

АНАЛИТИЧЕСКОЕ ОБОРУДОВАНИЕ: от пробоподготовки до мониторинга

Ольга Ашпина, к. т. н.

С 26 по 29 апреля в МВЦ «Крокус Экспо» прошла 8-я Международная специализированная выставка «Аналитика Экспо-2010». Заметным событием деловой программы стал семинар, организованный ЗАО «Экрос-Инжиниринг» совместно с компаниями ООО «АвтоЛаб» и ЗАО «ЕвроИнструмент», посвященный разработке и внедрению автоматизированных систем пробоподготовки, анализа и экологического мониторинга.

Пробоподготовка

ООО «АвтоЛаб», эксклюзивный представитель компании Fluid Management Systems (FMS) в России, презентовала «Автоматизированную систему ускоренной жидкостной экстракции при высоком давлении, с последующей или одновременной автоматической очисткой полученных экстрактов методом колоночной хроматографии и автоматическим концентрированием пробы Total-Rapid-Prep» и «Автоматизированную систему твердофазной экстракции PowerPrep SPE». Системы позволяют избежать профессионального вреда, которому подвергаются работники аналитических лабораторий.

Компания Fluid Management Systems основана в 1986 году. Основным нап-

равлением деятельности является автоматизация процессов подготовки аналитических проб, первые потребители — центры контроля и предотвращения заболеваемости США (CDC) и отдел здравоохранения штата Мичиган.

Сегодня компания продает продукцию практически во все страны мира. Ее потребители — агентства по защите окружающей среды, департаменты здравоохранения и фармацевтики, независимые лаборатории в области про-

дуктов питания, сфере производства продуктов потребления и т. п.

Представленные на выставке системы позволяют выполнять на высоком уровне все стадии пробоподготовки для анализа диоксинов, фуранов, полихлорбифенилов (ПХБ), пестицидов, гербицидов, полиароматических углеводородов (ПАУ), витаминов, антибиотиков, фталатов, отравляющих, взрывчатых и других органических экстрагируемых веществ. Большинство этих веществ не подвергаются

Таблица 1. Сравнение способов экстракции

	Аппарат Сокслета обычный	Аппарат Сокслета скоростной	Микроволновая экстракция	Жидкостная экстракция под давлением
Использование растворителя	высокое	умеренное	умеренное	низкое
Трудозатраты	высокие	высокие	высокие	низкие
Время оборота	медленное	среднее	среднее	быстрое
Необходимость квалификации	умеренная	умеренная	высокая	низкая

естественной деградации в среде обитания человека и в нем самом, они аккумулируются в тканях (в основном жировых) живых организмов, накапливаясь и поднимаясь вверх по пищевой цепочке. Так, с животной пищей к человеку поступает около 90 % диоксинов.

Мизерная концентрация диоксинов в живом организме — 10^{-12} г (миллиардная доля грамма диоксида на килограмм жировых отложений) является пороговой для здоровья. Если в тканях птицы или мяса, в сливочном масле или молоке (в т. ч. материнском) содержатся доли пикограмм диоксинов, то их потребление весьма быстро приведет к накоплению в организме человека концентраций, достаточных для вредного воздействия на него. Это означает, что определение диоксинов в продуктах питания и объектах окружающей среды должно проводиться с чувствительностью долей пикограмм (фемтограмм) на вводимую пробу.

Миллиардная доля грамма диоксида на килограмм жировых отложений является пороговой для здоровья человека.

В лабораториях экстракция выполняется традиционными методами:

- жидкостная экстракция в аппарате Соксклета (ЕРА метод 3540);
- ускоренная экстракция растворителем (ЕРА метод 3541);
- жидкостная экстракция в микроволновом поле (ЕРА метод 3546).

Автоматизированная система жидкостной экстракции высокого давления PLE позволяет выполнять жидкостную экстракцию под давлением (метод 3545).

Важным этапом пробоподготовки является очистка полученных экстрактов методом хроматографии. В традиционных методах это трудоемкий и затратный по времени процесс. Системы Power Pter позволяют выполнить очистку за 30–40 минут с использованием колонок с оксидом алюминия (метод 3610), флорисилом (метод 3620), силикагелем (методы 3630 и 3640), активированным углем. Все колонки защищены от подделки и изготавливаются на заводах компании FMS.

Полученные экстракты упариваются до нужного количества в концентраторе, на выходе проводится анализ методами ГХ, ЖХ, ГХ/МС, ЖХ/МС.

Привлекательным свойством системы является ее модульная и независимая конструкция: можно приобрести систему на 1 образец по доступной цене с дальнейшей перспективой расширения до 6 модулей (подготовка 6 проб одновременно) при увеличении объема работ лаборатории. При этом независимые модули системы могут работать как последовательно, так и одновременно, исключая перекрестное загрязнение экстрактов.

В системе предусмотрено электронное управление, документирование и отчет-

ность. Оперативное программное обеспечение DMS-6000 отображает все данные процесса в режиме реального времени, включая 6 каналов давления и 6 каналов температуры, скорость потока, смену растворителя, данные по концентрированию проб, такие как температура, давление и скорость потока. Это позволяет автоматизировать документирование всего процесса, данные могут быть сопоставлены, распечатаны в графическом или табличном форматах.

Анализ

Компания «ЕвроИнструмент» — официальный дистрибьютор в России немецкого производителя аналитического оборудования Analytik Jena — представила приборы, в основе которых лежат такие методы анализа, как атомная абсорбция (ААС), атомная флуоресценция (АФС), молекулярная спектроскопия, УФ-флу-

оресценция, хемилюминисценция, фотохемилюминисценция, недисперсионная ИК-спектроскопия и микроволновая система пробоподготовки.

Отличительные особенности поставляемого оборудования — использование только сертифицированных высококачественных компонентов; оптика, покрытая кварцем; полностью изолированная оптическая система. На все оптические компоненты компания предоставляет 10-летнюю гарантию, подтвержденную сертификатом завода-изготовителя.

Сотрудники компании имеют многолетний опыт в области комплексного оснащения химико-аналитических лабораторий и ориентированы на помощь заказчикам в выборе наиболее оптимального оборудования. Сервис и поддержка пользователей оборудования осуществляются компанией ЗАО «ЕвроИнструмент» на всей территории РФ, с выездом специалистов на место для оперативного устранения неполадок, проведения аттестации оборудования и индивидуальных тренингов. Также возможно проведение анализов проб в Йене, непосредственно на предприятии Analytik Jena.

Спектрометры

Отдельно спикерами от ЗАО «ЕвроИнструмент» были представлены три серии приборов ААС:

- **novAA** — простые пламенные атомно-абсорбционные спектрометры, обеспечивающие быстрое и высокоточное измерение в режимах поглощения и эмиссии.
- **ZEE nit** — новое поколение атомно-абсорбционных спектрометров с пла-

менным и электротермическим атомизаторами, зеэмановской коррекцией фона в трехполюсном режиме и возможностью изменять силу поля до 1 Тесла.

- **contraAA** — инновационные спектрометры высокого разрешения с источником сплошного спектра с пламенным, электротермическим, гидридным способом атомизации.

Особый интерес участники семинара проявили к серии специальных приборов mercury для определения малой концентрации ртути в жидких пробах методом ААС или АФС (метод атомной флуоресценции) в зависимости от марки прибора.

Представленные УФ-ВИД спектрофотометры серии SPECOL и SPECORD позволяют проводить качественный анализ — идентификацию чистых веществ, веществ после разделения ВЭЖХ (преимущественно для систем с диодной матрицей), проверку чистоты (например, белков или ДНК/РНК), разделение насыщенных и ненасыщенных компонентов, разделение кетоенольных форм, идентификацию карбонильных полос и определять активность ферментов. С их помощью возможно и решение специфических прикладных задач — измерение цветности, определение толщины пленки, определение оптических констант.

Специально под оборудование компании разработано большое количество методик, интегрированных в программное обеспечение WinASPECT. Дополнительно к базовому программному обеспечению пользователь может приобрести пакет методов для решения собственных специфических задач. ▶



ТОС/TN — анализаторы

Содержание общего органического углерода (ТОС — total organic carbon) в воде — важнейший параметр, определяющий ее чистоту. ТОС характеризует качество питьевой воды; воды, используемой в теплотехнике, в замкнутых контурах энергетических установок; в фармацевтической промышленности, в производстве микроэлектроники.

Анализаторы общего углерода и общего связанного азота серии **multiN/C** применимы для решения широкого круга задач в полном соответствии требованиям международных и национальных нормативных документов **DIN-EN, USEPA, ASTM, FDA и USP**. Приборы позволяют в полностью автоматическом режиме за один аналитический цикл получать результаты измерений по следующим показателям: **ТС** (общий углерод), **ТИС** (общий неорганический углерод), **ТОС** (общий органический углерод), **РОС** (летучий органический углерод), **НРОС** (нелетучий органический углерод), **TN_b** (общий азот, присутствующий в различных экологических объектах в виде нитрит- и нитрат-ионов, катионов аммония, органически связанного азота).

Серия ТОС/TN-анализаторов была представлена на конференции пятью приборами, различающимися между собой по техническим и эксплуатационным характеристикам.

Экологический мониторинг и контроль

Надежным помощником в решении практических природоохранных задач и важным элементом системы обеспечения экологической безопасности являются системы экологического мониторинга и контроля (СЭМ), представ-

ленные ЗАО «Экрос-Инжиниринг». Такие системы решают следующие задачи:

- сбор первичной информации, создание и ведение баз данных об источниках выбросов, сбросов отходов, состоянии и загрязнении компонентов окружающей среды в зоне объекта;
- формирование на основе первичной информации комплексной оценки экологического состояния природных сред при эксплуатации объекта;
- анализ текущей экологической обстановки и прогнозирование динамики ее развития в процессе эксплуатации объекта;
- единообразное хранение данных в едином информационном пространстве системы экологического менеджмента;
- предоставление надежной и своевременной информации руководству объекта для проведения плановых и экстренных мероприятий, принятия управленческих решений;
- автоматизированная подготовка, ведение и оформление отчетной документации по результатам экологического контроля и мониторинга, в том числе обеспечение отдела охраны окружающей среды объекта данными для заполнения установленных форм государственной отчетности;
- получение данных об эффективности природоохранных мероприятий, в том числе предусмотренных в рамках функционирования системы управления.

СЭМ представляет собой комплексное законченное решение экологического мониторинга и контроля. Продуманная архитектура и качественно разработанное программное обеспечение таких систем позволяют проводить весь комплекс необходимых операций, включая ввод, автоматический сбор, передачу, нако-



пление, обработку информации, ее анализ, распределение результатов между пользователями, передачу информации в смежные информационные системы в едином информационном пространстве. При ближайшем рассмотрении систему можно разделить на элементы, отраженные в таблице 2.

Системы мониторинга дымовых и газовых выбросов французской компании **Environnement S.A.** в результате совместной с компанией ЗАО «Экрос-Инжиниринг» разработки технических решений, проектной, конструкторской документации, программного обеспечения для сбора и обработки информации полностью отвечают всем законодательным и нормативным требованиям РФ и отражают потребности российского рынка в газоаналитической продукции. Все системы мониторинга имеют свидетельства Ростехрегулирования об утверждении типа средств измерений. Технологии атмосферного мониторинга (AQM) включают: системы отбора и подготовки проб, газоанализаторы (газы SO₂, H₂S, TRS, NO_x, NH₃, CO, CO₂, O₃, HC, BTEX), анализаторы взвешенных частиц (TSP, PM10, PM2.5), системы калибровки, системы сбора и обработки данных, интеграцию систем — стационарные посты, мобильные лаборатории. На основе опыта внедрения СЭМ и анализа данных опросных листов пользователей, а также в соответствии с требованиями технологии производственного процесса для каждой измерительной системы, разработа-

Таблица 2. Основные элементы системы экологического мониторинга и контроля (СЭМ)

Источники данных	Стационарные посты
	Передвижные лаборатории
	Объектовая метеостанция
	Система контроля организованных выбросов
	Лаборатория химико-аналитическая
Обработка данных	Единый центр обработки данных (ЦОД)
Анализ данных (клиенты системы)	АСУ ТП предприятия
	Система контроля качества
	Операторы ЦОД
	Отдел охраны окружающей среды
	Руководство предприятия
	Надзорные органы



Объединенный стенд компаний ООО «АвтоЛаб», ЗАО «ЕвроИнструмент» и ЗАО «Экрос-Инжиниринг» на выставке «Аналитика Экспо-2010»

ны базовые технические предложения. Система отбора и подготовки пробы SEC в базовой комплектации (пробоотборник, трубка Пито, встроенный модуль двухступенчатой осушки пробы) размещается в герметичном всепогодном корпусе и монтируется непосредственно в точке отбора пробы газа. В случае высокой концентрации дымовых газов из организованного источника выбросов предусмотрена модификация пробоотборной системы с дополнительной функцией разбавления анализируемой пробы чистым воздухом. Материал и длина пробоотборного зонда выбираются в зависимости от диаметра газохода (диаметра дымовой трубы) и температуры газа, специальные высокотемпературные пробоотборники можно использовать для газа с температурой 550°C. В модуле пробоотборной системы предварительно отфильтрованной от механических примесей (фильтр грубой и тонкой очистки) влажный газ проходит через системы высокоселективных полых мембранных фильтров (нафионовые трубки), где удаляются пары воды без потери представительности пробы, т. е. без изменения состава загрязняющих веществ.

Далее проба транспортируется к месту установки газоанализатора MIR9000, размещенного в герметичном шкафу с системой климат-контроля. Транспортировка пробы может осуществляться с обогревом и без него. Это определяется средней температурой окружающего

воздуха и способом прокладки газовой магистрали (по воздуху, или по какому-либо другому тракту). Линия транспортировки может иметь длину до 100 м. Принцип действия газоанализатора ос-

нован на корреляционной газовой ИК-спектроскопии, газоанализатор позволяет в режиме реального времени определять одновременно концентрации до 8 неорганических и органических соединений в анализируемой пробе.

Программное обеспечение в сочетании с графическим ЖК-дисплеем обеспечивает пользователю легкий и быстрый доступ к параметрам, отвечающим за настройку и состояние прибора. Возможно управление прибором с клавиатуры или через подключение к удаленному компьютеру с помощью ПО «CONTACT», при использовании модема, установленного в MIR 9000, можно осуществлять диагностику и обслуживание на расстоянии. С целью определения эффективности процесса сжигания и для измерения концентрации остаточного кислорода в дымовых газах анализатор комплектуется электрохимическим или парамагнитным датчиком кислорода.

При эксплуатации систем мониторинга вне помещений на открытых производственных площадках при неблагоприятных условиях внешней среды (кислая среда, пыль и т. п.) для размещения MIR9000 и вспомогательного оборудования предусмотрен защитный павильон, изготовленный из полимерных материалов, устойчивых к коррозии.

Пробоотборная и анализирующая система SEC/MIR9000 уже установлена на более чем 1000 промышленных объектах и хорошо себя зарекомендовала. ■

Рис. 1. Принцип работы системы экологического мониторинга СЭМ.

