

Arbeidsbeskrivelse
Institutt for husdyr-og akvakulturvitenskap, UMB

Metodenavn: Analyse av nitrogen, carbon, hydrogen og svovel med elementaranalysator
IHA-nr: ARB 1039CHNS

1. Innledning

Prøvene forbrennes ved hjelp av oksygen i et forbrenningskammer på 1000 °C. Forbrenningsgassene føres av bæregassen He gjennom en 2m lang Poropak QS-4mm kolonne der de separeres. CHNS detekteres som CO₂, H₂O, N₂ og S₂ med en varmetrådsdektor. For utfyllende forklaring se Instruksjonsmanual EA 1108 Elementar Analyser 1.4 Principle of Operation A og B.

2. Kjemikalier

Kvartsull ,	very fine 33822200	SA 990716
Kobberoksid	33821750, d=0,5	SA 99060301
Kobber	reduced, bottle, d=0,5	SA 99060303

Heliumgass	Reinhet 6,0	Eiva
Oksygen	” 5,0	”
Trykkluft	Uspesifisert	”
Standard: Atropine		SA990746
Acetanilide		SA990744

Kontroll: Finmalt (0,5mm) materiale av tørket fôr, gjødsel eller in sacco.

3. Utstyr

Tinnkapsler	SA76981102
Kvarstrør	SA990729
PC	
Eager 200 dataprogram	
Sartorius M2P mikrovekt	
Eager 200 vekt-interface	
Autosampler AS 200 LC med 4 tromler for tilsammen 196 kapsler (faste stoffer)	
Forsegler for kapsler	
Pinsetter 2 stk	
Spatel	
Oppbevaringsboks for 96 kapsler	
Skriver	

4. Instrumentets arbeidsprinsipp

Prøvebehandling

De tørkede og finmalte prøvene veies i en tinnfoliekapsel. Prøvene legges i en autosampler. Derifra slippes de ned i et forkammer med gjennomstrømming av helium. Heliumet fottrenger rester av luft rundt og i prøven.

Forbrenning

Etter en gitt tid slippes prøven ned i selve forbrenningskammeret. Dette er et vertikalt stående kvartsrør, som holder 1000° C. Det doseres en gitt mengde oksygen tilpasset prøvemengden. Prøvene forbrennes totalt og momentant.

Etter fullstendig oksidering føres gassene over en katalysator, som gir 1700° C i forbrenningsøyeblikket. Deretter føres gassene over kobber for å fjerne overskudd av oksygen.

IHA/UMB						ARB:
Utarbeidet av:	Godkjent av	Gjelder fra	Revisjon	Erstatter	Dokumentnavn:	Side 1 av 4
		6.2.2007				

og å redusere nitrogenoksyd til nitrogen.

Gassene går deretter gjennom en kromatografisk kolonne (poropak PQS), der de separeres og etterpå detekteres av en varmetrådsdetektor.

Gassenes gang gjennom instrumentet

Trykkluft styrer to magnetventiler

En magnetventil styrer den pneumatiske ventilen for fremføring av O₂

En magnetventil styrer selve fremføringen av Autosampleren.

He-gassen deles i tre greiner.

Referansegass til detektoren

Purge: Helium blåser over prøvene i venteposisjon

Bæregass gjennom instrumentet

O₂ – gass

Brukes til fullstendig forbrenning av prøvene. O₂ doseres av en loop, som styres av en pneumatisk ventil.

5.Utførsel

Pakking av reaktorrør

Fra bunn: ca 3cm kvartsull, ca 11cm kobber, ca 0,5cm kvartsull, ca 4cm kobberoksyd, Ca 0,5cm kvartsull.

Lag sampletable.

Vei inn 3-5mg av standarden i en tinfoliekapsel og brett sammen kapselen godt.Legg inn vekten i sampletable.Vei inn 3-5mg av prøvene på samme måte som standarden.

Alt samles i en oppbevaringsboks enligt: bypass, bypass, blank (tom tinkapsel) st.antropine, st. acetanilide, st. acetanilide og til slutt en kontroll og deretter prøvene. Kontroll hver 10e prøve.

Alle kapslene legges i autosampleren.

6.Start og stopp av analysering

Start

Skru på gassen. (Sjekk at gasstrykket er riktig.)

Sett på ovn og filament.

Skru på He og purge

Start analyseringen, når ovnen har kommet opp til 1000° C

Gå til hovedmenyen

Klikk på RUN

Klikk på Start Analyses. Instrumentet starter med den prøven, som er merket med Act.

Stopp

Sett instrumentet på standby

Steng for purge

Trykk ut ovn og filament

Skru igjen for gassen.

PC: Recalculation

Summerize result

Edit – insert group

Print all groups

Skriv ut resultatet

IHA/UMB						ARB:
Utarbeidet av:	Godkjent av	Gjelder fra 6.2.2007	Revisjon	Erstatter	Dokumentnavn:	Side 2 av 4

Ytterligere informasjon

Lage nytt rør (etter ca 196 prøver)

Løsne nedtill først: Fjern stativet og skru av mutteren. Deretter skru av oppe. (Skyv autosampleren til siden og ta opp glassrøret.) Røret kan være meget HETT ! Bruk hansker. Ta nytt kvartsrør og fyll. Ca 3cm kvartsull, ca 11cm kobber, ca 0,5cm kvartsull, ca 4cm kobberoksyd, ca 0,5cm kvartsull. Sett på pakningene på røret og sett tilbake røret i instrumentet.

Sjekk lekkasje ved skifte av rør

Skru heliumgassen fra standby til on

Bytt slangeniplene for avgassen med tette hetter, som skruses tett til.

Øk trykket på heliumgassen med regulatoren for bæregass på instrumentet til 140 kPa vent i ett minutt

Systemet er tett, dersom trykkmåleren ikke synker

Skru trykkregulatoren tilbake til utgangsstillingen, skru tilbake slangenippelen og vent ca ett minutt

Trykket skal være 100 kPa

Sampletable

1/ Fulle sampletable slik det står

Dette er aktuelt, når sampletable skal etterfylles

2/ Lage nytt sampletable

1/ Save method

2/ Forandre Filename

3/ Sample Table (det gamle kommer opp)

4/ Edit

5/ Clear sampletable

6/ Legg inn nytt: Edit, Fill sampletable

Samplename = rekvisisjonsnr.

Samplename IDX = prøvenr (3 Siffer. Hvis flere-sett de etter rekv.nr.)

Chr.filename = for eksempel initialer på bruker

Filename IDX = filnummer

Bypass, blank, standard og kontroll må legges inn manuelt.

Veiling

1/ Vask glassplaten, pinsettene og spatelen med sprit

2/ Blås rein forsegleren og oppbevaringsboksen

3/ Merk hvor første vekt skal inn

Klikk på balance

Reciewing weight

Weight from balance

4/ Husk å gå til Save Methode før du går ut av Sampletable !!!

Overføring til diskett

1/Overføring til excel regneark:

File

Export excelfile

2/Gå inn på Utforsk og overfør regnearket til diskett

IHA/UMB						ARB:
Utarbeidet av:	Godkjent av	Gjelder fra 6.2.2007	Revisjon	Erstatter	Dokumentnavn:	Side 3 av 4

IHA/UMB						ARB:
Utarbeidet av:	Godkjent av	Gjelder fra 6.2.2007	Revisjon	Erstatter	Dokumentnavn:	Side 4 av 4