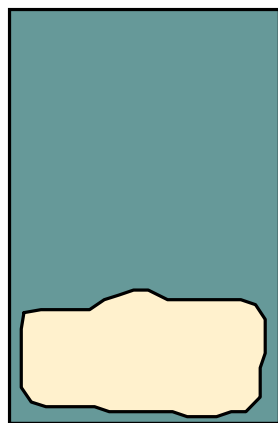


元素分析儀原理簡介 與儀器介紹

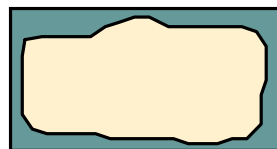
台灣大學理學院貴重儀器中心元素分析儀室
2021

元素分析儀原理簡介



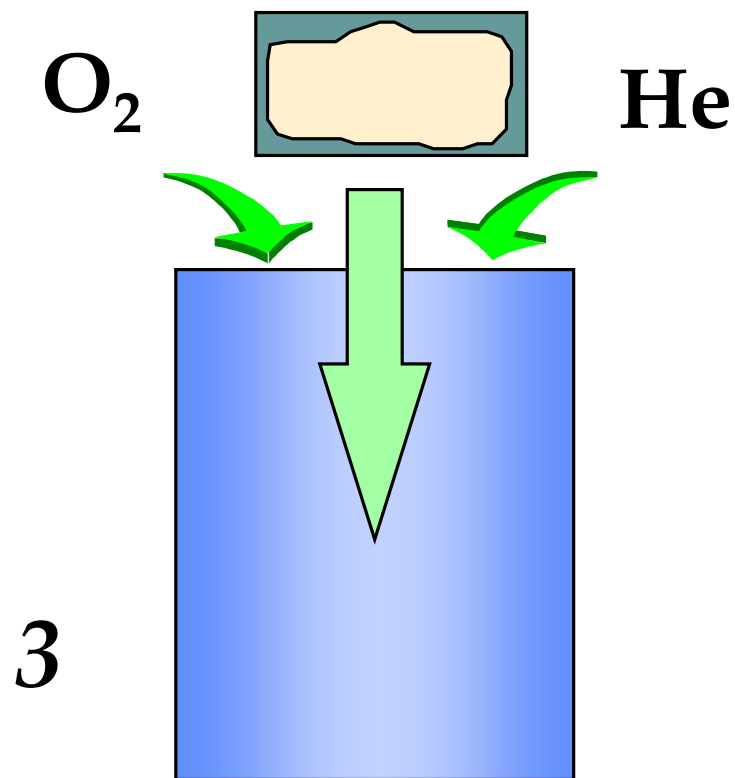
1

樣品放入capsule



2

摺疊



3

投入儀器

元素分析儀原理簡介

- NCHS元素分析是採用高溫動態燃燒法;儀器運作時,以氦氣作為攜帶氣體(carrier gas),燃燒管定溫1100~1150°C,還原管定溫850°C,燃燒管內裝填氧化鎢(WO₃)助燃劑,當樣品掉入燃燒管前,經由特殊的噴射進氧裝置,瞬間燃燒溫度可高達1800°C,使樣品掉入後在高濃度的氧氣流中氧化分解成為N₂, NXOY, CO₂, H₂O, SO₂, SO₃, 這些燃燒生成的氣體先經過還原管中與銅粉反應;轉變成為N₂、H₂O、CO₂、SO₂等氣體,再通過CO₂、H₂O及SO₂吸附/脫附管,使各成份有最佳的分離效果,最後經由熱傳導檢測器(TCD)進行檢測,所得的積分面積經過內建軟體計算而得到氮、碳、氫、硫的重量百分比。
- 氧元素則是採用無進氧裂解方式分析。

元素分析可選擇的模式:

- 依據樣品的種類,元素分析可選擇的模式:
- CHNS
- CHN
- CNS
- CN
- N
- S
- O

操作步驟: 樣品製備-->秤重-->放入自動取樣器-->分析

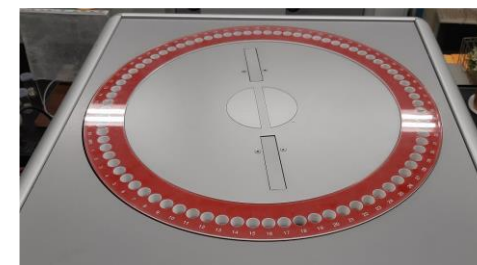
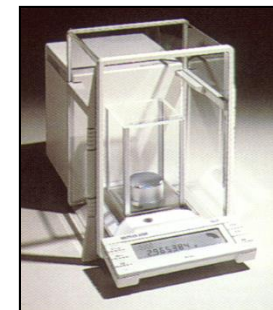
Select your sample



Put your sample in tin/silver containers



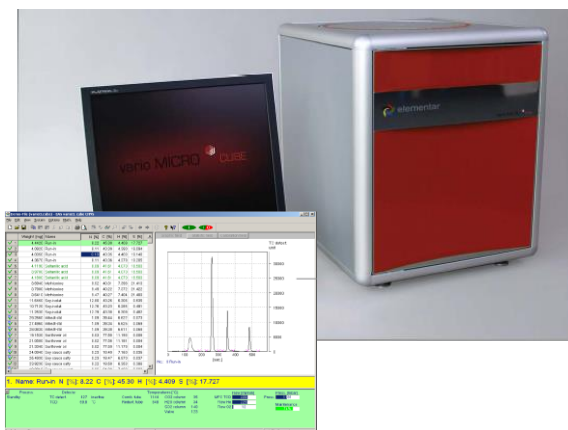
Weight the sample



Load into autosampler

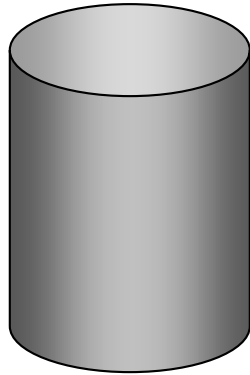


10-12 mins for NCH or O
15-18 mins for CHNS

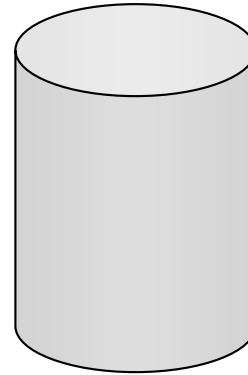


Results

元素分析裝填樣品所使用的Capsules及其適用模式



Tin (Sn) Capsule
Carbon
Hydrogen
Nitrogen
Sulphur



Silver (Ag) Capsule
Oxygen Analysis
&
TOC

錫囊在CHNS 分析模式中的作用及優點

- $\text{Sn} + \text{O}_2 \rightarrow \text{SnO}_2 + 142,010 \text{ cal}$
- 錫的氧化放熱反應能提供巨大的熱量，可以提高樣品燃燒環境的溫度，所以錫囊氧化的瞬間放熱機制，有助於及確保樣品完全氧化。
- 提高燃燒管溫度達 1800~2000 °C
- 快速而有效地與氧作用
- 確保樣品從各基質組成中氣化及氧化燃燒
- 將有機元素轉換為均質而可量化的高溫混合氣體
- 所形成的氧化錫也是樣品本身的氧化催化劑

各種樣式的 capsules 及適用於EA的材質



- Tin
- Silver
- Copper
- Nickel
- Aluminium
- Platinum

一般性固態樣品秤重:摺疊成2-3mm見方的cube



將樣品放入→ 用鑷子將上端捏緊→ capsule 對折→ 從一端用鑷子捲起→ 捲成2-3mm見方的cube

Ps. 在手套箱中裝填樣品注意事項:

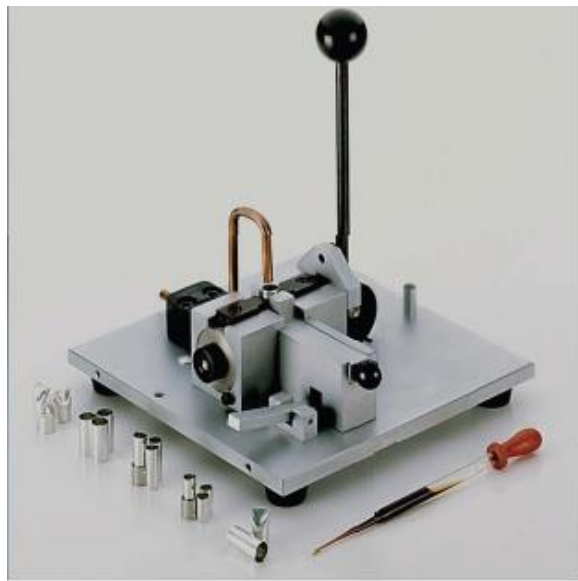
1. 樣品放入前可用鑷子小心將開口撐開, 以便放入樣品.

2. 每個capsule的重量不同, 請務必標示每個capsule的重量.

樣品放入2-5mg, 樣品少於1mg, 準確率低, 請務必注意樣品量.

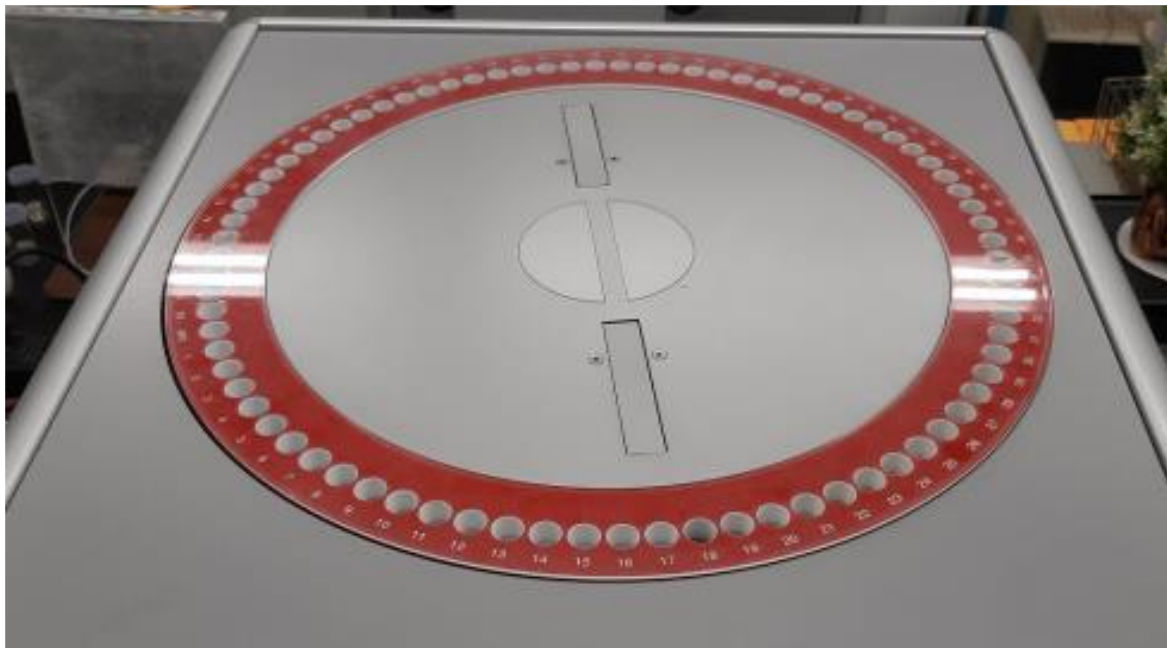
3. 請先於科技部網站預約, 將預約申請書轉pdf檔email安排送件時間, 切勿直接寄送.

液態或空氣敏感性樣品製備：樣品摺疊後另外放入硬質的capsule中,充入He氣,並使用封管器封管,阻絕空氣的影響



液態樣品直接以microsyringe 注入硬質capsule中封管

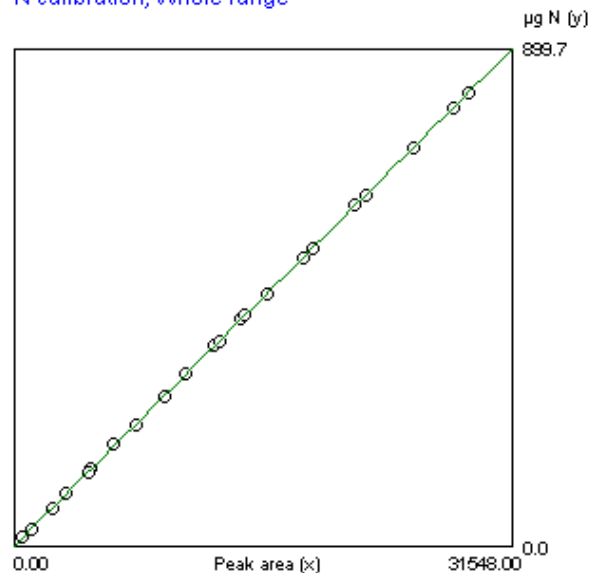
將秤重好之樣品順序排列在autosampler 中



- vario EL cube 之 autosampler (自動取樣器)

樣品分析前N值以絕對重量0.02mg~1mg製作之檢量線
C,H,S也以同樣方式製作檢量線

N calibration, Whole range



a = +2.516066e-003
b = +2.846142e-005
c = +0.000000e+000
d = +0.000000e+000
e = +0.000000e+000
r = 0.999993
r_old = 9.933799
Proc.-SD = 0.656159 µg

取樣大小與絕對重量的關係：

根據使用者樣品中的推測值估算取樣重量

	樣品中 含C量 0.1%	樣品中 含C量 0.2%	樣品中 含C量 2.0%	樣品中 含C量 40%	樣品中 含C量 70%	樣品中 含C量 100%
Sample size 0.1mg	abs. 0.0001mg	abs. 0.0002mg	abs. 0.002mg	abs. 0.04mg	abs. 0.07mg	abs. 0.1mg
Sample size 1mg	abs. 0.001mg	abs. 0.002mg	abs. 0.02mg	abs. 0.4mg	abs. 0.7mg	abs. 1.0mg
Sample size 10mg	abs. 0.01mg	abs. 0.02mg	abs. 0.2mg	abs. 4.0mg	abs. 7.0mg	abs. 10mg
Sample size 50mg	abs. 0.05mg	abs. 0.1mg	abs. 1.0mg	abs. 20mg	abs. 35mg	abs. 50mg
Sample size 500mg	abs. 0.5mg	abs. 1mg	abs. 10mg	abs. 200mg	abs. 350mg	abs. 500mg

取樣大小儘量以絕對重量可以落在檢量線上為宜

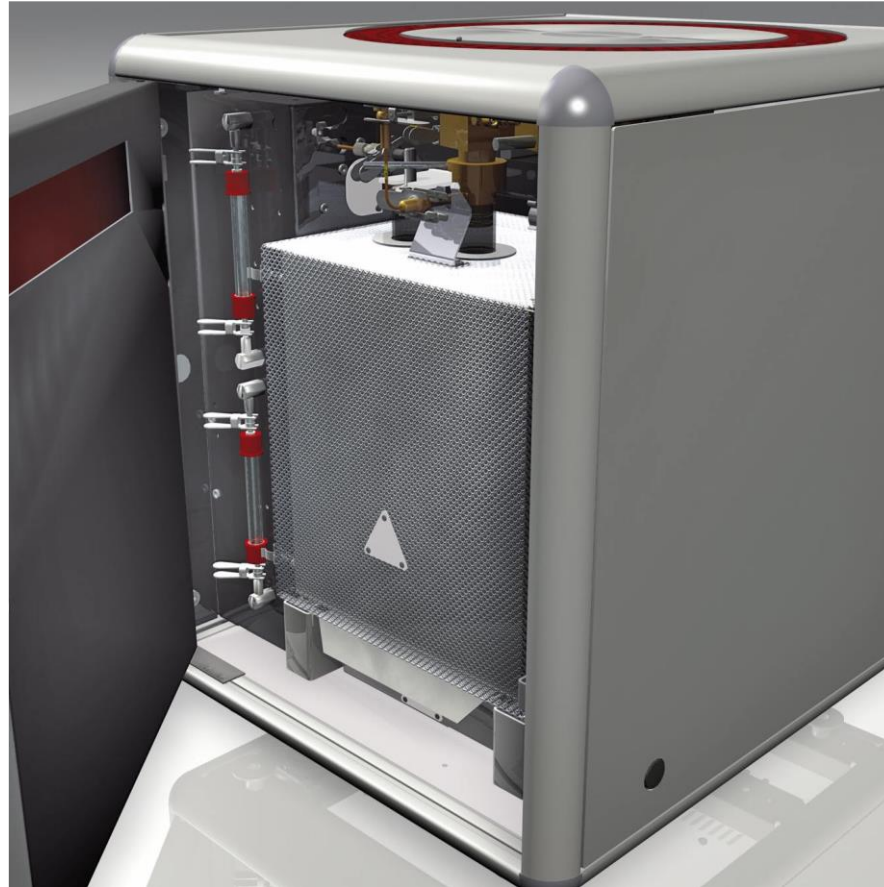
- 以土壤樣品為例:
- 假設此土壤樣品的N值約為0.2%
- 取樣20mg時絕對重量為0.04mg
- 若只取樣5mg則絕對重量為0.01mg

- 假設此土壤樣品的C值約為30%
- 則取樣5mg時絕對重量為1.5mg

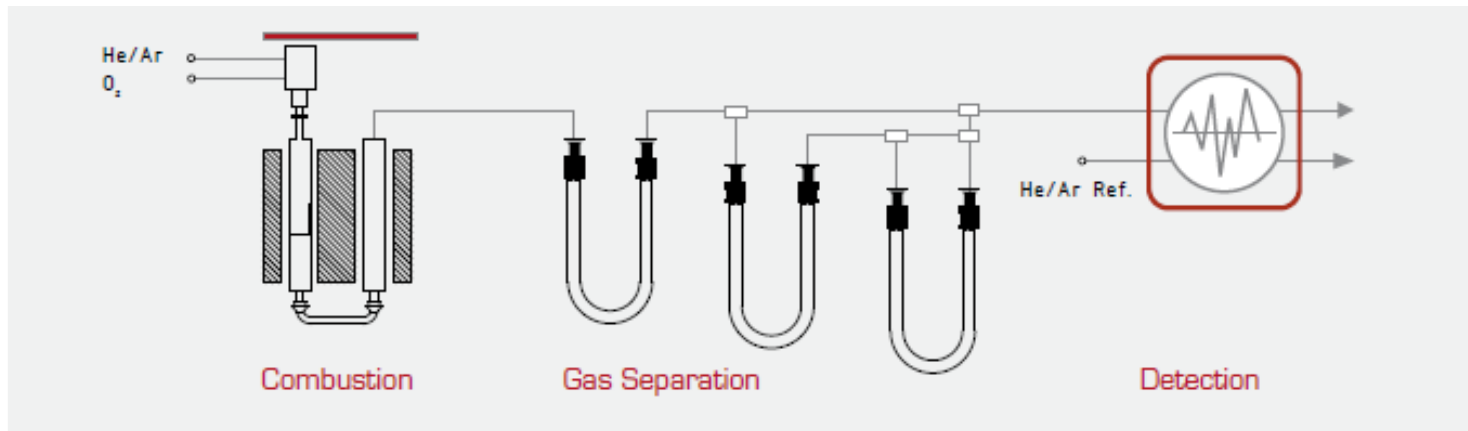
台大EA lab. 設備: 德國 elementa vario EL cube



德國 elementa vario EL cube 內部設計

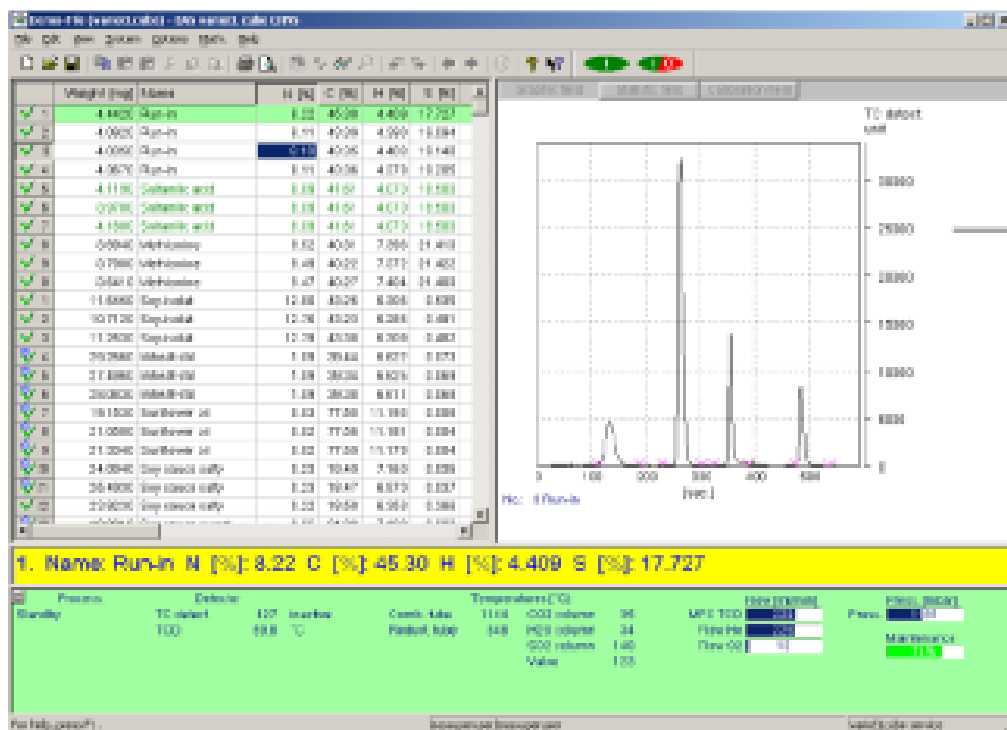


vario EL cube 分析流程圖



燃燒 → CO_2 、 H_2O 及 SO_2 吸附/脫附管分離氣體 → TCD偵測

吸附/脫附管工作模式 (adsorption/desorption column)



N₂無需經過吸附/脫附管直接進入TCD,接著CO₂、H₂O及SO₂依序吸附/脫附進入TCD

氧分析分析：無進氧裂解模式

- elementar vario EL cube 使用高純度氦氣當carrier gas，裂解管反應基質為碳黑，定溫1150 °C。樣品從樣品進樣器進入球型閥，球型閥轉動180°，此時purge氦氣清潔表面其他氣體以避免污染造成干擾，當樣品掉入裂解管，樣品裂解後與碳黑反應形成CO及其他氣體(如N₂、CH₄、H₂SO₄、HCl等)，再經由NaOH吸附管將酸性氣體吸附。由氦氣將CO帶至吸附/脫附管，CO先吸附於吸附/脫附管內，然後加熱CO吸附/脫附管使CO脫附，再由TCD偵測，完成樣品分析。

實驗室附加設備: vario LS 液態樣品自動進樣器,可
提供大量液態性樣品分析



元素分析儀之應用：

	<p>農業</p> <p>土壤, 堆肥, 種子, 植物, 腐植酸, 肥料</p>		<p>高科技材料</p> <p>碳纖, 陶瓷, 玻璃棉, 石墨, 導體/半導體聚合物</p>
	<p>海洋科學</p> <p>沉積物, 水中微粒物質 (filters), 浮游生物, 海藻(水藻)</p>		<p>炸藥</p> <p>硝化纖維素(硝棉), TNT, 火藥, lead-azide</p>
	<p>石油化學</p> <p>潤滑油, 石油, 焦炭, 煤炭, 汽油</p>		<p>各式各樣的材料</p> <p>無機或有機顏料, 染料, 水泥或膠結材料</p>
	<p>合成材料</p> <p>聚合物, 橡膠, 輪胎, 纖維</p>		<p>冶金學</p> <p>不鏽鋼, 碳鋼, 氮化物, 碳化物, 金屬微粒</p>
	<p>環境科學</p> <p>空氣微粒物質 (filers), 廢棄物, 堆肥, 污水底泥</p>		<p>食物與飲料</p> <p>啤酒, 醬油, 泡麵糊, 牛乳, 嬰兒食品, 果汁..等等</p>

儀器的偵測範圍

Detection range*:

C: 0-40 mg (or 100%)
N: 0-15 mg (or 100%)
H: 0-3 mg (or 100%)
S: 0-6 mg (or 100%)

O: 0-6 mg
Cl: 0-2 mg

儀器誤差值: $\pm 0.3\%$

理學院貴重儀器中心 元素分析儀實驗室
化學館A317室