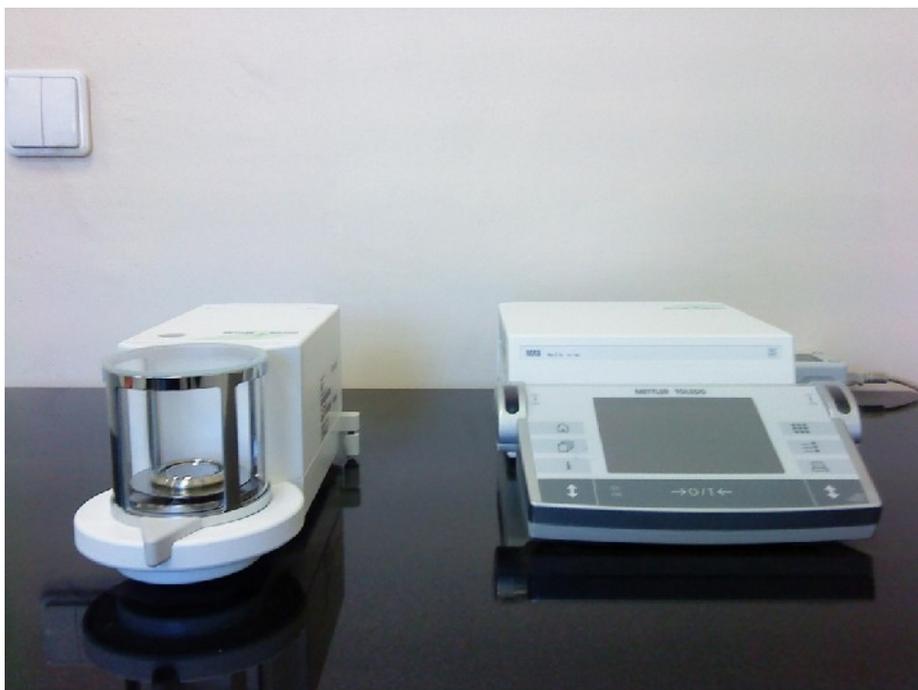


Элементный анализатор С, Н, N, S –О EA 1110



Анализатор предназначен для одновременного определения массовой доли углерода, водорода, азота, серы и кислорода, содержащихся в органических и неорганических химических соединениях и веществах различной природы и происхождения.

Для отбора навесок образцов от 2 до 20 мг используют весы MC 210S, позволяющие измерение массы с точностью ± 1 мкг.



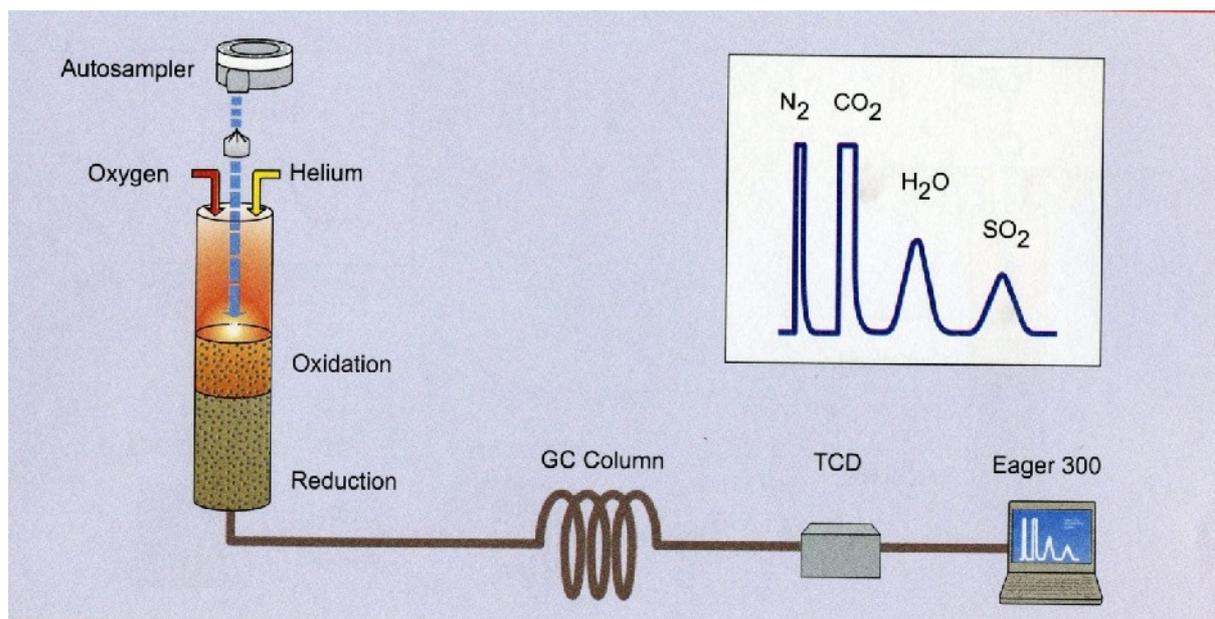
ПРИПИСАННЫЕ ХАРАКТЕРИСТИКИ ПОГРЕШНОСТИ И ЕЕ СОСТАВЛЯЮЩИХ

Настоящая методика выполнения измерений обеспечивает получение результатов с погрешностью, не превышающей значений, приведённых в таблице 1 (при P = 0,95).

Таблица 1 – Диапазон измерений, значения показателей, воспроизводимости, правильности и точности

Диапазон измерений массовой доли компонента, $\omega(X)$ %	Показатель воспроизводимости (относительное стандартное отклонение измеренного значения в условиях воспроизводимости), $\sigma_R(\delta)$, %	Показатель правильности (границы относительной систематической погрешности), $\pm\delta_s$, %	Показатель точности (границы относительной погрешности), $\pm\delta$, %
Углерод			
От 0,15 до 0,50 вкл.	4	24	26
свыше 0,50 до 1,00 вкл.	3	16	18
свыше 1,00 до 10,00 вкл.	2,0	6	7
свыше 10,00 до 40,00 вкл.	1,2	2,8	4
свыше 40,00 до 70,00 вкл.	0,7	1,8	2,5
свыше 70,00 до 100,0 вкл.	0,4	1,5	2,0
Азот			
От 0,03 до 0,10 вкл.	10	13	22
свыше 0,10 до 0,50 вкл.	7	4	14
свыше 0,50 до 2,50 вкл.	5	4	9
свыше 2,05 до 9,00 вкл.	2,7	7	6
свыше 9,00 до 15,00 вкл.	1,6	2,5	5
свыше 15,00 до 20,00 вкл.	1,0	2,2	4

СХЕМА ПРОВЕДЕНИЯ АНАЛИЗА



Методика выполнения измерений содержания углерода и азота в образцах почвы, растений, животных, природных материалов, органических соединений методом газовой хроматографии на элементном анализаторе EA 1110 (CHNS-O) включает следующие стадии.

Навеску образца от 2 до 20 мг (в зависимости от содержания углерода или азота) в тонкостенной оловянной капсуле помещают в ячейку автосамплера. Систему хроматографа промывают инертным газом – гелием, подающимся со скоростью 120 см³/мин. Затем вместе с гелием вводят определенную порцию кислорода 10 см³, очищенного от азота, углерода и влаги. Исследуемый образец автоматически сбрасывается в реакционную кварцевую трубку за несколько мгновений до того, как ее достигнет кислород. При температуре 1000 °С протекает бурная экзотермическая реакция образования оксидов азота и углерода (II, IV), серы (IV), галогенов, водорода. Вместе с инертным газом-носителем смесь газообразных продуктов сгорания проходит через слой катализатора – гранулированного оксида хрома (III) (Cr₂O₃). На его поверхности идет дальнейшее окисление оксидов азота и углерода (II). В нижней части реакционной трубки, заполненной оксидом кобальта (II, III) на серебре (Co₃O₄/Ag), поглощаются продукты сгорания, содержащие серу и галогены.

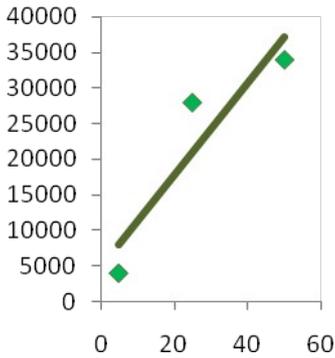
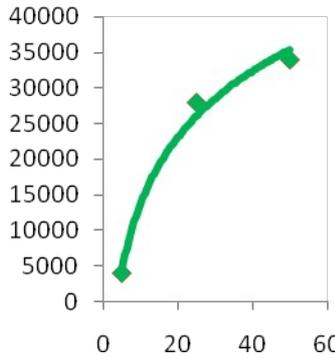
После этого избыток кислорода, оксиды азота и углерода (IV) вместе с гелием поступают в восстановительную трубку, заполненную чистой проволочной медью, где при температуре 750 °С поглощается кислород, а оксиды азота восстанавливаются до молекулярного азота. Далее смесь газов (CO₂, N₂ и H₂O) проходит через адсорбционную ловушку для влаги, заполненную ангидроном (Mg(ClO₄)₂), и подается в газохроматографическую

колонку, заполненную адсорбентом – сополимерами стирола и дивинилбензола (Pogarak QS). При температуре 60 °С смесь разделяется на компоненты, выходящие в следующем порядке: молекулярный азот, оксид углерода (IV).

Сигналы, индикаторные для каждого компонента газовой смеси, генерируются детектором (по теплопроводности), обрабатываются с помощью компьютерной программы Eager 200 и выдаются на мониторе компьютера в виде хроматограммы, а значения интегральных интенсивностей пиков, соответствующих N₂ или CO₂, распечатываются на бумаге.

Так как интегральная интенсивность пика на хроматограмме зависит от условий проведения анализа, предварительно перед каждой партией исследуемых проб трижды проводят градуировку прибора с использованием стандартных образцов. Кроме того, на хроматограмме трижды контролируют интенсивность ”шумов”, возникающих при сжигании пустой капсулы (“холостой” опыт).

СПОСОБЫ РАСЧЕТА МАССОВОЙ ДОЛИ КОМПОНЕНТА

Линейная регрессия	Метод наименьших квадратов	Расчетный метод (метод К-фактора)
 <p style="text-align: center;">$J = f(\omega(X))$</p>	 <p style="text-align: center;">$J = f(\omega(X))$</p>	$\bar{J}_o = \frac{\sum_{n=1}^N J_{on}}{N}$ $K_n = \frac{\omega_{cn} m_{cn}}{(J_{cn} - J_o)}$ $\bar{K} = \frac{\sum_{n=1}^N K_n}{N}$ $\omega_x = \bar{K} \frac{(J_x - \bar{J}_o)}{m_x}$

ω_x – массовая доля компонента в образце, %;

ω_{cn} – массовая доля компонента в n -ном стандартном образце, %;

J_{on} – среднее 3-х измеренных значений интегральной интенсивности сигналов, полученных в «холостых» опытах \bar{J}_o , мВ·с;

K_n – коэффициент, %·мг/(мВ·с);

\bar{K} – среднее трех значений коэффициента, %·мг/(мВ·с);

m_{cn} – масса n -ного стандартного образца, мг;

J_{cn} – интегральная интенсивность сигнала, полученного для компонента в n -ном стандартном образце;

J_x – интегральная интенсивность сигнала, полученного для компонента в исследуемом образце;

m_x – масса образца, мг.

ТЕХНИЧЕСКИЕ ХАРАКТЕРИСТИКИ

Определяемые элементы:	C, N, H, S в одновременном анализе; O
Масса образца, помещаемого в капсулу:	от 0,1 до 100мг
Диапазон измерений массовой доли компонентов:	от 100 млн ⁻¹ до 100 %
Время анализа:	600 с (C, H, N, S); 400 с (O)
Детектор:	TCD (по теплопроводности)
Максимальная рабочая температура:	1100 °C
Максимальная температура термостата:	190 °C
Минимальная температура термостата:	50 °C
Размеры прибора:	765×480×530 мм
Масса прибора:	около 80 кг
Источник электропитания:	220 В переменного тока ± 10 %, 50/60 Гц, 1350 ВА
Окружающие условия:	только внутри помещения на высоте до 2000 м; температура в комнате от 5 до 40 °C; относительная влажность от 50 до 80 %