

## 《新機種紹介》

# 有機微量元素分析装置

EA1108(FISONS社製)

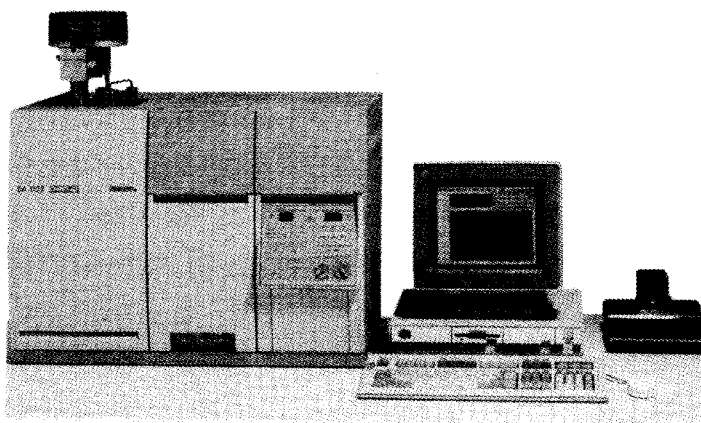
分析センター 森久保 恵美子

有機化合物のCHN（炭素、水素、窒素）含有率の検出は、化合物の純度決定に重要であり、当分析センターでは、ヤナコMT-Ⅲ型を用いCHN測定を行ってきました。しかしここ数年来、難燃性化合物および金属含有化合物の分析依頼が増加し、対応に苦慮しておりました。この度極微量元素分析システムの一環としてFISONS社（旧カルロエルバ社）製のEA1108型元素分析装置が設置され、かなり広い範囲の化合物に対応できるようになりました。

本装置は、以下に述べますように多くの優れた特長を備えていて、また操作も極めて容易なものです。

### 《特長》

- ◆C, H, N, だけでなく、燃焼管／還元管の充填方法を変えることによりS、更には燃焼管／分離カラムの交換、吸着トラップの付加、酸素導入スイッチの切替等によりO, の5元素の分析が可能である。
- ◆ダイナミック閃光燃焼(dynamic flash combustion)方式を採用している。これは酸化触媒と高濃度酸素の存在下で試料を封入した錫コンテナカプセルを約1020℃の燃焼炉に落下させ、錫コンテナの酸化熱（約1800℃）を利用して、瞬間的に試料を完全燃焼させる方法である。このため難燃性化合物を含めて広い範囲の化合物の分析が可能となった。（但しフッ素含有率の高い化合物に関してはまだ多くの問題があるようです）
- ◆検出法はガスクロマトグラフ法であり、燃焼ガスが分解や希釈されることはないので、より正確なデータを得ることができる。
- ◆燃焼状態がオートサンプラーのサイトグラスで確認できるため、特殊な分析の条件決定が行える。
- ◆オートサンプラーで49サンプル（オプションで最大196サンプル）までの自動分析が可能。
- ◆燃焼／還元炉はスイッチオンから約1時間で通常の分析温度（1020℃）まで上昇し、装置が安定して分析可能となる。またHe流量を設定流量のまま、フロー切替バルブで約1／10に落として装置をホールドすることが可能である。
- ◆データ処理システムによりクロマトグラムはCRT上にリアルタイムで表示される。この為、各成分（N<sub>2</sub>, CO<sub>2</sub>, H<sub>2</sub>O, SO<sub>2</sub>）の分離状態と測定経過が確認でき、測定上のトラブルに即、対応できる。

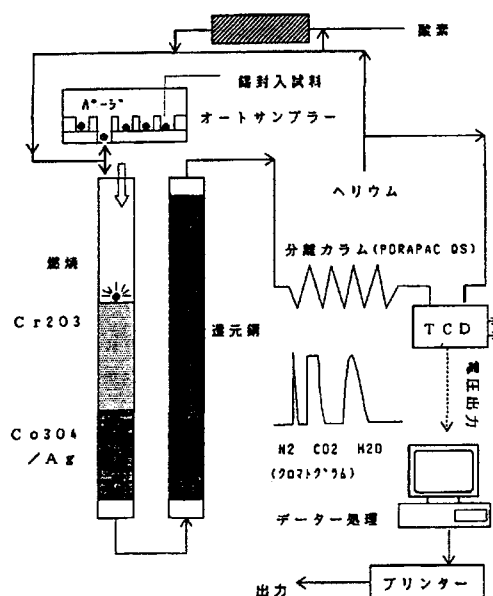


## 《基本構成》

EA1108型は以下の8つのシステムにより構成されている。

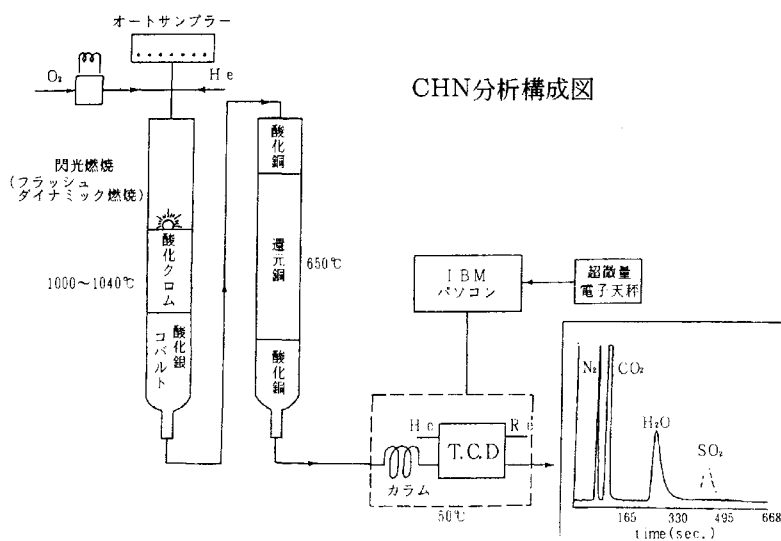
1. Pneumatic control system (Heガスを燃焼用のキャリアガス、TCDのリファレンス、オートサンプラーのバージの三つのラインに供給)
2. 酸素供給システム( $O_2$ ガスはHeガスにサドイッチされた状態でサンプル燃焼ラインに供給される為、非常に酸素リッチな状態でサンプルの劇的酸化、閃光燃焼が行われる。また1サンプル当たりの $O_2$ 使用量が25mlと少量の為、還元銅の消費が少なくすみ分析効率が良い)
3. サンプル供給(オートサンプラー)システム
4. 燃焼炉 (燃焼/還元により、 $N_2$ ,  $CO_2$ ,  $H_2O$ ,  $SO_2$ からなる混合ガスを生成)
5. コントロール回路 (エレクトロニクスパーツ)  
(炉温、オープン温度、動作タイミングなどの電气的設定)
6. ガスクロマトグラフオープン/カラム  
分離カラムはポラバックQS充填のステンレススチールカラムを使用 (温度65°C)
7. TCD (熱伝導検出器)  
クロマトカラムで分離されたガスは、 $N_2$ ,  $CO_2$ ,  $H_2O$ ,  $SO_2$ の順にTCDで検出される。
8. データ処理システム

TCDからの信号を受け取りデータ処理を行う。ソフトウェア、Eager200を使用したデータ処理システムにより、ウルトラマイクロ天秤 (ザルトリウス社製) から秤量値の自動転送、画面での検量線の確認、測定中のクロマトグラムの表示やディスクへのセーブ、生データの保存、再積分/計算処理等が簡単に行える。



酸化触媒: 酸化クロム、銀/酸化コバルト  
 燃焼温度: 約1020°C オープン: 65°C  
 還元温度: 約650°C 測定時間: 7分  
 He 100ml/min,  $O_2$  約20ml/分析

CHN分析概略図



CHN分析構成図