



---

### СПЕЦИАЛЬНОЕ ГЕОФИЗИЧЕСКОЕ И ЭКОЛОГИЧЕСКОЕ ПРИБОРОСТРОЕНИЕ

---

*В.М. Грузнов, М.Н. Балдин, И.А. Буряков, И.Н. Злыгостев, Г.Г. Когенев,  
В.П. Лубов, А.А. Макась, И.И. Науменко, Б.Г. Титов*

#### **ВВЕДЕНИЕ**

В 1982 г. по инициативе д.т.н., профессора В.В. Кузнецова, академика А.А. Трофимука и известного конструктора в области вооружения д.т.н. А.Э. Нудельмана при Институте геологии и геофизики СО АН СССР был создан отраслевой отдел геофизического приборостроения Конструкторского бюро точного машиностроения (отдел 72 КБТМ) Министерства оборонной промышленности СССР. Создание отдела было не случайным делом. Здесь уместно кратко сказать об Александре Эммануиловиче Нудельмане. Он известен узкому кругу специалистов как выдающийся конструктор, ученый и организатор в области создания вооружения, в частности в области разработок автоматических пушек для авиации, морского флота и наземных носителей. За большие заслуги в разработке вооружений А.Э. Нудельман удостоен звания Героя Социалистического Труда (дважды), лауреата Ленинской и пяти Государственных премий. В настоящее время его имя присвоено Конструкторскому бюро точного машиностроения (Москва).

В начале 80-х годов прошедшего века, в связи с «присутствием в Афганистане (как писали газеты в то время) ограниченного контингента советских войск», остро встала проблема создания совершенных средств обнаружения мин (прежде всего немагнитных) для защиты техники и людей. Некоторые работы в этом направлении осуществлялись в КБТМ у А.Э. Нудельмана. В то же время в Институте прикладной физики (ИПФ) Министерства машиностроения СССР в лаборатории В.В. Кузнецова полным ходом шли исследования возможностей различных физических методов по обнаружению взрывчатых веществ. Знакомство А.Э. Нудельмана с этими работами привело к мысли о создании отраслевого отдела при ИГиГ СО АН СССР для интенсификации исследований и разработок. Андрей Алексеевич Трофимук, хорошо знавший возможности оборонных ведомств, поддержал идею, прозорливо определил ее перспективу прикладной геофизической направленностью и всячески способствовал организации отдела.

Основным направлением деятельности отдела стало исследование широкого спектра физико-химических методов вещественного и элементного анализа, интроскопии различных сред для создания портативных приборов специального, геофизического и экологического назначения. Планировалось использовать научно-технические наработки Института геологии и геофизики в области геофизических методов, а также других институтов Сибирского отделения АН СССР. Основу коллектива отдела при его организации со-

ставили сотрудники, перешедшие из лаборатории ИПФ (зав. лабораторией д.т.н. В.В. Кузнецов, заместитель к.т.н. В.М. Грузнов). Большинство из них — выпускники 1969–1972 гг. физфака НГУ, физтеха НГТУ (НЭТИ), которые напрямую хорошо знали проблему. Более того, уже были получены первые результаты и трое молодых специалистов — В.П. Солдатов, Г.Г. Коденев, А.Т. Шишмарёв — удостоены Премии имени Ленинского комсомола (1981) за исследования в области газоаналитических методов решения проблемы обнаружения. Фактически это был научно-технический десант из отраслевой науки под крыло академической. Научным руководителем отдела назначили д.т.н. В.В. Кузнецова, начальником отдела — А.В. Аврорина, заместителем начальника отдела по общим вопросам — Ю.В. Марчука, имевшего в то время солидный опыт оргработы в качестве заместителя секретаря парторганизации Института прикладной физики (предприятия в 3500 человек). В.В. Кузнецовым были сформулированы основные научные направления отдела. Под влиянием академиков А.А. Трофимука и А.С. Алексеева В.В. Кузнецов в то время разрабатывал новую концепцию происхождения и эволюции Земли на основе физических представлений, навеянных физикой кумуляции с ее высокими энергиями, давлениями и скоростями. Концепция была достаточно спорной, но деятельность В.В. Кузнецова в этом направлении объединяла интересы академической и отраслевой науки.

Исследования и разработки отдела велись в рамках заказной государственной программы, с участием широкого круга академических институтов, отраслевых предприятий и вузов. Программа содержала практически все известные в то время физико-химические методы, которые могли бы дать хоть какой-то эффект в обнаружении спецвеществ, можно сказать, содержала методы «мыслимые и немыслимые», например такие экзотические, как свечение микробов при поедании ими взрывчатых веществ, анализ экстрасенсорных возможностей человека и др. Это было время больших надежд на науку. Значительно позднее выяснилось, что в США, Англии, Израиле в то же самое время вкладывался максимум усилий в научные исследования по созданию обнаружителей взрывчатых веществ. Головным исполнителем государственной программы было КБ Точмаш (КБТМ), ведущим исследовательским подразделением которого являлся отраслевой отдел, координирующий работу всех предприятий-соисполнителей и проводивший собственные исследования и разработки по широкому перечню научных направлений:

— анализ следовых количеств органических веществ на основе экспрессной газовой хроматографии с поликапиллярными колонками и различными высокочувствительными детекторами, на базе спектрометрии приращения ионной подвижности и на основе масс-спектрометрии с ионизацией при атмосферном давлении;

— экспрессные ядерно-физические методы на отраженном рентгене, с использованием импульсных потоков нейтронов;

— методы радиоволновой, индукционной, сейсмической и гидроакустической интроскопии.

Научным руководителем отдела с 1982 по 1987 г. был д.т.н. В.В. Кузнецов, а с 1988 по 1989 г. — чл.-кор. АН СССР М.А. Грачёв. В состав отдела входили научно-исследовательские секторы: газоаналитических систем (заведующий Г.Г. Коденев, выпускник ФФ НГУ), газового анализа, включая масс-спектрометрию, спектрометрию нелинейности дрейфа ионов (В.П. Солдатов, выпускник ФФ НГУ), ядерно-физических методов (Б.Г. Шкляев), ра-



диоволновых методов (Ю.Н. Сердюк), сейсмоакустических методов (к.т.н. В.М. Грузнов, выпускник ФТФ НЭТИ), конструкторский (В.Г. Филоненко, выпускник МВТУ им. Н.Э. Баумана), цифровых методов обработки данных (Б.Н. Одеянко), а также макетный участок по изготовлению экспериментальных стендов и образцов приборов (В.И. Майоров).

По замыслу организаторов отдела результаты его научно-исследовательских работ в виде экспериментальных макетов приборов должны были завершаться опытно-конструкторскими разработками и серийным производством на основе мощной конструкторской, технологической и производственной базы КБТМ. Таким образом, создавалась непрерывная цепочка работ от научно-исследовательских до серийного производства. Нужно отметить, что такой путь прошла только первая разработка радиоволнового миноискателя ПР-504А (1986 г., Ю.Н. Сердюк, Л.А. Туровский, В.П. Лубов), по которой в КБТМ была выполнена опытно-конструкторская работа, завершившаяся государственными испытаниями и организацией серийного производства в 1987–1988 гг.

Во внимание принимались только новые физико-химические идеи, чтобы обеспечить создание приборов, удовлетворяющих достаточно жестким требованиям, предъявляемым к обнаружителям: быстрая реакция обнаружителей в сочетании с высокой чувствительностью, малое энергопотребление и портативность. Так, для газоаналитических методов требовалась быстрая регистрация предельно малых (следовых) количеств органических веществ; для элементного анализа с проникающим нейтронным излучением — быстрая идентификация органических веществ в сложных помеховых условиях; для электромагнитных и сейсмических методов интроскопии — обнаружение и идентификация спецобъектов в грунте на фоне помех; для гидроакустических — оперативный обзор пространства с идентификацией обнаруживаемых объектов.

Разработки современных обнаружителей с уникальными характеристиками по чувствительности, быстродействию послужили в дальнейшем хорошей базой для создания портативных полевых приборов широкого назначения: серии хроматографов ЭХО для экологического контроля и геохимических методов поиска залежей нефти и газа, мобильного хромато-масс-спектрометра универсального назначения, методов нейтронного каротажа скважин, металлодетекторов с идентификацией металлов.

В начале 1989 г. советские войска были выведены из Афганистана. В это же время началось свертывание централизованным порядком программы специальных разработок. Отделу предоставили возможность в весьма короткий срок определить свою судьбу. Вариантов было несколько, включая переход в другое отраслевое министерство, создание или переход в научно-технический кооператив (кооперативы тогда уже создавались). Прорабатывались в инициативном порядке все варианты, и результаты обсуждались на научно-техническом совете отдела. Надо отдать должное сплоченности коллектива (насчитывавшего около 100 человек), находящегося в поиске решения. В.М. Грузнов, бывший тогда начальником отраслевого отдела, обсуждал судьбу отдела в Министерстве приборостроения и средств связи СССР. И здесь выяснилось, что появилась возможность организации инженерных центров при государственных предприятиях (а в те годы, за исключением колхозов и немногочисленных кооперативов, все организации были государственными) в связи с выходом соответствующего постановления Совета министров СССР. Причем, по согласованию с Госкомитетом по науке и тех-

нике (ГКНТ) при Совмине СССР, была определена возможность создания инженерного центра с образованием юридического лица. Естественно, сразу возникла мысль обсудить с академиком Н.Л. Добрецовым, в то время директором института и первым заместителем председателя СО АН СССР, идею организации такого центра при Институте геологии и геофизики. Получив принципиальное согласие, мы начали активные действия по созданию Инженерного центра геофизического и экологического приборостроения (ИЦ ГЭП).

Нужно отметить, что в отраслевом отделе существовал достаточно сильный научно-технический задел по полевому приборостроению. Кроме того, отдел был укомплектован необходимыми приборами, новым станочным оборудованием, нормативной документацией для конструкторских работ. Председатель СО АН СССР академик В.А. Коптюг положительно воспринял идею создания Центра, но окончательно его решение укрепилось, когда он дважды заслушал сам и на бюро Президиума результаты работ отдела. Помимо геофизической, он поддержал и экологическую ориентацию будущего Центра. Вот тогда Николай Леонтьевич Добрецов вместе с В.М. Грузновым в Москве переговорили с преемником А.Э. Нудельмана, директором КБ Точмаш Б.В. Смирновым, и договорились о передаче в будущий инженерный центр, во-первых, всего имущества отдела, во-вторых — лимитов Госнаба СССР на материалы, комплектующие и оборудование, оформленные отделом, а главное — о передаче в 1990 г. строящегося Главновосибирскстроем жилья (примерно четыре квартиры), уже оплаченного КБ Точмаш. За время работы за счет средств КБ Точмаш отделу выделялось несколько квартир, а теперь, в первые годы работы ИЦ ГЭП, были решены самые острые проблемы жилья у сотрудников. Было также предварительно согласовано создание юридического лица с ГКНТ. На реализацию всех договоренностей с тремя сторонами — СО АН СССР, Миноборонпромом СССР и ГКНТ — ушел весь остаток 1989 г. 2 января 1990 г. академик Н.Л. Добрецов вручил утвержденный председателем СО АН СССР академиком В.А. Коптюгом Устав ИЦ ГЭП при ИГиГ СО АН СССР ожидающему в приемной председателя директору ИЦ ГЭП (это было обозначено в Уставе) к.т.н. В.М. Грузнову. Затем в первом квартале 1990 г. были оформлены все атрибуты юридического лица предприятия и переводы в Центр, включая сотрудников и материальные ценности. Центр был создан хозрасчетным предприятием, т. е. без бюджета. Хозрасчетность предусматривалась при создании инженерного центра. Но, чтобы обеспечить некоторый финансовый буфер для создаваемого Центра, мы, еще будучи отделом, по договоренности с Николаем Леонтьевичем заключили ряд хозяйственных договоров на Институт геологии и геофизики, которые потом институт передал Центру. В организации договоров по одной из экологических программ СО АН СССР большую помощь оказал академик М.А. Грачёв, по общему согласию исполняющий обязанности научного руководителя отдела примерно с конца 1988 г. А далее, только Центр «оперился», началась известная «перестройка» с разрушением СССР. И в декабре 1994 г., из опасения приватизации хозрасчетных предприятий (хотя Центр не проявлял в этом направлении никаких инициатив), ИЦ ГЭП был преобразован в Конструкторско-технологический институт геофизического и экологического приборостроения (КТИ ГЭП) СО РАН в составе Объединенного института геологии, геофизики и минералогии СО РАН с небольшим бюджетным финансированием. Оглядываясь назад, нужно сказать, что бюджетное финансирование в некоторые моменты очень помогало. В 2006 г. КТИ ГЭП



наряду с Институтом геофизики и Институтом геологии нефти и газа вошел в состав вновь созданного Института нефтегазовой геологии и геофизики им. А.А. Трофимука СО РАН. Целесообразность объединения дискусионна, но дело сделано. Далее продолжим повествование о научно-технической деятельности и результатах коллектива.

#### **ГАЗОВЫЙ АНАЛИЗ СЛЕДОВЫХ КОЛИЧЕСТВ ОРГАНИЧЕСКИХ ВЕЩЕСТВ В ОКРУЖАЮЩЕЙ СРЕДЕ**

В создаваемые газоаналитические обнаружители нужно было вложить такие технологии обнаружения следовых количеств органических веществ, которые могли бы обеспечить необходимую селективность определения целевых веществ на фоне большого числа веществ-помех, необходимую чувствительность и быстродействие. А чтобы сделать переносные или ручные приборы, нужно одновременно решить проблемы веса, габаритов и потребляемой энергии.

Отбор методов, как правило, начинается с селективности. При условии ее достаточности добиваются повышения качества других характеристик. На хроматографию обратили внимание ввиду ее уникальной селективности, достигаемой за счет разделительных колонок. На начало 80-х годов селективность имевшихся, исключительно зарубежных газохроматографических обнаружителей была в целом достаточной. Понимали, что приемлемую селективность могут обеспечить колонки с эффективностью 2000–4000 теоретических тарелок (параметр, определяемый отношением времени выхода хроматографического пика из колонки к его ширине). Порог обнаружения взрывчатых веществ находился на уровне  $10^{-12}$  г/см<sup>3</sup>, что явно было недостаточно. Но самым слабым параметром оставалось быстродействие — на уровне нескольких минут.

Другими селективными элементами газоаналитических обнаружителей могут быть детекторы, которые ставятся после колонки или применяются самостоятельно. К селективным можно отнести также устройства концентрирования проб. На начало работы коллектива были известны селективные детекторы — спектрометры ионной подвижности, или плазменные хроматографы. Их чувствительность была слишком низка для самостоятельного применения, а габариты велики для применения их в качестве хроматографических детекторов. Более перспективной была технология спектрометрии нелинейности дрейфа ионов, изобретенная в конце 1970-х годов в ИФП М.П. Горшковым (впоследствии названная И.А. Буряковым спектрометрией приращения ионной подвижности — СПИП) и в значительной степени развитая в коллективе. Безусловно, перспективным селективным детектором был и остается масс-спектрометр, в том числе в сочетании с хроматографом. Поэтому были поставлены задачи исследования возможности создания портативных масс-спектрометров на основе нескольких принципов.

Помимо разработки собственно анализаторов необходимо было кардинально решить проблему экспрессного отбора проб с обследуемых объектов, а также быстрого ввода проб в прибор. Ниже приведены основные результаты по газоаналитическим обнаружителям и отмечены основные их авторы.

#### **Газовая хроматография**

Хроматография представляет собой процесс разделения смесей веществ за счет различий в скоростях их перемещения в разделительной колонке. Различие в скоростях обусловлено разным временем нахождения молекул

веществ в неподвижной жидкой фазе (НЖФ), покрывающей внутреннюю поверхность колонки. Газохроматографический процесс обнаружения в целом включает отбор пробы, ввод ее в колонку, разделение в колонке, детектирование разделенных веществ и обработку результатов анализа пробы с определением количества выделенных веществ или принятием решения об обнаружении целевых веществ.

Значительный вклад в создание научно-технических основ, а затем и приборов экспрессной газовой хроматографии сделали В.П. Солдатов (с 1982 по 1988 г. инициатор множества разработок в отраслевом отделе различных научно-технических аспектов газовой хроматографии и газового анализа), Г.Г. Коденев (теоретические и экспериментальные исследования физических основ экспрессной газовой хроматографии, принципиальных схем газовых хроматографов), А.Т. Шишмарёв (экспериментальные исследования и проектные работы по созданию основных узлов аналитического тракта газовых хроматографов семейства ЭХО), И.И. Науменко (существенное развитие технологии изготовления нового класса хроматографических колонок — поликапиллярных), М.Н. Балдин (один из идеологов схемных и конструкторских решений семейства приборов ЭХО на ранней стадии их создания и главный конструктор современных приборов ЭХО с воздухом в качестве газа-носителя), В.Г. Филоненко (заложил основы конструктива хроматографов семейства ЭХО, интегрировал усилия участников работ по выявлению и оптимизации конструкторско-технологических решений хроматографов), М.А. Соколов (схемотехнические решения электроники приборов, нетрадиционная технология встроенного и внешнего программного обеспечения), В.И. Мовшев (первые базовые разработки узлов ввода, стэндов для отладки технологий поликапиллярных колонок). В разработку отдельных элементов хроматографов внесли заметный вклад В.Н. Чертаков, А.П. Ефименко, А.И. Зоткевич, Л.В. Блинова.

**Поликапиллярные колонки (ПКК).** Основные проблемы, которые стояли перед началом работ в 1982 г. по газовой хроматографии, — быстроедействие, селективность, чувствительность и затем снижение веса, габаритов и потребляемой энергии. Главным все же было быстроедействие в сочетании с нужной селективностью и чувствительностью. Конечно, на эти параметры влияют все основные элементы газового хроматографа, через которые пропускается анализируемая проба. Это и устройство пробоотбора и ввода пробы, и колонка, и детектор. Но все же центральным звеном в газохроматографической схеме, определяющим необходимые качества хроматографа, является разделительная колонка.

Достичь скоростного разделения можно при условии быстрого пропускания исходной смеси через колонку, у которой высокая (или как минимум достаточная) эффективность. Эффективность разделения определяется скоростью многократных процессов сорбции–десорбции разделяемых веществ при их взаимодействии с НЖФ и временем диффузии их в газе-носителе. Для ускорения протекания этих процессов в насадочной колонке нужно резко уменьшить размер частиц насадка, что приводит к резкому увеличению перепада давления (до десятков атмосфер), необходимого для быстрого прохождения пробы через колонку. Для капиллярной же колонки достаточно уменьшить диаметр капилляра. При этом проницаемость колонки остается высокой и не требуется высоких перепадов давления, но появляется другой отрицательный фактор — резкое уменьшение объема анализируемой про-



бы, и это порождает другую проблему — детектирование малых объемов разделенных веществ.

Между тем увеличить объем разделяемой пробы возможно, если в колонке использовать не один капилляр, а пучок одинаковых параллельно работающих капилляров. Такая идея высказывалась в литературе еще в конце 50-х годов, когда появились капиллярные колонки. Однако эта простая идея оказалась очень сложной в реализации. Изобретатель капиллярных колонок (1958 г.) Голей эту идею называл в 1988 г. «воображаемым Лох-Несским чудовищем хроматографии», которое невозможно приручить. Кстати, забегая вперед, отметим, что в это время в отраслевом отделе уже были не только действующие образцы таких колонок, но и действующие макеты экспрессных газовых хроматографов с этими колонками. А пока в 1973 г. Г.Г. Коденев, окунувшись в хроматографию и не зная еще всех ее тонкостей, вспомнил об аналогичной задаче увеличения плотности потока (только не смеси веществ, которые нужно быстро делить, а плотности потока молекулярного пучка) в своей дипломной работе, посвященной созданию на основе многоканальных трубок плотного молекулярного пучка для мишеней в накопителях на встречных электрон-позитронных пучках в Институте ядерной физики СО АН СССР (Новосибирск, 1970).

Вскоре стеклотрубами ИЯФа была изготовлена многоканальная трубка, содержащая несколько тысяч капилляров, которую Г.Г. Коденев, В.П. Солдатов и В.В. Кузнецов использовали в качестве газоадсорбционной колонки на хроматографической установке с детектором молекулярных ядер конденсации (МояК). Первые опыты прошли не слишком удачно — хроматографические пики были очень затянутыми и несимметричными, поэтому их отложили. А о мнении Голея никто и не знал. И только спустя почти два года о них вспомнили, когда В.П. Солдатов на курсах по хроматографии у д.х.н. Я.И. Яшина услышал об очень перспективном направлении в скоростной газовой хроматографии — создании ПКК. Тогда снова загорелись этой идеей. Главным препятствием стала высокая цена — 2–3 млн рублей, по теперешним меркам — 2–3 млн долларов США: столько требовалось заплатить заводу «ГРАН» (г. Владикавказ) на первом этапе работ по созданию многоканальных трубок (МКТ) с одинаковыми капиллярами по всей длине трубки. В конце концов, в последние месяцы года срочно, спасая накопившиеся остатки бюджетных средств, предложили оплатить заводу «ГРАН», и в ИПФ тут же оплатили. Позже В.П. Солдатову и В.В. Кузнецову крепко влетело от директора ИПФ за напрасную трату средств. И действительно, самые сложные работы, как оказалось, были еще впереди.

Первые опыты с МКТ в качестве газоадсорбционных колонок и последующие опыты по нанесению неподвижных жидких фаз привели авторов идеи к формулировке ряда достаточно сложных проблем, которые предстояло решить на пути создания поликапиллярных колонок. В первую очередь — выбор материала и создание пучка из капилляров диаметром 20–40 мкм и длиной не менее 1 м, а затем — проблема нанесения и иммобилизации (закрепления) неподвижных жидких фаз на внутреннюю поверхность капилляров.

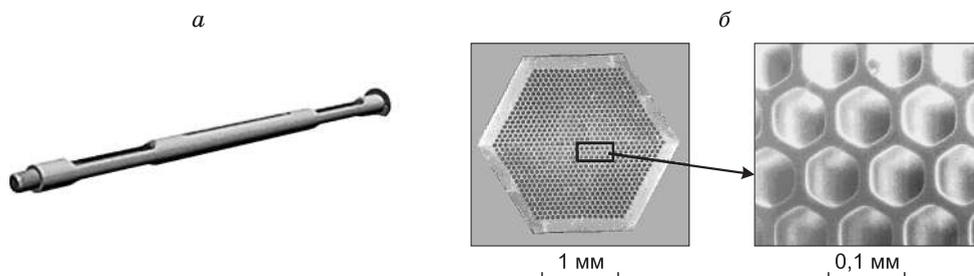
Понадобилось еще примерно 10 лет, чтобы создать всю технологическую линию производства ПКК, включая нанесение стабильной пленки на внутреннюю поверхность капилляров и выравнивание времен прохождения компонентов разделяемой смеси через отдельные капилляры. Неодинаковость капилляров резко снижает эффективность разделения смеси веществ.

Значительный вклад в создание технологии изготовления нового класса хроматографических колонок — поликапиллярных и исследование их особенностей внесли сотрудники отдела В.П. Солдатов, И.И. Науменко, А.П. Ефименко, а также В.В. Малахов и В.Н. Сидельников (Институт катализа им. Г.К. Борескова).

Впервые короткие прямые ПКК длиной 220 мм были использованы в портативном газовом хроматографе ЭХО, разработанном в отраслевом отделе в 1988 г. и применяемом до сих пор для обнаружения паров взрывчатых веществ. Ниже приводится пример первых образцов ПКК для хроматографа ЭХО.

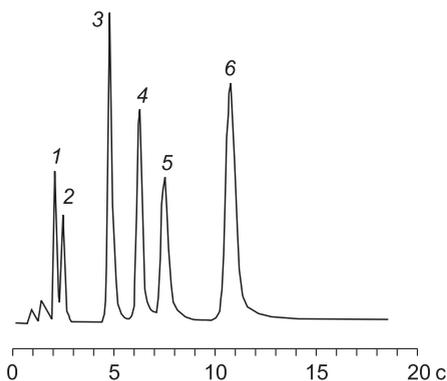
Технология изготовления многоканальных трубок разрабатывалась, как уже отмечалось, совместно с заводом «ГРАН». Здесь имелась развитая технология изготовления коротких (в несколько миллиметров) многоканальных трубок для многоканальных электронно-оптических преобразователей изображений. Несмотря на большую загрузку завода оборонными заказами, вышло специальное правительственное решение о включении завода в число исполнителей государственной программы с КБ точного машиностроения во главе. Активные участники разработки: В.П. Солдатов, А.П. Арчаков, А.П. Ефименко, В.В. Малахов, В.Н. Сидельников. Существовавшая технология изготовления коротких МКТ к 1987 г. была доведена до возможности изготовления МКТ длиной более 1 м с почти одинаковыми капиллярами не только по сечению, но и по длине (В.П. Солдатов, А.П. Арчаков, А.П. Ефименко, 1987). В результате наладили производство МКТ с различными типоразмерами и низкой относительной дисперсией сечений капилляров в 1,5 %.

Капилляры в МКТ не были абсолютно идентичны, а их различие привело к снижению эффективности ПКК. В.П. Солдатов и И.И. Науменко предложили способ нанесения НЖФ таким образом, чтобы в капилляры большего диаметра вносилось большее количество НЖФ. В результате достигли эффективности ПКК более 60 % (вместо прежних 10 %) от эффективности отдельного капилляра. Это был уже решающий шаг — прорыв в создании ПКК. Однако существовала и другая трудная проблема — получение однородной и стабильной пленки НЖФ на внутренней поверхности капилляров ПКК. Эту задачу решили под руководством выпускника ФЕНа НГУ И.И. Науменко. В результате упорных исследований преодолели термонестабиль-



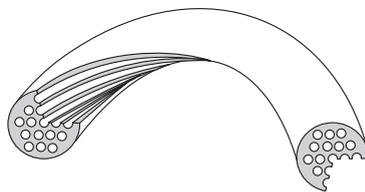
Поликапиллярные колонки для хроматографа ЭХО.

*а* — один из первых образцов поликапиллярной колонки в кассете для первого хроматографа семейства ЭХО, 1988 г.; *б* — микрофотографии поперечного сечения фрагмента многоканальной трубки.



Хроматограмма смеси нитротолуолов на короткой ПКК.

1 – о-нитротолуол, 2 – п-нитротолуол,  
3 – 2,6-ДНТ, 4 – 2,4-ДНТ, 5 – 3,4-ДНТ,  
6 – 2,4,6-ТНТ.



Фрагмент спиральной ПКК, скрученной вдоль продольной оси.

ность пленок и разработали технологическую цепочку изготовления ПКК, включающую травление и дезактивацию внутренней поверхности капилляров МКТ, нанесение и иммобилизацию пленки НЖФ. По результатам исследований И.И. Науменко защитил кандидатскую диссертацию по химическим наукам.

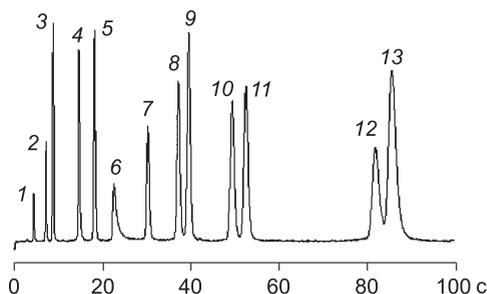
В составе портативных газовых хроматографов ЭХО, как правило, используют короткие ПКК длиной 220 мм, содержащие около 1200 капилляров с внутренним диаметром 40 мкм с неполярными и полярными неподвижными жидкими фазами. Пример быстрого анализа паров взрывчатки (за 15 секунд) на ЭХО-М представлен на рисунке.

Для увеличения эффективности ПКК могут быть длиной до 1 м и более. Для практического использования их нужно скручивать в спираль. Однако обычное скручивание приводит к ухудшению эффективности, поэтому А.П. Ефименко и И.И. Науменко предложили дополнительно скручивать поликапиллярную колонку вокруг ее продольной оси (Ефименко, Науменко, 1998). При этом достигается самая высокая на сегодня эффективность (до 17 000 т.т./м), что позволяет разделять до 15–20 веществ в пробе.

Для примера приведена хроматограмма разделения смеси растворителей на спиральной ПКК за время не более 100 с. Так с созданием ПКК родилось новое направление в газовой хроматографии – поликапиллярная хроматография!

Хроматограмма смеси растворителей на спиральной ПКК:

1 – ацетон, 2 – этилацетат, 3 – бензол,  
4 – н-бутанол, 5 – толуол, 6 –  
этилцеллозольв, 7 – бутилацетат, 8 –  
этилбензол, 9 – м-ксилол, 10 – о-ксилол,  
11 – стирол, 12 – циклогексанон, 13 –  
циклогексанол.



**Экспрессное концентрирование и ввод пробы с концентратора.** Порог обнаружения газовыми хроматографами наиболее распространенного взрывчатого вещества тринитротолуола (ТНТ) без предварительного концентрирования пробы и в то (1982 г.), и в настоящее время равен примерно  $10^{-12}$  г/см<sup>3</sup>. Поэтому сразу было понятно, что нужно разрабатывать быстрое концентрирование и быстрый ввод пробы с концентратора.

Первоначально схема и конструктив анализаторов паров ВВ базировались на принципах зарубежных приборов VTA-103A и EVD с подвижными роторами пробоотборных кранов и спиральным концентратором. А.Т. Шишмарёв и В.П. Солдатов экспериментально показали существенные недостатки спиральных концентраторов. В дальнейших работах над многочисленными конструкциями по совершенствованию этих устройств, включая конструкции с нагреваемым каналом внутри крана, выносным трубчатым концентратором (группа В.П. Солдатова с участием А.Т. Шишмарёва) и элементами компенсации термического расширения пластмассового ротора (группа Г.Г. Коденева), была в итоге рождена наиболее продуктивная идея плоского концентратора. В результате А.Т. Шишмарёвым и В.Г. Филоненко была создана первая, базовая конструкция цилиндрической приемной камеры устройства ввода для плоского концентратора. Эта конструкция и ее модификации в дальнейшем использовались в экспрессных хроматографических обнаружителях ЭХО. Идея применимости металлических сеток для плоского концентратора принесла максимальный эффект как по чувствительности обнаружителя ЭХО, так и по минимуму остаточной памяти концентратора. Для резкого ускорения процесса десорбции А.Т. Шишмарёвым был предложен пограничный с концентратором пористый нагреватель для генерации при десорбции гомогенного теплового слоя.

Большой объем экспериментальных работ по выбору материала и конструкции концентратора выполнили А.Т. Шишмарёв и В.Г. Филоненко. В конечном счете остановились на сетках из нержавеющей стали и без всяких покрытий. Здесь удача сопутствовала созданию простых по конструкции и достаточно эффективных концентраторов для широкого перечня взрывчатых веществ и других органических веществ, в частности хлорорганических пестицидов для экологического контроля. Но уточнение роли размеров ячеек в сетках, числа сеток в концентраторе, размеров концентратора и, наконец, величины воздушного потока через концентратор пришло с построением расчетных моделей эффективности концентрирования и ввода пробы в зависимости от перечисленных параметров и условий (Грузнов, Филоненко, Шишмарёв, 1999). В расчетных моделях эффективность улавливания характеризовалась проскоком  $\beta$ , равным отношению количества вещества, прошедшего через ловушку, к количеству вещества, поступившего на ее вход. Для расчета величины проскока сеточные ловушки рассматривались аналогично диффузионным батареям (на эту возможность обратил внимание Г.Г. Коденев) в виде пучка из  $n$  параллельных каналов длиной  $l$ , в которых имеет место режим ламинарного течения (Грузнов, Филоненко, Шишмарёв, 1999). Для описания процесса сорбции использовались представления о колебательной релаксации адсорбированных частиц. В результате было определено, что величина проскока  $\beta$  есть экспоненциальная функция отношения  $Q_d/Q_s$ , где  $Q_d$  – поток сорбируемого вещества,  $Q_s$  – поток воздуха, прокачиваемого через концентратор, а для амплитуды  $A'$  сигнала хроматографа была получена изящная формула (Грузнов, Филоненко, 2000):  $A' = Q_s/Q_d [1 - \exp(-Q_d/Q_s)]$ , из ко-



торой определяется условие рационального выбора расхода воздуха  $Q_s$  при экспрессном сорбционном концентрировании:  $Q_s \leq 4Q_d$ .

Для оптимизации времени ввода пробы с концентратора в колонку была создана расчетная модель (Грузнов, Филоненко), учитывающая температурные и другие режимы ввода. В.Г. Филоненко, А.Т. Шишмарёвым было разработано повторное концентрирование (перепакровка) для предварительного сжатия пробы с концентраторов большого объема для ее быстрого ввода в колонку газового хроматографа. В результате применение в приборе ЭХО-М концентратора большого размера (диаметром 40 мм вместо первоначального диаметром 8 мм) обеспечило понижение порога обнаружения тринитротолуола до рекордного на сегодня значения  $10^{-15}$  г/см<sup>3</sup>.

**Вихревой дистанционный отбор проб.** В процессе разработки проблемы обнаружения спецвеществ газоаналитическими методами выявилась сложность задачи сбора пробы с обследуемых объектов, переноса ее на концентратор или непосредственно в газоанализатор. Выяснилось, что при прямом всасывании необходим практически непосредственный контакт входного патрубка с обследуемой поверхностью. При этом площадь съема пробы близка к площади входного отверстия, диаметр которого обычно в ручных маломощных пробоотборниках невелик и равен около 10 мм. Это влечет за собой низкую скорость обследования объектов, а обследование человека вообще невозможно. Был найден совершенно оригинальный дистанционный способ отбора проб с поверхности объектов — вихревой. Его суть состоит в обдуве обследуемого объекта закрученной струей воздуха, создающей при взаимодействии с обследуемой поверхностью восходящее к входу в пробоотборник течение, захватывающее примеси с обдуваемой поверхности. Способ значительно расширяет зону захвата пробы и повышает скорость обследования объектов. В числе авторов способа сотрудники отраслевого отдела В.П. Солдатов, В.В. Кузнецов, А.А. Морозов. Экспериментальные исследования В.Г. Филоненко, В.И. Мовшева и др., а также более ранние исследования Э.П. Волчкова, В.И. Терехова (НГУ, ИТФ СО АН СССР) определили облик эффективного ручного пробоотборника. Решающая роль в разработке его конструкции принадлежит В.Г. Филоненко, выявившему реальную возможность создания эффективной конструкции с одним мотором, обеспечивающим необходимые потоки закрутки и отсоса потока по центру вихря.

Теоретические оценки сравнения эффективности прямого всасывания и вихревого пробоотбора (Грузнов, Филоненко, Шишмарёв, 1999) показали, что разрежение, создаваемое вихревым аппаратом, спадает с расстоянием примерно в 100 раз медленнее, чем при прямом всасывании, и его эффективность сохраняется на расстоянии до 3–5 диаметров вихреобразующего аппарата. Это позволяет менять дистанцию пробоотбора в весьма широких пределах без существенной потери эффективности процесса. Теоретические оценки такого сложного явления, как вихрь, блестяще подтвердились экспериментом.

При вихревом способе перенос паров осуществляется потоком воздуха в ядре вихря. Эффективность переноса зависит от соотношения интенсивностей закрутки воздуха и отсоса воздуха из ядра. Экспериментально было показано (Филоненко, 1999), что эффективный сбор достигается при отношении производительности побудителя закрутки к производительности побудителя откачки, равном 0,5. Это отношение и закладывалось в конструкцию пробоотборника. В результате впервые в мире был создан уникальный

ручной прибор, который на протяжении вот уже двадцати лет применяется в практике спецслужб.

Завершая характеристику цикла работ по этапам газохроматографического процесса обнаружения, нужно отметить, что коллективом авторов (Филоненко, Науменко, Ефименко, Шишмарёв, Грузнов) достигнут существенный системный результат, а именно: разработаны расчетные модели параметров разделительной колонки, оптимизации и согласования параметров вихревого пробоотбора, экспрессного концентрирования и ввода проб в хроматограф, т. е. создана расчетная модель газохроматографической системы, позволяющая синтезировать газохроматографические схемы с необходимыми параметрами. Эта модель может уточняться и дополняться. Отметим, что расчетные модели являются научной основой для совершенствования приборов с учетом новых технологических возможностей.

**Портативные экспрессные хроматографы серии ЭХО.** Серия приборов создавалась сплоченной работой коллективов нескольких научно-исследовательских секторов отдела. Постепенно центр тяжести работы перешел, как и следовало ожидать, к конструкторскому сектору, возглавляемому В.Г. Филоненко. Выпускник Московского высшего технического училища им. Н.Э. Баумана В.Г. Филоненко энергично объединял усилия исследователей отдельных этапов газохроматографических процессов и усилия конструкторов, задавая интенсивный ход всех конструкторских работ по созданию экспрессного хроматографического обнаружителя — ЭХО. Эта аббревиатура так и закрепилась за первым прибором и всеми последующими. Первенец серии ЭХО создавался упорным трудом коллектива в течение шести лет начиная с 1982 г. как переносной ранцевый миноискатель



Участники работ по созданию серии приборов ЭХО.

В центре стоит В.М. Грузнов, слева от него — В.Г. Филоненко, В. Трубин, Ю.В. Марчук, А.В. Савлук, Л.В. Блинова, А.Т. Шишмарёв, А.М. Веретельников. Справа — Л.Ю. Прохоренко, Д.В. Зинченко, А.Н. Безуглов, В.Ф. Руленко, М.А. Соколов, Ю.Н. Коломиец, В.Б. Луппу



для поиска взрывных устройств по запаху взрывчатых веществ. Необходимо было сделать «конкурента» обученной собаке.

Концептуально экспрессный портативный хроматограф создавался на основе скоростных поликапиллярных колонок, быстрого сорбционного концентрирования, эффективного дистанционного отбора паров с обследуемых объектов, специально разработанного детектора электронного захвата, встроенного микропроцессорного управления режимами работы, и, наконец, завершал концепцию конструктив прибора.

О выборе конструкции прибора следует сказать особо. С одной стороны, задача создания легкого носимого специализированного прибора требовала минимизации всего и вся, т. е. ориентировала на крайне специфическую конструкцию. С другой стороны, наличие наработок различных вариантов отдельных элементов (концентраторов, устройств ввода проб, колонок, детекторов) и понимание того, что окончательная оптимизация обнаружителя может быть только по результатам практики его применения и новых достижений в конструировании отдельных блоков прибора, привели к точке зрения на создание конструктива, легко развиваемого в будущем. Поэтому было определено, что прибор ЭХО (а позднее ЭХО-М) должен состоять из собственно хроматографа и отдельного вихревого устройства отбора проб на концентратор. Автономное ручное устройство пробоотбора обеспечивает высокую оперативность обследования объектов. Остановились на конструктиве прибора в виде трех быстросменных функциональных блоков: аналитического (БА), электронного (БЭ) и блока газоснабжения (БГ). Вертикальная конфигурация портативного прибора удобна для переноски и предоставляет возможность независимого совершенствования блоков. Хотя были и сторонники оформления конструкции в виде блока для приборных стоек.

Архитектура конструкции, благодаря ее соответствию целому ряду требований по разным видам совместимости функциональных блоков прибора, по надежности в полевых условиях, по ремонтпригодности, по возможности ее развития под разные структуры БА, была сохранена во всех типах портативных хроматографов семейства ЭХО.

Отметим, что выбор концепции и рационального сочетания компонентов прибора представляет собой сложнейшую оптимизационную задачу, не решаемую формализованными методами. Поэтому успех в создании технических систем и приборов обычно связан, помимо такого понятия, как удача, с широкими теоретическими и экспериментальными исследованиями и всесторонним анализом имеющихся данных. В разработке системы ЭХО эти условия в большой мере соединились. Концепция оказалась плодотворной, а



Переносной обнаружитель-анализатор ЭХО-М и его конструкторы.

Слева направо: В.Г. Филоненко, В.Н. Чертаков, А.Ю. Леонов, А.Н. Киле, В.И. Мовшев

система ЭХО продолжает развиваться, в то время как известные на время начала работ по ЭХО аналоги прекратили свое существование.

Несколько слов о программном обеспечении. Для управления работой хроматографа с внешнего компьютера разработана программа Сорбат 6.1 для Windows 2000, XP, Vista. Большое число параметров настройки хроматографа и большое количество регистрируемых хроматограмм определили необходимость изобретения оптимальной систематизации задаваемой и получаемой информации. Была создана новая структура данных в программном обеспечении. Вместо традиционных для программистов файлов и каталогов данных были введены более удобные для практики аналитика блоки данных: Приложения и Наборы хроматограмм (идея Л.В. Блиновой, реализованная вместе с М.А. Соколовым). Каждая полученная хроматограмма автоматически занимает свое место в структуре Приложения, где фиксируются ее параметры. В этой структуре хранится исходная хроматограмма, обработку можно менять и повторять. Каждому Набору хроматограмм соответствует одна градуировка, которую можно корректировать, приспосабливая к текущим условиям работы хроматографа, для этого достаточно ввести одно градуировочное вещество. Автоматический поиск параметров пиков (вершин и границ) в программе Сорбат позволяет находить параметры слабозаделенных пиков путем решения системы многопараметрических уравнений методом подбора параметров аппроксимирующих кривых.

**Применение приборов серии ЭХО.** Экспрессный хроматографический обнаружитель ЭХО-М успешно эксплуатировался службами МВД РФ в течение нескольких лет в качестве обнаружителя взрывчатых веществ. В результате приказом Министра внутренних дел в 1995 г. хроматограф ЭХО-М был принят на вооружение соответствующих служб МВД Российской Федерации. Одновременно выяснилось, что сочетание поликапиллярной колонки с фазой SE-30 и детектором электронного захвата обеспечивает высокую селективность и чувствительность не только к ВВ, но и к широкому перечню пестицидов, особенно к хлорорганическим. Это была удача, которая открывала путь к использованию прибора в экологическом контроле. Для этого прибор был дополнительно снабжен шприцевым вводом проб, и после Государственных испытаний тип газовых хроматографов ЭХО-М в 1996 г. был зарегистрирован в Государственном реестре средств измерений.

Воодушевленные возможностью применения ЭХО-М в экологическом контроле, мы с начала 90-х годов начали интенсивную проработку различных структур прибора для этих целей. В то время практически не было полевых, да еще столь быстродействующих, газовых хроматографов для экологии. Полевые приборы фактически открывали новую эру в экологическом контроле, когда анализ объектов делается на месте пробоотбора. Значимость быстрого действия ярко проявилась во время участия А.Т. Шишмарёва с ЭХО-М в сравнительных испытаниях газовых хроматографов в Солт-Лейк Сити (США), организованных EPA (американским агентством по защите окружающей среды). Тогда во время испытаний за первые несколько минут А.Т. Шишмарёв делал для надежности 5–6 анализов и был уверен в своих результатах, а затем готовил кофе волнующимся за свои результаты американским участникам со своими приборами, у которых на один анализ уходило 15–20 минут!

Для удовлетворения потребностей экологического контроля были разработаны для ЭХО сменные устройства ввода проб (ввод с концентратора,



шприцевой и автодозировочной петлевой вводом) и отдельные термостаты для блока ввода проб, колонки и детектора (А.Т. Шишмарёв, М.Н. Балдин). Одновременно создали варианты ЭХО с различными детекторами: аргонным ионизационным (А.Т. Шишмарёв, В.Г. Филоненко), пламенно-ионизационным, по теплопроводности и фото-ионизационным (М.Н. Балдин).

В результате приборы ЭХО стали обеспечивать определение широкого перечня приоритетных вредных органических веществ (пестицидов хлор- и азотосодержащих, полихлорированных бифенилов и разнообразных галогенорганических соединений) в продуктах питания, кормах, почве, в питьевой, природной и сточных водах и, конечно, в атмосферном воздухе. Кроме того, автодозировочная петлевая вставка проб обеспечивает автоматический контроль воздуха, например рабочей зоны, через задаваемые интервалы времени.

Возможности применения приборов ЭХО для экологического контроля окружающей среды оз. Байкал неоднократно обсуждались с академиком М.И. Кузьминым и чл.-кор. РАН В.С. Шацким и с академиком М.А. Грачёвым. По инициативе М.А. Грачёва в рамках международной экологической программы в период 1991–1993 гг. А.Т. Шишмарёвым и Г.Г. Коденевым были выполнены измерения распределения содержания фреонов в водах оз. Байкал по глубине с использованием хроматографа ЭХО-2 с целью определения времени обновления глубинных вод оз. Байкал. Для объяснения экспериментальных данных по распределению фреонов Г.Г. Коденевым предложен новый механизм, инициирующий глубинный водообмен, а именно распад состояния метастабильного равновесия вод верхнего слоя в холодное время года при обратной стратификации (Коденев, 2001). Была сформулирована система уравнений материального (для трассера) и теплового балансов, учитывающая наличие турбулентного переноса, и решена обратная задача: по



На Байкале. Академик М.И. Кузьмин, д.т.н. В.М. Грузнов  
и чл.-кор. РАН В.С. Шацкий

измеренным с помощью ЭХО-2 распределениям концентраций трассера и одновременно температур найдены зависящие от глубины коэффициенты турбулентного обмена и потоки, осуществляющие глубинный водообмен. В результате получены не только средние времена обновления глубинных вод котловин, но и впервые найдены времена обновления каждого горизонта, важные для экосистемы оз. Байкал. Работа на Байкале продемонстрировала одно из актуальных применений полевых приборов ЭХО для решения фундаментальных и прикладных экологических задач путем трассерных измерений в полевых условиях.

Уникальные характеристики приборов серии ЭХО понравились и спецслужбам, и экологам. Приборы выпускались макетным участком КТИ ГЭП и одновременно был освоен выпуск на Опытном заводе СО РАН (свыше 150 приборов). На конец 1996 г. приборы использовали в своей работе в России примерно 40 организаций для экологического контроля, 25 организаций для спецконтроля, и 13 приборов было поставлено в США, несколько в Германию. За создание «Скоростных портативных полевых газовых хроматографов «ЭХО» группе сотрудников КТИ ГЭП (11 человек из одного коллектива!) была присуждена Премия Правительства России в области науки и техники за 1997 г.: М.Н. Балдину, В.М. Грузнову, А.П. Ефименко, А.И. Зоткевичу, Г.Г. Коденеву, В.И. Мовшеву, И.И. Наumenко, М.А. Соколову, В.Г. Филоненко, В.Н. Чертакову, А.Т. Шишмарёву. По состоянию на 2008 г. приборы ЭХО кроме России, США и Германии работают во Вьетнаме, Израиле, Финляндии.

Фактором, неудобным для использования первых приборов ЭХО, особенно для специальных целей, было наличие в их составе баллона с инертным газом-носителем, который необходимо заряжать несколько раз в месяц или в неделю в зависимости от интенсивности работ. Поэтому были пред-



Академик Н.Л. Добрецов с лауреатами премии Правительства РФ, 1998 г.  
 Слева направо: В.М. Грузнов, Г.И. Орлов (Опытный завод СО РАН), М.Н. Балдин,  
 Н.Л. Добрецов, А.Т. Шишмарёв, В.Г. Филоненко, В.Н. Чертаков, Г.Г. Коденев,  
 А.П. Ефименко, В.А. Аксёнов (НИИСТ МВД РФ)



приняты интенсивные меры по замене инертного газа на воздух в качестве газа-носителя. Успешно решены три проблемы.

1. Для очистки воздуха создан малогабаритный фильтр (Пат. РФ № 2207563 / М.Н. Балдин, А.Ф. Горохов, А.Н. Киле). Сложность задачи состояла в тщательности очистки воздуха, поскольку этот же воздух, но неочищенный, анализируется и на наличие взрывчатых и вредных веществ! То есть содержание примесей в очищенном воздухе должно быть ниже порога их обнаружения. Вторая сложность — в обеспечении регенерации фильтра от источника питания прибора. 2. Создание ПКК, работающей в присутствии кислорода воздуха (И.И. Науменко, А.П. Ефименко). 3. Создание нового типа ионизационного детектора, работающего на воздухе. Такая возможность была теоретически показана Е.В. Крыловым, рассмотревшим дрейф ионов в продольном электрическом поле, и осуществлена М.Н. Балдиным, А.Ф. Гороховым, В.А. Симаковым (Пат. РФ № 22117738). В результате была создана конструкция нового ионизационного детектора перестраиваемой селективности (ИДПС), без преувеличения — конструкция детектора Балдина и К<sup>о</sup>.

Решение этих трех проблем привело к созданию (2000–2003 гг.) ЭХО с воздухом в качестве газа-носителя — ЭХО-В (Балдин, 2002). Новый прибор понравился спецслужбам и стал им поставляться. Он стал меньше по габаритам и весу, и никаких расходных материалов для его работы!

В 2007 г. была завершена разработка варианта обнаружителя с воздухом в качестве газа-носителя «Шпинат-М1» со встроенным персональным компьютером. Главный конструктор М.Н. Балдин. Изготовление прибора освоено Смоленским «НПО Аналитприбор». В 2008 г. ФСБ России приняла прибор для оснащения своих подразделений!

С созданием ИНГГ СО РАН, куда вошел КТИ ГЭП, работы по развитию приборов ЭХО направлены и на обеспечение геохимической съемки на нефть и газ с отбором проб на пассивные концентраторы (по инициативе акад. А.Э. Конторовича) и анализом проб в полевых условиях. Создано устройство отбора паров на пассивные концентраторы (Пат. РФ № 81344. 2008 / М.Н. Балдин, В.М. Грузнов, Е.В. Карташов, акад. А.Э. Конторович). Разработан вариант ЭХО для анализа проб с пассивных концентраторов (М.Н. Бал-



Газовый хроматограф «Эхо-В» с дистанционным вихревым пробоотборником (справа) и его создатели. Слева направо: М.Н. Балдин, В.Н. Чертаков и В.А. Симаков

дин, В.А. Симаков, В.Ф. Руленко, Е.В. Карташов, Д.В. Зинченко, Л.В. Блинова). В 2007–2008 гг. разработана и опробована в полевых условиях методика геохимической съемки по ароматическим углеводородам (М.Н. Балдин, В.М. Грузнов, Е.В. Карташов).

В 2008 г. была завершена разработка двухканального хроматографа ЭХО-ДТП-2 (Сертификат № 30415 Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии) для экспрессного контроля теплотворной способности попутного газа (В.Г. Рыболовлев, М.Н. Балдин, Л.В. Блинова). Прибор эксплуатируется в ОАО «Новосибирскнефтегаз».

На очереди разработка портативных газовых хроматографов с временем анализа в несколько секунд, т. е. сокращение время анализа в 10 раз, хроматографов со спектрометрическими детекторами: спектрометром приращения ионной подвижности, масс-спектрометрическим. Отметим, что концепция построения семейства приборов ЭХО перекрывает весь диапазон известных технических решений, реализованных в современных обнаружителях ВВ и аналитических портативных приборах. Приборы ЭХО не уступают по уровню технических достижений и характеристик известным зарубежным образцам и превосходят их по быстродействию. Конкуренцию ЭХО составляет быстродействующий американский прибор Egis, но в пересчете на вес сохраняется соотношение в пользу ЭХО – 1 кг/с и примерно 10 кг/с соответственно.

Заканчивая раздел по газовой хроматографии, отметим, что, как это часто бывает при создании сложных систем, экспериментальные исследования, теоретические обобщения и экспериментальный синтез оптимальных технических решений шли параллельно. Благодаря сплоченности многочисленного коллектива исследователей и разработчиков, получен выдающийся результат, создано и развивается научно-техническое направление полевой газовой хроматографии (Грузнов, Филоненко, Балдин, Шишмарёв, 2002).

#### **Развитие масс- и хромато-масс-спектрометрических методов анализа следовых концентраций органических веществ**

В 1984 г. по инициативе начальника сектора газового анализа В.П. Солдатов в отраслевом отделе начало развиваться новое направление, ориентированное на создание полевой масс- и хромато-масс-спектрометрической аппаратуры для обнаружения и идентификации опасных веществ. За рубежом уже велись активные работы в этом направлении, в то время как в СССР не выпускались серийно даже лабораторные хромато-масс-спектрометры для научных исследований.

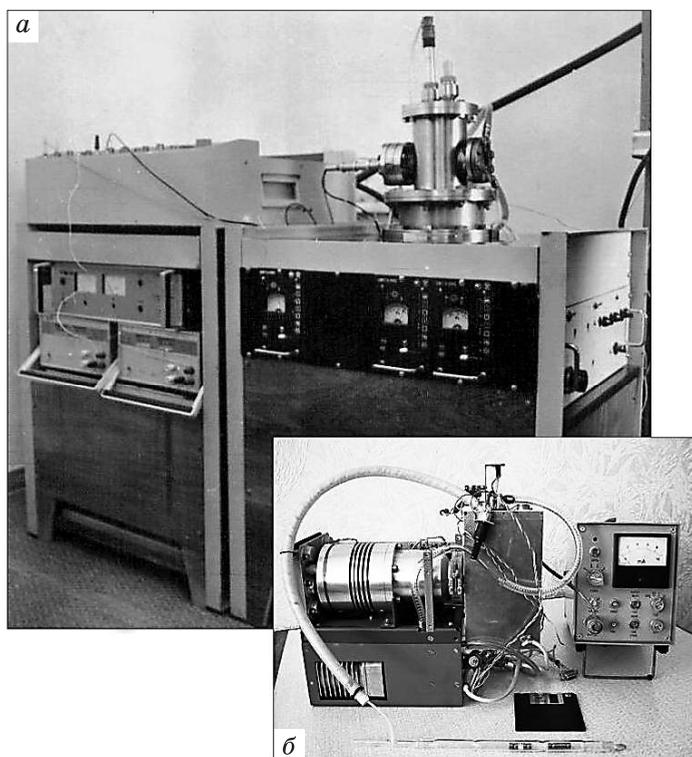
Выполнение работ, направленных на создание высокочувствительных масс-спектрометрических приборов с ионизацией при атмосферном давлении (ИАД), было поручено молодым выпускникам физического факультета НГУ А.Л. Макасю и С.М. Пимневу. В то время этот метод активно развивался за рубежом и на его основе уже были получены рекордные результаты по чувствительности анализа следовых концентраций органических веществ в воздухе и растворах. Благодаря тому, что разработки велись в рамках крупной многолетней темы, сложилась реальная возможность для плодотворного сотрудничества с институтами Академии наук. В период с 1984 по 1989 г. в развитии этого направления приняли участие: В.М. Моралев (ИНХ СО АН СССР), В.Н. Сидельников (ИК СО АН), акад. А.К. Ребров (ИТФ СО АН), А.Ф. Додонов (ИЭПХФ АН СССР), Л.Н. Галь (ИАП АН СССР). Общей задачей в этих работах являлось исследование новых подходов в создании поле-



вой масс- и хромато-масс-спектрометрической аппаратуры для обнаружения и идентификации опасных веществ. В это время был разработан и изготовлен ряд уникальных экспериментальных образцов.

Совместно с ИЭПХФ АН, ИАП АН и ИХКиГ СО АН был создан экспериментальный образец масс-спектрометра с ИАД на базе время-пролетного масс-анализатора типа «рефлектрон». На нем С.М. Пимневым выполнялись исследования метода электрораспыления ионов из растворов при атмосферном давлении (ЭРИАД), а также исследовались особенности ионизации нитросоединений. Развитие метода ЭРИАД велось по инициативе М.А. Грачёва (НИБОХ СО АН) с перспективой создания тандема жидкостный хроматограф «Милихром»–масс-спектрометр.

Два экспериментальных образца масс-спектрометров с ИАД на базе масс-анализаторов монопольного типа были созданы совместно с ИНХ СО АН (А.Л. Макасы, В.В. Первухин). На них провели ряд пионерных исследований: 1) впервые определен состав ионов и их температурные зависимости при поверхностной ионизации органических веществ при атмосферном давлении; 2) впервые в мире был реализован тандем «спектрометр приращения ионной подвижности (СПИП)–масс-спектрометр» (Буряков, Крылов, Макасы и др., 1991), на нем показана возможность предварительного разделения ионов на входе в масс-спектрометр, проведена идентификация ионов после предварительного разделения их в СПИП; 3) впервые в мире этот тандем был совмещен с источником ЭРИАД и продемонстрирована возможность анализа растворов.



Экспериментальные образцы масс-спектрометра с химической ионизацией при атмосферном давлении, созданные в 1987 г. (а) и в 2002 г. (б)

В 1989 г. тематика была закрыта в связи с выводом ограниченного контингента советских войск из Афганистана, а работы в этом направлении существенно сокращены. Спустя десятилетие работы по развитию масс-спектрометрии с ИАД под руководством А.Л. Макася возобновились и были направлены на миниатюризацию аппаратных решений. В результате с использованием задела, полученного в 80-х годах, в 2002 г. создали новый экспериментальный образец малогабаритного масс-спектрометра с ИАД, самый миниатюрный в мире в своем классе. За счет применения источника ионов с низкой газовой нагрузкой и миниатюрного масс-анализатора конструкции Б.Ф. Шамахова (НГУ, г. Новосибирск) удалось снизить требования к вакуумной системе. Масс-анализатор, источник ионов, приемник ионов, управляющая и регистрирующая электроника интегрированы в моноблок с размерами 185 × 100 × 70 мм. Вес прибора с вакуумной системой составил всего 25 кг, при этом продемонстрированы рекордно низкие пороги обнаружения по фосфорорганическим веществам на уровне 100 ppt (Макась, Трошков, Кудрявцев, Лунин, 2004).

В 1991 г. по заказу МО РФ начались работы по созданию транспортабельного хромато-масс-спектрометра для оснащения подвижных и стационарных лабораторий специального химического контроля. Основными техническими требованиями явились высокая чувствительность и быстродействие при анализе токсичных веществ в объектах окружающей среды, надежность их идентификации, а также стойкость прибора к внешним воздействиям.

Идеологами разработки с самого ее начала и до завершения являлись А.Л. Макась и М.Л. Трошков. За основу масс-спектрометрической части был выбран малогабаритный прибор ИВА-6 (ПО «Электрон», г. Сумы, Украина), построенный по схеме Маттауха–Герцога с двойной фокусировкой. Хотя тип масс-анализатора и некоторые его конструктивные решения были сохранены, в ходе разработки был создан совершенно новый прибор в соответствии с поставленной заказчиком задачей: разработана интегрированная многоколоночная хроматографическая система с устройством ввода «концентратор–термодесорбер»; многоколлекторный приемник ионов; программно-аппаратный комплекс для управления и сбора данных на базе персонального компьютера. Прибор был оснащен встроенной мощной (но компактной и надежной) вакуумной системой. Данный этап работы завершился созданием макетного образца мобильного хромато-масс-спектрометра. В выводах военно-технической экспертизы заказчика (1995 г.) отмечено, что технические характеристики созданного макетного образца превосходят характеристики отечественных и зарубежных приборов специального химического контроля, а также дана рекомендация на постановку ОКР. В этом же году была образована лаборатория спектрометрии (зав. лаб. А.Л. Макась), в состав которой вошли разработчики мобильного хромато-масс-спектрометра.

В 1997 г. по заказу войск РХБЗ МО РФ была начата опытно-конструкторская работа по созданию опытного образца мобильного хромато-масс-спектрометра (МХМС) (шифр ОКР – «Навал», гл. конструктор А.Л. Макась, зам. гл. конструктора М.Л. Трошков). Несмотря на сложности с финансированием разработки ввиду дефолта 1998 г., в 2000 г. было завершено создание опытного образца МХМС. Основными новыми элементами прибора, определяющими его уникальные характеристики (чувствительность, быстродействие, устойчивость к механическим нагрузкам), являются устройство отбора и ввода пробы «концентратор–термодесорбер», многоканальная модульная



Мобильный хромато-масс-спектрометр «Навал» и его разработчики, 2002 г.  
Слева направо: В.С. Обжерин, В.М. Лунин, А.А. Неермолов, С.П. Подъячев (ИАиЭ),  
М.А. Трошков, А.Л. Макась (КТИ ГЭП)

газохроматографическая (ГХ) система, компактный магнитный масс-анализатор с многоколлекторным источником ионов (Макась, Трошков, 2004). После успешных государственных испытаний в 2002 г. министром обороны РФ был подписан приказ о принятии прибора на снабжение Вооруженных сил РФ. В 2001 г. в ЦНИИИ РХБЗ МО РФ разработан комплект методик количественного химического анализа и идентификации отравляющих веществ с помощью МХМС, после чего прибор сертифицировали в Госстандарте России. Так был создан первый российский мобильный хромато-масс-спектрометр! В 2003 г. в КТИ ГЭП были изготовлены два серийных образца МХМС и поставлены в войска. С использованием части результатов данной разработки А.Л. Макась в 2000 г. защитил кандидатскую диссертацию по техническим наукам.

В разработке МХМС «Навал» активное участие принимала группа конструкторов и исследователей, включая Н.Н. Волошину. Опытные и серийные образцы изделия изготавливались на макетном участке КТИ ГЭП под руководством В.Я. Кузнецова.

После создания ИНГТ СО РАН в 2006 г. начались работы по адаптации существующих разработок полевых хромато-масс-спектрометров для решения задач поисковой геохимии. В частности, продемонстрирована возможность экспрессного хромато-масс-спектрометрического анализа в пробах снежного покрова и грунта углеводородов и веществ других классов с углеродным числом от C5 до C10 с целью повышения информативности съемки.

### **Спектрометрия приращения ионной подвижности**

Метод разделения ионов в газе по величине приращения ионной подвижности с помощью знакопеременного периодического несимметричного по полярности электрического поля был предложен М.П. Горшковым в 1980 г. Для разработки газоанализаторов на основе этого метода (сокращенно – СПИП) в 1983 г. по инициативе В.П. Солдатова в отраслевом отделе была организована научно-исследовательская группа под руководством И.А. Бурякова, позднее преобразованная в лабораторию. В разные годы в этом научном коллективе работали Е.В. Крылов, А.П. Арчаков, В.Б. Луппу, В.В. Федотов, А.Н. Безуглов, Д.В. Зинченко, А.В. Савлук, Ю.Н. Коломиец, В.А. Симаков. Основными направлениями работ были экспериментальные исследования явлений переноса ионов в газах, а также разработка конструк-

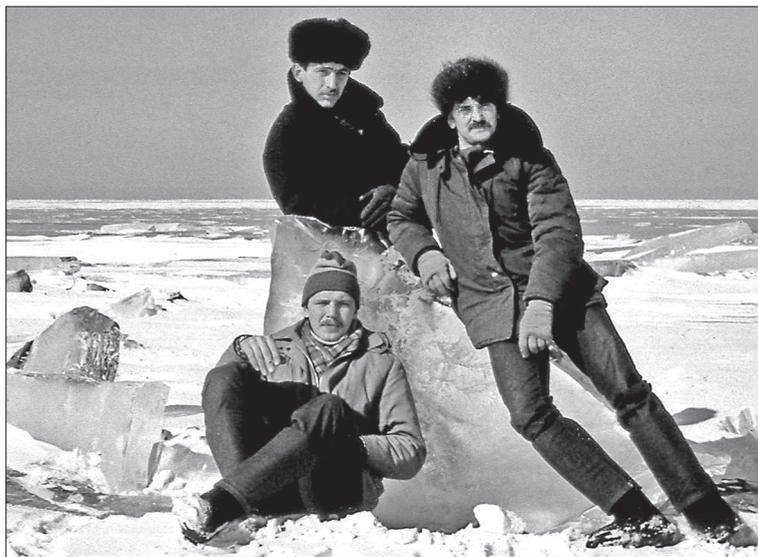
торско-технологических и методических решений с целью создания портативных газоанализаторов на основе метода СПИП. В течение 1984–1988 гг. были предложены технические решения, защищенные авторскими свидетельствами, ставшие основой для разработки экспериментальных образцов газоанализаторов. Основное содержание этих технических решений заключалось: 1) в выборе оптимального соотношения амплитуд знакопеременного периодического несимметричного по полярности электрического поля (Буряков, Крылов, Солдатов, 1988); разработке высокодобротной многочастотной колебательной системы для генерации знакопеременного высоковольтного напряжения; 2) в разделении ионов в электрическом поле с пространственным градиентом, приводящим к возникновению эффекта фокусировки ионов (Буряков, Крылов, Солдатов, 1989) и существенному понижению порога обнаружения СПИП; 3) в выборе примеси полярного вещества, повышающего разрешение СПИП.

На основе указанных технических решений разработан и изготовлен ряд уникальных экспериментальных газоаналитических стенов для решения различных аналитических задач. Некоторые из этих стенов в рамках хозяйственных договоров были поставлены в Институт электроники им. У.А. Арифова АН РУз (г. Ташкент), Институт энергетических проблем химической физики АН СССР (г. Москва), Лимнологический институт СО АН СССР (г. Иркутск) и в/ч 35533. Отметим характеристики стенов мирового уровня: порог обнаружения по 2,4,6-тринитротолуолу (ТНТ) —  $5 \cdot 10^{-13}$  г/см<sup>3</sup>, время отклика — 0,3 с, энергопотребление — 12 Вт.

С помощью стенов было решено множество научных и прикладных задач: 1) по исследованию явлений переноса ионов в воздухе (дрейф, диффузия) в планарной дрейфовой камере; 2) по сравнению эффективности поверхностной ионизации аминов в воздухе с эффективностью химической ионизации при атмосферном давлении; 3) по возможности анализа ионного состава жидкостей экстракцией ионов с помощью «electrospray» источника; 4) по созданию методики обнаружения двуокиси азота и двуокиси серы в воздухе с низкими порогами обнаружения по NO<sub>2</sub> — 8 мкг/м<sup>3</sup> (4 ppb) и SO<sub>2</sub> — 0,2 мкг/м<sup>3</sup> (80 ppt); 5) по определению возможности обнаружения пластических взрывчатых веществ (контракт с Mine Safety Appliances Company, Pittsburgh, PA, USA). В составе автомобильных, вертолетных и корабельных экспедиций, организованных Госкомгидрометом в районе южной оконечности озера Байкал, были построены 3D-профили относительных концентраций примесей аэропромвыбросов промышленных зон городов Байкальска, Шелехово, Ангарска, Усолье-Сибирского.

По результатам исследований Е.В. Крыловым и И.А. Буряковым защищены диссертации кандидатов физико-математических наук.

Качественный скачок в техническом развитии метода СПИП произошел в конце 1990-х — начале 2000-х годов, когда были предложены новые технические решения, позволившие реализовать спектрометр с замкнутым газовым контуром и очищенным воздухом в качестве газа-носителя (Буряков, Коломиец, Лупу, 2000, 2002). Было разработано и изготовлено несколько мелкосерийных партий образцов газоанализаторов. Некоторые из этих образцов по контрактам и хозяйственным договорам поставлены в фирму Bruker Daltonik GmbH (ФРГ), Научно-исследовательский технологический институт им. А.П. Александрова (НИТИ, г. Сосновый Бор, Ленинградская область) и в/ч 35533. По совокупности аналитических характеристик эти устройства на настоящее время не имеют аналогов в мире: предел обнаружения по ТНТ —



В экспедиции на оз. Байкал, 1988 г.

И.А. Буряков (справа), А.Н. Безуглов, В.В. Федотов (внизу)

$3 \cdot 10^{-14}$  г/см<sup>3</sup>, по 2,4-динитротолуолу —  $1 \cdot 10^{-14}$  г/см<sup>3</sup>, по тетранитрат пентаэритриту —  $1 \cdot 10^{-13}$  г/см<sup>3</sup>; время отклика на одно вещество — 0,6 с. Конструкция СПИП с замкнутым газовым контуром как нельзя лучше стыкуется с газовым хроматографом, поэтому был разработан и изготовлен экспериментальный стенд «газовый хроматограф–СПИП».

С помощью спектрометра с замкнутым газовым контуром решен ряд актуальных научных и практических задач: исследование влияния температуры и концентрации паров воды в воздухе при ХИАД нитротолуолов, образующих ионы в конкурирующих реакциях захвата электрона и отрыва протона; определение эффективности разделения ионов изомеров три-, ди- и мононитротолуолов; изучение возможности обнаружения паров фосфорорганических пестицидов; определение коэффициентов переноса ионов в воздухе как функций напряженности электрического поля, температуры и концентрации паров воды (проект МНТЦ № 1850); изучение кинетики термодесорбции взрывчатых веществ с поверхности твердых тел и пальцев рук (сотрудничество с НИТИ); определение перспективности СПИП как средства аварийной сигнализации на объектах уничтожения химического оружия на примере регистрации паров изомеров люизита, как средства регистрации биообъектов: цитохрома С, бычьего сывороточного альбумина, лейцин-энкефалина (грант Американской национальной лаборатории «Pacific Northwest National Laboratory», RC0-11000-PNNL), как средства обнаружения взрывчатых веществ и продуктов их деградации или как обнаружителя наркотических средств (проект МНТЦ № 3173).

На стенде «газовый хроматограф–СПИП» была показана эффективность отрицательной и положительной мод ХИАД паров героина и определена перспективность хроматографов со СПИП в качестве детектора для экспресс-определения взрывчатых, наркотических и отравляющих веществ.

Кроме экспериментальных исследований выполнены теоретические работы по математическому анализу движения ионов в газе в знакопеременном периодическом несимметричном по полярности электрическом поле,

основанному на решении уравнения непрерывности. Найдены решения, описывающие распределение ионов в планарной и цилиндрической полосах. Приведены оценки эффекта фокусировки ионов, возникающего в пространственно неоднородном поле. По результатам исследований И.А. Буряковым защищена диссертация на соискание степени доктора физико-математических наук.

#### СЕЙСМИЧЕСКИЕ И ГИДРОАКУСТИЧЕСКИЕ МЕТОДЫ

Исследования сейсмических и гидроакустических методов обнаружения спецобъектов выполнялись под руководством к.т.н. В.М. Грузнова. Сектору была поставлена задача по исследованию возможности создания аппаратуры поиска мин в грунте с помощью сейсмических методов и мин в водных преградах гидроакустическим методом.

Сейсмический метод обнаружения разрабатывался в двух направлениях: с использованием поверхностных сейсмических волн Релея для дистанционного обнаружения объектов и на основе импедансного метода путем тщательного обследования поверхности грунта ручной приемопередающей антенной. В разработке метода активное участие принимали академик Н.Н. Пузырёв, сотрудники его лаборатории Л.Д. Гик, Б.А. Бобров, Ю.А. Орлов (исследование дистанционного метода на физических моделях). Без преувеличения можно отметить, что работы по дистанционному методу, а фактически по инженерной сейсмике, с применением поверхностных волн выполнялись впервые в мире. Обычно поверхностные волны рассматриваются в связи с землетрясениями. Оценка уровней сигналов, отраженных от приповерхностных неоднородностей, исследовалась теоретически (акад. А.Н. Коновалов), экспериментально в полевых условиях (к.т.н. В.М. Грузнов, А.А. Морозов, Д. Рукавишников) и на физических моделях (Л.Д. Гик). Для этой цели был разработан ряд источников поверхностных сейсмических волн с воздействием на поверхность вертикальной силой, при которых более половины энергии уходит в поверхностную волну Релея: электродинамический (СКБ ВТ СО АН СССР), дисбалансный (НИРФИ, г. Горький), гидравлический (ЛПИ, г. Ленинград). В экспериментах использовался также удар кувалдой (энергия удара несколько кДж). Была показана возможность регистрации отраженного сигнала от заглубленных объектов с дистанции в 3–5 м. Основная сложность — наложение прямой и отраженной волн в силу большой длины зондирующих сигналов, характерных при возбуждении волн вертикальной силой в зоне малых скоростей. Другая принципиальная сложность — необходимость контакта излучателя и приемника с поверхностью грунта для эффективного излучения и приема. Для решения этих задач намечались скользящие по поверхности грунта конструкции излучателя и приемника (как говорил Н.Н. Пузырёв, антенны-лыжи), а для приема — лазерные методы. Но с 1988 г. работы были свернуты.

Импедансный метод совместно с НИРФИ был доведен до действующего макета обнаружителя. Для идентификации объектов впервые разработан и применен алгоритм сравнения спектров регистрируемых сигналов с заранее созданной библиотекой спектров сигналов, характерных для обнаруживаемых объектов и объектов-помех (кирпичей, булыжников и т. п.) на типичных грунтах. В результате на испытаниях получили совершенно феноменальный эффект обнаружения целевых объектов с безошибочной их идентификацией на фоне любых помех, установленных в грунт.



Гидролокационные методы обнаружения были направлены на исследование перспективного и по сегодняшнее время голографического способа получения изображений объектов в водной преграде. Для экспериментальных исследований был создан стенд с синтезированием апертуры механическим перемещением источника и приемника и с электромеханическим синтезированием путем перемещения одномерной матрицы гидроакустических приемников. Регистрировалась в цифровом виде комплексная голограмма  $A(x,y)e^{i\varphi(x,y)}$ , где  $A(x,y)$ ,  $\varphi(x,y)$  — соответственно амплитуда и фаза отраженного сигнала. Частота 200 кГц. Для быстрого восстановления изображения со скоростью 20–25 кадров в секунду совместно с СКБ ВТ СО АН СССР был разработан цифровой вычислитель. Изображения вычислялись путем преобразования Френеля исходной голограммы. Это преобразование выглядит в виде свертки исходной голограммы с голограммой точечного источника. Быстрая свертка вычислялась путем использования прямого и обратного преобразований Фурье с применением специально созданного быстрого программно-аппаратного алгоритма вычисления быстрого преобразования Фурье (БПФ). В лабораторных экспериментах получено разрешение  $0,8^\circ$ , что достаточно для обнаружения в воде штатных объектов на расстоянии 20–30 м.

После образования в 1990 г. Инженерного центра ГЭП на базе отраслевого отдела, работы по гидроакустике перешли в сектор (зав. И.Н. Злыгостев) в составе лаборатории систем мониторинга (зав. к.т.н. В.М. Грузнов).

В период с 1993 по 1997 г. по заданию Министерства обороны РФ в секторе были продолжены работы по исследованию возможности создания многофункционального разведывательного гидролокатора для определения на мелководье места положения и размеров навигационных препятствий в толще воды, регистрации профиля дна, оценки донных отложений и определения в них инородных объектов. Эти задачи решались сотрудниками сектора в составе: Е.А. Копылов, В.Н. Чугунов, А.В. Караблёв под научным руководством В.М. Грузнова, отв. исполнитель — И.Н. Злыгостев. Физической основой для создания гидролокатора явились исследования по распространению акустических волн в реальных мелководных водоемах. Установлено, что в мелких водоемах, где образуется повышенная мутность воды в результате движения плавсредства, затухание акустических волн не описывается классической зависимостью коэффициента затухания от частоты  $\alpha/f^2 = \text{const}$ . Анализ экспериментальных данных в диапазоне частот 60–150 кГц показал, что коэффициент затухания  $\alpha$  нужно аппроксимировать зависимостью (уравнение гидролокации ГруЗлыКопы, полученное В.М. Грузновым, И.Н. Злыгостевым и Е.А. Копыловым):  $\alpha(\text{см}^{-1}) = 22 \cdot 10^{-10} \cdot f^2 + 5,2 \cdot 10^{-10} \cdot f^4$ , где  $\alpha$  — коэффициент затухания,  $f$  — частота акустического сигнала, Гц. На основе этих данных было предложено для достижения необходимой дальности обнаружения навигационного препятствия (50–70 м) ввести в курсовой гидролокатор возможность работы на двух частотах: в диапазонах 50–70 и 120–160 кГц, выбираемых в зависимости от условий реального водоема.

Другой определяющей задачей стал выбор гидролокационной схемы. И здесь путем анализа различных схем, включая и голографические, была предложена новая схема амплитудно-суммарно-разностной моноимпульсной локации (Грузнов, Злыгостев, Копылов, Ряпков, Савлук, 2002). В известную схему в радиолокации из двух каналов (суммарного и разностного) вве-

ли дополнительно третий — фазоопорный канал. В результате получился изящный новый метод определения азимутального угла курсового препятствия без применения сложных сканирующих устройств. Метод основан на амплитудно-фазовом сравнении отраженных сигналов, принятых по трем различным парциальным диаграммам направленности антенны, содержащей минимум три ряда отдельных пьезокерамических элементов. Это позволило повысить угловую разрешающую способность системы, расширить сектор обзора гидролокатора и получить эффективный способ подавления паразитных сигналов от боковых лепестков диаграммы направленности антенной системы, что особенно актуально при проведении разведки мелководных водоемов. Третьей решающей задачей был выбор принципа работы и технического решения векторного измерителя скорости течения воды. И.Н. Злыгостев предложил измеритель на основе магнитогидродинамического эффекта.

В результате было разработано два типа бортовых инженерных гидролокаторов ИГ-1МС и ИГ-1МП с амплитудно-фазовой селекцией объектов в мелких водоемах глубиной до нескольких метров с одновременным определением скорости плавсредства. Работа выполнена в период с 2000 по 2004 г. коллективом в составе: Е.А. Копылова, Е.А. Кондратенко, Л.И. Беляковой, А.В. Савлука, С.А. Еремеева, А.В. Репкова. Главный конструктор разработки — И.Н. Злыгостев.

По результатам Государственных испытаний соответствующим приказом заказчика в 2005 г. гидролокаторы приняты на снабжение Вооруженных сил РФ.

Параллельно с разработкой гидролокаторов в лаборатории систем мониторинга КТИ ГЭП сектором И.Н. Злыгостева велась разработка значительно более сложной информационно-измерительной системы — автоматизированной системы управления технологическими процессами в Северомуйском железнодорожном тоннеле (АСУ ТП СМТ) III (высшей) категории сложности. Все началось с обоснования и формирования общей структуры алгоритма управления, состава и требований на отдельные элементы АСУ ТП. Главным конструктором на начальной стадии создания АСУ ТП СМТ по согласованию с заказчиком (Сибирским университетом путей сообщения,



И.Н. Злыгостев на машине разведки при испытаниях инженерного гидролокатора ИГ-1МС (слева)



г. Новосибирск) и генеральным заказчиком (Восточно-Сибирской железной дорогой) был назначен И.Н. Злыгостев. В работе принимали активное участие: В.Д. Нескородев, А.В. Комаров, В.А. Гурьев, Л.В. Лебедева, А.И. Злыгостев, Л.И. Белякова, С.А. Еремеев.

Масштабность проекта характеризуется такими параметрами, как большая протяженность тоннеля (около 35 км – самая большая в России на тот момент), экстремально высокие внешние факторы, воздействующие на тоннель: диапазон температур от  $-20$  до  $+50$  °С; относительная влажность около 100 %; воздействие вибрации в диапазоне частот от 0,1 до 1000 Гц с амплитудой ускорения до 10g; напряженность электрического поля в диапазоне частот от 0,05 до 2000 Гц – до 5 кВ/м; напряженность магнитного поля в диапазоне частот от 0,05 до 2000 Гц – до  $10^{-4}$  А/м; повышенная радиоактивность; зона высокой сейсмичности – 10 баллов.

Разработанная АСУ ТП представляет собой многоуровневую информационно-измерительную и управляющую систему, включающую комплекс аппаратных, программных и информационных компонент с необходимой документацией и средствами интерфейса. Это открытая система высокой надежности, допускающая функциональное развитие и рассчитанная на работу в реальном времени и темпе протекания технологических процессов на основном объекте.

Среди основных характеристик разработанной АСУ ТП нужно отметить: большое количество (1694) технологических операций, контролируемых или управляемых; IV степень развитости информационных функций (распознавание ситуаций, диагностика аварийных состояний, поиск «узкого места», прогноз хода процесса); VII степень развитости управляющих функций (оптимальное управление с адаптацией – самообучением и изменением алгоритмов и параметров); автоматический режим прямого цифрового (или аналогового) управления; количество переменных, измеряемых, контролируемых и регистрируемых – 1536; количество управляющих воздействий, вырабатываемых АСУ ТП – 510. Разработанная АСУ введена в эксплуатацию в 2004 г. и успешно работает по настоящее время. Мировых аналогов не имеется.

В развитие этой работы в период с 2001 по 2003 г. по заданию ОАО НИИПИ Ленметрогипротранс в секторе И.Н. Злыгостева с участием А.И. Злыгостева, Л.И. Беляковой, С.А. Еремеева, А.В. Савлука разрабатывалась автоматизированная система геотехнического мониторинга (СГТМ) безопасной эксплуатации Северомуйского тоннеля. Ответственный исполнитель разработки И.Н. Злыгостев. Для обеспечения безопасной эксплуатации этого сложного и в техническом, и в инженерно-геологическом отношении объекта была разработана СГТМ, в которую включен обширный перечень различных датчиков, измерительных устройств, комплекс специального программного обеспечения и методик для определения механических напряжений в крепях и обделках тоннеля (от горного давления, гидростатики и температурных воздействий), деформационно-прочностных характеристик вмещающего массива, текущей прочности и запаса прочности бетона обделок и гидростатического давления на обделку; для определения данных о работе дренажных систем, о напряженно-деформированном состоянии массива по трассе тоннеля. Разработанная система уникальна, мировых аналогов не имеется. В настоящее время введена в работу первая очередь СГТМ и проводятся мероприятия по организации пусконаладочных работ по вводу в действие всей системы.

## ЯДЕРНО-ФИЗИЧЕСКИЕ МЕТОДЫ

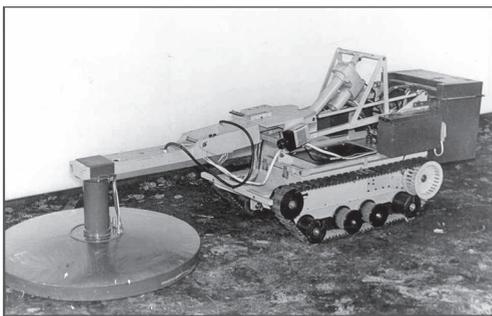
Исследования возможности создания аппаратуры поиска мин в грунте с помощью рентгеновских и нейтронных излучений велись в секторе ядерно-физических методов, сформированном в августе 1982 г. Начальник сектора — Б.Г. Шкляев. В первый год в секторе работали всего два сотрудника: по рентгеновским методам — Б.Г. Шкляев, по нейтронным — Б.Г. Титов. В 1983 г. сектор пополнился молодыми выпускниками НГУ и НЭТИ (ФТФ): А.В. Савлуком, В.Г. Рыболовлевым, В. Тороповым, Д.В. Зинченко.

Научным руководителем отраслевого отдела В.В. Кузнецовым была предложена идея использования рентгеновских и нейтронных методов с построением изображения обнаруживаемых объектов, как это было сделано в рентгеновских интроскопах для досмотра багажа на просвет. В нашем же случае — одностороннего доступа — возможности этих методов были не ясны. Для исследования рентгеновских методов в 1982–1988 гг. создали экспериментальный стенд с механической системой сканирования, опробовали идею построения изображения с использованием отраженного рентгена (Б.Г. Шкляев). Экспериментально было показано, что использование двух энергий рентгеновского излучения может в значительной мере ослабить влияние поверхности грунта на изображение скрытых в нем объектов. Предложили разработать макет обнаружителя со специальной рентгеновской трубкой, генерирующей рентгеновское излучение двух энергий и имеющей электронную развертку и встроенный коллиматор. Однако в связи с предстоящим свертыванием программы работ по обнаружителям решение задачи по применению рентгена дальше не продвинулось. Опыт регистрации и обработки рентгеновских данных был использован в нейтронном методе с генераторами нейтронов.

Для нейтронных методов в основу идеи обнаружения был предложен принцип построения изображения объекта в нейтронном поле и определения элементного состава объекта по спектрам обратно рассеянных нейтронов и гамма-квантов от ядерных реакций неупругого рассеяния нейтронов и радиационного захвата нейтронов ядрами вещества объекта. Работа была поручена Б.Г. Титову. Сложностью реализации такого проекта являлось отсутствие малогабаритных высококачественных нейтронных генераторов с потоком  $10^8$ – $10^9$  н/с. В то время они применялись только в геофизике при исследованиях скважин диаметром от 42 до 90 мм и работали на частоте до 30 Гц. Для каротажа была важна мощность импульса и работа на больших задержках. Высокачественные генераторы на базе нейтронной трубки УНГ-1 с частотой 400 Гц уже производились, но малый ресурс (50 часов) и малый поток до  $10^7$  н/с серьезно ограничивали их применение.

На помощь пришли предприятия геофизического профиля: ВНИИЯГ МГ СССР, СКБ РТ ИЯФ УзАН СССР, Киевский СКБ РТ и Киевский завод «Геофизприбор». Для разработки нейтронной трубки подключили Запрудненский электровacuумный завод. Уже через год стали появляться первые макетные образцы, которые сразу же проходили испытания.

Детекторы нейтронов, спектрометрические детекторы гамма-излучения и обеспечивающая их электроника были заимствованы из геофизических разработок и в дальнейшем переработаны с учетом специфики решаемой задачи. Первые три года практически ушли на разработку требуемых комплектующих: генератора нейтронов, нейтронных детекторов и т. д. и постановку стендовых экспериментов по опробованию методик. Экспериментальные



Б.Г. Титов с генераторами нейтронов ИНГ-07 (слева) и ИНГ-17. Справа — нейтронный обнаружитель на дистанционно управляемом роботе

исследования проводились в специализированном помещении «ПРИЗМА» ИГиГ СО АН СССР. Там же испытывали поисковый элемент, установленный на дистанционно управляемый робот-носитель. В результате был создан (Б.Г. Титов) действующий макет обнаружителя, содержащий нейтронный генератор и матрицу (диаметром 0,8 м) из четырех детекторов нейтронов и  $\gamma$ -приемников для определения места положения обнаруженных объектов в грунте. Нейтронный канал использовался для обнаружения объекта, а гамма-канал — для его идентификации. Из-за сложности отказались от регистрации изображения. Геометрия облучения, расположение датчиков и порядок измерения построили таким образом, что за одно измерение порядка 1 с получалась информация о наличии на обследуемой площади искомого объекта и его координате внутри анализируемой площади. Идентификация объекта проводилась по гамма-методике элементного анализа после обнаружения. Такой подход позволял полностью автоматизировать процесс поиска и компенсировать влияние субъективного мнения оператора (Грузнов, Титов, 2004). Действующий макет роботизированного обнаружителя опробовали на моделях среды в лаборатории и на реальном грунте и объектах на испытательной площадке «Ключи» и в ангаре отраслевого отдела.

На основе научно-технического задела по гамма-спектрометрии для обнаружения взрывчатых веществ был выполнен ряд работ по экологическому контролю. Так, Б.Г. Титов по предложению М.А. Грачёва исследовал чувствительность метода с генератором нейтронов для определения химических элементов в сточных и поверхностных водах. В частности, получены высокие чувствительности по кадмию, бору, железу —  $0,5 \cdot 10^{-7} \%$ , свинцу —  $0,5 \cdot 10^{-2} \%$ , молибдену —  $10^{-3} \%$ . Определено, что в интервал высокой чувствительности ( $10^{-4} - 10^{-7} \%$ ) попадает 30 химических элементов из первых 82 элементов таблицы Д.И. Менделеева.

Были разработаны полевые спектрометры для определения естественной и техногенной радиоактивности. Ряд образцов приборов поставлен в г. Барнаул почвоведом. На базе полевого спектрометра создан макет прибора контроля качества угля для Экибастузского месторождения по его естественной радиоактивности. Погрешность определения зольности угля по новой методике составила менее 1 %, а скорость анализа сократилась с 15 мин

до 1 мин. Положительные результаты по определению характеристик угля (зольность, влажность, теплотворная способность) были получены также по активному методу с применением излучения нейтронного генератора. Но потребители с осторожностью отнеслись к этому методу, хотя он совершенно безопасен, но более эффективен по сравнению с пассивным.

С 1993 по 2005 г. Б.Г. Титов с сотрудниками совместно с фирмой BSA (Германия) проводили работы по созданию аппаратуры идентификации содержимого закрытых емкостей, в частности артиллерийских снарядов. Это тревожная проблема европейских стран, где осталось множество неразорвавшихся снарядов времен Первой и Второй мировых войн. Особую опасность и сложность представляет определение в них отравляющих веществ, которые активно применялись во время Первой мировой войны. Результатом работ явилось создание аппаратуры NIGAS. Аппаратура выпускается в настоящее время фирмой BSA и работает на предприятиях по уничтожению найденных снарядов в Германии и Бельгии. Для этих целей впервые был создан и опробован в системе измерений генератор нейтронов с дейтериевой мишенью. Он оказался очень эффективным для определения химических элементов в средах, защищенных барьером.

В результате работ, инициированных отделом, созданы образцы нейтронного генератора на трубке УНГ-6, которые послужили прототипами при разработке серийно выпускаемого сегодня ВНИИА (г. Москва) генератора нейтронов ИНГ-07.

Адаптируя результаты по ВВ к задачам скважинной геофизики Б.Г. Титов предложил алгоритм более точного, в сравнении с известными методами, определения отношения количества углерода к количеству кислорода (отношение С/О) в околоскважинной среде по спектрам неупругого рассеяния нейтронов.

В последние несколько лет работы по применению импульсных источников нейтронов проводились совместно с лабораторией электромагнитных полей (акад. М.И. Эпов, с.н.с. М.А. Федорин) в направлении совершенствования и оптимизации нейтронного метода для геофизических целей. Предложен и теоретически обоснован (Б.Г. Титовым и М.А. Федориным) новый метод пространственных скважинных измерений на основе генератора меченых нейтронов и субнаносекундной временной спектрометрии гамма-излучения неупругого рассеяния (ГИНР). Метод позволяет проводить радиальное расчленение разреза околоскважинного пространства по элементному составу с пространственным разрешением около 0,5–1 см. В результате появляется возможность получения более детальной информации о составе среды в скважине, качестве обсадки, толщине и составе глинистой корки, размере зоны проникновения скважинного флюида и о происходящих в ней изменениях элементного и химического состава, а также о составе породы в дальней зоне от скважины.

#### **ЭЛЕКТРОМАГНИТНЫЕ МЕТОДЫ ДЛЯ ОБНАРУЖЕНИЯ ПОДПОВЕРХНОСТНЫХ ОБЪЕКТОВ**

С созданием отраслевого отдела сектору радиоволновых методов была поставлена задача — модернизировать существующую радиоволновую СВЧ-аппаратуру поиска противопехотных и противотранспортных мин без металлических корпусов. Суть этих методов состоит в том, что в среду излучаются электромагнитные волны СВЧ-диапазона (100 МГц–1,2 ГГц) и регистрируется разность между сигналами обнаружителя в двух точках вдоль дневной поверхности, т. е. градиент сигнала, пропорциональный диэлектрической про-



Радиоволновый обнаружитель ПР-504А

нищаемости. Стандартная (балансная) схема датчика такова: в центре расположена излучающая антенна, а две встречно включенные приемные антенны расположены слева и справа на одинаковом расстоянии от нее. Когда грунт однороден, то суммарный сигнал приемных антенн равен нулю. При появлении неоднородности под одной из антенн возникает сигнал разбаланса.

Путем кропотливых экспериментальных исследований возможности улучшения обнаружительных способностей имеющихся отечественных и зарубежных переносных приборов был создан радиоволновый обнаружитель ПР-504А нового поколения (отв. исполнитель Ю.Н. Сердюк, участники разработки Л.А. Туровский, В.П. Лубов, И.Н. Злыгостев). Приказом министра обороны в 1988 г. прибор принят на вооружение Советской Армии.

Прибор превосходил существующие аналоги по основным характеристикам. В частности, для снижения числа помех от характеристик грунта В.П. Лубовым была предложена и реализована впервые в мире совершенно новая идея: автоматическая подстройка чувствительности под свойства грунта для уменьшения числа ложных обнаружений. Например, чувствительность прибора, высокая для песка, где контраст грунт/мина мал, автоматически понижается на сыром грунте, где этот контраст высок. Также была преодолена основная трудность — автоматическое определение типа грунта путем усреднения уровня сигнала от помех. Кроме того, было реализовано точечное зондирование среды. Это позволило для ПР-504А по сравнению с лучшими зарубежными образцами уменьшить мощность потребления в 10 раз, использовать совместно с радиоволновым каналом другие каналы, существенно повысить помехозащищенность от импульсных электромагнитных помех. Одновременно для ПР-504А впервые создан многоуровневый пороговый алгоритм принятия решения об обнаружении объекта, обеспечивший новую возможность отличать диэлектрические объекты от металлических.

Дальнейшее совершенствование электромагнитных методов идентификации объектов было связано с исследованием индукционного метода обнаружения объектов.

В результате в конце 90-х годов прошлого века был создан высокочувствительный, селективный металлоискатель УМИ-1 (Пат. РФ № 2216028 / В.П. Лубов), реализующий метод гармонических колебаний. Для идентификации проводящих и ферромагнитных объектов В.П. Лубов предложил фазочувствительный метод. Суть метода заключается в детектировании квадратурных составляющих входного сигнала металлоискателя и вычислении их отношения. Впервые в мире было показано, что это отношение очень слабо зависит от расстояния до объекта и является характерным признаком (своего рода инвариантом) электромагнитных свойств объекта.

Блок обработки сигналов в приборе позволяет определять массу объекта, тип металла, а также осуществлять автоподстройку металлоискателя к свойствам исследуемого грунта. Уникальные особенности прибора: селекция таких металлов, как медь, алюминий, золото, черные металлы, высокая чувствительность, минимальное потребление энергии, малая ширина зоны локализации, простота и удобство в эксплуатации, автоматическая подстройка чувствительности в зависимости от типа грунта. Сравнительные испытания УМИ-1 показали, что по чувствительности он сравним с лучшими зарубежными образцами, но значительно превосходит их по минимуму потребляемой мощности и по защищенности от импульсных помех.

**Макетный участок.** Экспериментальные исследования и успешные разработки приборов, тем более по государственному заказу, невозможно вести без высококвалифицированных рабочих кадров. Макетный участок с самого начала работы отраслевого отдела был укомплектован необходимым оборудованием для мехобработки и сварки металлов и материалов. Участок возглавил В.И. Майоров, хорошо разбиравшийся в технологиях обработки материалов, соавтор многих изобретений, много вникавший в суть предлагаемых разработчиками технических решений. Он сформировал высококлассный коллектив, в котором в разное время работали рабочие высшей квалификации слесари Ю.И. Толоконников и А.П. Кротов – учителя ныне работающего слесаря высшей квалификации В.А. Глебова, способного делать самые виртуозные и тонкие сборки, токари Н.А. Алтухов и Г.А. Борисов, опыт которых перенял М.В. Кузнецов, закончивший институт, но продолжающий совмещать инженерную работу с работой токаря высокой квалификации, фрезеровщики Б.В. Цурпал, М.Н. Усенко, сварщик-орденоносец С.М. Ярославцев, который умел варить любые детали и тонкие капилляры и высоковакуумные камеры. Организация разработок была построена так, что рабочие всегда участвовали в технологической отработке технических решений. И сейчас эта традиция сохраняется в экспериментальном цехе, возглавляемом В.Я. Кузнецовым. Опыт рабочих часто помогает инженерам и конструкторам найти оптимальные и надежные технические решения элементов приборов.

Изготовление деталей и сборку исследовательских стендов, высокочувствительных портативных приборов, содержащих точную механику, миниатюрные газовые магистрали, объемы с высоким вакуумом, высокочастотные электронные блоки сейчас ведут рабочие высшей квалификации, в том числе: слесарь В.А. Глебов, фрезеровщик В.Н. Гончаренко, молодой, но уже опытный токарь С.О. Соловей.

## ЗАКЛЮЧЕНИЕ

В заключение отметим, что работа отраслевого отдела – яркий пример кооперации науки фундаментальной, прикладной и производства. В резуль-



тате такой кооперации коллективом отраслевого отдела при Институте геологии и геофизики СО АН СССР, затем КТИ ГЭП СО РАН и сегодня уже отделения геофизического и геохимического приборостроения в составе ИНГГ СО РАН разработаны физико-технические основы полевого приборостроения, мирового уровня портативные приборы специального назначения. Приказами министров шесть приборов после успешных государственных испытаний и специальных экспертиз поставлены на вооружение или на снабжение силовых ведомств:

- радиоволновый миноискатель ПР-504А (1988 г.);
- экспрессный хроматографический обнаружитель ЭХО-М (1995 г.);
- мобильный хромато-масс-спектрометр «Навал» (2002 г.);
- инженерные гидролокаторы ИГ-1МС и ИГ-1МП (2005 г.);
- хроматограф «Шпинат-М1» (2008 г.).

Разработки также получили применение и в экологическом контроле. Примером тому является серия портативных газовых хроматографов ЭХО, отмеченная премией Правительства России в области науки и техники за 1997 г.

Безусловно, проблема обнаружения спецвеществ носит междисциплинарный характер. Для ее решения необходимо использовать современные достижения физики, химии, технических наук, различных методов аналитической химии, интроскопии, обработки информации, химических технологий, микроэлектроники, конструирования. Наличие в новосибирском Академгородке практически полного перечня специалистов обеспечило счастливую возможность результативного проведения такого широкого комплекса исследований и разработок. Развивая проблему обнаружения спецвеществ совместно с другими институтами СО РАН и РАН, коллектив приобрел опыт организации комплексных работ. Этот опыт КТИ ГЭП использовал в 2004 г. при формировании комплексной программы работ СО РАН по противодействию терроризму с участием около 20 институтов Сибирского отделения. На ее основе впоследствии создана соответствующая Федеральная целевая программа.

В настоящее время, войдя в состав Института нефтегазовой геологии и геофизики им. А.А. Трофимука, коллектив направил свои усилия на исследования и разработки геохимических и геофизических методов поиска залежей углеводородов. Эта проблема тоже актуальна, как и обнаружение спецвеществ, и может успешно решаться только путем исключительно комплексного подхода с использованием современных знаний из различных областей наук. И здесь созданный научно-технический задел коллектива в области физических основ полевого приборостроения для следового анализа органических веществ, элементного анализа с нестационарными потоками нейтронов, волновых методов интроскопии оказался соответствующим современным направлениям развития методов геохимической поверхностной съемки и геофизических методов интроскопии подповерхностных объектов и прискважинного пространства.

Появились первые результаты по адаптации и применению созданного задела по газовой хроматографии, хромато-масс-спектрометрии, элементному анализу с генераторами нейтронов для геофизико-химических исследований. Под руководством академика А.Э. Конторовича и совместно с геохимиками чл.-кор. РАН В.А. Каширцевым, А.Н. Фоминым разработана методика с приборным обеспечением для геохимической съемки по углеводородам для поиска залежей нефти и газа (Балдин, Грузнов, Карташов). Методика базируется на использовании созданных искусственных концентраторов с высо-

кой проницаемостью, помещаемых в анализируемую среду (снег, грунт), и полевых приборов ЭХО для анализа в поле накопленных концентраторами углеводородов. В отличие от известных методов съемка с полевым анализом обеспечивает возможность оперативной корректировки плана геохимической съемки в зависимости от текущих ее результатов. Методика уже опробована с положительными результатами на Атовском газоконденсатном месторождении.

Развитие геохимического полевого хромато-масс-спектрометрического анализа имеет перспективу в нескольких направлениях. Во-первых, по пути создания методик съемок с использованием естественных (снега, грунта) и искусственных концентраторов с анализом в поле. По сравнению с хроматографическим анализом масс-спектрометрический анализ имеет существенное преимущество в идентификации веществ и в значительном расширении перечня анализируемых веществ, по углеводородам — вплоть до C30 и больше. В настоящее время пока нет полевых анализаторов с такими возможностями. В частности, предварительные анализы на приборе «Навал» образцов снега и грунта, отобранных при геохимических съемках на наличие углеводородов, выявил существенное различие состава углеводородов по их летучести, что будет закладываться в будущие разработки методик. Во-вторых, на базе малогабаритного масс-спектрометра с селективной плазменно-химической ионизацией углеводородов в газовом разряде при атмосферном давлении могут быть созданы методы и средства для экспрессного определения в полевых условиях генетического типа углеводородов по их комбинированному изотопному составу. В этом направлении, например, для метана уже получены обнадеживающие положительные результаты. В-третьих, целесообразно существенное усовершенствование разработанного ранее хромато-масс-спектрометра «Навал» на основе использования последних достижений техники регистрации ионов, микроэлектроники. В частности, возможно создание не имеющего аналога в мире полевого экспрессного хромато-масс-спектрометра с поликапиллярными колонками и в комбинации с несканирующим магнитным масс-спектрометром. Есть соответствующий задел для разработки элементов такого прибора: многоканального детектора ионов с большим динамическим диапазоном; системы высокоскоростного многоканального сбора данных; миниатюрного масс-спектрометра (за счет применения современных магнитных материалов и оптимизации ионо-оптической системы); интерфейса ГХ/МС для работы с большим потоком газа-носителя.

Как уже отмечалось в разделе по ядерно-физическим методам, перспективу существенного расширения возможностей определения химического состава околоскважинного пространства имеет использование и развитие в этом приложении имеющихся результатов по алгоритмам идентификации химических элементов по спектрам гамма-излучения ядерных реакций нейтронов с веществом пород, окружающих скважину. Условия каротажной технологии достаточно сложны. И здесь, кроме методических исследований по идентификации пород, предстоит поиск и разработка ряда принципиально новых технических решений аппаратуры, удовлетворяющих высоким механическим нагрузкам, высоким температурам и т. п.

Перспективу совершенствования имеют и пассивные методы полевой поверхностной радиометрии для выявления аномалий гамма-активности, связанных с месторождениями углеводородов. В этом направлении, как и по развитию нейтронных методов, работы ведутся под руководством академика М.И. Эпова.



Развитие физических основ полевого приборостроения для различных методов поиска залежей углеводородов указывает на необходимость постановки ряда задач по геофизико-геохимическому обоснованию эффективности методов поиска. Так, например, для геохимической съемки по углеводородам актуальна задача выявления закономерностей миграции углеводородов к поверхности в зависимости от глубинного геологического строения исследуемых территорий. Аналогичная задача выявления закономерностей связи поверхностных гамма-аномалий с глубинным строением возникает и при общей оценке эффективности методов радиометрии. Здесь уместно отметить, что в практике поиска залежей углеводородов есть яркие примеры эффективного использования и углеводородной, и радиометрической съемки в комплексе с другими методами для существенного повышения надежности определения места расположения залежей. Поэтому разработка средств для оперативных и недорогих по сравнению, например, с сейсмикой методов получения дополнительной информации о залежах имеет перспективу для коллектива и, несомненно, представляет большой практический интерес.