АВТОМАТИЗАЦИЯ ПРОБОПОДГОТОВКИ С ПОМОЩЬЮ МИКРОВОЛНОВЫХ СИСТЕМ

К. Д. Ялда, В. Н. Спиридонов, Д. В. Жужельский,
ООО "Научно-техническая фирма "Вольта"
dmitry@volta.spb.ru

УДК 543.054

Описаны конструктивные и программные особенности автоматизированной системы микроволновой пробоподготовки МС-10 с двумя типами контейнеров высокого и низкого давления, которые позволяют поставить на поток разложение любых типов образцов. Обсуждаются преимущества, связанные с сокращением времени пробоподготовки, снижением затрат на реактивы, облегчением и повышением безопасности работы оператора и др.

Подготовка проб к элементному анализу – трудоемкая, сложная и зачастую дорогостоящая процедура, от качества выполнения которой, безусловно, зависит точность полученного результата последующего количественного анализа требуемого компонента [1].

В большинстве лабораторий пробоподготовка до сих пор практически не автоматизирована – образцы готовят вручную путем кипячения с различными окислителями на плитке. Недостатки и неудобства такой работы очевидны – она занимает продолжительное время, оператор вынужден контактировать с парами кислот и окислительными газами, кроме того, высока вероятность загрязнения, а также потери части входящих в состав пробы легколетучих компонентов.

Наиболее динамично развивается способ автоматизации этой трудоемкой стадии анализа с помощью микроволновых систем пробоподготовки [2], в которых можно одновременно минерализовать большое количество проб с минимальным расходом реактивов и максимальной безопасностью для оператора.

Компания ООО "Научно-техническая фирма "Вольта" уже много лет занимается разработкой и производством микроволновых систем пробоподготовки. Накоплен огромный опыт, создана линейка приборов, ряд конструкций и решений запатентованы.

Таблица 1. *Рабочие характеристики контейнеров для микроволновой системы МС-10*

Параметр	Ротор HP	Ротор LP
Количество контейнеров, шт.	От 2 до 10	От 1 до 12
Объем контейнера, мл	100	100
Рабочее давление, атм	60	14
Рабочая температура, °С	240	220

На данный момент наиболее востребована микроволновая система МС-10 (рис.1), в которой одновременно можно проводить пробоподготовку от одной до двенадцати проб. Установка оснащается роторами с контейнерами двух типов HP (высокое давление, рис.2) и LP (низкое давление, рис.3), основные технические характеристики которых приведены в табл.1.

Для системы МС-10 разработана оригинальная микроволновая камера из высококачественной нержавеющей стали толщиной 2 мм со специальным резонатором и взрывоустойчивой дверью. При необходимости камера покрывается многослойным тефлоновым покрытием для дополнительной защиты от паров окислителей и окислительных газов. Конструкция камеры пред-

Рис.1. Микроволновая система пробоподготовки МС-10

 DOI: 10.22184/2227-572X.2018.08.5.470.472

Рис.2. Контейнеры высокого давления HP

Рис.3. Контейнеры низкого давления LP

усматривает равномерный нагрев всех контейнеров, кроме того внутри нее находится вращающийся на 360° поворотный столик. В камеру встроен высокопроизводительный вытяжной вентилятор, который удаляет окислительные газы и быстро охлаждает контейнеры после завершения программы пробоподготовки.

Система в комплекте с контейнерами LP позволяет автоматизировать рутинную процедуру пробоподготовки таких объектов, как пищевые продукты, почвы, донные отложения, атмосферные фильтры модели АФА. При этом стоимость установки значительно ниже с контейнерами низкого давления, чем высокого.

Для сложных типов проб, таких как геологические объекты, минеральное сырье, шламы, композитные материалы, используются контейнеры высокого давления HP.

Конструктивно контейнеры обоих типов состоят из двух основных частей. Внутренняя емкость, в которую помещается проба и добавляется окислитель, из инертного модифицированного тефлона марки PFA, устойчивого к действию окислителей. Внешний силовой каркас (кожух) из специализированного конструктивного пластика PEEK, который выдерживает высокие температуры и механические нагрузки. Сборка контейнеров обоих типов проста (рис.4 и 5) и занимает совсем немного времени. Отметим отличительную особенность контейнеров LP – их сборка не требует специализированного инструмента и занимает минимум времени.

Рис.4. Сборка контейнеров HP

Рис.5. Сборка контейнеров LP

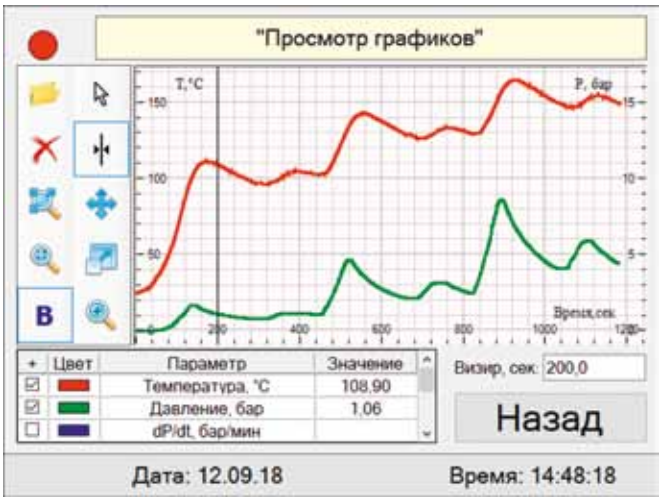

Рис.6. Графическое представление кривой разложения пробы

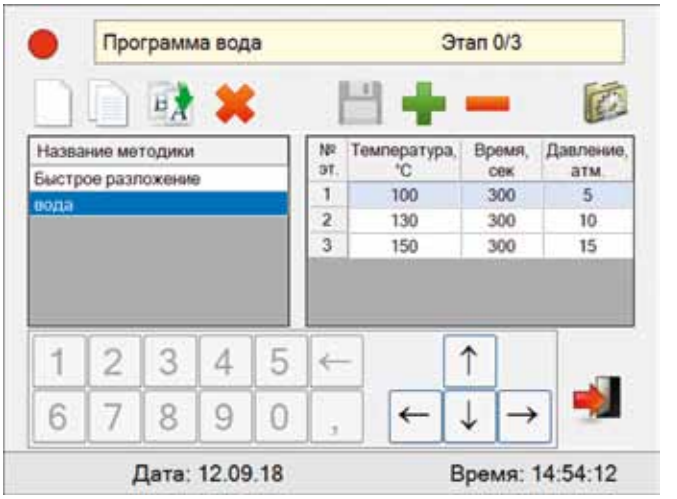

Рис.8. Параметры метода разложения "Вода"

Каждый контейнер оснащен пассивной системой безопасности – предохранительной мембраной, которая защищает от резких неконтролируемых подъемов давления при разложении пробы.

В контрольный контейнер помещаются датчики температуры и давления, показания которых используются микроконтроллером для определения необходимой скорости и мощности нагрева образца. Значения указанных параметров отображаются в цифровом и графическом виде на экране микроволновой системы (рис.6).

Программирование системы просто и удобно, необходимо задать четыре основных параметра: температуру, ограничение давления, время обработки и количество контейнеров (рис.7). Система автоматически подберет мощность нагрева с помощью встроенных алгоритмов ПИД-регулирования и показаний датчиков температуры и давления. Программное обеспечение автоматически регулирует скорость достижения предельно допустимых значений температуры и давления, отключая микроволновый нагрев при их достижении.

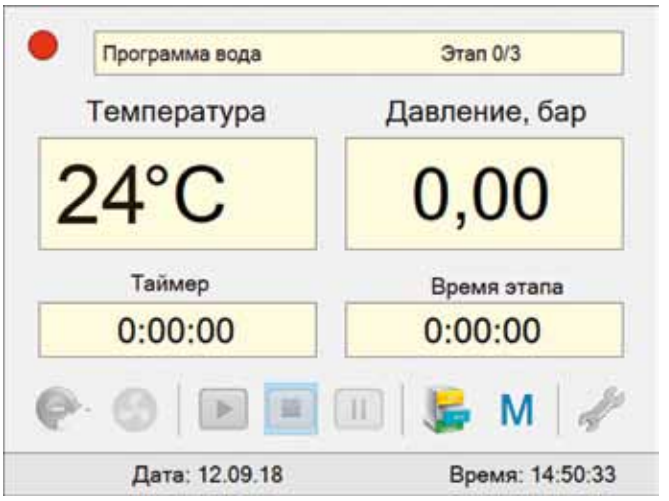

Рис.7. Цифровые значения параметров

В комплекте с микроволновой системой поставляется сборник методик разложения различных образцов (более 80), который помимо параметров настройки программы включает информацию о навеске пробы, количестве и типе используемого окислителя. Перед приобретением микроволновой установки заказчику предлагается направить собственные образцы в нашу лабораторию, для пробного разложения. По результатам можно оценить качество минерализации пробы и получить методические рекомендации по разложению образцов. При отсутствии среди стандартных методик подходящей, она разрабатывается на основе предоставленных проб и вносится в ПО прибора (рис.8).

Описанные конструктивные и программные особенности системы МС-10 позволяют поставить на поток разложение любых типов образцов. Сокращение времени подготовки проб достигается за счет быстрой сборки контейнеров (сборка блока контейнеров занимает не более 10 мин) и существенного сокращения времени пробоподготовки (подготовка 12 проб занимает не более 30 мин с учетом охлаждения контейнеров). Также снижаются затраты реактивов (на одну пробу требуется не боле 10 мл) и, как следствие, расходы на приобретение высокочистых реактивов.

ЛИТЕРАТУРА

1. **Карпов Ю. А.** Методы пробоотбора и пробоподготовки / Ю. А. Карпов, А. П. Савостин – М.: Бином. Лаборатория знаний, 2003.
2. Пробоподготовка в микроволновых печах. Теория и практика / Под ред. Г. М. Кингстона, Л. Б. Джесси – М.: Мир, 1991.

REFERENCES

1. **Karpov Yu. A.** Methods of sampling and sample preparation. Moscow, Binom. Laboratoriya znanii Publ., 2003.
2. Sample preparation in microwave ovens. Theory and practice. Ed. by. G. M. Kingstona, L. B. Dzhessi Moscow, Mir Publ., 1991.