

**М.А. Смирный, Я.Б. Тарасова**

Представительство «Термо Техно ЛЛС» в Украине, Киев

## **РЕШЕНИЯ КОМПАНИИ «ТЕРМО ТЕХНО» ДЛЯ НАУЧНЫХ ИССЛЕДОВАНИЙ И ПРОМЫШЛЕННЫХ ЛАБОРАТОРИЙ**



Компания «Термо Техно» создана в 2000 г. на базе российского представительства международной корпорации Thermo Fisher Scientific (TFS) и является эксклюзивным дистрибьютором спектрометрических, дифрактометрических и оптико-эмиссионных аналитических приборов (линия ARL), производимых на заводе TFS в Швейцарии.

Основные направления: поставки оборудования для отбора, транспортировки, подготовки и анализа проб; комплексные поставки для лабораторий по направлениям: материаловедение, композитные материалы, биотехнологии и др.; автоматизация аналитических процессов под задачи клиента при полном управлении проектами; создание научных и методических разработок, участие в создании научных демоцентров; услуги, включающие сервисное обслуживание, модернизацию, поставку запасных частей и обучение.

Ключевые слова: рентгеновская спектроскопия, дифракция, элементный и фазовый анализ, дисперсные системы.

### **Основные виды приборов «Термо Техно» для научных исследований:**

**оптико-эмиссионные спектрометры** — определение содержания различных химических элементов в диапазоне от долей ppm до десятков процентов в различных металлах и сплавах;

**энергодисперсионные спектрометры высокого разрешения** — проведение неразрушающего, в т. ч. нестандартного анализа материалов, содержащих элементы от Na до U в диапазоне концентраций от ppm до 100 %, для проб различных форм и размеров;

**рентгенофлуоресцентные спектрометры** — элементный анализ жидкостей, твердых веществ и порошков на содержание элементов от Be до U в диапазоне концентраций от долей ppm до 100 %;

**рентгеновские дифрактометры** — определение неразрушающим методом анализа фа-

зового состава и структуры различных веществ — металлов, полимеров, минералов, керамики, тонких пленок, наноматериалов;

**анализаторы размеров и дзета-потенциала частиц, поромеры** — комплексное исследование высокодисперсных систем, в т. ч. измерение размеров, концентрации, дзета-потенциала и формы частиц в органических и неорганических суспензиях и эмульсиях с частицами от нм до мм и концентрацией дисперсной фазы от ppm до 50 %; автоматизированный анализ стабильности дисперсных систем; измерение распределения пор по размерам и удельной поверхности пористых материалов.

Приводим краткое описание наиболее востребованных моделей:

### **Оптико-эмиссионные спектрометры**

Многоканальные оптико-эмиссионные спектрометры **ARL 3460** для рутинного анализа и **ARL 4460** для измерений с повышенной точностью и чувствительностью предназначены

для проведения быстрого и качественного анализа металлов и включений как в исследованиях и разработке, так и в промышленных лабораториях:

- ✦ в металлургии — сталь, чугун, цветные металлы;
- ✦ в машиностроении — сталь с низким содержанием С, N, O;
- ✦ в авиационной промышленности — суперсплавы (лопасти двигателей), алюминий;
- ✦ в автомобильной промышленности — чугун (двигатели), Mg (автомобильные диски);
- ✦ в пищевой промышленности — нержавеющая сталь, алюминий;
- ✦ в металлообрабатывающей промышленности и др.

Функциональные особенности ARL 3460, ARL 4460 — широкий диапазон анализируемых элементов, калибровка CNOPS, распознавание металлических и неметаллических включений, расчет индекса чистоты, анализ проб диаметром до 3 мм.

Воспроизводимость, надежность и стабильность результатов — главные преимущества этого инструмента. которые гарантирует сердце оптической системы — хорошо зарекомендовавшая себя 1м оптическая схема Пашена—Рунге в вакуумной камере термостабилизированного чугунного корпуса спектрометра.

#### **Энергодисперсионные спектрометры**

Энергодисперсионный рентгенофлуоресцентный спектрометр **ARL QUANT'X** (рис. 1) компании Thermo Scientific является современным элементным анализатором (EDXRF), позволяющим одновременно измерять линии излучения всех элементов в диапазоне от Na до U. Детектор Si(Li) толщиной 3,5 мм, что в 10 раз больше толщины традиционно применяемых детекторов, и площадью поверхности в 5 раз больше, позволяет определять по наиболее интенсивной K-серии элементы вплоть до Mo, Ag, Cd, Nd..., в то время как более тонкие детекторы страдают от слабой чувствительности. Новейшие шестиступенчатые холодильники Пельтье охлаждают де-



**Рис. 1.** Энергодисперсионный рентгенофлуоресцентный спектрометр ARL QUANT'X

тектор до  $-110\text{ }^{\circ}\text{C}$ , что заметно снижает электронные шумы и улучшает разрешение прибора. Продувка инертным газом используется при анализе коррозионных и нестабильных материалов.

ССD-камера для получения изображения пробы и регулируемые коллиматоры рентгеновского пучка от 15 до 1 мм обеспечивают локальность анализа именно в той части пробы, которую видно в видеокамеру. Стандартный алгоритм фундаментальных параметров работает с любым количеством элементов, стандартов, типов проб, условий возбуждения; вносит коррекции на стехиометрию соединений; учитывает введенные значения концентраций и неизмеряемые элементы. Безусловный интерес для научных исследований представляет нестандартный анализ с помощью программы UniQuant.

Области применения ARL QUANT'X: сталь, чугун, цветные металлы; металлургические шлаки; руды; драгметаллы; цемент, сырьевые материалы; нефтепродукты и примеси металлов вследствие износа; полупроводники и магнитные носители; аэрозольные частицы на фильтрах. Инструмент может использоваться в криминалистике, фундаментальных научных исследованиях, для контроля толщины покрытий, состава продуктов питания и др.



Рис. 2. Волновой рентгенофлуоресцентный спектрометр ARL OPTIM'X

### **Волновые рентгенофлуоресцентные спектрометры**

**ARL OPTIM'X** (рис. 2) — волновой рентгено флуоресцентный спектрометр с минимальными расходами на эксплуатацию и обслуживание. Оптимальная геометрия инструмента, оснащенного рентгеновской трубкой низкой мощности с родиевым анодом, обеспечивает высокую выходную мощность излучения и отличную чувствительность при анализе проводящих и непроводящих твердых проб, жидкостей, непрессованных порошков, прессованных таблеток, спеченных глобул, паст. Предусмотрена опция для анализа жидких проб в атмосфере гелия.

ARL OPTIM'X обладает следующими уникальными свойствами:

- ✦ возможность последовательного и одновременного анализа элементов;
- ✦ диапазон определяемых элементов от F до U;
- ✦ компактная оптическая конструкция, увеличивающая интенсивность более чем на

200 % по сравнению со стандартной геометрией;

- ✦ мультихроматоры (фиксированные каналы) для увеличения скорости анализа;
- ✦ уникальный компактный гониометр Smart-Gonio для последовательного анализа;
- ✦ высокая стабильность (кратковременная и долговременная) благодаря термостабилизации спектрометра и кристаллов;
- ✦ превосходное спектральное разрешение в диапазоне определения от легких до тяжелых элементов (~15 эВ для Ca Ka);
- ✦ оптимальная конфигурация для специальных задач и простота в эксплуатации (соответствие стандартам ISO и ASTM);
- ✦ автономная эксплуатация без водяного охлаждения;
- ✦ не требуется газ (в зависимости от конфигурации);
- ✦ прямой и простой ввод проб;
- ✦ автоматический анализ партий с пробоподатчиком;
- ✦ небольшая площадь основания.

ARL OPTIM'X выступает основным инструментом для исследований металлов и сплавов, стекла и керамики, продуктов питания и объектов окружающей среды в химической промышленности; при разработке новых материалов; в криминалистике и экологическом контроле. Спектрометр может быть оптимизирован для решения специальных задач, таких, как анализ S (ISO 14596, ASTM D2522), Pb (ASTM D5059) или других элементов в маслах и бензине с точностью от ppm до %. Отличная воспроизводимость результатов демонстрируется при анализе основных и вспомогательных оксидов в сырье (напр., известняке, песке, полево шпате, боксиде и др. горных породах), а также в санитарной керамике, огнеупорах, шлаках, агломератах. Возможен анализ Na и других легких элементов.

### **Рентгеновские дифрактометры**

Порошковый рентгеновский дифрактометр **ARL X'TRA** (рис. 3) — это современная мно-

гоцелевая система для академических и промышленных лабораторий, которая идеально подходит как для рутинного анализа, так и для сложных задач, требующих специальных приспособлений. Дифрактометр сконструирован по принципу вертикальной  $\theta-\theta$ -геометрии Брэгга—Брентано, обеспечивающей удобную работу с пробами: предметный столик остается неподвижным при сканировании, позволяя анализировать даже непрессованные порошки и жидкости. Оптимальные параметры углового и энергетического разрешения без использования  $\beta$ -фильтров и монохроматоров достигаются благодаря уникальной технологии Si(Li)-детектора с 5-ступенчатой системой охлаждения Пельтье (до  $-100\text{ }^{\circ}\text{C}$ ). Такое решение снижает внутренние шумы детектора до уровня меньше 0,1 имп./с, увеличивает интенсивность дифракционного сигнала и улучшает разрешение ARL X'TRA, благодаря чему возможен количественный фазовый анализ в диапазоне 0,1 масс. %.

Интересной для исследователей является возможность точной регулировки «нулевой плоскости» — положения образца по высоте. Для материаловедения дифрактометр обеспечивает:

- ✦ определение одной или нескольких фаз в неизвестной пробе;
- ✦ количественное определение известных фаз в смеси;
- ✦ анализ размеров частиц;
- ✦ кристаллография: определение структуры кристаллических материалов;
- ✦ анализ в контролируемой атмосфере — изучение изменений структуры материалов при изменении температуры, давления или состава газовой фазы;
- ✦ анализ поверхности и тонких пленок;
- ✦ анализ текстуры.

Программа обработки данных WinXRD, работающая в среде Windows, выполняет первичную обработку результатов (вычитание фона, сглаживание, выделение пиков, профильный анализ); качественный рентгенофазовый ана-



Рис. 3. Рентгеновский дифрактометр ARL X'TRA



Рис. 4. Аналитический комплекс ARL 9900 WorkStation

лиз с использованием баз данных ICDD или пользователя; количественный рентгенофазовый анализ. Возможно также использование стороннего программного обеспечения — JANA, CRYSTALLOGRAPHICA, GSAS, SIROQUANT, POPLA или BEARTEX.

### *Аналитические комплексы*

Рентгенофлуоресцентный спектрометр **ARL 9900 WorkStation** (рис. 4) со встроенной дифракционной системой совмещает комбинированный элементный и фазовый анализ в одном приборе. Методом рентгеновской флуоресценции (XRF) определяется элементный состав проб, а методом рентгеновской дифракции (XRD) — минералогия материала. В результате комбинирования пользователь получает следующие преимущества:

- ✦ ввод только одного образца;
- ✦ экспрессность анализа;
- ✦ один пользовательский интерфейс на обе методики;
- ✦ результаты элементного и структурного анализа в одном аналитическом отчете;
- ✦ возможность работы только с XRF- или только с XRD-системой, или с двумя системами одновременно;
- ✦ непревзойденная стабильность благодаря вакууму и термостабилизации;
- ✦ единое обучение пользователей и быстрый ввод прибора в эксплуатацию;
- ✦ отсутствие внешней системы водяного охлаждения при работе с генераторами мощностью 1200 и 2500 Вт.

Результаты работы на ARL 9900 Work Station обрабатываются и документируются с помощью программного обеспечения OXSAS, работающего в среде Windows XP Professional.

### *Линейка оборудования для анализа дисперсных систем и пористых материалов*

Измерение размеров, дзета-потенциала и концентрации частиц, их формы, молекулярной массы макромолекул, стабильности дисперсных систем (пен, прямых и обращенных эмульсий и т.д.), а также распределения пор по размерам, удельной поверхности и структурных особенностей строения пористых материалов — области компетенции «Термо Техно».

Для исследования субмикронных (нано) частиц «Термо Техно» предлагает как классические решения на основе методов динамичес-

кого светорассеяния для измерения размера наночастиц, на основе электрофоретического светорассеяния и фазового анализа рассеянного света (PALS) для измерения дзета-потенциала наночастиц в широком спектре растворителей, а на основе статического светорассеяния — для измерения молекулярной массы макромолекул, так и быстро набирающие популярность мультипараметрические анализаторы траекторий и размеров наночастиц, их концентрации и дзета-потенциала.

Высокоразрешающий метод аналитического ультрацентрифугирования рекомендован для решения задач измерения размеров частиц порошков и суспензий. Если объектами являются концентрированные дисперсные системы с содержанием частиц или капель эмульсии от 1 до 50 % (пульпы, шламы, прекурсоры для наливной керамики и т.д.) целесообразно использовать акустические и электроакустические приборы **DISPERSION DT-1201** (США) для измерения размера и дзета-потенциала частиц, а также приборы, основанные на методе диффузно-волновой спектроскопии для исследования кинетических параметров стабильности систем к агрегации, коалесценции, седиментации и т.д.

Для измерения размеров и формы частиц в области микронных размеров наилучшим образом подходят методы лазерной дифракции и анализа изображений частиц.

Остановимся подробнее на некоторых представителях данной линейки оборудования.

**Brookhaven 90Plus/ZetaPlus/ZetaPALS** (США) (рис. 5) — универсальная серия приборов для комплексного изучения субмикронных частиц методом динамического светорассеяния: распределения частиц по размерам, распределения дзета-потенциала диспергированных частиц в водных растворах в широком диапазоне ионной силы и растворителях с низкой диэлектрической проницаемостью, измерения молекулярной массы макромолекул методами Дебая и Марка—Куна—Хаувинка.

Все приборы данной серии оснащены сверхстабильным твердотельным лазером 35 мВт с

длиной волны 637 нм, а также управляемым с компьютера активным Пельтье-термостатом для измерений в диапазоне от  $-5$  до  $+110$  °С. Коррелятор TurboCorr с 510-ю реальными каналами, полностью программируемый и имеющий 100 % эффективности, с уникальной функцией «электронного пылевого фильтра», — лучший на рынке коммерчески доступных приборов.

В основе работы **Brookhaven MWA** лежит метод статического светорассеяния на 7-и фиксированных углах измерений. Прибор может использоваться для анализа средней молекулярной массы полимеров, радиуса инерции и второго вириального коэффициента при работе в пакетном режиме или в качестве независимого анализатора молекулярной массы в высокоэффективной жидкостной хроматографии (ВЭЖХ). Использование прибора в качестве проточного детектора устраняет необходимость калибровки колонок для ВЭЖХ, разделяющей фракции по размерам частиц.

Интересные возможности для наноисследований представляют инструменты **Brookhaven BI-DCP** и **Brookhaven BI-XDC** — автоматизированные анализаторы размера частиц высокого разрешения на основе дисковой центрифуги с оптической (BI-DCP) и рентгеновской (BI-XDS) системой регистрации в «сложном» для других методов диапазоне размеров, захватывающем как субмикронные частицы, так и область до нескольких микрон. Функциональные особенности этих центрифуг:

- ✦ отличное разрешение даже сложных смесей с близкими фракциями в диапазоне 0,01 — 30 мкм для оптической и 0,01 — 80 мкм для рентгеновской регистрации;
- ✦ не требуют калибровки;
- ✦ широкий набор режимов измерения: варьируемая скорость вращения диска, неподвижный или сканирующий детектор, внутренний или внешний градиент.

Мультипараметрические анализаторы наночастиц **NANOSIGHT LM10** и **NS500** (Великобритания) отличаются оригинальной системой визуализации и анализа наночастиц от 10 нм

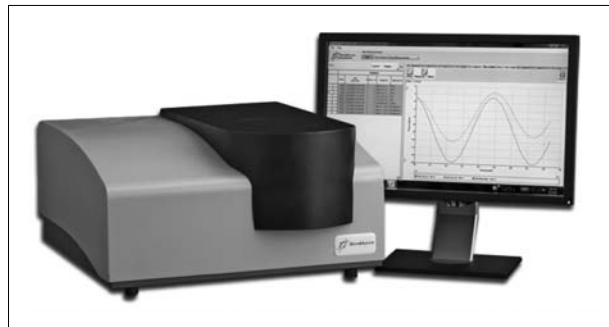


Рис. 5. Анализатор субмикронных частиц Brookhaven 90Plus / ZetaPlus / ZetaPALS

в режиме реального времени. Для визуализации единичных частиц используется лазерный источник высокой яркости. В таких условиях наночастицы ведут себя как подвижные (в результате броуновского движения) точечные рассеиватели, причем контрастность усиливается за счет фона, близкого к абсолютно черному.

В режиме *частица-за-частицей* измеряется размер частиц, интенсивность рассеяния или флуоресценции (опционально), дзета-потенциал (опционально), а также концентрация частиц каждой из фракций. Метод позволяет анализировать как мономодальные распределения, так и сложные многофракционные смеси наночастиц любых типов:

- ✦ неорганических частиц (металлы, оксидные материалы, полупроводники и т.д.) в диапазоне от 25 нм до 1 мкм (от 10 нм с применением высокочувствительной камеры);
- ✦ биологических/полимерных наночастиц, вирусных и вирусоподобных частиц, липосом, экзосом в фармацевтических и медицинских исследованиях, при изучении процессов агрегации белков и др. Диапазон частиц от 50 нм до 1 мкм (от 25–30 нм с высокочувствительной камерой);
- ✦ анализ температурных зависимостей с активным контроллером температуры;
- ✦ детекция флуоресцирующих или флуоресцентно меченных наночастиц в сложных (напр., биологических) смесях.

### **Пробоподготовка аналитического измерения**

Пробоподготовка — важная составляющая любого аналитического измерения. Заботясь о ее качестве, «Термо Техно» представляет оборудование всемирно известных компаний HERZOG, FRITSCH (Германия) и SPEX (США). Спектр инструментов огромный — от традиционных станков для резки, шлифовки, фрезеровки металлических образцов, установок для размельчения, дробления, истирания, прессования и сплавления сыпучих материалов и минералов до криогенной мельницы нового поколения SPEX Freezer Mill для материалов, которые нельзя измельчить другими способами (напр., для полимеров, биоматериалов, летучих соединений). Все оборудование подбирается индивидуально для каждого заказчика, проходит испытание и сертификацию, а персонал обучается работе в сервисном центре.

### **Отдел научно-методической поддержки компании «Термо Техно»**

*Созданный в 2007 г., Отдел научно-методической поддержки осуществляет консультирование заказчиков по выбору наиболее оптимальных путей реализации стоящих перед ними аналитических задач: от выбора методов анализа до подбора оборудования; проводит комплексные исследования образцов; готовит аналитические отчеты и индивидуальные рекомендации; внедряет методики и обучает персонал Заказчика.*

*М.А. Смирный, Я.Б. Тарасова*

**РІШЕННЯ КОМПАНІЇ «ТЕРМО ТЕХНО»  
ДЛЯ НАУКОВИХ ДОСЛІДЖЕНЬ  
І ПРОМИСЛОВИХ ЛАБОРАТОРІЙ**

Компанія «Термо Техно» створена в 2000 р. на базі російського представництва міжнародної корпорації Thermo

Fisher Scientific (TFS) і є ексклюзивним дистрибутором спектрометричних, дифрактометричних і оптико-емісійних аналітичних приладів (лінія ARL), що виробляються на заводі TFS в Швейцарії.

Основні напрями: поставки обладнання для відбору, транспортування, підготовки та аналізу проб; комплексні поставки для лабораторій за напрямками *матеріалознавство, композитні матеріали, біотехнології* та ін.; автоматизація аналітичних процесів згідно із завданнями клієнта при повному керуванні проектами; створення наукових і методичних розробок, участь у створенні наукових демоцентрів; послуги, що включають сервісне обслуговування, модернізацію, поставку запасних частин та навчання.

*Ключові слова:* рентгенівська спектроскопія, дифракція, елементний і фазовий аналіз, дисперсні системи

*М.А. Смирный, Я.Б. Тарасова*

**SOLUTIONS OF THERMO TECHNO LLC  
FOR SCIENTIFIC RESEARCHES AND INDUSTRIAL  
LABORATORIES**

Thermo Techno is created in 2000 on the base of Russian representative office of Thermo Fisher Scientific (TFS) international corporation. It is the exclusive distributor of spectrometry, diffractometric and optic emission analytical devices (ARL line) produced at the plant of TFS in Switzerland.

The main directions of our activities are: equipment supply for sample selection, transporting, preparation and analysis; complex deliveries for laboratories on material science, composite materials, biotechnologies etc.; automation of analytical processes according to client tasks and under complete project management; scientific and methodical developments, participation in creation of scientific demo centers; services on equipment maintenance, modernization, spare parts supplies and training.

*Key words:* x-ray spectroscopy, diffraction, element and phase analysis, dispersion systems.

Стаття надійшла до редакції 24.12.12