

## Flash EA 1112 元素分析仪 CHN 分析应用新发现

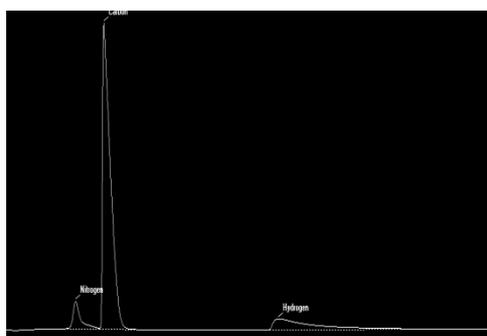
► 宗文杰

(分析测试中心元素分析组 Tel: 010-62554625 Email: [wjzong@iccas.ac.cn](mailto:wjzong@iccas.ac.cn))

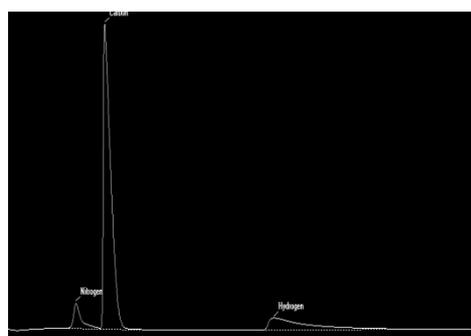
Flash EA 1112 元素分析仪在 CHN 的测试中，仪器升温稳定后，开始做条件化的样品，用以调整整个仪器的测试体系。体系是否完全符合测试要求，一方面通过直接观察色谱峰中  $N_2$  峰与  $CO_2$  峰是否完全分离，另一方面通过数据判断。

由于 Flash EA 1112 元素分析仪使用年限较长，调整仪器达到正常测试状况的时间逐渐延长，解决好这个问题，不仅可以减少条件化样品的次数，提高分析测试效率，更主要的是保障分析数据的准确。

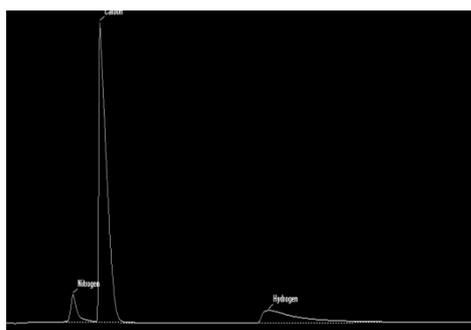
通常情况下，CHN 测试色谱峰图（图一至图四）：



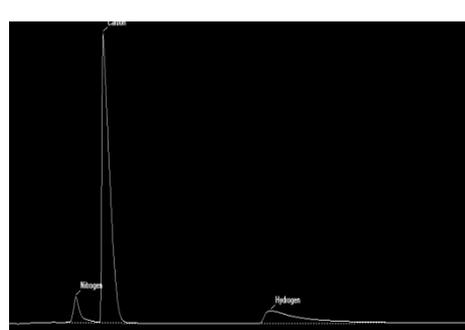
● 图一



● 图二



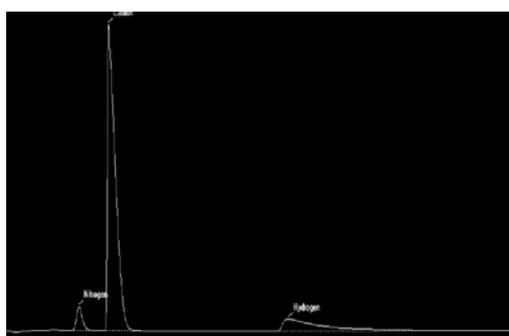
● 图三



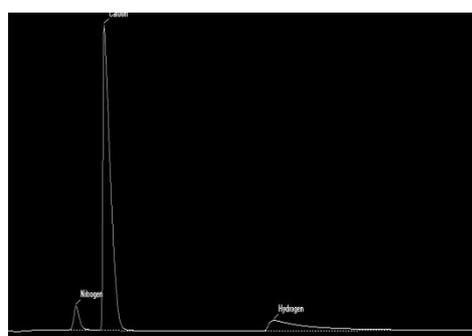
● 图四

以上 4 个色谱峰图，是测试前样品 1#-4# 没有采取任何措施的色谱峰图，很明显看出  $N_2$  峰有明显拖尾现象，虽然  $N_2$  峰的拖尾现象逐次略有好转，但要完全达到  $N_2$  峰不拖尾现象，还要做多次这样的条件化样品，才能达到正常分析测试要求。

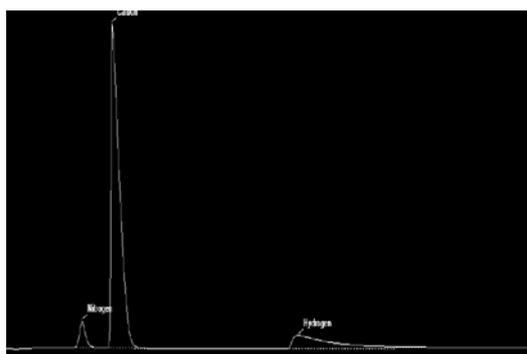
针对以上这种情况，通过多次反复试验，采取仪器升温稳定后，将氧气出气口打开，排放一定量的氧气，然后开始进行条件化样品的测试，发现第一次的条件化样品  $N_2$  峰拖尾现象就有了明显改观，只需要 5 次的条件化样品，就可以进行正常的分析测试。图五至图八是排放氧气后 1#-4# 条件化样品的色谱峰图：



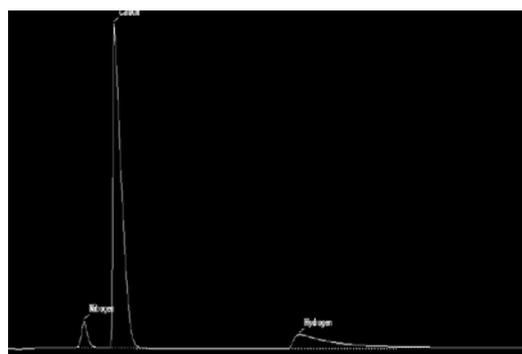
● 图五



● 图六

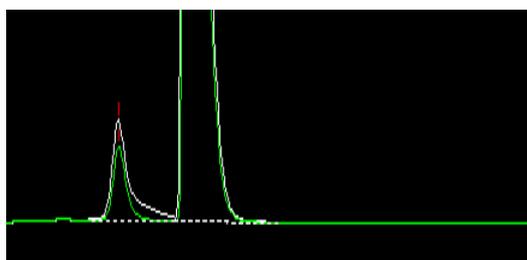


● 图七

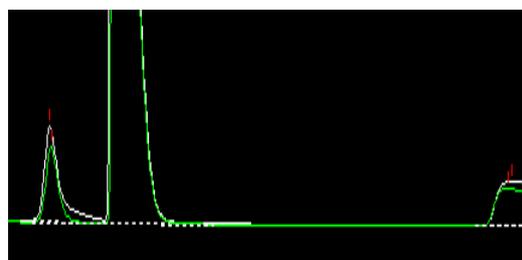


● 图八

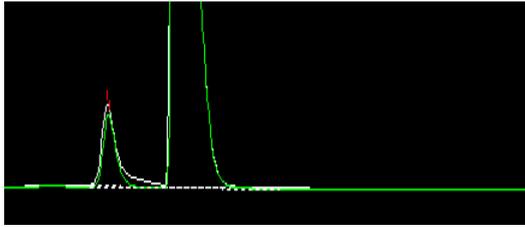
将不排放氧气与排放氧气后的样品的色谱峰图一一对应作比较，见图九至图十二，更能清晰看出  $N_2$  峰的不同。白色图为没有排放氧气的样品的色谱峰图，绿色为排放氧气后的样品的色谱峰图。白色较绿色的  $N_2$  峰有明显的拖尾现象。



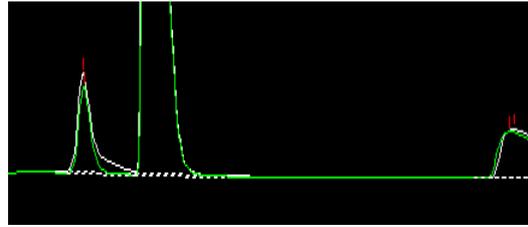
● 图九



● 图十

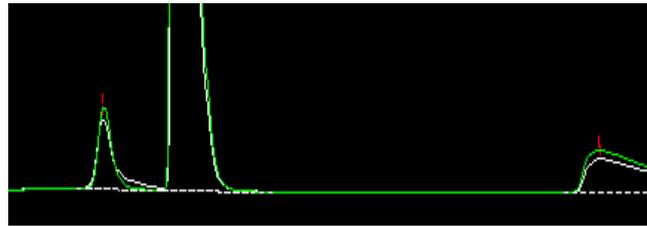


● 图十一



● 图十二

我们再对同一天相邻的 2 次样品，不排放氧气与排放氧气的色谱峰图做一比较，见图十三：



● 图十三

白色图为没有排放氧气的样品的色谱峰图，绿色为排放氧气后的样品的色谱峰图。可以看出，即便是相邻 2 次的样品排放氧气之后的  $N_2$  峰的色谱峰图明显好于不排放氧气的色谱峰图。

以上是通过观察样品  $N_2$  峰的色谱峰的拖尾情况进行正确的分析判断，在数据上也得到了证实（见下表分析数据）。

不排放氧气的测定数值：

	Sample name	Filename	Nitrogen	Carbon	Hydrogen
	乙酰苯胺标准值		10.36	71.09	6.71
1	乙酰苯胺	20161209-000-01	15.61623955	71.1492844	6.721208096
2	乙酰苯胺	20161209-000-02	15.47349072	71.0651779	6.611742025
3	乙酰苯胺	20161209-000-03	13.78824997	71.1668707	6.547723772
4	乙酰苯胺	20161209-000-04	13.60725307	71.0622386	6.713963018
5	乙酰苯胺	20161209-000-05	14.14739132	71.2812347	6.766943703

从以上数据可以看出，在不排放氧气的情况下，由于  $N_2$  峰的拖尾现象，导致 N 的百分含量比理论值高出 3%-5%，需要在做多次这样的条件化样品才能够达到准确分析测试的要求。

排放氧气后的测定数值：

	Sample name	Filename	Nitrogen	Carbon	Hydrogen
	乙酰苯胺标准值		10.36	71.09	6.71

1	乙酰苯胺	20161213-200-01	10.68967533	70.5003128	5.736080647
2	乙酰苯胺	20161213-200-02	10.25130463	71.0369034	6.383642673
3	乙酰苯胺	20161213-200-03	10.29098892	70.6849899	6.480526257
4	乙酰苯胺	20161213-200-04	10.32500458	70.8800812	6.430068970
5	乙酰苯胺	20161213-200-05	10.25322914	70.7223282	6.646811485

从数据上看排放氧气后的 N 的数值只第一次的分析数据高于理论值+0.32 外，其余全部在 0.30%之内。

通过以上实验，充分证明 Flash EA 1112 元素分析仪，在 CHN 的测试中，待仪器升温稳定后，采取在氧气出口处排放一定的氧气量的方法，能够起到缩短 N<sub>2</sub> 峰与 CO<sub>2</sub> 峰完全分离的时间，提高了分析测试效率，保障了分析数据的准确可靠。

