ЦКП ОНЦ СО РАН
ЦЕНТР КОЛЛЕКТИВНОГО ПОЛЬЗОВАНИЯ

ФАНО России

Омский научный центр СО РАН

Отчет
О деятельности Омского регионального центра коллективного пользования СО РАН в 2015 году

Начальник ОмЦКП СО РАН,
к.х.н. Дроздов Владимир Анисимович

ОМСК-2016

Общие сведения

1. Создан в 2002 г. по распоряжению Президиума СО РАН, как ведомственный региональный ЦКП.
2. Базовая организация: ОНЦ СО РАН.
3. Ведущий институт-организатор: ИППУ СО РАН.
4. С 2011 г. ОмЦКП СО РАН зарегистрирован в Министерстве образования и науки РФ как ЦКП федерального значения.

5. ОмЦКП СО РАН - ***многопрофильный*** ЦКП, имеет широкие исследовательские и аналитические возможности. Приборный парк включает ***34 ед.*** научного оборудования стоимостью ***~ 317,58 млн. руб., в т.ч. на балансе ОНЦ СО РАН находятся 16 ед. научного оборудования стоимостью ~ 236,57 млн. руб.***

6. ОмЦКП СО РАН – ***междисциплинарный,*** т.е. выполняются научные исследования по приоритетным направлениям на стыке разных наук и областей техники и технологий.

Направления исследований и методы исследования в ЦКП

Химический анализ

рентгенофлуоресцентная, атомно-абсорбционная и атомно-эмиссионная ИСП-спектроскопия, хромато-масс-спектрометрия.

Структурный анализ

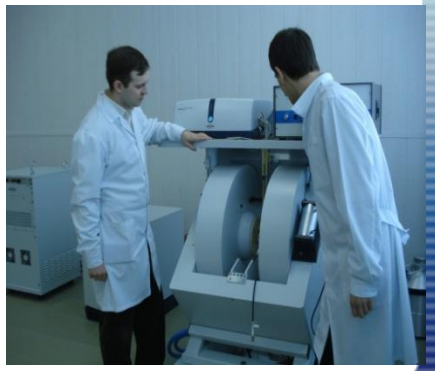
рентгеновская дифракция, электронная микроскопия с рентгеновским анализом, методы ЯМР, ЭПР, ИКС, УФ-Вид, КРС.

Анализ текстуры и дисперсности

методы адсорбции и газовой пикнометрии, лазерная дифракция, оптическая эллипсометрия.

Термический анализ

термогравиметрия, дифференциальный термический анализ, сканирующая микрокалориметрия с масс-спектрометрией.



Изучение реакционной способности веществ

температурно-программируемые методы восстановления, окисления, термодесорбции.

Области исследования ОмЦКП СО РАН

- Катализ, адсорбция и энергетика,
- Материаловедение и микросенсорика,
- Нефтепереработка и нефтехимия,
- Переработка органических полезных ископаемых и возобновляемого растительного сырья,
- Экология, медицина, фармакология,
- Биохимия, биология и ветеринария,
- Наноструктуры, наноматериалы и нанотехнологии.

Исследования ОмЦКП СО РАН по приоритетным направлениям и критическим технологиям РФ

- Индустрия наносистем, технология диагностики, получения и обработки функциональных наноматериалов;

- Рациональное природопользование, технология энергоэффективного производства и преобразования энергии на органическом топливе;

- Энергоэффективность и энергосбережение, технология новых возобновляемых источников энергии, включая водородную энергетику;

- Науки о жизни, биокаталитические, биосинтетические и биосенсорные технологии и др.

Реконструкция приборного парка ЦКП с целью оптимизации работы

1. По сравнению с прошлыми годами количество научного оборудования в ЦКП было планово сокращено с целью оптимизации приборного парка по техническому состоянию до 34 ед.: так 2-а прибора (порошковый рентгеновский дифрактометр HZG/4-2 и рентгенофлуоресцентный спектрометр VRA-30, производства 1984 г. и 1987 г. соответственно) были списаны; 2-а прибора (ЯМР-спектрометр 200С Bruker, производства 1989 г. и ртутный порозиметр Porozimetr-2000, Carlo Erba, производства 1989 г.) «законсервированы»; 3-прибора (анализатор Сорбтометр М со станцией подготовки образцов, производства «Катакон» (ИК СО РАН), 2004 года, ИК-анализатор растворов СА 2/2, производства ИОиА СО РАН, 2004 г. и хемосорб «BiSorb», производства ИК СО РАН 2007 г.) выведены из базы ЦКП ввиду устаревших технических параметров.

Реконструкция приборного парка ЦКП с целью оптимизации работы

2. Расширение приборной базы по ассортименту научного оборудования было проведено по результатам 2014 г. в рамках конкурсной Программы приборной комиссии СО РАН «Дорогостоящее оборудование» из бюджетных субсидий ФАНО. Так, в феврале-марте 2015 г. были запущены две единицы оборудования:

- Ультрабыстрая ВЭЖХ-система Ultimate-3000 RSLC производства Dionex Thermo Scientific с дополнительными модулями - приборами общелабораторного назначения для повышения качества и производительности ее работы. Общая стоимость комплекта составила 17 731 803,29 рубля;

- Установка механического утонения для препаративной подготовки образцов к просвечивающим и сканирующим электронным микроскопам, используемым в ЦКП, производства компании Gatan. Стоимость установки составила 2 317 590,00 рублей.

Реконструкция приборного парка ЦКП с целью оптимизации работы

3. Дополнительно, из внебюджетных средств ОНЦ СО РАН, полученных за счет хозяйственной деятельности ОмЦКП СО РАН в 2015 году, выполнено:

- сервисное техническое обслуживание хромато-масс-спектрометра Agilent;
- приобретены комплектующие к растровому и просвечивающему ЭМ JEOL;
- приобретены комплектующие к ЯМР-спектрометру AVANCE-400, Bruker;
- приобретены комплектующие к синхронному термическому анализатору
- STA 449 C Jupiter, NETZSCH на общую сумму ***~1,86 млн. руб.***

Реконструкция приборного парка ЦКП с целью оптимизации работы

4. В итоге в 2015 г. «возраст» научного оборудования ЦКП распределен по годам:

- не более 5 лет - 8 ед. (24%),
- 6-8 лет - 11 ед. (32%),
- более 8-10 лет - 15 ед. (44%).

Анализ показывает, что важной задачей по материально-технической базе ЦКП следует считать ее обновление в ближайшие годы примерно **на 40-45%.**

Перечень современного прецизионного научного оборудования ЦКП ОНЦ СО РАН

1. Термоаналитические приборы:

Синхронный термоаналитический комплекс STA-449C, “Netzsch” ТГ-ДТГ-ДТА-ДСК, сопряженный с квадрупольным масс-спектрометром.

Перечень современного прецизионного научного оборудования ЦКП ОНЦ СО РАН

2. Хромато-масс-спектрометрические комплексы:

Магнитная мультиколлекторная масс-спектрометрическая система Delta V Advantage для анализа стабильных изотопов, “Thermo Finnigan”.

Перечень современного прецизионного научного оборудования ЦКП ОНЦ СО РАН

3. Аналитические спектрометры:

Элементный C,H,N,S,O,Cl анализатор VARIO CUBE, “Elementar”.

Оптико-эмиссионный спектрометр с индуктивно-связанной плазмой ES-710, “Varian”.

Перечень современного прецизионного научного оборудования ЦКП ОНЦ СО РАН

4. ЯМР- , ИК-, ЭПР, УФ-спектрометры:

ЯМР-спектрометр Avance-400, “Bruker”.

Комбинированнная КРС- установка Nicolet DXR Smart Raman: дисперсионный Раман-спектрометр с тремя лазерами и конфокальный Рамановский микроскоп, “Thermo Fisher Scientific”.

Перечень современного прецизионного научного оборудования ЦКП ОНЦ СО РАН

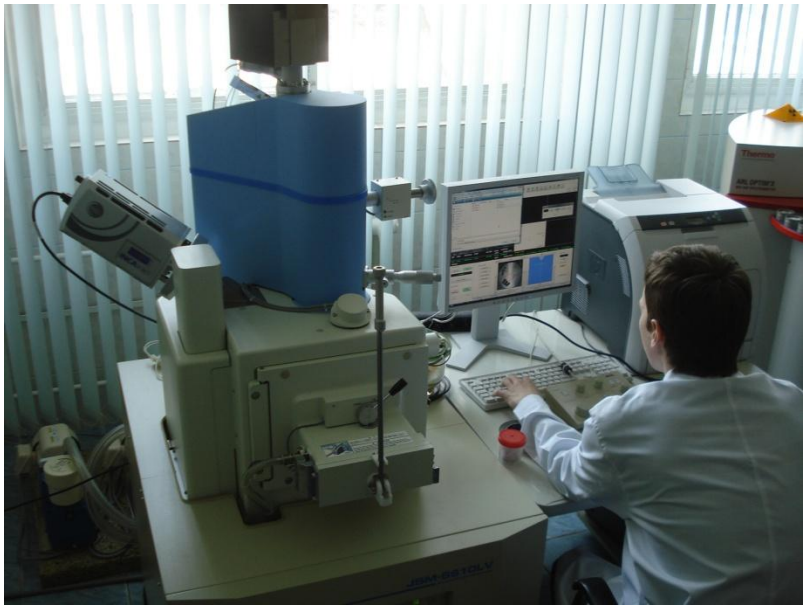
5. Рентгеновские дифрактометры:

Дифрактометр D8 Advance с высокотемпературной 1100 С и реакционной 950 С камерами, “Bruker”.

Перечень современного прецизионного научного оборудования ЦКП ОНЦ СО РАН

6. Электронные и оптические микроскопы:

Просвечивающий электронный микроскоп высокого разрешения JEM-2100, “JEOL” с энерго-дисперсионным рентгеновским анализатором.



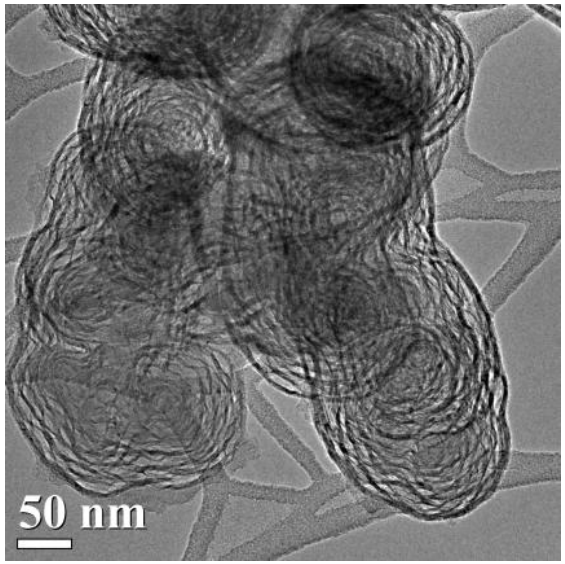
Сканирующий электронный микроскоп JSM-6610LV, “JEOL” с рентгеновским анализатором.

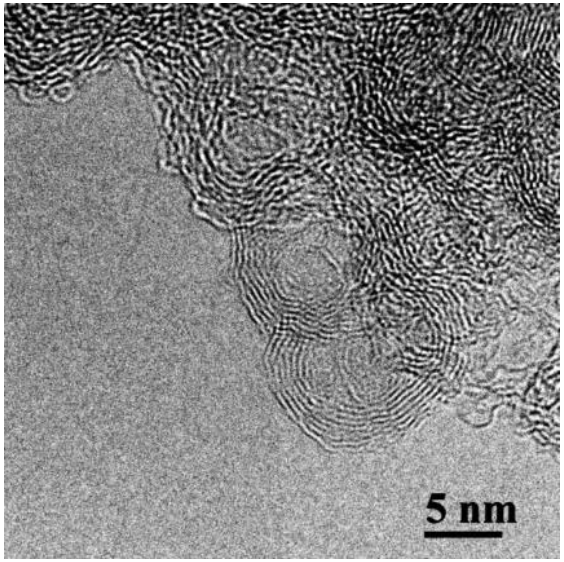
Эффективность работы научного оборудования ОмЦКП СО РАН

Наименование показателя	*2011 г.*	*2012 г.*	*2013 г.*	*2014 г.*	*2015 г.*
Общее расчетное время работы ЦКП, час/год	144764 (100%)	139064 (100%)	158728 (100%)	156840 (100%)	194588 (100%)
Фактическое время работы оборудования ЦКП, час/год	111215 (76,8%)	122453 (82%)	124429 (78,4)	115568 (73,7)	166772 (89%)
Рабочее время, затраченное ЦКП на выполнение работ в интересах внешних пользователей, час/год	57496 (51,7%)	68574 (56,0%)	61660 (49,6)	68334 (59,1)	95732 (57,0%)

- ОмЦКП СО РАН, ОНЦ СО РАН, ИППУ СО РАН
- ИФВД РАН – г. Троицк;
- ТНЦ СО РАН, ИСЭ СО РАН – г. Томск;
- ИЯФ СО РАН, ИХТТМ СО РАН – г. Новосибирск.

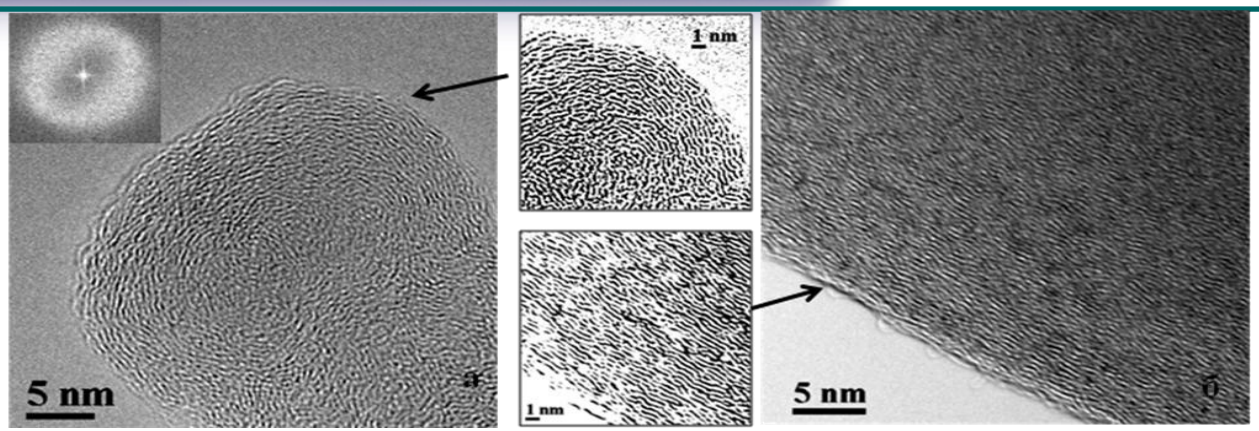
Электронно-микроскопическое исследование углеродных материалов при воздействии высокоэнергетических электронных и лазерных пучков.





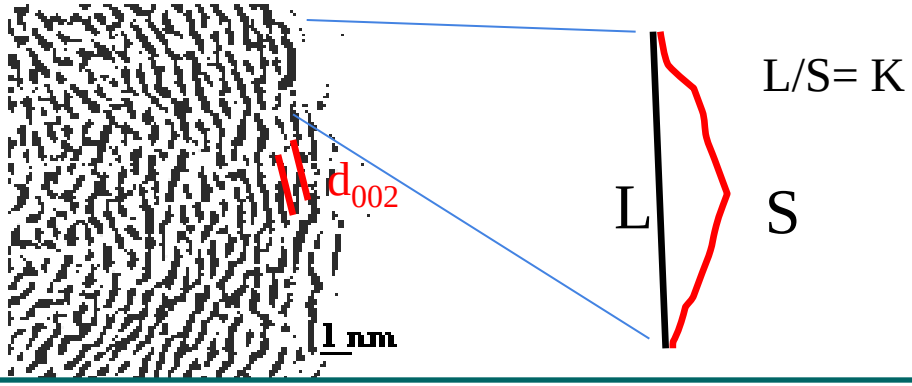
Выполняется по приоритетному направлению «Индустрия наносистем».
Приоритетная задача. **«Получение, обработка и диагностика функциональных наноматериалов».**

Детализация строения углеродных образцов методом ПЭМ ВР (Fringe analysis)



Структура первичных частиц: высокодисперсный (D = 10-30 нм) и низкодисперсный (D = 100-300 нм) технический углерод (ТУ). Краевые расстояния d_{002} = 0.37–0.39 нм.

Микроизображение графеновых искривленных слоев



Кривизна участков слоев

Выполняется в рамках Международного проекта: International Research Staff Exchange Scheme № FP7-PEOPLE-2010-IRSES.

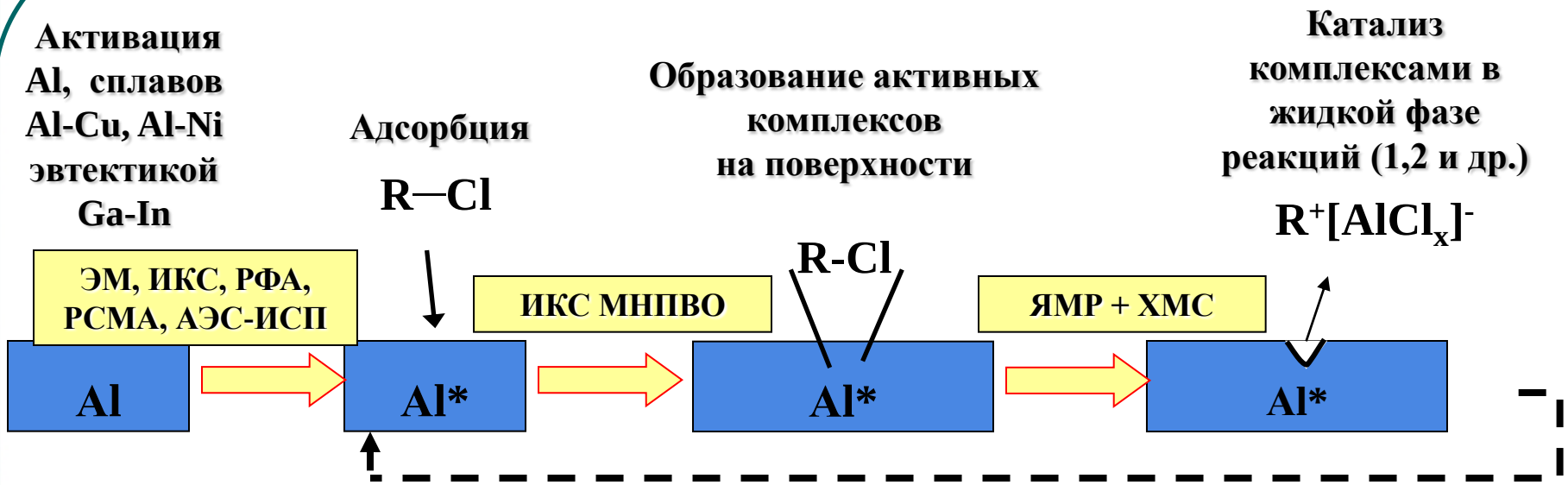
1 - ОмЦКП СО РАН, Омск
2 - ИППУ СО РАН, Омск

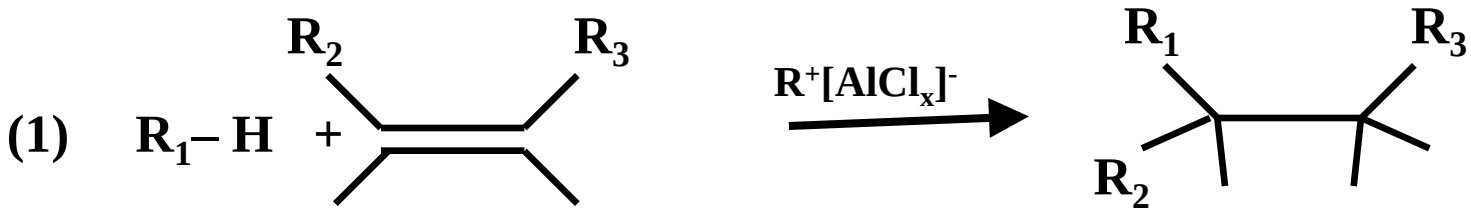
1. **Изучение процесса активирования металлического Al и сплавов Al-Cu, Al-Ni жидкой эвтектикой Ga-In для вовлечения их в реакции каталитического превращения углеводородов.**

2. **Формирование и исследование *in situ* каталитических Al-Cl, Al-Cu-Cl и Al-Ni-Cl ионных комплексов.**

Выполняется по приоритетному направлению: «Рациональное природопользование. *Приоритетная задача* – «Углубленная каталитическая переработка газового и нетрадиционного углеродсодержащего сырья с целью получения продуктов основного химического синтеза, нефтехимии и компонентов топлив».

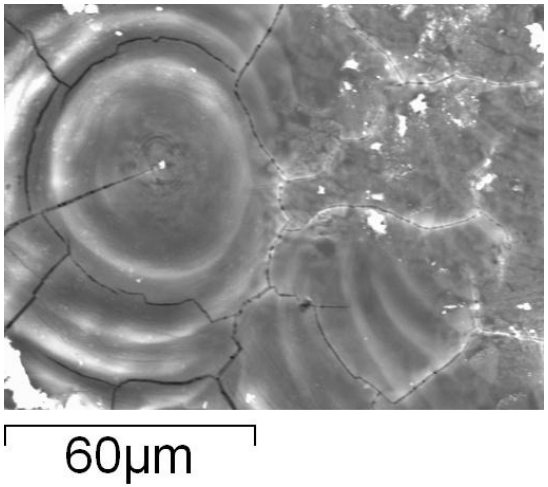
Методология комплексного исследования *in situ* активных комплексов

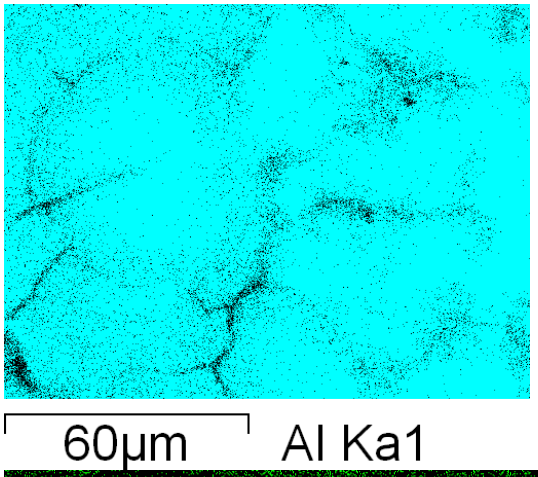


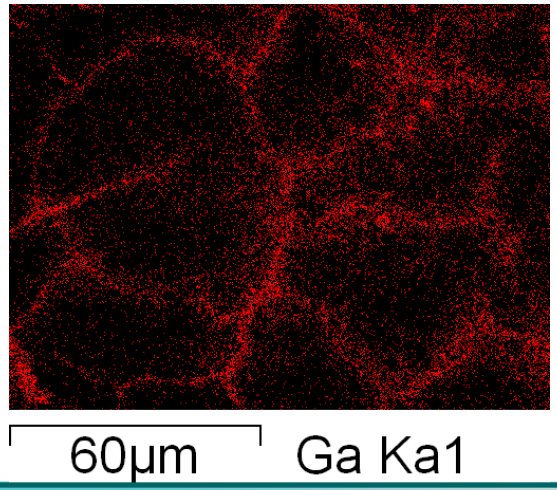


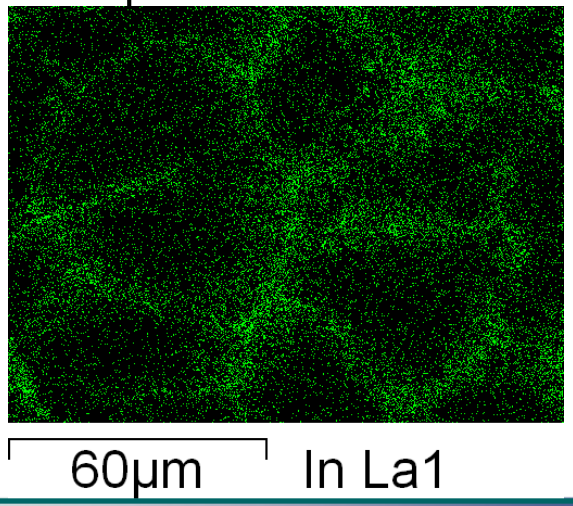
(2) Олигомеризация этилена → α - олефины

Морфология и элементный состав Al, активированного жидкой эвтектикой Ga-In



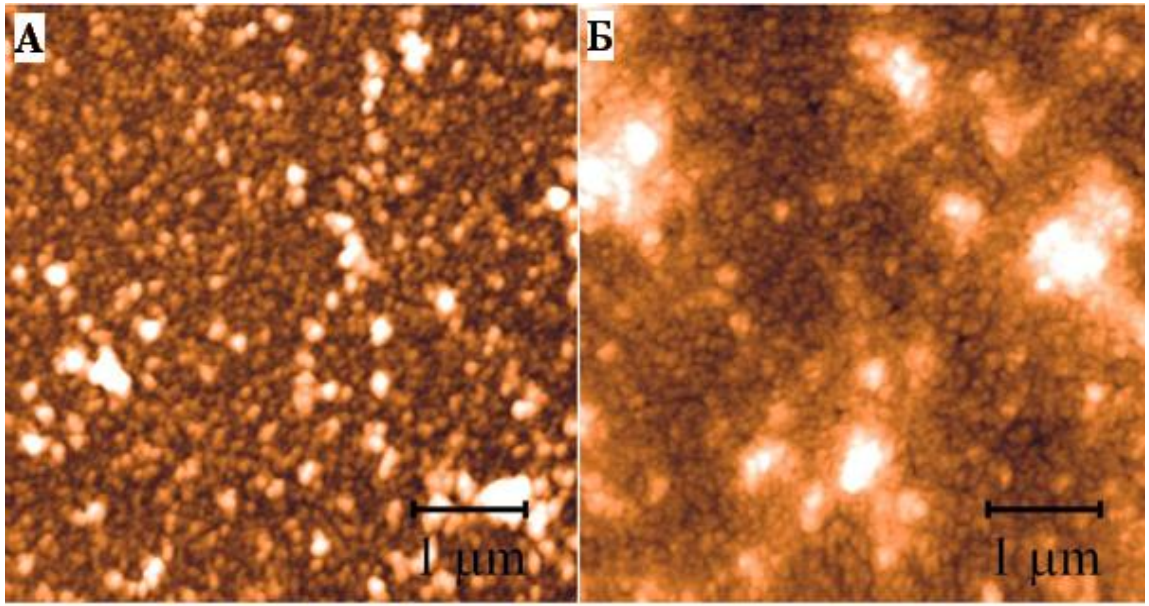






1. КНИОРП ОНЦ СО РАН,
2. ОмЦКП СО РАН

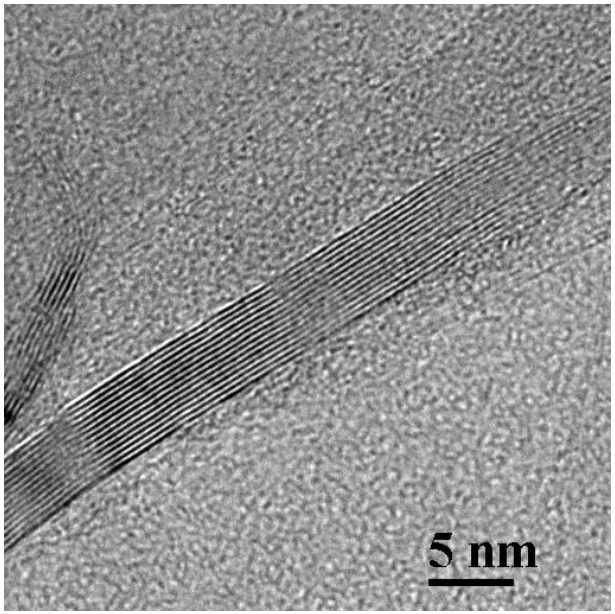
Проведено исследование на атомно-силовом микроскопе развитой морфологии электропроводящих плёнок полианилина и композита полианилин -углеродные нанотрубки, допированных додецилбензол-сульфокислотой, как новых сенсорных тонкопленочных структур.



АСМ-изображения плёнок ЭО-ПАНИ (А) и ЭО-ПАНИ/УНТ (Б)

1. ИФВД РАН г. Троицк,
2. ИППУ СО РАН,
3. ОмЦКП СО РАН

Научное сотрудничество с ИФВД РАН в области исследования структурно-морфологической трансформации углеродных веществ и материалов, в т.ч. наноуглеродных структур, прошедших физические высокоэнергетические воздействия: T > 1000 °C и P ~ 80 000 атм.



Формирование стопок графеновых слоев в ТУ после термобарической обработки: P=8.0 ГПа, T= 1000°C, t = 120 с, V =50°/с, по данным ПЭМ.

Методическая часть

1. Методика ЯМР на ядрах 12С и 1Н идентификации типа сополимеризации отдельных классов углеводородов;
2. Методика РФС анализа никеля и ванадия в катализаторах крекинга;
3. Методика ИКС- идентификации состава функциональных групп на поверхности углеродных материалов;
4. Методика определения методом ПЭМ ВР на электронном микроскопе JEM-2100, JEOL диаметра первичных частиц и агрегатов углеродных материалов, в т.ч. технического углерода;
5. Моделирование дифракционных картин одномерно разупорядоченных 1D - слоистых структур типа гидроталькитов;
6. Идентификация полиароматических углеводородов (ПАУ) в углеводородных смесях, нефтепродуктах и в техническом углероде методом высокоэффективной жидкостной хроматографии (ВЭЖХ);
7. Методика морфологического и микро- анализа методами РЭМ-ЭДС на микроскопе JSM-6610LV неоднородности и пористости поверхности, примесей в металлах, сплавах, оксидах, солях, глинах, цеолитах и т.д.

Хозяйственная деятельность

Наименование некоторых работ/услуг ОмЦКП СО РАН в 2015 г. (наиболее востребованные).

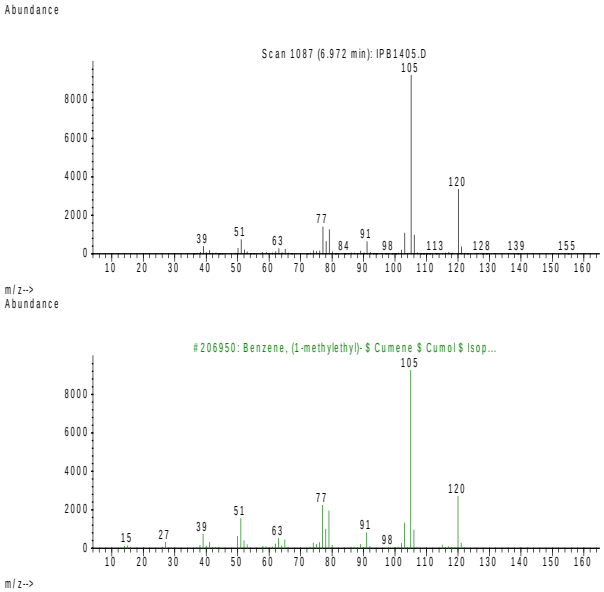
1. Дисперсионный анализ методом лазерной дифракции катализаторов, адсорбентов, глинистых минералов, зольных отходов ТЭЦ и промышленных производств;
2. Изучение качественного и количественного элементного химического состава деталей промышленных и транспортных подшипников;
3. Анализ морфологии поверхности, рельефа и однородности эластомеров, углеродных наполнителей и резин методами зондовой (атомно-силовой, электронной, лазерной) микроскопии и ИК-Раман спектроскопии;
4. Определение структуры, текстуры, морфологии, элементного и примесного состава образцов технического углерода разных марок;
5. Фазовый состав биологических объектов (кости, зубная эмаль, почечные камни и т.д.)

НИР и научно-технические услуги сторонним организациям

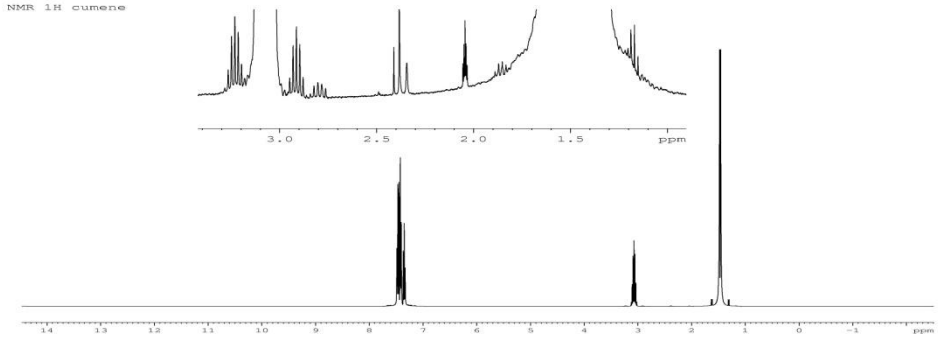
- *Институт нефтехимии и катализа РАН г. Уфа*
- *Институт физики высоких давлений РАН, г. Троицк*
- *Институт химии растворов РАН, г. Иваново*
- *Институт общей и неорганической химии им. Н.С. Курнакова, г. Москва*
- *Институт физической химии и электрохимии им. Г.М. Фрумкина, г. Москва*
- *Физико-технический институт им. А.Ф. Иоффе РАН, г. Санкт-Петербург.*
- *ОмГУ им. Ф.М. Достоевского, ОмГТУ, ОмГМУ, ОмГАУ, г. Омск*
- *МГУ им М.В. Ломоносова, г. Москва*
- *ООО «Ультрамед», «Диагностический центр» г. Омск*
- *ОАО «Полиом», ОАО «Омский каучук», ЗАО Группа компаний ТИТАН, г. Омск*
- *ОАО «Омский НПЗ-Газпромнефть», г. Омск*
- *ООО «Гродно Азот» ПТК «Химволокно» г. Гродно*
- *ФГУП ЦНИИГЕОЛНЕРУД, г. Казань.*
- *Предприятие им. Я. Свердлова, Нижегородская губерния*
- *ОАО «Омск Карбон Групп», г. Омск*
- *Таможенное управление Ростовской области и др.*
- *ОАО “НИИТКД “ г.Омск*

Научно-технические услуги сторонним организациям (ООО Группа компаний «Титан»)

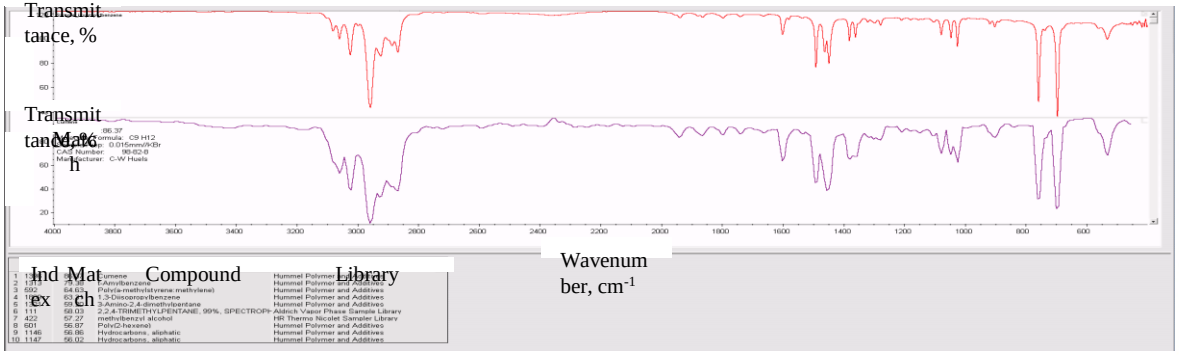
“Идентификация органических веществ и определение примесей методами газовой хромато-масс спектрометрии, ядерного магнитного резонанса, инфракрасной спектроскопии и ультрафиолетовой-видимой спектроскопии по Европейскому регламента REACH”.



Масс-спектр исследуемого образца



Спектр ЯМР ^{1}H исследуемого образца

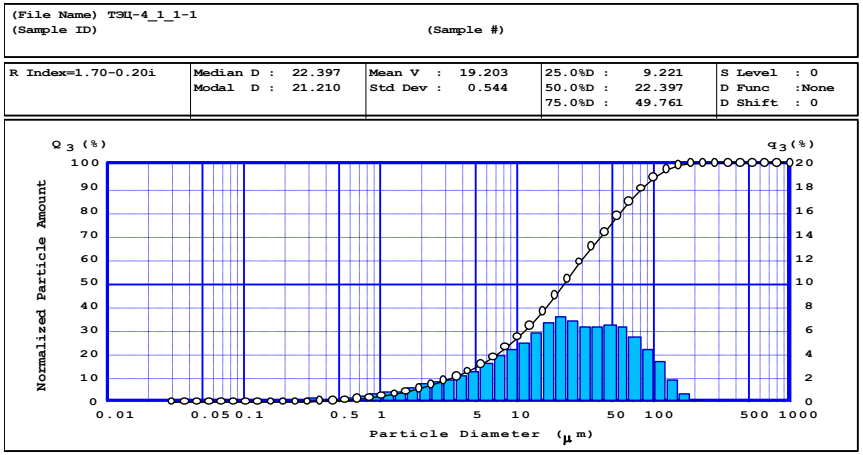


ИК-спектры исследуемого образца

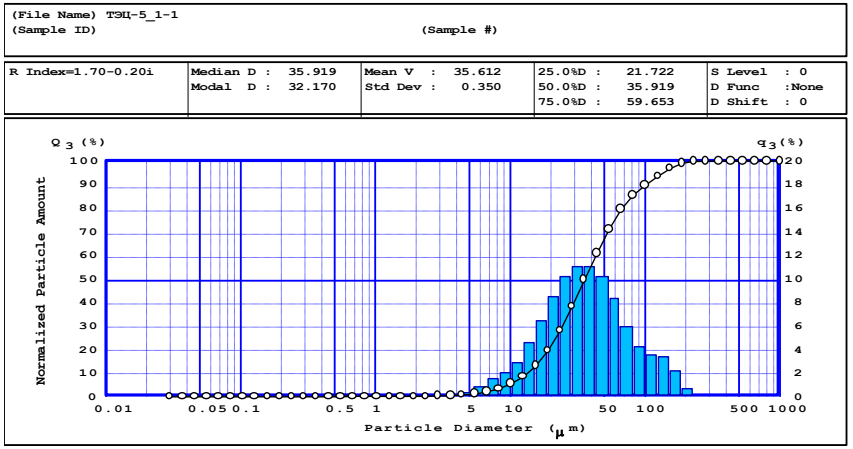
Изопропилбензол (кумол)

Научно-технические услуги сторонним организациям (для ОАО ТГК №11)

«Анализ дисперсионного состава: распределения и среднего размера частиц проб золы ТЭЦ методом лазерной дифракции».



ТЭЦ-4

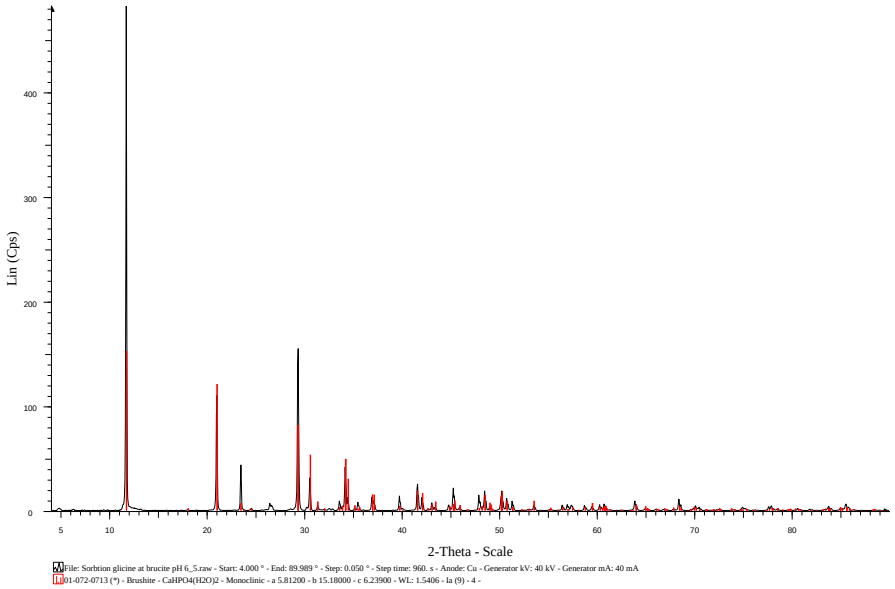


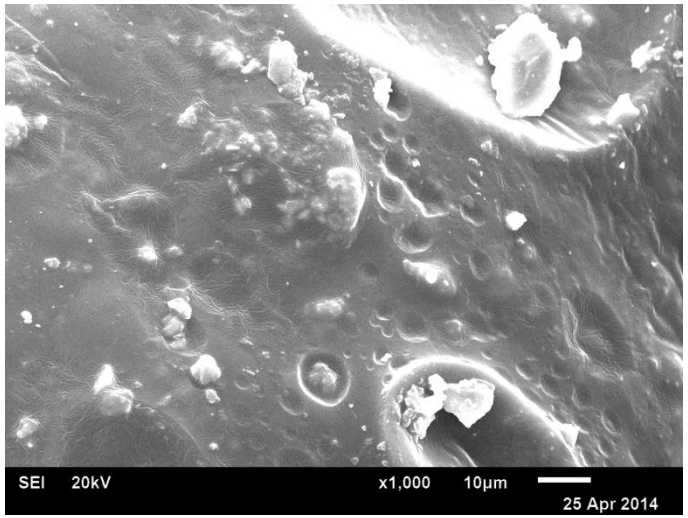
ТЭЦ-5

Заключение: по данным дисперсионного анализа представленные образцы золы имеют разное распределение частиц по размерам: 0.5-200 мкм (ТЭЦ-4, более широкое) и 5-200 мкм (ТЭЦ-5, более узкое), что указывает на разную эффективность работы улавливающих электрофильтров.

Научно-технические услуги сторонним организациям (ОмГУ им. Ф.М. Достоевского)

«Характеристики и свойства кальций-фосфатных материалов и покрытий, синтезируемых из модельных растворов для получения биосовместимых с костной тканью человека неорганических систем».





Типичная дифрактограмма исследуемых образцов на основе брушита и типичные участки поверхности с сорбированными слоями серина.

Х/Д деятельность ОмЦКП СО РАН

Общий объем выполненных работ (оказанных услуг) ЦКП внешним заказчикам составил в 2015 году ~ 3.41 млн. руб.

Обучение принципам действия и работе с научным оборудованием ОмЦКП СО РАН

- *Курс Методы анализа состава и структуры вещества, 68 часов (ФГБОУ ВПО ОмГТУ)*
- *Курс Аналитическая химия. Дополнительные главы , 38 часов (ФГБОУ ВПО ОмГУ им. Ф.М. Достоевского)*
- *Специальный физический практикум по физике конденсированного состояния: проблемы нанотехнологий, зондовые нанотехнологии, нанофизика и нанотехнологии , 48 часов (ФГБОУ ВПО ОмГУ им. Ф.М. Достоевского)*
- *Методы исследования углеродных материалов и катализаторов, 32 часа (ФГБОУ ВПО ОмГУ им. Ф.М. Достоевского)*
- *Курс повышения квалификации специалистов компании «Эпак-Сервис» в области «Рентгеновской дифракции».*

ИНФОРМАЦИОННАЯ ДЕЯТЕЛЬНОСТЬ

1. **Участие в конференции ФАНО «Центры коллективного пользования и уникальные научные установки в организациях, подведомственных ФАНО России», 20-21 октября 2015 года с устным докладом:**

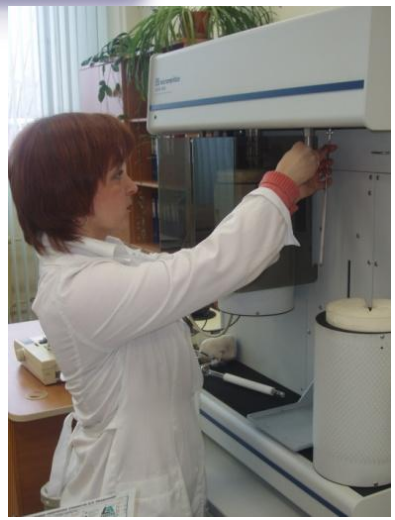
   Дроздов В.А., Тренихин М.В. «Региональный ЦКП СО РАН на пути решения фундаментальных задач науки, техники и технологии РФ».

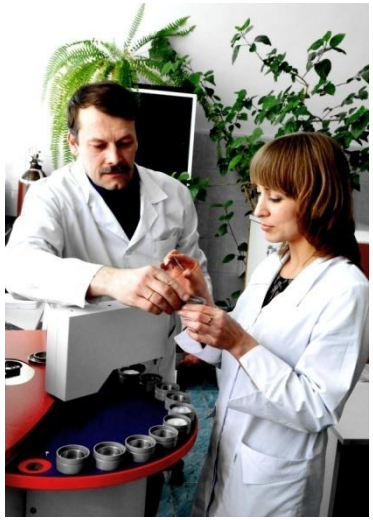
2. **Расширение сайтов о возможностях приборной и методической базы по проведению научных исследований и оказанию научно-технических услуг в ОмЦКП СО РАН: http://www.oscsbras.ru; http://www.ckp-rf.ru**

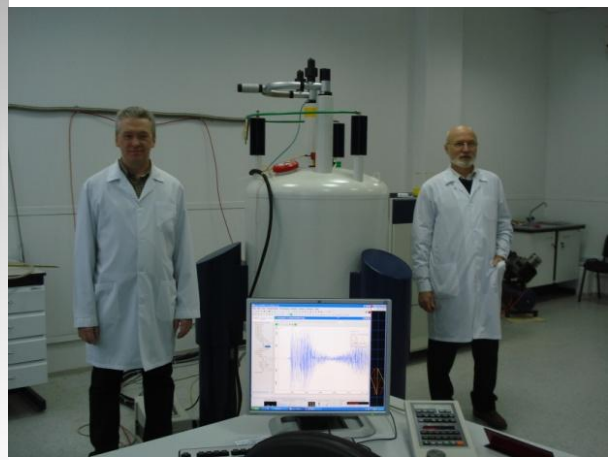
3. **Проведены отдельные этапы сертификационной и метрологической деятельности по измерениям на приборах ЦКП, включая аттестацию новых методик.**

4. **В 2015 г. опубликовано в рецензируемых журналах 10 статей с ссылками на использование приборной базы ОмЦКП СО РАН.**

Омский региональный ЦКП СО РАН в работе







ЦКП ОНЦ СО РАН
ЦЕНТР КОЛЛЕКТИВНОГО ПОЛЬЗОВАНИЯ

Спасибо за внимание!