	Снижение затрат на метрологию (FTE)			360 долл.	Прибыль от дополнительных образцов
Контроль за уровнем растворителя	0,2	Сбои	Год	0,2 сбоя в год	0,2	Меньший FTE (эквивалент полной занятости) (дней в году)	4	Меньшее количество поршневых уплотнений, подлежащих замене, в год	4,8	Дополнительные образцы в год
Процентное снижение незначительных сбоев в год благодаря соблюдению стандартной методики работы и предотвращению работы системы «всухую»	10	%	Год	10% в год	76 долл.	Снижение затрат на метрологию (FTE)	200 долл.	Снижение затрат на материалы в год	144 долл.	Прибыль от дополнительных образцов
Пользовательский интерфейс	41,67	Часы	Год	41,67 часа в год	5,21	Меньший FTE (эквивалент полной занятости) (дней в году)			100	Дополнительные образцы в год
Минуты, сэкономленные при проверке производительности системы путем входа в систему ПК и просмотра Системы данных хроматографического анализа	10	Мин	День	10 мин в день	1980 долл.	Снижение затрат на метрологию (FTE)			3000 долл.	Прибыль от дополнительных образцов

Приведенные цифры приблизительные. Фактические результаты зависят от уникальных параметров каждой лаборатории.

новым функциям system intelligence, которые помогают сократить число простоев и способствуют быстрому восстановлению после вынужденных перерывов (табл. 3б). Только лишь экономия времени позволила бы провести анализ почти 200 дополнительных образцов. Кроме того, производительность системы и удобство в использовании таких функций, как герметичные фитинги Viper, подготовка следующего введения, а также автоматическая очистка, дают экономию более пятидесяти часов в год. Сэкономленное время можно использовать для запуска новых более ста тридцати образцов.

Дальнейшее повышение эффективности производства возможно при модернизации аналитического метода. Путем геометрического масштабирования аналитического метода для колонок с более мелким размером частиц с эквивалентной разрешающей способностью можно сэкономить более 250 ч, что составляет более 650 образцов и более 20 тыс. долл. в год в качестве дополнительного потенциального дохода.

Выводы

Итак, применение системы ВЭЖХ Vanquish Core в лаборатории – действительно экономически выгодное решение.

Улучшив качество UI & UX и сделав оборудование более интеллектуальным, мы можем сократить количество сбоев, а также время, необходимое для повторного запуска после непредвиденных ситуаций.

Кроме того, за счет повышения производительности, эффективности и воздействия на изнашиваемые детали и расходные материалы можно тратить больше времени на анализ образцов.

В среднем, за счет экономии времени без изменения метода, дополнительный доход от анализов образцов составит приблизительно десять тысяч долларов на систему в год. Такой уже улучшенный показатель может быть в дальнейшем увеличен при модернизации метода, повышая доходный потенциал почти до тридцати тысяч долларов на систему в год.

Наконец, без каких-либо модификаций метода можно рассчитывать на общее снижение затрат более чем на 5 тыс. долл. на систему в год. ■

**ПЕТЕРБУРГСКАЯ
ТЕХНИЧЕСКАЯ
ЯРМАРКА**

В РАМКАХ ВЫСТАВКИ ПРОЙДЕТ
САНКТ-ПЕТЕРБУРГСКИЙ
ПРОМЫШЛЕННЫЙ КОНГРЕСС

26-28 АПРЕЛЯ
2022

КВЦ «ЭКСПОФОРУМ»
Петербургское шоссе, 64

ВЕДУЩЕЕ ПРОМЫШЛЕННОЕ МЕРОПРИЯТИЕ СЕВЕРО-ЗАПАДА

+7 965 772 7759 | a.ilina@restec.ru | ptfair.ru

10-й съезд Всероссийского масс-спектрометрического общества

Итоги, успехи, достижения, перспективные планы

Р. С. Борисов, А. Р. Губаль, В. Г. Заикин, А. Т. Лебедев,
А. И. Ревельский, А. А. Сысоев

УДК 543.07:543.423

С 18 по 22 октября 2021 года в Москве проходил очередной, десятый, съезд Всероссийского масс-спектрометрического общества (ВМСО), в рамках которого была проведена 9-я Всероссийская конференция с международным участием «Масс-спектрометрия и ее прикладные проблемы». Это мероприятие было осуществлено под эгидой ВМСО, а также Института физической химии и электрохимии им. А. Н. Фрумкина РАН (ИФХЭ РАН) и Института нефтехимического синтеза им. А. В. Топчиева РАН (ИНХС РАН). Съезд и конференция проходили на близко расположенных территориях ИФХЭ РАН и частично ИНХС РАН. В работе форума приняли участие 160 делегатов и участников, представляющих около 500 членов Всероссийского масс-спектрометрического общества.

В отличие от прошлых лет, в работе конференции ВМСО практически не принимали участие зарубежные ученые из-за ограничительных мер, вызванных эпидемической ситуацией во всем мире. Исключением стало участие профессора А. А. Макарова (Германия, Бремен), создателя принципиально нового типа масс-спектрометров на базе орбитальной ловушки. Совместно с ВМСО он учредил именную премию для поощрения творческой активности молодых ученых в области масс-спектрометрического приборостроения.

Генеральным партнером конференции выступила компания ThermoFischer Scientific; партнеры конференции – ЗАО LECO Empowering Results, ООО «Брукер», ООО «Компания Хеликон», ООО «Мерк», ООО НКЦ «Лабтест», SCIEХ, ООО «Аквахром», «Альгимед», НПК «Промтегра». В ходе конференции представители этих организаций экспонировали свои стенды, а также выступили с пленарными и секционными докладами.

В первый день съезда состоялось общее собрание членов ВМСО. Съезд одобрил работу руководящих органов ВМСО под руководством президента общества А. К. Буряка за 2019–2021 годы.

Проведены изменения в руководстве ВМСО, составе Совета и Президиума общества. Президентом общества на новый срок избран А. Т. Лебедев, один из основателей и первый президент ВМСО. В состав Совета Общества введены специалист в области экологической масс-спектрометрии, представитель САФУ, Н. В. Ульяновский, известный ученый в области приборостроения и физики ионизационных процессов, сотрудник МФТИ В. Е. Франкевич, специалист в области прикладной масс-спектрометрии П. В. Кудан.

В ходе съезда прошла традиционная церемония вручения медали «За выдающиеся заслуги в области масс-спектрометрии», присуждаемой решением Общества. В этом году лауреатом стал В. Г. Заикин, один из основателей Всероссийского масс-спектрометрического общества и бессменный главный редактор журнала «Масс-спектрометрия».

Именная премия для поощрения творческой активности молодых ученых в области масс-спектрометрического приборостроения была вручена А. А. Дьяченко (Институт аналитического приборостроения РАН) учредителем премии А. А. Макаровым.



В. Г. Заикину вручена медаль «За выдающиеся заслуги в области масс-спектрометрии»

По окончании организационной части съезда была открыта 9-я Всероссийская конференция с международным участием «Масс-спектрометрия и ее прикладные проблемы», на которой было заслушано 15 пленарных лекций, 60 секционных устных и 28 стендовых докладов. Работали пять секций: органическая масс-спектрометрия, масс-спектрометрия в медицине и биологии, изотопная, неорганическая и элементная масс-спектрометрия, аналитическая масс-спектрометрия, приборостроение.

Пленарная часть конференции началась с развернутого и подробного доклада А. А. Макарова, посвященного интенсивному развитию масс-спектральной техники на базе анализатора Orbitrap.

В очень интересном и важном докладе А. Т. Лебедева (МГУ им. М. В. Ломоносова) приведены результаты проводимых на химфаке МГУ многолетних исследований побочных продуктов дезинфекции (водное

хлорирование, бромирование, озонирование, УФ-облучение) на примере искусственного введения различных гуминовых и фульвокислот, фрагментов гумуса и антропогенных соединений, которые можно обнаружить в природных водоемах. Для идентификации и исследования структуры экотоксикантов использовали современные хроматографические методы в сочетании с масс-спектрометрией. Докладчик рассказал о возможных механизмах реакций образования типичных и вновь обнаруженных экотоксикантов.

Фундаментальный доклад Д. Н. Галль (Санкт-Петербург) представлял собой масштабный взгляд на успехи и перспективы развития масс-спектрометрии как уникального аналитического метода для наук о жизни. Открываются возможности получения масс-спектрометрической информации о состоянии, поведении и превращениях биомолекул внутри живых организмов.

Пленарную сессию следующего дня конференции открыл обстоятельный доклад Ю. И. Костюкевича от группы авторов (Сколковский институт науки и технологий, Москва), посвященный применению изотопного обмена в масс-спектрометрии (ИО-МС) для целевого и нецелевого анализов. Уникальным достоинством метода ИО-МС является использование масс-спектрометрии сверхвысокого разрешения для высокоточного определения массы ионов при анализе сложных смесей, в том числе без дополнительного их разделения. Авторы



Учредитель премии А. А. Макаров вручает ее первому лауреату А. А. Дьяченко за работу «Специализированный масс-спектрометр с источником ионов ЭРИАД для определения изотопного состава лития»

разработали компьютерный сервис, позволяющий предсказывать время удерживания, организовывать молекулы в гомологические деревья. Он также содержит масс-спектральные базы данных, отражающие множественные процессы диссоциации, в том числе для соответственно меченых соединений.

Доклад о проекте спектрометра для прецизионного измерения масс сверхтяжелых элементов сделал М. И. Явор от имени группы авторов из Института аналитического приборостроения, Физико-технического института им. А. Ф. Иоффе (Санкт-Петербург) и Объединенного института ядерных исследований (г. Дубна). Сверхтяжелые элементы синтезируются с помощью ядерных реакций, причем частота синтеза может составлять всего несколько событий в сутки, а время жизни элементов часто менее одной секунды.

Поэтому проект нацелен на создание масс-спектрометра, обеспечивающего как сверхвысокую разрешающую способность, так одновременно и малое время измерения. В основу положен многоотражательный времяпролетный масс-анализатор.

Пленарная сессия следующего для заседаний началась с доклада М. В. Горшкова (Москва), рассказавшего о развитии нового перспективного метода для полнопротеомного анализа на основе прямой масс-спектрометрической идентификации белков в комплексе с ультракороткими градиентами разделения (до нескольких минут) при ЖХ смесей протеолитических пептидов. Обсуждаются новые возможности метода при количественном протеомном анализе с использованием изотопных меток.

Перспективы применения лазерной абляции для масс-спектрометрии с индуктивно связанной плазмой рассмотрены в докладе А. Е. Каменщикова, руководителя ООО «РКЦ «Лабтест» (Москва).

Заключительный день работы конференции начался с пленарного доклада Е. С. Бродского (в соавторстве с А. А. Шелепчиковым, Москва), рассмотревшего развитие методов масс-спектрометрического группового анализа нефти и нефтепродуктов. Главное внимание уделено применению масс-спектрометрии высокого разрешения, позволяющей «расщепить» гомологические ряды изобарных ионов, тем самым увеличив количество определяемых групп.

Пленарный доклад Г. М. Шайдуллиной (представительство LECO Corporation, Москва) посвящен развитию технологии на базе двумерной хроматографии и многоотражательной

времяпролетной масс-спектрометрии в компании LECO Corporation. Постоянное совершенствование техники ГХ-ГХ/масс-спектрометрии высокого разрешения опирается на развитие цифровых технологий, алгоритмов сбора и обработки информации с учетом запросов и предложений ученых – пользователей масс-спектрометрической техники.

Завершил работу пленарной сессии доклад А. К. Буряка с сотрудниками (Москва), посвященный применению хромато-масс-спектрометрии на базе ГХ, ЖХ или ионной хроматографии к определению несимметричного диметилгидразина (НДМГ), одного из типов ракетного топлива, на всех этапах его производства, применения и утилизации. Показана неопределимая роль хромато-масс-спектрометрии при разработке технологий нейтрализации оборудования и хранилищ для НДМГ, мест аварийных проливов и полей падения.

Кроме того, на пленарных сессиях выступили представители приборостроительных компаний. В частности, П. В. Кудан (ООО «АкваХром», Россия) рассказал о технологии корпорации Waters в области защиты ионной оптики от нейтральных загрязнений компонентами матрицы в многоотражательной времяпролетной масс-спектрометрии. Д. А. Бурмыкин (Bruker) представил аудитории универсальные масс-спектрометры серии timsTOF для 4D-протеомных и метаболомных исследований, а А. Кирилюк дал обзор новейших технологий SCIEХ в 2021 году, в частности новой платформы масс-анализаторов высокого разрешения и системы капиллярного электрофореза.

После пленарных докладов плодотворная работа продолжилась в рамках пяти специализированных секций. Участники заслушали и обсудили устные и стендовые доклады.

В рамках конференции прошел конкурс молодых ученых. Призеры получили дипломы ВМСО, а также представленные на конференции монографии по масс-спектрометрии. Лауреату первой премии, кроме того, за счет средств ВМСО будет оплачен грант на участие в международной конференции по масс-спектрометрии.

Отметим, что по решению оргкомитета учтены почти все пожелания участников выступить с устными сообщениями. Это несколько уплотнило работу секций, но дало возможность молодым ученым и аспирантам преподнести результаты своих работ широкой аудитории специалистов, представляющих различные научные школы. По материалам конференции составлен и выпущен сборник тезисов докладов. ■



КОМПОЗИТ-ЭКСПО

Четырнадцатая международная специализированная выставка

29 - 31 марта 2022

Россия, Москва,
ЦВК «Экспоцентр», павильон 1



Основные разделы выставки:

- Сырье для производства композитных материалов, компоненты: смолы, добавки, термопластики, углеродное волокно и т.д.
- Наполнители и модификаторы
- Стеклопластик, углепластик, графитопластик, базальтопластик, базальтовые волокна, древесно-полимерный композит (ДПК) и т.д.
- Полуфабрикаты (препреги)
- Промышленные (готовые) изделия из композитных материалов
- Технологии производства композитных материалов со специальными и заданными свойствами
- Оборудование и технологическая оснастка для производства композитных материалов
- Инструмент для обработки композитных материалов
- Измерительное и испытательное оборудование
- Сертификация, технический регламент
- Компьютерное моделирование
- Утилизация



выставка
участник
системы



независимый
выставочный
аудит

Параллельно проводится выставка:

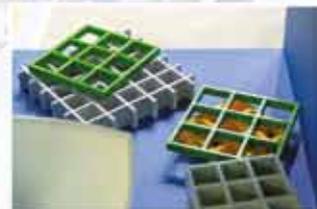


ПОЛИУРЕТАНЭКС

Тринадцатая международная специализированная выставка
www.polyurethanex.ru



Специальный
раздел:
**КЛЕИ И
ГЕРМЕТИКИ**



Информационная поддержка:



Дирекция:

Выставочная Компания «Мир-Экспо»
115230, Россия, Москва, Хлебозаводский проезд,
дом 7, строение 10, офис 507 | Тел.: 8 495 988-1620
E-mail: info@composite-expo.ru | Сайт: www.composite-expo.ru

Организаторы:



youtube.com/user/compoexporussia



@compoexporus



@ocompo

Анализ микрочастиц пластиков с помощью лазерной системы визуализации химического состава Agilent 8700 LDIR

М. И. Мельник¹

УДК 543.42

Загрязнение окружающей среды микрочастицами пластиков (микропластиком) достигло угрожающих масштабов. Микропластик повсеместно обнаружен в Мировом океане, от поверхности до дна, от льдов Арктики до вод Антарктики. Это является угрозой не только для окружающей среды, но и для здоровья человека. Один из источников загрязнения мирового океана микропластиком – микроскопические волокна пластика, которые составляют от 15 до 31% от общего количества загрязняющей океан пластмассы. В количественном выражении это около 9,5 млн тонн микропластика в год.

Используемые сегодня методы подготовки и анализа проб микропластиков зачастую приводят к загрязнению пробы, отнимают много времени или не дают возможности обрабатывать достаточный объем материала для того, чтобы получать репрезентативные данные. Agilent разработал для анализа микрочастиц пластиков новое, не имеющее аналогов оборудование и метод визуализации химического состава на основе прямой лазерной ИК-спектроскопии – Agilent 8700 LDIR. На базе системы Agilent 8700 создано автоматизированное решение для идентификации, измерения размеров и полуколичественного определения самых мелких микропластиков и подготовки отчетов по результатам этого анализа.

Agilent 8700 LDIR с автоматизированной методикой программы Agilent Clarity был опробован на реальных образцах, отобранных в Индийском океане с помощью системы фракционирования микрочастиц пластиков Geesthacht (GIMPF), которая позволяла выделять из морской воды большие объемы взвешенных твердых частиц размером 10 мкм и более. Метод визуализации химического состава на основе прямой лазерной ИК-спектроскопии и Agilent 8700 LDIR показал высокую эффективность и надежность для поиска и характеристики микрочастиц и микроволокон пластиков в различных образцах.

Ключевые слова: микрочастицы пластиков, идентификация и определение размера микрочастиц, лазерная система визуализации химического состава, Agilent 8700 LDIR, автоматизированное решение, программное обеспечение Agilent Clarity

Загрязнение окружающей среды микрочастицами пластиков (микропластик) достигло невероятных масштабов. Микропластик повсеместно обнаружен в Мировом океане, от поверхности до дна, от льдов Арктики до вод Антарктики. В океане пластиковые

пакеты, бутылки, коктейльные трубочки, гигиенические прокладки, подгузники и медицинские маски постепенно распадаются на мелкие частицы. И это представляет собой угрозу не только для окружающей среды, но и для здоровья человека.

Микропластиком считаются все частицы полимеров размером меньше пяти миллиметров. Однако,

¹ ООО «Энерголаб», Москва, М. Melnik@energolab.com.

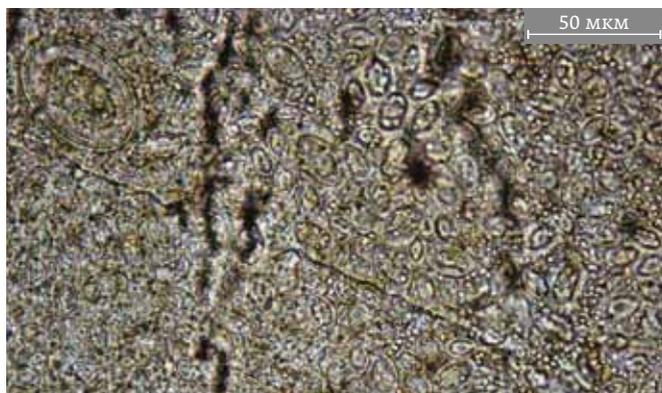


Рис. 1. Клетки диатомовых водорослей *Cocconeis* sp., покрывающие поверхность полиэтиленовой пленки

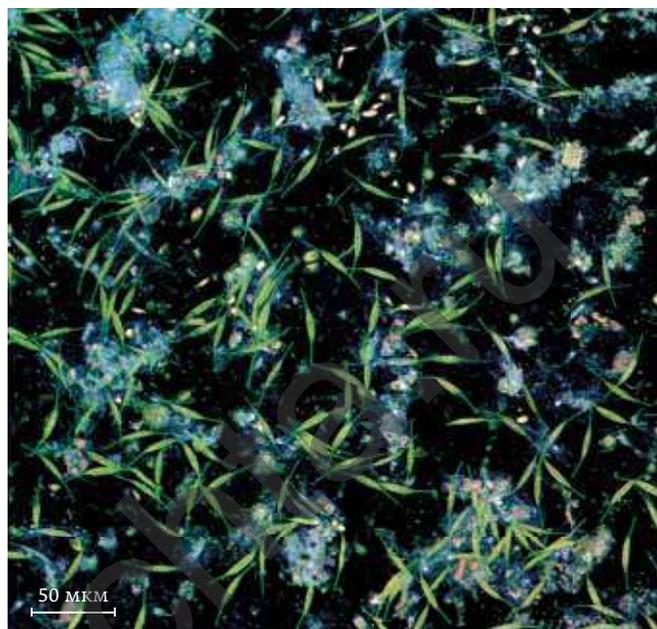


Рис. 2. Биопленка на поверхности микрочастиц пластика

как правило, наибольший интерес представляют самые мелкие частицы микропластика – размером меньше 100 мкм. Они не видны невооруженным глазом, их свойства отличаются от свойств естественных частиц и при этом микропластики заметно изменяются со временем пребывания в окружающей среде. Микрочастицы пластика могут легко проникать в пищевую цепочку.

В ходе дополнительных исследований ученые выяснили, что одним из источников загрязнения мирового океана микропластиком являются микроскопические волокна, которые отслаиваются при стирке синтетической одежды или от автомобильных шин при езде. В некоторых областях этот источник загрязнения наносит океану больший ущерб, чем загрязнение от обычных, видимых глазу отходов.

В одном из последних отчетов Международного союза охраны природы говорится, что микроволокна пластика составляют от 15 до 31% от общего количества загрязняющей океан пластмассы. В количественном выражении это около 9,5 млн тонн микропластика в год.

Микропластик и микроволокна попадают в глубины океана, соединяясь с частицами биологического происхождения в комки – агрегаты. На формирование агрегатов влияют биопленки из бактерий и одноклеточных водорослей, которые легко формируются на поверхности микропластика (рис. 1 и 2). В таком виде микропластики пластика могут проникать в организмы широкого круга живых существ. В том числе и в планктон, составляющий основу морской пищевой цепи (рис. 3).

Проглоченные микропластические частицы повреждают органы и выделяют внутри организма опасные химические вещества – от разрушающего гормональный фон бисфенола А (БФА) до пестицидов.

Такое влияние нарушает защитные функции организма, а также останавливает рост и размножение клеток. Как микропластики, так и выделяемые ими химические вещества накапливаются в пищевой цепи, потенциально влияя на целые экосистемы, включая здоровье почв, в которых мы выращиваем растения для употребления в пищу. Микропластики в воде, которую мы пьем, и в воздухе, которым мы дышим, также могут напрямую поражать людей.

Чтобы изучить влияние микропластика на окружающую среду и определить уровень засоренности, необходимы методы анализа, позволяющие определять состав, размер и количество микропластиков.

В настоящее время в большинстве исследований при подготовке и анализе проб используется методика, рекомендованная NOAA [1].

Для идентификации обычно применяют ИК-микроскопы высокого разрешения, для подсчета

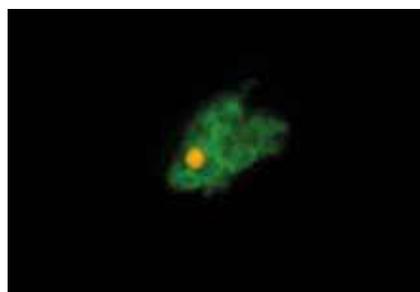


Рис. 3. Микропластик в клетке голубой мидии



Рис. 4. Система визуализации химического состава Agilent 8700 LDIR

частиц – бинокулярные микроскопы с 10–100-кратным рабочим увеличением. Такие методы имеют ограничения по размеру определяемых частиц – от 150 мкм и больше, кроме того, требуют очень много времени для визуального подсчета частиц.

Однако, наибольший интерес представляют собой микрочастицы, размером меньше 100 мкм. Они не видны невооруженным глазом и могут легко проникать в пищевую цепочку. Поэтому именно самые мелкие микрочастицы пластика представляют собой интерес с точки зрения биологии и токсикологии, ведь чем меньше частица, тем она опасней. Для определения химического состава этих мельчайших частиц обычно применяются методы колебательной спектроскопии, которые отнимают много времени. Например, сканирующие ИК-фурье-микроскопы имеют очень маленькое поле зрения. Из-за этого у них плохое соотношение сигнал / шум и им нужно больше минуты на анализ одной микрочастицы пластика. Матричные ИК-фурье- и рамановские микроскопы тоже слишком медленны для таких задач.

Сегодня отсутствуют гармонизация и типовые регламенты испытаний для подготовки и анализа проб микрочастиц пластиков, что привело к появлению множества прикладных методик, которые зачастую приводят к загрязнению пробы, отнимают много времени и не позволяют обрабатывать достаточный объем материала для того, чтобы быть репрезентативными.

Agilent разработал новый метод и оборудование для анализа микрочастиц пластиков с помощью визуализации химического состава на основе прямой лазерной ИК-спектроскопии (рис. 4).

Не имеющий аналогов метод визуализации химического состава с помощью направленного инфракрасного излучения (LDIR) реализован в Agilent 8700 – лазерной системе визуализации и спектроскопии. Agilent 8700 LDIR использует самую современную технологию квантово-каскадного лазера (QCL), разработанного компанией Agilent, в сочетании с быстросканирующей оптикой для создания четких, высококачественных изображений и получения спектральных данных для идентификации. Технология включает интуитивно понятное программное обеспечение Agilent Clarity, предназначенное для быстрой и подробной визуализации больших областей образца при минимальном количестве манипуляций при загрузке образца и запуске аналитического метода.

Система Agilent 8700 LDIR обеспечивает детальный анализ большего количества образцов за короткое время и дает достаточно статистических данных для определения состава различных проб – таблеток, подложек, тканей, полимеров, волокон и др. Благодаря этому исследователь может быстрее получать результаты, принимать более обоснованные, быстрые решения относительно дальнейших исследований, сокращая как затраты, так и время анализа.

На базе системы Agilent 8700 LDIR создано автоматизированное решение для идентификации, характеристики и полуколичественного определения самых мелких микрочастиц пластиков, подготовки отчетов по результатам таких анализов. Новое решение позволяет за считанные минуты проводить идентификацию и характеристику микрочастиц пластиков размером до 10 мкм.

Agilent 8700 LDIR избавлен от большинства недостатков присущих методам, которые обычно применяются для анализа микрочастиц пластиков. В системе 8700 LDIR сочетание квантово-каскадного лазера с точечным детектором и быстросканирующей оптикой позволяет за считанные секунды снять ИК-спектр большого количества микрочастиц и определить их размер и химический состав.

Автоматизированное решение на базе Agilent 8700 LDIR включает сам спектрометр, специализированное программное обеспечение Clarity и библиотеку спектров различных пластиков, которая собрана по данным из надежных источников.

Процедура анализа очень проста, полностью автоматизирована и включает минимум шагов – поместите образец в 8700 LDIR и закройте дверцу, ПО Clarity делает все остальное.

Первое сканирование за считанные минуты обнаруживает все частицы – ПО Clarity снимает спектры только там, где обнаружены частицы. Нет

необходимости во внешних пакетах программ, весь анализ автоматизирован на одном приборе и с одним ПО.

Автоматизированное решение на базе Agilent 8700 LDIR было опробовано на реальных образцах. Пробы отбирали в Индийском океане с помощью системы фракционирования микрочастиц пластиков Geesthacht (GIMPF), которая позволяет выделять из морской воды большие объемы взвешенных твердых частиц размером 10 мкм и более.

Отобранные образцы фракции 10–300 мкм очищали от органических и неорганических компонентов матрицы. Очищенные пробы диспергировались в 50%-ном этаноле и осаждались на предметные стекла с отражающим ИК-излучение покрытием (7,5×2,5 см, MirrIR, Kevley Technologies). Затем предметные стекла анализировали на просвет автоматизированной системой Agilent 8700 LDIR. Для всех анализов применялся протокол, имеющийся в программном обеспечении Agilent Clarity. Чувствительность устанавливалась на максимум, а спектральное разрешение на 8 см⁻¹.

Автоматизированная методика программы Agilent Clarity позволяет снимать ИК-спектр каждой частицы в режиме реального времени, выполнять поиск по базе данных (более 420 эталонных спектров) и проводить обработку данных. Статистическая обработка, а также пороговые значения для регистрации совпадения спектров адаптированы к целям анализа. После выполнения автоматизированных измерений результаты дополнительно проверяли вручную в режиме трансфлексии ИК-излучения через пробу, а также выборочно с использованием функции микроНПВО прибора LDIR.

На настоящий момент пока еще недоступны сертифицированные, эталонные стандарты микрочастиц

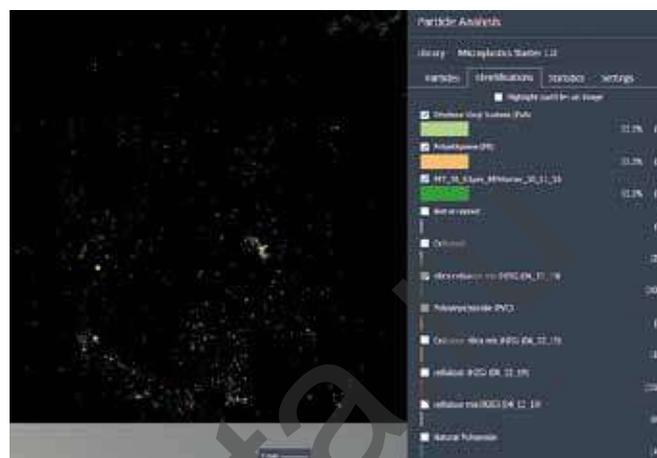


Рис. 5. ИК-изображение в псевдоцветах и статистика по типам полимеров для анализа сертифицированного эталонного стандарта планктона (BCR-414), полученные с помощью автоматизированной методики анализа LDIR

пластиков. Поэтому для валидации методики применяли полученные на месте эталонные частицы полиэтилена, полиэтилентерефталата, полипропилена и поливинилиденхлорида размером 20–500 мкм [2]. Описанная выше методика позволила правильно идентифицировать более 95% частиц. В работе также использовали сертифицированный эталонный стандарт с совпадающей матрицей (планктон, BCR-414, JRC) (рис. 5). Для всех анализов использовали расширенную библиотеку спектров LDIR Agilent 8700 с добавлением спектров частиц пластиков природного и антропогенного происхождения.

Концентрация микрочастиц пластиков размером более 20 мкм в пробах колебалась в диапазоне от 10 до 226 частиц или волокон на м³ (табл. 1). В пробах

Таблица 1. Объем профильтрованной воды и количество микрочастиц пластиков в каждой пробе

Проба	Объем пробы, м ³	Общее количество частиц и волокон	Количество микрочастиц и микроволокон пластиков	Тип наиболее распространенных микрочастиц пластиков (кол-во)	Концентрация микрочастиц пластиков, 1 / м ³
1	2,3	3150	47	ПЭТ (20)	21
2	5,7	524	54	ПЭТ (32)	10
3	1,1	2112	67	ПЭТ (22)	62
4	1,3	16687	293	Акрилаты / полиуретаны / лаки (116)	226
5	1,3	2938	109	ПЭТ (40)	86
6	1,4	5110	239	Акрилаты / полиуретаны / лаки (69)	165
7	1,4	857	15	ПС (5)	11

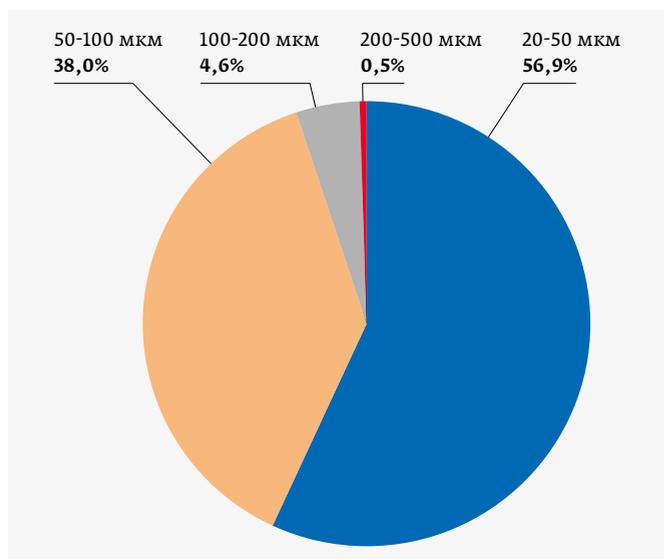


Рис. 6. Доля частиц различных размеров среди идентифицированных микропластиков и волокон

были идентифицированы 30 471 частица природного и 635 частиц синтетического происхождения, а также 14 различных кластеров полимеров. Самыми распространенными кластерами полимеров были

акрилаты/полиуретаны/лаки (39,2%), полиэтилентерефталат (26,0%), хлорированный полиэтилен (7,1%), поливинилхлорид (6,0%), полиэтилен (5,2%), полипропилен (5,2%) и резина (4,3%). 94,9% всех микропластиков и микроволокон имели размер менее 100 мкм (рис. 6).

После почти полной очистки от матрицы 97,4% идентифицированных частиц оказались природного происхождения (ИК-спектры целлюлозы, силикатов, угля, хитина и природных полиамидов), и только 2,6% были синтетическими полимерами различного состава (рис. 7). Согласно Domogalla-Urbansky et al. (2018), соотношение синтетических и природных микропластиков лежит в диапазоне от 1:100 до 1:1000 [3].

В отличие от других исследований, в которых анализировалась только часть суспендированной пробы или небольшая площадь отфильтрованной пробы [2, 4], протокол минерализации и метод LDIR в сочетании с предметным стеклом большого размера позволили проанализировать каждую пробу целиком. Этот метод измерения позволяет снизить погрешность, вносимую экстраполяцией.

Как показано на рис. 8, очень важно анализировать спектр каждой частицы, не ограничиваясь только

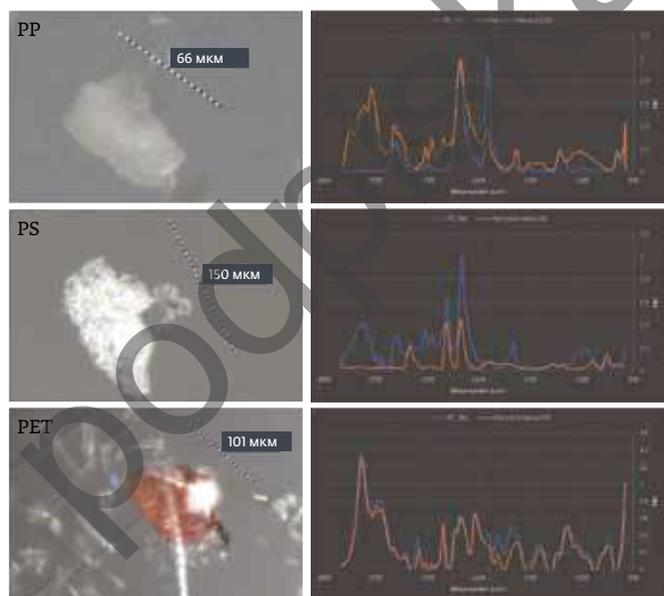


Рис. 7. Различные типы микропластиков размером менее 300 мкм, обнаруженные в пробах воды из Индийского океана. Спектры полипропилена (вверху) и полистирола (в центре) были записаны вручную, а полиэтилентерефталата (внизу) – в автоматическом режиме

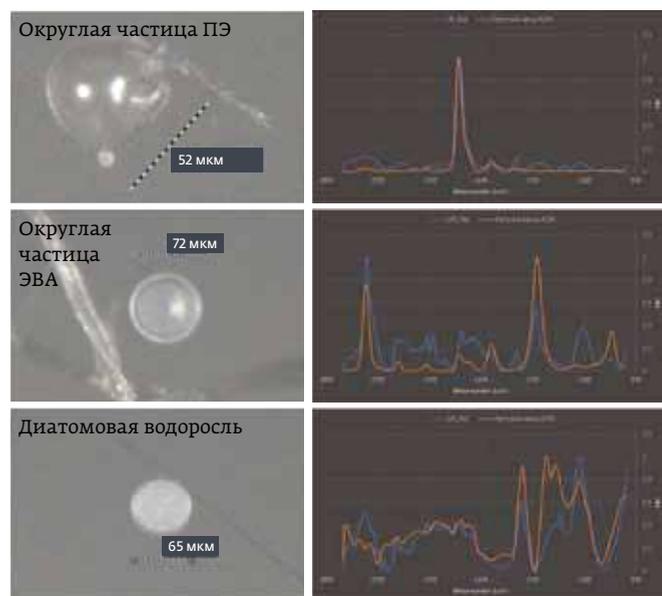


Рис. 8. Изображения (слева) и ИК-спектры (в сравнении с наилучшим совпадением из библиотеки) двух округлых микропластиков (полиэтилена и этиленвинилацетата). На нижнем изображении показана диатомовая водоросль, идентифицированная в пробе с помощью анализа LDIR



ВАШ ПОСТАВЩИК ЛАБОРАТОРНО-АНАЛИТИЧЕСКОГО ОБОРУДОВАНИЯ

ВЫБИРАЯ НАС - ВЫ ВЫБИРАЕТЕ ЛУЧШЕЕ!



Авторизованный
дистрибьютор



WASSON-ECE
INSTRUMENTATION

SCP SCIENCE

MARKES
international

DiSTEK
CREATING A STRIP

Metrohm

GDS
Analytical

SARTORIUS



SMARTXROM

HITEC
LUZERNBURG

Microtrac
Your Solution in Particle Characterization

TANAKA

CONOSTAN
Oil Analysis Standards



Rigaku
Leading With Innovation



LabTech



Anton Paar

Miele
PROFESSIONAL



WWW.ENERGOLAB-AE.COM

sales@energolab.com

+7 (495) 926-02-14

+7 (495) 926-02-15

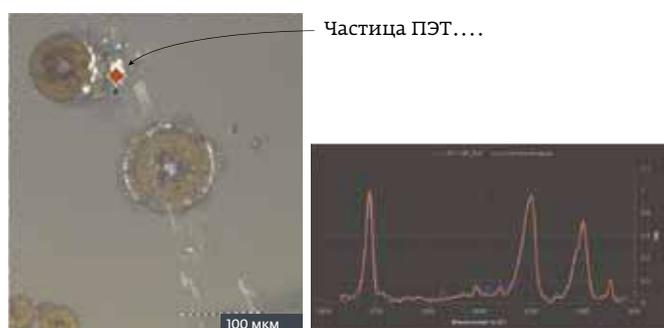


Рис. 9. Видимое изображение (слева) и ИК-спектр, полученный с помощью функции микроНПВО (в сравнении с лучшим совпадением из библиотеки) частицы ПЭТ (помеченной оранжевым маркером), соединенной с диатомовой водорослью

визуальной идентификацией, так как зачастую бесцветные частицы очень похожи на частицы природного происхождения (даже для округлых частиц).

На рис. 9 представлен пример микрочастицы пластика, соединенной с природной частицей, в данном случае диатомовой водорослью. Чтобы подтвердить тип полимера, применялась функция микроНПВО, что показало очень хорошее совпадение с библиотечным спектром. Исследователям удалось даже прижать кристалл непосредственно к частице, прикрепленной к диатомовой водоросли, чтобы проверить результат автоматизированного анализа.

Учитывая коэффициент вытянутости (соотношение сторон), равный трем [5], большинство микрочастиц пластиков были фрагментами, а не микроволокнами.

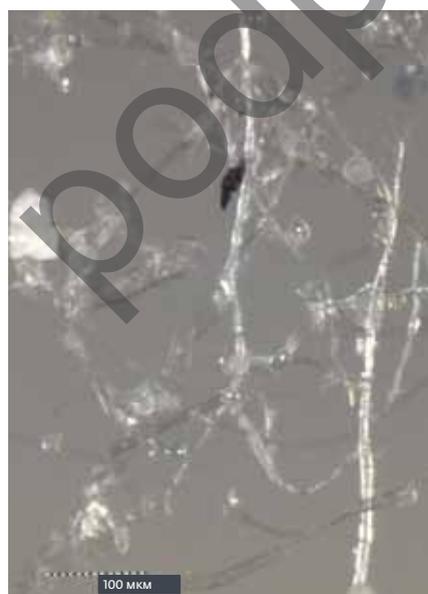


Рис. 10. Видимое изображение агрегата волокон целлюлозы и природных частиц, записанное LDIR

Распознавание волокон – непростая задача, особенно для подходов, использующих распознавание по одной точке, однако LDIR позволяет легко идентифицировать волокна (как показано на рис. 6) в образцах из окружающей среды.

Для анализа запутанных волокон (на присутствие включений полимеров), а также агрегатов частиц (рис. 10) применяется функция сканирования на длине волны выбранного вручную пика (рис. 11) или функция гиперспектрального сканирования системы Agilent 8700 LDIR.

Многопиковый анализ в сочетании с режимом микроНПВО позволяет получить ценную информацию о частицах, выборочно покрытых биопленками.

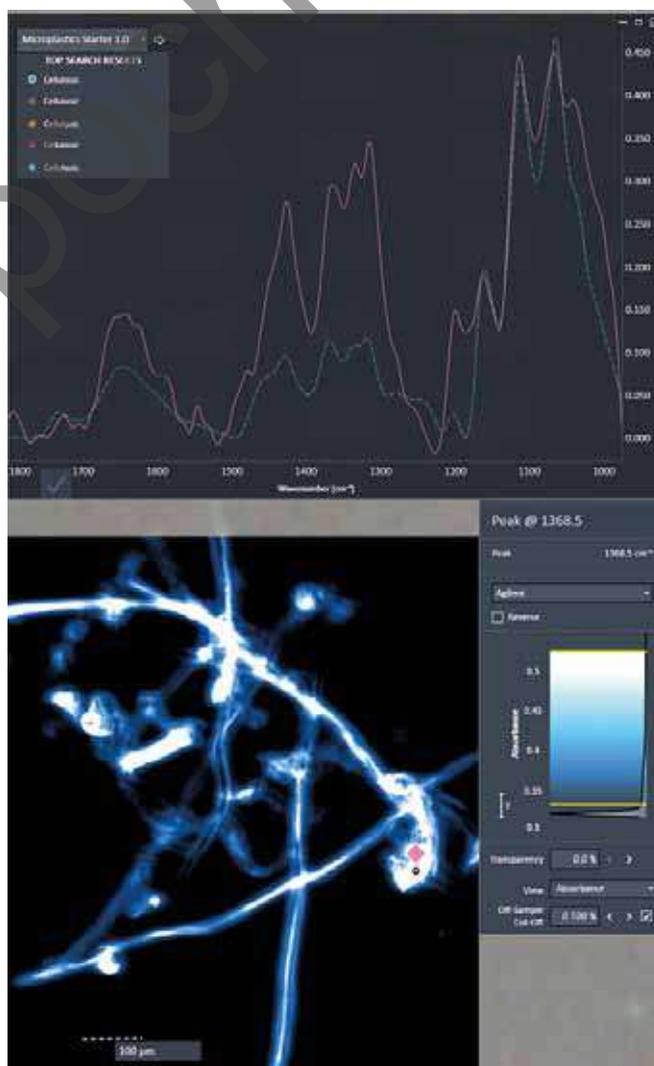


Рис. 11. ИК-изображение на длине волны выбранного пика ($\tilde{\nu}=1368,5 \text{ см}^{-1}$) (внизу справа) и ИК-спектр (вверху) агрегата волокон целлюлозы и частиц природного происхождения, показанного на рис. 10

КЛЮЧЕВОЕ СОБЫТИЕ ОТРАСЛИ:

в центре внимания, в центре Москвы

НАЦИОНАЛЬНЫЙ
НЕФТЕГАЗОВЫЙ
ФОРУМ

www.oilandgasforum.ru

21-Я МЕЖДУНАРОДНАЯ ВЫСТАВКА
НЕФТЕГАЗ-2022



www.neftegaz-expo.ru

18–21 апреля 2022

Москва, ЦВК «ЭКСПОЦЕНТР»



12+

Реклама



МИНПРОМТОРГ
РОССИИ



ЭКСПОЦЕНТР



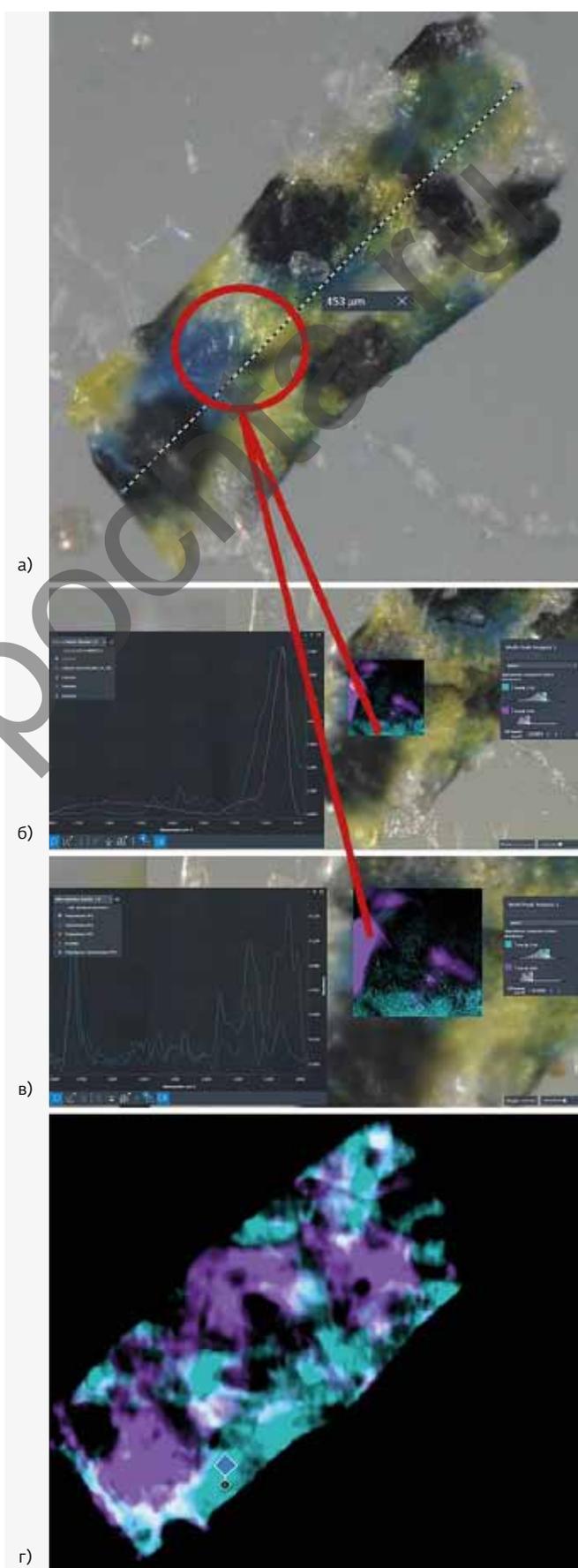
Например, на рис. 12 представлена большая частица полиуретана, некоторые участки которой показывают отчетливый ИК-спектр целлюлозы, в то время как другие участки – спектры полиуретана и акрилата. Оба результата подтверждены анализом вручную на просвет через пробу и с помощью микроНПВО. Метод LDIR позволяет не только хорошо разделить спектры от таких участков разного состава агрегированных частиц из окружающей среды, но и дает возможность изучать частицы, состоящие из смесей полимеров и композитов. Многопиковый анализ помогает идентифицировать различные компоненты таких смесей в микрочастицах пластиков из окружающей среды.

Метод визуализации химического состава на основе прямой лазерной ИК-спектроскопии (LDIR), реализованный в системе Agilent 8700 LDIR, показал высокую эффективность и надежность для поиска и характеристики микрочастиц и микроволокон пластиков в пробах морской воды большого объема. Результаты указывают на сравнительно высокую загрязненность проанализированных образцов микрочастицами пластиков.

Результаты автоматизированного метода были тщательно проверены визуальными наблюдениями как минимум пятью измерениями вручную в режиме трансфлексии ИК-излучения и выборочно анализом в режиме микроНПВО. Для фракции с размером частиц более 300 мкм результаты LDIR, полученные с использованием признанной базы данных спектров микрочастиц пластиков, и результаты традиционного ИК-фурье-анализа в режиме НПВО хорошо совпадали друг с другом. Расширение базы данных типичными спектрами матрицы позволило дополнительно повысить точность методики.

Благодаря высокой скорости и максимальной степени автоматизации Agilent 8700 LDIR демонстрирует хороший потенциал и широкие возможности для анализа микрочастиц пластиков. Это оборудование и автоматизированное решение на его базе может стать стандартным микроспектроскопическим методом в ходе крупномасштабных исследований микропластиков, а также стандартным решением для мониторинга, при котором скорость сбора данных имеет решающее значение.

Рис. 12. Частица полиуретана, предположительно частично покрытая био пленкой (а) во время анализа в многопиковом режиме (г) демонстрирует сильное поглощение при $\tilde{\nu}=1045\text{ см}^{-1}$ и $\tilde{\nu}=1730\text{ см}^{-1}$ (б, в). Спектр фиолетовых участков хорошо согласуется с эталонным спектром целлюлозы (б), а голубых со спектром полиуретана и акрилатов (в)



Литература / References

1. Laboratory Methods for the Analysis of Microplastics in the Marine Environment: Recommendations for quantifying synthetic particles in waters and sediments. Masura, Julie; Baker, Joel; Foster, Gregory; Arthur, Courtney (NOAA Marine Debris Division, Silver Spring, MD, 2015).
2. Hildebrandt L., Voigt N., Zimmermann T., Reese A. and Proefrock D. Evaluation of continuous flow centrifugation as an alternative technique to sample microplastic from water bodies. Marine Environmental Research. 2019;151: 104768.
3. Lorenz C., Roscher L., Meyer M. S., Hildebrandt L., Prume J., Löder M. G. J., Primpke S. and Gerdt G. Spatial distribution of microplastics in sediments and surface waters of the southern North Sea. Environmental Pollution. 2019;252:1719–1729.
4. Domogalla-Urbansky J., Anger P. M., Ferling H., Rager F., Wiesheu A. C., Niessner R., Ivleva N. P. and Schwaiger J. Raman microspectroscopic identification of microplastic particles in freshwater bivalves (*Unio pictorum*) exposed to sewage treatment plant effluents under different exposure scenarios. Environmental Science and Pollution Research. 2019;26(2):2007–2012.
5. Cole M. A novel method for preparing microplastic fibers. *Scientific Reports*. 2016;6(1):34519.

Статья получена 12.01.2022

Принята к публикации 28.02.2022

КНИГИ ИЗДАТЕЛЬСТВА «ТЕХНОСФЕРА»



Цена 760 руб.

СПЕКТРОСКОПИЯ

Бёккер Ю.

М.: ТЕХНОСФЕРА,
2021. – 528 с.,
ISBN 978-5-94836-220-5

Спектроскопия как средство описания атомов, ионов и молекул с помощью типовых длин волн, измеряемых при возбуждении, принадлежит сегодня к важнейшим и самым распространенным методам инструментальной аналитики. Специальные измерительные устройства, в том числе абсорбционные и эмиссионные спектрометры, обеспечивают точное определение количественного и качественного состава газообразных, жидких и твердых веществ.

В книге дается обзор разных методов атомной и молекулярной спектрометрии и рассматриваются многие аналитические проблемы, решаемые в лабораториях промышленных предприятий, в естественнонаучных и технических учреждениях, а также проблемы изучения и защиты объектов окружающей среды. В книге представлена широкая гамма существующих методов исследования, а также перечень приборов с руководством по их применению.

КАК ЗАКАЗАТЬ НАШИ КНИГИ?

☎ 125319, Москва, а/я 91; ☎ +7 495 234-0110; ☎ +7 495 956-3346; knigi@technosphaera.ru, sales@technosphaera.ru

IV СЪЕЗД АНАЛИТИКОВ РОССИИ

25/IX-01/X 2022, г. Москва

К ЮБИЛЕЮ
АКАДЕМИКА
Ю.А. ЗОЛотова

ПРОГРАММА СЪЕЗДА

1. Конференция «Аналитика России»:
 - Спектроскопические методы (без рентгеновских)
 - Масс-спектрометрические методы
 - Электрохимические методы
 - Биохимические методы
 - Анализ конкретных объектов (без экологических) и определение важнейших аналитов
 - Общие вопросы аналитической химии (метрология, хемометрика, наноаналитика, проточный анализ, автоматизация и др.)
2. Конференция по рентгеновским методам анализа
3. Конференция «Хроматография: теория и аналитическое применение» (к 150-летию со дня рождения М.С. Цвета)
4. Конференция «Экоаналитика»
5. Конференция «Нефть и нефтепродукты как объекты аналитического контроля и научных исследований»
6. Симпозиум по преподаванию аналитической химии и подготовке кадров высшей квалификации
7. Симпозиум по аналитическому приборостроению
8. Симпозиум «Актуальные вопросы качества химического анализа и аккредитации лабораторий»
9. Годичная сессия Научного совета РАН по аналитической химии
10. Круглые столы, выставки приборов и книг, лекции, конкурсы, культурная программа

ОРГКОМИТЕТ СЪЕЗДА

Колотов В.П., д.х.н., чл.-корр. РАН – сопредседатель
Цизин Г.И., д.х.н. – сопредседатель
Шпигун О.А., д.х.н., чл.-корр. РАН – сопредседатель
Широкова В.И., к.х.н. – ученый секретарь

Апяри В.В., д.х.н.
Барановская В.Б., д.х.н.
Большов М.А., д.ф.-м.н.
Буряк А.К., чл.-корр. РАН
Вершинин В.И., д.х.н.
Григорович К.В., д.т.н., академик РАН
Дзантиев Б.Б., д.х.н.
Евтюгин Г.А., д.х.н.
Залетина М.М., к.х.н.
Карцова Л.А., д.х.н.
Киселева И.Н., к.х.н.
Кучменко Т.А., д.х.н., профессор РАН
Лосев В.Н., д.х.н.
Майстренко В.Н., д.х.н., чл.-корр. АН РБ
Москвин Л.Н., д.х.н.
Мясоедов Б.Ф., д.х.н., академик РАН
Проскурнин М.А., д.х.н., профессор РАН
Спиваков Б.Я., д.х.н., чл.-корр. РАН
Стожко Н.Ю., д.х.н.
Темердашев З.А., д.х.н.
Филиппов М.Н., д.ф.-м.н.
Хамизов Р.Х., д.х.н.
Шеховцова Т.Н., д.х.н.
Штыков С.Н., д.х.н.

ПРЕЗИДЕНТ СЪЕЗДА – д.х.н., академик РАН
Золотов Ю.А.

ПРОГРАММНЫЙ КОМИТЕТ

Золотов Ю.А., д.х.н., академик РАН – председатель
Колотов В.П., д.х.н., чл.-корр. РАН – зам.
председателя
Залетина М.М., к.х.н.
Проскурнин М.А., д.х.н., профессор РАН
Филиппов М.Н., д.ф.-м.н.
Цизин Г.И., д.х.н.
Шеховцова Т.Н., д.х.н.
Шпигун О.А., д.х.н., чл.-корр. РА

Научный совет РАН по аналитической химии
Московский государственный университет им. М.В. Ломоносова
Институт общей и неорганической химии им. Н.С. Курнакова РАН
Ассоциация аналитических центров (ААЦ «Аналитика»)
Институт геохимии и аналитической химии им. В.И. Вернадского РАН

КОНТАКТЫ

Широкова Валентина Ивановна:
analystscongress@geokhi.ru
Тел. (495) 939-70-13

ИНФОРМАЦИОННАЯ ПОДДЕРЖКА И КЛЮЧЕВЫЕ ДАТЫ

- 15 февраля 2022 г. – начало регистрации участников съезда и приема тезисов докладов
- 15 июня 2022 г. – окончание приема тезисов докладов
- 15 июля 2022 г. – программа съезда

Регистрация участников и прием тезисов будет проводиться в электронном виде в личном кабинете участника съезда.

Приглашаем Вас и Ваших коллег принять участие в работе съезда!

ПРЕДЛОЖЕНИЯ ДЛЯ КОМПАНИЙ

Если Ваша компания хотела бы стать спонсором четвертого Съезда аналитиков России, принять участие в выставке продукции, оборудования, литературы, выступить с презентацией, разместить информацию и рекламные материалы на страницах сайта съезда, в сборнике материалов съезда, разложить печатные материалы в портфели участников и др. Добро пожаловать!

Предусмотрено несколько уровней спонсорского участия, подразумевающего различный перечень условий. Пожалуйста, обращайтесь в Организационный комитет.

Приглашаем заинтересованные компании принять участие в работе съезда!

**Размер оргвзноса составляет 5 тыс. руб.
Для молодых сотрудников – 3 тыс. руб.**

Оргвзнос включает расходы на аренду помещений и технических средств, типографские расходы, «портфель участника» и др.

МЕСТО ПРОВЕДЕНИЯ СЪЕЗДА

Съезд будет проведен в Научно-методическом Центре (НМЦ) профсоюза работников АПК, г. Москва, поселение Московский, Новомосковского административного округа. Проживание в гостинице НМЦ, примерная стоимость номера 4/2 тыс. руб. (одно/двухместное размещение). Питание заказывается и оплачивается отдельно. Проезд до НМЦ на метро до станции «Филатов луг» далее авт. 189 до остановки «Школа профсоюзов» (около 10-15 мин.).

*Вместе
в будущее!*



ТЕХНОСФЕРА
РЕКЛАМНО-ИЗДАТЕЛЬСКИЙ ЦЕНТР

**100% ГАРАНТИЯ
ПОЛУЧЕНИЯ ВСЕХ НОМЕРОВ**



Стоимость 2200 р. за номер
Периодичность: 10 номеров в год
www.electronics.ru



Стоимость 1450 р. за номер
Периодичность: 8 номеров в год
www.photonics.ru



Стоимость 1450 р. за номер
Периодичность: 6 номеров в год
www.j-analytics.ru

ПОДПИСКА НА ЖУРНАЛЫ

www.technosfera.ru



Стоимость 1300 р. за номер
Периодичность: 8 номеров в год
www.lastmile.ru



Стоимость 1300 р. за номер
Периодичность: 8 номеров в год
www.nanoindustry.ru



Стоимость 1800 р. за номер
Периодичность: 4 номера в год
www.stankoinstrument.ru

24-27.05 2022

УФА  **ВДНХ ЭКСПО**
ул. Менделеева, 158

ОРГАНИЗАТОРЫ



ПРАВИТЕЛЬСТВО
РЕСПУБЛИКИ
БАШКОРТОСТАН



МИНИСТЕРСТВО ПРОМЫШЛЕННОСТИ,
ЭНЕРГЕТИКИ И ИННОВАЦИЙ
РЕСПУБЛИКИ БАШКОРТОСТАН



БАШКИРСКАЯ
ВЫСТАВочная
ЦЕНТРАЛЬ

ТРАДИЦИОННАЯ
ПОДДЕРЖКА



МИНПРОТОРГ
РОССИИ



МИНИСТЕРСТВО
ЭНЕРГЕТИКИ
РОССИИ

СОДЕЙСТВИЕ



30-я юбилейная международная выставка

ГАЗ. НЕФТЬ. ТЕХНОЛОГИИ



 МЕРОПРИЯТИЯ ПРОВОДЯТСЯ С УЧЕТОМ ВСЕХ ТРЕБОВАНИЙ РОСПОТРЕБНАДЗОРА



По вопросам выставки

Бронь стенда www.gntexpo.ru
+7 (347) 246-41-77 gasoil@bvkeexpo.ru

По вопросам деловой программы

Регистрация на форум www.gntforum.ru
+7 (347) 246-42-81 kongress@bvkeexpo.ru

 [gazneftufa](https://www.instagram.com/gazneftufa)  [GasoilTube](https://www.youtube.com/GasoilTube) #газнефтьуфа #гнт #gasoilexpo

Несет свет в анализ ЯМР ...

Новый ЯМР спектрометр ECZ Luminous

ECZ Luminous G 400–1300 МГц

- Старшая модель в линейке с возможностью расширения комплектации под любые задачи.



ECZ Luminous R 400–600 МГц

- Поддерживает высокопольные магниты до 600 МГц включительно. Работает как с жидкими, так и с твердыми образцами, оставаясь ультракомпактным спектрометром.



ECZ Luminous S 400 МГц

- Модель начального уровня. Только для жидких образцов.

