



República Federativa do Brasil
Ministério da Economia
Instituto Nacional da Propriedade Industrial

(11) BR 102012020682-0 B1



(22) Data do Depósito: 17/08/2012

(45) Data de Concessão: 14/04/2020

(54) Título: MÉTODO DE VALIDAÇÃO DE UMA MEDIDAÇÃO DE CARBONO ORGÂNICO TOTAL EM UMA AMOSTRA DE ÁGUA, E, ANALISADOR E PRODUTO DE PROGRAMA CONFIGURADO PARA REALIZAR O MESMO

(51) Int.Cl.: G01N 33/18; G01N 1/10.

(30) Prioridade Unionista: 19/08/2011 US 61525530.

(73) Titular(es): HACH COMPANY.

(72) Inventor(es): COLLIER, MATTHEW GRANT; GARVIN, ROBERT LEE; STANGE, TERRY GENE.

(57) Resumo: MÉTODO DE VALIDAÇÃO DE UMA MEDIDAÇÃO DE CARBONO ORGÂNICO TOTAL EM UMA AMOSTRA DE ÁGUA , ANALISADOR, E, PRODUTO DE PROGRAMA PARA VALIDAR UMA MEDIDAÇÃO DE CARBONO ORGÂNICO TOTAL EM UMA AMOSTRA DE ÁGUA USANDO UM ANALISADOR Um aspecto provê um analisador para validar uma medidação de carbono orgânico total em uma amostra de água , incluindo : um ou mais processadores; e instruções de programa de armazenamento na memória, incluindo: instruções para medir uma quantidade de carbono orgânico total em uma primeira amostra de água usando e obtendo uma primeira medidação do mesmo; instruções para identificar um evento de excursão potencial quando uma quantidade de carbono orgânico total da primeira amostra está acima de um limiar predefinido, instruções para capturar uma segunda amostra de água em um frasco respondente à detecção do evento de excursão potencial; instruções para introduzir a segunda amostra no analisador; instruções para medir a quantidade de carbono orgânico total na segunda amostra usando o analisador e obter uma segunda medidação do mesmo ; e instruções para comparar a primeira medidação e a segunda medidação. Outros aspectos são descritos e reivindicados.

“MÉTODO DE VALIDAÇÃO DE UMA MEDAÇÃO DE CARBONO ORGÂNICO TOTAL EM UMA AMOSTRA DE ÁGUA, E, ANALISADOR E PRODUTO DE PROGRAMA CONFIGURADO PARA REALIZAR O MESMO”

REIVINDICAÇÃO DE PRIORIDADE

Este pedido reivindica a prioridade para pedido provisório US 61/525, 530, depositado em 19 de agosto de 2011 e intitulado “METHOD AND APPARATUS FOR CAPTURING AND RESTING AN ONLINE TOC EXCURSION SAMPLE”, que é incorporado por referência aqui em sua totalidade.

ANTECEDENTES

Carbono orgânico total (TOC) é a quantidade de carbono ligado em um composto orgânico. TOC, que é tipicamente medido por parte por trilhão (ppt) a partes por milhão (ppm) de carbono, é frequentemente usado como um indicador não específico de qualidade ou de limpeza da água. Isto é, para números maiores de TOC, quanto maior o número de contaminantes orgânicos potenciais existindo dentro da água, e quanto menor o TOC, menor o número de contaminantes orgânicos potenciais existindo na água.

Todos os analisadores de TOC têm em comum o propósito de oxidar ou decompor contaminantes orgânicos dentro de uma amostra de água para criar dióxido de carbono (CO_2) e subsequente medição de CO_2 , usando métodos de detecção de NDIR ou condutividade. No caso de baixos níveis de TOC (ppt a baixas ppm), uma abordagem convencional para determinar a quantidade de TOC em uma amostra de água pode incluir oxidação de carbono orgânico em CO_2 , usando luz ultravioleta (UV) e medição da condutividade da água antes e após esta etapa de oxidação. A mudança em condutividade é então convertida para um valor de TOC usando vários algoritmos baseados em dados

conhecidos de condutância e de temperatura para os produtos condutivos.

Existem muitas aplicações para instrumentos capazes de medir a quantidade de TOC em água. Por exemplo, na indústria farmacêutica, é importante ter níveis ultra-baixos de TOC. Assim, os fabricantes regularmente monitoraram os níveis de TOC na água usada para produzir produtos farmacêuticos e/ou para limpar o equipamento de produção.

Sistemas de água ultrapurificada são tipicamente projetados para monitorar continuamente a condutividade ($\mu\text{S}/\text{cm}$) e níveis de TOC (ppbC) da água produzida por esses sistemas. Um exemplo de um analisador de TOC contínuo *on-line* (em linha) é o analisador de TOC ANATEL PAT700 vendido pela Hach Company of Loveland, CO. ANATEL é uma marca registrada da Hach Company nos Estados Unidos e em outros países.

O analisador de TOC ANATEL PAT700 existente, equipado com o Onboard Automated Standards Introduction System (sigla OASIS) permite a calibração do analisador retirando pequenas alíquotas de frascos de padrões inseridos no instrumento. Amostras tomadas a partir de outras partes do sistema de água também podem ser coletadas e inseridas manualmente para testes usando este analisador. As amostras ou os padrões tomados são extraídos através de uma agulha para uma célula de oxidação interna onde são expostas à luz UV e decompostas em dióxido de carbono. Uma agulha de ventilação permite que a amostra de água seja extraída para dentro do analisador (fora do frasco) sem criar vácuo no interior do frasco.

Além de atuar como uma entrada para amostras, OASIS também pode atuar como uma saída de amostra, extraíndo a água a partir de uma fonte *on-line* e injetando em frascos vazios instalados no analisador, permitindo assim que a coleta de uma amostra de água a partir do processo para testar em seu local (laboratório) para confirmação. Neste caso, o analisador OASIS existente pode ser configurado para usar um recurso de captura de excursão e

- validação, permitindo ao analisador capturar uma amostra de água a partir do sistema UPW quando um alarme, definido pelo usuário, de TOC elevado ou condutividade ocorre durante a monitoração *on-line*. Com esse recurso selecionado, o instrumento irá encher um frasco de plástico ou vidro com água de amostra de excursão essencialmente imediatamente após o alarme. O processo de enchimento usa a pressão da conexão do sistema de água para retro-lavar e encher o frasco que é inserido no sistema em um modo invertido (ou substancialmente invertido). O frasco, que contém um septo na tampa, é inserido em um compartimento do frasco de um modo invertido de tal modo que as agulhas (agulha de entrada/saída de água (transmitindo) e agulha de ventilação) perfurem o septo.

No caso em que o analisador detecta uma condição de excursão e/ou potencial que indica que a condutividade, TOC ou outro parâmetro de água está fora de uma faixa aceitável, o analisador ativa alarmes para notificar a instalação de água ou de produção. O analisador também coleta automaticamente uma amostra de água do sistema.

A amostra de água pode então ser medida *off-line* (fora de linha). Uma medição *off-line* tipicamente envolve o transporte da amostra de água coletada a partir dos sistemas de água ultra-purificada de interesse para um laboratório para análise.

Pelo menos dois possíveis problemas surgem quando conduzindo tais testes *off-line*. Em primeiro lugar, o momento em que a amostra de água é testada mais provavelmente não irá se alinhar com a ocorrência da excursão em tempo real se originando dentro do sistema de água ultrapurificada. Por exemplo, minutos, horas ou mesmo dias poderiam passar depois a excursão ocorreu e a amostra de água foi coletado e antes de ser testada no laboratório. Nesse ponto, a excursão pode ter desaparecido e as condições da água podem ter voltado ao normal. Isso pode resultar em dúvidas sobre a

precisão e confiabilidade do sistema de monitoramento e/ou levar a problemas não resolvidos com relação à qualidade da água.

Em segundo lugar, a coleta da amostra pode introduzir contaminantes adicionais para a água - quer a partir de contaminantes residindo

5 no vaso de coleta (tipicamente um frasco de vidro ou de plástico) ou quer a partir de materiais orgânicos de origem no ar, aos quais a amostra de água pode ser exposta durante a coleta. Por exemplo, pessoal de laboratório pode accidentalmente entrar em contato com a amostra de água durante a coleta e causar contaminação. Tal contaminação do TOC adicional pode ser de alguns
10 ppbC ou pode ser várias centenas de ppbC. Nestas situações, é impossível diferenciar o TOC real do sistema de água do TOC que contribuiu para a contaminação subsequente da amostra. Se o TOC medido for muito elevado (por exemplo, maior do que 500 ppbC), a água ultra-purificada não pode ser usado para produzir produtos farmacêuticos e/ou limpeza de tal equipamento.

15 Outro problema potencial com analisadores existentes inclui a incapacidade de encher completamente o frasco de coleta com água. Porque o frasco não enche completamente com água, pode haver um volume insuficiente de água para testar adequadamente a amostra.

BREVE SUMÁRIO

20 A fim de superar estes problemas, um frasco para uso com um analisador de água é capaz de ser cheio completamente quando o analisador indica que uma excursão potencial dentro de um sistema de água existe. Em resumo, uma forma de realização do frasco inclui um corpo de frasco principal, e uma tampa de frasco acoplável ao corpo principal do frasco em que a tampa
25 do frasco inclui uma porção principal tendo uma abertura no mesmo, um septo dimensionado para cobrir referida abertura e se ajustar dentro de uma cavidade interna da tampa do frasco, e um tubo de ventilação disposto dentro da cavidade interna da tampa do frasco.

A inclusão do tubo de ventilação dentro do interior da cavidade da tampa do frasco e/ou do frasco permite ao frasco encher completamente com água, particularmente quando o frasco é cheio enquanto está invertido. O tubo de ventilação permite que ar no interior do frasco escape enquanto a água está entrando no frasco, reduzindo assim a pressão no interior do frasco.

Também se descreve aqui um método *on-line* de validar se o analisador corretamente determinou uma excursão. Este método de validação *on-line* oferece aos seus usuários informações em tempo real quanto a saber se é necessário tomar uma ação corretiva para o sistema de água ou se a excursão inicialmente detectada era uma anomalia ou um alarme falso.

Um método de validação de uma amostra de captura de excursão compreende: detectar um evento de excursão com um analisador; capturar uma amostra de excursão em um frasco de captura de excursão respondente à detecção do evento de excursão; reintroduzir a amostra de excursão no frasco de captura de excursão em uma câmara de medição do analisador; e validar a amostra de excursão por análise da amostra de excursão na câmara de medição.

O acima é um sumário e, portanto, pode conter simplificações, generalizações e omissões de detalhes; consequentemente, os versados na arte irão notar que o sumário é apenas ilustrativo e não se destina a ser de qualquer forma limitativo.

Para uma melhor compreensão das formas de realização, juntamente com outras características e vantagens das mesmas, é feita referência à seguinte descrição, tomada em conjunto com os desenhos anexos. O escopo da invenção será apontado nas reivindicações anexas.

25 BREVE DESCRIÇÃO DAS VÁRIAS VISTAS DOS DESENHOS

Figura 1 ilustra exemplos dos frascos de captura de excursão.

Figura 2 ilustra um frasco de captura de excursão de exemplo.

Figura 3 ilustra uma vista explodida de um frasco de captura de

excursão de exemplo.

Figura 4 ilustra um frasco de captura de excursão de exemplo em um compartimento do frasco de um analisador de TOC.

Figura 5 ilustra capturas em tela de exemplo de uma interface analisador usuário.

Figura 6 ilustra um método de exemplo de validação de uma amostra de excursão.

Figura 7 ilustra um circuito de analisador de exemplo.

DESCRICAÇÃO DETALHADA

10 Será facilmente entendido que os componentes das formas de realização, tal como geralmente descritas e ilustradas nas figuras, podem ser dispostas e projetadas em uma grande variedade de configurações diferentes, além das formas de realização exemplares descritas. Assim, a seguinte descrição mais detalhada das formas de realização de exemplo, como 15 representado nas figuras, não se destina a limitar o escopo das formas de realização, tal como reivindicado, mas é apenas representativa de formas de realização de exemplo.

Referência em todo este relatório a "uma forma de realização" ou "na forma de realização (ou similar) significa que um recurso, estrutura, ou 20 característica determinado ou descrito em conexão com a forma de realização é incluído em pelo menos uma forma de realização. Assim, as ocorrências das frases "em uma realização" ou "na forma de realização" ou similar em vários locais deste relatório não são necessariamente todas referentes à mesma forma de realização.

25 Referência em todo este relatório a "excursão" significa uma mudança inesperada ou perturbação dos valores normais ou típicos de TOC normal e/ou condutividade em um sistema de água. Excursões podem ser causadas por rupturas orgânicas no sistema de água e mais frequentemente

causam um aumento temporário (horas a dias) em níveis de TOC ou condutividade.

Referência em todo este relatório para uma "amostra de excursão" significa uma amostra de água coletada durante o evento ou ocorrência de uma excursão de TOC e/ou condutividade no sistema de água.

Referência em todo este relatório a "excursão em tempo real" significa o tempo real durante o qual um evento de excursão no sistema de água ocorre ou acontece.

Referência em todo este relatório a "*on-line*" significa que um analisador de TOC ou instrumento analítico de água está diretamente conectado a um sistema de água permitindo ao analisador amostrar água de uma corrente lateral, ramificação ou adaptação em "T" com a finalidade de uma medição de água em tempo real. As medições *on-line* são muitas vezes sinônimas de medição de processo ou em processo.

Referência em todo este relatório a "*off-line*" significa um analisador de TOC ou outro instrumento analítico que está fisicamente separado ou não co-localizado com o sistema de água. As medições *off-line* são muitas vezes sinônimas de medição de laboratório.

Referência em todo este relatório para um "septo" significa uma divisão ou membrana ou membro de vedação. Por exemplo, em formas de realização descritas no presente relatório, um septo que veda uma porção de um frasco é descrito e divisões no interior de um frasco a partir do exterior do frasco. Além da função de vedação, um septo pode ser perfurado (por uma agulha) para permitir a transferência de fluido entre o interior e o exterior dos frascos ou vice-versa.

Referência em todo este relatório para "validar" ou "validando" significa confirmar, comprovar ou verificar.

Além disso, as características descritas, estruturas ou

características podem ser combinadas de qualquer modo apropriado, em uma ou mais formas de realização. Na descrição seguinte, numerosos detalhes específicos são dados para dar uma compreensão completa de formas de realização de exemplo. Um versado na arte relevante irá reconhecer, no entanto, que várias formas de realização podem ser praticadas sem um ou mais dos detalhes específicos, ou com outros métodos, componentes, materiais, etc. Em outros exemplos, estruturas, materiais, ou operações bem conhecidos não são mostrados e descritos em detalhes. A descrição que se segue destina-se apenas a título de exemplo, e simplesmente ilustra algumas formas de realização de exemplo.

Em um sistema já existente, por exemplo, um analisador de TOC ANATEL PAT700, a agulha de ventilação não permite que os frascos enchem completamente. Assim, uma forma de realização provê um tubo de queda de ventilação ou inserção de ventilação para o frasco de modo a facilitar a ventilação de tal modo que o frasco possa ser cheio completamente ou substancialmente completamente.

Além disso, uma forma de realização provê um processo automatizado para testar as amostras de excursão capturadas na mesma câmara de oxidação do analisador, eliminando várias fontes de erro potenciais em tais análises. Por exemplo, uma vez que a amostra é capturada, a amostra de excursão pode ser re-extraída para o analisador de TOC e analisada novamente para validação, usando a mesma câmara de análise ou medição. Se os resultados de TOC ou condutibilidade ainda excedem os níveis definidos pelo usuário, a amostra excursão foi validada e o usuário pode se sentir confiante de que o analisador de TOC mediu com precisão a amostra e resultados elevados não são simplesmente um funcionamento incorreto do instrumento ou o resultado de contaminação externa.

Uma realização prevê a coleta automática (em série ou em

- paralelo) de amostras de excursão múltiplas. Por exemplo, além de validar os resultados da excursão através da re-introdução e teste da amostra no analisador a partir de um frasco de excursão, o analisador pode capturar outra(s) amostra(s) de excursão em outros frascos e armazenar a(s) amostra(s)
- 5 adicional(s) para testes adicionais, tais como teste *off-line* (em laboratório), conforme necessário. Nenhuma contaminação externa adicional é introduzida na primeira amostra de excursão reintroduzida no analisador porque a interface amostra/instrumento nunca é rompida, eliminando o risco de exposição da amostra a contaminantes orgânicos de origem no ar.
- 10 Uma forma de realização provê assim um analisador que permite a captura automática de uma amostra de excursão a partir de um sistema de água após exceder um limiar de TOC ou condutividade, em vez de ser capturada manualmente por pessoal treinado após uma condição de alarme. Além disso, uma forma de realização permite que os frascos de excursão sejam cheios
- 15 completamente ou substancialmente completamente através da inclusão de um recurso de ventilação adicional. Além disso, uma forma de realização permite uma análise *off-line* mais precisa eliminando substancialmente o espaço de ar ou "espaço livre" no frasco. Eliminando o espaço livre impede-se que contaminantes orgânicos dissolvidos na amostra se dividam em porções na fase
- 20 gasosa (evaporando para o espaço de ar acima do líquido). Além disso, um método de captura automática de uma amostra de água durante um evento de excursão elimina a necessidade de pessoal de a instalação estar disponível para localizar e solucionar os problemas do sistema de água. Com a amostra capturado, validada, re-validada (se necessário ou desejado), e amostras
- 25 adicionais capturadas, os usuários podem esperar investigar essas excursões quando é conveniente ao invés de tratar estas situações como emergência. Testes de qualidade em tempo real e resposta no ponto de produção acrescenta qualidade ao processo. Formas de realização, portanto,

também proporcionam sistemas que permitem um a adesão mais fácil com as regras das agências reguladoras.

A descrição agora se volta para as figuras. Deve ser notado que as figuras ilustram formas de realização de exemplo não limitativo.

5 Com referência à Figura 1(A-B) e 2 A-C), para permitir que um frasco 100 cheio com água de excursão seja capturado, a tampa do frasco 106 incorpora um tubo de queda de ventilação interna ou inserto 105 ("tubo de ventilação"), efetivamente estendendo a agulha de ventilação 103 para o "topo" do frasco 100 (com o entendimento de que o "topo" do frasco invertido é o fundo do frasco quando posicionado na vertical). Isto permite que o frasco 100 encha completamente até atingir o nível do topo eficaz da agulha de ventilação 103, com o tubo de ventilação 105 tornando o topo efetivo, como ilustrado na Figura 1B. Por comparação, a Figura 1A ilustra um frasco de 100 faltando um tubo de ventilação 105. Deve-se notar completamente que, embora o frasco 100 seja referido como um frasco de captura de excursão, ele pode servir outras funções, tais como um frasco de padrões, contanto que a estrutura seja compatível com a descrita aqui.

Além disso, a estrutura de tampa 106 pode incluir abas de alinhamento e orientação 108 para ajudar no alinhamento durante a inserção no analisador de TOC (figuras 2 e 4). A tampa 106 permite o enchimento completo do frasco nas taxas de fluxo especificadas do sistema de água, e proporciona uma vedação através de septo 104.

Como ilustrado na Figura 2 (B-C), o tubo de ventilação 105 estende-se desde o septo 104 para uma posição perto do fundo do frasco 100 (com o frasco em posição ereta). Consequentemente, quando invertido e inserido no analisador de TOC (Figura 4), o frasco invertido é provido com um tubo de ventilação 106 que tem uma vedação de extremidade fixada ao septo 104 e outra extremidade que permite a entrada de ar para dentro do tubo de

ventilação 106 em uma posição próxima do topo do frasco 100 (na posição invertida). Isto permite que o fluido de excursão (por exemplo, água com um teor de TOC que dispara uma coleta de amostras de excursão) para encher o frasco no nível do tubo de ventilação 106, isto é, um enchimento 5 substancialmente completo do frasco 100.

Uma vista explodida é apresentada na Figura 3. No exemplo da Figura 3, a tampa 106 contém furos ou aberturas de agulha (furo da agulha de ventilação é especificamente identificado em 107) para facilidade de inserção do líquido e agulhas de transmissão de ventilação (102, 103, respectivamente) 10 do analisador de TOC aqui.

A tampa 106 pode também conter uma guia de alinhamento 108 para assegurar que o frasco somente se ajusta em um compartimento de frasco correspondente (101 da Figura 1 e Figura 4) do analisador de TOC. Assim, a tampa 106 pode ser provida com uma ou mais abas de alinhamento 108 de tal modo que o frasco será apenas ajustado no compartimento do frasco 101 na orientação correta. Isto também facilita o alinhamento apropriado das agulhas 102, 103 com os seus respectivos orifícios na tampa 106. Assim, a agulha de ventilação 103 irá necessariamente ser alinhada com o orifício de ventilação da agulha 107 da tampa 106 em virtude da aba de alinhamento 108 se ajustar em 15 compartimento de frasco 101 correspondentemente conformado do analisador de TOC.

Além disso, ilustra-se na Figura 3 o septo 104 e tubo de ventilação 105. Semelhante à tampa 106 e aba de alinhamento 108 do mesmo, o tubo de ventilação 105 pode conter aba(s) de alinhamento 109 para assegurar que o 20 tubo de ventilação 105 é alinhado de modo apropriado com o orifício da agulha de ventilação 107 sobre o conjunto. O tubo de ventilação 105 pode ser ajustado em posição dentro de uma porção interna da tampa 106, alinhando a aba de alinhamento do tubo de ventilação 109 com uma ranhura correspondente no

interior da tampa 106. Assim, o tubo de ventilação 106 pode ser ajustado em posição dentro do interior da tampa 106, ensanduichando o septo 104 entre o tubo de ventilação 105 e a tampa 106. O septo pode compreender um material à base de silicone com uma camada de TEFLON posicionada sobre uma face oposta do septo 104 com relação ao interior da tampa 106. O septo 104 pode ser mantido em posição através de meios mecânicos (por exemplo, ensanduichado entre o tubo de ventilação 104 e a tampa 106), por meio de ligação (química ou de outra forma), ou uma combinação apropriada dos acima. Teflon é uma marca registrada da E.I. du Pont de Nemours and Company nos Estados Unidos e outros países.

Uma vez montado, o frasco 100 está pronto para ser colocado no analisador de TOC, como ilustrado, por exemplo, na Figura 4. O analisador de TOC de exemplo ilustrado na Figura 4 inclui quatro compartimentos de frasco (rotulados 1-4), no entanto mais ou menos compartimentos de frasco podem ser usados. O frasco 100 é preso em um compartimento de frasco (4) na ilustração da Figura 4 em uma posição invertida com uma aba de alinhamento 108 orientada para o usuário e tendo um indicador de "frente" na mesma para informar ao usuário a orientação adequada. Além disso, uma forma de realização provê que a porta do analisador de TOC pode não estar fechada se um frasco de 100 for fixada dentro do compartimento do frasco 101 (1-4) em uma posição incorreta. Em outras palavras, o analisador de TOC pode ser configurado de tal modo que a porta do analisador irá fechar somente quando o frasco 100 é orientado na posição adequada. Novamente, o frasco 100 pode ser um frasco de padrões, um frasco de amostra de agarrar, ou qualquer frasco similar, como aqui descrito.

Com referência agora à Figura 5 e Figura 6, uma forma de realização permite re-executar uma amostra de excursão capturada. Figura 5 ilustra capturas em tela de exemplo a partir de uma interface de usuário de

exemplo, por exemplo, uma interface de usuário de tela sensível ao toque. O usuário começa configurando o modo de frasco do analisador e habilitando o analisador para operar em modo de excursão por seleção do botão de modo de excursão em uma primeira vista de interface 501. Em seguida, a interface de analisador fornece uma vista 502 instruindo o usuário a carregar os frascos de excursões em um compartimento de frasco apropriado (localizações do compartimento de frasco 3 e 4, neste exemplo). Em seguida, a interface de analisador fornece uma vista 503 instruindo o usuário a entrar no limite de disparo de TOC (em unidades apropriadas) na caixa de diálogo de configuração de modo de excursão. O analisador também pode armazenar os valor(es) de padrão ou valores sugeridos selecionáveis para as operações conhecidas. Após pressionar o botão de execução, uma captura de excursão será desencadeada com base no limiar de disparo que foi configurado. Assim, o analisador de TOC foi colocado no modo de excursão e é preparado para capturar automaticamente uma amostra de excursão em um frasco de excursão vazio, tal como frasco 100, colocado nos compartimentos de frasco apropriados (compartimentos de frasco 3 e 4 no exemplo da Figura 4).

No modo de excursão, o analisador de TOC pode capturar automaticamente uma ou mais amostras de excursão respondentes a uma detecção de que uma amostra de água (fluindo através do analisador *on-line* através de linhas de entrada de água e linhas de saída de água, Figura 4) excede o referido limite de TOC especificado em conexão com a Figura 5. Figura 6 ilustra um método de exemplo para automaticamente capturar e validar as amostras de excursão.

À medida que o analisador de TOC monitora o teor de TOC da água fluindo através do analisador 610, quer continuamente ou em intervalos predeterminados, uma excursão pode ser detectada 620. Isto é, um nível de TOC excedendo um limite predefinido, tal como ditado por um usuário, pode ser

detectado 620. Se uma excursão de TOC for detectada, uma forma de realização captura automaticamente um ou mais frascos de amostra de água do analisador 630. Assim, o analisador é capaz de capturar uma amostra relevante de água como uma amostra de excursão em um frasco de excursão 100 para posterior análise do evento de excursão inicialmente detectado a 620 a partir da água de processo. Deve ser notado que o analisador de TOC pode capturar mais do que uma amostra de excursão respondente à detecção de um evento de excursão, tais como capturando em série dois ou mais frascos de excursão de água de amostra (para análise ‘a bordo’ ou análise remota/ laboratorial). Uma 10 captura paralela de amostras adicionais pode também ser usada.

Uma forma de realização pode re-introduzir a amostra de excursão capturada no frasco de excursão 100 dentro do analisador para re-analisar ou validar o evento de excursão 640. Assim, um mecanismo de verificação ou validação é habilitado. Isto pode ser realizado automaticamente ou pode ser o 15 resultado de uma entrada manual por um usuário, por exemplo como entrada através de uma interface de usuário do analisador de TOC. A amostra pode ser extraída através da agulha de transmissão de fluido 102, isto é, a mesma agulha como a usada para coletar a amostra de excursão. Tal como aqui descrito, a agulha de ventilação 103 fornece ventilação adequada de gás através de 20 provisão de tubo de ventilação 105 para impedir um vácuo no frasco durante a coleta /captura da amostra de excursão e durante a re-introdução da amostra.

O analisador de TOC pode re-analisar ou validar a amostra de excursão que foi re-introduzida para o analisador usando a mesma câmara de análise, embora isto não seja um requisito 650. Se a amostra for validada 660, o 25 analisador pode capturar frascos adicionais 670 para uma análise posterior, e armazenar e/ou transmitir informação da análise da amostra com relação às análises de amostra de excursão 680. A informação de análise da amostra pode ser armazenada na memória, tal como a do analisador de TOC. Além disso, a

- informação de análise da amostra pode ser transmitida a outro dispositivo de memória, como transmitindo a informação de análise de amostra para um dispositivo de memória remota ou transmitindo informação de análise de amostra para uma unidade de armazenamento (por exemplo, uma etiqueta 5 RFID) fixada ao frasco de excursão 100 (por exemplo através de um adesivo contendo a etiqueta RFID). A informação da amostra pode incluir, mas não está limitada à informação de análise *on-line* de TOC (a detecção inicial de excursão de TOC), os resultados de validação, identificação do frasco, identificação do processo, selo temporal, localização, e semelhantes.
- 10 Assim, com o modo de excursão habilitado e dois (ou mais) frascos de amostra de excursão vazios carregados, duas amostras (por exemplo, amostras de 65 ml) de água do sistema de processo podem ser tomadas imediatamente, enchendo ambos os frascos, seguindo o evento de disparo. Uma vez que ambos os frascos foram cheios, o instrumento pode automaticamente 15 executar uma análise da amostra de excursão sobre os conteúdos de um dos frascos (por exemplo, um frasco em compartimento do frasco 3, seguindo o exemplo da Figura 5). Esta análise, portanto, pode ser usada para validar o resultado (inicial) *on-line*. Quando da análise dos conteúdos do frasco de captura de excursão, os resultados de TOC ou condutividade (informação da 20 amostra) podem ser relatados e se os resultados são os mesmos ou substancialmente iguais, uma mensagem indicando "excursão é válida" será relatada. Se os resultados não são os mesmos, uma mensagem descrevendo indicando que o relato inicial do evento de excursão foi inválido pode ser fornecida.
- 25 A amostra de água no segundo frasco (por exemplo, frasco em compartimento de frasco número 4 seguindo o exemplo na Figura 5) se torna então disponível para análise laboratorial / *off-line* para ajudar a determinar a causa da excursão de TOC no sistema de água. Frascos de amostra de excursão

podem conter uma etiqueta RFID ou outros sinais indicadores de armazenamento que podem ser escritos ou impressos. A informação a partir do evento de excursão é escrita ou impressa para o dispositivo de armazenamento do frasco (por exemplo, etiqueta RFID) ou impressa em indicadores fixáveis 5 (por exemplo, um adesivo) para assegurar uma informação precisa sobre se a amostra de água permanece disponível.

O analisador pode retornar ao modo de medição *on-line* e continuar a medir TOC e/ou condutividade. Outra captura de excursão é possível se os frascos adicionais estão disponíveis em compartimentos de 10 frasco não usados, ou se frascos de excursão cheios são removidos e substituídos por novos frascos de captura de excursões vazios.

Embora o exemplo ilustrado na Figura 1 a seguir ilustrar agulhas 102, 103 que são substancialmente semelhantes em comprimento, com a agulha de ventilação 103 sendo um pouco mais longa, deve-se notar que o analisador 15 de TOC de acordo com uma forma de realização não se limita a esta disposição. Como mais ou menos compartimentos de frasco podem ser providos do que ilustrados no exemplo da Figura 5, deste modo muitas agulhas de comprimentos diferentes podem ser providas. Por exemplo, uma forma de realização pode empregar agulhas, como ilustrado na Figura 2 em determinados 20 compartimentos de frasco, e agulhas de comprimentos diferentes em outros compartimentos de frasco. Por exemplo, um compartimento de frasco pode incluir uma agulha de ventilação substancialmente mais longa, se desejado.

Assim, uma forma de realização provê um frasco para uso com um analisador, compreendendo: um corpo de frasco principal, e uma tampa de 25 frasco acoplável ao corpo de frasco principal; a tampa de frasco compreendendo: uma porção principal tendo uma abertura na mesma, um septo dimensionada para cobrir referida abertura e se ajustar dentro de uma cavidade interna da tampa do frasco; e um tubo de ventilação disposto dentro da

cavidade interna da tampa do frasco. O tubo de ventilação está disposta dentro da cavidade interna da tampa do frasco e estende-se dentro do corpo de frasco principal quando a tampa do frasco está fixada ao corpo de frasco principal. Além disso, o tubo de ventilação, o septo e a porção principal da 5 tampa do frasco pode ser dispostos em uma estrutura em camadas. O tubo de ventilação pode ser oco. A tampa do frasco pode ainda incluir uma ou mais ranhuras em um interior na mesma casando uma ou mais ranhuras no tubo de ventilação para alinhamento do tubo de ventilação, com relação a uma abertura de agulha de ventilação disposta dentro da tampa do frasco. A tampa do frasco 10 pode ainda compreender uma ou mais abas de alinhamento, em que a uma ou mais abas de alinhamento estão dispostas sobre uma superfície externa da tampa do frasco. A uma ou mais abas de alinhamento pode ser configurada para casar com uma ou mais ranhuras em um compartimento de frasco de um analisador. O analisador pode ser um analisador de carbono orgânico total com 15 um componente de armazenamento configurado para armazenar informação da amostra transmitida pelo analisador. O componente de armazenamento pode ser uma etiqueta RFID.

Com referência à Figura 7, será prontamente compreendido que um analisador de TOC ("analisador") 710 pode executar instruções de 20 programa configurados para prover a captura e testes automatizados, como aqui descrito, e executar outra funcionalidade das formas de realização.

Os componentes do analisador 710 podem incluir, mas não estão limitados a, uma ou mais unidade(s) de processamento 720, uma memória 730, e um barramento de sistema 722 que acopla vários componentes, incluindo a 25 memória 730 para a(s) unidade(s) de processamento 720. O analisador 710 pode incluir ou ter acesso a uma variedade de meios legíveis. A memória 730 pode incluir meios de armazenamento legíveis sob a forma de memória volátil e/ou não volátil tal como memória só de leitura (ROM) e/ou memória de acesso

aleatório (RAM). A título de exemplo, e não de limitação, a memória 730 pode também incluir um sistema operacional, programas aplicativos, outros módulos de programa e dados de programa.

Um usuário pode interfacear com (por exemplo, entrar comandos e 5 informação) o analisador 710 por meio de dispositivos de entrada 740. Um monitor ou outro tipo de dispositivo também pode ser conectado ao barramento 222 através de uma interface, como uma interface de saída 750. Além de um monitor, analisadores também podem incluir outros dispositivos de saída periféricos. O analisador de 710 pode operar em um ambiente de rede ou 10 ambiente distribuído usando conexões lógicas para um ou mais outros computadores remotos ou bancos de dados. As conexões lógicas podem incluir uma rede, rede de área local (LAN) ou uma rede de área ampla (WAN), mas pode incluir também outras redes/barramentos (*buses*), incluindo conexões de canal de áudio para outros dispositivos.

Deve ser notado também que certas formas de realização podem 15 ser implementadas como um sistema, método ou produto de programa. Portanto, aspectos podem tomar a forma de uma forma de realização totalmente de tipo *hardware*, uma forma de realização totalmente de tipo *software* (incluindo *firmware*, *software* residente, micro-código, etc) ou uma 20 forma de realização combinando aspectos de *software* e *hardware*. Além disso, aspectos podem tomar a forma de um produto de programa corporificado em um ou mais meio(s) legível(eis) sem sinal tendo código de programa corporificado com o mesmo.

Uma combinação de meios legíveis pode ser utilizada. O meio 25 legível pode ser um meio de armazenamento. Um meio de armazenamento pode ser, por exemplo, mas não limitado a, um sistema, aparelho ou dispositivo eletrônico, magnético, óptico, eletromagnético, infravermelho ou semicondutor, ou qualquer combinação adequada dos acima. Exemplos (uma lista não

exhaustiva) do meio de armazenamento deve incluir os seguintes: um dispositivo de memória portátil, um disco rígido, uma memória de acesso aleatório (RAM), uma memória só de leitura (ROM), uma memória só de leitura programável apagável (memória EPROM ou Flash), uma memória só de leitura de disco compacto portátil (CD-ROM), um dispositivo de armazenamento óptico, um dispositivo de armazenamento magnético, ou qualquer combinação adequada dos acima. No contexto do presente documento, um meio de armazenamento pode ser qualquer meio não sinal que pode conter ou armazenar um programa para uso por ou em conexão com um sistema, aparelho ou dispositivo de execução da instrução, como analisador 710.

Código de programa incorporado em um meio legível por computador pode ser transmitido usando qualquer meio apropriado, incluindo, mas não limitado a, sem fio, com fio, cabo de fibra óptica, RF, etc, ou qualquer combinação adequada dos acima.

15 Instruções de programa também podem ser armazenadas em um meio de armazenamento que pode dirigir um analisador 710 para funcionar de um modo particular, de modo que as instruções armazenadas no meio de armazenamento produzam um artigo de fabricação incluindo instruções que implementam a função/ato especificado na presente descrição e/ou figuras.

20 As instruções de programa também podem ser carregadas para o analisador 710 para causar uma série de etapas operacionais a serem executadas no analisador 710 para produzir um processo de modo que as instruções que executam no analisador 710 proporcionem processos para implementar as funções/atos especificados na presente descrição e/ou figuras.

25 Esta descrição foi apresentada para fins de ilustração e exposição, mas não se destina a ser exaustiva ou limitativa. Muitas modificações e variações serão evidentes para os versados na arte. As formas de realização foram escolhidos e descritas a fim de explicar princípios e aplicação prática, e

para permitir que outros versados na arte compreendessem a descrição para várias formas de realização com várias modificações que são apropriadas para o uso particular contemplado.

Embora formas de realização ilustrativos tenham sido aqui descritas, deve ser entendido que as formas de realização não são limitadas a estas formas de realização específicas, e que várias alterações e modificações podem ser feitas aqui por um versado na arte sem sair do escopo ou do espírito da descrição.

REIVINDICAÇÕES

1. Método de validação de uma medição de carbono orgânico total em uma amostra de água, caracterizado pelo fato de que compreende:

conectar um analisador (710) diretamente a um fluxo de água de um sistema de água ultrapura para monitorar carbono orgânico total (TOC) na água fluindo ou continuamente ou em intervalos predeterminados através do analisador;

obter uma amostra de água a partir do fluxo de água pelo analisador (710);

medir uma quantidade de TOC em uma primeira amostra de água usando o analisador (710) e obter uma primeira medição da mesma;

quando a quantidade medida de TOC na primeira amostra está acima de um limiar predefinido identificar um evento de excursão potencial;

responder automaticamente à identificação do evento de excursão potencial capturando pelo menos uma amostra de excursão de água a partir do fluxo de água em pelo menos um frasco (100);

introduzir a amostra de excursão do frasco no analisador (710);

medir uma quantidade de TOC na amostra de excursão usando o analisador (710) e obter uma segunda medição da mesma;

comparar a primeira medição e a segunda medição usando o analisador (710); e

se a primeira e a segunda medições são iguais ou substancialmente iguais, relatar que a excursão é válida, ou

se a primeira e a segunda medições não são iguais ou substancialmente iguais, relatar que a excursão é inválida.

2. Método de acordo com a reivindicação 1, caracterizado pelo fato de que a etapa de captura é automatizada pelo analisador (710).

3. Método de acordo com a reivindicação 1 ou 2, caracterizado pelo fato de que a etapa de medir uma quantidade de carbono orgânico total na primeira amostra de água ocorre quando o analisador está em um primeiro modo.

4. Método de acordo com a reivindicação 3, caracterizado pelo fato de que a etapa de medir uma quantidade de carbono orgânico total na amostra de excursão de água ocorre quando o analisador está no primeiro modo.

5. Método de acordo com a reivindicação 3, caracterizado pelo fato de que a etapa de medir uma quantidade de carbono orgânico total na amostra de excursão de água ocorre quando o analisador está em um segundo modo.

6. Método de acordo com qualquer uma das reivindicações precedentes, caracterizado pelo fato de que compreende adicionalmente capturar uma ou mais amostras adicionais de água em correspondentes um ou mais frascos adicionais (100).

7. Método de acordo com a reivindicação 6, caracterizado pelo fato de que a uma ou mais amostras adicionais de água são capturadas em série.

8. Método de acordo com a reivindicação 6, caracterizado pelo fato de que a uma ou mais amostras adicionais de água são capturadas em paralelo.

9. Método de acordo com qualquer uma das reivindicações precedentes, caracterizado pelo fato de que compreende adicionalmente armazenar informação da amostra comprendendo uma ou mais da primeira medição, da segunda medição e uma indicação da comparação.

10. Método de acordo com a reivindicação 9, caracterizado pelo fato de que a informação da amostra é armazenada com o frasco (100).

11. Método de acordo com a reivindicação 10, caracterizado pelo fato de que a informação da amostra é armazenada com o frasco (100) via transmissão da informação da amostra para uma etiqueta RFID do frasco (100).

12. Método de acordo com qualquer uma das reivindicações precedentes, caracterizado pelo fato de que o frasco (100) compreende um tubo de ventilação (105) disposto dentro de uma tampa do frasco (106) do mesmo.

13. Analisador configurado para realizar um método conforme definido em qualquer uma das reivindicações precedentes caracterizado pelo fato de que o analisador compreende um ou mais processadores (720) e uma memória (730) que armazena instruções de programa executáveis por um ou mais processadores (720), as instruções de programa compreendendo:

instruções de programa (610) para medir uma quantidade de carbono orgânico total em uma primeira amostra de água e obter uma primeira medição da mesma;

instruções de programa (620) para identificar um evento de excursão potencial quando uma quantidade de carbono orgânico total na primeira amostra está acima de um limiar predefinido;

instruções de programa (630) para capturar uma amostra de excursão de água em um frasco respondente à detecção do evento de excursão potencial;

instruções de programa (640) para introduzir a amostra de excursão no analisador;

instruções de programa (650) para medir uma quantidade de carbono orgânico total na amostra de excursão usando o analisador e obter uma segunda medição da mesma;

instruções de programa (660) para comparar a primeira medição e a segunda medição; e

instruções de programa para se a primeira e a segunda medições são iguais ou substancialmente iguais, relatar que a excursão é válida, ou

se a primeira e a segunda medições não são iguais ou

substancialmente iguais, relatar que a excursão é inválida.

14. Produto de programa configurado para realizar um método conforme definido em qualquer uma das reivindicações 1-12, o produto de programa caraterizado pelo fato de que compreende:

instruções de programa (610) para medir uma quantidade de carbono orgânico total em uma primeira amostra de água e obter uma primeira medição da mesma;

instruções de programa (620) para identificar um evento de excursão potencial quando uma quantidade de carbono orgânico total na primeira amostra está acima de um limiar predefinido;

instruções de programa (630) para capturar uma amostra de excursão de água em um frasco respondente à detecção do evento de excursão potencial;

instruções de programa (640) para introduzir a amostra de excursão no analisador;

instruções de programa (650) para medir uma quantidade de carbono orgânico total na amostra de excursão usando o analisador e obter uma medição da mesma;

instruções de programa (660) para comparar a primeira medição e a segunda medição; e

instruções de programa para se a primeira e a segunda medições são iguais ou substancialmente iguais, relatar que a excursão é válida, ou

se a primeira e a segunda medições não são iguais ou substancialmente iguais, relatar que a excursão é inválida.

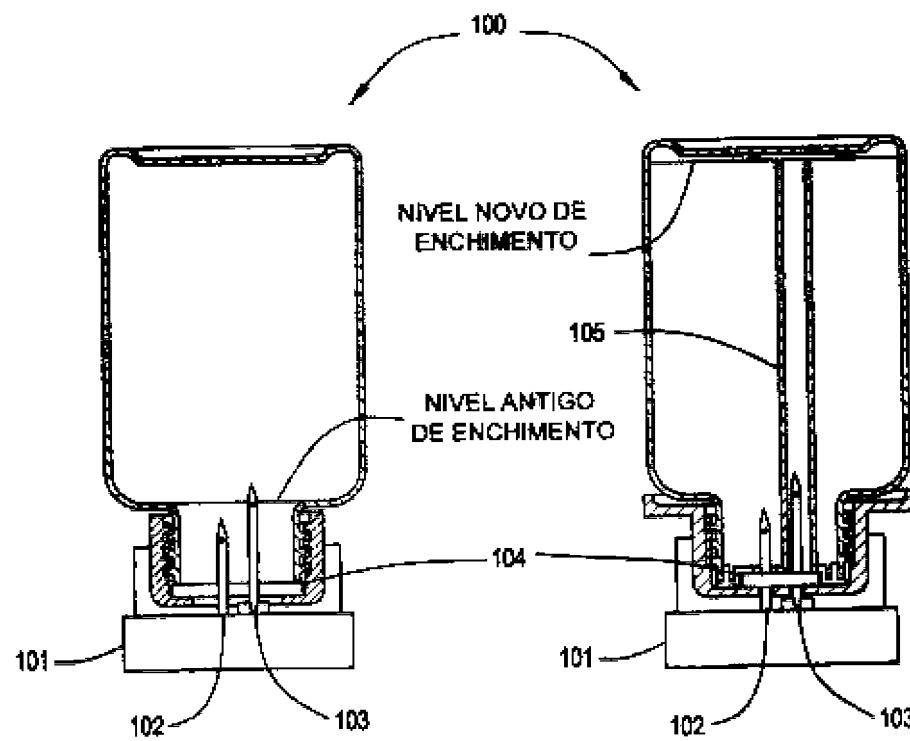


FIG. 1

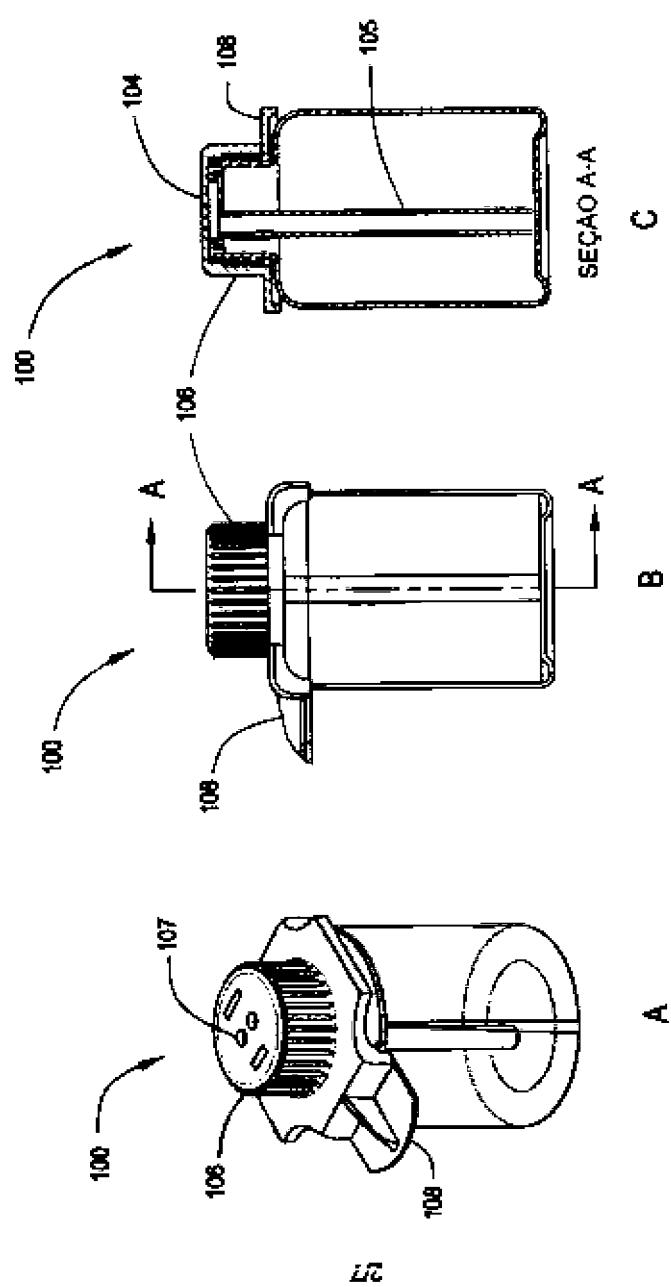


FIG. 2

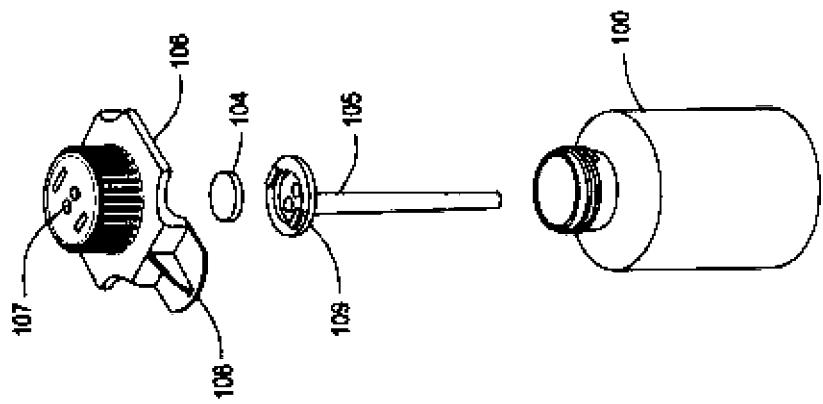


FIG. 3

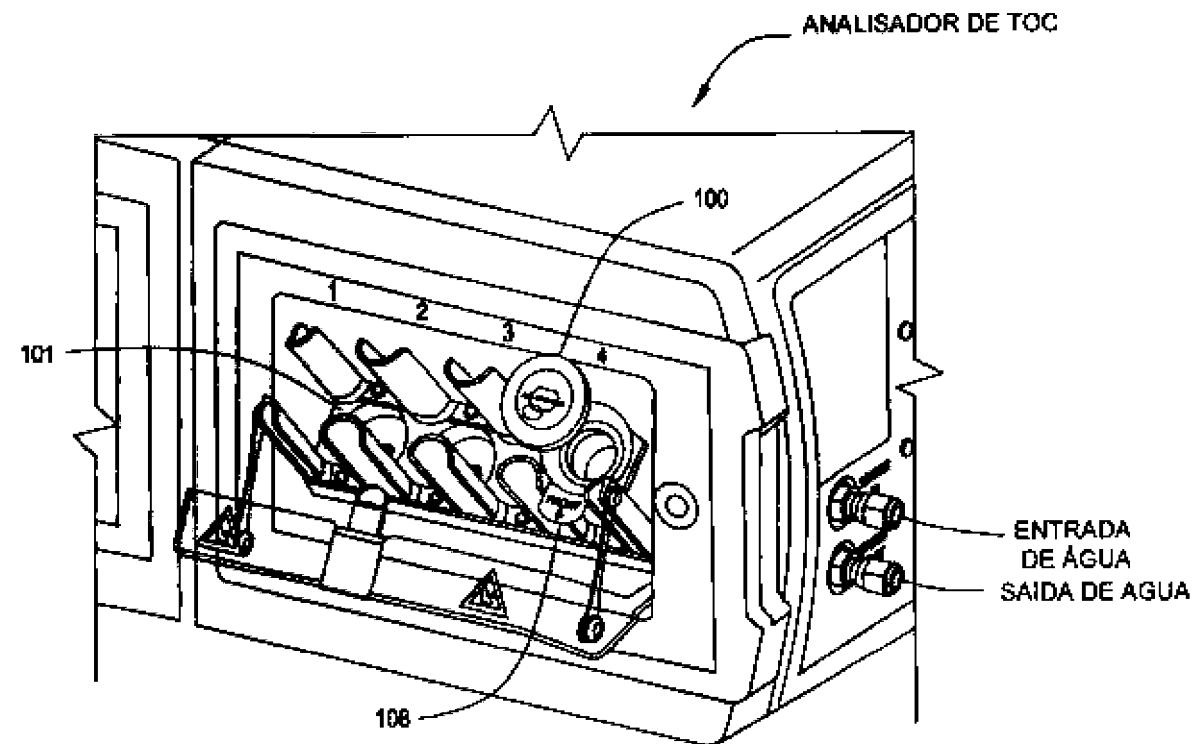


FIG. 4

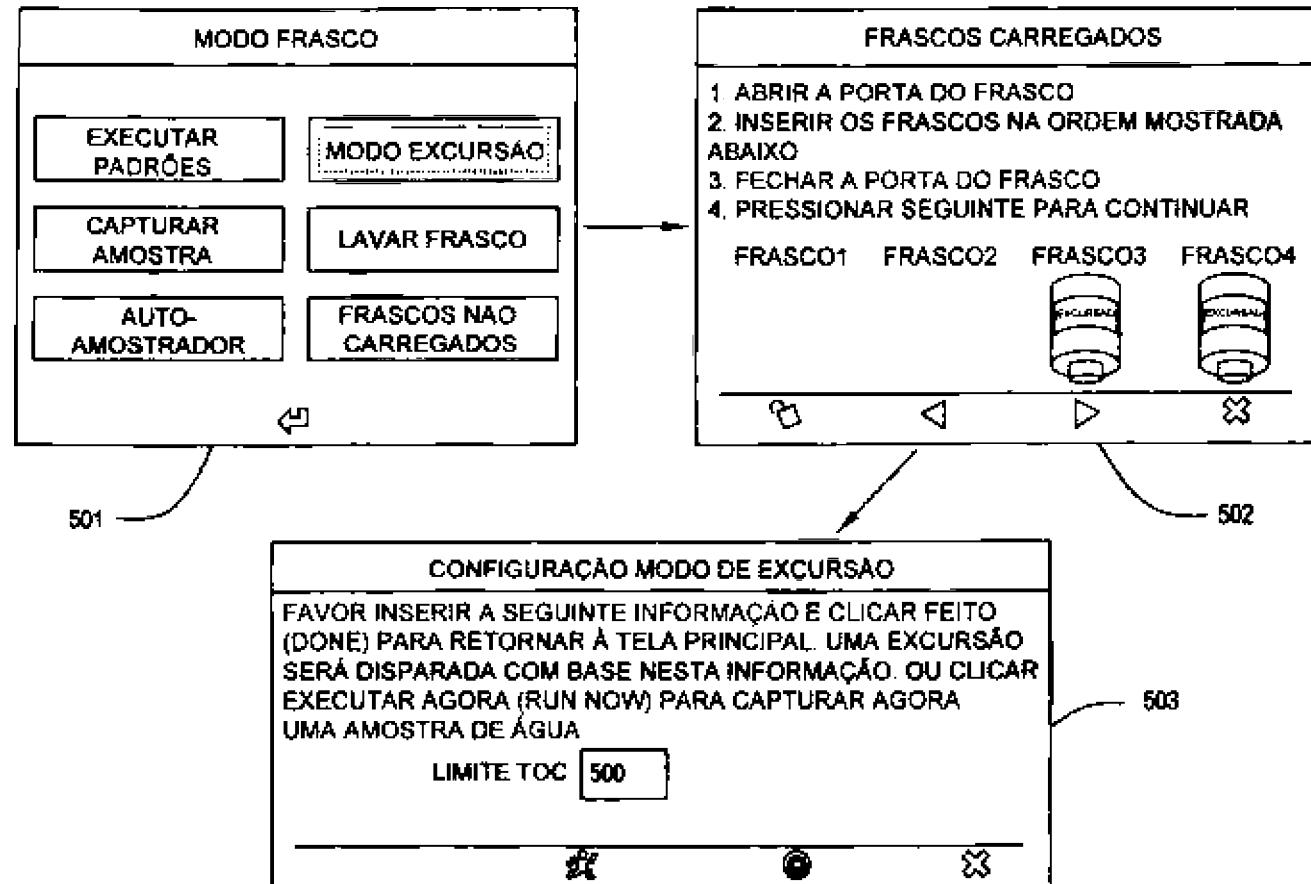


FIG. 5

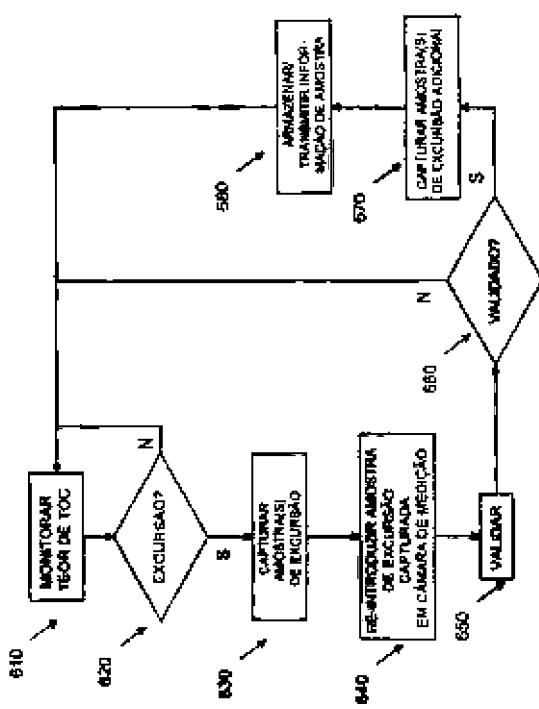


FIG. 6

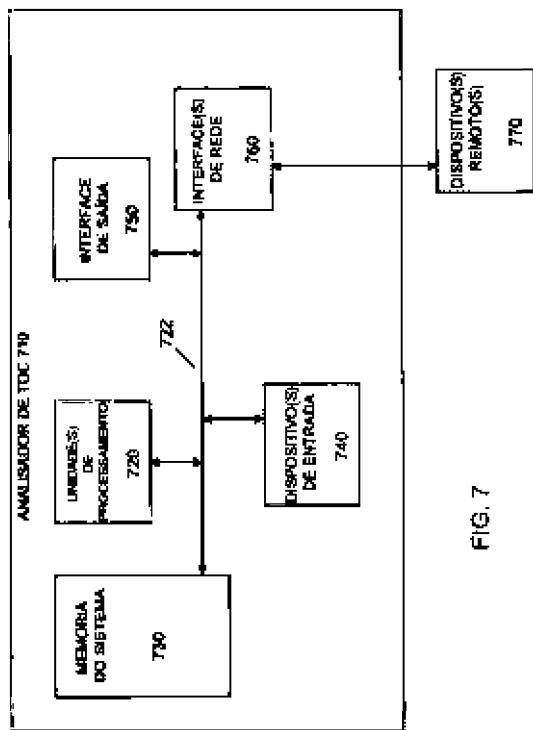


FIG. 7