

Oznaczanie węgla organicznego TOC w próbkach stałych za pomocą analizatora Vario MAX CN

1. Wprowadzenie

Istotne znaczenie w analityce środowiska, gleb i roślin a przede wszystkim w próbkach stałych ma oznaczanie węgla i azotu.

W wielu wypadkach nie jest istotna zawartość węgla ogólnego (TC) w próbce, lecz udział w niej węgla organicznego (TOC).

Poniżej podana metoda została opracowana do oznaczania węgla organicznego TOC w próbkach stałych za pomocą analizatora VarioMAX CN zgodnie z normą DIN / ISO 10694.

2. Przystosowanie aparatu (oprzyrządowanie)

Celem wykorzystania makroanalizatora VarioMAX do oznaczeń TOC w próbkach stałych niezbędna jest nieznaczna modyfikacja w układzie spalania aparatu w stosunku do standardowego trybu pracy CN, która może być wykonana samodzielnie przez użytkownika, mając do dyspozycji stosowne komponenty i wypełnienia.

Oznaczeń TOC dokonuje się trybie pracy VarioMAX CN – Sensitive (należy wybrać w menu oprogramowania tryb pracy o większej czułości oznaczeń).

Poniżej przedstawiono potrzebne do wykonania zmiany w oprzyrządowaniu:

1. Wymienić stosowaną w trybie CN stalową rurę spalań na rurę spalań kwarcową (Nr katalog. 25.00-1028) jak w trybie CNS. Rurę spalań należy wypełnić dwutlenkiem ceru, 100g (Nr katalog. 05 000 469) oraz stosowanymi w innych trybach pracy kulkami korundowymi i wełną kwarcową.
2. Wymienić stosowaną w trybach pracy CN/CNS stalową rurę dopalającą na rurę dopalającą kwarcową (Nr katalog. 11.00-1150/4). Kwarcową rurę dopalającą wypełnia się mieszaniną tlenku miedzi (Nr katalog. 03 679 905) i kulek korundowych oraz wełną kwarcową na końcach rury.
3. Do tej aplikacji można stosować ceramiczne tygle (Nr katalog. 25.00-1123) używane w trybie CNS.
4. Rura redukcyjna wypełniona jest w sposób opisany w instrukcji pracy aparatu w rozdz. 8.1.3.
5. Należy ustawić odpowiednie temperatury pracy kwarcowej rury spalań (1050⁰C) oraz kwarcowej rury dopalającej (900⁰C).

Na ilustracjach 1 i 2 przedstawiono wypełnienia rur spalań i dopalającej do oznaczania TOC w próbkach stałych.

3. Przeprowadzenie analizy

Z przyciętych z folii srebrnej kwadratów o boku 40 mm (Nr katalog 25.00-0074 – 100 szt.) wytłacza się cylindryczne pojemniczki za pomocą specjalnego tłoczniaka formującego (Nr katalog. 41.01-1012/4).

W naczyniach uformowanych z folii srebrnej naważa się ok. 250 mg próbki (w przypadku gleb mineralnych naważka może dochodzić do 500 mg).

Naważoną w folii srebrnej próbkę zakwasza się 0,5 ml 3% kwasem solnym dotąd, aż nie będzie już widoczne powstawanie pęcherzyków.

Następnie zakwaszone próbki suszy się przez 4 godziny w suszarce w temperaturze 130°C. Pełne wysuszenie próbek jest konieczne, ze względu na obecność resztek kwasu solnego w wilgotnej próbce, które mogą spowodować uszkodzenie elementów składowych aparatu.

Na tym etapie pracy można wykorzystać przewidziane do tego celu teflonowe tabletki (Nr katalog. 25.00-1178) ze specjalnym zagłębieniem, w które wpasowuje się pojemniczki srebrne do analizy lub przechowywania próbek.

Po zakończeniu etapu suszenia pojemniczki srebrne zamyka się i wstawia do tygli ceramicznych i następnie analizuje.

Analiza ciał stałych może być wykonana tylko w trybie CN VarioMAX. W trybie pracy CNS można spodziewać się zakłóceń interferencyjnych w kolumnie SO₂.

Opisana metoda została przez firmę Elementar zoptymalizowana do analizy węgla organicznego, w której nie jest możliwe jednoczesne oznaczanie azotu. Wartości azotu podlegają znacznym wahaniom a stopień odtwarzania azotu wynosi znacznie poniżej 100%. Mimo to w oprogramowaniu wybiera się tryb pracy CN.

Na życzenie oferowany jest kompletny zestaw zawierający wszystkie potrzebne części, rury, wypełnienia by móc przeprowadzić opisaną powyżej analizę węgla organicznego TOC (Nr katalogowy 25.00-5064).

Może się okazać, że część tych materiałów wykorzystywanych w innych trybach pracy użytkownik może posiadać (rura spalań – CNS, tlenek miedzi, wełna kwarcowa, kulki korundowe itp.)

Ceny poszczególnych wypełnień i komponentów do oznaczeń TOC:

Nr katalog.	Opis	Cena /Euro/
25.00-1028	Kwarcowa rura spalań	205,00
11.00-1150/4	Kwarcowa rura dopalająca	113,00
05 000 469	Dwutlenek ceru (100g)	124,00
41.01-1012/4	Tłoczniak formujący do naczyń	
25.00-0074	Folia srebrna 40 x 40 mm (100 sztuk)	83,00
03 679 905	Tlenek miedzi (250g)	40,00

Wypełnienia rur do oznaczania TOC za pomocą VarioMAX CN

