Введение Среди веществ особой чистоты, востребованных в различных отраслях народного хозяйства (научные исследования, промышленное производство, обеспечение образовательного процесса) высокочистые растворители занимают одно из ведущих мест, как по величине ассортимента, так и по разнообразию физико-химических свойств. Они применяются в электронной, электротехнической и радиопромышленности; тонком органическом и фармацевтическом синтезе, где требуется использование технологических сред, реагентов и вспомогательных веществ с гарантированными свойствами. Одной из особенностей ассортимента особо чистых растворителей является наличие разноплановых линеек продуктов, которые можно объединить по одному или нескольким признакам, обеспечивающим возможность широкого применения в аналогичных процессах, требующих изменения или оптимизации условий применения: кетоны с различными температурами кипения – ацетон, метилэтилкетон, метилизобутилкетон; ароматические углеводороды: бензол, толуол, о-ксилол (п-ксилол); спирты; петролейные эфиры, алифатические углеводороды. Особое место занимают бифункциональные растворители, проявляющие свойства различных классов соединений: моноэтаноламин (амин и спирт), этилцеллозольв (спирт и простой эфир), хлорпроизводные ароматических углеводородов, циклогексиламин (циклоалкан и амин), и др. Эффективная разработка технических условий на такой широкий и сложный ассортимент особо чистой продукции, как органические растворители, требует использования самых современных информационных систем. Наиболее перспективной системой компьютерной поддержки является CALS-технология (Continuous Acquisition and Life cycle Support — непрерывная информационная поддержка жизненного цикла продукта) [1]. Нами был проведен анализ широкого круга зарубежных и значительно меньшего количества отечественных работ, посвященных концепции CALS [2, 3]. По данным западных аналитиков, применение CALS-технологий позволяет экономить десятки миллиардов долларов в год и сократить сроки проведения всех работ на 15–20%. В настоящее время в мире действует более 25 национальных организаций, координирующих вопросы развития CALS-технологий (США, Канада, Япония, Великобритания, Германия, Австралия и др.) и в ближайшие годы мировой рынок наукоемких технологий, так же, как рынок промышленной кооперации, полностью перейдет на стандарты CALS. Одним из наиболее эффективных методов освоения концепции CALS является создание фонда пилотных CALS-проектов. Работы в этом направлении проводились нами в биотехнологии [4], нанотехнологии [5], в экологических исследованиях [6], мониторинге противогололедных материалов [7] и др. В данной работе рассматривается информационный CALS-проект для автоматизированной разработки технических условий на перспективную продукцию – органические растворители особой чистоты. 1. Информационная модель технических условий для органических

растворителей На основе информационного CALS-стандарта ISO 10303 STEP была создана типовая схема (протокол применения) для технических условий на особо чистую продукцию [8]. При разработке типовой схемы в основу информационной структуры положен межгосударственный стандарт ГОСТ 2.114-95 [9], устанавливающий общие правила построения, изложения, оформления, согласования и утверждения технических условий на продукцию. Эта типовая структура баз данных включает в себя вводную часть и 8 основных информационных категорий: технические требования; требования безопасности; требования охраны окружающей среды; правила приемки; методы контроля; транспортирование и хранение; указания по эксплуатации; гарантии изготовителя (рис. 1). В категорию CALS-проекта «Вводная часть» заносятся наименование продукции, ее назначение, область применения (при необходимости) и условия эксплуатации. Наименование продукции должно соответствовать наименованию, указанному в основном документе на эту продукцию. В компьютерном проекте используются типовые формы. Например, изложение вводной части начинается типовой формой: «Настоящие технические условия распространяются на», после чего следует наименование (условное обозначение) продукции, а затем опять типовая форма «предназначенной для» с последующим описанием соответствующей области применения. Ввод наименования продукции и области применения производится специалистом в контекстном меню информационной CALS-системы. Категория № 1 CALS-проекта «Технические требования» состоит из следующих подкатегорий: «Основные параметры и характеристики (свойства)», «Требования к сырью, материалам, покупным изделиям», «Комплектность», «Упаковка» и «Маркировка» (рис. 1). Подкатегория «Основные параметры и характеристики (свойства)» начинается с указания наименования (условного обозначения) продукции, затем используется типовая форма «должен (на, но) соответствовать требованиям настоящих технических условий и комплекта документации согласно», после чего указывают обозначение основного конструкторского или другого технического документа. При отсутствии конструкторской или другой технической документации подкатегория «Основные параметры и характеристики (свойства)», должна начинаться указанием наименования (условного обозначения) продукции, а затем использоваться типовая форма «должен (на, но) соответствовать требованиям настоящих технических условий». При наличии стандартов общих технических условий, а также стандартов на конкретное изделие, тут же должна быть ссылка на них. Рис. 1 – Информационный CALS-проект технических условий на примере 2-Хлорэтанола (а – титульный лист ТУ) Для подкатегории «Требования к сырью, материалам, покупным изделиям» устанавливают требования к покупным изделиям, жидкостям, смазкам, краскам и материалам (продуктам, веществам); к драгоценным материалам, металлам и сплавам, порядок их учета; к вторичному сырью и отходам промышленного

производства. В подкатегории «Упаковка» указывают: правила подготовки продукции к упаковыванию (включая демонтаж, консервацию) с указанием применяемых средств; потребительскую транспортную тару, в том числе многооборотную тару, вспомогательные материалы, применяемые при упаковывании, а также требования технической этикетки (для товаров народного потребления); количество продукции в единице потребительской упаковки и транспортной тары; способы упаковывания продукции в зависимости от условий транспортирования (в таре, без тары и т.п.); порядок размещения и способ укладывания продукции; перечень документов, вкладываемых в тару при упаковывании, и способ их упаковывания. В подкатегории «Маркировка» устанавливают следующие требования к маркировке продукции, в том числе к транспортной маркировке: место маркировки (непосредственно на продукции, на ярлыках, этикетках, на таре и др.); содержание маркировки; способ нанесения маркировки. На продукцию, для обеспечения безопасности которой для жизни и здоровья людей при ее применении необходимо выполнять определенные условия, в этой подкатегории излагают требования о содержании в маркировке следующих указаний: условиях применения и мерах предосторожности при транспортировании, хранении и употреблении; безопасности (пожаро- и взрывобезопасность и др.); сроках периодического осмотра, контроля, переконсервации и др. Во 2-й категории CALS-проекта «Требования безопасности» устанавливают требования, которые должны содержать все виды допустимой опасности и устанавливаться таким образом, чтобы обеспечивалась безопасность продукции в течение срока ее службы (годности). В 3-ю категорию «Требования охраны окружающей среды» включают показатели и нормы, определяющие требования по допустимым (по уровню и времени) химическим, механическим, радиационным, электромагнитным, термическим и биологическим воздействиям на окружающую среду; требования по устойчивости загрязняющих, ядовитых веществ в объектах окружающей среды (водная среда, атмосферный воздух, почва, недра, флора, ионосфера и т.д.); требования при утилизации и к местам захоронения опасной продукции и отходов и т.д. В 4-й категории «Правила приемки» указывают порядок контроля продукции, порядок и условия предъявления и приемки продукции органами технического контроля предприятия-изготовителя и потребителем (заказчиком), размер предъявляемых партий, необходимость и время выдержки продукции до начала приемки, сопроводительную предъявительскую документацию, а также порядок оформления результатов приемки. В 5-й категории CALS-проекта «Методы контроля» устанавливают приемы, способы, режимы контроля (испытаний, измерений, анализа) параметров, норм, требований и характеристик продукции, необходимость контроля которых предусмотрена в категории «Правила приемки». Для каждого метода контроля (испытаний, измерений, анализа), в зависимости от специфики проведения, должны быть установлены:

методы отбора проб (образцов); оборудование, материалы и реактивы и др.; подготовка к контролю (испытанию, измерению, анализу); проведение контроля (испытания, измерения, анализа); обработка результатов. В 6-й категории «Транспортирование и хранение» правила хранения продукции излагают в следующей последовательности: место хранения; условия хранения; условия складирования; специальные правила и сроки хранения (при необходимости). В 7-й категории CALS-проекта «Указания по эксплуатации» приводят указания по установке, монтажу и применению продукции на месте ее эксплуатации (применения); требования к условиям охлаждения с указанием, при необходимости, критериев и методов контроля; возможность работы в других средах; особые условия эксплуатации и др. В последней 8-й категории CALS-проекта «Гарантии изготовителя» устанавливаются права и обязанности изготовителя по гарантиям в соответствии с действующим законодательством. Для информационной поддержки 5-й категории технических условий (методы контроля) используется разработанная нами CALS-система компьютерного менеджмента качества (КМК-система) [10]. Система осуществляет ввод, обработку и хранение информации об основных элементах аналитического мониторинга: перечень объектов для контроля (классификатор веществ); сведения об используемых аналитических методах (включая предварительные этапы – отбор пробы и подготовка ее к анализу); сведения об эксплуатации используемых приборов; метрологическое обеспечение работы; блок нормативно-технической документации. При создании 1-й очереди CALS-системы технических условий на ассортимент органических растворителей особой чистоты были разработаны две важнейшие для химиков-аналитиков информационные категории: «технические требования» (№1) и «методы контроля» (№5). Из категории «технические требования» в 1-й очереди системы разрабатывается только подсистема «основные параметры и характеристики».

2. Информационная модель категории «Технические требования» При описании подкатегории CALS-проекта «основные параметры и характеристики» необходимо учитывать, что выбор показателей качества продукта обоснован анализом информации о показателях одноименного продукта из научно-технической литературы, изучением вопроса об областях его применения, анализом результатов научно-исследовательских работ по технологии его получения. При этом изучается и анализируется информация о показателях качества продукции по каталогам зарубежных фирм, стандартам, а также информация об экономически обоснованных технических требованиях заказчика [11]. Правильно выбранные показатели качества, включаемые в технические условия, являются гарантией выпуска промышленностью высококачественных реактивов и особо чистых веществ. На базе многолетних исследований аналитических подразделений ОАО «Экос-1» и Научного центра «Малотоннажная химия» нами проведена разработка CALS-системы по

аналитическим методам и приборам [12], в которой определяются по сходным методикам массовая доля основного вещества и три основные группы микропримесей: катионы металлов (масс-спектрометрия с индуктивно связанной плазмой), анионы (ионная хроматография), микрочастицы (лазерная дифракция). В разработанном на основе этих работ CALS-проекте технических условий на органические растворители особой чистоты используются 5 групп показателей качества: основное вещество, катионы металлов, анионы, взвешенные частицы и дополнительные показатели (содержание воды, нелетучий остаток и некоторые другие показатели, определяемые для небольшого числа растворителей). Каждому показателю качества соответствует соответствующая категория CALS-проекта (рис. 2). Рис. 2 – CALS-проект технических условий по категории «Технические требования» – «Основные параметры и характеристики» (а – таблица требований на примере 2-хлорэтанола ос.ч 9-5) При создании подсистемы технических требований по подкатегории «основные параметры и характеристики» мы учитываем, что допустимое содержание примесей в веществах особой чистоты может изменяться в широких пределах. Это зависит от области применения вещества, от сложности технологии его получения и трудоемкости анализа [3]. Особо чистые органические растворители со строго выдержанным количественным и качественным составом примесей наиболее широко применяются в наиболее перспективных отраслях промышленности. Допустимый уровень концентрации лимитируемых примесей во многих веществах особой чистоты оценивается в настоящее время величиной 10^{-6} – 10^{-8} %. Практически химически чистым считают вещество наивысшей возможной степени очистки на данном уровне развития науки и техники. При этом для некоторых органических растворителей необходимо учитывать наличие взвешенных частиц, так как даже разбавленный раствор взвешенных частиц с линейными размерами меньше 1 мкм может внести заметный вклад в суммарную концентрацию примесей или привести к дефектам структуры обрабатываемых поверхностей, в связи с чем в данного рода веществах должно лимитироваться содержание взвешенных частиц. Всем пяти показателям качества (категория № 1) соответствуют свои специфические методы контроля. Они рассматриваются в 5-й категории CALS-проекта технических условий – «Методы контроля». 3. Информационная модель категории «Методы контроля» В категории «Методы контроля» (рис. 3) устанавливают приемы, способы, режимы контроля показателей качества продукции на соответствие установленным нормам, требованиям и характеристикам продукции, необходимость контроля которых предусмотрена в 4-й информационной категории «Правила приемки». Для каждого метода контроля (испытаний, измерений, анализа), в зависимости от специфики проведения, вводится в систему следующая информация: методы отбора проб (образцов); оборудование, материалы и реактивы и др.; подготовка к контролю; проведение контроля; обработка результатов [8]. Рис. 3 – CALS-

проект технических условий по категории «Методы контроля» (а – протокол испытаний) Основными методами определения первой группы показателей качества – содержания основного вещества в органических растворителях являются: газовая хроматография, хромато-масс-спектрометрия, высокоэффективная жидкостная хроматография [11]. Для анализа основного вещества в органических растворителях нами используется метод газовой хроматографии. Значительный эффект для данного анализа может быть достигнут наложением результатов при использовании возможности регистрации примесей на различных детекторах. На детекторе – катарометре (детекторе по теплопроводности) определяется примесь воды (подтверждается титрованием по методу К.Фишера). На пламенно-ионизационном детекторе (ПИД) – массовая доля основного вещества и близких по природе примесей. На детекторе с электронным захватом (ЭЗД) – определения галогенорганических примесей (органический хлор). На пламенно-фотометрическом детекторе (ПФД) – определения примесей содержащих в молекуле фосфор и серу. Фотоионизационный детектор (ФИД) – подтверждает результаты анализа на ПИД и позволяет дополнительно выделить примеси ароматических соединений. Для управления большими объемами информации по аналитическому оборудованию, применяемому при определении содержания основного вещества и других показателей качества, нами на основании концепции CALS была разработана база данных аналитических приборов [12]. Для каждого из указанных методов определения основного вещества в базу занесены соответствующие приборы, сгруппированные по странам-производителям и фирмам-разработчикам (рис. 4). По рассмотренному нами подуровню газовой хроматографии для определения основного вещества в базу занесены 15 приборов 10 фирм-разработчиков. Все приборы в базе данных газовых хроматографов разбиты по подкатегориям «Страна производитель/Фирма». Из всей совокупности разработчиков только 3 производителя предлагают серии приборов: Япония (Shimadzu) – GC2010, GC2014; Россия (Цвет) – Цвет-800, «ЦВЕТАНАЛИТИК»; Россия (Кристалл) – Кристалл-2000, Кристалл-2000М, Кристалл 5000. Все остальные производители выпускают единичные марки газовых хроматографов: Корея, Асме-6100; США, Agilent 6850; США, Clarus 500; США, PerkinElmer AutoSystem XL; Россия, ГАЛС-311; Россия, Яуза-200; Россия, ЛГХ-3000. По каждому из рассматриваемых узлов в базу данных могут быть занесены дополнительные информационные подкатегории. Например, для важнейшего узла: «Детектор», – в газовой хроматографии занесены 5 основных типов детекторов (ПФД, ФИД и др.). Нами широко используется хромато-масс-спектрометрический метод (рис. 4), применяемый при анализе органических веществ и определении следовых количеств веществ в объеме жидкости. Метод основан на комбинации двух самостоятельных методов – хроматографии и масс-спектрометрии. С помощью первого осуществляют разделение смеси на

компоненты, с помощью второго – идентификацию и определение строения вещества, количественный анализ. Рис. 4 – База данных аналитических приборов. Категории – основное вещество – хромато-масс-спектрометрия (а – масс-спектр n-нонана) Все приборы в базе данных хромато-масс-спектрометров для определения основного вещества, также разбиты по подкатегориям и в базу занесены 10 приборов 7 фирм-разработчиков. Из всей совокупности разработчиков только 2 производителя предлагают серии приборов: Япония (Shimadzu) – QP2010S, GCMS-QP2010; Россия (Кристалл) – Хроматэк-Кристалл 5000» с масс-спектрометрическим детектором (МСД) DSQII, Хроматэк-Кристалл MC. Все остальные 5 из рассматриваемых основных приборов производятся в США различными фирмами: Thermo Scientific «DFS», TSQ QUANTUM XLS™, ITQ™, ISQ™, FINNIGAN FOCUS DSQ. На примере российской фирмы-разработчика «Кристалл» показано, что в базе рассматриваются 2 хромато-масс-спектрометра и представлена типовая выходная документация, а именно масс-спектр n-нонана (рис. 4а). При кажущемся разнообразии требований к реактивам по перечню анализируемых примесей и их точности (от качественных испытаний до определения точности содержания с жесткими требованиями к статистической обработке результатов) вполне возможно не только выделение основных групп методов аналитического контроля (катионы металлов методом ISP-МС, газожидкостной хроматографии, жидкостной хроматографии, ионная хроматография, лазерной дифракции), но и их сочетание. Это позволяет судить о формах состояния примесей, что имеет большое значение для разработки технологии глубокой очистки. Примером может служить сочетание методов газожидкостной хроматографии с использованием различных неподвижных жидких фаз и способов детектирования (определение воды, органических примесей, хлорорганических примесей, хлор, фосфор и серу содержащих примесей) с методами элементного анализа и определение микропримесей элементов с ISP-МС. Сочетание методов ионной и жидкостной хроматографии, газожидкостной хроматографии с химическими методами определения примесей соединений и элементов (фенола, фурфурола, альдегидов и др.). В результате, возможно, что при всем разнообразии требований и методов, создать единый системный подход к анализу любого химического реактива и особо чистого вещества, создав набор стандартизованных аналитических методик. Кроме того надо учитывать, что анализируемые вещества часто являются примесями в других продуктах и наложение методов их анализа может дать важные результаты: возможность оптимизировать приборное время, облегчить интерпретацию результатов анализа и др. В современной наукоемкой промышленности требуются особо чистые органические растворители с содержанием катионов металлов и анионов на уровне 10^{-6} - 10^{-8} % масс. Присутствие примесей выше этого уровня приводит к снижению качества изделий для микроэлектроники, волоконной оптики и др. В подкатегориях CALS-

проекта «Катионы металлов» и «Анионы» разделяется определение примесей по методам их анализа [13]. Основными методами анализа микропримесей являются: атомно-абсорбционная спектрометрия (ААС), атомно-эмиссионная спектрометрия с индуктивно-связанной плазмой (АЭС-ИСП) и масс-спектрометрия с индуктивно-связанной плазмой (МС-ИСП). Все эти методы относятся к разновидности масс-спектрометрии, отличающейся высокой чувствительностью и способностью определять примеси металлов (и некоторых неметаллов) в концентрациях до 10–10 % масс. Кроме того в CALS-проект занесены подкатегории «Взвешенные частицы» и «Дополнительные показатели», характеризующие наличие примесей в органических растворителях без разделения их на катионы и анионы. Взвешенные частицы определяют методом лазерной дифракции, а дополнительные показатели – различными физико-химическими методами [13]. Применение концепции CALS при аналитическом мониторинге позволяет существенно сократить время аналитических исследований и повысить качество (достоверность) проводимых работ. С помощью выбранной информационной технологии создается эффективная система контроля качества продукции, соответствующая международным стандартам.