

ПРОМЫШЛЕННЫЕ ОНЛАЙН-АНАЛИЗАТОРЫ INTEGRAL – СОВРЕМЕННОЕ РЕШЕНИЕ ДЛЯ СОВРЕМЕННЫХ ПРОИЗВОДСТВ

Л. Дулов, к.б.н,
Московское представительство компании Abacus Analytical Systems,
lab@abacus-lab.ru

Современное промышленное производство – это сложный многостадийный процесс. Изготовление качественной продукции возможно только при точном соблюдении технологии на каждом этапе. Контроль за технологическими процессами и выполнением экологических требований и безопасности – важные составляющие любого производства. Все эти факторы приводят к необходимости большого числа контрольных измерений в непрерывном режиме для того, чтобы вовремя реагировать на отклонения и оперативно исправлять возникшие неполадки. Успешно выполнять эти непростые задачи помогают автоматизированные хроматографические анализаторы Integral компании Dionex – часть корпорации Thermo Scientific, использующие различные методы ионной хроматографии и высокоэффективной жидкостной хроматографии.

Непрерывный контроль с помощью жидкостной хроматографии в режиме "онлайн" позволяет обнаружить отклонения от правильного протекания процесса быстрее, чем путем лабораторных измерений, и до того, как данное отклонение скажется на результате, или встанет необходимость в прекращении технологического процесса, которое может оказаться затратным. Улучшение возможностей контроля процесса способствует точной настройке химических параметров для обеспечения максимальной эффективности работы, а в области атомной энергетики также обеспечение безопасности процессов, что в целом означает снижение эксплуатационных затрат на любом производстве. Результат – увеличение доходов от вложенных средств. Такие объекты, как атомные электростанции и гидротехнические комплексы, химические и нефтехимические производства, металлургические и горно-обогатительные комплексы, поточные производства напитков, биотехнические и фармацевтические производства,

агрокомбинаты и объекты специального назначения требуют непрерывного круглосуточного анализа химического состава воды и/или различных растворов по многим параметрам. Причем часто такой анализ сопряжен с нежелательным присутствием человека в зоне отбора проб.

Эти и другие подобные им задачи решаются при помощи онлайн-хроматографических анализаторов Integral (рис.1) от компании Dionex – часть Thermo Scientific (с 2012 года поставляется под брендом Thermo Scientific), которые уже более 28 лет с успехом эксплуатируются по всему миру в различных отраслях промышленности. Сотни ионных и жидкостных систем Integral используются в самых разных областях – от исследовательских лабораторий до станций удаленного мониторинга и производственных площадок различных предприятий.

Анализатор Integral позволяет методами высокоэффективной жидкостной хроматографии (ВЭЖХ) и/или ионной хроматографии (ИХ) каче-

ственно и количественно определять чрезвычайно широкий спектр веществ, от неорганических ионов и малых органических молекул до белков.

Для защиты системы от агрессивных воздействий используется специальный защитный корпус анализатора, в который можно разместить, включая контроллер с монитором: систему отбора проб из потока; систему подготовки проб; одноканальные или двухканальные безреагентные ионные хроматографы ICS; либо одноканальный или двухканальный изократический или градиентный ВЭЖХ-хроматограф UltiMate3000.

Корпус анализатора (АЕ) адаптируется для различных конфигураций систем ИХ и ВЭЖХ. Конструкция из нержавеющей стали обеспечивает устойчивость к жестким условиям окружающей среды, а также долгосрочный срок службы. Корпус АЕ в своей базовой конфигурации имеет исполнение IP65. Имеются опции, рассчитанные на установку в средах класса опасности NEC C1D2 / Зона 2 ЕС или C1D1 / Зона 1. Опция кондиционирования воздуха делает возможной работу системы в широком диапазоне температуры окружающей среды. Может монтироваться на стену или устанавливаться в качестве отдельно стоящего блока.

Корпус для жидкостей (LE) устанавливается в качестве опции под корпусом АЕ для изоляции и защиты элюента, реагентов и контейнеров со стандартами проб. Он также может использоваться для дополнительных модулей для жидкостной хроматографии. LE соответствует IP65, но может иметь исполнение по стандартам IP52.

Система отбора проб представляет собой модуль, способный организовать отбор проб для последующего анализа из нескольких технологических потоков (до 21). Модуль доставляет пробы максимум в четыре системы Integral, работающие параллельно. Многоходовые краны модуля можно настроить для управления потоком пробы: направить на слив или обратно в трубу, отобрать порцию в кране или вернуться в процесс путем рециркуляции. Кроме того, модуль регулирует режим потока и при работе с большим объемом жидкости, устанавливает непрерывный или периодический отбор.

Система подготовки проб – это модуль для манипуляций по подготовке проб перед хроматографическим анализом. Стандартные функции включают в себя выбор, подготовку и загрузку проб и стандартов для анализа. Предусматриваются смешивание проб, разбавление, нагрев,

удаление матрицы. Возможна установка охлаждающего элемента Пельтье, чтобы поддерживать пониженную температуру раствора стандарта. Имеется несколько вариантов комплектации, рассчитанных на различные требования подготовки проб.

РЕШЕНИЯ С ИСПОЛЬЗОВАНИЕМ ИОННОЙ ХРОМАТОГРАФИИ

Главное неоспоримое преимущество ИХ – способность определять множество соединений за один анализ. Отделить органические кислоты от неорганических анионов, таких как хлорид и сульфат, определить не просто сумму катионов, а концентрации каждого щелочного и щелочноземельного металла, а также аммония, и различных аминов, определить переходные металлы, например железо, в разных степенях окисления, получить профиль органических соединений можно, потратив на анализ минуты.

Ионные хроматографы Dionex ICS имеют чрезвычайно высокую чувствительность, стабильность и широкий диапазон измерений, позволяющих определять компоненты, находящиеся в разных диапазонах концентраций одновременно. Запатентованная система безреагентной хроматографии сокращает до минимума участие оператора в проведении измерений и исключает ошибки, связанные с человеческим фактором, а также существенно сокращает эксплуатационные расходы. При работе на обычных аналитических колонках с внутренним диаметром 2–4 мм система может до 28 дней работать без участия человека. Новое поколение ионных хроматографов с запатентованной технологией капиллярной хроматографии сокращает эксплуатационные расходы в еще большей степени – капиллярные системы могут до полутора лет работать без участия человека. Все работы оператора сводятся к управлению и контролю системы дистанционно с компьютера.

Благодаря возможностям удаленного управления хроматографические анализаторы Integral на базе ионных хроматографов широко используются на предприятиях атомной энергетики по всему миру, включая СНГ. Такие системы устанавливаются на АЭС с различными типами реакторов для контроля водно-химического режима, коррозионно-активных компонентов в теплоносителе и конденсате. На рис.2 приведен пример следового (мкг/л) анализа катионов в особо чистой воде без предварительного концентриро-



Рис.1. Примеры комплектования системы Integral. Слева пример комплектования анализатора Integral с ионным хроматографом ICS-5000. Справа изображен скомплектованный анализатор Integral с ВЭЖХ системой UitiMate 3000. Нижняя часть – корпус для элюентов, растворов и стандартов

вания пробы, применяемый в атомной и электронной промышленности. (Условия разделения: колонка IonPac CS12A 150×2 мм. Элюент – раствор H_2SO_4 концентрации 11 мМ в воде. Скорость потока – 0,25 мл/мин при комнатной температуре, кондуктометрическое детектирование с электролитическим подавителем. Объем вводимой пробы – 500 мкл).

Онлайн-ионные хроматографы могут использоваться в биотехнологических и пищевых производствах для непрерывного контроля процесса производства и качества продукции, включая контроль ферментации, очистки и других процессов при производстве молочной продукции, пива, напитков, соков и бутилированной воды. Электростанции, работающие на ископаемом топливе, находят преимущества онлайн-систем перед ручным анализом в возможности гибкого перехода от ручного отбора и анализа проб к полностью автоматизированным онлайн-измерениям.

Онлайн-системы используются для мониторинга ультрачистой воды и технологических растворов химикатов. Ключевые методы включают анализ ионов на уровне ppt (нг/л) в ультрачистой воде и определение следов загрязнителей в кислотах, щелочах и органических растворителях класса химической чистоты для электронной промышленности. Возможен автоматизированный анализ технологических растворов и вод в металлургической и фармацевтической про-

мышленности, а также экологических образцов непосредственно из водных источников для определения ионного состава речных вод, осадков и стоков промышленных предприятий.

РЕШЕНИЯ С ИСПОЛЬЗОВАНИЕМ ВЭЖХ

Высокоэффективная жидкостная хроматография (ВЭЖХ) позволяет определять большое число органических соединений в водных растворах и смесях органических растворителей. Особенностью современной ВЭЖХ является требование высокой скорости анализа при низких эксплуатационных расходах. Системы ультра-ВЭЖХ Ultimate3000 от Dionex, используемые в комплексах Integral, позволяют проводить сверхбыстрые анализы состава растворов. Применение метода ультра-ВЭЖХ сокращает время анализа до нескольких минут или даже секунд без потери чувствительности и точности разделений анализируемых компонентов. При этом расход дорогостоящих растворителей для элюентов снижается в разы. ВЭЖХ-системы могут в режиме онлайн проводить автоматическую пробоподготовку, включающую в себя концентрирование, разбавление, твердофазную экстракцию и многомерную хроматографию, что позволяет реализовывать множество методов ВЭЖХ-анализа по нормативам ГОСТ, EPA, ASTM и проч. Системы комплектуются различными разделяющими колонками, в том числе специализированными, например, для определения компонентов взрывчатых веществ, пептидов, пестицидов и гербицидов, антибиотиков, ток-

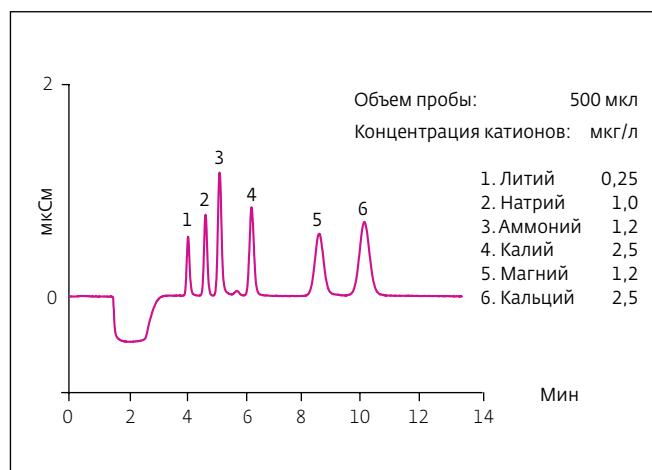


Рис.2. Пример анализа ионов методом ионной хроматографии. Следовой (мкг/л) анализ катионов в особо чистой воде без предварительного концентрирования пробы

синов, красителей, ПАУ, биогенных аминов, следов фармпрепаратов и т.д.

Онлайн ВЭЖХ-системы используются в биотехнологической и пищевой промышленности для определения в реальном времени качества продукции при процессах очистки или определения конечной точки реакции или профилировании состава при синтезе, а также для контроля питательных сред в биореакторах. На рис.3 представлен пример разделения всех белковых аминокислот на системе UltiMate3000 с автоматической предколоночной дериватизацией ортофталевым альдегидом. По сравнению с методом ультра-ВЭЖХ обычный ВЭЖХ-анализ занимает 40 минут.

IPxx – система классификации степеней защиты оболочки электрооборудования от проникновения твердых предметов и воды в соответствии с международным стандартом IEC 60529 (DIN 40050, ГОСТ 14254-96). Степень защиты IP65 означает, что корпус полностью защищает находящееся внутри оборудование от попадания пыли и от прямого воздействия струй воды с любого направления, а также имеет защиту от контакта с человеком и повреждений от образования льда на корпусе. Предназначен для установки внутри или вне помещений. Степень защиты IP52 означает, что корпус частично защищает находящееся внутри оборудование от попадания пыли и от вертикально падающих капель воды, а также имеет защиту от контакта с человеком. Предназначен для установки внутри помещений. Оба стандарта не обеспечивают биологической защиты и защиты от внутренней конденсации.

NEC – Национальный электрический код Национальной пожарной ассоциации США. Код C1D1 – зона, где горючие газы (метан, бутан, пропан), пары легковоспламеняющихся жидкостей (этанол, нефтепродукты) или взрывоопасная пыль могут присутствовать в процессе нормальной работы постоянно или значительное время. Код C1D2 – зона, где при нормальной работе нет появления в воздухе взрывоопасных веществ.

LIMS – Система управления лабораторной информацией. Программное обеспечение, предназначенное для управления лабораторными потоками работ и документов. Оптимизирует сбор, анализ, возврат и отчетность лабораторных данных. Русскоязычным вариантом данного термина является ЛИИС, что расшифровывается как лабораторная информационная система или ЛИИС – лабораторная информационно-управляющая система.

ОПС – семейство программных технологий, предоставляющих единый интерфейс для управления объектами автоматизации и технологическими процессами на производстве и в лабораториях.

Условия разделения: колонка Acclaim RSLC C18 100×2,1 мм, 2,2 мкм при 40°C. Градиентное элюирование – элюент А: 10 мМ Na₂HPO₄, 10 мМ Na₂B₄O₇×10 H₂O, 0,5 мМ NaN₃, pH 8,2. Элюент В: ацетонитрил/метанол/вода (45:45:10). Скорость потока – 1 мл/мин при давлении 690 бар. Детекция при 338 нм и 263 нм (пролин) на спектрофотометрическом детекторе. Готовность к новому градиентному анализу через 8 минут.

В химической и нефтехимической промышленности онлайн анализаторы используются для определения концентраций продуктов в реакторах, мониторинга технологических потоков на производстве и загрязнителей в стоках предприятия. Они также могут использоваться для контроля присутствия различных токсических соединений в природных и коммунальных водах.

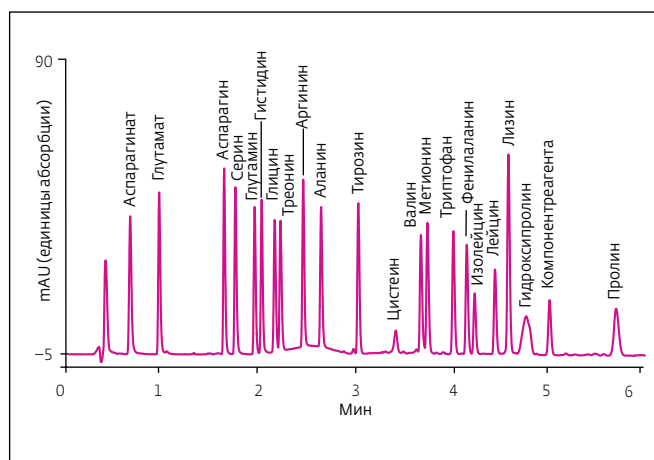


Рис.3. Пример утра-ВЭЖХ - анализа. Разделение всех белковых аминокислот на RSLC системе UltiMate3000 с автоматической предколоночной дериватизацией ОФА.

ПРОГРАММНОЕ ОБЕСПЕЧЕНИЕ

Программное обеспечение Chromeleon PA осуществляет управление и регистрацию данных для онлайн-анализаторов Integral. Удобный пользовательский интерфейс отображает информацию о статусе прибора, позволяет установить границы предупреждающих сигналов и формирует любые формы отчетов. С помощью программного обеспечения Chromeleon PA можно подсоединиться к АСУ ТП, используя промышленный стандарт протокола обмена данными OPC. ПО Chromeleon PA интегрируется с LIMS (ЛИИС) предприятия и поставляется на русском языке.

