



Appareils utilisés :

- EA 1108 , CHNS : Fisons
- ECS 4010, CHNS : Costech

(Dynamic flash combustion method)

Méthode d'analyse:

Cette méthode d'analyse est basée sur l'oxydation complète de l'échantillon.

1. On pèse  $\approx 2$ mg d'échantillon (organique ou inorganique) dans une cupule d'étain. Celle-ci est placée à l'intérieur d'un auto-échantillonneur purgé avec un courant d'hélium continu. Les échantillons sont introduits un à un, à intervalle régulier dans le réacteur de combustion, un tube de quartz maintenu à  $1021^{\circ}\text{C}$ .
2. Dans cette "fournaise", le courant d'hélium est temporairement enrichi avec de l'oxygène pur. L'échantillon et son contenant fondent. L'étain provoque une violente réaction de combustion sous cette atmosphère enrichie d'oxygène. Dans ces conditions favorables, toutes les substances organiques et inorganiques, même les plus résistantes, sont oxydées et converties en produits de combustion:  $\text{CO}_2$ ,  $\text{H}_2\text{O}$ ,  $\text{N}_2$ ,  $\text{SO}_2$
3. Les gaz de combustion sont transportés dans la colonne chromatographique par le gaz porteur He. Ils sont séparés et détectés par un détecteur de conductivité thermique qui donne un signal proportionnel à la concentration de chacun de composants : C, H, N, S.

## Procédure:

3-4 échantillons standards (courbe de calibration)

1 échantillon standard comme inconnu

6 échantillons inconnus

1 échantillon standard comme inconnu

6 échantillons

1 échantillon standard comme inconnu

3-4 échantillons standards (courbe de calibration)

1 échantillon standard comme inconnu

6 échantillons inconnus

1 échantillon standard comme inconnu

6 échantillons

1 échantillon standard comme inconnu

3-4 échantillons standards (courbe de calibration)

.....

Nous avons différents standards fournis par la compagnie Isomass. Nous choisissons les standards dont les % de C, N, S, H sont près de ceux des inconnus

## Qualité :

Nous établissons une courbe avec des standards.

Des échantillons standards sont ensuite utilisés comme inconnus et servent au contrôle de qualité. Nous tolérons

|  |                    |
|--|--------------------|
| % de chaque élément (C, H, N)  | Différence tolérée |
| 5,00 - 9,99  | ± 0,15             |
| 10,0 - 24,9  | ± 0,25             |
| 25,0 - 90,0  | ± 0,30             |
|  |                    |
| % de chaque élément (S)  | Différence tolérée |
| < 25,0   | ±1,00              |
| Note : Pour les échantillons contenant plus de 25% de soufre, l'appareil est moins fiable. |                    |

Dans le traitement des données, nous sommes très rigides pour la concordance des résultats des échantillons standards comme inconnus.

Chaque échantillon est analysé deux fois (si la quantité le permet).

Si les résultats d'analyse pour un même échantillon ne sont pas concordants, cela suppose que l'échantillon n'est pas pur et/ou homogène et/ou qu'il se décompose et/ou «autre cause».