

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.

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.



Анализаторы общего углерода и азота



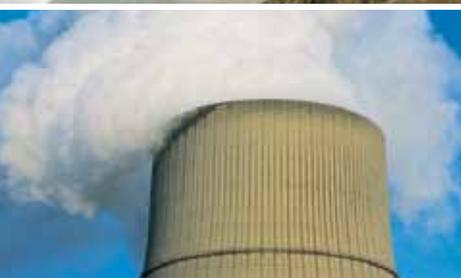
analytikjena

multi N/C
SICD

analytikjena

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).

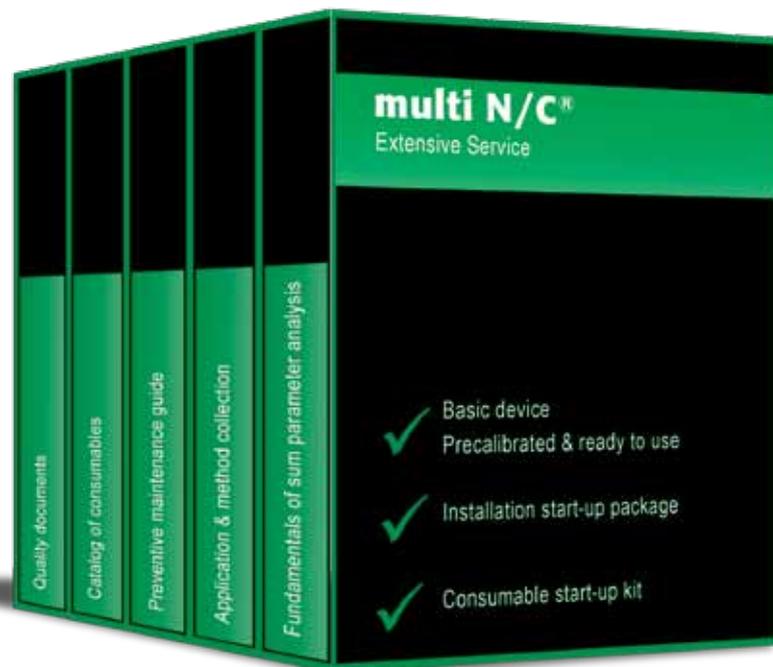
multi N/C® 3100

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.

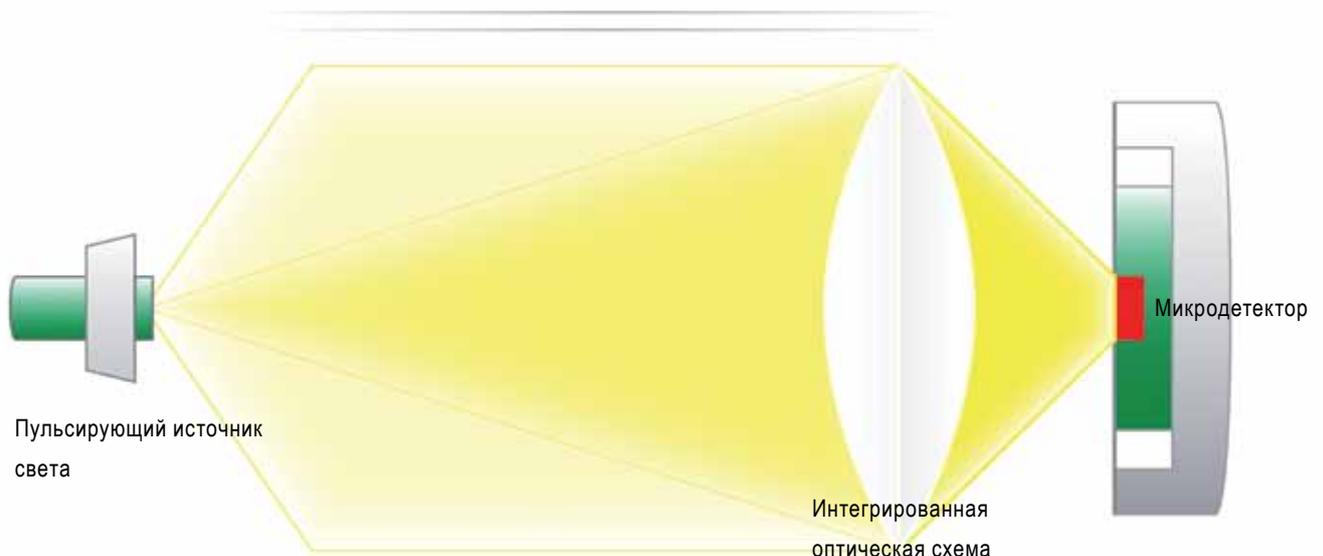
В качестве источника света используется высокоинтенсивный пульсирующий излучатель. Пульсация источника обеспечивает последовательную запись темнового и аналитического сигналов, а высокая интенсивность в сопряжении с новой системой регистрации – более высокую чувствительность.

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

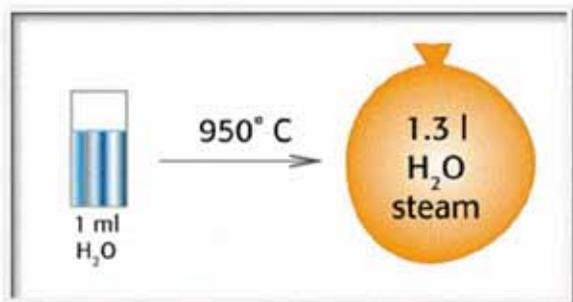




VITA® - запатентованная техника контроля флуктуаций газовых потоков

Важность данной функции

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

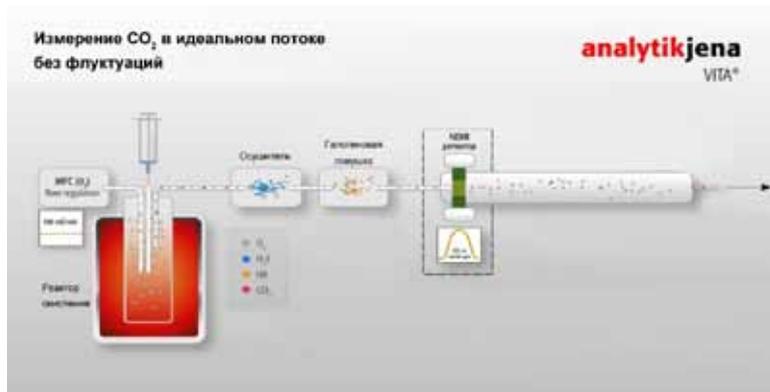


Любые флуктуации потока, вызванные такими процессами на этапе ввода образца в систему, как испарение, конденсация, изменение скорости ввода, – влияют на стабильность показаний ИК-детектора и, как следствие, на правильность и воспроизводимость конечных результатов.

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 ТСО
- 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

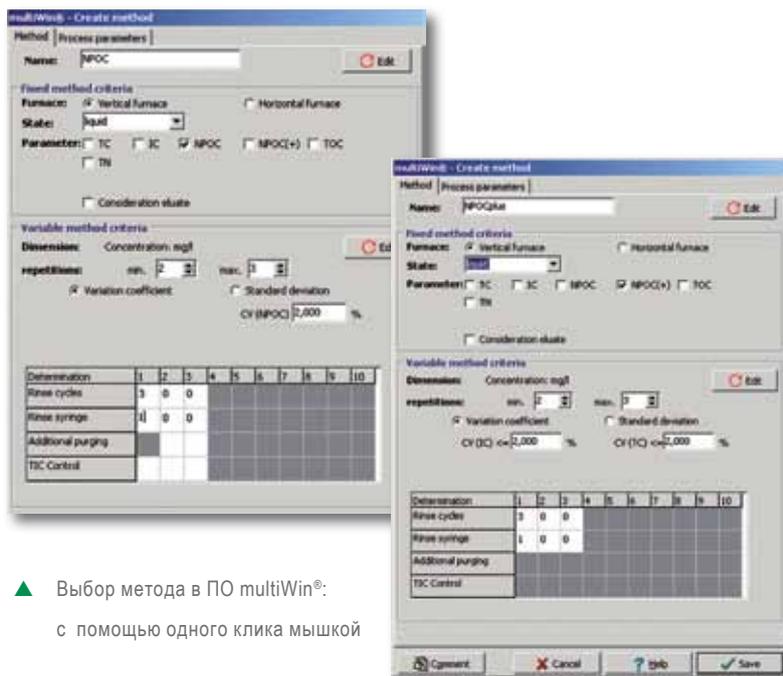
Режимы определения параметра ТОС

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:
 $\text{NO} + 2\text{H}_2\text{O} \rightarrow \text{HNO}_3 + 3\text{H}^+ + 3\text{e}^-$

Равновесный процесс:
 $4\text{HNO}_3 \rightleftharpoons 4\text{NO}_2 + \text{O}_2 + 2\text{H}_2\text{O}$

Рабочий электрод:
 $\text{O}_2 + 4\text{H}^+ + 4\text{e}^- \rightarrow 2\text{H}_2\text{O}$

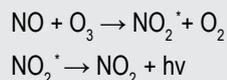
Характеристики детектора:

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

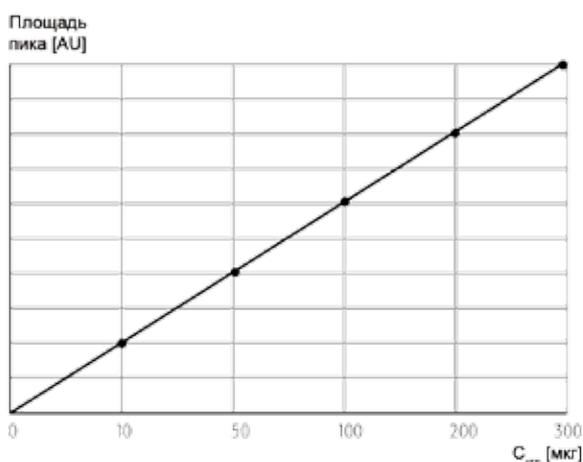
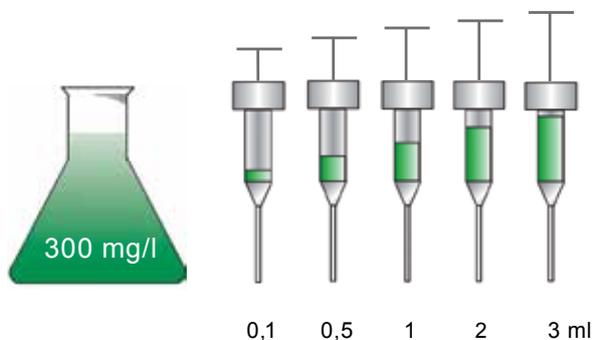
В приборах серии multi N/C® возможно построение любого типа калибровок в зависимости от решаемой аналитической задачи: одноточечная с использованием одного стандартного раствора заданной концентрации и многоточечная, построенная с использованием нескольких стандартных растворов с заданными концентрациями,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

Калибровка с использованием нескольких стандартных растворов с заданными концентрациями

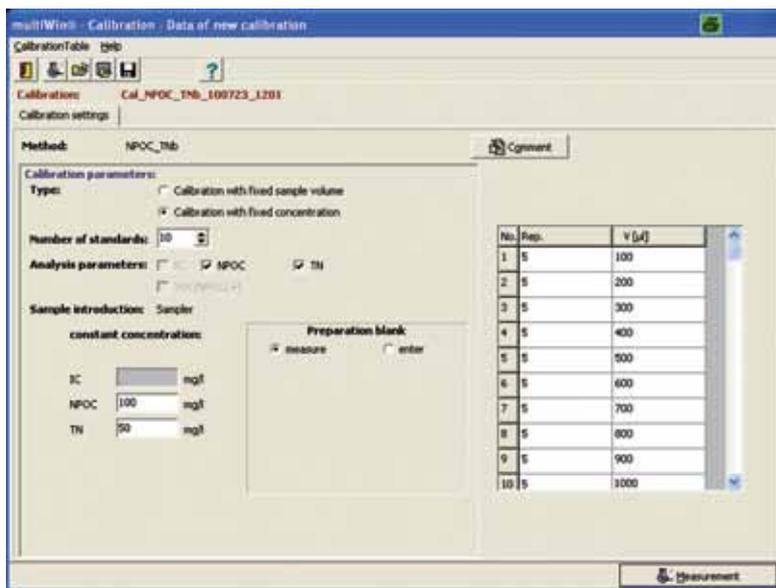
Весь концентрационный диапазон делится условно на три области, 0,5 - 10 ppm, 10 - 100 ppm и 100 - 1000 ppm, для каждой из которых строится своя калибровочная зависимость площади пика от концентрации. Калибровочные зависимости связаны между собой, поэтому если площадь измеряемого пика выходит за пределы 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

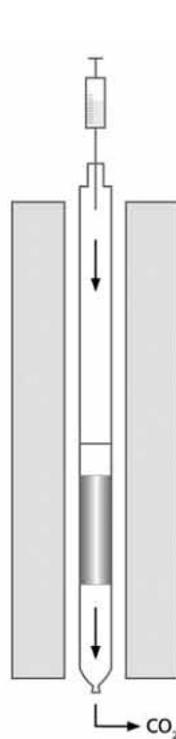
В приборах серии multi N/C® используется два типа устройств ввода: инъекционный и проточно-инжекционный.

А. Инъекционный

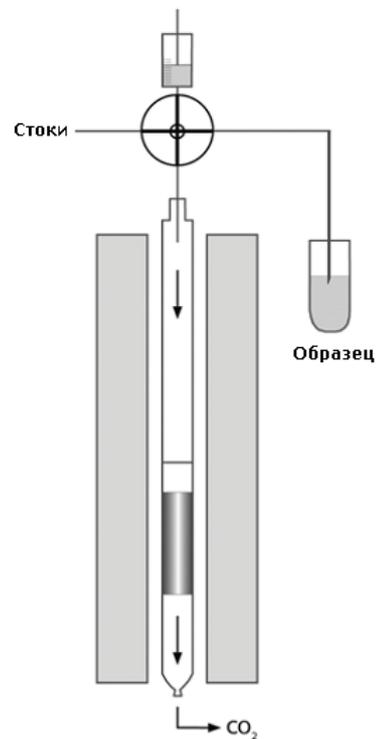
Образец вводится в печь вручную микрошприцем или автоматически с помощью автодозатора серии APG. Такой тип ввода используется, в основном, если количество пробы мало, либо концентрация определяемого вещества высока. Позволяет анализировать пробы с твёрдыми включениями, но при использовании игл с увеличенным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

Преимущества модуля сдвоенной печи:

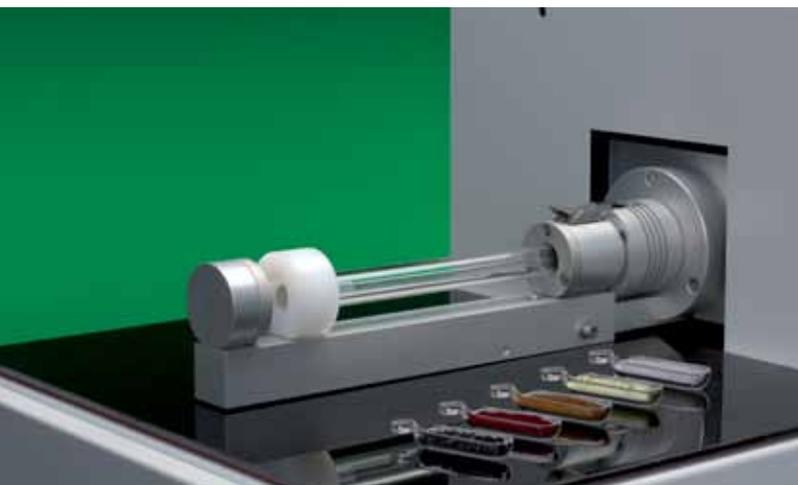
- Возможность анализировать жидкие и твёрдые пробы в одном модуле без использования дополнительных приставок
- Быстрый переход от вертикального режима сжигания к горизонтальному, и наоборот
- Компактность и универсальность

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

The image shows two overlapping screenshots of a software interface titled 'System state'. The left screenshot displays a warning: 'Gas flow' is highlighted in red, and the status next to it is 'Leaky gas flow', also in red. Other parameters like NDIR, CHD, TN, In, Out, Purge, Temperature, Furnace, and Peltier are shown with 'OK' status. The right screenshot shows the same interface but with all parameters (NDIR, CHD, TN, Gas flow, In, Out, Purge, Temperature, Furnace, Peltier) marked as 'OK'. Both screenshots have a 'manual' button and a 'Sampler (112)' button at the bottom.

- ▲ 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:

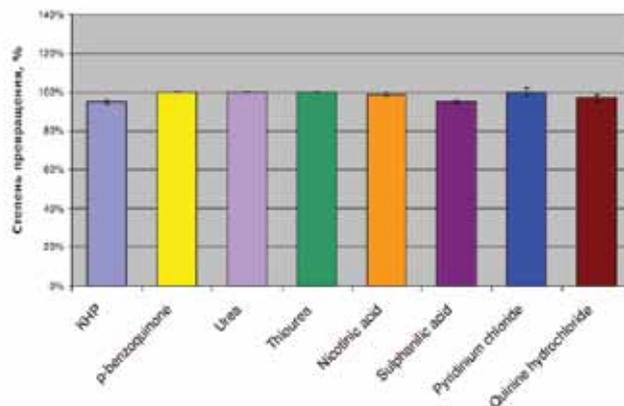
Название	Молярная масса, г/моль	Эмпирическая формула
Сахароза	342,30	$C_{12}H_{22}O_{11}$
Гидроксифталат калия	204,23	$C_8H_5KO_4$
п-Бензохинон	108,10	$C_6H_4O_2$
Мочевина	60,06	CH_4N_2O
Тиомочевина	76,11	CH_4N_2S
Никотиновая кислота	123,11	$C_6H_5NO_2$
Сульфаниловая кислота	173,19	$C_6H_7NO_3S$
Хлорид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

Формирование протокола SST-теста ►

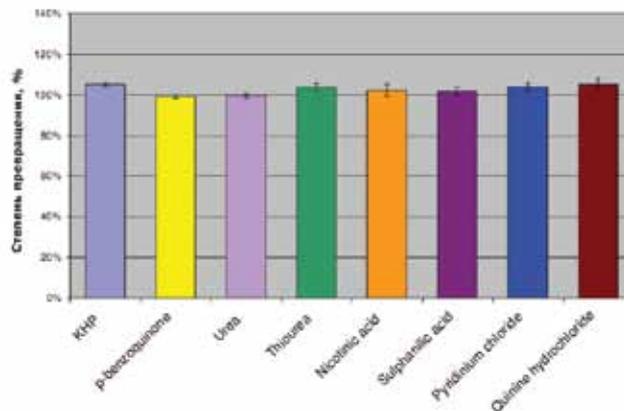
Две серии экспериментов:

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.

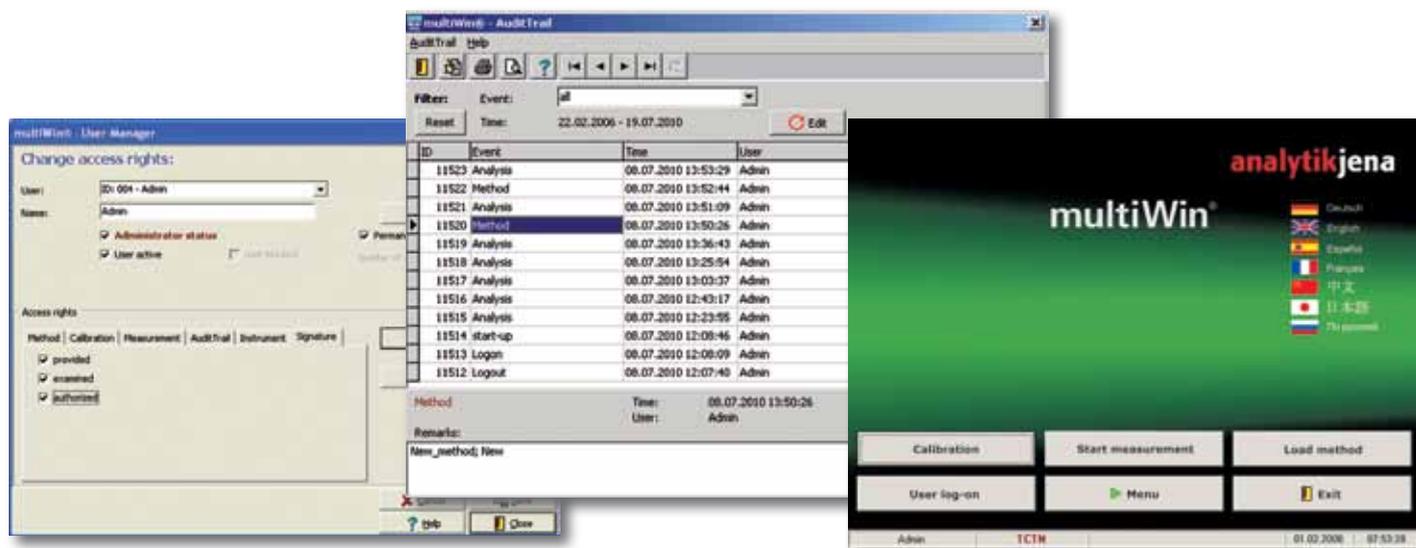
Программное обеспечение анализирует данные полученные с различных сенсоров о состоянии модулей и аксессуаров от момента включения прибора и до его полной остановки по завершении всех аналитических циклов, следит за правильностью заданных и текущих параметров эксперимента. Все данные отображаются на экране 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

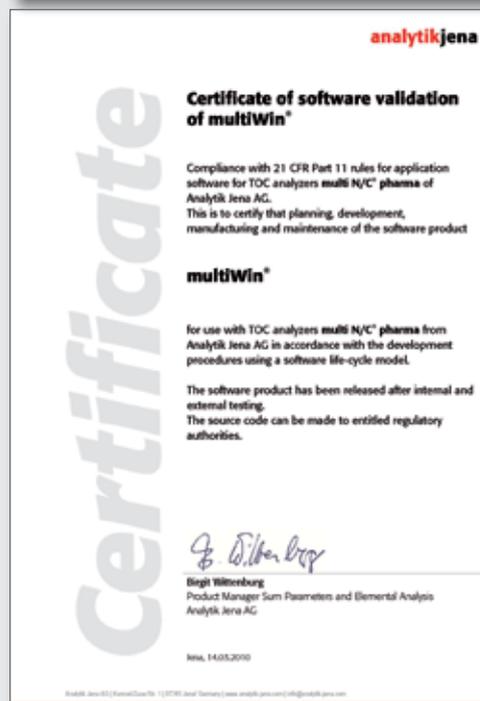


Б. Забор пробы с помощью ватного тампона со стенок реактора с последующей экстракцией остатков загрязняющих веществ водой либо прямым сжиганием образца ваты в реакторе.

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

Аналитик Йена АГ

Российское представительство: 101000, Москва, Старосадский переулок, д.7/10, стр.3.

Телефон: +7 (495) 628 32 62, +7 (495) 624 77 48. Факс: +7 (495) 624 77 48.

e-mail: mmukhina@analytik-jena.com. Адрес в Интернете: www.analytik-jena.ru

Мы оставляем за собой право на изменение внешнего вида, элементов конструкции и оснащения поставляемых изделий

