

УДК 661.1

Роль ФГУП «ИРЕА» в развитии науки и производства химических реактивов

Г. З. Блюм, Е. А. Рябенко, А. М. Ярошенко

ГРИГОРИЙ ЗАХАРОВИЧ БЛЮМ — доктор химических наук, главный научный сотрудник НИИ химических реактивов и особо чистых химических веществ (ФГУП «ИРЕА»). Область научных интересов: технология глубокой очистки жидких высокочистых веществ, в частности кислот и растворителей.

ЕВГЕНИЙ АЛЕКСАНДРОВИЧ РЯБЕНКО — доктор технических наук, профессор, заслуженный деятель науки и техники РФ, советник директора ФГУП «ИРЕА». Область научных интересов: специальные химические материалы глубокой степени очистки.

АДИНА МИХАЙЛОВНА ЯРОШЕНКО — доктор химических наук, ученый секретарь ФГУП «ИРЕА». Область научных интересов: применение конструкционных фторполимеров в технологии жидких особо чистых веществ.

107076 Москва, Богородский вал, д. 3, ФГУП «ИРЕА», тел. (095)963-70-70, факс (095)963-74-83, E-mail office@irea.org.ru

Прошло более 85 лет с того момента, когда по инициативе Русского физико-химического общества был создан Институт химически чистых реактивов. В настоящее время — ФГУП «Государственный ордена Трудового Красного Знамени научно-исследовательский институт химических реактивов и особо чистых химических веществ».

Развитие института происходило по ряду важнейших научно-технических направлений, структурно оформленных в виде научных отделов под руководством видных ученых и высококвалифицированных специалистов.

В рамках данной статьи остановимся лишь на тех направлениях, которые в той или иной степени способствовали прогрессу технологии и производства высокочистых реактивов. Это прежде всего было связано с развитием атомной энергетики, металлургии, производства полупроводников и монокристаллов.

Возникли четко сформулированные отечественные научно-технические проблемы в таких областях, как электроника и микроэлектроника, электротехника, оптическое стекловарение и волоконная оптика (в том числе лазерная), вычислительная техника, светотехника, биотехнология, геноинженерия и др. Успешное решение каждой проблемы на всех этапах развития требовало высококачественных особо чистых веществ (реактивов), удовлетворяющих особым требованиям для каждого направления.

Для их производства и обеспечения многочисленных научных исследований и технических разработок необходимо было непрерывно со-

вершенствовать теорию и практику технологии и химического анализа особо чистых веществ и создать современные аппаратно-конструкторские системы. К этим направлениям примыкали и имели непосредственное отношение такие научно-исследовательские работы, как синтез новых аналитических препаратов, комплексонов, макрогетероциклов с различными физико-химическими свойствами и разработка высокочувствительных и селективных методов аналитического контроля. Все это сопровождалось развитием системы стандартизации и метрологии. Эти службы института, к 1990 г. составляли основу маркетинга высокочистых химических реактивов Российской Федерации.

Вся деятельность ИРЕА со времени основания и, в какой-то степени, до настоящего времени связана с промышленностью химических реактивов и особо чистых веществ, которая надежно обеспечивала развитие важнейших отраслей промышленности и новых направлений науки и техники.

Представляется целесообразным кратко рассмотреть наиболее важные и интересные моменты в развитии научно-технических направлений химии, технологии химических реактивов.

Описание важнейших периодов в развитии русской химической науки о реактивах и его первого института известны по предыдущим обзорам. Они связаны с именами выдающихся русских ученых: И.А. Каблукова, А.Е. Чичибабина, А.В. Раковского, С.С. Наметкина, В.В. Лонгина, Е.С. Пржевальского и др. ИРЕА явился

родоначальником многих филиалов, превратившихся затем в самостоятельные институты, например, можно назвать Харьковский институт монокристаллов, Донецкий институт ферритов, Ставропольский институт люминофоров, Латвийский институт биопрепаратов и др.

В конце пятидесятых и начале шестидесятых годов прошлого века развернулись работы по созданию отечественных люминофоров, сцинтилляционных монокристаллов, ферритовых порошков, сегнето- и пьезоэлектрических материалов.

Для решения указанных проблем необходимо было значительно расширить научно-исследовательскую и техническую базу страны. Задачи по получению высокочистого сырья были возложены на ИРЕА и его филиалы. В научно-техническом плане это означало развитие в первую очередь кристаллизационного направления для более глубокой очистки солей и получения чистых кристаллов с содержанием примеси катионов на уровне 10^{-4} – $10^{-5}\%$ (мас.) и анионов — 10^{-3} – $10^{-4}\%$ (мас.). Для этого потребовались более чистые кислоты и вода. Первое направление успешно развивалось под руководством Г.И. Горштейна, второе — И.И. Ангелова. Созданное руководство по лабораторным методам получения чистых реактивов остается и на сегодня настольной книгой химиков-экспериментаторов.

Большой вклад был сделан в теорию и практику кристаллизации неорганических солей из растворов. Этому в значительной мере помогло широкое использование для исследований радиоактивных индикаторов, которые позволяли экспрессно определять коэффициенты распределения примесей между жидкой и кристаллической фазами.

Одновременно началось успешное развитие аналитических методов, обладающих более высокой чувствительностью и точностью. В области физико-химических методов существенные успехи были достигнуты благодаря плодотворной деятельности Г.А. Певцова, химических — И.Г. Шафрана.

Получили значительное развитие в ИРЕА такие методы, как эмиссионно-спектральный анализ с предварительной подготовкой и обогащением проб, пламенно-ионизационная спектрометрия, затем и масс-спектрометрия. Все эти работы велись в творческом сотрудничестве с Академией наук СССР. Большие успехи были достигнуты в развитии люминесцентных методов исследования и анализа веществ. Классический труд Г.А. Божевольнова до сих пор является одним из лучших в мире. Весьма плодотворным оказался вариант осуществления люминесценции при температурах жидкого азота и др. [1, 2].

В результате была получена возможность изготавливать различные монокристаллы, пьезо- и сегнетоэлектрики, а также другие чистые материалы для различных областей науки и техники, для развития металлургии, атомной, авиационной и других отраслей промышленности.

Дальнейший этап развития ИРЕА связан с полупроводниковой и космической техникой.

Ассортимент особо чистых веществ и материалов неудержимо расширялся, а требования по чистоте ужесточались до такой степени, что и технологам, и аналитикам пришлось пересмотреть свои взгляды на теорию и практику глубокой очистки веществ и методов аналитического контроля. Дальнейшему развитию кристаллизационных методов получения особо чистых веществ способствовало изучение зависимости коэффициентов сокристаллизации микропримесей от физико-химических свойств солевых компонентов и растворителя. В общем виде было предложено решение задачи с использованием феноменологической термодинамики, опирающейся на закон Нернста [3].

Под руководством Г.Р. Аллахвердова были рассмотрены и другие термодинамические аспекты кристаллизационных процессов разделения неорганических веществ применительно к микропримесному компоненту, где расчет коэффициента сокристаллизации производится через разделительный потенциал и разность избыточных химических потенциалов компонентов твердой и жидкой фаз [4].

Наряду с методами кристаллизационной очистки из раствора развитие и применение в технологии глубокой очистки реактивов получил метод низкотемпературной направленной кристаллизации, примененный впервые в ИРЕА для низкоплавких веществ и жидкостей.

В химической и других отраслях промышленности много лет использовали различные методы классической химической технологии.

Однако ученые ИРЕА, как и других ведущих институтов промышленности, например НИФХИ им. Л.Я. Карпова, ГИРЕДМЕТ, ИХВВ РАН (Нижний Новгород) были заняты поиском оптимальных методов их использования применительно к процессам глубокой очистки химических веществ. Под руководством академика Г.Г. Девятовых была создана школа, где систематически проводили международные конференции по методам получения и анализа особо чистых веществ.

С целью координации работ в области веществ высокой чистоты в 1979 г. был организован специализированный научный совет РАН по проблеме «Физикохимия и технология высокочистых веществ», включающий секцию особо чистых реактивов.

Параллельно с кристаллизационными методами глубокой очистки были созданы основы и других, в частности ректификационных, методов применительно к предельно разбавленным растворам микропримесей в электролитах и неэлектролитах [5]. Для этого были проведены научные обобщения теории растворов. Здесь следует назвать основные выводы, полученные из физико-химических и термодинамических положений сильно разбавленных растворов при использовании моделей регулярных и изомегетических растворов Дебая, Ван-Лаара, Вильсона, Ли и Коула, Дюгема, Маргулеса и др., а также из их дальнейшего развития английским ученым Э. Мелвин-Хьюзом [6].

В этом случае многокомпонентная система, которую представляет раствор микропримесей в растворителе, вырождается в ряд бинарных систем — основное вещество—микропримесь, и допускается экстраполяция результатов измерений термодинамических параметров, в частности, коэффициентов активности, их логарифмов и коэффициентов разделения (относительных летучестей) из области соизмеримых соотношений компонентов в область предельных разбавлений.

Кардинальные исследования в этом направлении выполнены Г.З. Блюмом.

Эти выводы, проверенные в ряде систем, с успехом использованы для экстраполяционного прогнозирования процессов глубокой очистки на основании минимального количества данных, полученных для микроконцентраций.

Используя накопленный к этому времени опыт, ученые ИРЕА начали разработку оптимизационных принципов расчета ректификационных процессов для различных их вариантов: периодического и непрерывного, с нижним и средним кубом. Впервые были обоснованы варианты ректификации с дискретным отбором, которые получили логическое развитие в работах ученых ИРЕА и Института химии высококачественных веществ (ИХВВ РАН) [7]. Подход к организации технологического процесса, основанный на возможности его перестройки в зависимости от изменения качества сырья и требований к конечному продукту, был применен, например, при организации процессов глубокой очистки растворителей.

Такой подход был использован практически при расчете процессов глубокой очистки различных растворителей: для микроэлектроники, хроматографии, химических источников тока и света, а также растворителей в производстве ферролака для магнитных дисков памяти различных систем вычислительной техники.

Ассортимент особо чистых веществ из года в год все расширялся; одновременно ужесточались требования к чистоте реактивов.

В ряде случаев необходимо было использовать особые химические и сорбционные методы, для которых нужны были реактивы и сорбенты селективного действия. Большую пользу оказали разработки института в области полимерных сорбентов, основы которых были также созданы в ИРЕА под руководством профессора Р.П. Ластовского [8].

Достаточно эффективными для применения в процессах глубокой очистки веществ оказались полиамфолиты.

К 1990-му году отдел комплексонов успешно завершил поиски путей и методов использования композиций, например, на основе аммонийных солей этилендиаминтетрауксусной кислоты, нитрилтриуксусной и фосфорной кислот, а также других реагентов. В частности, был предложен так называемый «Десорбент-А» и композиции на его основе [9]. Десорбент обладал остро селективными свойствами при травлении подложек алюминия в интегральных композициях. Эти работы были проведены под руководством Н.М. Дятловой.

Имеются и другие варианты использования комплексонов в технологии особо чистых веществ.

Особо следует сказать об исследованиях в области синтеза и изучения свойств новых макрогетероциклов, или так называемых краун-эфиров.

По сравнению с комплексонами они обладают еще большей селективностью, избирательностью, например, по отношению к ионам натрия, калия и др. Так, 15-краун-5 — эффективный катализатор фазового переноса, который используется в процессах экстракции и отделения щелочных и щелочноземельных металлов [10]. В ИРЕА предложен оригинальный метод синтеза 15-крауна-5 с выходом не менее 60% при внутренней циклизации пентаэтиленгликоля с последующим выделением и очисткой из эфира. Предложены новые оригинальные методы получения и других высокоселективных краун-эфиров, например бензо-18-краун-6 [11].

Исследования в этой области проводились в ИРЕА под руководством известного ученого профессора В.М. Дзиомко, внесшего существенный вклад в развитие мировой науки, и были продолжены О.В. Ивановым и В.М. Полосиным.

Для удовлетворения современных требований промышленности к качеству особо чистых веществ химико-технологи использовали комплексный подход к разработке их технологии.

Успешное решение связано с рядом факторов, основными из которых являются переход загрязняющих микропримесей в особо чистые среды из внешней среды, т.е. из материала оборудования и тары, атмосферы, используемых побочных реактивов и материалов и других ис-

точников. Здесь следует сослаться на приоритетные работы ИРЕА в этой области [12].

Анализ моделей процессов переноса в разбавленных растворах, находящихся в неоднородном температурном поле, приводит к обобщениям, интересным для теории и важным для практики глубокой очистки веществ. Существенно влияние градиента температуры в жидкостях на ход таких процессов, как термодиффузия, направленная кристаллизация и др.

Примером комплексного решения задачи получения особо чистых веществ является разработка технологии получения диоксида кремния. В течение ряда лет ИРЕА вел исследования в важнейшей для народного хозяйства области — получение оксидов особой чистоты. Разработка технологии и методов анализа диоксида кремния особой чистоты для различных отраслей промышленности являлась первоочередной проблемой на протяжении многих лет.

Для получения однородных стекол необходимо было иметь диоксид кремния заданного гранулометрического состава. Начался новый этап широких исследований с применением разнообразных современных физико-химических методов с целью разработки промышленной технологии и создания производства диоксида кремния особой чистоты для обеспечения высококачественным стеклом электроники, оптики и других отраслей народного хозяйства. При этом были использованы методы, начиная от ИК-спектроскопии до ядерного магнитного резонанса, а также комплекс современных высокочувствительных селективных аналитических методов. Проблема была успешно решена при создании высокоэффективного оборудования из чистых, химически- и термостойких материалов. При разработке технологии возникал ряд проблем на этапах очистки тетраэтоксисилана (ТЭОС), гидролиза, образования ксерогеля и термической (в том числе высокотемпературной) обработки.

Вышеназванные исследования привели к созданию современной промышленной технологии диоксида кремния, изделий из него, а также высокочистого этанола и термостойких конструкционных материалов. Это важнейшая для народного хозяйства задача была успешно решена при личном участии и под непосредственным руководством Е.А. Рябенко и А.И. Кузнецова [13].

Интересные исследования проведены и в области получения поликомпонентных оксидных систем для оптических сред.

Широкие исследования были проведены учеными ИРЕА в области синтеза и глубокой очистки элементоорганических соединений (ЭОС): для этого изучено поведение микропримесей в

этих процессах (с помощью радиоактивных индикаторов); показана стабильность подавляющего большинства примесей в триметилгаллии, триметилстибине, триметилалюминии и отсутствие таковой в алкоксидах бора, титана, мышьяка, сурьмы, германия. В алкильных производных примеси, лимитирующие очистку, присутствуют в различных формах, что существенно осложняет процесс глубокой очистки.

Весьма ценным для технологии получения ЭОС явился предложенный сотрудниками ИРЕА метод синтеза, совмещенный с процессом глубокой очистки [14]. Важное значение в технологии получения ЭОС, пожалуй, больше чем для других особо чистых веществ, имеет выбор конструкционных материалов. Здесь для получения различных веществ использовался кварц, хромоникелевая нержавеющая сталь, различные сплавы.

Следует также отметить, что сотрудниками ИРЕА достигнуты успехи в области получения из ЭОС чистых оксидов и элементов. В частности, большие работы были проведены по получению особо чистых оксидов мышьяка и сурьмы, например гидролизом из алкоксидов.

Все работы, связанные с технологией высокочистых элементоорганических соединений проводились в ИРЕА под руководством А.А. Ефремова и Е.Е. Гринберга.

Проводились в ИРЕА также работы по плазмохимическому получению особо чистых реактивов и катализаторов [15].

Развитие микроэлектроники в стране дало импульс исследованиям по существенному повышению качества ассортимента травителей, растворителей, элементоорганических соединений особой чистоты с лимитированным содержанием взвешенных микрочастиц.

Решением этой комплексной проблемы ИРЕА был занят до 1990-х гг. совместно с предприятиями электронной промышленности. Выполнение намеченных программ обеспечивало производство интегральных схем типа СБИС и ССИС (сверхбольших и сверхскоростных) и заложило основы для ультра СБИС. При этом потребовались очень чистые травители с содержанием микропримесей на уровне 10^{-7} – 10^{-9} % (мас.), мышьяка, фосфора, бора — 10^{-3} – 10^{-8} % (мас.), щелочных металлов — 10^{-7} – 10^{-8} % (мас.), анионов (хлора, сульфатов, нитратов и др.) — 10^{-5} – 10^{-7} % (мас.). Содержание влаги в растворителях лимитируется на уровне 10^{-2} – 10^{-4} % (мас.) и взвешенных микрочастиц размером 0,1–0,3 мкм в количестве 10–100 част./мл. Это качество соответствовало лучшим зарубежным стандартам MEGA—Selectipure фирмы «Merck» (Германия), VELSI (Великобритания).

Обеспечение широким ассортиментом особо чистых реактивов для микроэлектроники, так

называемых, II и III уровней чистоты, привело к разработке типовых технологий и гибких производственных систем на основе блочно-модульных установок. Для технологии получения особо чистых растворителей была создана блочно-модульная система из стекла фирмы «Simax» (Чехия), для особо чистых травителей — блочно-модульные установки типа «Протон», для серной кислоты и смесей на ее основе — система с использованием кварцевого оборудования [16].

Перечисленные блочно-модульные установки, дополненные микрофльтрационным блоком типа «Диполь», позволили создать экологически безопасные высокоэффективные технологии особо чистых растворителей, травителей и элементоорганических соединений, конкурентоспособных на мировом рынке.

При разработке блочно-модульных установок были использованы новейшие конструкционные материалы и в первую очередь неплавкие и плавкие фторполимеры. Изучение физико-химических основ их применения создали надежную базу для новых перспективных технологий [17].

Особое значение для создания производств чистых и высокочистых реактивов имели научные и инженерные исследования, цель которых — изготовление оборудования для реализации всех видов тонкой химической технологии. Новые эффективные фильтрационные, выпарные, кристаллизационные и другие аппараты разрабатывали в ИРЕА и были установлены на заводах химической промышленности под руководством Р.М. Малышева и В.Е. Бомштейна. Для создания основ автоматизированного управления современными технологическими процессами и их моделирования в ИРЕА в течение ряда лет проводили широкие исследования с применением компьютерной техники под руководством А.М. Бессарабова.

К началу 1990-х гг. ИРЕА как ведущий научно-исследовательский институт химических реактивов и особо чистых химических веществ для новых видов техники достиг своего расцвета. Но далее в течение ряда лет в связи с изменившимся экономическим положением страны начался упадок всех направлений научной и инженерной деятельности института. Уменьшилось до минимума бюджетное финансирование работ, свелись к минимуму заказы предприятий различных отраслей. ИРЕА вынужден был искать новые формы выживания и сохранения научного и инженерного потенциалов. При оставшихся основных направлениях деятельности в ИРЕА начали создавать малые производственные участки с целью обеспечения возникающих потребностей отечественной науки и техники высокочистыми реактивами. Технологические процессы и установки создавали с

таким расчетом, чтобы обеспечить их возможное моделирование на более крупных производствах, которые могли возникнуть.

К 2002 г. на основе сохранившегося научного и технического потенциалов в ИРЕА стали появляться новые перспективные разработки, финансируемые частично из бюджетных средств и прибыли опытных участков.

Далее следует назвать основные направления деятельности ИРЕА в новых экономических условиях.

В области глубокой очистки жидкофазных продуктов, несмотря на сокращение объема работ, вызванное неудачами российской микроэлектроники, ведутся работы по глубокой очистке кислот и других жидкофазных продуктов с выходом по микропримесям на более высокий уровень чистоты: порядка 10^{-8} — 10^{-10} % (мас.). В частности, разработаны новые принципы получения высокочистых кислот, по качеству на порядок превышающие существующие марки, как по содержанию примесей катионов и анионов, так и микрочастиц, на базе которых предложена экологически безопасная технология с использованием оборудования из перспективных конструктивных фторполимерных материалов. В основу технологии положен эффект гидроионной конвекции.

Этот сложный эффект включает, в частности, гидроионное отталкивание, возникающее на границе раздела фторполимер—кислота и приводящее к расслоению кислоты на фазы: неводную и водную, обогащенную ионными примесями с образованием гидроионных кластеров, т.е. обводненных ионов, которые испаряются или уносятся.

Процесс гидроионной конвекции предложено реализовать на специальном оборудовании из фторполимеров с развернутой поверхностью испарения при достижении температурного и концентрационного градиентов (на поверхности конструкционного материала и на поверхности стекающей тонкой жидкостной пленки). Использование данной технологии позволяет снизить температуру процессов и существенно повысить уровень глубокой очистки кислот.

Разработана оригинальная технология получения ортофосфорной кислоты высокого качества, не имеющая аналогов в мире, на основе которой прорабатывается проблема получения других высокочистых фосфорных кислот (мета-, орто-, пиро- и поли-) и на их основе суперчистых оптически прозрачных солей, включая орто-, пиро- и полифосфаты, представляющие большой интерес для биотехнологии.

В ходе этих работ было детально изучено состояние лимитируемых микропримесей и их поведение в процессах глубокой очистки, а также разработаны оптимальные технологические

режимы выделения из растворов стехиометрических соединений заданной степени протонизации. Многие из этих технологий прошли опытно-проверку.

Эти работы под руководством Л.К. Филатовой ведутся в тесном сотрудничестве с заказчиком.

В последнее время наметился прогресс в таких областях, как нанотехнология, получение ультратонких оксидных и металлических порошков высокой чистоты для современных люминофоров, конденсаторной и пьезокерамики, оксидных монокристаллов. В настоящее время новый импульс приобрели работы по получению элементоорганических соединений германия, алюминия, кремния и др. Особые требования предъявляют к получению веществ с гарантированным содержанием основного вещества. Это ставит фундаментальную задачу перед аналитическим обеспечением технологии.

Совместно с Иркутским институтом химии СО РАН проводятся перспективные разработки исходных высокочистых материалов для лазерного разделения изотопов. Большое внимание уделяется развитию отечественных технологий взамен импортных.

Перечисленные работы проводят под непосредственным руководством Е.Е. Гринберга.

Были восстановлены работы по разработке технологии высокочистых оксидов, фторидов, фосфатов редкоземельных металлов, используемых в электронной технике и оптическом стекловарении. К этим работам тесно примыкают исследования по получению оксида свинца и щавелевой кислоты, а также по извлечению никеля из отходов гальванического производства (руководитель Л.П. Шкловер).

На новый уровень вышли продолжавшиеся в течение ряда лет исследования по получению метасиликата бария, формиатов кальция, стронция и бария особой чистоты.

Для этого исследованы поликомпонентные водно-солевые системы при различных температурных условиях. Выданы предложения по созданию экологически безопасных производств (руководитель А.А. Факеев).

В течение ряда лет в институте под руководством профессора А.В. Бромберга проводились работы, связанные с выявлением особенностей различных коллоидных систем, способствующих созданию новых туманоосаждающих рецептур термостойких покрытий для космонавтики и др.

В течение последних лет в ИРЕА под руководством Л.К. Нестеровой проводились широкомасштабные исследования по изучению влияния различных природных, в частности атмосферных, факторов на различные строительные и конструкционные материалы, входящие в состав фундаментов зданий, дорожного полот-

на, мостов и других коммуникаций. В результате были разработаны бесхлорные антиобледенительные материалы, сводящие к минимуму разрушительные действия используемых аналогичных средств и обладающие укрепляющим воздействием на конструкционные материалы, в основном карбонатной природы (белый камень, известняк, мрамор).

Одним из важнейших направлений исследований вышедших на новый перспективный уровень развития является разработка алкоксидной технологии различных высокочистых соединений для новых отраслей науки и техники; разработка титаната алюминия, стабилизированного некоторыми добавками, например кордиеритом, для изготовления высокотемпературной керамики. Исследования продолжаются в направлении создания экологически безопасного производства (руководитель А.И. Кузнецов).

Трудно назвать другой научно-исследовательский институт в нашей стране со столь широким спектром физико-химических, биологических, аппаратурных и других исследований.

К современным исследованиям органического направления следует отнести работы, проводимые под руководством В.М. Полосина, по синтезу новых макроциклов, а также по разработке технологии фракционирования смеси ди-, три- и тетраэтиленгликолей и их дихлоридов с целью расширения ассортимента заказных органических реактивов.

Разработана технология фракционирования смеси ди-, три- и тетраэтиленгликолей и их дихлоридов. Конденсацией дихлорида натрия при нагревании получен труднодоступный и дорогостоящий пентаэтиленгликоль. Разработана оптимальная технология очистки пентаэтиленгликоля и его дихлорида. Найден условия синтеза бензо-18-краун-6: взаимодействие дихлорида пентаэтиленгликоля и пирокатехина позволяет обеспечить выход целевого продукта не ниже 50%. На основе разработанной технологии получения бензо-18-крауна-6 создано опытно-промышленное производство.

Разработаны технологии синтеза и очистки 4'-бром-, 4'-нитро-, 4'-карбоксивензо-18-крауна-6, функционально замещенных производных бензо-18-крауна-6 — наиболее перспективного катализатора и селективного экстрагента; его производство до настоящего времени в Российской Федерации отсутствовало.

Одним из основных направлений исследований, вышедших на передовой рубеж современной науки, считается синтез и разработка технологии высокоэффективных органических люминофоров (руководитель Б.М. Болотин).

Эти исследования ознаменовались открытием нового класса органических люминофоров с

аномально большим стоксовым сдвигом и способ их получения. Изобретение было запатентовано во многих странах мира. Такие люминофоры успешно применяют в люминесцентной дефектоскопии и криминалистике, с 1980 г. — для защиты ценных бумаг и документов в Великобритании и Германии. С 1991 г. их стали использовать для тех же целей и в России.

В 1997—2001 гг. в ИРЕА созданы новые органические люминофоры, которые бесцветны при дневном освещении и люминесцируют во всех областях видимого спектра. На их основе созданы чернила для фломастеров и штемпельные краски, позволяющие защищать документ после его заполнения.

Создание невидимой при дневном освещении люминесцентной триады чернил для струйных принтеров позволяет печатать полноцветные скрытые изображения.

Очень интересная разработка — изобретение скрытой метки для этилового спирта, предназначенного для технического использования.

В настоящее время патентуется пленка для теплиц, содержащая органический люминофор красного свечения.

Продолжает развиваться традиционное для института направление: создание практически ценных комплексонов и композиций на их основе для решения конкретных проблем современного производства (руководитель Н.В. Цирульников). Для стабилизационной обработки воды систем водопользования промышленных предприятий большой и малой энергетики создан ингибитор отложений минеральных солей ИОМС-1.

Использование ингибитора в количестве 1,5—2 (до 5) мг/л для стабилизационной обработки воды обеспечивает защиту систем водопользования от минеральных отложений. Отсутствие солеотложений в таких системах позволяет осуществить перевод их в замкнутый режим работы, что приводит к рациональному использованию водных ресурсов.

Предложены также новые оригинальные ингибиторы многоцелевого назначения.

При этом эффект ингибирования солеотложений достигается при рабочей концентрации реагента 0,4—1 мг/л. Одновременно обеспечивается эффективное ингибирование коррозии (до 0,06 мг/л).

Исследование по созданию комплексного препарата, обеспечивающего сельскохозяйственное производство микроэлементами в хелатной форме, успешно завершилось разработкой регламента производства новой высокоэффективной композиции «Хелатон-1». В качестве хелата использован фосфорсодержащий лиганд.

Впервые осуществлен сквозной синтез добавок к кормам для пушного зверя ферроанемийно-

го препарата — железный комплекс диэтилен-триаминпентауксусной кислоты, дипротонированного без предварительного выделения собственно кислоты.

Разработана уникальная высококачественная присадка — карбоксилфосфорсодержащий комплексон для приготовления пероксида водорода повышенной стабильности, применяемого в пилотируемых космических кораблях «Союз».

Организовано производство серосодержащего органического лиганда — уксусной кислоты и на ее основе моноэтаноламиновой соли тиогликолевой кислоты.

Последние годы под руководством А.Г. Вендило выведена на новый научно-технический уровень технология растворителей особой чистоты для производства интегральных схем микроэлектроники. Осуществляется тесное сотрудничество с предприятиями электронной промышленности и других отраслей народного хозяйства.

Из всех отраслевых институтов химического комплекса практически только в ИРЕА сохранилось подразделение, работающее в области кибернетики химико-технологических процессов и современных информационных технологий. Под руководством А.М. Бессарабова создано новое научное направление по теоретическим основам системного анализа и прикладному математическому моделированию в технологии особо чистых веществ.

В последние годы в этом отделе развиваются два новых научных направления: разработка и внедрение самых передовых информационных CALS-технологий (ISO-10303 STEP) в химической промышленности [18] и системный анализ динамики инновационного потенциала отраслевых научных организаций химической и нефтехимической промышленности за период с 1990 по 2001 гг. [19]. Обе эти работы проводились по выигранному конкурсному проекту в Минпромнауки России и трансевропейскому гранту INTAS № 971-30770.

Для аппаратурной реализации всех перечисленных разработок ИРЕА на протяжении всего периода его развития и, особенно, к 2003 г. осуществлены научно-технические разработки в области создания гибких автоматизированных систем и блочно-модульных установок из новейших конструкционных материалов.

Современное аналитическое направление в институте, стандартизация контроля качества и сертификация продукции малых предприятий и химической промышленности осуществляется на основе современного маркетинга (руководители К.К. Булатицкий, В.З. Красильщик, Т.Г. Манова).

Особое внимание уделяется созданию научных основ, методологии комбинированных про-

цессов, основанных на непосредственном сочетании современных высокоэффективных способов группового концентрирования и атомно-эмиссионной спектроскопии с индуктивно-связанной плазмой (на основе 30-канального спектрометра Р-3 американской фирмы «Baird»).

Был проведен комплекс исследований по оптимизации основных параметров прибора для анализа различных матриц. Предложен и всесторонне исследован оригинальный способ проведения аналитических измерений из малых объемов пробы (до 0,05–0,1 мл), основанный на использовании пониженной скорости ввода пробы в источник возбуждения и не снижающий аналитические характеристики метода.

При анализе высокочистых жидкофазных веществ (органические растворители, вода, кислоты, травители) использован дистилляционный способ концентрирования из объемов порядка 50–100 мл в специальной аппаратуре с фактором концентрирования до 10^3 . Это позволило снизить пределы обнаружения многих элементов в таких объектах до уровня 10^{-8} – 10^{-9} % (масс.).

При анализе твердофазных высокочистых веществ (оксиды, соли, композиции) разработаны различные варианты вскрытия проб, в том числе и с использованием лабораторных автоклавов оригинальной конструкции.

С 1992 г. ИРЕА одним из первых аккредитован в системе ГОСТ РФ как орган по сертификации, а одно из его структурных подразделений — как испытательная лаборатория «Реактив».

Наработки института в области химико-аналитических методов контроля качества химических реактивов и особо чистых веществ позволили обеспечить проведение сертификации отечественной и импортной продукции в заявленной области аккредитации.

Несмотря на трудные условия, определяемые низким экономическим уровнем страны, ФГУП «ИРЕА» сумел сохранить статус государственного института и основные элементы своего научного и инженерного потенциалов.

ЛИТЕРАТУРА

1. *Божевольнов Е.А.* Люминесцентный анализ неорганических веществ. М.: Химия, 1966.
2. *Соловьев Е.А., Божевольнов Е.А.* Ж. анал. химии, 1972, т. 27, № 9, с. 1817.
3. *Степин Б.Д., Серебренникова Г.М., Аллахвердов Г.Р. и др.* Труды ИРЕА. Вып. 36. М.: Изд-во ИРЕА, 1974, с. 139.
4. *Аллахвердов Г.Р.* Высокочистые вещества, 1987, № 4, с. 36.
5. *Басистов Е.А., Демент Т.Б., Ефремов А.А. и др.* Высокочистые вещества, 1988, № 1, с. 116.
6. *Степин Б.Д., Блюм Г.З.* Теоретическая и экспериментальная химия. Киев, 1968, т. 4, вып. 1, с. 102.
7. *Фетисов Ю.М., Фалин В.А., Ефремов А.А., Зельвенский Я.Д.* Теорет. основы хим. технологии, 1979, т. 13, № 3, с. 331.
8. *Макарова С.Б., Смирнов А.В., Браславская А.Л., Петрова М.Л.* Ж. хроматографии, 1986, т. 365, с. 6.
9. *Дятлова Н.М., Темкина В.Я., Попов К.И.* Комплексоны и комплексонаты. М.: Химия, 1989, с. 543.
10. *Дзиомко В.М.* Ж. Всесоюз. хим. о-ва им. Д.И. Менделеева, 1985, т. 30, № 5, с. 482.
11. *Иванов О.В., Маркович И.С., Блохина Л.И. и др.* Высокочистые вещества, 1987, № 4, с. 122.
12. *Блюм Г.З.* Ж. прикл. химии, 1966, т. 39, № 6, с. 1300.
13. *Логинов А.Ф., Рябенко Е.А., Шалумов Б.З. и др.* Реактивы и особо чистые вещества. Труды ИРЕА. М., 1978, вып. 40, с. 149.
14. *Ефремов А.А., Федоров В.А., Гринберг Е.Е.* Высокочистые вещества, 1988, № 3, с. 5.
15. *Рябенко Е.А., Иванов М.Я., Пархоменко В.Д.* Ж. Всесоюз. хим. о-ва им. Д.И. Менделеева, 1984, т. 29, № 4, с. 46.
16. *Голуб А.Е., Аронов А.Р., Блюм Г.З. и др.* Теорет. основы хим. технологии. Реф. докл. XII Менделеевского съезда. М.: Наука, 1985, с. 53–63.
17. *Рябенко Е.А., Ярошенко А.М., Блюм Г.З. и др.* Полимерные конструкционные материалы технологии химических реактивов и особо чистых веществ. Сер. Реактивы и особо чистые вещества. М.: НИИТЭ-ХИМ, 1991, с. 52.
18. *Бессарабов А.М., Афанасьев А.Н.* Химическая технология, 2002, № 3, с. 26–30.
19. *Бессарабов А.М., Рябенко Е.А., Сафонова Т.А., Ефимова В.П.* Химия и рынок, 2002, № 3, с. 42–46.