

КОНТРОЛЬ КАЧЕСТВА ВОДЫ С ПОМОЩЬЮ АНАЛИТИЧЕСКИХ ПРИБОРОВ SHIMADZU

Сухомлинов А.Б.

Представление аналитических приборов производства японской приборостроительной корпорации SHIMADZU.

В данной статье хотелось бы начать с анализаторов общего углерода и азота, поставки которых отечественным лабораториям, осуществляющим контроль качества воды, в последнее время заметно увеличились. Как известно, для оценки качества воды различной степени загрязнения используются показатели «общий органический углерод» и «общий связанный азот».

Для измерений по указанным показателям в отечественных лабораториях до сих пор пользуются преимущественно устаревшими химическими методами, поскольку инструментальные методы требуют значительных затрат при покупке оборудования. Тем не менее, как указывалось выше, доля лабораторий, использующих современные приборы, неуклонно возрастает.

Корпорация SHIMADZU выпускает приборы для определения общего органического углерода как для лабораторного анализа, так и для автоматического многоканального анализа на потоке. Приоритету SHIMADZU на мировом рынке анализаторов общего органического углерода (ТОС-анализаторов) в значительной степени способствовал предложенный японскими конструкторами метод низкотемпературного термokatалитического окисления органических соединений, который в сочетании с бездисперсионным инфракрасным детектором оказался

наиболее универсальным и при этом самым надежным и удобным в работе. Кроме указанного режима окисления в некоторых моделях ТОС-анализаторов SHIMADZU используются другие методы: окисление УФ-облучением и химическое окисление. В настоящее время многие предприятия Украины успешно используют ТОС-анализаторы SHIMADZU, работающие именно по методу низкотемпературного каталитического окисления, решая задачи, связанные не только с определением содержания общего органического углерода в воде различной степени чистоты и в твердых пробах, но также и с определением общего связанного азота (с применением дополнительного хемиллюминесцентного детектора).

Основным блоком современных ТОС-анализаторов является реактор конверсии, функцией которого является перевод всех содержащихся в пробе углеродсодержащих соединений любой структуры и состава в диоксид углерода.

В соответствии со стандартом EN 1484 в качестве такого узла конверсии могут использоваться как реакторы термокatalитического окисления, так и реакторы химического окисления в сочетании с ультрафиолетовым облучением. Корпорация SHIMADZU выпускает несколько моделей ТОС-анализаторов, в которых используются конструкции как первого, так и второго типа реакторов. При этом важно подчеркнуть, что анализаторы с реактором первого типа более универсальны и не имеют ограничений в практическом использовании. Второй метод, как отмечается стандартом EN 1484, имеет несколько ограничений, а именно: он не может быть использован для анализа проб с высоким содержанием ТОС; он не может быть использован для точного анализа природных вод, содержащих гуминовые соединения (трудно вскрываемые в реакторе второго типа); он не может быть применен для определения общего азота, а также он не

может быть использован для анализа проб, содержащих взвешенные частицы (которые могут включать в себя часть общего органического углерода, содержащегося в пробе). Следует отметить, что именно низкотемпературный (680°C) вариант термокаталитического разложения оказался наиболее удобным с практической точки зрения при использовании реакторов каталитического типа, поскольку применение температуры порядка 900°C (т.е. при температуре, необходимой для работы катализаторов, применявшихся в ранних моделях TOC-анализаторов) приводит к образованию стекловидного осадка на поверхности катализатора и быстрому прекращению его работы. В то же время использование нового типа катализатора, работающего при температуре 680°C, сопровождается лишь появлением осадка солей в кристаллической форме, что позволяет легко смывать этот осадок подкисленным раствором даже в автоматическом режиме. Это позволяет использовать TOC-анализаторы SHIMADZU без замены катализатора в течение нескольких лет. Что же касается TOC-анализаторов, использующих метод конверсии, сочетающий химическое окисление и УФ-облучение (эта серия приборов у фирмы SHIMADZU имеет аббревиатуру TOC-V W), то следует отметить одну важную особенность — эти приборы можно использовать для анализа проб воды особой чистоты (с содержанием TOC на уровне 0,5 мкг/л), что превышает возможности термокаталитических анализаторов (у них нижний предел измерения 4 мкг/л) за счет особенности процесса химического окисления, при котором реактор способен перерабатывать пробы воды, объем которых больше на порядок. При этом следует отметить, что повышенная чувствительность анализаторов серии TOC-V W не требуется для контроля качества воды в системах водоснабжения, но представляет большой интерес для электронной промышленности.

Корпорация SHIMADZU выпускает приборы для определения общего органического углерода как для лабораторного анализа, так и для автоматического многоканального анализа на потоке



Фото 1 — TOC-анализатор модели TOC-L

Для решения задач контроля качества воды в настоящее время чаще всего используются TOC-анализаторы SHIMADZU серии TOC-L (Фото 1). Они позволяют выполнять анализ проб на содержание общего углерода (TC), общего органического углерода (TOC), общего неорганического углерода TIC или IC (эти две аббревиатуры используются равноправно), нелетучего (не удаляемого продувкой) органического углерода (NPOC) в стандартной конфигурации прибора, а при дополнении

стандартного комплекта соответствующими опциями также и летучего (удаляемого продукцией) органического углерода (POC) и общего азота (TN). Все приведенные выше определения и их аббревиатуры даны в соответствии со стандартом EN 1484. Приборы серии TOC-L выпускаются в нескольких моделях, различающихся чувствительностью и способом управления прибором.

Диапазон определяемых концентраций для TOC-анализатора SHIMADZU моделей TOC-L CSH (модель, управляемая либо от персонального компьютера, либо от встроенного процессора) и TOC-L CPH (модель, управляемая только от персонального компьютера) составляет от 4 мкг/л до 35 г/л по углероду и от 5 мкг/л до 10 г/л по азоту. В случае, если требования к чистоте анализируемой воды менее жесткие, целесообразно использовать TOC-анализатор SHIMADZU моделей TOC-L CSN и TOC-L CPN. С помощью приборов указанных моделей можно измерять те же параметры (TC, TOC, IC, NPOC, POC и TN), как и с помощью моделей TOC-L CSH и TOC-L CPH, но при этом значение нижнего предела измерения для общего углерода несколько выше (50 мкг/л), в то время как для неорганического углерода остается на том же уровне (4 мкг/л). Нижний предел определения азота для этих моделей составляет 20 мкг/л.

Все рассмотренные выше модели TOC-анализаторов представляют собой средства измерения лабораторного типа. Помимо таких приборов SHIMADZU выпускает многоканальные промышленные анализаторы TOC-4200 для автоматического анализа на потоке. Эти приборы могут устанавливаться вне лаборатории. Они способны анализировать пробы воды, поступающие одновременно от шести источников. Для измерения содержания индивидуальных органических соединений в пробах воды

используется хроматографическое оборудование. Корпорация SHIMADZU выпускает как газовые, так и жидкостные хроматографы с различными детекторами, включая масс-спектрометрические.

Основной моделью газового хроматографа SHIMADZU, применяемому с указанной целью является модель GC-2030 (**Фото 2**). Основной технической характеристикой любого прибора,

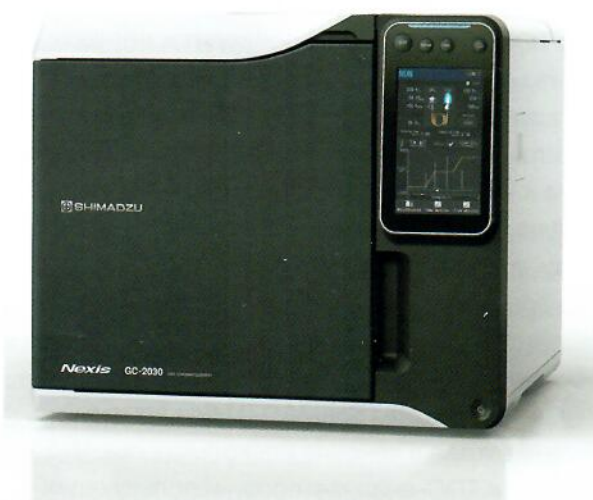


Фото 2 — Газовый хроматограф модели GC-2030

предназначенного для количественного анализа, является чувствительность. Пламенно-ионизационный детектор хроматографа GC-2030 имеет самую высокую чувствительность: 1,2 пГ С/сек. Следует отметить, что в хроматографе GC-2030 может быть установлено до четырех детекторов с индивидуальным контролем температуры для каждого и полным электронным контролем газовых потоков.

В газовом хроматографе GC-2030 предусмотрена возможность надежного и безопасного применения водорода в качестве газа носителя, что дает возможность в два раза увеличить скорость хроматографирования и тем самым увеличить вдвое производитель-

ность анализа, а также избавляет пользователя от необходимости устанавливать газовые баллоны с дорогим гелием. В этом случае вместо баллонов с гелием можно использовать настольный генератор водорода. При этом нужно учесть, что даже при использовании гелия в качестве газа-носителя генератор водорода очень часто используется в комплексе обеспечения хроматографического анализа как источник газа для образования пламени (за исключением случаев использования детектора по теплопроводности). Известно, что водород как газ-носитель имеет серьезное преимущество перед гелием. Он обеспечивает значительно более широкий плоский участок на кривой Ван-Деемтера и поэтому позволяет устанавливать более высокие значения линейной скорости. В результате время хроматографирования может быть сокращено в два раза. Чтобы гарантировать устранение риска утечки при работе с газом-носителем водородом, компания SHIMADZU разработала специальный встроенный водородный сенсор. Это устройство не только обеспечивает быстрое обнаружение потенциальной возможности утечки в режиме «standby», но и отключает автоматически поток водорода. Кроме того, прибор имеет функцию автоматической проверки утечки газа-носителя, что особенно полезно при использовании водорода в качестве газа-носителя.

Большое преимущество предоставляют пользователю хроматографа GC-2030 особенности конструкции прибора, обеспечивающие крайне простой, удобный и быстрый способ выполнения рутинных операций по замене колонки и обслуживанию инжекторного порта. Для этой цели используется технология ClickTek, принцип которой уже был известен: он состоит в обеспечении проведения рутинных монтажных операций вручную без использования каких-либо инструментов. Проведение таких операций по технологии ClickTek в приборах других

производителей требует, однако, определенной точности в ряде последовательных движений, обеспечивающих корректный итоговый результат. Особенность применения технологии ClickTek в случае хроматографа GC-2030 состоит в том, что операция требует только одного движения. Например, для присоединения колонки необходимо осуществить только лишь простой поворот коннектора на 90 градусов. Этого будет достаточно для обеспечения на-

Корпорация SHIMADZU
выпускает как газовые,
так и жидкостные хрома-
тографы с различными
детекторами, включая
масс-спектрометрические

дежного герметичного соединения. Аналогично, для того, чтобы открыть или закрыть инжекторный порт, например, при замене инжекторной вставки, достаточно одного простого движения, чтобы герметичность соединения.

С целью идентификации органических соединений неизвестной природы и повышения чувствительности их определения применяются хроматографы с масс-спектрометрическими детекторами (хромато-масс-спектрометры). Во многих случаях для решения задач контроля качества воды достаточно моноквадрупольного хромато-масс-спектрометра (у SHIMADZU таковой является модель GCMS-QP2020NX), но для надежного определения микроколичеств высокотоксичных органических соединений рекомендуется использовать трехквадрупольные хромато-масс-спектрометры. В настоящее время самым чувствительным в мире газовым хроматографом с трехквадрупольным масс-детектором является

хромато-масс-спектрометр SHIMADZU модели GCMS-TQ8050NX (Фото 3).

Жидкостные хроматографы выпускаются в двух конструкционных вариантах: модульные и моноблочные. Из всех ранее выпускавшихся хроматографов модульной конструкции наибольшую популярность получил прибор SHIMADZU серии LC-20. Приборов этой серии установлено в отечественных лабораториях уже более 150 комплектов и выпуск их еще продолжается, хотя уже осуществлены первые поставки новой серии модульных жидкостных хроматографов SHIMADZU с аббревиатурой



Фото 3 — Газовый хромато-масс-спектрометр с тройным квадруполом модели GCMS-TQ8050NX

LC-40 (Фото 4). Особенностью данной серии является вариативность насосных систем, позволяющая пользователю выбрать насос, наиболее подходящий для решения стоящих перед ним аналитических задач. В серию LC-40 включены 4 вида насосов с максимальным значением давления 44, 70, 105 либо 130 МПа. Как и все другие жидкостные хроматографы SHIMADZU, включая модульные (серий LC-20 и LC-30) и моноблочные приборы (серий LC-2030 и LC-2040), новый хроматограф может быть использован с различными детекторами. В перечень детекторов входят:

1. Спектрофотометрический дисперсионный с диапазоном длин волн до 900нм;



Фото 4 — Жидкостный хроматограф модели LC-40

2. Спектрофотометрический дисперсионный с диапазоном длин волн до 700нм;
3. Спектрофотометрический диодно-матричный;
4. Рефрактометрический;
5. Флуоресцентный;
6. Кондуктометрический;
7. Электрохимический (амперометрический);
8. Светорассеивающий;
9. Масс-спектрометрический (включая tandemные масс-спектрометры типов 3Q, Q-TOF и IT-TOF).

Особое внимание следует обратить на возможность выбора насоса для жидкостного хроматографа. Хотя в большинстве случаев пользо-



Фото 7 — Атомно-эмиссионный ИСП-спектрометр модели ICPE-9810

В этом спектрометре двухлучевая оптическая схема с автоматической оптимизацией потока газа и автоматической оптимизацией высоты горелки обеспечивает долговременную стабильность (например, при выполнении подряд 600 измерений относительное стандартное отклонение не превышает 1%), а также надежность результатов при изменении состава матрицы, в том числе в матрицах с высоким содержанием органики. Высококачественная оптика и совершенствованная конструкция электротермического атомизатора позволяют проводить анализ следовых количеств тяжелых металлов в пробе (например, определение свинца на уровне концентрации 0,05 мкг/л, а определение марганца на уровне концентрации 0,01 мкг/л). В приборе AA-7000 используется система полностью автоматического переключения режимов атомизации в пламени



Фото 8 — Атомно-эмиссионный ИСП-спектрометр модели ICPE-9810

и электротермической атомизации по соответствующей команде программного обеспечения. В последнее время для решения задач элементного анализа чаще стали приобретать атомно-эмиссионные оптические спектрометры с индуктивно-связанной плазмой (ИСП-спектрометры). Корпорация SHIMADZU выпускает две модели таких спектрометров: ICPE-8010 и ICPE-8020, различающихся режимами наблюдения плазмы — двойной (аксиальный и радиальный) в модели ICPE-8020 и одинарный (аксиальный) в модели ICPE-8010 (**Фото 7**). Указанный тип спектрометров за счет одновременного измерения сигналов, принадлежащих различным анализам, имеет преимущество перед атомно-абсорбционными приборами в том случае, когда количество элементно-определений составляет порядка 50 и более в день. Именно с целью обеспечения высокой производительности лаборатории замена атомно-абсорбционного прибора оптическим ИСП-спектрометром вполне оправдана. Но для решения проблемы повышения чувствительности анализа недостаточно оптического ИСП-спектрометра. Поэтому более перспективным в этом плане является ИСП-масс-спектрометр, позволяющий повысить чувствительность на несколько порядков по сравнению с оптическими приборами — атомно-абсорбционными и атомно-эмиссионными ИСП-спектрометрами. Корпорация SHIMADZU выпускает для этой цели ИСП-масс-спектрометр модели ICPMS-2030 (**Фото 8**), который удовлетворяет самым высоким требованиям контроля качества воды по чувствительности, точности измерений и производительности анализа.

ИНФОРМАЦИЯ ОБ АВТОРЕ

Сухомлинов А.Б., директор компании «ШимЮкрейн» — генерального дистрибьютора Shimadzu в Украине и Республике Молдова



SHIMADZU

Excellence in Science



shimadzu.com.ua

АНАЛІТИЧНЕ ОБЛАДНАННЯ

- УФ-ВИД спектрофотометри
- ІЧ-Фур'є спектрометри
- оптичні денситометри
- спектрофлуориметри
- атомно-абсорбційні спектрометри
- атомно-емісійні спектрометри з іскровим збудженням
- атомно-емісійні спектрометри з індуктивно-зв'язаною плазмою
- хвиледисперсійні рентгенівські флуоресцентні спектрометри
- енергодисперсійні рентгенівські флуоресцентні спектрометри
- рентгенофлуоресцентні мікроаналізатори
- рентгенівські дифрактометри
- газові хроматографи і мас-спектрометри
- рідинні (включаючи іонні) хроматографи і мас-спектрометри
- часопротіні мас-спектрометри з блоками MALDI
- аналізатори загального вуглецю й азоту
- диференціальні скануючі калориметри і DTG-аналізатори
- гранулометричні аналізатори
- аналітичні і платформні ваги, гравіметричні вологоміри
- аналізатори ДНК та інше біотехнологічне обладнання
- атомно-силові мікроскопи
- твердоміри та обладнання для механічних випробувань матеріалів

Генеральний дистриб'ютор аналітичного обладнання SHIMADZU в Україні та Республіці Молдова:

ТОВ «ШіміЮкрейн» м. Київ, 01042, вул. Чигоріна 18, офіс 428/429

Тел. / Факси: (044) 284-24-85, 284-54-97, 390-00-23. shimukraine@gmail.com