

Новая приставка к ИК-фурье-спектрометру ФТ-801 фирмы «СИМЕКС» для парофазного анализа жидкостей с нагревом пробы до 220 °С*

О. И. Карстен¹, Д. С. Нехорошева², Т. Б. Ежевская¹

УДК 542.2

Подробно описана конструкция приставки для парофазного анализа жидкостей к ИК-фурье-спектрометру ФТ-801. Подчеркнуты преимущества парофазного анализа жидкости, которые позволяют выявить в растворе примесь с концентрацией менее 1%. Острые, узкие, хорошо разрешенные линии отдельных компонентов паровой смеси дают возможность без труда определить ее отдельные компоненты, что невозможно в жидкостных кюветах из-за уширения спектральных линий вследствие сильных межмолекулярных взаимодействий. Отмечены дополнительные возможности и назначение новой приставки к давно зарекомендовавшим себя с самой лучшей стороны ИК-фурье-спектрометрам.

Ключевые слова: ИК-фурье-спектрометр, парофазный анализ, конденсированная среда, поглощение, оптическая плотность, кювета

Научно-производственная фирма «СИМЕКС» (г. Новосибирск, Академгородок) специализируется на разработке и производстве инфракрасных спектральных приборов, среди которых:

- ИК-фурье-спектрометры ФТ-801, ФТ-803 и ФТ-805;
- ИК-микроскопы серии МИКРАН для работы с микрообъектами от 5 мкм;
- приставки МНПВО и НПВО: с алмазом и другими кристаллами, с подогреваемым алмазом и термоконтроллером, с ультрафиолетовым облучением образца;
- приставка РЖК для экспресс-анализа жидкостей с регулировкой толщины слоя по поглощению в режиме онлайн, а также с магнитной ячейкой для количественного анализа при четырех толщинах слоя жидкости;

- приставка диффузного отражения ПРИЗ, дополнительно реализующая один из методов ИК-микроскопии – метод двойного прохождения через образец, раскатанный по зеркальной подложке.

Более 670 приборов фирмы «СИМЕКС» работают сегодня в 140 городах России и за рубежом.

В 2023 году фирма «СИМЕКС» разработала и изготовила, а в 2024 году запустила в серийное производство новую приставку для ИК-фурье-спектрометра ФТ-801 – приставку для парофазного анализа летучих жидкостей в режиме пропускания. Приставка была разработана по инициативе ООО «НВФ БИОСКАН» (г. Ханты-Мансийск), которое изготовило образец своей приставки [1] к имеющемуся у него спектрометру ФТ-801. Результаты апробации образца опубликованы в [2].

Устройство приставки парофазного анализа и техника съемки

Приставка (рис. 1, 2) представляет собой газовую кювету с окнами из селенида цинка, на корпусе которой размещен шприцевой инжектор

* На правах рекламы.

¹ НПФ «СИМЕКС», г. Новосибирск.

² ФГБОУ ВО «Югорский государственный университет», г. Ханты-Мансийск.



Рис. 1. Приставка для парофазного анализа жидкостей

с силиконовой мембраной. Ввод жидкой пробы в кювету осуществляется лабораторным хроматографическим шприцем, с помощью которого прокалывается силиконовая мембрана, и жидкая проба испаряется во внутреннем пространстве кюветы. После полного испарения пробы регистрируется ИК-спектр образовавшихся паров. Для ускорения процесса испарения жидких проб и предотвращения их конденсации на внутренних поверхностях приставки ее корпус оснащен нагревательным элементом, теплоизоляцией и устройством термостатирования. Это позволяет регистрировать ИК-спектры паров жидкостей в диапазоне температур от комнатной до 220 °С.

Учитывая, что в ИК-спектрах газов могут проявляться вращательные колебания молекул, приводящие к расщеплению полос поглощения на ряд более мелких, спектры паров жидкостей регистрируют с более высоким разрешением ($0,5 \text{ см}^{-1}$), чем принято для образцов в конденсированном состоянии (4 см^{-1}).

После регистрации спектра внутренний объем приставки очищается путем продувки инертным газом (аргоном, азотом или др.) через два крана, расположенных на ее корпусе. Перед вводом новой пробы эти краны закрываются, и внутренний объем приставки 50 см^3 становится замкнутым. Оптический путь составляет 15 см, диаметр торцевых окон – 20 мм. Объем жидких проб, рекомендуемых для ввода в приставку при помощи хроматографических шприцов, составляет от $0,1$ до 10 мм^3 и зависит от концентрации анализируемого компонента.

Преимущества парофазного анализа жидкостей

Самое главное – паровая фаза жидкостей позволяет эффективно использовать высокое разрешение спектрометра, что повышает чувствительность измерений. Диагностические пики отдельных компонентов жидких смесей в паровой фазе за счет высокого разрешения прописываются как более узкие и имеющие в разы большую интенсивность, чем при записи с разрешением, характерным для работы с жидкой фазой. Известно, что запись спектров конденсированных сред в жидкостных кюветах или на приставке НПВО с высоким разрешением ($0,5 \text{ см}^{-1}$) не имеет смысла, поскольку в растворе любые полосы из-за сильных межмолекулярных взаимодействий уширяются до значений порядка $1\text{--}10 \text{ см}^{-1}$. Поэтому выявить в растворе примесь с концентрацией менее 1% часто не представляется возможным. Кроме этого, возникают сложности с выявлением отдельных компонентов смеси из-за слияния их полос. Паровая же фаза практически снимает эти проблемы.

Например, регистрируя в паровой фазе спектры водного раствора метанола и варьируя объем пробы в пределах от $0,1$ до 10 мм^3 , с помощью приставки парофазного анализа по полосе поглощения 1033 см^{-1} удастся определять массовую долю метанола в диапазоне от $0,03$ до 100% (рис. 3).

Острые, узкие, хорошо разрешенные линии отдельных компонентов паровой смеси позволяют без труда выявлять ее отдельные компоненты без



Рис. 2. Приставка парофазного анализа жидкостей в фурье-спектрометре ФТ-801. Рядом с прибором контроллер температуры (нагрев рабочего объема приставки – до 220 °С, точность 1 °С)

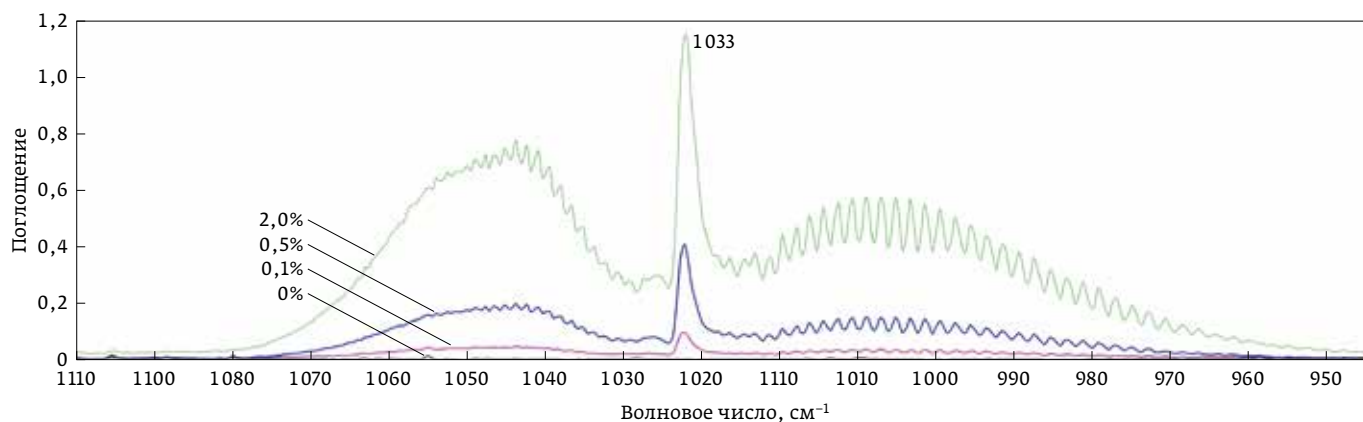


Рис. 3. Полоса поглощения с волновым числом 1033 см^{-1} на инфракрасных спектрах паров воды и спектрах водных растворов метанола с концентрацией 0,1; 0,5 и 2,0% (масс.) при температуре 150 °C . Объем пробы 10 мкл

использования спектральных библиотек, достаточно просто знать положение наиболее выраженных аналитических полос возможных составляющих смесь жидкостей (рис. 4).

Отдельными достоинствами исследований жидкостей в паровой фазе являются стабильность положения максимумов полос поглощения веществ (отклонения не превышают 1 см^{-1}), а также, с высокой точностью, линейная зависимость оптической плотности полос поглощения от концентрации вещества. В конденсированной среде, как известно, нередко наблюдаются как сильное смещение полос в растворах, так и отклонения градуировочных кривых от линейности.

Дополнительные возможности парофазного анализа

Специально для работы с приставкой парофазного анализа сформирована электронная библиотека ИК-спектров растворителей в паровой фазе «Растворители в паровой фазе. IR5», содержащая 51 спектр, зарегистрированный с разрешением $0,5 \text{ см}^{-1}$ [3]. Библиотека предназначена для работы в составе штатного программного обеспечения фурье-спектрометра и применяется для автоматической идентификации ИК-спектров летучих веществ при отсутствии у оператора соответствующих образцов сравнения.

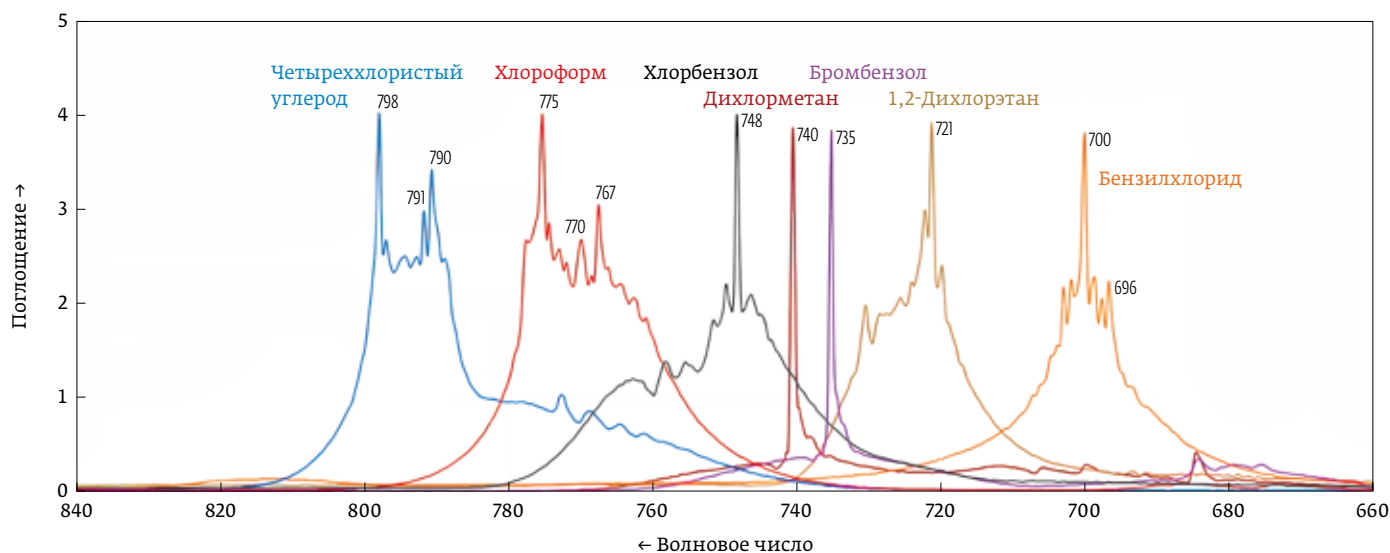


Рис. 4. Спектры галогенпроизводных углеводородов в паровой фазе

СОВРЕМЕННОЕ ОБОРУДОВАНИЕ ДЛЯ ИК ФУРЬЕ-СПЕКТРОСКОПИИ



производство: г. Новосибирск, ул. Мусы Джалиля 3/1

Научно-производственная фирма «СИМЕКС»

ИК фурье-спектрометры ФТ: модели 801, 803 и 805

ИК микроскоп МИКРАН-2 и МИКРАН-3 с картированием для регистрации спектров микрообъектов (от 5 мкм)

- большой набор приставок, в том числе, со встроенной видеокамерой: МНПВО и НПВО с элементами из алмаза, селенида цинка и германия, зеркального и диффузного отражения с разными углами падения и положением образца, фокусирующие для работы с таблетками и объектами произвольной формы, приставки для работы с широкодиапазонным ИК оптоволокном, кюветы жидкостные и газовые, автосамплер на пропускание (20 окон), прессы мини, ручные и гидравлические
- многофункциональное программное обеспечение



Анализатор промышленных газов на базе ФТ-805



Приставки для экспресс-анализа твердых и жидких веществ: НПВО-УФ с алмазом и регулируемый жидкостной конденсор (РЖК) с ячейкой для количественного анализа

Назначение: регистрация в ближней и средней ИК области спектров пропускания, отражения, двойного прохождения, одно- и многократного нарушенного полного внутреннего отражения твердых, жидких и газообразных веществ, с последующей идентификацией, а также для качественного и количественного анализа смесей, содержащих несколько компонентов.

Спектральный ИК комплекс применяется для неразрушающего экспресс-анализа объектов, в том числе, неоднородных по составу: полимеров в виде частиц, пленок и волокон, лакокрасочных покрытий, наркотиков, взрывчатых веществ, материалов документов, горючесмазочных материалов, фармакологических препаратов и **рекомендуется к использованию** в экспертно-криминалистических, судебно-медицинских и других подразделениях различных организаций: МВД, ЦЭКТУ, ФСБ, МЧС, РЖД, Минюста и Минздрава, в т.ч. в Центрах по сертификации и контролю качества лекарственных средств, в производственных, экологических, университетских и научно-исследовательских лабораториях.

Назначение приставки

Приставка парофазного анализа жидкостей предназначена для использования в промышленных и научных лабораториях широкого профиля. Она имеет хорошие перспективы использования в научной практике, для анализов в химической и нефтеперерабатывающей промышленности, входного контроля веществ, а также в области экологического мониторинга.

С полным набором ИК-фурье-спектрометров, приставок и приспособлений к ним, выпускаемых фирмой «СИМЕКС», можно ознакомиться в каталоге на сайте www.simex-ftir.ru

Литература

1. Патент: ИК-спектрометрическая ячейка для определения летучих веществ в паровой фазе. № RU202134U1 от 03.02.21.
2. Нехорошев С. В., Клименко Л. С., Нехорошева Д. С., Ежеская Т. Б., Карстен О. И. Парофазный анализ жидкостей в ИК-фурье-спектрометрах фирмы «СИМЕКС». *Лаборатория и производство*. 2021;2(17):78–84.
3. Свидетельство о государственной регистрации базы данных № 2020622800 РФ.

Авторы / Authors

Карстен Ольга Ивановна, ведущий инженер ООО НПФ «СИМЕКС», г. Новосибирск, Россия. Область научных интересов: инфракрасная спектроскопия органических соединений.

Karsten Olga I., leading engineer SIMEX, R&D Production Company, Ltd Novosibirsk, Russia.
olga@simex-ftir.ru
ORCID: 0009-0006-9893-7046

Нехорошева Дарья Сергеевна, преподаватель ФГБОУ ВО «Югорский государственный университет», г. Ханты-Мансийск, Россия. Область научных интересов: инфракрасная спектроскопия органических соединений. Nekhorosheva Darya S., lecturer, Yugra State University, Khanty-Mansiysk, Russia. Research interests: infrared spectroscopy of organic compounds.
alex-nehor@mail.ru
ORCID: 0000-0002-2534-4956

Ежевская Татьяна Борисовна, к. т. н., директор ООО НПФ «СИМЕКС», г. Новосибирск, Россия. Область научных интересов: Инфракрасная фурье-спектрометрия. Ezhevskaya Tatiana B., Ph.D., Director SIMEX, R&D Production Company, Ltd Novosibirsk, Russia. Area of scientific interests: Fourier transform infrared spectrometry.
tania@simex-ftir.ru
ORCID: 009-0000-1781-7816

Конфликт Интересов / Conflict Of Interest

Авторы заявляют об отсутствии конфликта интересов.
The authors declare that there is no conflict of interest.

Статья поступила в редакцию 11.03.2024
Принята к публикации 25.03.2024



ИЗДАТЕЛЬСТВО «ТЕХНОСФЕРА» ПРЕДСТАВЛЯЕТ КНИГУ:



Юрген Бёккер СПЕКТРОСКОПИЯ

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

Цена 760 руб.

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.

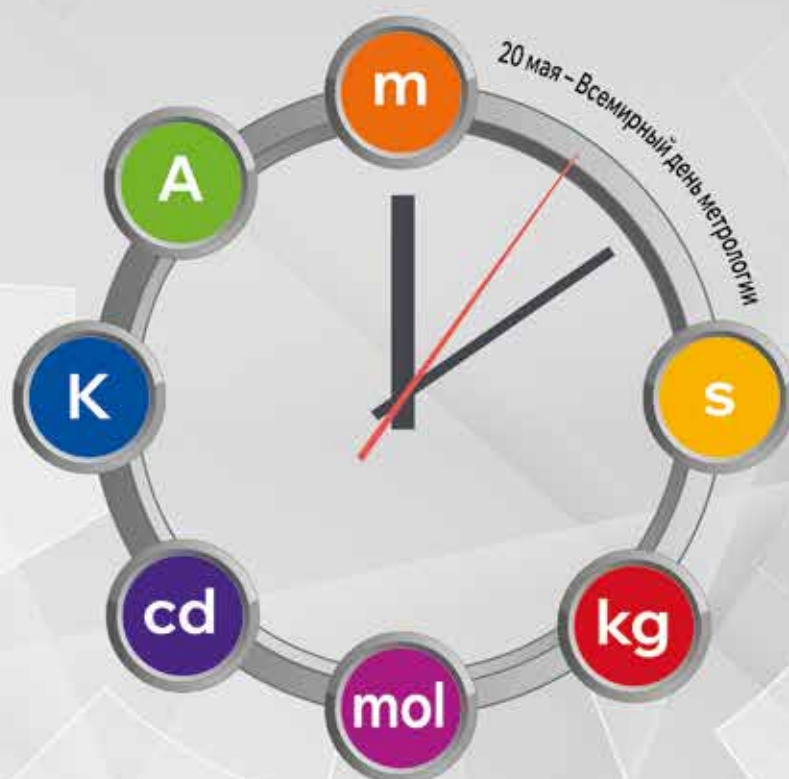
КАК ЗАКАЗАТЬ НАШИ КНИГИ?

125319, Москва, а/я 91; тел.: +7 495 234-0110; факс: +7 495 956-3346; e-mail: knigi@technosphere.ru; sales@technosphere.ru

18-я МОСКОВСКАЯ СПЕЦИАЛИЗИРОВАННАЯ ВЫСТАВКА

metrol expo '2024

**ТОЧНЫЕ ИЗМЕРЕНИЯ –
ОСНОВА КАЧЕСТВА И БЕЗОПАСНОСТИ**



ГЛАВНОЕ СОБЫТИЕ В ОБЛАСТИ
МЕТРОЛОГИИ И ПРИБОРОСТРОЕНИЯ

18–20 июня | Москва
ЦВК “ЭКСПОЦЕНТР” | Павильон №5

Метро “Выставочная”,
Краснопресненская набережная, 14

 metrol.expoprom.ru
 +7 (495) 937-40-23
 metrol@expoprom.ru

Получить
бесплатный
пригласительный
билет:

