

Приборная база ИОНХ РАН для инновационных материалов и технологий

Репортаж из Центра коллективного пользования

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

УДК 543.4; 54.084

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

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

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

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

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

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

и информатики и называется материаловедческой диагностикой, или аналитическим контролем.

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

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

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

¹ ЦКП ФМИ ИОНХ РАН, ckp@igic.ras.ru.

В развитие этих требований разработаны и введены следующие основополагающие документы:

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

Функционирует электронная система учета обращений и сбора статистической информации.

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

В арсенал ЦКП ИОНХа входит:

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

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

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



Василиса Борисовна Барановская

д. х. н., заведующая ЦКП

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

«Наука» ИОНХом приобретены и введены в эксплуатацию:

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

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

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

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

Определение химического состава веществ и материалов

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

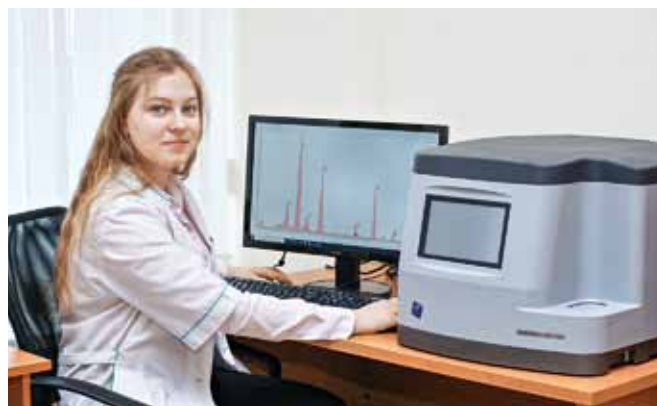
Возможности оптико-спектральных и рентгено-спектрального методов достаточно широки. В совокупности их совместное взаимодополняющее применение позволяет провести как идентификационное исследование состава веществ и материалов, так и определить содержание компонентов от 10^{-6} до 100 мас. %.

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

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



Атомно-эмиссионный комплекс «Гранд-Глобула»



Александра Архипенко

младший научный сотрудник ЦКП,
аспирант 2-го года обучения

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

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

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



спектрометры
и анализаторы

Спектральный анализ
элементного состава

СПЕКТРОСКАН

Серия рентгенофлуоресцентных
спектрометров и анализаторов



■ СПЕКТРОСКАН МАКС-GVM

Назначение

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

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



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

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

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



Ксения Вадимовна Петрова

к. т. н., старший научный сотрудник ЦКП

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

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

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

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

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

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

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

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

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



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



Ольга Игоревна Лямина

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

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

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

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

соединений и конечных продуктов исследований и синтеза.

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

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

ИК-спектроскопия с фурье-преобразованием

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

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

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

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

Основными достоинствами ИК-фурье-спектрометра являются:

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



Дмитрий Сергеевич Ямбулатов

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

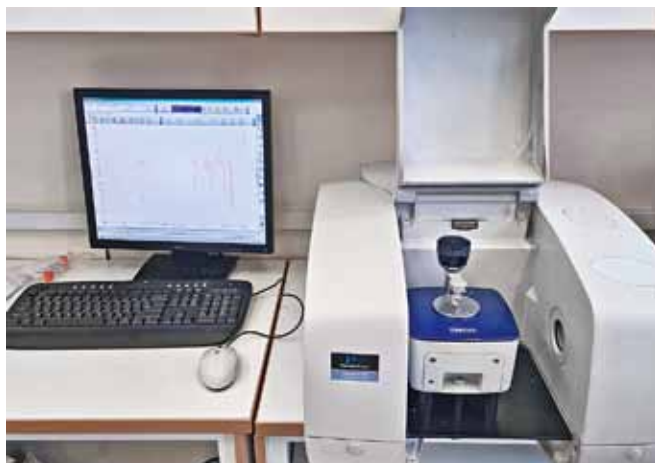
« В лаборатории мы занимаемся синтезом веществ в инертной среде – ищем так называемые бистабильные системы: синтезируем вещества, у которых при изменении магнитного поля, температуры, освещенности, изменяются физические свойства. К примеру, одно из направлений исследований, которые мы проводим – химический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

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

Люминесцентный анализ

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

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



ИК-спектрометр Spectrum 65 (Perkin Elmer)

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

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

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

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

Определение кристаллической структуры и анализ микроструктуры

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

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

ассоциатов, кластеров и других агрегированных систем;

- для исследования молекулярных и кристаллических структур широкого ряда оригинальных соединений

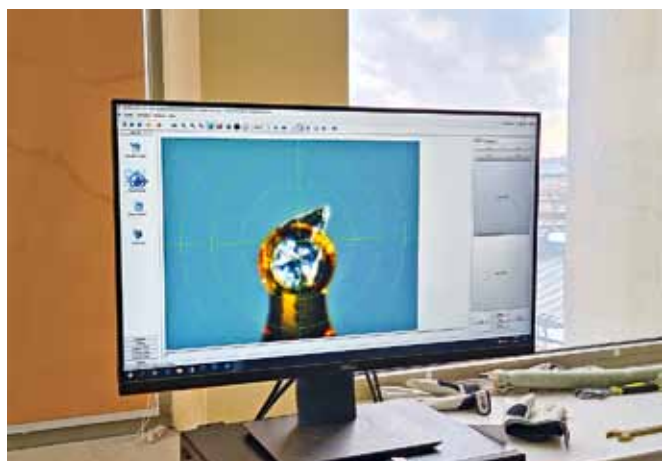
является выполнение многотемпературных рентгеноструктурных исследований (в том числе прецизионных).

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

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

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

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



Центрирование монокристалла примерного размера 0,35×0,20×0,20 мм на дифрактометре



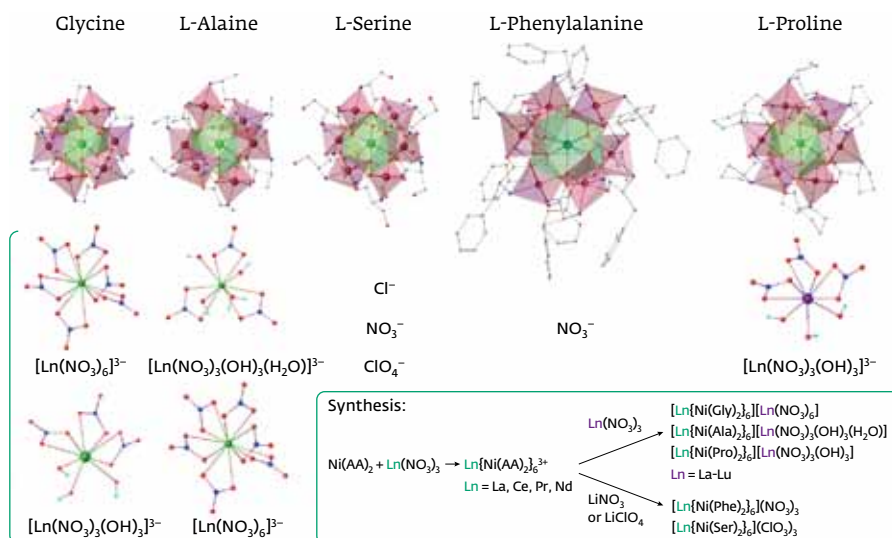
Монокристалльный рентгеновский дифрактометр Bruker D8 Venture

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

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

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

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



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

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



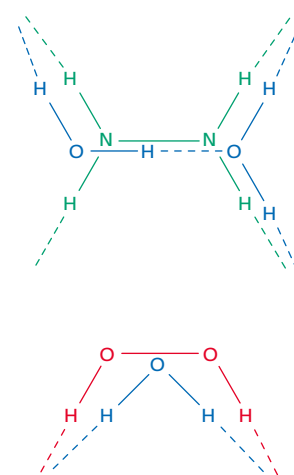
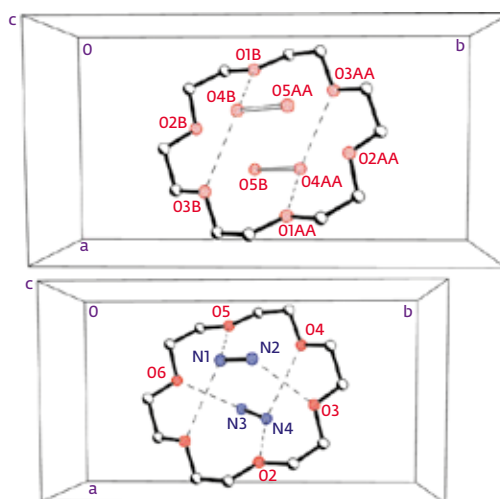
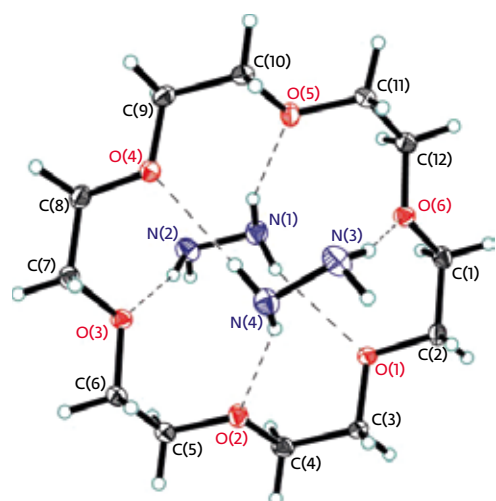
Андрей Викторович Чураков

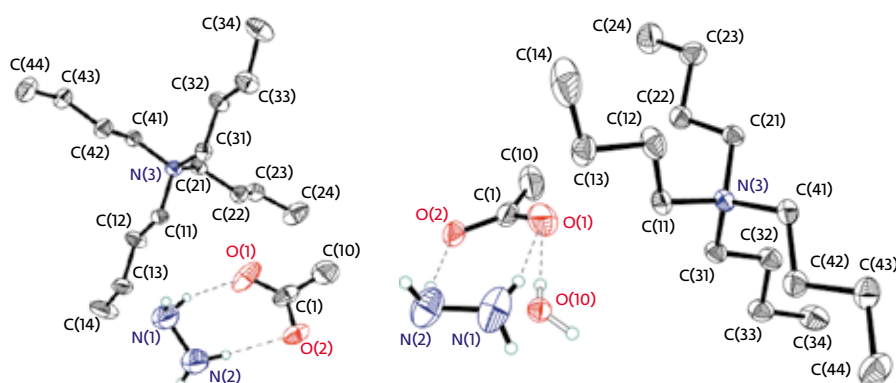
к. х. н., заведующий лабораторией кристаллохимии и рентгеноструктурного анализа

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

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

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





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

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

Микроскопия

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

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

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

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

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



Электронный микроскоп TESCAN AMBER в ЦКП ИОНХ РАН

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

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

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

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

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

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

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



Алексей Александрович Михайлов

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

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

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

Прецизионная модификация поверхности образцов фокусированным ионным пучком,

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

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

ЯМР-спектроскопия

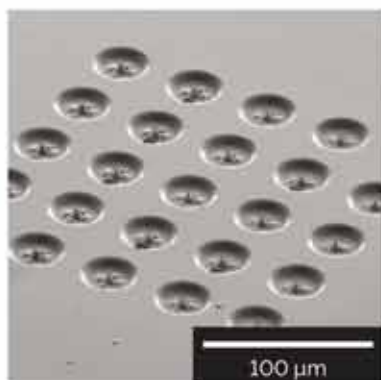
Для изучения строения (структуры) химических соединений на молекулярном уровне одним из наиболее эффективных современных методов является спектроскопия ядерного магнитного резонанса (ЯМР), основанная на взаимодействии магнитных ядер с внешним магнитным полем. Метод позволяет изучать электронное (химическую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

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

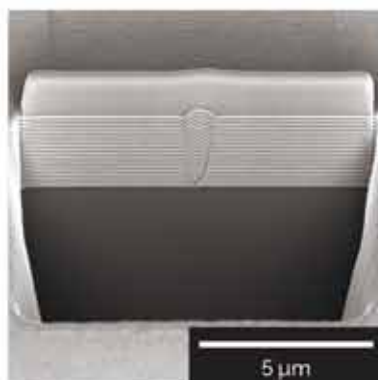


TESCAN AMBER

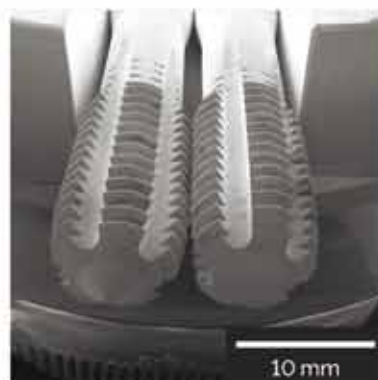
FIB-SEM для материаловедения



▲ Массив элементов для анализа микромеханических свойств



▲ Микрошлиф дефекта в многослойном покрытии



▲ Широкое поле обзора для удобной навигации по образцу





Никита Алексеевич Селиванов

младший научный сотрудник лаборатории химии легких элементов и кластеров

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

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

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

резонансных ядер; а также многомерная ЯМР-спектроскопия.

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

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

Определение свойств веществ и материалов

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

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

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

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



Николай Николаевич Ефимов

к. х.н., заведующий лабораторией магнитных материалов

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

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

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

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



металлов в парамагнитном состоянии (содержащих неспаренные электроны).

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

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

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

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

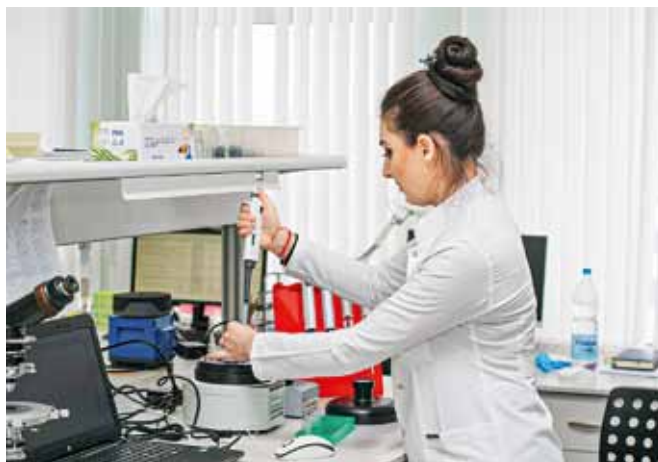
Исследования биологической активности наноматериалов

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

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

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

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



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



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

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

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

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

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

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

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

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



Александр Евгеньевич Баранчиков

заведующий лабораторией синтеза функциональных материалов и переработки минерального сырья

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

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

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

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

Термический анализ

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

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

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

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

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



Международная выставка и форум
по фармацевтике и биотехнологиям

5-7 апреля 2022

Санкт-Петербург, Экспофорум, павильон Н

gotoipheb.com

Санкт-Петербург –
лучшее место
для бизнеса



19

стран



3000+

посетителей



100+

экспонентов



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

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

Поддержка:



СПХФУ



Санкт-Петербургский
интеррегиональный совет
фармацевтической индустрии

Организатор:





Константин Сергеевич Гавричев

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

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

или внутреннего объема установки, проводится обязательная предварительная проверка.

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

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

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

Подводя итоги

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

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

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

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

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

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

XVIII международная научно-практическая конференция



Новые полимерные композиционные материалы

Микитаевские чтения

посвященная 80-летию Абдулаха Касбулатовича Микитаева

ИНФОРМАЦИОННОЕ СООБЩЕНИЕ

4-9 июля 2022 г. / п.Эльбрус, Россия

5-8 июля научная программа

в рамках конференции пройдет первая очная
ПОЛИМЕРНАЯ ШКОЛА МОЛОДЫХ УЧЕНЫХ

ТЕМАТИКА КОНФЕРЕНЦИИ

Синтез новых мономеров;

Синтез и модификация полимеров;

Методы исследования полимеров и компози-
тов на их основе;

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

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

Полиэлектролиты и биополимеры: синтез и
свойства;

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

Полимеры и композиты нового поколения
для аддитивных технологий;

Технологические принципы получения и
переработки полимеров;

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