

multi N/C®

Самое лучшее из всех доказательств есть опыт.

Ф.Бэкон

Современные методы элементного анализа и анализа суммарных параметров широко применяются в области экологического мониторинга, контроля качества сырья, готовой продукции, промежуточных и вспомогательных веществ в производственных процессах.

Основное требование к современному оборудованию - это получение правильных и надёжных результатов при минимальных временных и трудовых затратах. Высокое качество подобных систем, как правило, определяется полнотой разложения проб и чувствительностью детекционных модулей. Скорость и простота управления анализом зависят от степени автоматизации различных циклов измерения. Analytik Jena производит приборы для определения суммарных параметров на протяжении нескольких десятков лет и на сегодняшний день является одним из основных поставщиков такого рода оборудования на предприятия Европейских и Азиатских стран.

Используя высококачественные материалы, а также опыт и знания, накопленные компанией Карл Цейсс, в области производства оптики и оптических систем, Analytik Jena выпускает детекторы, которые отличаются высокой чувствительностью и стабильностью, и отвечают строжайшим требованиям стандартов фармацевтической/энергетической/полупроводниковой промышленности.

Различные запатентованные решения, используемые в приборах для автоматизации и контроля процесса измерений, обеспечивают эксплуатационную безопасность, долгий срок службы и высокое качество анализа.



Анализаторы общего углерода и азота

1945 Выпуск первых инструментов, которые считаются прообразами современных приборов для титрования и элементного анализа.



1952 Электролитическая система для кулонометрического анализа.



1982 Выпуск первого титратора для определения азота и хлоридов.



1991 Первый элементный анализатор для одновременного определения суммарного органического углерода и общего азота (TOC/TN_t).

Первый анализатор multiX® для определения общего содержания органических галогенидов (AOX/TOX) с автоматическим дозатором.



2002 Для элементных анализаторов разработана универсальная печь, позволяющая проводить сжигание в горизонтальном и вертикальном режимах.



2004 Внедрение системы самодиагностики (self checking system - SCS) в элементные анализаторы и анализаторы суммарных параметров.



2010 Новая серия приборов серии multiN/C® с фокусирующим одноканальным широкодиапазонным детектором FC-NDIR.





multi N/C[®] – испытай инновации!





Что такое суммарные параметры?

Термин суммарные параметры объединяет общие химические, физико-химические и биологические характеристики различных веществ или групп веществ в образцах с различными матрицами.

В контексте анализа воды суммарными параметрами являются АОХ (адсорбируемые галогениды, ЕОХ (экстрагируемые галогениды), жесткость, содержание углеводородных масел, фенольный индекс, ХПК, БПК, азот по Кьельдалю и по современным нормативным документам к этому списку добавились ТОС (ООУ) и TN_o (общий связанный азот).

Для чего нужно определять эти показатели?

Общий органический углерод (Total organic carbon, ТОС) – количество углерода, входящего в состав органических соединений, часто используется как неспецифический показатель качества воды или ее чистоты.

Общий связанный азот (TN_o) характеризует содержание в воде соединений азота, причём входящих как в состав неорганических веществ, так и органических соединений. Характеризует качество воды, почв, свойства растений, ...

На сегодняшний день по данным Википедии открыто порядка 19 000 000 органических соединений и часто идентификация даже малой части этих веществ требует большого количества времени и усилий, что не всегда экономически обоснованно, тем более что для первоначального прогнозирования негативного влияния углерод- и азотсодержащих загрязнителей достаточно знать общее количество этих элементов в пробе.

Где применяется такой анализ?

Применяется для оценки качества различных типов вод в экологии и пищевой промышленности, в том числе питьевых, сточных, поверхностных, природных; воды, используемой и получаемой на фармацевтических производствах; циркулирующей в контурах энергоблоков электростанций; используемой в полупроводниковой промышленности, а также при исследовании образцов почв, сбросов, осадков.

Нормативная база

Приборы серии multi N/C® позволяют определять показатели TOC и TN_b в полном соответствии с требованиями международных и национальных нормативных документов DIN-EN, USEPA, ASTM, FDA и USP, в том числе **ГОСТ Р 52991-2008 (EN 8245)**(Вода. Методы определения массовой доли углерода и растворённого органического углерода), **EN 12260**. (Качество воды. Определение азота. Определение связанного азота (TN_b) методом высокотемпературного окисления), **DIN-EN-ISO 11905-2** (Определение азота. Часть 2. Определение связанного азота (TN_b) методом высокотемпературного окисления с последующим детектированием методом хемилюминисценции).

Серия multi N/C®

Серия представлена шестью приборами, отличающимися между собой пределами обнаружения, способом ввода пробы и принципом разложения.

multi N/C® 2100 / 2100S

Рабочий диапазон 0 - 30 000 ppm, ПО 50 ppb, принцип разложения - высокотемпературный (T_{max} 950°C), катапитический (Кат. Pt), ввод - инъекционный (V от 50 до 500 мкл).

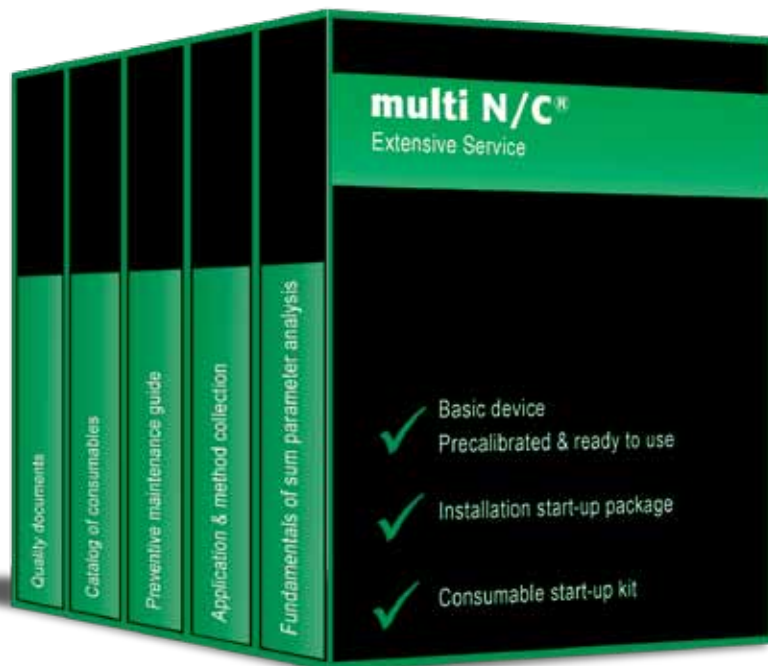
multi N/C® 3100

Рабочий диапазон 0 - 30 000 ppm, ПО 4 ppb, принцип разложения - высокотемпературный (T_{max} 950°C), катапитический (Кат. CeO₂), ввод - проточно-инжекционный (V от 100 до 1 000 мкл).

multi N/C® UV HS

Рабочий диапазон 0 - 10 000 ppm, ПО 2 ppb, разложение методом «мокрой химии» под действием УФ-излучения (254 нм+185 нм) в присутствии персульфата калия, ввод пробы проточно-инжекционный (V от 50 до 20 000 мкл).

Два прибора этой серии разработаны специально для фармацевтической промышленности и позволяют проводить



анализ в полном соответствии с требованиями Европейской и Американской фармакопей.

multi N/C® pharma HT

Рабочий диапазон 0 - 10 000 ppm, ПО 4 ppb, принцип разложения - высокотемпературный (T_{max} 950°C), катапитический (Кат. CeO₂), ввод - проточно-инжекционный (V от 50 до 3000 мкл).

multi N/C® pharma UV

Рабочий диапазон 0 - 10 000 ppm, ПО 2 ppb, разложение методом «мокрой химии» под действием УФ-излучения (254 нм + 185 нм), ввод пробы проточно-инжекционный (V от 50 до 20 000 мкл).

Детекторы

Детектор углерода - одноканальный фокусирующий недисперсионный ИК-детектор (FR-NDIR), широкодиапазонный; Детекторы азота (на выбор) - хемилюминисцентный (CLD) [рабочий диапазон 0 - 1 000 ppm, ПО 100 ppb] или твёрдотельный электрохимический (ChD) [рабочий диапазон 0 - 500 ppm, ПО 200 ppb].

multi N/C®: обновлённая серия



▲ multi N/C® 2100 multi N/C® 3100 ▼



▲ multi N/C® UV HS multi N/C® pharma ▼



Технические особенности:

- Широкодиапазонный детектор ТОС (ООУ) позволяет работать в диапазоне до 30 000 ppm без разбавления.
- Использование запатентованных полимерных материалов позволяет исключить коррозию и механическое повреждение аппаратных узлов прибора.
- VITA-технология система стабилизации газового потока для обеспечения высокой воспроизводимости результатов и стабильности калибровки во времени.
- Система самодиагностики (SCS) для тестирования параметров прибора и контроля процесса анализа.
- Автозащита (Auto-protection): система осушки, очистки, постоянного мониторинга потока анализируемого газа.

Функциональные особенности:

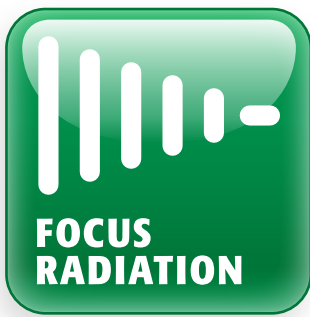
- Одновременное определение параметров ТОС/ TN_b за один аналитический цикл.
- Возможность изменять объём ввода в широком диапазоне для проведения калибровки и варьирования чувствительности определения.
- Возможность получать результаты измерений по различным показателям: ТС (общий углерод), ТИС (общий неорганический углерод), ТОС (общий органический углерод), РОС (летучий органический углерод), НРОС (нелетучий органический углерод), TN_b (общий связанный азот).
- Прямой анализ твёрдых проб (опционно) с использованием встроенного модуля со двоянной печью, либо дополнительного высокотемпературного модуля НТ.
- Модульный дизайн: позволяет вводить дополнительные модули в систему уже после запуска прибора в работу.
- Наличие различных аксессуаров для автоматизации прибора, от бюджетных до мультифункциональных.



Принцип анализа

Компоненты пробы предварительно окисляются до простейших неорганических оксидов (CO₂ и NO) и далее их концентрации измеряются на соответствующих детекторах.





Одноканальный фокусирующий ИК-детектор FC-NDIR

Усовершенствованная конструкция ИК-детектора позволяет работать в широком диапазоне концентраций, до 500 мг углерода по абсолютной массе, без потери чувствительности.

Принципиальное отличие современного детектора заключается в применении оптической системы вместо трубки с полированными стенками, используемой для концентрации энергии излучение за счёт многократного отражения лучей. Со временем стенки трубки тускнели, и чувствительность детектора падала. В оптической системе ИК-детектора новой серии multi N/C® лучи собираются в пучок с помощью специальной линзы, проходят через анализируемый газ и идут на детектор.

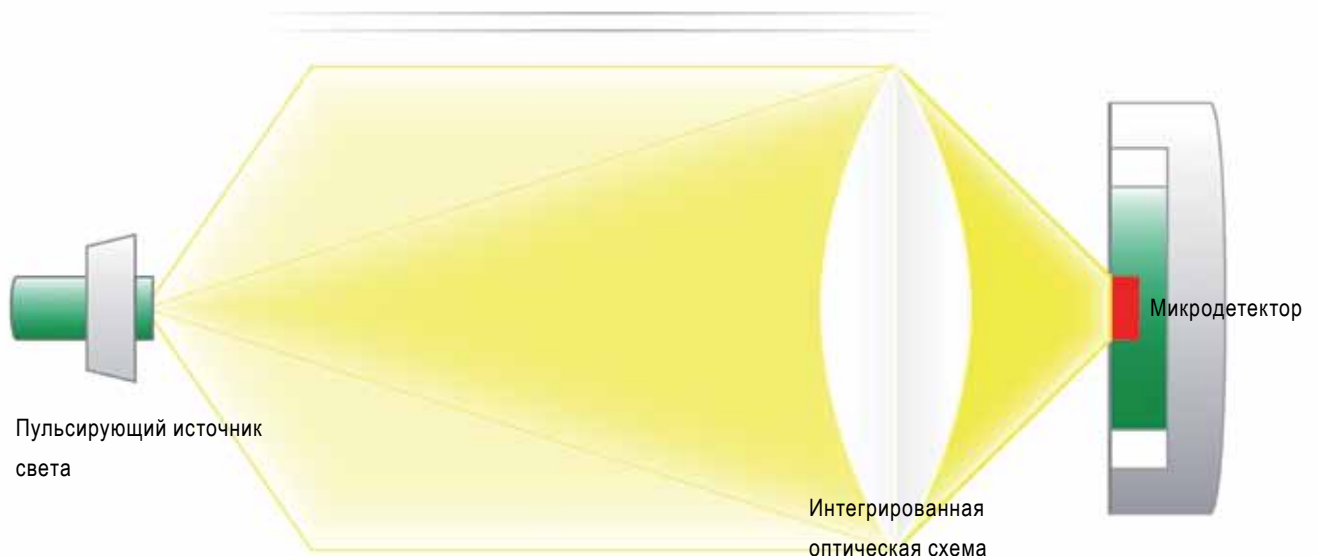
В качестве источника света используется высокоинтенсивный пульсирующий излучатель. Пульсация источника обеспечивает последовательную запись темнового и аналитического сигналов, а высокая интенсивность в сопряжении с новой системой регистрации – более высокую чувствительность.

Для измерения интенсивности светового потока, прошедшего через анализируемый газ, используется пиродетектор, чувствительность которого регулируется электроникой и позволяет без разбавления определять концентрацию углерода от нескольких ppb до десятков процентов.

Современные детекторы имеют больший срок службы, поскольку линза выполнена из стекла со специальным кварцевым покрытием, и со временем чувствительность оптической системы не меняется.

Преимущества нового типа детектора:

- Один канал для измерения концентрации во всём диапазоне
- Отсутствие риска коррозии важных частей детектора
- Чувствительность детектора со временем не снижается
- Стабильность показаний прибора во времени
- Высокое качество измерений и надежность получаемых результатов

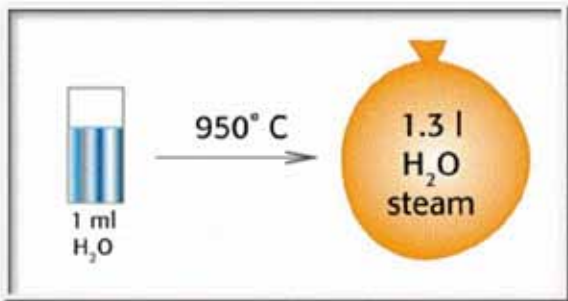




VITA® - запатентованная техника контроля флуктуаций газовых потоков

Важность данной функции

В результате высокотемпературного окисления образуется большой объем пара, что является причиной флуктуаций потока газа.

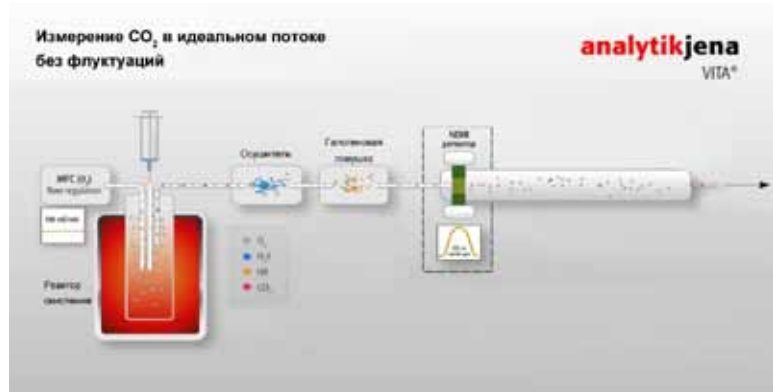


Любые флуктуации потока, вызванные такими процессами на этапе ввода образца в систему, как испарение, конденсация, изменение скорости ввода, – влияют на стабильность показаний ИК-детектора и, как следствие, на правильность и воспроизводимость конечных результатов.

Принцип действия

Суть техники VITA® заключается в том, что скорость потока газа регистрируется параллельно показаниям ИК-детектора с помощью высокоточного цифрового расходомера и учитывается при формировании интегрального пика.

На основании полученных данных программа с помощью специальных математических алгоритмов производит нормализацию сигнала и приводит его к такой форме, как если бы поток газа был постоянным в течение длительного времени.



Новые возможности VITA®-технологии

- Компенсация любых флуктуаций газовых потоков, что обеспечивает получение правильных воспроизводимых результатов
- Увеличение чувствительности метода за счёт повышения точности определения следовых концентраций ТОС
- Долговременная стабильность и снижение частоты калибровки
- Постоянный контроль утечек в онлайн-режиме



Способы окисления пробы

Способы окисления пробы

Важно учитывать, что стадия окисления при определении параметров ТОС/ TN_x является лимитирующей и от полноты протекания процесса окисления будет зависеть правильность получаемых результатов.

В приборах серии multi N/C® различных модификаций предусмотрено два варианта окисления пробы.

Высокотемпературное сжигание (950°C)

Сжигание осуществляется в токе кислорода (или синтетического воздуха) при максимальной температуре 950°C в присутствии катализатора CeO_2 или Pt. Этот вид разложения эффективен для разрушения любого типа связей в том числе одинарных σ -связей C-C, C-H, C-N, которые сложнее всего поддаются окислению, и при работе с растворами, содержащими твёрдые включения.

Окисление методом «мокрой химии»

Данный способ разложения обеспечивает высокую чувствительность определения и позволяет работать со сложными матрицами без риска отравления катализатора и с меньшими эксплуатационными затратами.

Окисление осуществляется под действием УФ-излучения обычной интенсивности с длиной волны 254 нм и «жесткого» УФ-излучения с длиной волны 185 нм. Излучатель находится внутри реактора, изготовленного из специального материала, прозрачного к обоим длинам волн. Возможность использовать для окисления УФ-излучения с длиной волны 185 нм является важным преимуществом, поскольку такое излучение характеризуется более высокой энергией кванта и обеспечивает количественное окисление компонентов пробы даже без добавления персульфата калия. В таких реакторах отсутствуют подверженные износу компоненты, что существенно снижает стоимость обслуживания прибора.

▼ multi N/C® UV HS

Вид передней панели прибора



▲ Реактор к прибору multi N/C® UV HS

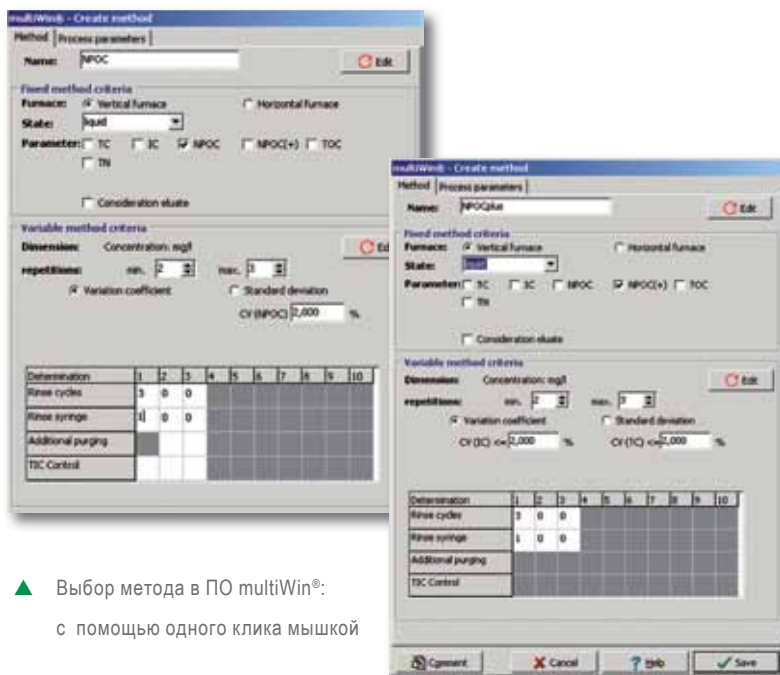
Режимы определения параметра ТОС

Дифференциальный метод (ТОС = ТС - ТИС)

Принцип метода заключается в последовательном определении параметров ТС (общий углерод) и ТИС (общий неорганический углерод) и вычислении величины параметра ТОС по разнице значений ТС и ТИС. $ТОС = ТС - ТИС$. Для определения параметра ТС проба вкалывается непосредственно в реактор, где происходит её сжигание. Для определения параметра ТИС проба вводится в реактор, где происходит её подкисление фосфорной или соляной кислотой, после чего образовавшийся CO_2 , прошедший несколько стадий осушки и очистки, поступает на ИК-детектор.

Прямой метод (ТОС=NPOC)

Данный метод применяется при определении следовых концентраций ТОС при условии, что содержание летучих органических соединений в пробе незначительно. Проба подкисляется фосфорной кислотой и затем барботируется в течение установленного времени до полного удаления CO_2 , образованного при разложении карбонатов и гидрокарбонатов. Затем происходит забор пробы и ввод её в реактор для определения содержания оставшегося в ней углерода. Эта величина соответствует содержанию в пробе нелетучих органических соединений (NPOC). Этот метод быстрее и надежнее при определении низких концентраций органического углерода, но не позволяет учитывать летучие органические соединения, поскольку большая их часть удаляется из пробы при барботировании вместе с неорганическим углеродом. Все эти факторы должны учитываться при выборе метода. Также важно принимать во внимание соотношение ТС/ТИС в пробе. Если содержание ТИС в пробе велико и по своему значению приближается к ТС необходимо проводить анализ методом NPOC, поскольку вычислить значение ТОС по разнице значений ТС и ТИС будет невозможно: данная величина может быть меньше погрешности эксперимента.



- ▲ Выбор метода в ПО multiWin®:
с помощью одного клика мышкой

Метод NPOC plus

Это комбинация дифференциального и прямого методов определения общего органического углерода для контроля остаточного содержания ТИС в пробе для определения надёжности барботирования и проверки правильности определения величины ТИС.

Метод POC (опционно, только для multi N/C® 3100)

Проба подкисляется фосфорной кислотой для удаления из неё неорганического углерода. Реакция происходит в герметичной системе. Система продувается и вместе с неорганическим CO_2 из системы выдуваются летучие органические соединения (бензол и его производные, толуол, хлороформ, фенолы). По трубкам смесь этих газов поступает в адсорбер, где происходит улавливание неорганического CO_2 солью специального состава, после чего газ, содержащий только органические вещества, поступает в реактор, где сжигается в токе кислорода.

Определение общего азота TN_b

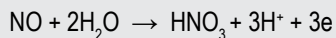
Одновременное определение параметров TOC/TN_b

В приборах серии multi N/C® определение общего органического углерода и общего связанного азота осуществляется одновременно, за один аналитический цикл. Время анализа 3-5 минут.

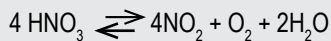
Для определения азота используется два типа детекторов (на выбор).

А. Электрохимический твёрдотельный детектор (ChD)

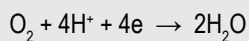
Индикаторный электрод:



Равновесный процесс:



Рабочий электрод:



Характеристики детектора:

Рабочий диапазон прибора 0 – 500 ppm

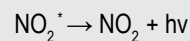
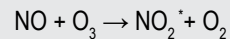
Предел обнаружения 200 ppb

Время анализа 3 – 5 минут

Преимущества электрохимического детектора:

- Данный детектор встроен в прибор, что обеспечивает компактность системы
- При работе с данным детектором не используются дополнительные газы
- Низкая стоимость детектора и обслуживания
- Долговечность

Б. Хемилюминисцентный детектор (CLD)



Характеристики детектора:

Рабочий диапазон прибора 0 – 1 000 ppm

Предел обнаружения 100 ppb

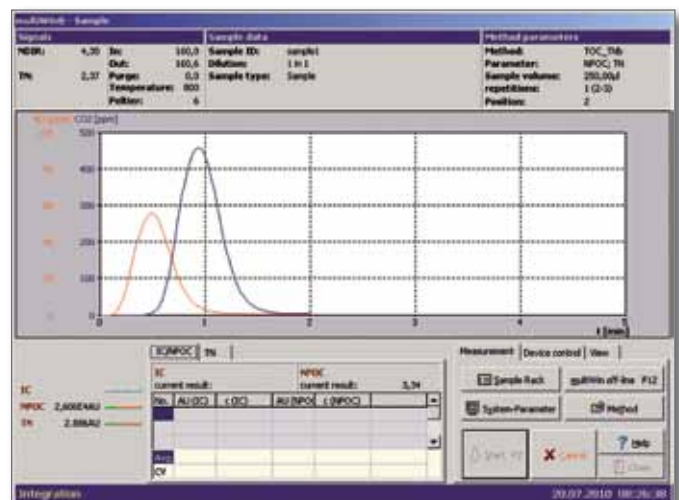
Время анализа 3 – 5 минут

Генератор и деструктор озона - встроены в модуль детектора

Преимущества хемилюминисцентного детектора:

- Высокая чувствительность и широкий концентрационный диапазон
- Детектор находится в отдельном компактном корпусе с необходимыми для его функционирования устройствами внутри
- Бесшумен в работе

- ▼ multiWin® диалоговое окно программного обеспечения при одновременном определении TOC/TN_b





Построение калибровочной зависимости

Построение различного типа калибровочных зависимостей

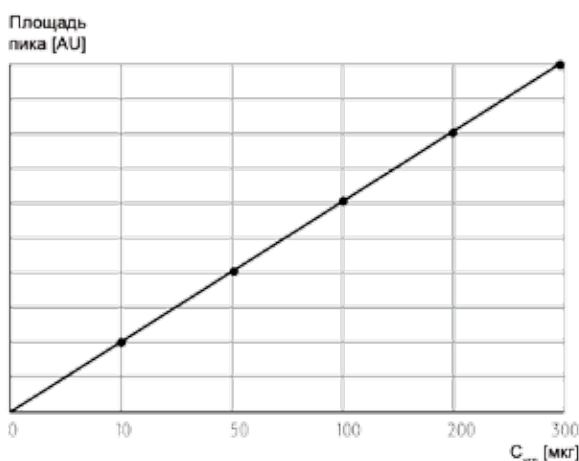
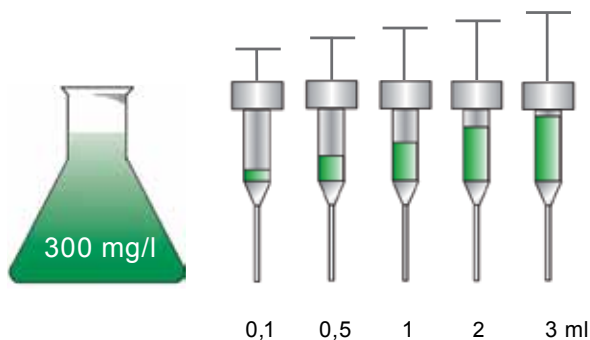
В приборах серии multi N/C® возможно построение любого типа калибровок в зависимости от решаемой аналитической задачи: одноточечная с использованием одного стандартного раствора заданной концентрации и многоточечная, построенная с использованием нескольких стандартных растворов с заданными концентрациями, или разных объемов одного стандартного раствора.

Калибровка с использованием нескольких стандартных растворов с заданными концентрациями

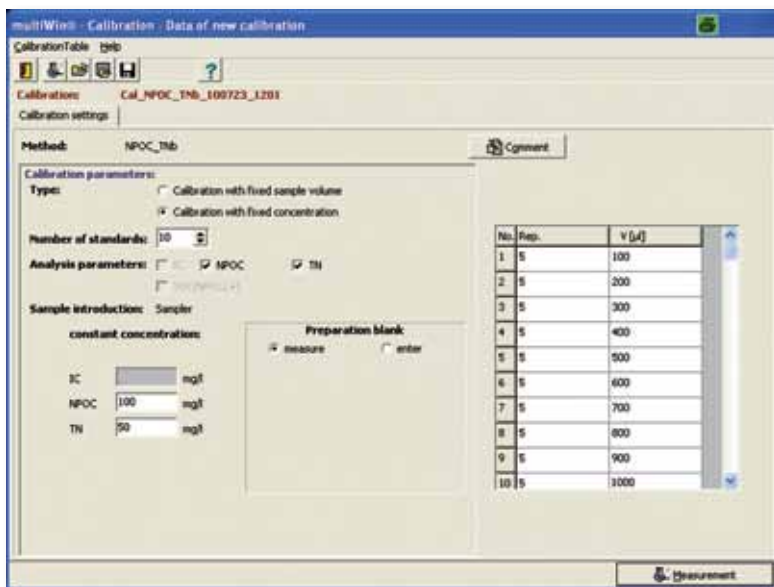
Весь концентрационный диапазон делится условно на три области, 0,5 - 10 ppm, 10 - 100 ppm и 100 - 1000 ppm, для каждой из которых строится своя калибровочная зависимость площади пика от концентрации. Калибровочные зависимости связаны между собой, поэтому если площадь измеряемого пика выходит за пределы калибровочного диапазона, переход в нужный диапазон происходит автоматически. Пользователь также может выбрать количество точек, по которым будет строиться калибровочная зависимость.

Калибровка с использованием разных объёмов одного стандартного раствора заданной концентрации

При построении данного типа калибровки пользователь получает зависимость площади пика (AU) от концентрации углерода в пробе, выраженной в абс. массах. Данный способ построения градуировочной зависимости используется при определении низких концентрации ТОС, поскольку стандартные растворы с низкой концентрацией ТОС нестабильны из-за высокой вероятности загрязнения пробы углеродсодержащими соединениями из атмосферы. Исключение возможных при построении такого типа зависимостей ошибок обеспечивается высокой точностью ввода пробы автодозатором и использованием VITA-технологии для учёта флуктуаций потока.



▲ Мультиточечная калибровка с использованием одного стандартного раствора



▲ Задание параметров построения калибровочной зависимости в программном обеспечении multiWin®

Устройства ввода проб в реактор

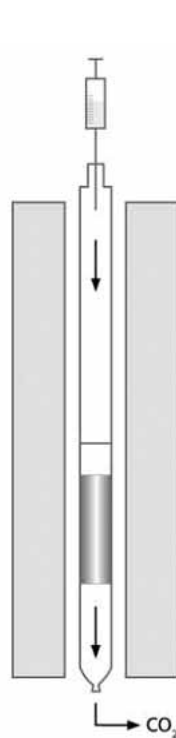
В приборах серии multi N/C® используется два типа устройств ввода: инъекционный и проточно-инжекционный.

А. Инъекционный

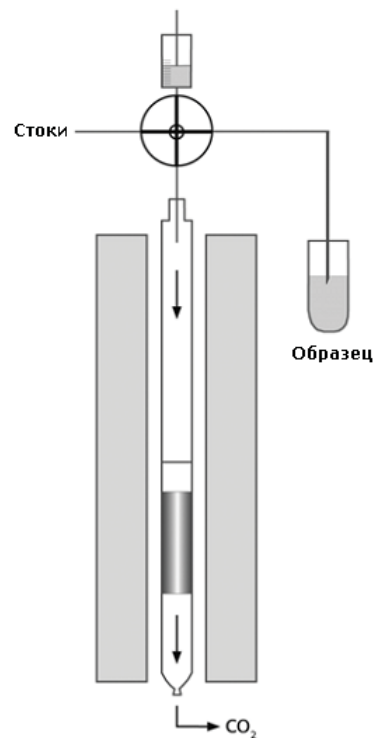
Образец вводится в печь вручную микрошприцем или автоматически с помощью автодозатора серии APG. Такой тип ввода используется, в основном, если количество пробы мало, либо концентрация определяемого вещества высока. Позволяет анализировать пробы с твёрдыми включениями, но при использовании игл с увеличенным диаметром.

Б. Проточно-инжекционный

Дозирование образца в печь осуществляется с помощью насосной системы. Возможность одновременно вводить больший объем пробы позволяет увеличить чувствительность метода. Системы проточно-инжекционного ввода адаптированы для работы с суспензиями и взвесями, благодаря использованию в конструкции трубок большего диаметра. Отсутствие контакта между анализируемой жидкостью и поршнем насоса исключает его износ и необходимость частой замены.



▲ А. Инъекционный



▲ Б. Проточно-инжекционный



◀ Инъекция пробы:
Подкисление, барботирование,
ввод

Типы автодозаторов

Приборы серии multi N/C® могут быть автоматизированы с помощью различных типов дозаторов:

мультифункциональные высокопроизводительные модели APG 49 и APG 64 (максимальная вместительность 116 проб, автоматическое подкисление, барботирование, перемешивание, параллельное барботирование одной и забор другой пробы);

бюджетные модели APG 10 и APG 21 (максимальная вместительность - 21 проба, с минимальным набором базовых функций);

ЕРА-дозаторы с функцией прокола виал, запечатанных септой. Игла таких дозаторов имеет отверстие в боковой части, причём форма его такова, что полностью исключает проникновение CO₂ из воздуха в раствор.



▲ Автодозатор на 116 проб с полным набором функций

▼ Автодозатор APG 21



▼ Автодозатор APG 64/ 116

▼ Автодозатор APG 18/ 49



▼ Автодозатор APG 60/ 112



▼ Автодозатор APG 10



▼ Автодозатор APG 64/ EPA



Определение ТС/ТІС/ТОС в твёрдых пробах

Приборы серии multiN/C® позволяют также проводить анализ твёрдых проб на содержание различных форм без предварительного растворения с использованием двух типов модулей (на выбор):

А. Сдвоенная печь с универсальным кварцевым реактором

Уникальная технология сдвоенной печи позволяет быстро и легко трансформировать печь из горизонтального положения в вертикальное и обратно в одном приборе. Наличие модуля сдвоенной печи позволяет пользователю анализировать как жидкие пробы (вертикальный режим), так и твёрдые образцы (горизонтальный режим) в одной системе, не расходуя время на пере-конструирование и перенастройку прибора.

Преимущества модуля сдвоенной печи:

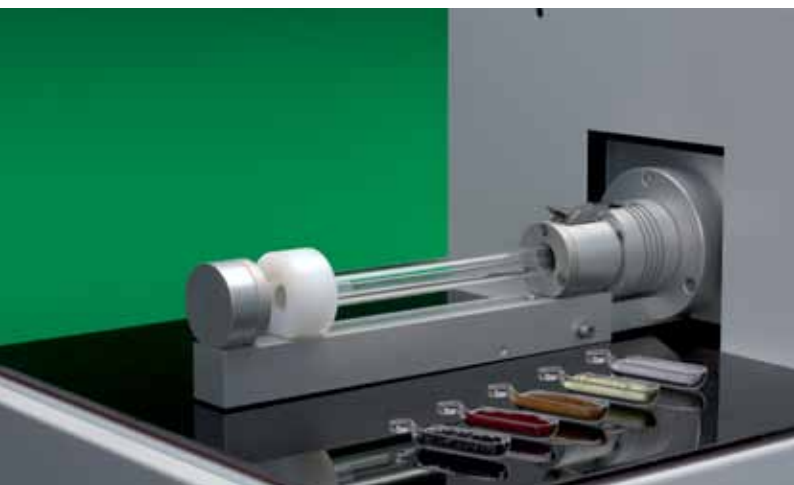
- Возможность анализировать жидкие и твёрдые пробы в одном модуле без использования дополнительных приставок
- Быстрый переход от вертикального режима сжигания к горизонтальному, и наоборот
- Компактность и универсальность

Б. Высокотемпературный модуль НТ 1300

При наличии дополнительного модуля НТ 1300 имеется возможность анализировать твёрдые пробы путём некаталитического сжигания в токе кислорода при температуре до 1300°C. Стенки реактора защищены специальным керамическим покрытием, что делает его устойчивым к воздействию высоких температур и реагентов. Данный модуль оборудован системой для отвода образовавшегося газа.

Преимущества модуля НТ 1300:

- Максимальная температура сжигания 1300°C, что позволяет добиться 100% вскрытия проб даже без использования катализаторов
- Максимальный вес анализируемой пробы до 3г, что позволяет добиться идеальной точности и воспроизводимости результатов даже при анализе не идеально гомогенизированных проб
- Быстрая готовность к измерениям



▲ Сдвоенная печь — подача твёрдых проб в горизонтальном режиме



▲ НТ 1300 — подача твёрдых проб

Система самоконтроля (Self checking system - SCS)

Представлена совокупностью специальных сенсоров, напрямую связанных с программным обеспечением. Позволяет в автоматическом режиме контролировать все важные параметры работы системы, а именно:

- Величину газового потока состояние и стабильность работы ИК-детектора
- Состояние и стабильность работы хемилюминисцентного детектора
- Температуру
- Герметичность системы, наличие утечек газа

Кроме того, система самоконтроля SCS осуществляет регулятивную функцию:

- Автоматически блокирует подачу газа в систему по окончании измерительного цикла
- Автоматически определяет периоды технического обслуживания
- Автоматически контролирует параметр TIC для корректного определения параметра TOC в режиме NPOC и многое другое

Система самоконтроля SCS позволяет эксплуатировать прибор в 24-часовом режиме.

Функция автозащиты (Auto-protection function)

Данная функция включает в себя комбинацию процессов осушки, очистки и мониторинга потока анализируемого газа для предотвращения выхода из строя важных компонентов системы и получения ошибочных результатов в ходе эксперимента. Сразу после сжигания анализируемый газ проходит через кварцевый змеевик, на стенках которого происходит

System state	
NDIR	OK
NDIR:	0,0
CHD	OK
TN:	2,6
Gas flow	Leaky gas flow
In:	160,2
Out:	139,4
Purge:	0,0
Temperature	OK
Furnace:	950°C
Peltier:	11°C

System state	
NDIR	OK
NDIR:	-0,2
CHD	OK
TN:	2,6
Gas flow	OK
In:	160,2
Out:	160,1
Purge:	0,0
Temperature	OK
Furnace:	950°C
Peltier:	11°C

- ▲ Интеллектуальный контроль корректности параметров с помощью системы самоконтроля SCS

конденсация паров воды на первом этапе при комнатной температуре и далее при очень низкой температуре, создаваемой с помощью элемента Пельтье. Подобная система позволяет отказаться от использования влагопоглотителей – дополнительного расходного материала и источника загрязнений. Стадия очистки состоит из последовательного превращения анализируемого газа в аэрозоль и прохождения его через галогеновую ловушку. На данной стадии удаляется большинство мешающих матричных компонентов, что предохраняет детектор от преждевременного износа. Постоянный мониторинг давления позволяет контролировать утечки и немедленно принимать меры вплоть до отключения прибора в случае, если давление в распылительной камере, используемой для приготовления аэрозоля, превысило норму.

Тест на пригодность системы (SST)

SP_TOC_03_00_e. Тест на проверку технических возможностей прибора серии multi N/C®

Цель эксперимента: оценка полноты вскрытия проб органических веществ с различной окислительной способностью методом высокотемпературного разложения в токе кислорода при заданных условиях.

Полноту вскрытия пробы оценивали по степени превращения исследуемых соединений в CO_2 и выражали в % относительно самого легкоокисляемого вещества сахарозы.

Параметры метода:

Прибор	multi N/C® 2100
Температура окисления	800°C
Газ-окислитель	Кислород или синтетический воздух
Катализатор	Платина
Доп.возможности	Технология VITA для учёта флуктуации потоков газа

Исследуемые соединения:

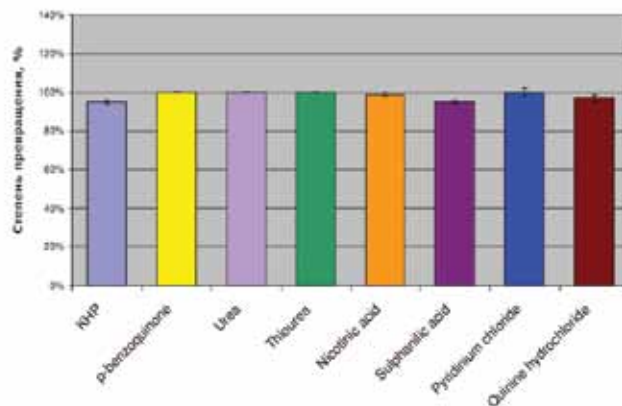
Название	Молярная масса, г/моль	Эмпирическая формула
Сахароза	342,30	$C_{12}H_{22}O_{11}$
Гидроксифталат калия	204,23	$C_8H_5KO_4$
п-Бензохинон	108,10	$C_6H_4O_2$
Мочевина	60,06	CH_4N_2O
Тиомочевина	76,11	CH_4N_2S
Никотиновая кислота	123,11	$C_6H_5NO_2$
Сульфаниловая кислота	173,19	$C_6H_7NO_3S$
Хлорид пиридина	115,56	C_5H_6NCl
Гидрохлорид хинина	396,91	$C_{20}H_{28}N_2O_2Cl$

Формирование протокола SST-теста ►

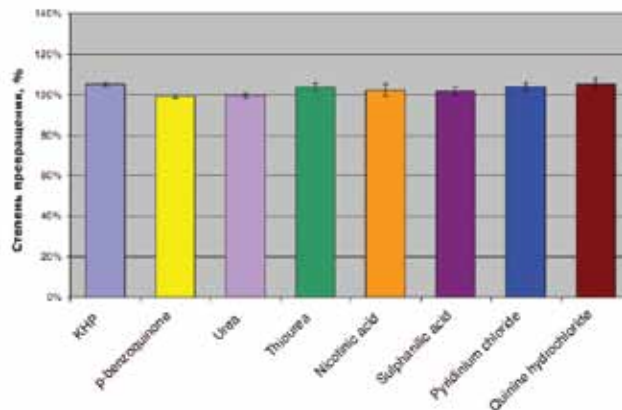
Две серии экспериментов:

I - с концентрацией растворов исследуемых веществ 500 мкг/л;

II - 100 мкг/л



▲ Степень превращения веществ с $C_0 = 100$ мкг/л



▲ Степень превращения веществ с $C_0 = 500$ мкг/л

multiWare - Evaluation - SST Report

SST-Report: Data export: tshp

UpdateTime	SSTName	MethName	Koeff
29.04.2010 17:13:38	SST_100429_1713	WFI	1,11
23.04.2010 14:02:46	SST_100423_1402	WFI	1,01
10.12.2008 15:21:33	SST_081210_1521	NPOC	0,98
10.12.2008 13:44:36	SST_081210_1344	NPOC	0,99
24.06.2008 09:02:57	SST_080624_0902	NPOC	1,00
23.06.2008 11:47:11	SST_080623_1147	NPOC	1,03

Report System Suitability Test - SST SST_080624_0902
measured on: 24.06.2008 09:02:57 +0200

The result of the SST is: 1,00

The SST-measurement is compliant with the qualifications of USP.

Concentration (Water): 27,0µg/l
Concentration (Saccharose): 504,0µg/l
Concentration (p-benzoquinon): 506,0µg/l

Note: Double-click to load AnalysisReport.

Программное обеспечение multiWin®

Управление прибором может осуществляться двумя способами:

- ◆ с помощью персонального компьютера и программного обеспечения multiWin®
- ◆ с помощью микропланшета «тач-скрин» со встроенным программным обеспечением.

Программное обеспечение multiWin® имеет понятный для любого пользователя интерфейс на 8 языках, включая русский, позволяет работать как в полностью автоматическом режиме, так и корректировать параметры процесса вручную при разработке и оптимизации методик анализа.

Программное обеспечение анализирует данные полученные с различных сенсоров о состоянии модулей и аксессуаров от момента включения прибора и до его полной остановки по завершении всех аналитических циклов, следит за правильностью заданных и текущих параметров эксперимента. Все данные отображаются на экране в режиме реального времени. В программном обеспечении хранятся сведения о периодичности профилактического обслуживания прибора, они также отображаются на экране в виде информационного сообщения. Все данные, полученные в ходе эксперимента выво-

дятся на экран в виде спектров (с возможностью масштабировать), графиков, таблиц. Привязка к калибровочной кривой может осуществляться как в ручном, так и в автоматическом режиме. Программное обеспечение содержит в себе полный пакет статистической обработки данных, а также возможность перебрасывать данные в Excel для дальнейшей обработки.

Программное обеспечение multiWin® позволяет ввести разграничение доступа к данным пользователей разного уровня, сохраняет полностью всю историю каждого эксперимента, дает возможность отфильтровать нужную информацию по интересующим параметрам, совместимо с большинством Европейских LIMS систем, поддерживает технологию использования электронной подписи, что полностью соответствует требованиям стандарта FDA 21 CFR часть 11.

Программное обеспечение содержит в себе шаблоны протоколов для проведения процедуры квалификации (IQ/ OQ / PQ), теста на пригодность системы (system suitability test – SST), SWAB-тестов и т.д.

- ▼ Вся история выполненных операций для проведения внутреннего аудита лаборатории



- ▲ Разграничение прав пользователей разного уровня

Определение параметра ТОС в фармацевтической промышленности



В фармпромышленности применяются различные виды технологического оборудования, которое в соответствии с ГОСТ Р 52249 должно подвергаться очистке. Процессы очистки в свою очередь должны быть валидированы с «...целью документального подтверждения того, что оборудование периодически подвергается очистке от продукта, микроорганизмов, и остатков моющих средств в соответствии с предварительно определенным уровнем...». «...Для определения установленных пределов остатков веществ или загрязнений следует использовать аттестованные аналитические методы с достаточной чувствительностью...» как специфические (ТСХ, фотометрия), так и неспецифические. Анализ на содержание ТОС (ООУ) является быстрым, дешёвым и чувствительным методом и кроме того позволяет учесть все содержащиеся в воде углеродсодержащие соединения, поэтому этот параметр в соответствии с Американской (USP), Европейской (EP), Японской фармакопеями является одним из основных при проведении валидации очистки реактора от остатков продукта и моющих средств.

Приборы multi N/C® позволяют проводить анализ на содержание ТОС двумя способами:

А. В пробах воды, отобранной на разных этапах промывки реактора.

Для решения данной задачи подойдет один из двух приборов, разработанных специально под задачи фармацевтической промышленности – multi N/C® **pharma HS** с высокотемпературным способом окисления пробы и multi N/C® **pharma UV** с разложением пробы под действием ультрафиолетового излучения. Оба прибора имеют предел обнаружения углерода – 2 ppb, что полностью удовлетворяет требованиям Американской (USP), Европейской (EP) и Японской фармакопей (JP).

Источник: Wacker Chemie AG

Компания Аналитик Йена АГ тесно сотрудничает с крупными мировыми фармацевтическими брендами

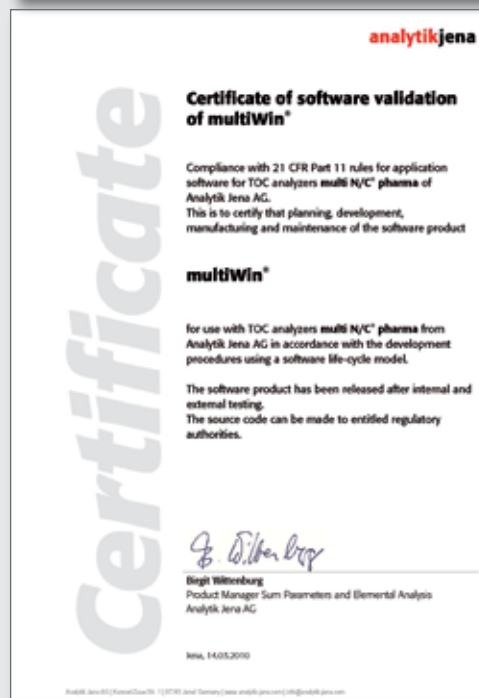


Б. Забор пробы с помощью ватного тампона со стенок реактора с последующей экстракцией остатков загрязняющих веществ водой либо прямым сжиганием образца ваты в реакторе.

Если остатки загрязняющих веществ с ваты экстрагируют водой, то дальнейшее определение происходит точно также, как в первом описанном способе. Следует помнить лишь о некоторых ограничениях этого метода, связанных с наличием бланка ТОС в воде и самой вате, а также ограниченной растворимостью некоторых органических веществ в воде.

При сжигании ваты в печи без предварительной экстракции используется кварцевая вата, предварительно высушенная в муфельной печи. После взятия мазка образец ваты помещается в лодочку и вводится в печь. Для решения этой задачи используется прибор multi N/C pharma HS со сдвоенной печью. Такая комплектация позволит сделать прибор универсальным инструментом как для определения ТОС в ультрачистой воде, используемой в производстве лекарств, инъекционной воде, так и для проведения процедуры валидации очистки реактора.

Программное обеспечение позволяет вести обработку и документирование полученных в ходе испытания данных в соответствии с требованиями стандарта надлежащей лабораторной практики **GLP** (Good Laboratory Practice), а также проводить процедуру квалификации монтажа (Installation Qualification - **IQ**) [Оценка и документированное подтверждение соответствия качества монтажа/установки лабораторного оборудования требованиям нормативной и технической документации], квалификации функционирования (Operational Qualification - **OQ**) [Оценка и документированное подтверждение соответствия работоспособности лабораторного оборудования требованиям нормативной и технической документации], квалификации эксплуатации (Performance Qualification - **PQ**) [Оценка и документированное подтверждение соответствия надежности и эффективности эксплуатационных параметров лабораторного оборудования требованиям нормативной и технической документации] в соответствии со стандартом ISO 9000:2000.





Определение параметра ТОС в промышленном и экологическом секторах

Энергетика (АЭС / ТЭС / ГЭС / ГРЭС)

Контроль качества ТОС для воды, используемой в теплотехнике, в замкнутых контурах энергетических установок очень важен для оценки состояния водного режима энергетического оборудования. Проникающие в пароводяной тракт ТЭС органические примеси, подвергаясь термолизу с образованием агрессивных соединений, способствуют сильному коррозионному воздействию на поверхности нагрева котлов и проточную часть турбин. В работах ряда исследователей доказана необходимость контроля всей массы «органики», поступающей с исходной водой на ХВО, с присосами в конденсаторах турбин и содержащейся в возвратных конденсатах с производства.

Параметр ТОС нормируется отраслевыми стандартами АЭС, ТЭС, ГРЭС и минимальное его значение должно составлять 100 ppb. Для решения такого типа задач компания Аналитик Йена предлагает также две модели анализаторов – multi N/C® 3100 с высокотемпературным реактором и multi N/C® UV HS с УФ-реактором. Пределы обнаружения углерода в данных приборах составляет 4 ppb, что полностью удовлетворяет условиям поставленной задачи.

Полупроводниковая промышленность

Предложенные модели могут также использоваться для определения параметра ТОС в полупроводниковой промышленности, где требования к качеству воды также очень жёсткие. Для технологий с топологическим размером изделий 1,5 мкм критический уровень концентраций ТОС составляет 100 ppb, а для технологий 0,18 мкм менее 50 ppb.

Экология / пищевая промышленность / водное хозяйство

Параметр ТОС используется также и для определения качества питьевых, поверхностных и сточных вод в соответствии с **ГОСТ Р 52991-2008**. Требования к чувствительности метода анализа такого типа объектов менее жёсткие, однако важно, чтобы рабочий диапазон концентраций был достаточно широк для работы с пробами без разбавления. Для решения такого типа задач компания Аналитик Йена предлагает простые недорогие модели multi N/C® 2100 / 2100S, полностью отвечающие требованиям поставленной задачи.

multi N/C®: версия StandAlone ►

Фармацевтическая промышленность

Полупроводниковая промышленность

Энергетика
(АЭС / ТЭС / ГЭС / ГРЭС)

Водное хозяйство

Экологический мониторинг

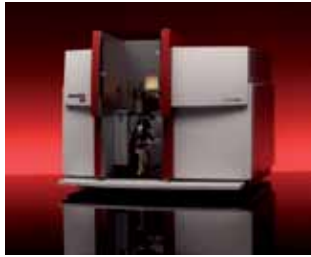
Пищевая промышленность



Обзор продукции

Атомная спектроскопия:

атомная абсорбция, атомная флуоресценция, микроволновая пробоподготовка



Молекулярная спектроскопия:

УФ-Вид, ИК



Элементный анализ:

C, N, S, Cl



Анализ суммарных параметров:

TOC, TN, TOX/AOX



- Analytik Jena Brazil
info@analytik-jena.com.br
- Analytik Jena China
info@analytik-jena.com.cn
- Analytik Jena Far East
ajfareast@analytik-jena.co.th
- Analytik Jena India
info@ajindia.com
- Analytik Jena Japan Co., Ltd.
info@analytik-jena.co.jp
- Analytik Jena Korea Co. Ltd.
jskim@analytik-jena.co.kr
- Analytik Jena Middle East
middleeast@analytik-jena.com.eg
- Analytik Jena Romania srl
office@analytikjenaromania.ro
- Analytik Jena Russia
mmukhina@analytik-jena.ru
- Analytik Jena Thailand Ltd.
sales@analytik-jena.co.th
- Analytik Jena Taiwan Co. Ltd.
sales@analytik-jena.com.tw
- Analytik Jena UK
sales@aj-uk.co.uk
- Analytik Jena Vietnam Co., Ltd.
ajvietnam@viettel.vn

Более подробная информация об оборудовании на нашем сайте www.analytik-jena.ru

