

ANALIZATOR WĘGLA ORGANICZNEGO, NIEORGANICZNEGO, CAŁKOWITEGO W CIECZACH I PRÓBKACH STAŁYCH

TOC/NPOC/POC/TIC/TC/DOC

VARIO TOC Cube



Elementar Analysensysteme GmbH, Donaustraße 7, D-63452 Hanau-Germany

Tel.: +49/6181-9100-0, Fax: +49/6181-9100-10, e-mail: info@elementar.de

Przedstawicielstwo i Serwis :

Kendrolab Sp. z o.o.

Duchnicka 3 , 01-796 Warszawa

Tel. 022 / 663 43 23, Fax. 022 / 663 43 25

e-mail:kendrolab@kendrolab.pl

Analizator **VarioTOC Cube** jest nowym, zmodyfikowanym modelem opartym na doświadczeniach poprzednich generacji analizatorów węgla organicznego opracowanym przez firmę Elementar (dawniej Heraeus) do oznaczania praktycznie wszystkich postaci węgla w próbkach ciekłych (opcjonalnie w próbkach stałych) przez wysokotemperaturowe utlenianie w strumieniu tlenu lub powietrza syntetycznego. Przez zastosowanie spalania katalitycznego węgiel związany przetwarzany jest na CO₂ i mierzony za pomocą detektora NDIR. Do oznaczeń węgla w próbkach o niższych użytecznych zakresach pomiarowych (od 0,05 ppm) oferowany jest aparat z **odpowiednim detektorem**

Aparat ma możliwość oznaczania węgla organicznego zarówno metodą bezpośrednią jak i różnicową

Metoda bezpośrednia zalecana do oznaczeń TOC w przypadku gdy $TOC < TIC$ i polega na wstrzyknięciu do pieca próbki pozbawionej węglanów (TIC) przez automatyczne dozowanie kwasu wewnątrz aparatu. Wówczas w części piecowej oznaczany jest bezpośrednio węgiel organiczny, natomiast odpędzone węglany (TIC) po zakwaszeniu przeprowadzane są za pomocą gazu nośnego do innego kanału pomiarowego detektora IR oznaczane są oddzielnie. Takie bezpośrednie oznaczenie TOC daje wówczas dokładniejsze wyniki. Program wylicza $TC = TOC + TIC$

Metoda bezpośrednia może być również zrealizowana przez uprzednie zakwaszenie próbki na zewnątrz i wydmuchanie gazem nośnym przez dodatkową igłę na autosamplerze. Wówczas pozbawiona węglanów wcześniej próbka bezpośrednio wstrzykiwana jest do rury reaktora wysokotemperaturowego. Metoda ta jest na szybszą analizę TOC i jest stosowana gdy nie zależy użytkownikowi na oznaczaniu węglanów (TIC)

Metoda różnicowa stosowana właściwie gdy $TOC \gg TIC$ i polega na wprowadzeniu części próbki do pieca i oznaczaniu w kanale IR dla części piecowej węgla całkowitego TC, natomiast druga część próbki ulega automatycznemu zakwaszeniu w aparacie celem usunięcia węglanów, a następnie oznaczeniu ich w kanale detektora IR dla TIC. Program zatem wylicza $TOC = TC - TIC$

Tak jak w poprzednich rozwiązaniach tak i w tym konstruktorzy jako najważniejsze cele postawili sobie dalsze modyfikacje i optymalizacje konstrukcyjne:

- [rozszerzenie automatyzacji pomiarów również na opcje do oznaczeń węgla w próbkach stałych](#), zaś unikalnym pod tym względem na rynku jest zastosowanie [systemu wymiennych karuzel](#) podajnika próbek zarówno [do próbek ciekłych](#) (32-, 50- i 80-pozycyjny) oraz [do próbek stałych](#) (80- i 120-pozycyjny). Podajnik 32-poz. do próbek ciekłych ma możliwość stosowania fiolek 40 ml z gazoszczelnym zamknięciem septą (zgodnie z normą EPA). W przypadku karuzel do próbek stałych 80-pozyc dla naważek do 1 g oraz 120-pozyc dla naważek do 300 mg.
- Podajnik próbek ma możliwość szybkiego przebrojenia bloku piecowego do w pełni automatycznej analizy próbek stałych w tym samym zespole piecowym, bez dołączania dodatkowego zewnętrznego modułu na ciała stałe

- konstrukcja bardziej zwarta i mniejsza gabarytowo osiągnięta przez zastosowanie wbudowanego od góry automatycznego podajnika z wymiennymi karuzelami. Ponadto zastosowano nowoczesne układy elektronicznego sterowania o większej skali integracji, mniejsze gabarytowo elementy wykonawcze, znaczne skrócenie drogi dozowanych mediów przez zastosowanie opatentowanych własnych rozwiązań podzespołów umożliwiających bezpośrednie wstrzyknięcie próbki z podajnika do układu piecowego
- szeroki zakres programowalnych objętości nastrzyku dla próbek ciekłych od 50 µl do 2 ml daje możliwość oznaczeń w bardzo szerokim zakresie koncentracji węgla
- Możliwość stosowania wysokiej temperatury spalania 850⁰C do 950⁰C (max 1200⁰C) dla próbek ciekłych i stałych bogatą matrycą o dużej ilości składników zakłócających (np. sole wysokotopliwe, metale ziem alkalicznych) bez zagrożenia zanieczyszczenia katalizatora platynowego i skrócenia jego żywotności
- Zastosowano tutaj zmodyfikowany system rozwiązania ,stosowanego już unikalnego rozwiązania z 2-komorowym reaktorem wysokotemperaturowym, w którym I-sza komora reaktora pełni funkcję separatora składników, które potencjalnie mogą zanieczyszczać katalizator i zmniejszać wydajność jego żywotność, zaś druga komora wypełniona katalizatorem pełni właściwą funkcję utleniającego dopalacza. System został jednak przystosowany już do nowego rozwiązania głowicy nastrzykowej dla prób ciekłych lub opcjonalnie do zaworu kulowego pełniącego rolę śluzy załadowniczej dla próbek stałych.
-
- Zastosowanie kapsułkowego zamykania próbek stałych i o dużej lepkości pozwala na uzyskanie temperatury rozkładu nawet do 1800⁰C co umożliwia badanie próbek refrakcyjnych
- Możliwość badania próbek o praktycznie nieograniczonej wielkości cząsteczek stałych (np., zawiesiny, szlamy, osady) dzięki wyeliminowaniu połączeń wężykowych i zastosowaniu systemu bezpośredniego nastrzyku lub zrzutu próbki do pieca a także systemu kapsułkowania próbek. Próbka w kapsułce spada do specjalnego tygla z substancją absorbującą sole i alkalia, w którym to tyglu stopione sole i spopielone pozostałości pozostają i nie dostają się do komory katalizacyjnego dopalania. Tygiel okresowo jest oczyszczany lub wymieniany w przypadku zużycia
- Detektor IR dokonuje pomiaru z jednej próbki TC/TIC/TOC/NPOC/POC (opcjonalnie oznaczanie azotu TN) Stosownie do potrzeb wybiera się optymalną metodę (czas analizy , zużycie gazu nośnego), za pomocą której oznacza się wybrane postaci węgla z jednego nastrzyku próbki.

Analizator posiada funkcję automatycznego odcięcia dopływu gazu nośnego po zakończeniu serii analiz

Oprogramowanie aparatu ciągle monitorowanie oraz rejestracje graficzną temperatur , ciśnienia, przepływów gazu a przede wszystkim graficzne przebiegi czasowe (piki) mierzonych sygnałów z detektora IR wraz z granicami całkowania pola piku.

Program umożliwia dokonywanie automatycznych testów szczelności globalnych oraz cząstkowych w poszczególnych fragmentach układu gazowego aparatu z wyświetleniem schematu układu i zaznaczeniem na nim odrębnym kolorem fragmentów układu sprawdzonych z pozytywnym skutkiem w innych testach, co umożliwia sukcesywne sprawdzanie kolejnych podzespołów

Po każdym pomiarze następuje ponowne zerowanie linii bazowej

Istnieje możliwość ręcznej korekty linii bazowej oraz całkowania piku w przypadku pików nakładających się

Przepływ gazu przez detektor stabilizowany jest za pomocą masowego regulatora przepływu

W zależności od aktualnej koncentracji węgla następuje samoczynne przyporządkowanie kanału pomiarowego o określonym krzywą kalibracyjną zakresie

Program użytkowy do obsługi i sterowania analizatorem umożliwia ponadto różne funkcje obliczeniowe i edycyjne jak :

- automatyczną kalibrację wielopunktową z roztworu podstawowego o stałym stężeniu,
- automatyczną kalibrację wielopunktową z roztworów o różnych stężeniach,
- przeprowadzenie automatycznej edycji próbek kalibracyjnych,
- wyliczanie krzywej kalibracyjnej liniowej, nieliniowej i mieszanej z możliwością optymalizacji współczynników korelacji krzywej,
- korekcję wyników dziennym współczynnikiem korekcyjnym, wyliczonym na podstawie próbek wzorcowych,
- odejmowanie wartości próbek ślepych,
- wyliczanie danych statystycznych (średnia, odchylenie standardowe),
- ręczną integrację piku i korekcję linii bazowej,
- zapamiętywanie danych pomiarowych i parametrów przebiegu analizy (temperatura, ciśnienie, przepływ gazu) oraz plików graficznych,
- eksport i import danych do MS Excel, Access, LIMS

Zgodność z normami	Normy europejskie EN 1484, ENV 12260, ISO 8245, EPA 415.1, DIN 38409, European Pharmacopoeia 6.0 vol. 1 (20244) 2008. p.71, US Pharmacopoeia NF USP 30(643)
Normy bezpieczeństwa	CE, ICE 1010, EMV
Zakresy pomiarowe	Węgiel : Dla VarioCube 0,1 do 60 000 ppm C (dla prób ciekłych) Dla VarioCubeTrace 0,1 do 25 000 ppm C (dla prób ciekłych) Azot : Dla detektora NDIR : 0,01 – 500 ppm N Dla detektora CLD : 0,02 – 200 ppm N
Zakresy detekcji	Węgiel Dla Vario Cube : +/- 6 µg/l (odchyl. Stand) Dla Vario Cube Trace : +/- 3 µg/l (odchyl. Stand) Azot : N: ± 0.02 mg/L SD (NDIR)
Dokładność (powtarzalność pomiarów)	precyzja oznaczeń węgla (względne odch. standardowe) RSD< 1% (przy zawartości węgla > 5 ppm C) precyzja pomiaru azotu całkowitego detektorem CLD (względne odch. standardowe) RSD <2% bei 10ppm RSD <5% bei 1ppm
Programowalna objętość nastrzyku	Vario TOC Cube 50 µl do 2000 µl Vario TOC z detektorem na niższe koncentracje węgla 200 µl do 4000 µl
Wymiary	55 x 42 x 55 cm (dł x szer x wys) – aparat podstawowy 55 x 42 x 75 cm (dł x szer x wys) – aparat podstawowy z autosamplerem
Waga	Ok 60 kg
Przepływ gazu nośnego	200 ml/min
Gaz nośny	Tlen o czystości 99,995% lub powietrze syntetyczne



AUTOMATYCZNY PODAJNIK DO PRÓBEK CIEKŁYCH

- 32 POZYCYJNY
- 50 POZYCYJNY
- 80 POZYCYJNY



AUTOMATYCZNY PODAJNIK DO PRÓBEK STAŁYCH

- 120 POZYCYJNY DLA PRÓBEK do 300 mg
- 80- POZYCYJNY DLA PRÓBEK STAŁYCH do 1 G

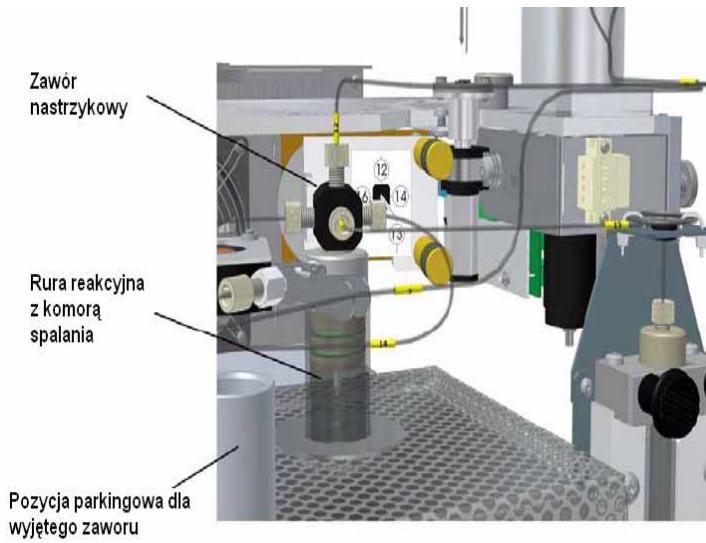
Stosowany również do próbek ciekłych o dużej wielkości cząstek, zawiesin, gęstych cieczy np. oleje, zamykanych w kapsułkach prasowanych



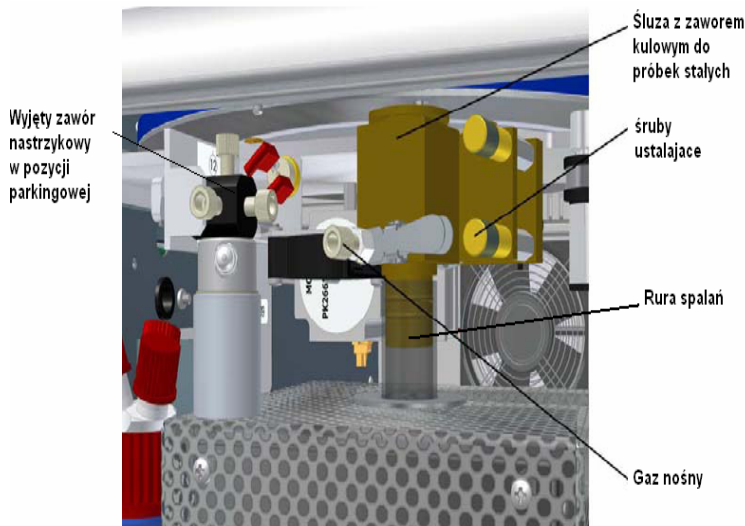
UNIKALNA KONCEPCJA SZYBKIEGO PRZEBROJENIA APARATU Z TRYBU OZNACZANIA PRÓBEK CIEKŁYCH DO OZNACZANIA PRÓBEK STAŁYCH BEZ DODATKOWYCH URZĄDZEŃ ZEWNĘTRZNYCH TYLKO 3 CZYNNOŚCI

- ZMIANA KARUZELI AUTOSAMPLERA
- ZMIANA RURY SPALAŃ
- ZAMIANA ZAWORU NASTRYKOWEGO NA ZAWÓR Z KULĄ DRAŻONĄ

DOSTĘP DO PODZESPOŁÓW Z 5-CIU STRON



**BEZPOŚREDNI NASTRZYK
PRÓBK PRZEZ ZAWÓR
CERAMICZNY DO KOMORY
SPALANIA**



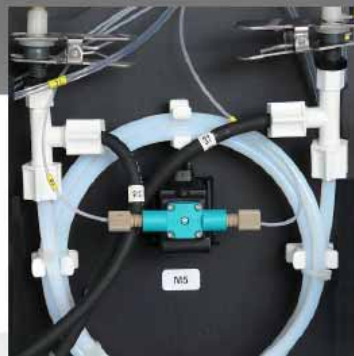
**SZYBKA WYMIANA ZAWORU
NASTRZYKOWEGO NA ZAWÓR
KULOWY DO PRÓBEK STAŁYCH**

**SYSTEM TRÓJSTOPNIOWEGO OSUSZANIA GAZÓW MIĘDZY RURĄ
REAKCYJNĄ A DETEKTOREM NDIR**

**KONDENSATOR
(CHŁODNICA)**

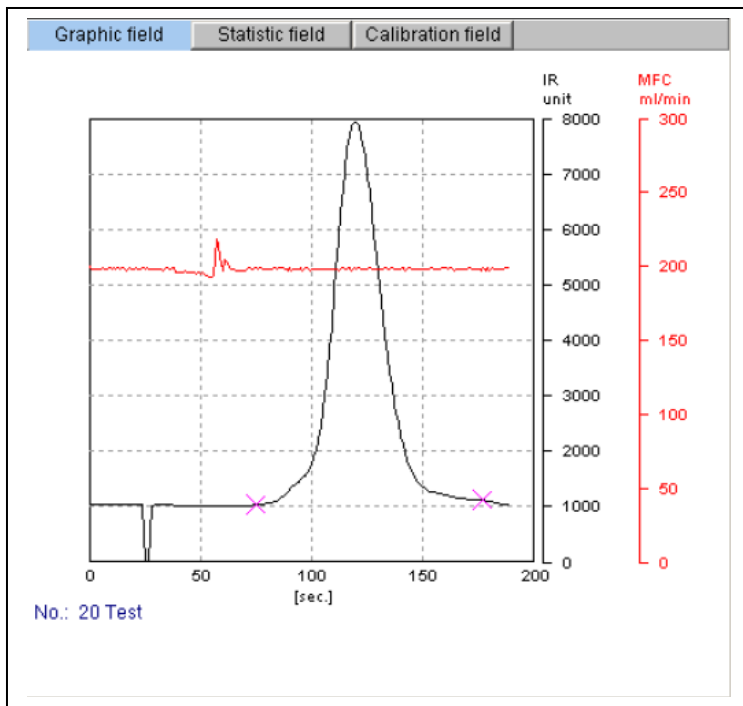


**Przeciwnądo
plukana
gazem
nośnym membrana
osuszająca**

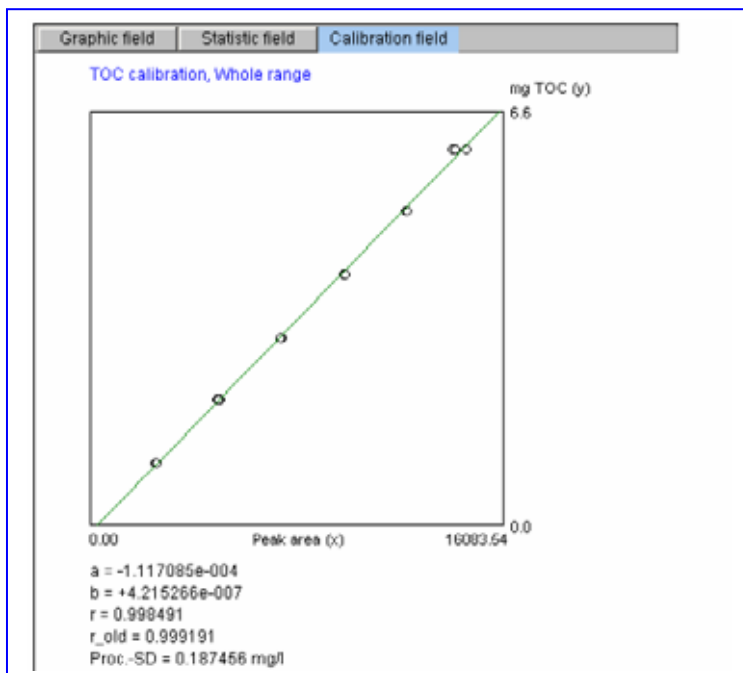


**OSUSZANIE
CHEMICZNE**





Podgląd przebiegu graficznego piku sygnału z detektora oraz przepływu gazu przez detektor



Możliwość wizualizacji krzywych kalibracyjnych z funkcją optymalizacji krzywej (przez eliminację punktów regresyjnych) i bieżącą oceną współczynnika regresji krzywej

Pole danych próbek (nazwa, nr pozycji podajnika, koncentracja, pole piku, metoda pomiaru komunikaty błędów)

Wybrane pole grafiki (przebiegi czasowy sygnałów i parametrów lub krzywa kalibracyjna lub statystyka)

Pole odczytowe parametrów aparatu : temperatury, ciśnienia, przepływu, napięcia sygnału, faza analizy

POMIARY CIECZY		TOC, TIC, TC [mg/l]*		POMIARY CIAŁ STAŁYCH		TC [%]*	
Woda czysta		TOC 0,069	±0,006	Osady rzeczna (Elba)		8,496	±0,136
Pomiary 10 Objętość 2 ml				Pomiary 5 Objętość 20 ml			
Woda pitna (Hanau)		TOC 0,634	±0,009	Rzeczne zawiesiny koloidalne (Elba)		5,396	±0,088
Pomiary 10 Objętość 0,6 ml				Pomiary 5 Objętość 20 ml			
Wody studzienne		TIC 20,04	±0,25	Wzorzec gleby (0,732% C)		0,714	±0,010
Pomiary 5 Objętość 0,8 ml		TC 21,53	±0,12	Pomiary 5 Objętość 20 ml			
Woda rzeczna (Elba)		TOC 39,10	±0,40	Wzorzec gleby (3,5% C)		3.514	±0,039
Pomiary 5 Objętość 0,8 ml				Pomiary 5 Objętość 20 ml			
Ścieki komunalne		TOC 27,96	±1,32	Kurz z filtrów		2,157	±0,040
Pomiary 5 Objętość 0,8 ml				Pomiary 3 Objętość 20 ml			
Ścieki z galwanizerni		TOC 3,776	±0,133	Langbeinit		34,23	±0,0034
Pomiary 10 Objętość 0,8 ml				Pomiary 3 Objętość 200 ml			
Woda morska (Morze czerwone)		TOC 0,858	±0,013	POMIARY AZOTU TN_b [mg/l]*			
Pomiary 10 Objętość 0,5 ml							
Solanka (36% NaCl / 1:1)		TOC 1,006	±0,022	Wzorzec mieszany NH ₄ /NO ₃		100	±0,3
Pomiary 20 Objętość 0,2 ml				Pomiary 6 Objętość 0,05 ml		Detector CLD	
Solanka (sole lecznicze)		TIC 112,0	±4,6	Woda morska (Walencia)		1,84	±0,25
Pomiary 5 Objętość 0,25 ml		TC 116,3	±2,9	Pomiary 8 Objętość 0,5 ml		Detector CLD	
Kwas solny (3,2%)		TOC 1,379	±0,033	Kwas azotowy (ok. 5%)		10,455	±450
Pomiary 20 Objętość 0,5 ml				Pomiary 12 Objętość 0,1 ml		Detector NDIR	
Ścieki przemysłowe		TOC 41,84	±0,81	Wzorzec (100 ppb)		0,091	±0,013
Pomiary 5 Objętość 0,25 ml				Pomiary 8 Objętość 2 ml		Detector NDIR	

* Koncentracja w [%]. Odchylenie standardowe w [%]

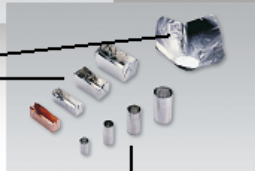
vario TOC cube

Przygotowanie próbek stałych i ciekłych do badania z autosamplerem do próbek stałych

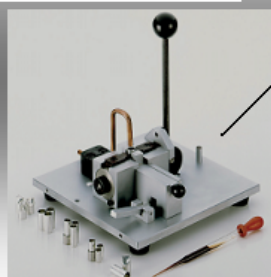
Tłocznik do kompaktowania próbek stałych w folii cynowej



Lódeczki i folia do próbek stałych



Kapsułki do próbek ciekłych



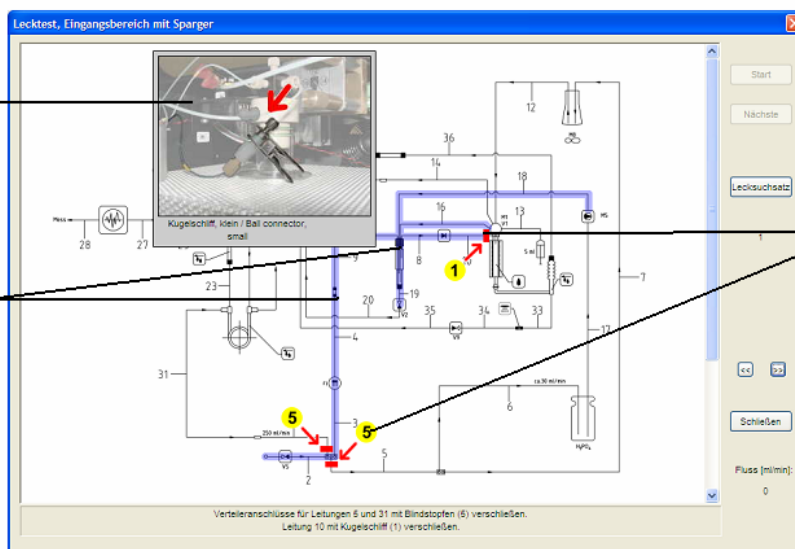
Prasa do gazoszczelnego zamykania próbek ciekłych, zawieszinowych, o gęstej konsystencji w kapsułkach

elementar

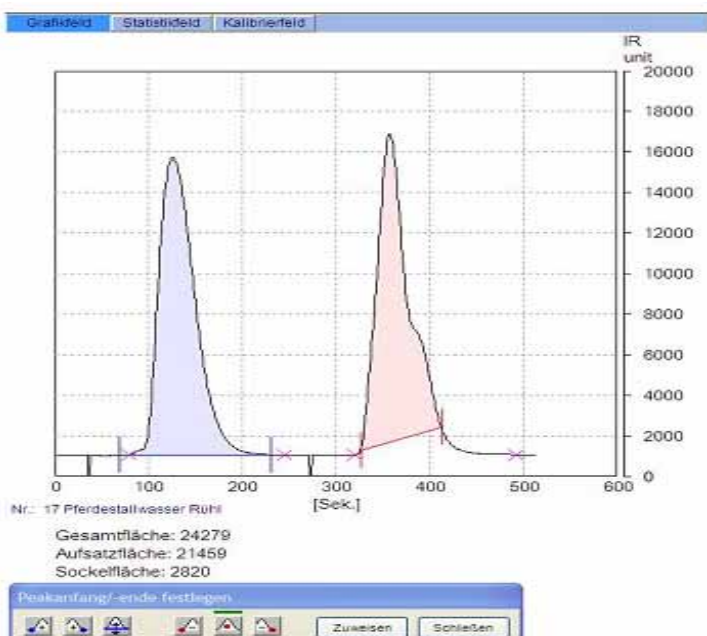
PROCEDURA AUTOMATYCZNEGO TESTU SZCZELNOŚCI Z WYŚWIETLENIEM SCHEMATU DIAGNOSTYCZNEGO APARATU I ZAZNACZENIEM SPRAWDZANEGO FRAGMENTU UKŁADU

Wizualizacja miejsca odcięcia, zamknięcia układu i użytych zaślepek i by-pasów

zaznaczenie aktualnie testowanego fragmentu układu



wskazanie miejsc odcięcia i zamknięcia układu



RĘCZNA LUB AUTOMATYCZNA INTEGRACJA PIKU

KOREKCJA LINII BAZOWEJ

ODEJMOWANIE PIKU

