

© ШЕЛОМЕНЦЕВ И.Г., 2026



Шеломенцев И.Г.

Многомерная идентификация и анализ наночастиц в составе полидисперсных аэрозолей воздуха рабочей зоны на основе сканирующей электронной микроскопии в сочетании с энергодисперсионной рентгеновской спектроскопией

ФБУН «Екатеринбургский медицинский научный центр профилактики и охраны здоровья рабочих промышленных предприятий» Федеральной службы по надзору в сфере защиты прав потребителей и благополучия человека, Екатеринбург, 620014, Россия

РЕЗЮМЕ

Введение. Исследование посвящено проблеме воздействия непреднамеренно образующихся наночастиц на здоровье работников металлургической отрасли. С учётом высокой токсичности и уникальной проникающей способности нанообъектов критически важны такие задачи, как их достоверная селекция, идентификация в составе фоновых полидисперсных аэрозолей. В работе обоснован интегративный подход, сочетающий сканирующую электронную микроскопию и энергодисперсионную рентгеновскую спектроскопию. Такая комбинация позволяет точно идентифицировать морфологию и элементный состав индивидуальных частиц. Разработанный комплексный подход имеет определяющее значение для оценки профессиональных рисков и создания эффективных систем профилактики на производстве.

Материалы и методы. Исследование аэрозолей производства черного свинца проводили с использованием мембранных нейлонных фильтров (поры 0,2 мкм). Морфологию и элементный состав частиц изучали методом сканирующей электронной микроскопии на микроскопе сверхвысокого разрешения Hitachi SU8220, оснащённом ЭДРС-детектором Ultim Extreme.

Результаты. Изучение производства черного свинца выявило высокую концентрацию аэрозолей (0,01–25 мкм) с преобладанием наночастиц, образующихся преимущественно при розливе расплавов. Счётная концентрация наночастиц достигала 100,08 млрд/м³, хотя их массовая доля была невелика (до 47,47 мкг/м³). В составе наночастиц идентифицированы 22 элемента, основные из которых Pb, Na, Zn, As, Sn, S. Установлено, что большинство наночастиц были многокомпонентными (чаще всего 3–5 элементов, реже до 8), а аэрозоль сохранялся в воздухе длительное время, распространяясь по всему цеху, несмотря на местную вентиляцию.

Ограничения исследования. Исследование аэрозоля воздуха рабочей зоны выполнено локально в области проведения основных работ при плавке черного свинца.

Заключение. Применение комплекса методов электронной микроскопии в сочетании с рентгенофлуоресцентным анализом позволило провести детальную идентификацию наноразмерных компонентов в составе сложных полидисперсных аэрозолей. Благодаря высокому пространственному разрешению и возможности элементного микроанализа эти методы обеспечили получение достоверных сведений о морфологии и дисперсности частиц и, что очень важно, их уникальном многокомпонентном составе. Это позволило установить закономерности формирования многокомпонентных частиц и определить их распределение по фазам технологического процесса.

Ключевые слова: производство черного свинца; полидисперсный аэрозоль; аэрозоль сложного состава; наночастицы; электронная микроскопия; методика идентификации наночастиц; элементный состав наночастиц

Соблюдение этических стандартов. Исследование не требует представления заключения комитета по биомедицинской этике или иных документов.

Для цитирования: Шеломенцев И.Г. Многомерная идентификация и анализ наночастиц в составе полидисперсных аэрозолей воздуха рабочей зоны на основе сканирующей электронной микроскопии в сочетании с энергодисперсионной рентгеновской спектроскопией. *Гигиена и санитария*. 2026; 105(4): 378–386. <https://doi.org/10.47470/0016-9900-2026-105-4-378-386> <https://elibrary.ru/prglzy>

Для корреспонденции: Шеломенцев Иван Глебович, e-mail: shelomencev@ymrc.ru

Вклад автора: Шеломенцев И.Г. — концепция, дизайн исследования, сбор данных, анализ и интерпретация результатов, литературный обзор и подготовка рукописи, утверждение окончательного варианта статьи, ответственность за целостность всех её частей.

Благодарность. Автор выражает благодарность сотрудникам отдела медицины труда ФБУН ЕМНЦ ПОЗРПП Роспотребнадзора в лице канд. мед. наук Федорук А.А. и Мартина С.В. за содействие в организации выезда на предприятие для сбора проб аэрозоля воздуха рабочей зоны, а также мл. науч. сотр. отд. молекулярной биологии и электронной микроскопии ФБУН ЕМНЦ ПОЗРПП Роспотребнадзора Гомзиковой Е.А. за помощь в проведении исследования.

Конфликт интересов. Автор декларирует отсутствие явных и потенциальных конфликтов интересов в связи с публикацией данной статьи.

Финансирование. Исследование не имело спонсорской поддержки.

Поступила: 02.03.2026 / Поступила после доработки: 07.04.2026 / Принята к печати: 15.04.2026 / Опубликовано: 18.05.2026

Ivan G. Shelomentsev

Multi-dimensional identification and analysis of nanoparticles in polydisperse aerosols in the workplace air by scanning electron microscopy with energy dispersive X-ray spectroscopy

Yekaterinburg Medical Research Center for Prophylaxis and Health Protection in Industrial Workers, Yekaterinburg, 620014, Russian Federation

ABSTRACT

Introduction. This study examines the impact of unintentionally generated nanoparticles on workers' health in the metallurgical industry. Given the high toxicity and unique penetrating abilities of nano-sized objects, their reliable identification within background polydisperse aerosols is critical. The study substantiates an integrated approach based on scanning electron microscopy and energy-dispersive X-ray spectroscopy. Their combination enables the precise identification of the morphology and elemental composition of individual particles. The described approach is of crucial importance for assessing occupational risks and creating effective prevention systems at work.

Materials and Methods. Aerosols from crude lead production were sampled using nylon membrane filters with a 0.2 μm pore size. The morphology and elemental composition of the particles were established by scanning electron microscopy using a Hitachi SU8220 ultra-high-resolution microscope equipped with an Ultim Extreme EDXS detector.

Results. Measurements revealed high concentrations of aerosols (0.01–25 μm) dominated by nanoparticles generated by melt casting. The nanoparticle count reached 100.08 billion/ m^3 , although their mass fraction was low (up to 47.47 $\mu\text{g}/\text{m}^3$). Twenty-two chemical elements were identified in the composition of nanoparticles, the main ones being Pb, Na, Zn, As, Sn, and S. Most nanoparticles were multicomponent, usually consisting of three to five and up to eight elements; the aerosol was found to persist in the workplace air for a long time and spread throughout the workshop despite local exhaust ventilation.

Limitations. The study of workplace air aerosols was conducted locally in the area of core crude copper smelting operations.

Conclusions. Electron microscopy combined with X-ray fluorescence enabled detailed identification of nanoscale components within complex polydisperse aerosols. Owing to their high spatial resolution and opportunities of elemental microanalysis, these techniques helped to obtain reliable information on not only the morphology and dispersion of particles but also on their unique multicomponent composition, which allowed establishing patterns in the formation of multicomponent particles and determining their distribution by technological process phases.

Keywords: crude lead production; polydisperse aerosol; complex aerosol; nanoparticles; electron microscopy; nanoparticle identification technique; elemental composition of nanoparticles

Compliance with ethical standards. This study does not require the submission of a biomedical ethics committee opinion or other documents.

For citation: Shelomentsev I.G. Multi-dimensional identification and analysis of nanoparticles in polydisperse aerosols in the workplace air by scanning electron microscopy with energy dispersive X-ray spectroscopy. *Gigiena i Sanitariya / Hygiene and Sanitation, Russian Journal*. 2026; 105(4): 378–386. <https://doi.org/10.47470/0016-9900-2026-105-4-378-386> <https://elibrary.ru/prglzy> (In Russ.)

For correspondence: Ivan G. Shelomentsev, e-mail: shelomencev@ymrc.ru

Contribution: Shelomentsev I.G. — study conception and design, data collection, analysis and interpretation of results, literature review, draft manuscript preparation. The author is responsible for the integrity of all parts of the manuscript and approval of the manuscript final version.

Acknowledgements. The author would like to express his gratitude to Anna A. Fedoruk and Sergey V. Martin from the Department of Occupational Medicine, Yekaterinburg Medical Research Center for Prophylaxis and Health Protection in Industrial Workers, for their support in workplace air sampling and Ekaterina A. Gomzikova, Junior Researcher of the Department of Molecular Biology and Electron Microscopy, Yekaterinburg Medical Research Center for Prophylaxis and Health Protection in Industrial Workers, for assistance in conducting the study.

Conflict of interest. The authors declare no conflict of interest.

Funding. The study had no sponsorship.

Received: March 2, 2026 / Revised: April 7, 2026 / Accepted: April 15, 2026 / Published: May 18, 2026

Введение

В современной гигиене и медицине труда проблема воздействия наночастиц (НЧ, < 100 нм) на рабочих металлургических и металлообрабатывающих производств приобретает особую актуальность. Технологические процессы, характеризующиеся высокими температурами и значительным энергопотреблением (плавка, сварка, резка, электроэрозия), сопровождаются побочной генерацией НЧ в значительных объёмах. Согласно результатам мониторинга воздушной среды, концентрация ультрадисперсных аэрозолей на производстве может достигать пиковых значений 7,8 млн единиц в см^3 [1–11]. Экспериментальные и эпидемиологические данные указывают на то, что ингаляционное воздействие НЧ провоцирует развитие системных патологий: респираторных, кардиологических, иммунных, неврологических [1, 12–19].

Несмотря на доказанные риски, специфичные именно для НЧ, действующие нормативы в основном опираются на массовые показатели общего аэрозоля, что ведёт к недооценке реальной угрозы, связанной с нанодисперсией. Данный нормативный и методологический пробел выступает ключевым барьером в обеспечении безопасности работников металлургических предприятий, где регулярно образуются сложные смеси металлических и металлоксидных НЧ [2, 6, 20, 21]. Поэтому разработка надёжной методологии для идентификации и количественного определения НЧ в воздухе рабочей зоны является приоритетной задачей. Сканирующая электронная микроскопия (СЭМ) в сочетании с энергодисперсионной рентгеновской спектроскопией (ЭДРС) позволяет проводить анализ отдельных наноразмерных частиц аэрозоля, в том числе определять многоэлементный состав проб [22–26]. Разработка комплексного подхода идентификации нанодисперсии аэрозоля на основе этих методов имеет определяющее значение для оценки рисков и создания эффективных профилактических мер на предприятиях.

Цель работы — идентификация наночастиц в составе полидисперсных аэрозолей сложного состава воздуха рабочей зоны производства черноволосин из вторичного сырья с применением методов электронной микроскопии и рентгенофлуоресцентного анализа.

Материалы и методы

Описание производства. Исследование проводилось на предприятии по производству черноволосин из вторичного сырья (аккумуляторный лом и отходы медеплавильного производства). На участке размещены две короткобаранные печи, оборудованные системами аспирации. Загрузка печи готовыми шихтовыми материалами осуществлялась с использованием загрузочной машины. Плавка представляла собой восстановительный процесс, протекающий при температуре плюс 1100–1200 °С, черноволосин и шлакоштейновый продукт (ШП) периодически разливались в изложницы и транспортировались далее по технологической цепочке. Схема участка и точки отбора проб представлены на рис. 1.

Анализ плотности частиц. Образцы осевшей пыли (смёты) были отобраны по периметру площадки вблизи точки отбора у печи 1 с горизонтальных поверхностей без нависающих на них элементов. Сбор проводили при помощи кисти с натуральной щетиной в полипропиленовые zip-пакеты. Всего было отобрано 10 образцов пыли. Перед анализом смёты просеивали через сито с ячейкой 100 мкм и высушивали в сушильном шкафу. Определение плотности частиц осевшей пыли проводили пикнометрическим методом с нейтральной жидкостью согласно ГОСТ 5180–2015*. Следует отметить, что данный стандарт разработан для грунтов, однако в рамках настоящего исследования он был использован для получения оценочных значений плотности осевшей пыли как доступного интегрального показателя. В качестве нейтральной жидкости использовали силиконовое масло ПМС-0,65 (ООО «СиликонСнаб», Россия).

Анализ аэрозоля. Для исследования аэрозоля методом сканирующей электронной микроскопии использовали дисковые мембранные NY фильтры диаметром 47 мм и номинальным размером пор 0,2 мкм фирмы Sartorius (Sartorius AG, Германия), которые ранее были оценены по способности улавливать нанодисперсию аэрозоля [27]. В качестве фильтродержателя применяли аллонж собственной раз-

* ГОСТ 5180–2015 Грунты. Методы лабораторного определения физических характеристик. М.: Стандартинформ; 2016.

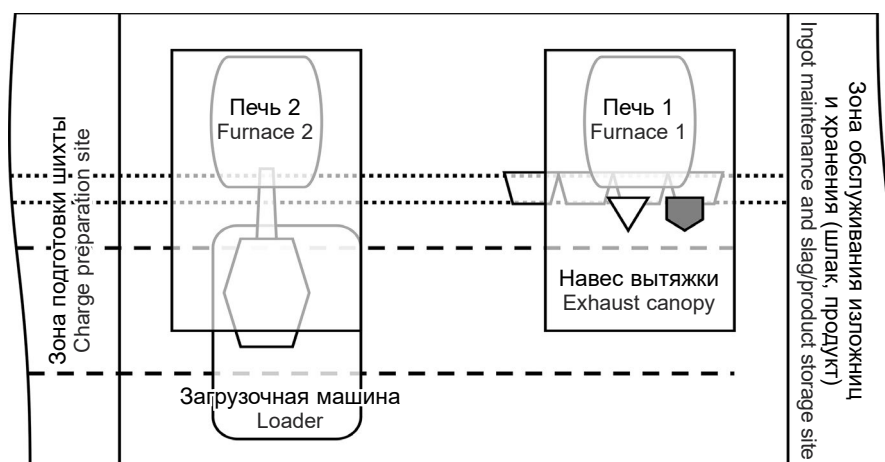


Рис. 1. Схема участка короткобарабанных печей: треугольник – рабочее место плавильщика (в момент выпуска шлака и продукта); трапеция – изложницы; пятиугольник – точка пробоотбора аэрозоля.

Fig. 1. Schematic diagram of a short-drum furnace section: triangle – smelter's workplace (at the moment of slag and product tapping); trapezoid – molds; pentagon – aerosol sampling point.

Таблица 1 / Table 1

Этапы плавки чернового свинца с обозначением отобранных проб аэрозоля и описанием работ, проходящих в это время в цехе
Stages of crude lead smelting with the designation of the collected aerosol samples and description of concomitant processes in the workshop

Этап Stage	Обозначение пробы Sample designation	Временные промежутки, мин Time intervals, min	Комментарии и описание работ, проходящих параллельно Comments and description of concomitant processes
Загрузка печи Furnace loading (FL)	ЗП FL	0–15	Загрузка началась через 15 мин после завершения слива предыдущей партии Loading started 15 minutes after the previous batch was poured out
Плавка Melting (M)	П-1 M-1	15–45	—
	П-2 M-2	45–75	—
	М-3 P-3	75–105	—
	ДЗП AFL	105–120	—
Дозагрузка печи Additional furnace loading (AFL)			
Плавка Melting	П-4 M-4	120–180	Разделка лётки и ВШП на печи 2. Кантовка изложниц в зоне обслуживания Cutting the taphole and pouring of slag, matte, and middlings from furnace No. 2. Turning molds in the service area
	П-5 M-5	180–210	ВШП и ВС на печи 2. Транспортировка заполненных изложниц от печи 2 в зону обслуживания и хранения через печь 1 Pouring of slag, matte, and middlings (PSMM) and pouring of molten lead (PML) from furnace No. 2. Transportation of filled molds from furnace No. 2 to the service and storage area through furnace No. 1
	П-6 M-6	210–240	Частичный излив расплава на печи 1. Загрузка печи 2 Partial pouring of melt from furnace No. 1. Loading of furnace No. 2
	П-7 M-7	240–270	Частичный излив расплава на печи 1 Partial pouring of melt from furnace No. 1
	П-8 M-8	270–300	Частичный излив расплава на печи 1. Дозагрузка печи 2 Partial pouring of melt from furnace No. 1. Loading of furnace No. 2
	П-9 M-9	300–330	Разделка лётки. Кантовка изложниц в зоне обслуживания. Извлечение остывшего ШП из изложниц Taphole cutting. Ingot mold tilting in the service area. Removing cooled slag, matte, and middlings from the molds
	ВШП-1 PSMM-1	330–340	—
	ВШП-2 PSMM-2	340–350	—
	ВШП-3 PSMM-3	351–360	—
Выпуск шлакоштейнового промпродукта Pouring of slag, matte, and middlings (PSMM) from the furnace	ВС-1 PML-1	360–370	—
	ВС-2 PML-2	370–380	Загрузка началась через 15 мин после завершения слива предыдущей партии Loading started 15 minutes after the previous batch was poured out
	За весь период For the entire period	Сред. Mean	0–380

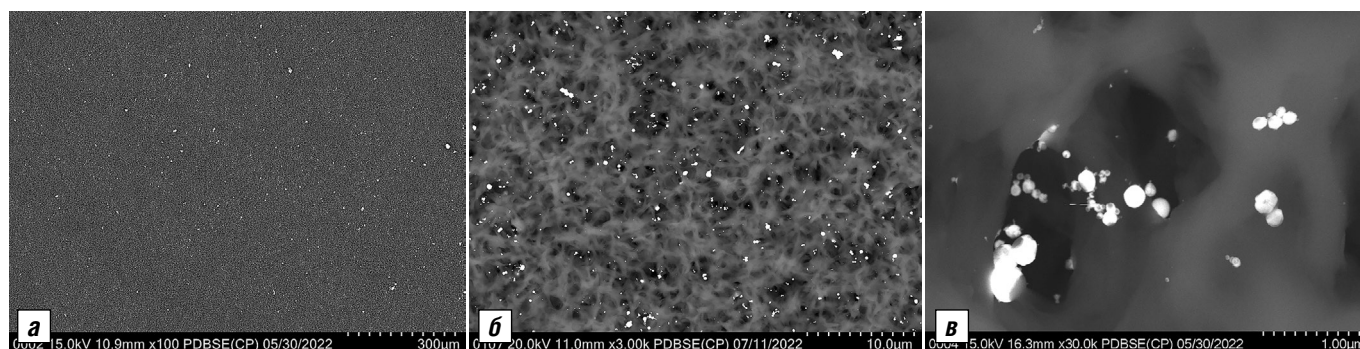


Рис. 2. Электронные микрофотографии частиц аэрозоля на поверхности фильтра при увеличении: а – $\times 100$; б – $\times 3000$; в – $\times 30\,000$.

Fig. 2. Electron micrographs of collected aerosol particles at а – $\times 100$; б – $\times 3,000$; and в – $\times 30,000$ magnification.

работки с конусом (всасывающее отверстие $1,5\text{ см}^3$) [28]. Для отбора проб использовали персональный аспиратор AirChek TOUCH Pump (SKC inc., США). За период плавки свинецсодержащего вторсырья было отобрано 16 проб аэрозоля, время отбора – от 10 до 60 мин в зависимости от этапа технологического процесса при объёмной скорости потока воздуха $1,5\text{ л/мин}$ (табл. 1).

Для анализа фильтры приклеивали на столики с помощью токопроводящего углеродного скотча. Поверхность фильтров очищали в системе озоновой очистки ZONE II (Hitachi, Япония). Затем на образцы наносили токопроводящий слой углерода толщиной 10 нм с помощью вакуумной системы напыления Leica ACE600 (Leica, Австрия). Визуализацию поверхности фильтров проводили при помощи сканирующего электронного микроскопа сверхвысокого разрешения Hitachi REGULUS SU8220 с пятисекционным детектором обратно отражённых электронов (Hitachi, Япония). Поверхность фильтров просматривалась при увеличениях $\times 600$, $\times 1500$, $\times 6000$ и $\times 50\,000$. Число полей зрения составляло от 40 до 150 в зависимости от загрузки фильтра частицами. Нижний порог количества проанализированных частиц составлял 1000 при каждом увеличении.

Идентификацию элементного состава НЧ проводили с использованием ЭДПС детектора Ultim® Extreme Windowless 100 мм^2 при ускоряющем напряжении 20 кВ . Перед анализом каждого образца выполняли оптимизацию детектора с использованием стандартного образца кобальта для рентгенофлуоресцентного анализа. Анализировали как одиночные НЧ, так и скопления до нескольких десятков наночастиц при условии отсутствия более крупных частиц в поле зрения. Количество полученных спектров для одного образца – не менее 100.

Обработка данных. Анализ электронных микрофотографий проводился с использованием открытого программного обеспечения ImageJ и включал автоматический поиск объектов, измерение их площади проекции (A), минимального диаметра площади проекции частицы (d_m) и коэффициента соотношения сторон AR. Для каждой частицы рассчитывали эквивалентный проецируемый диаметр (d_p) и объём частицы (V).

Диаметр d_p представляет собой диаметр круга, имеющего ту же площадь, что и частица пыли, проецируемая на двумерном изображении, и рассчитывается по формуле (1):

$$d_p = \sqrt{(4 \cdot A) / \pi}. \quad (1)$$

Объём частиц определяли по формуле (2), следуя подходу J.R. Anderson и соавт. [29], согласно которому высота частицы равна наименьшему размеру частицы (минимальный диаметр площади проекции частицы):

$$V = (\pi \cdot A \cdot d_m) / (6 \cdot \sqrt{AR}). \quad (2)$$

Для вычисления счётных концентраций производили подсчёт частиц, входящих в диапазон, а для объёмных кон-

центраций определяли сумму объёмов этих частиц. Результаты измерений, полученных при разных увеличениях, объединяли путём пропорционального пересчёта от крупных частиц к малым.

При расчёте массовых концентраций НЧ, их элементного состава и идентификации уникальных соединений НЧ (УС НЧ), образуемых при производстве черного свинца в КБП, были приняты следующие допущения:

- 1) плотность частиц образующегося аэрозоля однородна вне зависимости от размера и состава этих частиц;
- 2) доли неидентифицированных элементов в составе НЧ, в том числе H, C, O и N, незначительна относительно идентифицированных;
- 3) элементный состав всех НЧ в одной области анализа однороден;
- 4) вклад НЧ менее 20 нм в объёмную и, следовательно, массовую концентрацию частиц незначителен.

Таким образом, суммарная массовая концентрация НЧ ($C_{m\text{ нч}}$, мкг/м^3) рассчитывалась по формуле (3):

$$C_{m\text{ нч}} = C_{v\text{ нч}} \cdot \rho, \quad (3)$$

где $C_{v\text{ нч}}$ – суммарная объёмная концентрация НЧ, $\text{мм}^3/\text{м}^3$; ρ – плотность частиц, г/см^3 .

Массовая концентрация идентифицированных химических элементов ($X_{m\text{ нч}}$, мкг/м^3) рассчитывалась по формуле (4):

$$\bar{X}_{m\text{ нч}} = (x_i \cdot C_{m\text{ нч}}) / 100\%, \quad (4)$$

где x – среднее относительное весовое содержание элемента в образце, %; x_i – относительное весовое содержание элемента в i -м спектре, %.

Результаты

Электронно-микроскопические методы позволили установить, что образцы взвешенных частиц, полученные на рабочем месте плавильщика производства по переработке свинецсодержащего вторсырья, характеризовались неоднородностью размеров: диаметр частиц варьировался в широком диапазоне $0,01\text{--}25\text{ мкм}$. Частицы образовались в результате процесса конденсации и поэтому имели преимущественно правильную шарообразную или кубическую форму (рис. 2).

Кроме того, была обнаружена неоднородность морфологии частиц аэрозоля (рис. 3).

Исследование общего дисперсного состава аэрозолей показало, что общие счётные концентрации частиц аэрозоля колебались в диапазоне $0,13\text{--}138,58\text{ млрд/м}^3$ в зависимости от этапа плавки черного свинца (табл. 2).

Для расчёта массовых концентраций НЧ была определена средняя плотность частиц аэрозоля путём оценки плотностей частиц смётов. По результатам исследования средняя плотность частиц смётов в области печей составила $4,76 \pm 0,61\text{ г/см}^3$ (среднее $\pm$ стандартное отклонение) с диапазоном

значений min/max — 3,84/6,05 г/см³. При интерпретации результатов учитывали, что осевшая пыль может отличаться по морфологии, степени агломерации и фазовому составу от аэрозольных частиц, находящихся во взвешенном состоянии в воздухе рабочей зоны. В связи с этим полученные значения плотности рассматривались как приближённые и использовались для ориентировочной оценки массовых концентраций частиц.

Анализ дисперсного состава аэрозолей показал преобладание счётных концентраций НЧ. При этом доля НЧ от объёмной концентрации в пике не превышала 2,1% (см. рис. 3). Концентрации НЧ варьировались в диапазонах 0,06–100,08 млрд/м³ в счётных, 0,006–9,958 млн мкм³/м³ в объёмных и 0,03–47,47 мкг/м³ в массовых концентрациях.

При исследовании элементного состава НЧ анализировали как отдельные частицы, так и их скопления (рис. 4).

По результатам элементного анализа в составе НЧ идентифицированы 22 элемента таблицы Менделеева (табл. 3).

Элементный анализ наноаэрозоля, полученного при плавке чернового свинца, показал существенную неоднородность и вариабельность элементного состава НЧ в зависимости от этапа плавки и проводимых одновременно операций (см. табл. 1). Наиболее распространёнными элементами в составе НЧ были Pb, Na, Zn, As, Sn и S. Частота их встречаемости изменялась в зависимости от этапа плавки, однако они были обнаружены в составе НЧ всех проанализированных образцов. Кроме того, 90–100% НЧ содержали в своём составе Pb, в то время как встречаемость остальных приоритетных элементов значительно варьировалась (от 7–34 до 49–100%).

С учётом результатов первичного анализа элементного состава НЧ и неоднородности морфологии частиц аэрозоля было принято решение провести идентификацию УС НЧ (см. рис. 3). Идентификацию УС НЧ выполняли на основании данных, полученных на этапе идентификации элементного состава методом ЭДРС. Для каждого образца аэрозоля

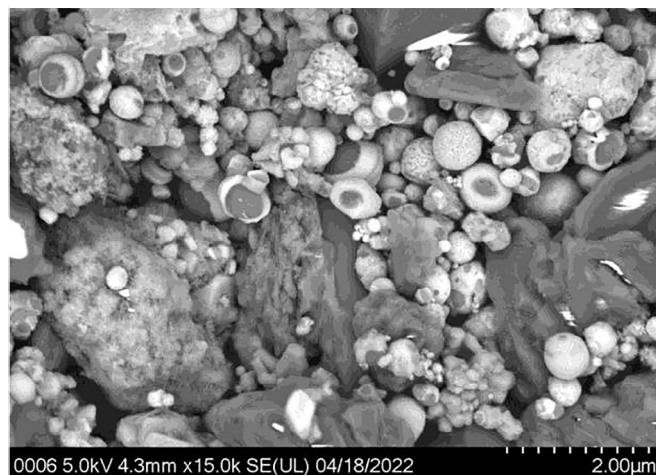


Рис. 3. Электронная микрофотография частиц аэрозоля, образующихся при плавке чернового свинца (чем светлее объект, тем больше атомная масса химических элементов, из которых он состоит).

Fig. 3. Electron micrographs of aerosol particles generated during crude lead smelting (the lighter the object, the greater the atomic mass of the chemical elements of which it is composed).

определяли перечень УС НЧ. Далее производился подсчёт количества НЧ, относящихся к тому идентифицированному УС НЧ. Счётная концентрация УС НЧ ($C_{п\text{ нч}}$, ед./м³) определялась по формуле (5):

$$C_{п\text{ нч}} = C_{п\text{ нч}} \cdot (n_{п\text{ нч}} / n_{пч}), \quad (5)$$

где $C_{п\text{ нч}}$ — суммарная счётная концентрация НЧ, ед./м³; $n_{п\text{ нч}}$ — количество идентифицированных УС НЧ в образце; $n_{пч}$ — общее количество идентифицированных НЧ в образце.

Таблица 2 / Table 2

Счётные, объёмные и массовые концентрации НЧ и общего аэрозоля на разных этапах плавки чернового свинца

Count, volume, and mass concentrations of nanoparticles (NPs) and total aerosol at different stages of crude lead smelting

Этап плавки Smelting stage	Счётная концентрация частиц, млрд/м ³ Particle count concentration, b/m ³		Объёмная концентрация частиц, млн мкм ³ /м ³ Volume concentration, μm ³ /m ³		Массовая концентрация частиц, мкг/м ³ Mass concentration, μg/m ³	
	НЧ NP	Общая Total	НЧ NP	Общая Total	НЧ NP	Общая Total
ЗП / FL	27.30	37.12	2.987	146.8	14.24	700
П-1 / M-1	1.78	2.50	0.200	124.5	0.96	593
П-2 / M-2	0.13	0.21	0.013	157.7	0.06	752
П-3 / M-3	0.08	0.13	0.008	123.2	0.04	587
ДЗП / AFL	0.06	0.14	0.006	501.7	0.03	2392
П-4 / M-4	15.09	19.92	1.437	186.6	6.85	890
П-5 / M-5	57.11	87.58	4.797	839.1	22.87	4000
П-6 / M-6	16.22	21.44	1.490	199.5	7.11	951
П-7 / M-7	1.50	2.01	0.132	113.2	0.63	540
П-8 / M-8	0.67	0.94	0.059	65.0	0.28	310
П-9 / M-9	0.31	0.62	0.034	995.3	0.16	4745
ВШП-1 / PSMM-1	1.60	3.09	0.186	1542.8	0.89	7355
ВШП-2 / PSMM-2	5.73	11.14	0.798	689.1	3.80	3285
ВШП-3 / PSMM-3	12.65	18.87	1.619	472.4	7.72	2252
ВС-1 / PML-1	39.03	58.70	3.898	432.2	18.58	2060
ВС-2 / PML-2	100.08	138.58	9.958	533.9	47.47	2545
ВШП / PSMM	6.7	11.04	0.87	901.5	4.14	4297
ВС / PML	69.6	98.6	6.93	483.0	33.03	2303
Среднее / Mean	13.8	19.8	1.310	358.3	6.24	1708

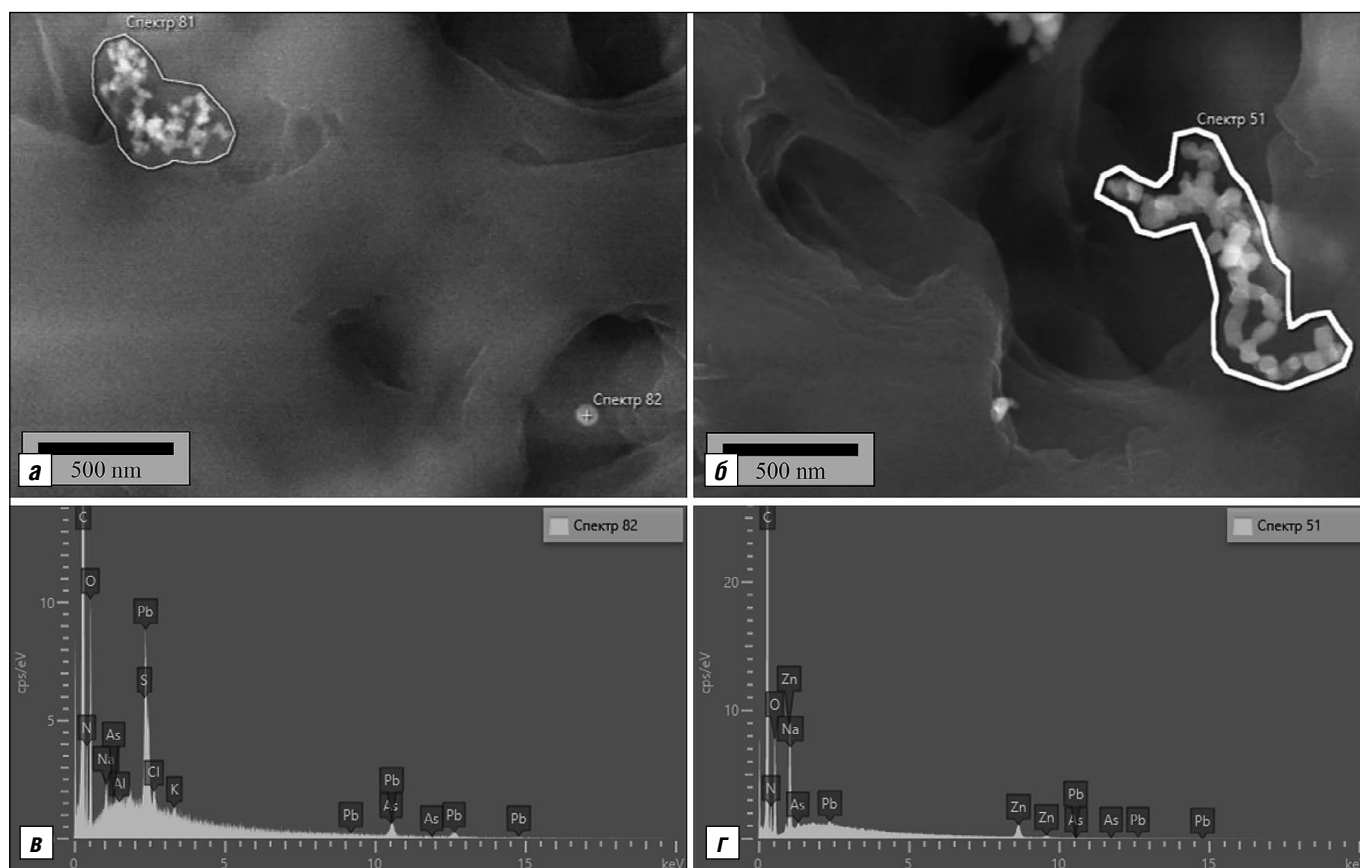


Рис. 4. Электронные микрофотографии НЧ и спектры ЭДРС: *а* и *в* – операция ЗП; *б* и *г* – операция ВС.

Fig. 4. Low frequency electron micrographs and EDX spectra: *a* and *в* – FL operation; *б* and *г* – PML operation.

Таблица 3 / Table 3

Массовые концентрации основных элементов в составе НЧ на различных этапах плавки, мкг/м³

Mass concentrations of the main elements in the composition of NPs at various stages of smelting, $\mu\text{g}/\text{m}^3$

Этап плавки Smelting stage	Pb	Zn	Na	As	Sn	S	Sb	Прочие / Other
ЗП / ZP	11.46	0.450	1.041	0.328	0.084	0.566	—	0.309
П-1 / M-1	0.712	0.034	0.104	0.014	0.027	0.044	0.001	0.019
П-2 / M-2	0.043	0.005	0.007	0.001	0.003	0.002	0.0001	0.001
П-3 / M-3	0.027	0.003	0.005	0.001	0.002	0.001	0.0001	0.0003
ДЗП / AFL	0.017	0.003	0.003	0.001	0.001	0.001	0.0001	0.0002
П-4 / M-4	4.140	0.943	0.880	0.235	0.424	0.165	0.025	0.041
П-5 / M-5	9.399	7.684	4.126	0.106	1.115	0.255	—	0.182
П-6 / M-6	3.499	2.400	0.856	0.158	0.107	0.036	—	0.049
П-7 / M-7	0.288	0.201	0.074	0.028	0.014	0.008	0.0002	0.014
П-8 / M-8	0.158	0.054	0.030	0.022	0.011	0.003	0.0005	0.001
П-9 / M-9	0.065	0.020	0.024	0.033	0.003	0.001	0.011	0.003
ВШП-1 / PSMM-1	0.188	0.227	0.205	0.163	0.049	0.010	0.034	0.013
ВШП-2 / PSMM-2	0.732	1.432	0.686	0.844	0.065	0.031	—	0.012
ВШП-3 / PSMM-3	1.683	3.446	1.287	1.151	0.106	0.030	—	0.014
ВС-1 / PML-1	3.503	9.491	3.310	1.960	0.158	0.044	0.047	0.070
ВС-2 / PML-2	9.632	19.42	7.930	9.351	0.879	0.131	0.129	0.000
ВШП / PSMM	0.867	1.702	0.726	0.720	0.074	0.024	0.011	0.013
ВС / PML	6.567	14.455	5.620	5.656	0.518	0.088	0.088	0.035
Среднее / Mean	2.641	1.883	0.946	0.433	0.205	0.083	0.010	0.043

Примечание. Среднее – средневзвешенная за весь период плавки. Прочие – остальные идентифицированные элементы в составе НЧ (Al, Mo, Cl, Cd, Te, F, Br, Se, K, Fe, Cu, Ca, Si, Ti, P).

Notes: Mean – weighted average for the entire smelting period. Other – Other identified elements in the composition of NPs (Al, Mo, Cl, Cd, Te, F, Br, Se, K, Fe, Cu, Ca, Si, Ti, and P).

Таблица 4 / Table 4

Приоритетные виды УС НЧ (> 1,5% от общего числа НЧ), образующихся при плавке чернового свинца

Priority types of unique nanoparticle combinations (UNPC) (> 1.5% of the total number of NPs) generated in the course of crude lead smelting

Операция Operation	УС НЧ UNPC	Счётная концентрация, млрд/м ³ Particle count, b/m ³	Доля УС НЧ от общего числа НЧ, % UNPC proportion of total NPs, %
За весь период плавки, 380 мин (153 УС НЧ) For the entire smelting period, 380 min (153 UNPC)	Na/Zn/As/Pb	3.41	24.7
	Na/Zn/Pb	2.19	15.9
	Na/Zn/Sn/Pb	0.94	6.8
	Na/S/Zn/Sn/Pb	0.81	5.9
	Na/Zn/As/Sn/Pb	0.75	5.5
	Zn/Pb	0.52	3.8
	Pb	0.43	3.1
	Na/S/Pb	0.43	3.1
	Na/S/Zn/As/Sn/Pb	0.41	2.9
	Na/Pb	0.33	2.4
	Na/S/Zn/As/Pb	0.27	1.9
	Na/Al/S/Zn/Pb	0.20	1.5
Выпуск шлакоштейнового промпродукта, 30 мин (36 УС НЧ) Pouring of slag, matte, and middlings from the furnace, 30 min (36 UNPC)	Na/Zn/As/Pb	4.21	56.9
	Na/Zn/As/Sn/Pb	0.70	9.4
	Na/S/Zn/As/Pb	0.57	7.7
	Na/S/Zn/As/Sn/Pb	0.41	5.6
	Zn/As/Sn/Pb	0.26	3.6
	Na/Cl/Zn/As/Pb	0.15	2.0
Выпуск свинца, 20 мин (20 УС НЧ) Pouring of lead from the furnace, 20 min (20 UNPC)	Zn/As/Pb	0.13	1.7
	Na/Zn/As/Pb	50.51	70.8
	Na/Zn/As/Sn/Pb	8.13	11.4
	Na/S/Zn/As/Sn/Pb	3.60	5.0
	Na/S/Zn/As/Pb	2.64	3.7
	Zn/As/Pb	2.28	3.2
	Na/Zn/As/Sb/Pb	1.37	1.9

Так, было установлено, что в процессе плавки в рабочей зоне образовывалось до 153 УС НЧ (от 8 до 45 видов в зависимости от этапа плавки), имеющих в своём составе от 1 до 8 элементов. Преобладали НЧ, содержащие от 3 до 5 элементов. Приоритетными видами идентифицированных УС НЧ и их концентрации представлены в **табл. 4**.

Несмотря на разнообразие элементного состава НЧ, моноэлементных НЧ обнаружено всего 6 видов за весь период наблюдений — Na, Al, Zn, As, Sb и Pb. Более того, доля НЧ Pb, Sb и Zn достигала 12,6; 1,4 и 0,6% от общего числа НЧ на отдельных этапах плавки соответственно, в то время как доли других видов моноэлементных НЧ не превышали 0,22%.

Обсуждение

Электронно-микроскопические методы позволили установить, что образцы взвешенных частиц, полученные на рабочем месте плавильщика производства по переработке свинецсодержащего вторсырья, характеризовались неоднородностью размеров: диаметр частиц варьировался в широком диапазоне 0,01–25 мкм. В исследовании Ровина С.Л. и соавт. также указан верхний предел размерности в 25 мкм. Однако в данном исследовании обнаружены в большом количестве частицы менее 100 нм [30].

Кроме того, была обнаружена неоднородность морфологии частиц аэрозоля. Наличие нескольких фаз в частицах аэрозоля указывает на механизм гетерогенной нуклеации, при котором пары более летучих элементов формируют по-

верхностный слой на уже образовавшихся частицах иного элементного состава.

Исследование изменений концентраций и дисперсного состава аэрозолей в динамике позволило установить следующее:

- образовавшийся аэрозоль способен задерживаться в воздухе на длительный срок даже после окончания соответствующих технологических операций;
- несмотря на наличие локальных систем вентиляции, операции, выполняемые параллельно в других зонах цеха, могут существенно влиять на общий (фоновый) уровень концентрации и состав аэрозолей во всём цехе;
- наибольшие концентрации крупных частиц (размером ≥ 1 мкм) наблюдались во время загрузки (дозагрузки) печи и механических работ (например, при разделке лётки) как аэрозоль дезинтеграции;
- пики концентрации субмикронных частиц (< 1 мкм), в том числе НЧ, приходились на процессы выпуска и розлива расплавов (шлаков, штейнов, чернового свинца), а образование этих частиц носило преимущественно конденсационный характер.

В наиболее неблагоприятных условиях находились плавильщики, которые следили за плавкой и выпуском металла, так как они работали в центре выделения загрязнителей. Так, скачки концентрации НЧ обусловлены именно операциями с расплавом — его выпуском и перемещением в лётках.

Проведённое исследование показало, что весь период плавки можно разделить по качественному элементному составу НЧ на четыре периода: 1 — на этапах с ЗП по П-4

в составе НЧ преобладал Pb с постепенным снижением и ростом долей Zn, Na и Sn; 2 — в период с П-5 по П-7 в составе НЧ также преобладал Pb, но его доля значительно снижалась. Вместе с тем возросла доля Zn и постепенно снижалась доля Sn; 3 — на этапах П-8 и П-9 в составе НЧ продолжал преобладать Pb, но доля Zn снижалась и увеличивалась доля As; 4 — в период ВПШ-1 по ВС-2 уже в составе НЧ преобладал Zn.

Такое разнообразие качественных характеристик элементного состава НЧ объясняется различиями используемого сырья при плавке черного свинца. В условиях непрерывного производства в среднем за смену производили четыре плавки (две печи по две плавки), при каждой из которых могло использоваться как одинаковое, так и уникальное сырьё ввиду производственной необходимости (планы по объёмам производства, объёмы заказов на поставку конкретных продуктов предприятия). Данные неопределённости вносят существенные искажения в идентификацию действующих факторов и определение их уровней, не позволяя получить объективную оценку потенциального действия на здоровье работников предприятия и разработать эффективные профилактические мероприятия.

Корреляций между размером УС НЧ и количеством всех идентифицированных элементов в пробе, как и со счётными концентрациями НЧ, не было обнаружено. Это может свидетельствовать о специфике техпроцесса (температурный режим, добавки, приводящей к образованию УС НЧ со сложным составом). Кроме того, как было описано ранее, возможны сценарии, когда образующиеся частицы имели не однородный состав, а многослойную структуру. В первую очередь могли образовываться НЧ из элементов или веществ

с высокой температурой конденсации, в то время как вещества с более низкой конденсировались непосредственно на их поверхности.

Заключение

Применение комплекса методов ЭМ в сочетании с ЭДРС позволило провести детальную идентификацию наноразмерных компонентов в составе сложных полидисперсных аэрозолей. Благодаря высокому пространственному разрешению и возможности элементного микроанализа данные методы обеспечили получение достоверных сведений не только о морфологии и дисперсности частиц, но и об их уникальном многокомпонентном составе. Это позволило установить закономерности формирования многокомпонентных частиц и определить их распределение по фазам технологического процесса.

Представленные в данной работе подходы к идентификации НЧ в воздухе рабочей зоны позволили получить ценную дополнительную информацию о факторах, воздействующих на рабочих металлургических предприятий, однако методика является трудоёмкой и подходит лишь для экспертных исследований. Дальнейшее развитие методологии следует направить на её оптимизацию. Наиболее перспективной представляется интеграция предложенного подхода с методами определения счётных концентраций аэрозолей в режиме реального времени (для частиц, размеры которых превышают 5 нм). Такой подход позволит значительно сократить трудовые и финансовые затраты на исследование НЧ в составе полидисперсных аэрозолей сложного состава.

Литература

(п.п. 1–3, 6–16, 20–26, 29 см. References)

1. Рузаков В.О. Биологические эффекты воздействия наночастиц меди: маркёры экспозиции. *Гигиена и санитария*. 2023; 102(3): 292–8. <https://doi.org/10.47470/0016-9900-2023-102-3-292-298> <https://elibrary.ru/ieywoj>
2. Уланова Т.С., Антипова М.В., Забиров М.И., Волкова М.В. Определение частиц нанодиапазона в воздухе рабочей зоны металлургического производства. *Анализ риска здоровью*. 2015; (1): 77–81. <https://elibrary.ru/tzsidb>
3. Кацнельсон Б.А., Привалова Л.И., Сутункова М.П., Гурвич В.Б., Минигалиева И.А., Логинова Н.В. и др. Основные результаты токсикологических экспериментов «in vivo» с некоторыми металлическими и металло-оксидными наночастицами. *Токсикологический вестник*. 2015; (3): 26–39. <https://elibrary.ru/uxbeag>
4. Рахманин Ю.А., Хрипач Л.В., Михайлова Р.И., Коганова З.И., Князева Т.Д., Железняк Е.В. и др. Сравнительный анализ влияния нано- и ионной форм серебра на биохимические показатели лабораторных животных. *Гигиена и санитария*. 2014; 93(1): 45–50. <https://elibrary.ru/ryzdcz>
5. Разумов И.А., Завьялов Е.Л., Троицкий С.Ю., Ромашенко А.В., Петровский Д.В., Купер К.Е. и др. Избирательная цитотоксичность наночастиц марганца в отношении клеток глиобластом человека. *Клеточные технологии в биологии и медицине*. 2017; (2): 114–8. <https://elibrary.ru/zdnlyx>
6. Шеломенцев И.Г., Гомзикова Е.А. Перспективы анализа наночастиц в составе аэрозоля методом электронной микроскопии. *Гигиена и санитария*. 2023; 102(3): 259–64. <https://doi.org/10.47470/0016-9900-2023-102-3-259-264> <https://elibrary.ru/eaicdo>
7. Шеломенцев И.Г. Пробоотборник для персонального отбора аэрозоля воздуха. Патент РФ № 2810647; 2023.
8. Ровин С.Л., Григорьев С.В. Исследование отходов, образующихся при производстве свинца. *Литье и металлургия*. 2018; (2): 43–9. <https://elibrary.ru/xthdnr>
9. Chen R., Shi X., Bai R., Rang W., Huo L., Zhao L., et al. Airborne nanoparticle pollution in a wire electrical discharge machining workshop and potential health risks. *Aerosol Air Qual. Res.* 2015; 15(1): 284–94. <https://doi.org/10.4209/aaqr.2014.09.0219>
10. Paulin N., Perneti R., Bergamaschi E., Oddone E. Nanoparticles released during metal-processing operations: A systematic review. *Clean. Eng. Technol.* 2024; 24: 100873. <https://doi.org/10.1016/j.clet.2024.100873>
11. Sousa M., Arezes P., Silva F. Occupational exposure to ultrafine particles in metal additive manufacturing: A qualitative and quantitative risk assessment. *Int. J. Environ. Res. Public Health*. 2021; 18(18): 9788. <https://doi.org/10.3390/ijerph18189788>
12. Ruzakov V.O. Biological effects of exposure to copper nanoparticles: markers of exposure. *Gigiena i Sanitariya (Hygiene and Sanitation, Russian journal)*. 2023; 102(3): 292–8. <https://doi.org/10.47470/0016-9900-2023-102-3-292-298> <https://elibrary.ru/ieywoj> (in Russian)
13. Ulanova T.S., Antipova M.V., Zabirova M.I., Volkova M.V. Determination of nanoscale particles in the air of working zone at the metallurgical production. *Health Risk Analysis*. 2015; (1): 63–6. <https://elibrary.ru/izsuey>
14. Sousa M., Arezes P., Silva F. Occupational exposure to incidental nanomaterials in metal additive manufacturing: An innovative approach for risk management. *Int. J. Environ. Res. Public Health*. 2023; 20(3): 2519. <https://doi.org/10.3390/ijerph20032519>
15. Berger F., Bernatíková Š., Kocůrková L., Přichystalová R., Schreiberová L. Occupational exposure to nanoparticles originating from welding — case studies from the Czech Republic. *Med. Pr.* 2021; 72(3): 219–30. <https://doi.org/10.13075/mp.5893.01058>
16. Perneti R., Maffia S., Previtali B., Oddone E. Assessment of nanoparticle emission in additive manufacturing: Comparing wire and powder laser metal deposition processes. *J. Occup. Environ. Hyg.* 2023; 20(8): 329–35. <https://doi.org/10.1080/15459624.2023.2208649>
17. Pili S., Lecca L.I., Pedrazzi T., Ghitti R., Murru A., Uras M., et al. Exposure assessment to fine and ultrafine particulate matter during welding activity in the maintenance shop of a steelmaking factory. *Heliyon*. 2024; 10(23): e40815. <https://doi.org/10.1016/j.heliyon.2024.e40815>
18. Paulin N., Perneti R., Scafa F., Candura S., Oddone E. Evaluation of particle and nanoparticle emissions in fiber and CO₂ laser cutting processes. *Processes*. 2025; 13(6): 1942. <https://doi.org/10.3390/pr13061942>
19. Lima F., Medeiros G., Chagas P., Aguiar M., Guerra V. Aerosol nanoparticle control by electrostatic precipitation and filtration processes — a review. *Powders*. 2023; 2(2): 259–98. <https://doi.org/10.3390/powders2020017>
20. Mostovenko E., Canal C.G., Cho M., Sharma K., Erdely A., Campen M.J., et al. Indirect mediators of systemic health outcomes following nanoparticle inhalation exposure. *Pharmacol. Ther.* 2022; 235: 108120. <https://doi.org/10.1016/j.pharmthera.2022.108120>
21. Kuntic M., Kuntic I., Cleppien D., Pozzer A., Nußbaum D., Oelze M., et al. Differential inflammation, oxidative stress and cardiovascular damage markers of nano- and micro-particle exposure in mice: Implications for human disease burden. *Redox Biol.* 2025; 83: 103644. <https://doi.org/10.1016/j.redox.2025.103644>
22. Xuan L., Ju Z., Skonieczna M., Zhou P., Huang R. Nanoparticles-induced potential toxicity on human health: Applications, toxicity mechanisms, and evaluation models. *MedComm (2020)*. 2023; 4(4): e327. <https://doi.org/10.1002/mco2.327>

15. Portugal J., Bedia C., Amato F., Juárez-Facio A.T., Stamatiou R., Lazou A., et al. Toxicity of airborne nanoparticles: Facts and challenges. *Environ. Int.* 2024; 190: 108889. <https://doi.org/10.1016/j.envint.2024.108889>
16. Vallabani N.V.S., Gruzieva O., Elihn K., Juárez-Facio A.T., Steimer S.S., Kuhn J., et al. Toxicity and health effects of ultrafine particles: Towards an understanding of the relative impacts of different transport modes. *Environ. Res.* 2023; 231(Pt. 2): 116186. <https://doi.org/10.1016/j.envres.2023.116186>
17. Katsnelson B.A., Privalova L.I., Sutunkova M.P., Gurvich V.B., Minigalieva I.A., Loginova N.V., et al. Main results of toxicological experiments *in vivo* with some metal and metal oxides nanoparticles. *Toksikologicheskii vestnik.* 2015; (3): 26–39. <https://elibrary.ru/yxbeag> (in Russian)
18. Rakhmanin Yu.A., Khrpach L.V., Mikhaylova R.I., Koganova Z.I., Knyazeva T.D., Zheleznyak E.V., et al. Comparative analysis of the influence of nano- and ionic forms of silver on biochemical indices in laboratory animals. *Gigiena i Sanitariya (Hygiene and Sanitation, Russian journal).* 2014; 93(1): 45–50. <https://elibrary.ru/rydzcd> (in Russian)
19. Razumov I.A., Zav'yalov E.L., Troitskii S.Y., Romashchenko A.V., Petrovskii D.V., Kuper K.E., et al. Selective cytotoxicity of manganese nanoparticles against human glioblastoma cells. *Bull. Exp. Biol. Med.* 2017; 163(4): 561–5. <https://doi.org/10.1007/s10517-017-3849-0> <https://elibrary.ru/xowdvd>
20. Kim B.W., Cha W., Choi S., Shin J., Choi B.S., Kim M. Assessment of occupational exposure to indium dust for indium-tin-oxide manufacturing workers. *Biomolecules.* 2021; 11(3): 419. <https://doi.org/10.3390/biom11030419>
21. Galey L., Audignon S., Brochard P., Debia M., Lacourt A., Lambert P., et al. Strategies to assess occupational exposure to airborne nanoparticles: systematic review and recommendations. *Saf. Health Work.* 2023; 14(2): 163–73. <https://doi.org/10.1016/j.shaw.2023.02.002>
22. Broström A., Kling K.I., Hougaard K.S., Mølhave K. Complex aerosol characterization by scanning electron microscopy coupled with energy dispersive X-ray spectroscopy. *Sci. Rep.* 2020; 10(1): 9150. <https://doi.org/10.1038/s41598-020-65383-5>
23. Zhao P., Zhao P., Zhan Z., Dai Q., Casuccio G.S., Gao J., et al. Advancing source apportionment of atmospheric particles: integrating morphology, size, and chemistry using electron microscopy technology and machine learning. *Environ. Sci. Technol.* 2025; 59(7): 3645–55. <https://doi.org/10.1021/acs.est.4c10964>
24. Keleş Ç., Sarver E. Respirable silica particles in coal mine dust: An image library dataset collected using scanning electron microscopy with energy dispersive X-ray spectroscopy. *Data Brief.* 2023; 51: 109656. <https://doi.org/10.1016/j.dib.2023.109656>
25. Hodoroba V.D. Energy-dispersive X-ray spectroscopy (EDS). In: *Micro and Nano Technologies. Characterization of Nanoparticles.* Elsevier; 2020: 397–417. <https://doi.org/10.1016/b978-0-12-814182-3.00021-3>
26. Hayden L., Strausborger S., Lewin-Smith M. Automated particle analysis using field-emission scanning electron microscopy (FE-SEM) and energy dispersive X-ray spectroscopy (EDS) to characterize inhaled particulate matter (PM) in biopsied lung tissue. *Microsc. Microanal.* 2022; 29(1): 235–43. <https://doi.org/10.1093/micmic/ozac015>
27. Shelomentsev I.G., Gomzikova E.A. Prospects of analyzing of nanoparticles in the composition of aerosol by the method of electron microscopy. *Gigiena i Sanitariya (Hygiene and Sanitation, Russian journal).* 2023; 102(3): 259–64. <https://doi.org/10.47470/0016-9900-2023-102-3-259-264> <https://elibrary.ru/eaicdo> (in Russian)
28. Shelomentsev I.G. Personal air aerosol sampler. Patent RF № 2810647; 2023. (in Russian)
29. Anderson J.R., Buseck P.R., Patterson T.L., Arimoto R. Characterization of the Bermuda tropospheric aerosol by combined individual-particle and bulk-aerosol analysis. *Atmos. Environ.* 1996; 30(2): 319–38. [https://doi.org/10.1016/1352-2310\(95\)00170-4](https://doi.org/10.1016/1352-2310(95)00170-4)
30. Rovin S.L., Grigoriev S.V. A study of wastes generated in the production of lead. *Lit'e i metallurgiya.* 2018; (2): 43–9. <https://elibrary.ru/xthdnr> (in Russian)

Сведения об авторе

Шеломенцев Иван Глебович, науч. сотр. отд. молекулярной биологии и электронной микроскопии ФБУН «ЕМНЦ ПОЗРПП» Роспотребнадзора, 620014, Екатеринбург, Россия. E-mail: shelomencev@ymrc.ru

About the author

Ivan G. Shelomentsev, researcher, Department of molecular biology and electron microscopy, Yekaterinburg Medical Research Center for Prophylaxis and Health Protection in Industrial Workers, Yekaterinburg, 620014, Russian Federation, <https://orcid.org/0000-0002-8795-8777> E-mail: shelomencev@ymrc.ru