

ЭЛЕМЕНТНЫЙ АНАЛИЗ: ОТ КАЛИБРОВКИ ДО РЕЗУЛЬТАТА НОВЫЕ РЕШЕНИЯ НА ВЫСТАВКЕ ANALYTICA 2016

К.Гордеев, И.Шахнович

Компания "НКЦ "ЛАБТЕСТ" работает на российском рынке более 12 лет. Она поставляет решения для молекулярного и изотопного анализов, для определения размеров и формы частиц, проведения исследований свойств поверхности, магнитных свойств материалов, для проведения биохимических исследований. Одно из важнейших направлений работы компании – элементный анализ. На выставке analytica 2016 свои решения демонстрировали некоторые из ключевых партнеров, представленных компанией "НКЦ "ЛАБТЕСТ" на российском рынке – производители оборудования и материалов для лабораторий, специализирующихся на элементном анализе. Это фирмы Xenometrix, Teledyne Leeman Labs, Teledyne CETAC Technologies и Inorganic Ventures. Мы попросили рассказать представителей этих компаний об особенностях их продукции. Но сначала – слово **генеральному директору компании "НКЦ "ЛАБТЕСТ" Александру Евгеньевичу Каменщикову.**



"НКЦ "ЛАБТЕСТ"

Элементный анализ в России востребован практически везде – это металлургия, производство удобрений и авиационных материалов, экология, пищевая промышленность, фармацевтика, криминалистика, нефтяная промышленность, химия, микроэлектроника и т.д. Среди прочих аналитических методов значительное место занимают спектрометрия с индуктивно-связанной плазмой (ИСП), с дугой постоянного или переменного тока, рентгеноспектральный анализ (РФА). Причем все эти методы эффективно дополняют друг друга.

Для элементного анализа жидких проб традиционно используют ИСП-спектрометры – как оптические эмиссионные (или атомно-эмиссионные, ИСП-АЭС), так и масс-спектрометры (ИСП-МС). Данные технологии приобрели огромную популярность благодаря уникальным свойствам плазменного (ИСП) источника фотонов или ионов, к которым в первую очередь можно отнести высокую температуру и стабильность. В результате, ИСП-спектрометры характеризуются самым незначительным влиянием матрицы, низкими пределами обнаружения и максимальной достоверностью получаемых результатов измерений. В частности, это позволяет во многих случаях калибровать прибор по образцам, существенно отличающимся по матричному составу от анализируемой пробы. Например, для калибровки можно использовать искусственные калибровочные смеси в подкисленной водной среде, а измерять – сплавы сложного состава.

А.Каменщиков

Одним из мировых лидеров в производстве атомно-эмиссионных спектрометров с индуктивно-связанной плазмой является компания Teledyne Leeman Labs (США). Ее приборы зарекомендовали себя как надежные и стабильные "рабочие лошадки", которые используют в лабораториях, предъявляющих самые жесткие требования к точности анализа, и при этом анализируют образцы сложного матричного состава, включая органическую основу. Широкая линейка спектрометров серии Prodigy позволяет подобрать конфигурацию, максимально соответствующую специфике лаборатории.

Однако в ряде случаев использование ИСП-спектрометров вызывает определенные трудности. Например, в стандартной комплектации предусмотрен анализ только жидких проб. Конечно, существуют приставки, позволяющие анализировать и твердые образцы, такие как лазерная и искровая абляция, электротермическое испарение. Однако при этом возрастает стоимость оборудования, усложняется его применение и не всегда достигаются требуемые метрологические параметры. Поэтому для работы с твердыми образцами чаще используются другие методы. Один из них – спектрометрия с дугой постоянного или переменного тока (электродуговая АЭС). Сегодня наиболее совершенные дуговые спектрометры Prodigy DC Arc выпускает компания Teledyne Leeman Labs (США).

Однако в элементном анализе твердых проб гораздо шире применяются рентгенофлуоресцентные спектрометры, и, в частности, их наиболее экономичная разновидность – энергодисперсионные спектрометры (ЭДРФА). Конечно, у данного метода есть недостатки. Он в значительной степени чувствителен к матричному составу и структуре образцов, требует коррекции спектральных наложений, не всегда обладает требуемой чувствительностью, особенно по отношению к легким элементам. Необходимо как прикладывать определенные методические усилия, так и применять технологические приемы, чтобы обеспечить правильность получаемых результатов. Так, для получения адекватного результата анализа

неоднородной пробы ее желательно сначала перемолоть, неплохо бы также и просеять, а еще и спрессовать. Хотя наиболее высокая точность достигается после сплавления пробы, когда полностью разрушена структура материала. Зато когда стандарты подобраны и методика отработана, то процесс анализа оперативен, надежен и прост. Во многих случаях он занимает несколько минут.

Для нагруженных лабораторий очень важна эффективная автоматизация процесса анализа. Мировым лидером в производстве автосамплеров для атомно-абсорбционных (АА), атомно-эмиссионных и масс-спектрометров является Teledyne CETAC Technology (США). Автосамплеры этой компании, а также специальные системы подачи пробы совместимы со спектрометрами всех мировых производителей данного оборудования. Использование таких систем позволяет не только автоматизировать анализ, но также увеличить его производительность, повысить чувствительность, точность, снизить влияние окружающей среды. При этом появляется возможность формализации, протоколирования, контроля качества и прослеживаемости процесса. Наши специалисты смогут оперативно подключить такую систему к любой модели ИСП-АЭС, ИСП-МС или АА-спектрометра любого ведущего мирового производителя, интегрируя туда как сам автосамплер, так и автоматическую систему разбавления, ускоренного ввода пробы, десольватации, ультразвукового распыления. При этом мы сможем адаптировать систему к анализу нефтепродуктов, масел, проб, содержащих HF, ультрачистых проб, микропроб.

ИСП-источник ионов обладает рядом преимуществ, и зачастую от него невозможно отказаться. А необходим анализ твердых проб, без перевода их в раствор. В этом случае мы сможем предложить широкий спектр систем лазерной абляции производства Teledyne CETAC Technology – от фемтосекундных до длинноволновых, которые мы интегрируем с любым квадрупольным либо магнитосекторным масс-спектрометром. В результате лаборатория получает возможность проводить как локальный, так и

общий элементный либо изотопный анализ.

Так как в основном любой спектральный анализ – это сравнительный метод измерения, важнейшим фактором, влияющим на его правильность, является калибровка. Мы поставляем жидкие калибровочные стандарты, производимые компанией Inorganic Ventures. Они используются для калибровки спектрометров, их настройки, а также контроля качества анализа. Важным нововведением Inorganic Ventures является патентованная технология ТСТ (Transpiration Controlled Technology), позволяющая увеличить срок хранения раствора в закрытом виде до четырех лет.

В кратком интервью невозможно полноценно рассказать о всех наших производителях, даже ограничиваясь областью элементного анализа, поэтому призываю заглянуть на наш вебсайт (www.lab-test.ru), где достаточно лаконично и структурировано представлена информация о поставляемом нами оборудовании, комплектующих и материалах для элементного анализа.

Подчеркну, что практически все поставляемое нами оборудование сертифицировано, включено в Государственный реестр

средств измерений и обеспечено методиками поверки. Зачастую мы в сотрудничестве с метрологическими организациями выполняем работы как по первичным, так и по повторным поверкам оборудования.

Принципиальным для нас является то, что за очень редким исключением всю техническую и методическую поддержку поставляемого нами оборудования мы оказываем силами наших специалистов. За все 12 лет работы у нас не было случая, чтобы мы собственными силами не смогли восстановить неисправный прибор.

Отмечу, что "НКЦ "ЛАБТЕСТ" – это клиентоориентированная компания. Мы работаем так, чтобы в первую очередь работать с нами было удобно. В частности, заказчикам очень важно, чтобы нужная ему продукция поставлялась в минимальные сроки и по минимальным ценам. В этом нам помогает собственная система управления и планирования ресурсов (ERP). Она позволяет снизить сроки обработки заказов, прогнозировать, что потребуется в ближайшее время для пополнения склада. С помощью ERP-системы мы сумели снизить операционные затраты, а вместе с ними – и цену товаров для потребителя.



Рентгенофлуоресцентная спектроскопия, компания Xenometrix

Израильская компания Xenometrix специализируется на производстве энергодисперсионных рентгенофлуоресцентных спектрометров (ЭДФА). В 2008 году она приобрела компанию Jordan Valley, авторитетного разработчика и производителя ЭДФА-анализаторов с более чем 30-летним опытом. Линейка ЭДФА-спектрометров

Xenometrix включает мобильные, настольные и лабораторные приборы.

На выставке analytica 2016 компания Xenometrix представила одну из своих последних разработок – настольный ЭДФА-спектрометр с промежуточными мишенями Genius IF. Об основных особенностях этого прибора нам рассказал **директор по продажам и маркетингу компании Xenometrix Яир Розенцвейг (Yair Rosenzweig)**.

"Наша компания производит энергодисперсионные рентгенофлуоресцентные спектрометры, различающиеся по форме исполнения и мощности. Мы предлагаем как мобильные устройства, так и высокомошные стационарные лабораторные системы. Наши решения используются в широком спектре задач, от научных исследований в академических институтах до полевых и производственных аналитических лабо-

раторий. Привлекательность рентгенофлуоресцентной спектроскопии как аналитического метода обусловлена тем, что он почти не нуждается в пробоподготовке, обеспечивает быстрый многоэлементный неразрушающий анализ, позволяет вести скрининг неизвестных компонентов в широком диапазоне матриц, включая жидкие и твердые образцы, суспензии и дисперсии, порошки, пасты и т.п. Помимо элементного анализа, ЭДРФ может применяться для измерения толщины и состава тонких пленок и многослойных покрытий. В силу этого ЭДРФ-анализаторы широко используются в работе экологических служб, в морском и горном деле, на предприятиях нефтяной и нефтехимической промышленности, цветной и черной металлургии.

Представленный на выставке настольный ЭДРФ-спектрометр Genius IF имеет целый ряд конструктивных особенностей, выгодно отличающих его от других приборов. Начнем с того, что он весьма небольшой по размерам (55×55×32 см) и по желанию заказчика даже может быть выполнен в мобильном варианте для передвижной лаборатории. Конструкция спектрометра такую адаптацию допускает и вполне соответствует требованиям стандарта MIL 810E по стрессоустойчивости. При весьма портативных размерах наш ЭДРФ-анализатор оснащен мощным рентгеновским источником (50 Вт, 50 кВ), что в несколько раз выше, чем у аналогов Genius IF. Диаметр фокального пятна может изменяться для работы с пробами разных размеров. Высокая мощность источника позволяет неразрушающим образом определять содержание элементов от миллионных долей до 100%.

В приборе Genius IF реализована уникальная запатентованная Xenometrix технология широкоугольной геометрии WAG (Wide Angle Geometry). Однако, основной характерной особенностью данного спектрометра являются встроенные вторичные мишени. Излучение рентгеновской трубки первоначально воздействует на атомы вторичной или, иначе, промежуточной мишени, выполнен-



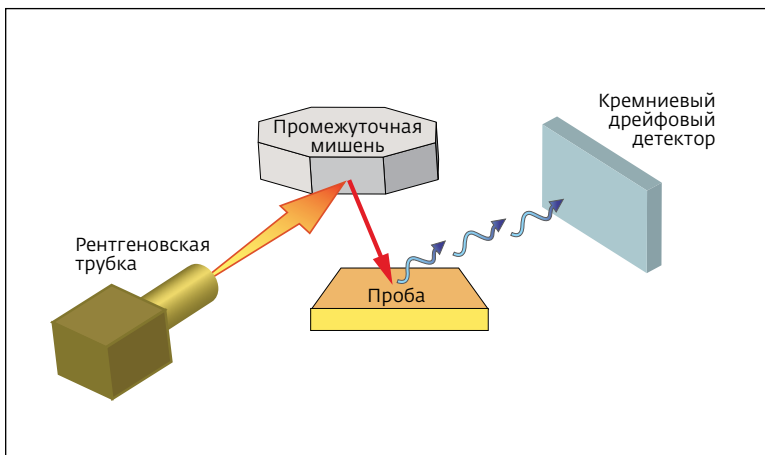
ЭДРФ-анализатор Genius IF



Встроенный автосамплер Genius IF

ной из чистого металла. Это приводит к возбуждению электронов k-уровней материала мишени, и в результате возникающей флуоресценции облучение образца становится "монохроматичным". В приборе используется восемь сменных вторичных мишеней (Si, Ti, Fe, Gd, Ge, Zr, Mo, Sn). Также в него встроено восемь программно настраиваемых фильтров, с помощью которых, подбирая диапазон спектра возбуждения, можно с большей точностью анализировать содержание неосновных и следовых элементов.

Высокое разрешение спектральных линий (вплоть до 125 эВ) в Genius IF обеспечивает чувствительный кремниевый дрейфовый детектор (SDD) с ультрамалым временем отклика. Для определения легких элементов предусмотрен SDD-



ЭДРФ-анализ с использованием вторичной (промежуточной) мишени

детектор со сверхтонким бериллиевым входным окном (SDD LE – Light Elements). Если стандартная модель SDD позволяет анализировать элементы от фтора (9) до фермия (100), то с помощью детектора SDD LE диапазон элементов расширяется и становится от углерода до фермия.

Genius IF оснащен встроенным авто-самплером со сменным ротором карусельного типа, что позволяет одновременно анализировать восемь либо 16 образцов. Весь процесс измерений автоматизирован и проводится под управлением программного обеспечения на персональном компьютере в среде ОС Windows. Достаточно задать мощность и набор элементов в каждой ячейке автосамлера, чтобы программа самостоятельно подобрала необходимые фильтры и вторичные мишени. Конструкция прибора обеспе-

чивает 100%-ную защиту от излучения и соответствует всем европейским нормативам безопасности. При этом его эксплуатация не требует специальных разрешений контролирующих органов.

Уже в июле 2016 года ожидается выход новой версии программного обеспечения, в которой предусмотрен еще более дружелюбный пользовательский интерфейс, сопряжение с мобильными устройствами. Оператору придется вводить меньше параметров, это, соответственно, снизит уровень требования к его квалификации, облегчит внедрение ЭДРФ-спектрометра, расширит круг пользователей прибора.

Xenometrix имеет представительства во многих странах мира. Мы крайне заинтересованы в российском рынке, где наши интересы представляет компания "НКЦ "ЛАБТЕСТ". В вашей стране потенциальная потребность в таких приборах, как ЭДРФ-анализаторы Genius IF, весьма высока. Помимо чисто научных исследований, он полезен для анализа образцов при добыче и производстве минерального сырья: цемента, гипса, бокситов, фосфоритов; в металлургии при синтезе полимеров; для контроля содержания серы при переработке нефти. Genius IF не будет лишним в лабораториях, занятых экологическим мониторингом, контролем качества продуктов питания, парфюмерии и лекарственных препаратов. Поэтому мы, конечно, рассчитываем на дальнейший рост парка нашего оборудования у российских пользователей".

АЭС-ИСП дуговые спектрометры, анализаторы ртути. Компания Teledyne Leeman Labs
Компания Teledyne Leeman Labs (США) с середины 1970-х годов специализируется на производстве оптических спектрометров – дуговых, атомно-эмиссионных с индуктивно-связанной плазмой, анализаторов ртути, а также принадлежностей к ним. Многие из ее разработок в этой области по праву считаются пионерскими. Специалисты

Leeman Labs первыми в мире предложили использовать в ИСП-спектрометрах эшелле-решетки (1979 г.), первыми выпустили настольную модель этого прибора (1981 г.), первыми создали стандартный анализатор ртути.

На выставке analytica 2016 компания продемонстрировала новый высокодисперсионный оптико-эмиссионный ИСП-спектрометр Prodigy Plus и обновленную линейку анализаторов ртути. Об этих

разработках Teledyne Leeman Labs рассказал специалист компании Брюс МакАллистер (Bruce MacAllister).

"Нашей самой последней разработкой является ИСП-спектрометр Prodigy Plus. Его продажи начнутся только в конце лета, однако в целом работа завершена. Модель Prodigy Plus, дальнейшее развитие линейки наших ИСП-спектрометров, вобрала в себя все лучшие технологии предшественников. Она столь же удобна в использовании, как Prodigy 7, и столь же приспособлена к работе с самыми разными по сложности объектами, как предыдущая модель Prodigy.

В ИСП-спектрометре Prodigy Plus используется длиннофокусный 800-мм эшелле-полихроматор (в отличие от 500-мм в Prodigy 7). Его оптическая схема полностью зеркальная, в ней отсутствуют линзы, а значит, и хроматические aberrации. Фокус настраивается на требуемую точку плазмы горелки с помощью автоматически подстраиваемого коллиматорного зеркала. Эшелле-спектр формируется в результате разложения светового потока в двух перпендикулярных направлениях: по диапазонам (с помощью призмы) и по длинам волн (с помощью дифракционной эшелле-решетки). Спектрометр сочетает в себе одновременно высокую светосилу и оптическое разрешение, лучше чем 7 пм на длине волны 200 нм. Это позволяет надежно определять следовые содержания примесей в образцах с самым сложным матричным составом.

В спектрометре Prodigy Plus спектр целиком и одновременно регистрируется полноформатным двумерным КМОП-детектором, поверхность которого состоит из 3,38 млн. пикселей размером 15 мкм (1840×1840). Детектор специально разработан для приборов семейства Prodigy, активная площадь его КМОП-матрицы – 28×28 мм, она является едва ли не самой большой на рынке. Такой размер матрицы детектора позволяет одновременно определять все спектральные линии во всем спектральном диапазоне. Для минимизации темнового тока детектор снабжен

системой охлаждения Пельте.

Как и предшественник, Prodigy Plus работает в стандартном диапазоне 165–1100 нм. Однако опционально он может быть увеличен в УФ-область до 135–1100 нм, для чего используется дополнительная система регистрации. Расширение диапазона в область глубокого ультрафиолета позволяет определять в анализируемых образцах галогены (например, хлор), что важно в целом ряде технологий. Для точной подстройки положения спектральных линий используется классический способ – с помощью встроенной ртутной лампы, что дополнительно позволяет эффективно диагностировать работу систем спектрометра.

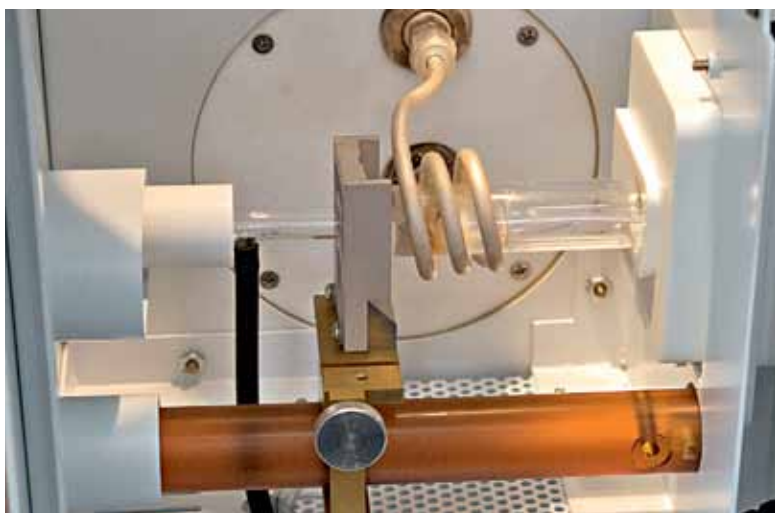
Отдельного внимания заслуживает система ввода пробы и конструкция плазменной горелки. Прежде всего, спектрометр можно заказать как с вертикально (радиальное наблюдение плазмы), так и горизонтально (осевое или двойное наблюдение) расположенной горелкой. При этом всегда есть возможность переконфигурировать спектрометр уже на месте его эксплуатации. Конечно, все-таки желательно заранее



Б.МакАллистер



ИСП-спектрометр Prodigy Plus



Крепление плазменной горелки. Черная вертикальная трубка – "воздушный нож"



Юстировочная шкала и замок крепления плазменной горелки

решить, какую конфигурацию выбрать, исходя из предполагаемых аналитических задач – анализ следовых количеств в несложных однотипных образцах либо работа с самыми различными пробами с содержанием матричных компонентов в растворе до 2% и выше.

Однако даже при осевом наблюдении плазмы влияние матрицы минимально благодаря эффективному удалению "холодного хвоста" с помощью "воздушного ножа". Такое решение устраняет эффекты холодной плазмы, негативно влияющие на результаты анализа. При этом исключен контакт плазмы с элементами входной оптики, в результате чего не происходит отложения веществ предыдущих проб, нет источников перекрестных загрязнений – все вещество эффективно отсекается и удаляется потоком воздуха вытяжной вентиляции.

Сама по себе конструкция кварцевой плазменной горелки очень удобна для пользователей. Она легко снимается и разбирается. Все загрязнения, которые неизбежно отлагаются на трубках, легко удаляются. Положение горелки можно регулировать с помощью системы Twist-n-Lock. Данная система позволяет, с одной стороны, жестко фиксировать положение горелки на станине, а с другой, с помощью юстировочной шкалы подстраивать ее положение в зависи-



Демонтированная плазменная горелка

мости от типа анализируемых образцов. Причем такую подстройку можно проводить и при работающей плазме. Горелка крепится посредством специального замка; ее легко снять и поставить обратно, не нарушая настроек.

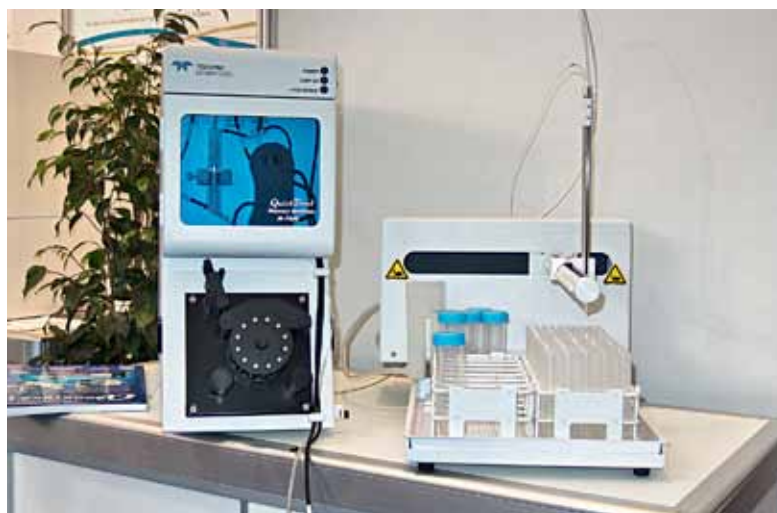
Новая система Prodigy Plus будет производиться параллельно с Prodigy 7. Она чуть менее экономична с точки зрения расхода аргона, но при этом обладает более широкими аналитическими возможностями. Prodigy Plus, безусловно, найдет применение в самых различных лабораториях – от чисто научных, академических, занимающихся элементарным

химическим анализом, до отраслевых, производственных, работающих в сфере экологии, геологии, металлургии, горной, нефтяной, нефтехимической, химической, пищевой, фармацевтической отраслей промышленности и т.д.

Так, компания "НКЦ "ЛАВТЕСТ" имеет опыт внедрения спектрометров семейства Prodigy в лабораториях, работающих с высокотоксичными и радиоактивными веществами, например, на предприятиях ГК "Росатом". Для этого специалисты компании переделывают спектрометры в исполнение с перчаточным боксом, внутри которого располагается только система ввода пробы, горелка, индуктор и небольшой автосамплер, а снаружи – все остальные блоки спектрометра, включая оптику и генератор. Такие системы позволяют полностью изолировать оператора от воздействия опасных веществ, содержащихся в анализируемых образцах, и при этом обеспечить сервисный доступ ко всем блокам спектрометра.

Отмечу, что для работы с твердыми образцами мы предлагаем электродуговые спектрометры Prodigy DC Arc. Они незаменимы там, где требуются низкие пределы обнаружения и минимальная пробоподготовка. Такие приборы широко используются в контроле материалов атомной промышленности, цветной металлургии, в геологии, при производстве графита – там, где необходимо анализировать содержание примесей ниже чем 10^{-4} – 10^{-6} %. Например, в чистых металлах, минералах и труднорастворимых оксидах.

Помимо Prodigy Plus, мы демонстрируем на выставке analytica 2016 расширенную линейку анализаторов ртути. Все модели этих приборов разработаны для решения конкретных задач и различаются физическими методами измерения, диапазоном анализируемых концентраций, типом исследуемых материалов. Так, например, анализатор Нудга П_с рассчитан на сырье, имеющее твердую и полутвердую матрицу, – продукты питания, растения, рыбу, почву и др. Он не требует предварительной



Анализатор ртути QuickTrace M-7600 с автосамплером



Реакционная зона QuickTrace M-7600

пробоподготовки, работает на основе атомно-абсорбционной спектроскопии холодного пара и позволяет определять ртуть в количестве от 1 пг до 1,5 мкг (25 мкг в расширенном режиме). Определение основано на сжигании образца, накоплении ртути в коллекторе и фотометрическом измерении интенсивности полосы поглощения ее паров. В качестве источника используется ртутная

лампа. Поскольку такой метод практически не зависит от состава матрицы, прибор очень просто калибровать. Для этого можно использовать чистые растворы, а затем анализировать любые сложные матрицы. Ближайший "родственник" – анализатор Hydra II_{AA} – уже ориентирован на работу с водными растворами, содержащими ртуть в концентрациях от 5 нг/л до 1 мг/л. Причем благодаря модульной конструкции прибор Hydra II_C несложно превратить в Hydra II_{AA}.

В анализаторе QuickTrace M-8000 в качестве метода измерения используется атомная флуоресценция холодного пара, что позволяет работать с чрезвычайно низкими концентрациями ртути в растворе – ниже 0,05 нг/л. При этом он отличается высоким динамическим диапазоном – до 400 мкг/л. Высока и линейность – более четырех порядков величины.

Новинкой является прибор QuickTrace M-7600, который предназначен для анализа только жидких проб. В отличие от других анализаторов семейства, он выпускается без автосамплера, который можно поставить отдельно. Измерение производится методом атомной абсорбции холодного пара. Проба отбирается с помощью перистальтического насоса. Ртуть в образце динамически восстанавливается добавлением раствора хлорида олова, а ее пары подхватываются противотоком аргона, пропускаются через мембранную ячейку осушителя Nafion и вносятся в фотометрирующую ячейку. Диапазон измеряемых концентраций составляет от 0,5 нг/л до 500 мкг/л. Отмечу, что именно этот прибор сегодня наиболее интересен для лабораторий контроля качества воды, в том числе – российских".



Н.Вестевей

Системы пробоподготовки и автосамплеры, компания Teledyne CETAC Technologies

Компания Teledyne CETAC Technologies (США) с 1985 года производит системы автоматического отбора, подготовки и ввода проб: автосамплеры, делютеры, системы десольватации, лазерной абляции и др. Их используют в комплекте с атомно-абсорбционными, атомно-эмиссионными ИСП

и масс-спектрометрами ИСП различных производителей. О наиболее интересных разработках, представленных на выставке analytica 2016, рассказывает менеджер по развитию бизнеса Teledyne CETAC Technologies в Европе, на Ближнем Востоке и в Африке Ник Вестевей (Nick Westaway).

"Наша компания более 30 лет специализируется на разработке и производстве

автоматизированных систем, повышающих быстроту, точность и надежность проведения различных видов анализа, прежде всего, системах масс-спектрометрии с индуктивно-связанной плазмой и оптической эмиссионной ИСП-спектрометрии. На выставке мы представляем наиболее интересные, свежие решения, повышающие аналитические возможности спектрометров за счет улучшения технологий дозирования проб и ввода образцов, как жидких, так и твердых. Прежде всего, остановимся на системах десольватации/распыления образцов. Они основаны на нескольких физических принципах, включая ультразвуковое распыление и мембранные технологии.

Одна из важных задач, стоящих перед специалистом, работающим на ИСП-спектрометре, – устранение полиатомных влияний. Большинство из них возникают в результате взаимодействия вещества пробы с растворителем (водой, кислотами, органикой) в зоне плазмы факела. Это, как правило, ионы оксидов, гидридов, карбидов, хлоридов и др. Данные задачи эффек-



Система десольватации с нагревом Aridus II с автосамплером ASX-112FR

тивно решает десольватационная система распыления AridusII, которая не только эффективно снижает полиатомные влияния, но и повышает чувствительность практически в 10 раз.

Принцип работы Aridus II основан на удалении нагретых паров растворителя, проникающих через тефлоновую мембрану. При этом частицы пробы беспрепятственно поступают в плазму спектрометра. В системе Aridus II образец распыляется с помощью концентрического фторопластового микрораспылителя C-Flow и проходит через нагретую до 110°C фторопластовую камеру. Образовавшийся

пар направляется в десольватационный модуль с нагретой фторполимерной мембраной, где пары растворителя, проходя через поры мембраны, уносятся противотоком аргона.

Инертные материалы, из которых изготовлены все компоненты Aridus II, устойчивы к воздействию агрессивных кислот, включая плавиковую, что исключает внесение собственных загрязнений. Система Aridus II выполнена по модульной конструкции. Все узлы можно легко снять, чтобы заменить или очистить. Например, десольватационный модуль с мембраной при необходимости снимается и очища-

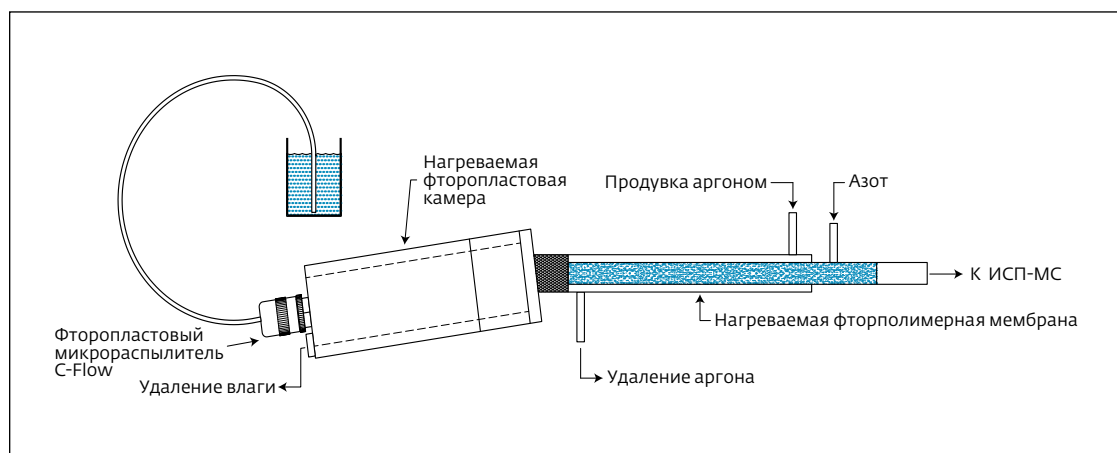


Схема работы Aridus II



Ультразвуковой десольватирующий распылитель U6000AT+

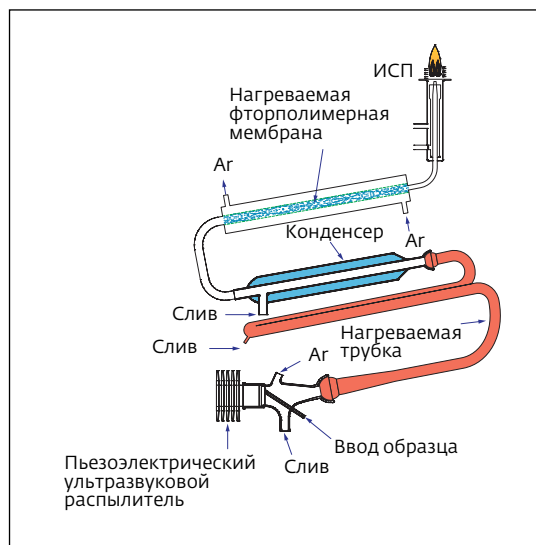


Схема работы U6000AT+

ется соответствующим растворителем. Для более эффективного устранения перекрестных загрязнений система может автоматически промываться с помощью внешнего модуля QuickWash с интервалом 10-160 с.

Совместно с системой десольватации Aridus II может использоваться автосамплер, например ASX-112FR, рассчитанный на пробы объемом от 200 мкл до 15 мл. Он также выполнен из некорродирующих деталей, не содержащих открытых металлических частей. Все три прибора: Aridus II, ASX-112FR и QuickWash – могут координировано работать под управлением общего программного обеспечения. Десольватирующий комплекс хорошо сочетается с большинством ИСП-масс-спектрометров. Он широко используется при анализе биологических образцов, в фармацевтической и клинической практике, а также в геологии и полупроводниковом производстве, где применяются высокоактивные вещества.

Для работы с ИСП-АЭС спектрометрами предпочтительным является ультразвуковой десольватирующий распылитель U6000AT+. Он предназначен в основном для задач, где требуется увеличить чувствительность спектрометра, а также для образцов в летучих органических растворах. U6000AT+ эффективен и для анализа методом ИСП-МС. Удаление водных и органических растворителей повышает

стабильность плазмы и позволяет избавиться от осаждения сажи на горелке. Отмечу, что совместно с U6000AT+ можно применять модуль ВСХ-100, обогащающий вводимые образцы кислородом для дожигания сажи.

В системе U6000AT+ жидкий образец посредством перистальтического насоса подается в камеру с пьезоэлектрическим ультразвуковым распылителем, с помощью которого раствор превращается в мелкодисперсный аэрозоль. Он подхватывается током аргона и пропускается через электрически нагреваемую трубку, а затем – через охлаждаемый конденсер. При этом происходит удаление конденсата. Осушенный аэрозоль проходит через нагретую до 160°C фторполимерную мембрану, размещенную в нагревательной камере. Остатки растворителя проходят через мембрану и уносятся противотоком аргона, аналогично тому, как это происходит в Aridus II. Использование системы U6000AT+ позволяет увеличить чувствительность ИСП-спектрометра от двух до пяти раз.

Для работы с твердыми образцами мы предлагаем различные системы лазерной абляции. Одна из них – LSX-213 G2+. Такая система позволяет полностью исключить этап химического разложения анализируемого твердого образца. Воздействие лазера на анализируемый материал приводит к возникновению аэрозоля твердых



Система лазерной абляции LSX-213 G2+



Платформа с держателями для образцов

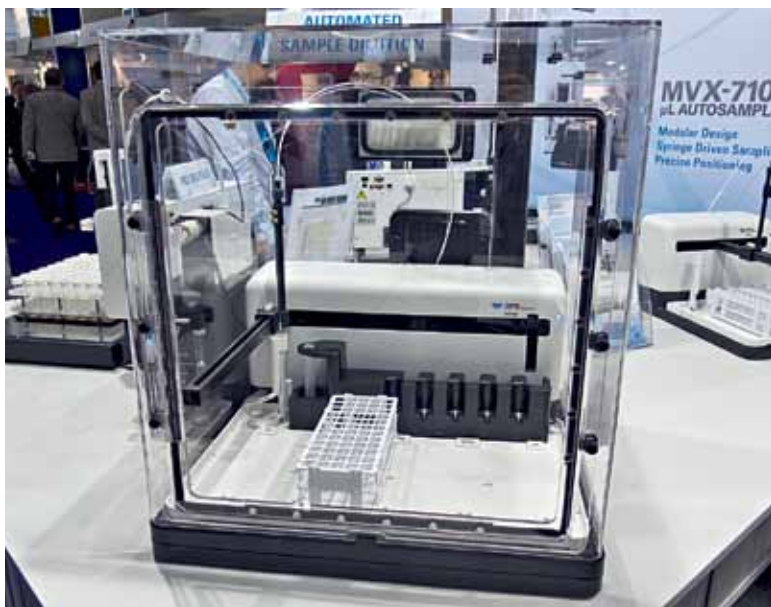
частиц, которые подхватываются током газа-носителя и переносятся в горелку ИСП-спектрометра. В приборе используется мощный Nd:YAG-лазер с длиной волны 213 нм. Сам лазер размещен в герметичном кожухе. Система подачи лазерного луча механически и термически изолирована для обеспечения высокой стабильности параметров. Образец размещается на съемной платформе с держателями, куда также могут устанавливаться и калибровочные стандарты, и другие образцы. Можно задавать энергию импульсов (более 4 мДж) и частоту их повторения (до 20 Гц), а также диаметр лазерного пятна от 4 до 200 мкм. Все эти параметры устанавливаются программно. Для наведения лазерного пучка на нужную область поверхности образца используется встроенный микроскоп с ПЗС-камерой, с выводом изображения на монитор компьютера.

Система лазерной абляции LSX-213 G2+ совместима с любыми ИСП-спектрометрами. Она эффективна в определении элементного состава минералов, металлов, прозрачных стекол, керамических материалов, пластмасс, биологических материалов и др. И, соответственно, прибор используют для определения как элементного состава, так и соотношения изотопов, например при геологическом датировании. Он также позволяет определять профиль содержания примесей по глубине образца,

анализировать дефекты, картировать микроскопические объекты, в том числе биологического происхождения.

Помимо устройств непосредственного ввода образцов в ИСП-спектрометры, Teledyne CETAC Technologies представила новые устройства пробоотбора, в производстве которых мы многие годы занимаем лидирующие позиции. Конечно, наши автосамплеры совместимы с различными аналитическими системами, где требуется точный автоматизированный ввод пробы, включая дозирование и разбавление. Однако в первую очередь они ориентированы на ИСП- и АА-спектрометрию. Сразу отмечу, что все детали автосамплеров выполнены из некорродирующих, химически инертных материалов (в основном пластмассы и пластмассовые покрытия). Рабочее пространство пробоотборников закрывается кожухом для защиты от загрязнений, содержащихся в воздухе. Автосамплеры выпускаются под разные образцы: под чистую воду, органические растворы, нефтепродукты, для работы с микрообразцами и т.д.

Одна из стандартных систем – автосамплер ASX-560. Он пришел на смену давно и хорошо себя зарекомендовавшему во множестве лабораторий ASX-520. В новой модели модифицирована электроника, улучшен пользовательский интерфейс, ее легче обслуживать. Для удаления сле-



Автосамплер ASX-560



Автосамплер MVX-7100 µL Workstation

дов загрязнений поддерживается двойной промыв дозатора. Лоток ASX-560 вмещает до четырех штативов, рассчитанных на конические центрифужные пробирки (всего до 90 пробирок). Встроенный перистальтический насос обеспечивает регулируемую скорость подачи жидкости от 0,1 до 80 мл/мин. Улучшились скоростные характеристики и управление перемещением модуля отбора.

Автосамплер ASX-560 сопрягается с компьютерной системой управления

спектрометром. Можно подключать и внешние устройства, например авторазбавитель, что позволяет в автоматическом режиме оптимизировать концентрацию определяемых веществ. Благодаря высокой стабильности и надежности, автосамплер может непрерывно работать семь дней в неделю, 24 ч в сутки.

Интересна модель автосамплера MVX-7100 µL Workstation, которая разрабатывалась специально для работы с ИСП-масс-спектрометрами и рассчитана на образцы объемом порядка 5 мкл. Основная сложность при спектрометрическом анализе такого малого объема вещества состоит в точном отборе пробы и равномерном, но лимитированном по времени вводе. Для этого система может поддерживать внутри стабильный поток с расходом вплоть до 1 мкл/мин. Причем отобранный объем не контактирует с перистальтическим насосом, а посредством петли ввода сразу направляется в спектрометр для анализа. После этого шприц и вся система обязательно дважды промываются.

Общая рабочая зона автосамплера составляет 25,4×15,3 см. Благодаря высокой точности перемещения микрошприца, автосамплер MVX-7100 µL Workstation поддерживает работу с планшетами для микротитрования, включающими до 384 микролунок. Автосамплер также способен отбирать пробы путем прокалывания крышки и переноса отобранных аликвот в микролунки для обработки необходимыми реактивами (до шести). Для уменьшения потерь от испарения в системе используется термостатирование лотков с помощью элементов Пельтье. Кроме того, система охлаждения позволяет использовать микроавтосамплер для работы с биологическими объектами.

Автосамплер обеспечивает высокую точность и воспроизводимость анализов. А модульная конструкция позволяет не только удобно разместить прибор в лаборатории, но и расширить его возможности подключением дополнительных устройств (например, стойки с термостатированием, шприца или микрораспылителя, с расходом 3–10 мкл/мин)".

Калибровочные образцы, компания Inorganic Ventures

Компания Inorganic Ventures (США) с 1985 года специализируется на производстве сертифицированных стандартных (калибровочных) образцов неорганических веществ, предназначенных для различных областей химического анализа. О возможностях компании и особенностях ее продукции рассказал директор Inorganic Ventures по зарубежному бизнесу Джеффри Итл (Jeffrey Itle).

"Компания Inorganic Ventures на рынке уже более 30 лет. Мы специализируемся на стандартных образцах, применение которых весьма широко. Они используются для калибровки различного аналитического оборудования, прежде всего спектрометрического (атомно-адсорбционной спектрометрии, оптической и масс-спектрометрии с индуктивно-связанной плазмой), в также как стандартные вещества в ионной хроматографии, рН-метрии, кондуктометрии, методах классической неинструментальной "мокрой" химии, для контроля качества воды и т.п.

Сегодня в нашем каталоге более 1300 позиций, и с каждым годом их количество увеличивается. Ассортимент очень разнообразен. В нем представлен 71 элемент периодической таблицы Менделеева, которые наиболее востребованы в аналитических исследованиях. Мы поставляем стандартные образцы как в виде одноэлементных растворов в широком диапазоне концентраций (от 0,001 до 10 000 мкг/мл), так и в виде многоэлементных растворов, составленных в соответствии с калибровочными требованиями оборудования ведущих мировых производителей. Inorganic Ventures производит стандарты различных катионов и анионов, включая цианиды, буферные растворы, а также специализированные продукты, предназначенные для анализа качества питьевой воды, экологического и фармакологического контроля.

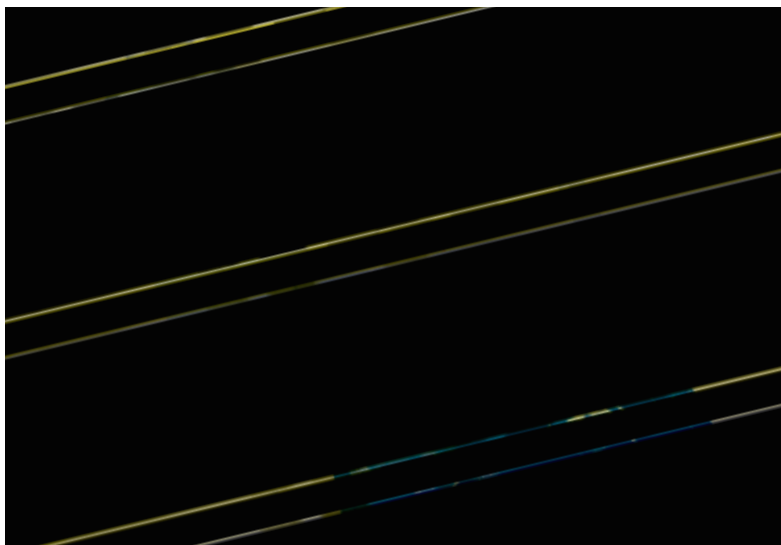
Inorganic Ventures всегда идет навстречу пожеланиям заказчиков. Мы обязательно найдем решение, если какой-либо лаборатории будет нужен набор стандартов, которого нет в нашем каталоге, или потребуется нестандартная упаковка как по объему, так и по повышенным требованиям к ее защищенности. Более того, мы стараемся учесть появление подобных запросов в будущем.

Отличительная особенность продукции Inorganic Ventures – высокое качество выпускаемых стандартных образцов. Оно обеспечивается многоуровневой системой контроля на каждой стадии производства, упаковки и хранения в соответствии с международными стандартами, такими как ISO Guide 34 "General Requirements for the Competence of Reference Materials Producers", ISO 17025 "General Requirements for the Competence of Testing and Calibration Laboratories" и ISO 9001 "Quality Management System". Кроме того, на образцы, предназначенные для аналитических исследований в лабораториях экологического и фармакологического контроля, получены сертификаты Агентства по охране окружающей среды США (EPA) и Фармакопей США (UPS) соответственно.

Одна из основных проблем работы с аналитическими стандартами – ограниченность срока их годности. Проблема в том, что при их хранении, а особенно – когда растворы постоянно используются, происходит испарение воды через крышку и стенки тары. При этом калибровочная концентрация веществ изменяется и через какой-то момент выходит за пределы допустимых погрешностей, то есть приписанные значения становятся недостоверными. Чтобы воспрепятствовать этому процессу и увеличить время исполь-



Дж.Итл



Качество стандартных образцов Inorganic Ventures при хранении гарантирует герметичная ТСТ-упаковка

зования калибровочных стандартов, Inorganic Ventures провела специальные исследования. В результате компания разработала и запатентовала специальную технологию упаковки продукции - ТСТ (Transpiration Control Technology, технология контролируемого испарения). Она позволила минимизировать влагопотери и увеличить гарантированный срок годности наших стандартов до четырех лет при хранении на складе и от нескольких месяцев до года при активном использовании.

Важнейшая задача для компании - не просто производить продукты, но и оперативно поставлять их заказчикам. Сегодня в 55 странах мира действуют региональные представительства Inorganic Ventures, включая Восточную Европу и Россию. Мы предлагаем удобные условия по срокам поставки и транспортировки заказанных стандартных образцов. Кроме того, Inorganic Ventures обеспечивает техническую консультативную поддержку своих заказчиков. Специалисты компании даже подготовили и опубликовали целую библиотеку необходимых пособий, включающую подробные руководства по процедурам приготовления стандартных образцов, проведению следового анализа, по методам спектрометрии с индуктивно-связанной

плазмой, а также другие материалы, касающиеся решения частных аналитических задач. Все они доступны как на сайте компании, так и в печатной форме. Кроме того, возникшую конкретную проблему возможно оперативно обсудить непосредственно с представителями Inorganic Ventures по телефону или через Интернет.

В России наши интересы представляет компания "НКЦ "ЛАБТЕСТ". Это позволяет нам быть предельно близко к российским клиентам, общаться с ними на русском языке. Немаловажно, что компания содержит региональный склад нашей продукции. Это важно, поскольку основной европейский склад Inorganic Ventures находится в Испании. Поэтому стандартный срок исполнения заказа для российского клиента может занять до четырех-шести недель: одна-две недели уйдет на его формирование, одна неделя - на транспортировку к российской границе, одна неделя - на прохождение таможенного контроля, плюс еще некоторое время, чтобы продукт дошел до конечного пункта - лаборатории-заказчика. Однако зачастую калибровочные образцы требуются срочно, и при их наличии на региональном складе поставка возможна в течение одного-двух дней. Даже если в заказе образцов больше, чем на региональном складе, мы обеспечим срочную частичную поставку. Это позволит практически немедленно начать запланированные исследования, тем временем обычным порядком поступят недостающие образцы.

С Россией мы связываем немалые перспективы. На российском рынке Inorganic Ventures рассчитывает на развитие партнерства с компаниями, работающими в металлургической, горной, фармацевтической, химической и других отраслях промышленности, с лабораториями тестирования и контроля в областях экологии, фармацевтики, товаров потребления и др. Надеемся на активное развитие сотрудничества с представителями академической и университетской науки".

