ОБОРУДОВАНИЕ SHIMADZU – ЭТО ПЛОЩАДКА ДЛЯ ТВОРЧЕСТВА

ВИЗИТ В ЛАБОРАТОРИЮ КОМПАНИИ "АНАЛИТ"

Аналитическое оборудование компании Shimadzu представлено на рынке России достаточно широко. О его высоких технических и эксплуатационных характеристиках сказано также немало. Но насколько все эти заявленные производителем параметры способствуют главной цели – эффективности аналитических исследований? Ответ на этот вопрос знает лишь тот, кто практически использует оборудование в работе. Весьма полно парк аналитического оборудования Shimadzu представлен в лаборатории компании "Аналит". Данную лабораторию ни в коей мере нельзя назвать демонстрационным залом – в ней проводятся серьезные многоплановые исследования, решаются практические задачи сторонних заказчиков, разрабатываются методики измерений.

О наиболее ярких особенностях оборудования компании Shimadzu, о том, насколько эти особенности способствуют решению практических задач, мы попросили рассказать начальника лаборатории компании "Аналит" Анну Михайловну Захарову. Сразу оговоримся, что мы сконцентрировались в основном на системах спектрометрии и хроматографии, что, конечно же, не исчерпывает все представленное в лаборатории оборудование.

Анна Михайловна, какие задачи решает лаборатория компании "Аналит"?

Наша лаборатория работает с 2006 года. Она аккредитована а системе ГОСТ Р (анализ химических продуктов). Мы проводим достаточно много анализов в своей области аккредитации – анализ пищевой продукции, лекарственных препаратов, нефтепродуктов, разнообразных газов, металлов. Спектр деятельности очень широк. Персонал лаборатории достаточно молод, в основном до 30 лет, все получили высшее химическое образование в ведущих профильных вузах Санкт-Петербурга и Москвы. Поскольку лаборатория постоянно выполняет коммерческие анализы объектов, относящихся к множеству разнообразных областей, мы стремимся поддерживать высокий уровень квалификации наших сотрудников на высоком уровне.

Основное направление деятельности лаборатории – демонстрация возможностей оборудования Shimadzu. Это естественно, поскольку

компания "Аналит" выступает генеральным (и крупнейшим в России) дистрибьютором корпорации Shimadzu. Потенциальные заказчики могут придти к нам, расспросить специалистов об особенностях оборудования, попробовать реально решить какие-то свои задачи на нашем оборудовании, до приобретения прибора. Заказчик заранее может убедиться, насколько оборудование соответствует его задачам, насколько удобно на нем работать.

Кроме того, мы разрабатываем и аттестуем методики анализа для каждого вида оборудования Shimadzu, если стандартных методик по каким-то причинам недостаточно. Например, существующие нормативные документы не удовлетворяют требованиям пользователей. Приобретая определенный прибор, клиенты бесплатно получают доступ ко всем разработанным нами методикам.

На базе лаборатории проводится также обучение специалистов, приобретших оборудование Shimadzu. Здесь можно в индивидуальном порядке освоить технику работы на конкретном приборе, изучить его особенности, ознакомиться с программным обеспечением и методологией анализа.

Каким оборудованием оснащена лаборатория?

Оборудования очень много. Есть установки для исследований механических свойств материалов – тест-машины для испытаний на прочность, на разрыв, сжатие, микротвердомер. Широко представлено различное спектрометрическое оборудование, системы жидкостной и газовой хроматографии и масс-спектрометрии, анализатор общего органического углерода, лазерный анализатор размера частиц, системы пробоподготовки. И все оно активно используется.

Какое спектрометричекое оборудование представлено в лаборатории?

У нас есть спектрометры, использующие различные физические принципы. **ИК-спектрометр IRAffinity-1** (рис.1) предназначен в основном для анализа полимерных материалов. С его помощью можно решать очень широкий круг задач. Например, идентификация состава полимерного материала по ИК-спектру, что сложно выполнить другими методами. Особенность прибора – высокое разрешение и чувствительность. Если для повседневных задач достаточно разрешения на уровне

ИК-спектрометр IRAffinity-1

2 $см^{-1}$, то данная модель позволяет работать с разрешением 0,5 $см^{-1}$. Соотношение сигнал-шум – на уровне 30000:1. Прибор комплектуется множеством различных приставок, которые позволяют анализировать материалы различных форм. Возможен даже анализ без пробоподготовки, что существенно упрощает задачу. Недавно компания Shimadzu анонсировала новую модель ИК-Фурье спектрометра IRTracer-100 с разрешением 0,25 $см^{-1}$ 1 и высочайшей чувствительностью (соотношение сигнал-шум на уровне 60000:1). Увеличится и скорость сканирования – это будет прибор уже другого, более высокого уровня.

Яркий пример анализа, когда достоинства спектрометра проявляются в полной мере – качественный анализ смеси веществ. Разрешение IRAffinity-1 позволяет различить характерные пики отдельных компонентов, решая подобные задачи.

Для быстрого неразрушающего элементного анализа нам служит **рентгенофлуоресцентный энергодисперсионный спектрометр EDX-800** (рис.2). Он позволяет количественно и качественно определять элементный состав самых различных образцов – твердых и жидких, гранул, пластин, пленок. Можно анализировать элементный состав разнообразных металлических изделий, различных сплавов, порошковых проб (для них предусмотрены специальные кюветы). Особенность прибора – широкий диапазон определяемых элементов, от углерода до урана, тогда как у конкурентов подобные спектрометры начинают работать от натрия. Определение легких элементов стало возможным благодаря использованию бериллия в качестве материала окна детектора.

Рентгенофлуоресцентный энергодисперсионный спектрометр EDX-800

Сканирующий волнодисперсионный рентгенофлуоресцентный спектрометр XRF-1800

Не менее важное достоинство спектрометра EDX-800 – очень большая рабочая камера, 300 мм в диаметре и 150 мм высотой. Обычно у подобных приборов она гораздо меньше, и это заставляет резать образец, чтобы исследуемый фрагмент поместился в камеру. Мы же можем исследовать образцы целиком. Например, недавно мы исследовали кухонную тарелку – заказчику важно было понять, действительно ли она сделана из костяного фарфора. Исследуем мы и ювелирные украшения, экологические образцы, например, проводим элементный анализ почвы и т.д.

С помощью цифровой камеры прибор позволяет выбрать любую точку на образце, в которой нужно произвести анализ. Причем с помощью коллиматоров можно задать участок анализируемой поверхности диаметром 1, 3, 5 и 10 мм. В стандартной комплектации предусмотрен набор первичных фильтров пяти типов, что позволяет снизить влияние фона, тем самым увеличить соотношение сигнал-шум и улучшить пределы обнаружения по многим элементам.

Вместе с прибором используется программное обеспечение, позволяющее на основе метода фундаментальных параметров очень быстро получать количественный состав по многим элементам, не используя стандарты. Конечно, очень точную информацию о составе так не получить, тем не менее соотношение элементов определяется достаточно надежно. Если необходимо определять состав с высокой точностью, то используют соответствующие стандарты. Прибор определяет концентрации, начиная от 0,01–0,1% (в зависимости от типа элемента), эффективен для быстрого неразрушающего анализа. И он очень помогает в нашей практической работе.

Для более точного элементного анализа мы используем **сканирующий волнодисперсионный рентгенофлуоресцентный спектрометр XRF-1800** (рис.3). Прибор оснащен мощной – 4 кВт – рентгеновской трубкой и двумя детекторами – проточным пропорциональным счетчиком и сцинтиллятором. Это кристалл-дифракционный спектрометр, соответственно для определения различных элементов необходимы соответствующие кристаллы-анализаторы. Прибор может быть укомплектован 10 кристаллами (что обеспечивает пределы обнаружения от бериллия до урана), однако в базовой конфигурации используется четыре кристалла-анализатора, что обеспечивает определение элементов в диапазоне от кислорода до урана. Смена кристаллов происходит автоматически. Камера прибора термостатируемая (35°С), есть стабилизатор вакуума, что обеспечивает высокую воспроизводимость результатов измерений. Прилагается программа для безстандартного анализа образцов на основе метода фундаментальных параметров. Это очень полезно при анализе неизвестных проб – за достаточно короткое время можно определить их качественный и полуколичественный состав.

Особенность прибора – уже в стандартной комплектации он оснащен автодозатором с турелью на восемь образцов. Возможна установка и автодозатора на 40 позиций. Облучение пробы происходит сверху. Образцы могут быть самыми разными – твердыми, жидкими, в виде порош-

Оптический эмиссионный спектрометр параллельного действия с индуктивно-связанной плазмой ICPE-9000

ков, пленок, гранул. Для жидких и порошковых проб предусмотрены специальные кюветы.

Прибор оснащен сменными коллиматорами, причем минимальный диаметр пятна – всего 250 мкм, можно исследовать распределение заданных элементов по поверхности образца с шагом 250 мкм. Это удобно, например, для анализов геологических образцов, других неоднородных проб. Недавно мы исследовали содержание редкоземельных элементов в пробах цеолитов. Предварительно проводили калибровки по пробам известного состава и определяли содержание этих элементов в исследуемых образцах. У нас наработано достаточно много методик в частности, по анализу ферросплавов в для стекольного производства. Прибор позволяет анализировать металлургические объекты, сплавы, порошковые материалы, жидкие пробы – задачи могут быть абсолютно разные.

В лаборатории представлен и **оптический эмиссионный спектрометр параллельного действия с индуктивно-связанной плазмой ICPE-9000** (рис.4). Этот прибор позволяет одновременно определять до 74 элементов в пробе, его спектральный диапазон – от 167 до 800 мкм. За один анализ мы можем определить как основные компоненты пробы, так и микропримеси. Источником возбуждения спектра является аргоновая плазма.

Прибор отличается очень высоким разрешением, порядка 0,005 нм (на длине волны 200 нм) – выше чем у многих конкурирующих устройств. Оно достигается за счет применения

О ТОМ, НАСКОЛЬКО ПОЛЕЗНА ЛАБОРАТОРИЯ ДЛЯ КОМПАНИИ-ДИСТРИБЬЮТОРА АНАЛИТИЧЕСКОГО ОБОРУДОВАНИЯ, РАССКАЗАЛА АСЯ СЕРГЕЕВНА ИВАНОВА, ЗАМЕСТИТЕЛЬ НАЧАЛЬНИКА ОТДЕЛА ПРОДАЖ КОМПАНИИ "АНАЛИТ"

Лаборатория для нас полезна – не то слово. Ведь для компании "Аналит" приоритетно решение задачи клиента, причем самым оптимальным способом. Нередко заказчики обращаются к нам с достаточно экзотическими задачами. Прежде чем предлагать им какое-то оборудование, мы в лаборатории можем сами проверить, насколько оно эффективно для данной задачи. Сначала сами решаем задачу, и лишь затем предлагаем клиентам уже готовые решения. Например, заказчик планирует искать залежи нефти в шельфе по пробам донных отложений. Соответственно, стоит задача анализа таких образцов. Мы отрабатываем метод на газовом хроматографе GC-2010Plus с парофазным автодозатором и с системой твердофазной микроэкстракции. У заказчика уже стоит такой хроматограф, они будут дооснащать его специальным оборудованием для проведения этого анализа, будучи полностью уверенными в результате.

Современное зарубежное аналитическое оборудование недешево. При этом, кКомпания Shimadzu – далеко не самый дорогой производитель на рынке, тем не менее, прежде чем потратить достаточно большие деньги, многие заказчики хотят убедиться в эффек-

оптической схемы эшелле-спектрометра (благодаря двум эшелле-решеткам разделение спектра происходит не только по длинам волн, но и по порядкам дифракции). В детекторе используется ПЗС-матрица 1024´1024 пиксела. В результате предел обнаружения для большинства элементов составляет 1-10 ppb и ниже.

Главная конструктивная особенность прибора – его спектральный блок находится в вакууме, а не продувается аргоном, как у других производителей. Это позволяет избежать спектральных помех при анализе, экономить аргон и не заниматься продувкой камеры. Не требуется и защищать спектральную оптику. Кроме того, для работы не нужен дорогой сверхчистый аргон (с чистотой 99,995% и выше) – достаточно чистоты 99,95%.

Для различного типа образцов предусмотрены разные системы типы горелок. Образцы на основе органических матриц можно анализировать напрямую. Для анализа водных объектов, которые не обладают высокой засоленностью, предусмотрена достаточно уникальная минигорелка, позволяющая практически вдвое экономить аргон – расход составит порядка 12 л/мин. Для высокосолевых растворов предусмотрена более широкая горелка. Есть набор для работы с пробами, содержащими плавиковую кислоту. Тогда вся кварцевая система меняется на тефлоновую, используется специальная горелка с инжектором, устойчивым к HF. Это актуально для анализа объектов в горнорудной промышленности.

Еще одна важная особенность прибора – оператору достаточно просто включить спектрометр, все остальное выполняется под управлением специальной программы ICPEsolution. Она достаточно удобная для пользователей. Программа содержит большую базу данных длин волн и спектральных влияний для всех элементов. Возможен автоматический выбор длин волн, наименее подверженных спектральным влияниям, определение всех сопутствующих элементов и автоматическая коррекция влияний. Для начинающих пользователей предусмотрена такая опция, как помощник создания метода.

Удобство в том, перед анализом можно задавать не спектральные линии, а просто перечень определяемых элементов, и программа подскажет необходимые действия, вплоть до того, какие стандартные образцы необходимо приго-

тивности оборудования, посмотреть на него в работе, самим поработать на нем. Это вполне понятно, и благодаря лаборатории мы можем предоставить им такую возможность. Причем абсолютно бесплатно. Пользователь может приехать в лабораторию, все посмотреть, даже поработать вместе с оператором на приборе, который планирует приобрести. Можно даже привести свои образцы, сделать пробный анализ и сравнить с результатами исследования этих же образцов на другом оборудовании.

Не менее важен вопрос обучения работе на современном оборудовании. Сейчас у многих пользователей появилась возможность приобретать хорошие приборы, но, к сожалению, не все умеют ими пользоваться. Привыкли к "мокрой химии", к титрованию, к каким-то элементарным методам анализа и боятся работать с дорогими сложными приборами. Для таких пользователей мы предоставляем услугу обучения в нашей лаборатории. Заказчик приезжает и пять рабочих дней учится работать на конкретном приборе. После чего проходит тестирование и получает наш сертификат.

Более того, любой пользователь может обратиться непосредственно в лабораторию по различным вопросам, связанным с эксплуатацией и обслуживанием оборудования. Часто в работе возникают мелкие вопросы, и тут дорогого стоит возможность позвонить и задать вопрос непосредственно специалисту, который постоянно работает с таким же прибором. Это очень удобно.

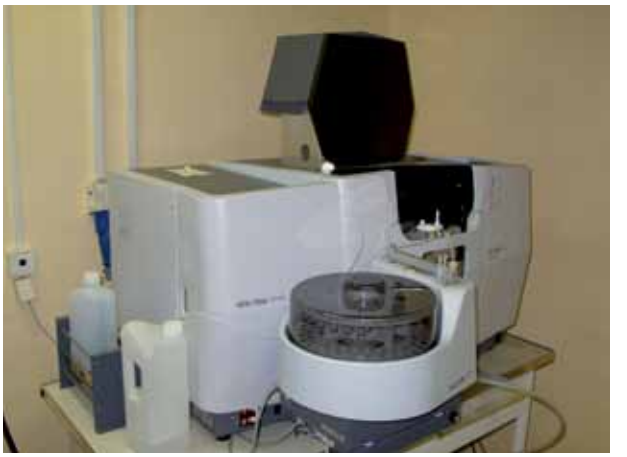
И конечно, очень важно, что в нашей лаборатории разработано достаточно много методик, и их список постоянно расширяется. Иногда заказчики сами заказывают методику. В результате мы можем не просто продать прибор, но и готовую аттестованную методику для него. Клиент покупает не отдельное устройство, а готовое решение. Которое он уже попробовал и все про него знает. Это очень большой плюс перед конкурентами.

товить. Можно выбрать для анализа спектральную линию, которая наиболее интенсивна и свободна от помех. Если это невозможно, программа предлагает произвести съемку спектра специального корректирующего стандарта того или иного элемента и учесть наложение спектра этого элемента на исследуемую спектральную линию. Для элементов у которых мало спектральных линий (типа серы, фосфора) пользователь может добавить любую линию, пользуясь справочником спектральных линий, например, таблицами Зайделя. Это действительно очень удобная и важная особенность нашего прибора.

Достоинства ICPE-9000 проявились в нашем недавнем исследовании. У одного из крупных производителей майонеза возникла проблема загрязнения металлами одного из компонентов – подсолнечного масла. Причем было непонятно, на каком этапе происходит загрязнение – еще у поставщика в ходе доставки, либо – на какой-то стадии технологического процесса. Были отобраны пробы на разных этапах этой цепочки, мы исследовали довольно крупную партию подсолнечного масла, в основном на содержание металлов, и сумели определить, где же происходит загрязнение. В этой работе очень помогла способность прибора одновременно идентифицировать множество компонентов в пробе.

Для массовых рутинных измерений мы используем **атомно-абсорбционный спектрометр AA7000F Full System** (рис.5). Этот прибор предназначен в основном для определения металлов и металлоидов в различных соединениях, на уровне средних, низких и следовых концентраций.

Одна из немаловажных особенностей прибора – в нем установлено два атомизатора – пламенный и электротермический (графитовая печь). Тип атомизатора задается программно, при работе он автоматически выдвигается в нужное положение. В приборе используется турель на 6 ламп с полым катодом, которые не требуют юстировки, что тоже немаловажно для упрощения пользования. Каждая лампа позволяет анализировать только один химический элемент. Во время работы одной лампы следующую можно прогревать, что существенно экономит время анализа. Все это позволяет достичь пределов обнаружения 0,1–0,01 ppm с пламенным атомизатором и 0,1–0,01 ppb – с электротермическим. С прибором удобно работать. В универсальный автодозатор с турелью на 60 виал достаточно установить



Атомно-абсорбционный спектрометр AA7000F Full System

образцы, задать все параметры дозирования и разбавления (при необходимости) – и оператору остается только дождаться результатов анализа.

Мы широко применяем спектрометр AA7000 при решении экологических задач – для анализа почвы, воздуха, воды, продуктов питания, фармацевтических субстанций на содержание неорганических примесей. Используем прибор и для подтверждения результатов, полученных другими методами. Спектр работ достаточно широкий.

Каким хроматографическим оборудованием оснащена лаборатория?

Хроматография – это в основном метод анализа состава и содержания органических веществ. Мы оснащены как газовым, так и жидкостным хроматографическим оборудованием Shimadzu. **В области высокоэффективной жидкостной хроматографии используем модели двух серий – Prominence (LC-20A) и Nexera (LC-30A)** (рис.6). Одна из особенностей этого оборудования – блочная конфигурация. Это что очень удобно – прибор, как из конструктора, можно собирать под конкретную задачу, докупать нужные блоки – например, дополнительные детекторы, специфичные для анализа определенной группы веществ.

Модели серии Prominence присутствуют на рынке с 2005 года, они прекрасно себя зарекомендовали для решения самых разных задач, как в сфере рутинного анализа, так и в исследовательской работе. Особенность модели Nexera LC-30A – возможность сверхбыстрой хроматографии. Она позволяет работать при давлении до 130 МПа и

Системы ВЭЖХ серий Nexera LC-30A (слева) и Prominence LC-20A (справа)

Газовый хроматограф GC-2014

температуре до 150°С. Благодаря ультрабыстрой жидкостной хроматографии можно значительно сократить время исследований: если стандартный анализ, в зависимости от задачи, длится 20–40 минут, то на оборудовании Nexera LC-30A его можно провести за 5–10 минут.

Модель Nexera LC-30A позволяет реализовать режим так называемой "зеленой хроматографии". Используя воду в качестве подыижной фазы при температурах близких к 150оС и высоких давлениях, можно обеспечить такую же степень разделения как при использовании традиционных органических растворителей – ацетонитрила или метанола, не загрязняя при этом окружающую среду. Кроме того, оборот и учет этих веществ достаточно сложен, ацетонитрил входит в список прекурсоров наркотических веществ, метанол вообще не купить без специальной лицензию. Поэтому замена этих соединений на воду – реальный выход для многих лабораторий. Такой подход – будущее хроматографии.

В области газовой хроматографии в лаборатории используются две модели – GC-2010Plus и GC-2014. Система GC-2010Plus (рис.7) предназначена для исследований, требующих высокой чувствительности. В ней мы в основном используем капиллярные колонки – тонкий длинный кварцевый капилляр с нанесенной внутри селективной фазой для анализа определенных веществ.

Модель GC-2014 (рис.8) служит для рутинных анализов. Она ориентирована на использование набивных (насадочных) колонок – металлические трубки заполняются насадкой, покрытой слоем неподвижной жидкой фазы, придающей колонке необходимые свойства.

Особенность газовых хроматографов серии 20 – возможность "быстрой" хроматографии в стандартной конфигурации приборов, меняются только колонки: для быстрой хроматографии используют более узкие капиллярные колонки (0,1 мм) с тонким слоем неподвижной фазы. Приборы обладают исключительно высокой чувствительностью за счет применения детекторов нового поколения – пламенно-ионизационного и пламенно-фотометрического. Причем можно установить одновременно вплоть до четырех детекторов. Немаловажная особенность – очень быстрое охлаждение термостата колонок, от 450° до 50° менее чем за 3–4 минуты. Это позволяет существенно повысить производительность системы.

Две колонки в термостате хроматографа GC-2014

Многофункциональный автодозатор AOC-5000Plus с хроматографом GC-2010Plus

Хроматомасс-спектрометр GCMS-QP2010Ultra

Однако главная, принципиальная особенность хроматографов компании Shimadzu – в них изначально заложена возможность создавать различные конфигурации аналитических систем, и не только за счет модульного построения, но и благодаря особенностям конструкции. Например, в газовых хроматографах серии 20 предусмотрено место для трех инжекторов и четырех детекторов. Термостат позволяет использовать несколько колонок (рис.9). Можно установить пневмосистему переключения потока газа. Благодаря этому на наших приборах легко реализуется задача многомерной хроматографии. По сути, это площадка для творчества.

Газовый хроматограф удобно использовать с многофункциональным автодозатором AOC-5000Plus (рис.10). Автоматическое дозирование жидких образцов позволяет избежать погрешностей ручного дозирования. Кроме того, некоторые жидкости, например, краски, нельзя непосредственно ввести в прибор, поскольку они портят хроматографическую колонку. Однако их можно анализировать на содержание летучих органических соединений парафазным методом, поскольку состав равновесной паровой фазы отвечает составу жидкости. Для парофазной экстракции предназначена специальная приставка к дозатору AOC-5000Plus.

Еще одна интересная возможность автодозатора – твердофазная микроэкстракция. Для этого необходимо установить специальный шприц, в игле которого находится волокно-сорбент. Игла шприца вводится в паровую фазу образца, из нее выдвигается волокно и погружается в пробу, выдерживается в ней и поднимается обратно в иглу. После чего вместе с иглой вводится прямо в инжектор хроматографа. Вещества, которые адсорбировались на волокно, попадают прямо в газовый поток и начинается анализ. Таким образом мы селективно извлекаем из пробы интересующие образцы. Причем возможна как автоматизированная, так и ручная микротвердофазная экстракция.

Метод газовой хроматографии дополняет и расширяет масс-спектрометрия. Она позволяет наряду с количественным анализом на уровне следовых концентраций определять и качественный состав образцов. Мы используем **хроматомасс-спектрометр GCMS-QP2010Ultra** (рис.11) – исследовательскую модель с одностадийным квадрупольным детектором обладающую высочайшей чувствительностью в своем классе, а также высочайшей скоростью сканирования. Прибор построен на основе хроматографа GC-2010Plus. Применена двухстадийная система вакуумирования – масляный форвакуумный насос создает предварительный вакуум, затем двухканальный турбомолекулярный насос обеспечивает рабочий вакуум в ионном источнике и области квадруполя. Предусмотрено два режима – качественного анализа состава и селективного анализа заданных соединений. При селективном анализе можно на порядок поднять чувствительность к определенным соединениям.

Среди особенностей прибора можно отметить широкий диапазон масс (1,5–1090 m/z) и очень высокую чувствительность – до 1 пг. Отношение сигнал-шум для 1 пг октафтор-

нафталина составляет 850. Максимальная скорость сканирования – 20 тыс. а.е.м./с , по этому параметру модель GCMS-QP2010Ultra превосходит все существующие в настоящее время настольные квадруполи . Это позволяет реализовывать на практике схемы с быстрой многомерной хроматографией и квадрупольным масс-спектрометрическим детектированием. А ведь именно скорость детектирования стала камнем преткновения для других производителей при реализации схем многомерной хроматографии на квадруполях.

Возможности прибора существенно расширяет термодесорбер – мы используем систему Unity 2 компании Markes International. Термодесорбер в составе хроматомасс-спектрометра позволяет проводить анализ примесей в газовых пробах, в основном в воздухе – атмосферный воздух, воздух рабочей зоны и т.п. Для анализа используются специальные трубки, заполненные сорбентом. Через них прокачивается воздух, на сорбент осаждаются примеси. Затем трубка устанавливается в ячейку термодесорбера, там прогревается, примеси десорбируются и попадают в в криоловушку. Там они фокусируются до следующей стадии, далее происходит резкий нагрев криоловушки (скорость до 1000С/С), компоненты резко десорбируются и попадают в колонку газового хроматографа. В колонке происходит разделение примесей с последующей идентификацией в масс-спектрометрическом детекторе.

Как и хроматограф GC-2010Plus, система GCMS-QP2010Ultra – это конструктор, площадка для творчества. Например, сейчас реализована схема с двумя аналитическими линиями – одна идет от инжектора прямого ввода, во вторую колонку поток поступает с термодесорбера. Один прибор позволяет одновременно проводить анализ сорбционных трубок и непосредственно вводить пробы жидких веществ. Можно реализовать и более сложные схемы, в этом достоинство систем Shimadzu.

Прибор GCMS-QP2010Ultra, в частности, используется в ряде медицинских учреждений, для диагностики заболеваний на основании результатов анализа биологических жидкостей – крови, мочи, плазмы.

Отмечу еще два очень полезных прибора – анализатор общего органического углерода и лазерный анализатор размера частиц.

Анализатор общего органического углерода серии TOC-L

Анализатор общего органического углерода серии TOC-L (рис.12) незаменим в экологическом анализе. Например, при анализе сточных вод, если нужна оценка из суммарной загрязненности органическими веществами, а не покомпонентный анализ. Прибор позволяет определять содержание общего углерода, органического и неорганического углерода, отдуваемого и неотдуваемого органического углерода, а также общего азота.

Принцип действия прибора основан на сжигании образцов на катализаторе до CO2 при температуре всего 680°С. Это достаточно низкая температура, что позволяет снизить энергопотребление до 600 Вт. Содержание CO2 регистрируется ИК-детектором и определяется исходная масса углерода. Предусмотрена и специальная компактная приставка TNM-L для определения общего содержания азота. В ней происходит каталитическое окисление азота до NO (720°С), который регистрируется на хемилюминесцентном детекторе.

Существует возможность анализа жидких, твердых и газообразных проб. Для анализа твердых образцов предусмотрена специальная приставка SSM-5000A. С ее помощью можно исследовать почву, донные отложения, смывы с поверхности и т.д. Для анализа морской воды разработана специальная каталитическая трубка, она позволяет проводить до 2000 анализов.

Компания Shimadzu выпускает четыре модели анализаторов TOC-L. Они различаются чувствительностью по углероду – 50 и 4 мкг/л, а также способом управления – только

с внешнего компьютера или также напрямую с панели встроенного процессора. Прелесть прибора в том, что он абсолютно автоматический. К нему подсоединяют вспомогательные растворы – вода, кислота. Пользователь задает только объект анализа – органический углерод, неорганический углерод и т.п., дальше прибор все сделает сам, включая пробоподготовку – если нужно, подкислит пробу, барботирует ее. Еще одна особенность – модели с нормальной чувствительностью (50 мкг/л) могут работать от компрессора со специальным комплектом доочистки воздуха, не используя баллоны с чистым воздухом. Конечно, для высокочувствительной модели необходим либо генератор чистого воздуха, либо чистый воздух в баллонах.

Прибор специализирован для рутинных измерений, в основном для экологических задач. У нас есть постоянный заказчик – фармацевтическая компания, для которой мы периодически тестируем содержание углерода в очищенной воде. Кроме того, сейчас мы занимаемся разработкой методики контроля чистоты фармацевтического оборудования после отмывки перед очередным синтезом. С помощью тампонов из наборов для валидации берутся смывы проб с химического оборудования. Эти тампоны помещаются в виалы с водой, выдерживаются в ультразвуковой ванне, затем воду анализируют на содержание углерода, тем самым контролируя чистоту оборудования. Поскольку фармацевтические продукты – это в основном органические вещества, все они содержат углерод, по его содержанию можно контролировать наличие примесей. Ведь для этого не нужен специфический анализ, один метод позволяет обнаружить любое органическое соединение.

Лазерный дифракционный анализатор размеров частиц SALD-2300 (рис.13) позволяет определять распределение частиц по размерам от 17 нм до 2,5 мм – это очень широкий диапазон, пожалуй, на пределе физических возможностей метода. Благодаря столь широкому диапазону один прибор подходит практически для всех типов задач.

Принцип действия прибора – на основе образца формируется суспензия и помещается в прибор. Можно использовать проточную ячейку с ультразвуковым диспергатором или наливную кювету с механической мешалкой – важно, чтобы частицы во время измерений оставались в состоянии взвеси. Взвесь просвечивается лазером и по дифракции лазерного луча регистрирует размер частиц. Угол рассеяния луча обратно пропорционален размеру частицы. В приборе используется всего один лазерный источник (красный полупроводниковый лазер, 680 нм) и система детектирования с датчиком прямого рассеяния (в форме крыла), а также детекторов обратного и бокового рассеяния. Таким образом удается контролировать широкий диапазон углов рассеяния, соответственно – широкий диапазон размеров частиц.

Применение всего одного лазерного источника важно для повышения достоверности измерений. В подобных устройствах обычно используют два-три последовательно переключаемых лазера, за время переключения которых может произойти и агломерация частиц, и их дефрагментация. Время анализа очень мало, распределение частиц по размерам сразу отображается на экране компьютера.

Еще одна уникальная особенность системы SALD-2300 – в ней используется очень мощный насос, который позволяет проводить анализ очень плотных веществ, до 7,8 г/см3 – т.е. можно анализировать распределение по размерам стальных шариков. Прибор может оснащаться специальным блоком для анализа сухих веществ, не переводя их в суспензию.

В целом, прибор удобен тем, что позволяет работать с любой средой – можно использовать не только воду, но и любой растворитель, емкостная ячейка позволяет работать с вязкими средами, например, с масляными. Есть специальная система для анализа высококонцентрированных проб – с концентрацией до 10–20%. При таких концентрациях оптическое поглощение в пробе очень велико, поэтому используется специальная кювета – фактически два стекла, одно из них с углублением, между которыми тонким слоем наносится проба.

С помощью прибора SALD-2300 мы выполняем самые разные измерения – распределение частиц по размерам в пробах почв, анализы степени измельчения шоколада. Исследовали и очень мелкодисперсную эмульсию с инактивированным вирусом (частицы порядка 400 нм), и механические примеси в воде. Были задачи контроля размеров частиц в

порошковых покрытиях. Очень много фармацевтических задач – контроль размеров частиц методом лазерной дифракции закладывают в фармакопейные статьи, например, нормируется максимальная доля число какого-то диаметра. Подобные анализы проводим и мы.

Ваша лаборатория оснащена очень разнообразным оборудованием. Дает ли его совместное применение какой-либо дополнительный эффект?

Действительно, достоинство нашей лаборатории – разнообразный парк оборудования, позволяющий проанализировать одну и ту же пробу разными методами, исследовать ее органические и неорганические составляющие. Плюс высококвалифицированный персонал. Благодаря этому лаборатория заняла нишу нестандартных анализов – мы беремся за задачи, которую не решают другие лаборатории, работающие по стандартным методикам. Наша основная работа – именно исследовательская, а не в выполнении рутинных анализов. Это относится и к коммерческим анализам – мы специализируемся на исследовании проб неизвестного состава, выявлении каких-то особенностей, которые не обнаружить при стандартных подходах.

Достоинства нашего парка оборудования проявляются, например, при определении элементного состава руды. Прежде чем исследовать состав количественно, мы оцениваем его качественно с помощью рентгенофлуоресцентного метода – выявляем, какие элементы содержатся в пробе. Одновременно безстандартным методом определяем примерное соотношение между компонентами. Затем можно более точно измерить содержания элементов методом оптический эмиссионный спектрометри с индуктивно-связанной плазмой, особенно элементов с низким содержанием, при необходимости провести анализ на атомно-абсорбционном спектрофотометре.

Задачи исследования проб органических веществ также требуют одновременного применения нескольких методов. Совсем недавний пример: от наших пользователей поступила проба жидкости – что-то капало у них с потолка. Нужно было выяснить, что это такое. Сначала мы исследовали пробу методом хроматомасс-спектрометрии. Установили, что в ней не содержатся летучие органические соединения. Затем использовали ИК-спектрометр и выявили состав этой пробы – оказалось, что это органическое, но не летучее соединение. Параллельно мы исследовали пробу методом рентгенофлуоресцентной спектромерии на содержание неорганических компонентов. Кроме того, проводили исследования и методами "мокрой химии", посредством качественных реакций на определенные элементы. Использовав пять различных методов, решили поставленную задачу. И это лишь один из множества примеров того, что можно делать, имея разнообразный парк современного оборудования.

Спасибо за интересный рассказ.

С А.Захаровой и А.Ивановой беседовал И.Шахнович