

Автоматизированное определение точек плавления. MPA100 OptiMelt SRS.

MPA100 OptiMelt был специально разработан для обнаружения и определения точек плавления при полностью автоматическом режиме работы. Что отличает этот инструмент от конкурентов, это его зависимость от "встроенной цифровой камеры" и сложной цифровой обработки изображений (**DIP**) для обнаружения и определения точек плавления.

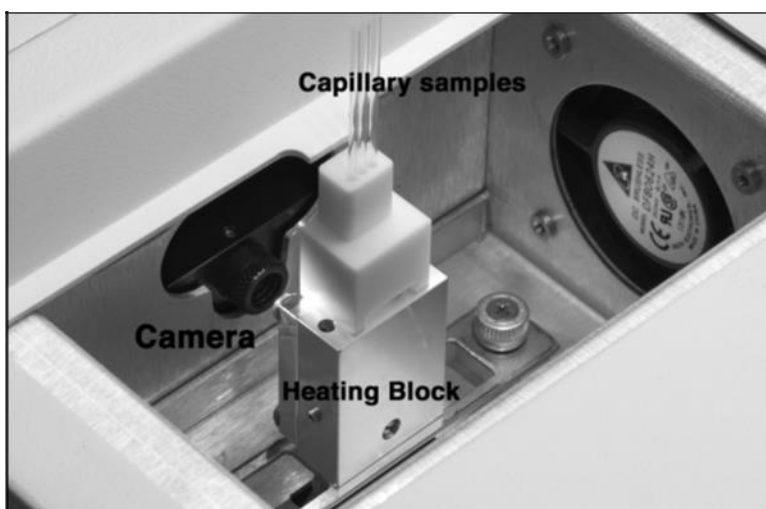


Рисунок 1. Вид на камеру нагрева OptiMelt. Встроенная камера "смотрит" на образцы; цифровой процессор обработки изображений вычисляет точки плавления и диапазоны плавления.

Очень важным преимуществом системы MPA100 OptiMelt является ее способность автоматически определять точки плавления при одновременной визуализации образцов. Если требуется, капилляры можно осмотреть в любое время, и точки плавления можно определить визуально. Выбор между трудоемким визуальным определением и более быстрым слепым автоматизированным методом исключен. Визуализация важна для цветных или проблемных образцов, для химиков, пытающихся воспроизвести опубликованные визуальные наблюдения и для химиков-синтетиков, создающих новые, промежуточные или экзотические соединения.



Рисунок 2. OptiMelt предлагает возможность автоматического определения температуры плавления при одновременной визуализации образцов.

Автоматизация дает значительные преимущества по экономии времени для рутинного определения точек плавления в производственных, исследовательских и образовательных учреждениях.

В этой статье описываются возможности автоматизации OptiMelt и сравнивается ее подход к цифровой визуализации с более примитивными методами оптической передачи и отражения, используемыми конкурентами.

Методы автоматизации

Большинство современных автоматизированных приборов для измерения температуры плавления полагаются на изменение оптических свойств твердых образцов во время нагрева для обнаружения и оценки диапазонов и точек плавления.

Существует три оптических метода, используемых для автоматического обнаружения переходов температуры плавления: 1) передача 2) отражение 3) цифровое изображение.

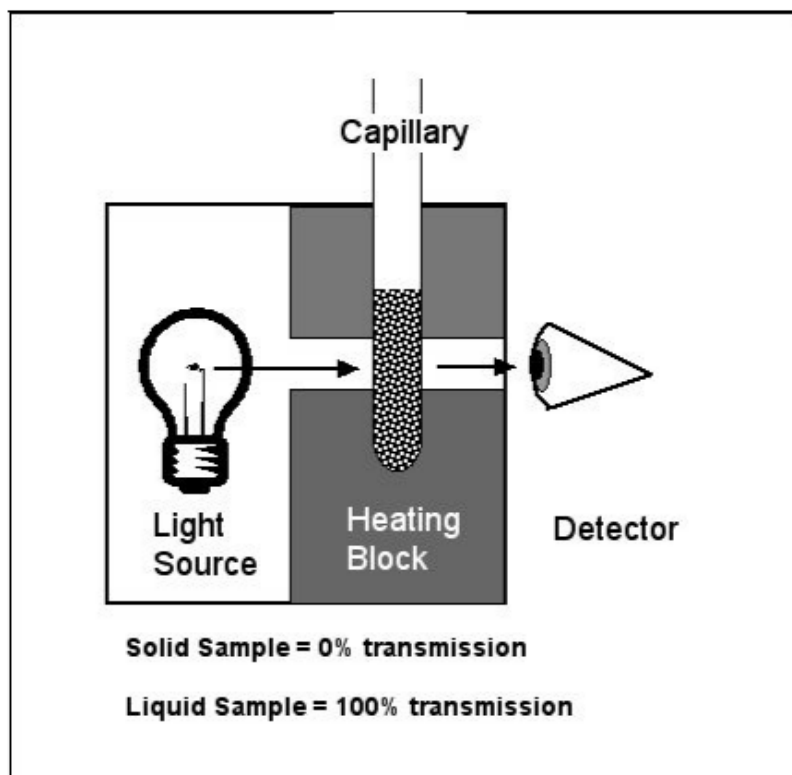


Рисунок 3. Схематическое представление метода передачи.

Принцип действия метода **передачи** прост. Капиллярная трубка, стоящая в нагревательном блоке, освещается спереди источником ИК-света (т. е. светодиодом). Небольшой световой канал, просверленный в металлическом блоке (непосредственно за капиллярной прорезью), оптически соединяет излучатель с фотодиодом, расположенным за нагревательным блоком. Твердый образец эффективно блокирует весь свет от попадания в фотоприемник (т. е. пропускание 0%). Во время процесса нагрева интенсивность света, измеряемая фотоэлементом, увеличивается. При определенном коэффициенте пропускания (обычно 40%) образец считается расплавленным. Диапазон плавления часто определяется путем измерения температур, при которых передача идет выше 10%, а затем снова, когда она достигает 90 % (Примечание: пороговые значения обычно программируются пользователем). Калибровка передачи обязательна и выполняется с помощью капилляра с твердым образцом (0 %), за которым следует пустая трубка (100%). Метод передачи требует, чтобы расплавленный образец не был непрозрачным, не подвергался разложению и чтобы сжатие (плотность) было равномерным от образца к образцу для получения хорошей воспроизводимости.

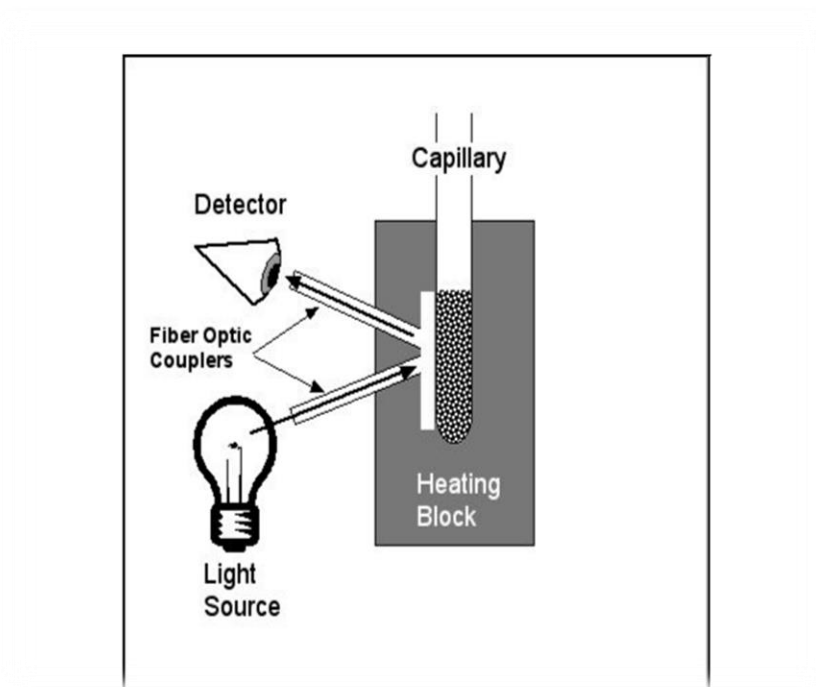


Рисунок 4. Схематическое представление метода отражения.

В установке **отражения** переход точки плавления обнаруживается путем измерения отраженного инфракрасного света. Источник света освещает переднюю грань образца в капилляре и свет, отраженный "кристаллами", регистрируется и измеряется фотоприемником. Для того чтобы термически отделить нагревательный блок от детектора и блокировать свет, отраженный от поверхностей, отличных от кристаллов, часто используется волоконная оптика для доставки света и сбора отраженного излучения. Темные, непрозрачные и разлагающиеся образцы часто совместимы с этим методом обнаружения.

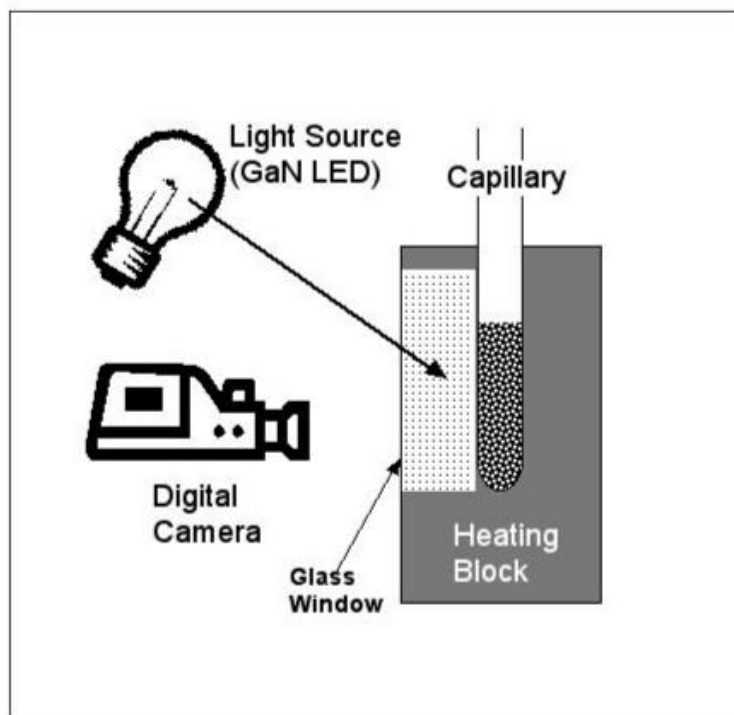


Рисунок 5. Схематическое представление метода цифровой визуализации.

Цифровая визуализация- это революционная схема обнаружения, присущая каждой системе MPA100 OptiMelt, производимой компанией Stanford Research Systems. Встроенная "цифровая камера" непрерывно захватывает в реальном масштабе времени изображения освещенных образцов по всей нагревательной рампе, а сложная технология цифровой обработки изображений (DIP) обнаруживает и определяет точки плавления на основе анализа сохраненных изображений. Неиспользуемые точки плавления и диапазоны температур плавления, определяемые системой OptiMelt, естественным образом соответствуют вашим визуальным наблюдениям и обеспечивают значительное улучшение по сравнению с данными, получаемыми устройствами, использующими оптические методы передачи и отражения. Камера с высоким разрешением может легко обнаруживать и интерпретировать мельчайшие изменения оптических характеристик образцов в капиллярах таким же образом, как и ваши собственные глаза. Это эффективно устраняет необходимость присутствия пользователя во время анализа и позволяет избежать субъективности, которая часто ассоциируется с каждым визуальным определением температуры плавления. Цветные, непрозрачные и термически лабильные образцы часто могут быть проанализированы таким образом.

Три метода автоматизации, описанные выше, в целом хорошо согласуются с визуальными наблюдениями за точной температурой четкой точки. Однако, поскольку для обнаружения изменения объемных оптических свойств требуется значительное изменение внешнего вида образца, схемы автоматизации пропускания и отражения

часто завышают начальную температуру. Эта ошибка в определении точки начала процесса приводит к получению отчета о сниженном диапазоне плавления, что вызывает озабоченность при анализе чистоты и контроле качества.

Поскольку определение температуры расплава традиционно основывается на визуальном наблюдении за изменениями физического вида твердых образцов, наиболее очевидным и естественным подходом к автоматизации является цифровая визуализация. Полезная аналогия, часто используемая для иллюстрации ограничений техники передачи, описывает эту методологию как попытку наблюдать за деятельностью внутри большой комнаты, подглядывая через замочную скважину. Ограниченное поле зрения, обеспечиваемое такой маленькой апертурой, естественно, ограничивает вашу способность наблюдать за всем, что происходит, и уменьшает вашу способность делать точные выводы. В то же время цифровая камера высокого разрешения, правильно расположенная в той же комнате, без проблем наблюдала бы за всем происходящим. Другая аналогия, используемая для метода отражения, сравнивает отсутствие детализации в сигналах объемного отражения с наблюдением расплавов через вощеную бумагу. Важные детали, такие как точки спекания, сублимации и точная точка начала могут быть потеряны без детального представления о тонких изменениях, которые могут иметь место в ваших образцах.

Графики расплава

Чтобы обеспечить отображение изменений, наблюдаемых цифровой камерой в режиме реального времени, во время анализа можно построить графическое представление “процесс плавления в зависимости от температуры”.

Графики (называемые графиками расплава в документации OptiMelt) представляют собой упрощенное представление процесса плавления, рассчитанного цифровым процессором обработки изображений, и хранятся в памяти как часть каждого окончательного отчета. Графики расплава могут отображаться во время и после расплава на передней панели прибора или на экране компьютера (с помощью прилагаемого программного обеспечения Melt View и USB-подключения к главному компьютеру). Цифровой процессор обработки изображений использует рассчитанные графики расплава для обнаружения начала, мениска и четких точек на основе программируемых пользователем пороговых значений (например, начальный%, четкий % и одиночный%), хранящихся во внутренней памяти OptiMelt.

Графики расплава -это общие графики, обычно используемые для анализа изменений, наблюдаемых камерой во время теста и для точной настройки параметров автоматизации (т.е. порогов обнаружения), чтобы лучше соответствовать визуальным и автоматическим определениям. Графики расплава также прилагаются ко всем печатным отчетам для проверки ваших результатов анализа на соответствие GLP.

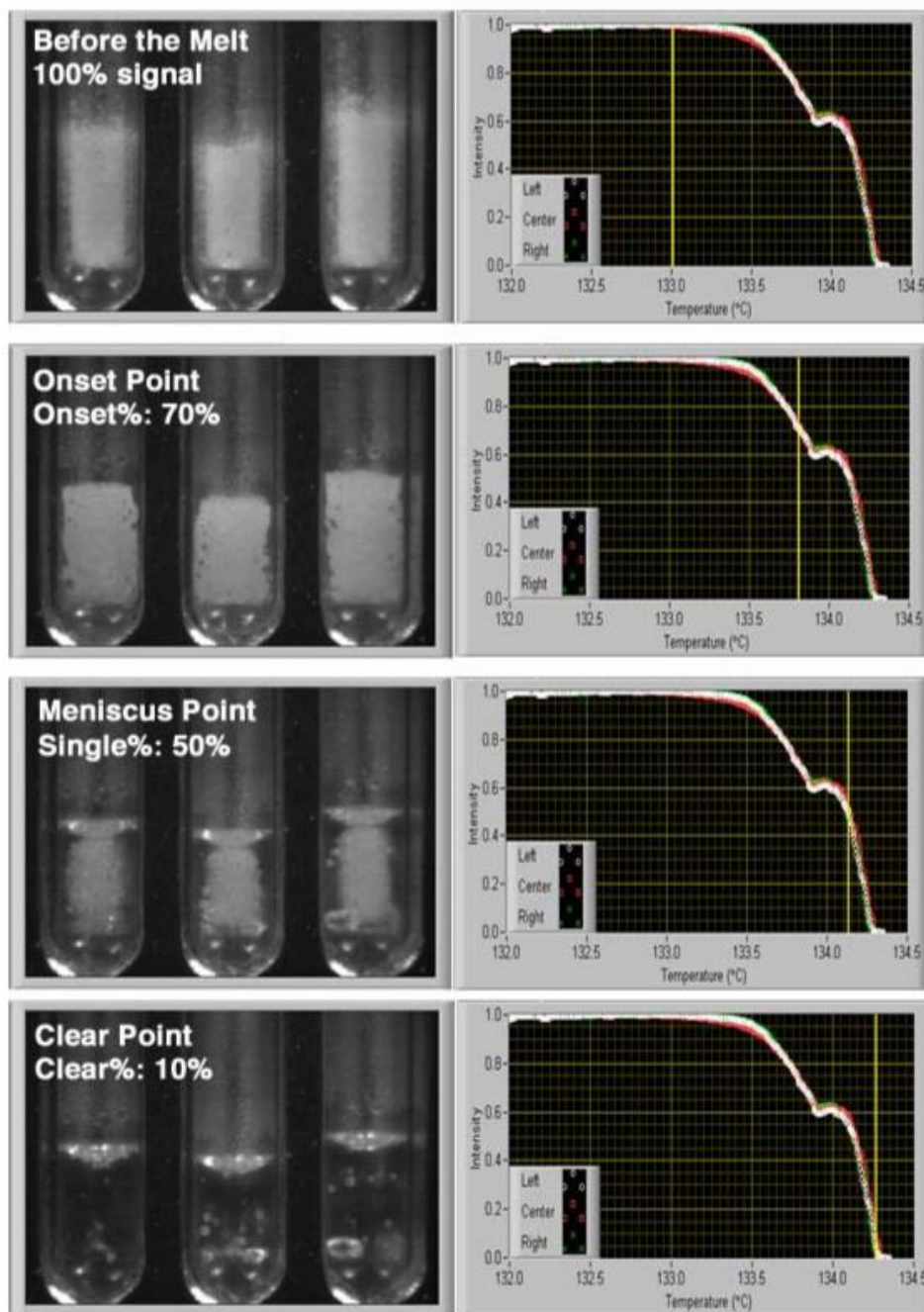


Рисунок 6. Графики расплава обеспечивают упрощенное представление процесса расплава. Пороговые значения назначаются для начала, мениска и четких точек и

используются цифровым процессором обработки изображений для автоматизированного определения.

Три наиболее важных качества графиков расплава, которые справедливы для большинства хорошо определяемых химических веществ, заключаются в том, что их пороги обнаружения (1) очень детерминированы, (2) независимы от конструкции и (3) разделяются образцами, которые ведут себя подобным образом во время расплава. Например, большинство белых образцов, которые плавятся без разложения, имеют сходные графики расплава и пороги обнаружения.

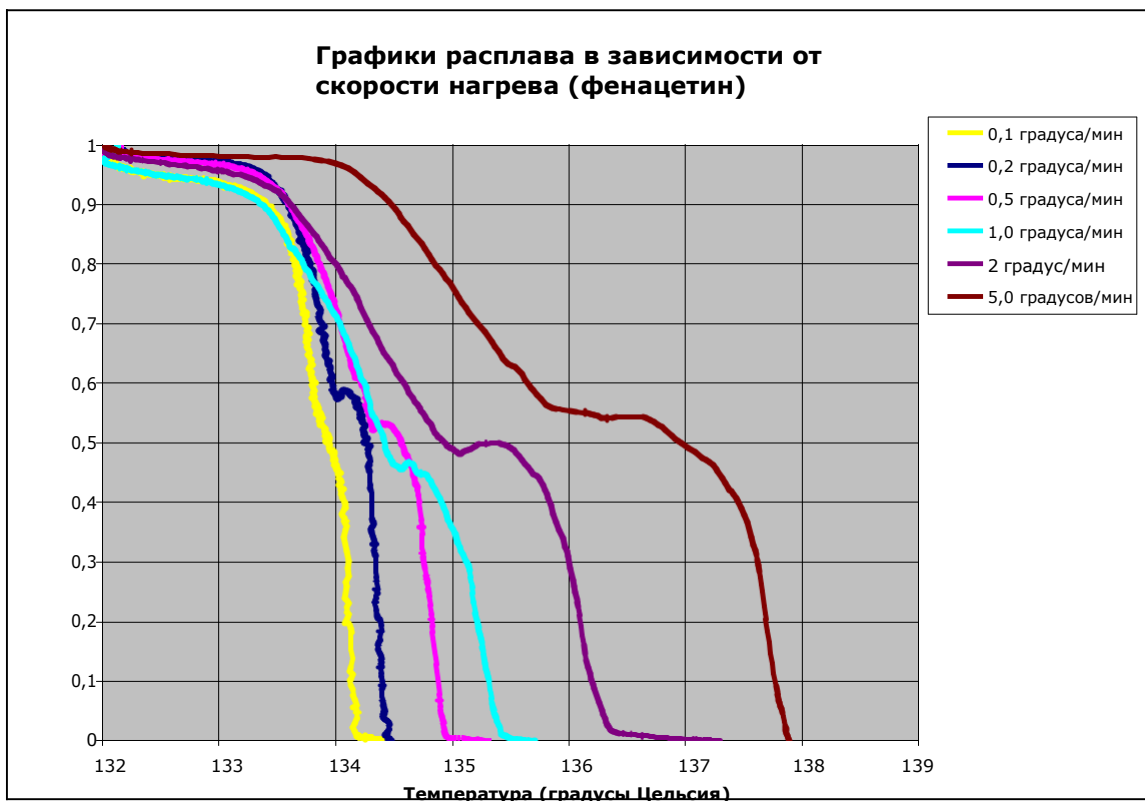


Рисунок 7. График расплава для фенацетина в зависимости от скорости нагрева.

Воспроизведение Расплава (Программное обеспечение MeltView)

Образцы изображений, снятых цифровой камерой OptiMelt (которые используются цифровым процессором обработки изображений для определения неучтенных точек плавления и диапазонов), также доступны для передачи в реальном времени на ПК через интерфейс USB.

Программный пакет MeltView, поставляемый вместе с вашим устройством OptiMelt, может обрабатывать передачу изображений в реальном времени, позволяя вам отображать и хранить цифровые изображения образцов с высоким разрешением (включая соответствующую информацию, такую как температура, время и дата) на экране вашего компьютера во время анализа. Все образцы изображений, передаваемые на компьютер, объединяются в единый пакет и автоматически сохраняются на жестком диске компьютера после завершения тестирования. Эта возможность обеспечивает наиболее мощную и окончательную инфраструктуру документации, доступную из любого коммерческого прибора для определения точки плавления. Сохраненные изображения могут быть вызваны в любое время, а расплавы можно воспроизводить кадр за кадром или как фильм, просто перемещая курсор вперед и назад с помощью мыши. Возможность воспроизвести тестовый фильм постфактум является бесценным инструментом для документации GLP, точной настройки результатов и лабораторных демонстраций в образовательных учреждениях.

Сочетание превосходного разрешения изображения, высокого увеличения и возможности осторожно перемещаться назад и вперед по состоянию расплава, обеспечивает значительно повышенную точность по сравнению с визуальными определениями. Возможность отображения расплава так, чтобы его могли видеть сразу несколько человек, делает программный пакет MeltView идеальным для преподавания и чтения лекций.