

# **Elementární analyzátory vhodné pro stanovení obsahu C, N a S v odpadech**

**Mgr. Jan Svoboda**

**ANAMET s. r. o.**

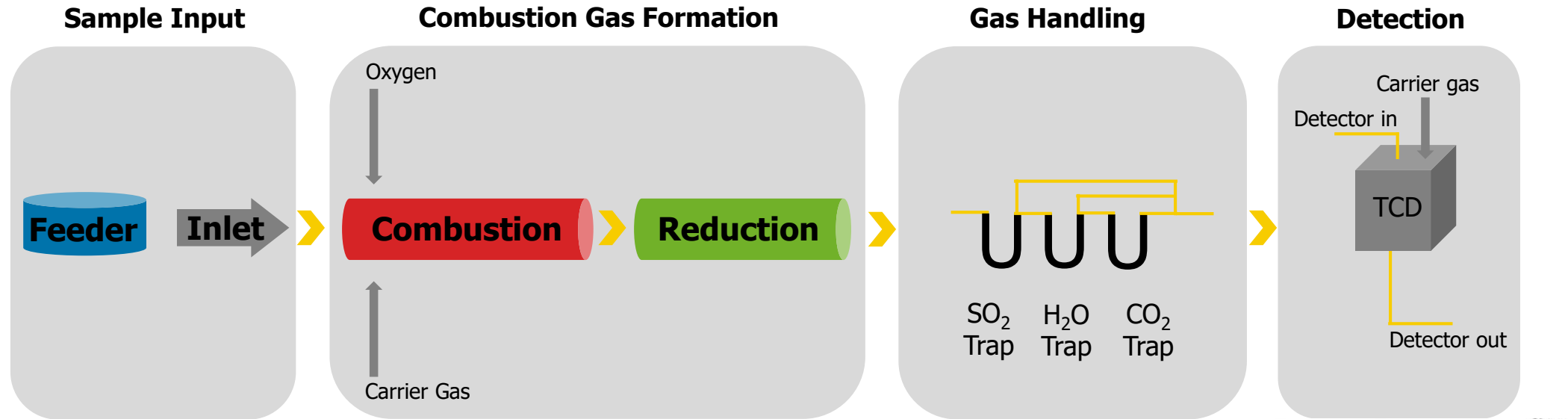
# Elementar



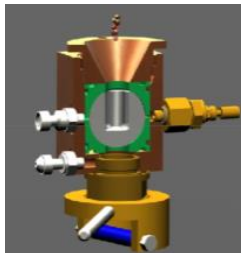
Elementar Analysensysteme je přední světový výrobce elementárních analyzátorů nekovových prvků jako je uhlík, dusík, síra, vodík, kyslík a chlor ve všech organických a většině anorganických látkách. Firma má původ v oddělení analytické instrumentace technologické skupiny Heraeus s tradicí ve výrobě CHNS analyzátorů v Hanau u Frankfurtu po dobu více než 110 let.



# Elemental analysis – Working Principle



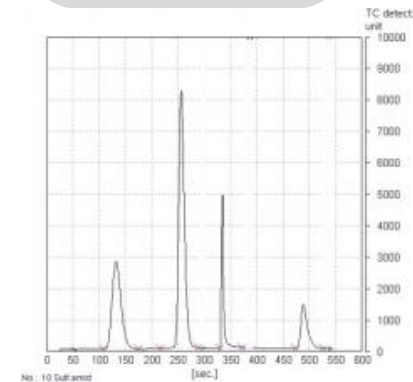
**Tin foil capsules**



**Vertical furnace**

**Closed sample inlet with patented ball-valve for blank-free sample transfer**

**Gas traps for collection and pre-concentration**



# Environmental



The content of total organic carbon (TOC) in water and solid samples is one of the most important screening parameter in environmental analysis. Whether you look at the evaluation of water quality or at the recycling of residues – there is no way around TOC.



vario TOC select



vario TOC cube



soli TOC cube



acquray Series

# Metody stanovení TOC



- UV oxidace / persulfátová metoda (acquray):
- (přídavek persíranu sodného) a působení UV
- organické složky reagují na  $\text{CO}_2$
- $\text{CO}_2$  detekce na IR sensoru



- Výhody UV/persulfátové metody:
- Možnost analyzovat vzorky o velkém objemu (acquray TOC: až do 40 ml)
- nižší detekční limit (acquray TOC: 2 ppb), lepší opakovatelnost

# Metody stanovení TOC



- Spalování za vysoké teploty za přítomnosti katalyzátoru (vario TOC cube / vario TOC select):

→ Vzorek je nadávkován na povrch katalyzátoru o vysoké teplotě

→ organické látky jsou oxidovány na CO<sub>2</sub>



# Přístroje pro vysokoteplotní spalování



vario TOC cube /  
vario TOC select

## TOC analysis – vario TOCs

# Integrovaný automatický vzorkovač pro kapalné vzorky



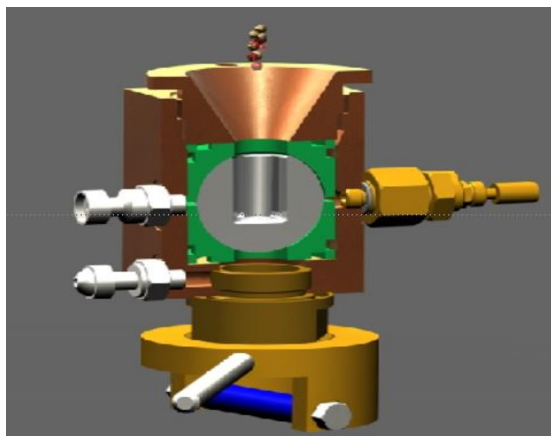
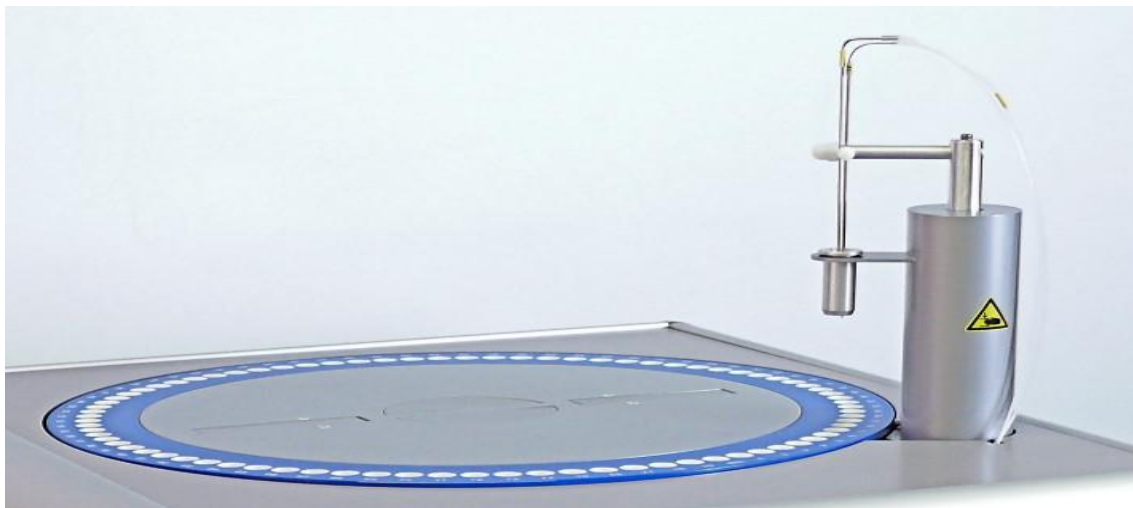
Tři velikosti vzorkovače:

- 32 pozic pro zkumavky 40 ml
- 50 pozic pro zkumavky 12 ml
- 80 pozic pro zkumavky 7 ml



# TOC analysis – vario TOCs

Automatizovaná analýza pevných látek díky plynotěsnému kulovému ventilu



- 120 pozic do 300 mg
- 60 nebo 80 pozic pro vzorky nad 1g
- Možné také použít pro suspenze a tekuté vzorky díky kapslím

# TOC analysis – vario TOCs

## Analýza pevných vzorků



- Uzavření vzorku do cínová folie, jejíž použití dále zvyšuje teplotu oxidace
- bez omezení pro velikost částic v kalech a kapalinách

# TOC analysis – vario TOCs

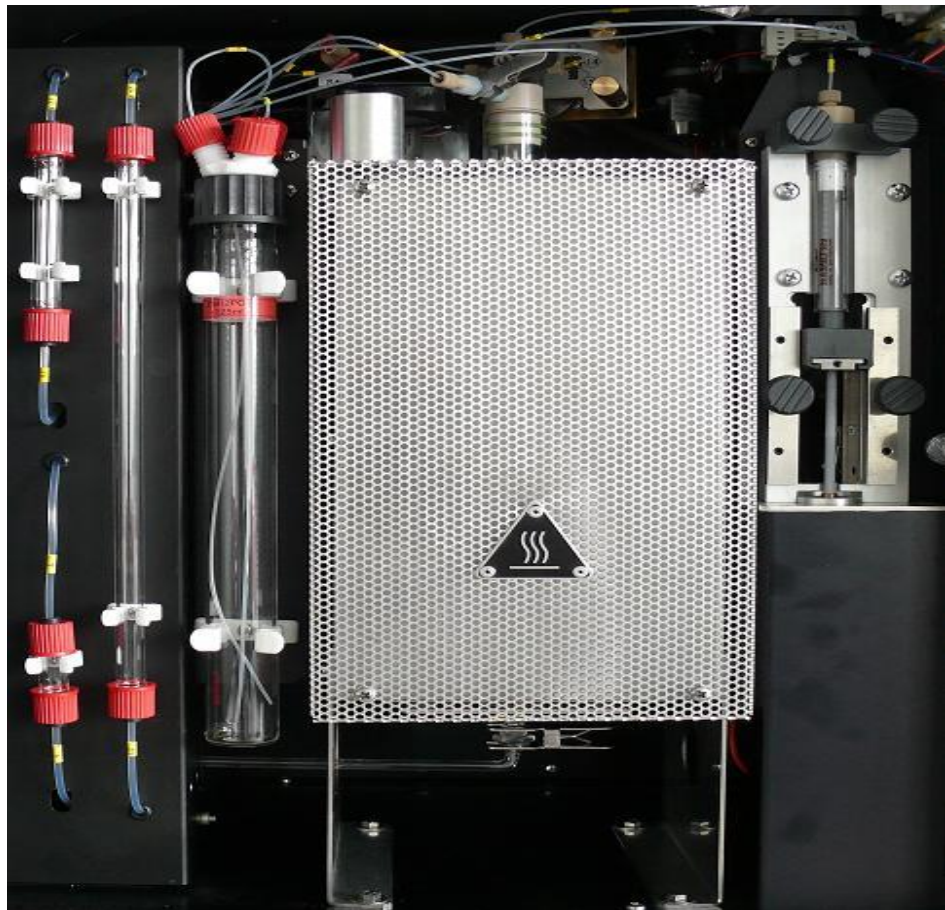
## Vysokoteplotní spalování vzorku (až 1200° C) za přítomnosti katalyzátoru

✓ lepší rozklad vazeb C-C, C-N, C-O díky vyšší teplotě

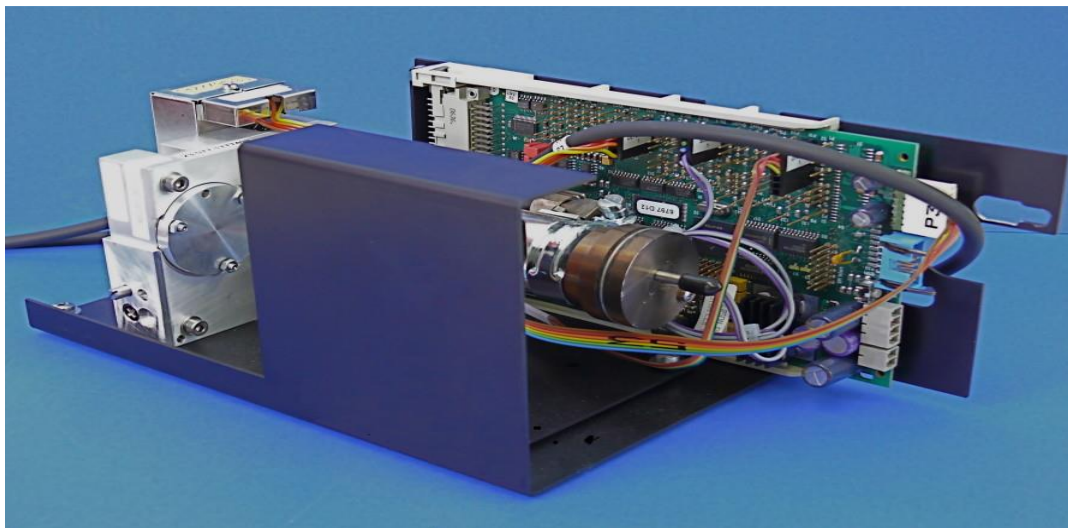
✓ možnost stanovení TNb jedinou metodou a jediným katalyzátorem

✓ lepší spalování částic

**Záruka 10 let na pec**

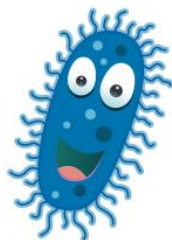


## Širokospektrární IR detektor CO<sub>2</sub> 6 ppb - 60,000 ppm

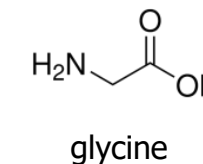


- ✓ Bez spektrální interference (např. SO<sub>2</sub>)
- ✓ lineární odpověď v celém rozsahu detekce
- ✓ Odpadá problematické ředění vzorku

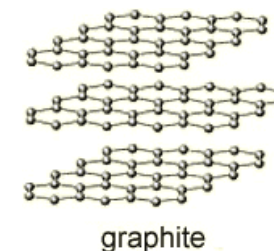
# Carbon fractions in the (terrestrial) environment



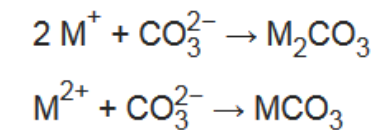
- **Organic carbon** (plant and animal residues, organic waste, excrements, living and dead microorganisms)
  - main source of energy for microorganisms
  - **bioavailable**



- **Elemental carbon** (graphite, coal, carbon black)
  - **ROC (residual oxidizable carbon)**
  - **inert, not bioavailable**



- **Inorganic carbon** (different carbonates, in most cases limestone or dolomite)
  - **inert, not bioavailable**



## New Parameter for the Determination

TOC<sub>400</sub>: carbon decomposed at 400° C via O<sub>2</sub> in CO<sub>2</sub>

ROC: Elemental carbon, „Black Carbon“

TIC<sub>900</sub>: Inorganic carbon decomposed at 900° C into CO<sub>2</sub>

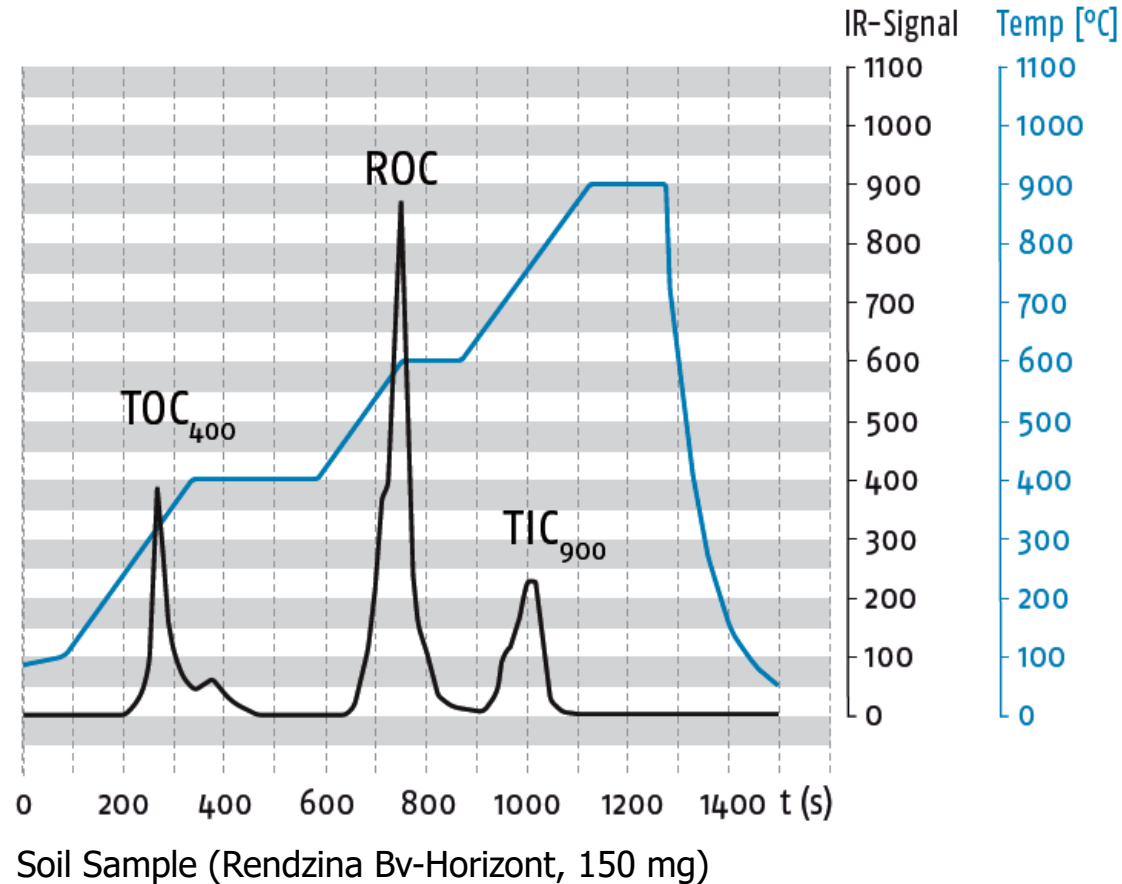
| Parameter          | Start Temp. [° C] | Heating Rate [° C/min.] | Target Temp. [° C] | Hold time [s] |
|--------------------|-------------------|-------------------------|--------------------|---------------|
| TOC <sub>400</sub> | 150               | 70                      | 400                | 120           |
| ROC                | 400               | 70                      | 600                | 100           |
| TIC <sub>900</sub> | 600               | 70                      | 900                | 100           |

# The New soli TOC cube - Flexible Choice of Method



- Temperature-dependent differentiation of carbon in solids (TOC<sub>400</sub>, ROC, TIC<sub>900</sub>) according to DIN 19539:2015-08
  - 2-step temperature programming with innovative carrier gas switching
  - 3-step temperature programming mode
- „Classical“ TOC-determination of solids by direct and subtraction acidification methods according to DIN 15936

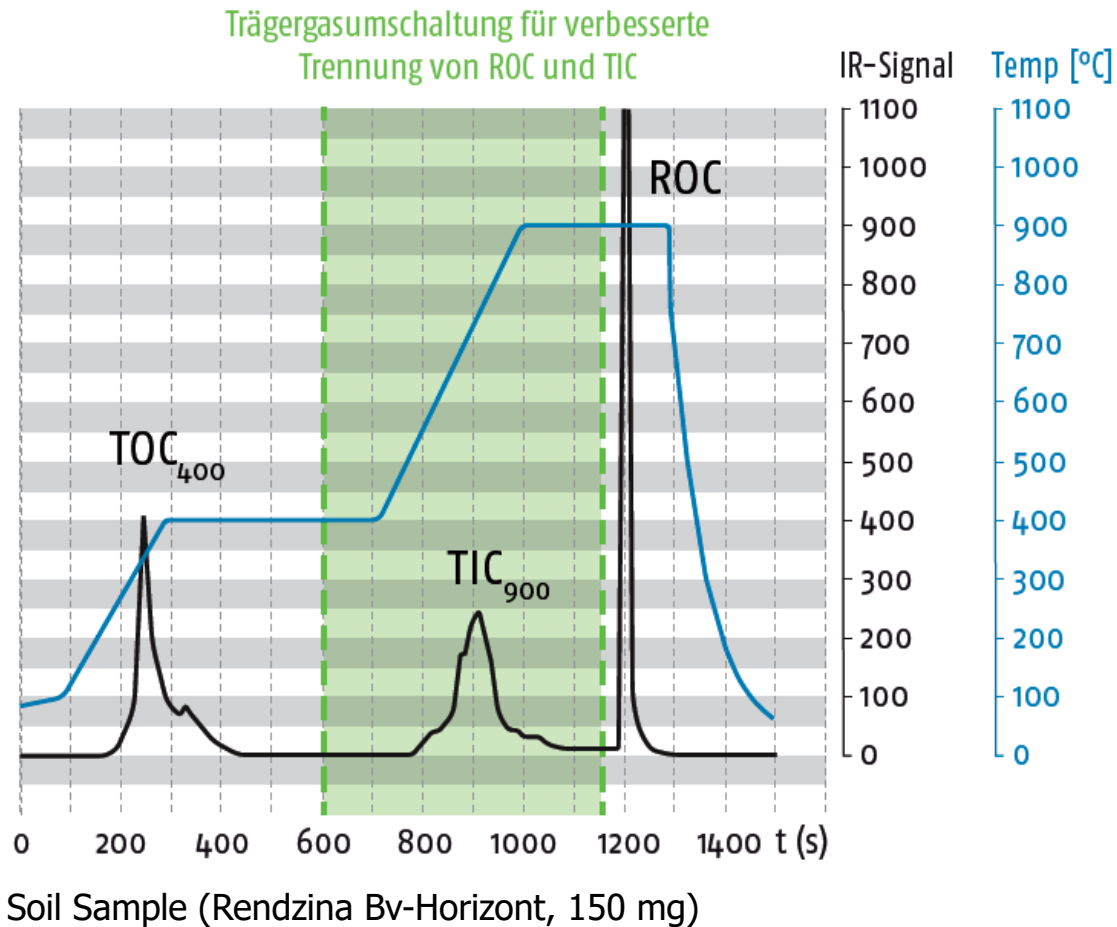
# The New soli TOC cube – Highly Versatile



- 3-step temperature programming according to DIN 19539:2015-08



# The New soli TOC cube - Highly Versatile



- 2-Step temperature programming with innovative carrier gas switching according to DIN 19539:2015-08
- The carrier gas switching ensures a better separation of ROC und TIC.

# The New soli TOC cube - Ideal for Samples



- Soil
  - Organic, mineral, with technogenic impurities, rubble from coal mining
- Waste
  - Waste combustion ash
  - Scum from combustion processes
  - Foundry sand
  - Recycling material
- Sludge
  - Dredging sludge
  - Sediment
- Inorganic materials and Minerals

# The vario Series



|                                     | MICRO                                      | EL    | MACRO   | MAX        |
|-------------------------------------|--|-------|---------|------------|
| Elements                            | C, H, N, S and O or Cl with multiple modes |       |         | N, CN, CNS |
| Max. C content                      | 7 mg                                       | 40 mg | 150 mg  | 500 mg     |
| Sample weight (for soils with 1% C) | < 0.3 g                                    | < 1 g | < 1.5 g | < 5 g      |
| Sample homogeneity (recommended)    | high                                       | high  | medium  | low        |
| Ash removal                         | Manual                                     |       |         | Automatic  |

# vario MAX cube – Area of Application



- Addresses any high throughput laboratory
- Designed for 24/7 operation
- Available in CN and CNS Mode

# vario MAX cube – Broad Sample Weight Range



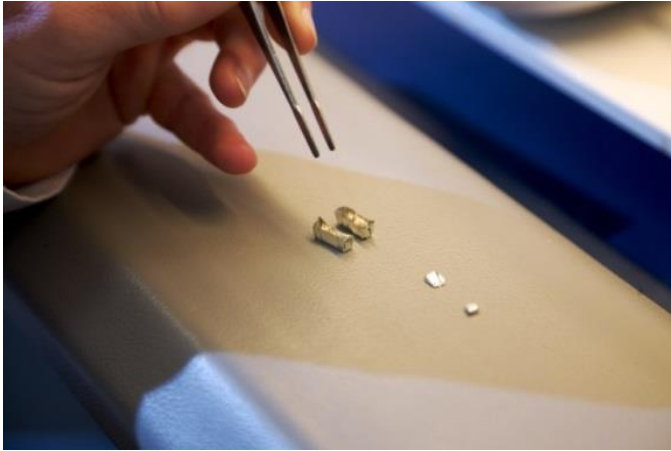
- Up to 5 g mineral sample
- Up to 5 ml liquid
- Up to 1 g organic sample
  
- Up to 500 mg total carbon
- Up to 330 mg total nitrogen

# vario MAX cube – Highest Sample Flexibility



- Solids and liquids
- Inhomogeneous samples
- Samples with high ash content

# vario MAX cube – Simplified Sample Preparation



- Tidy sample preparation?
- Not necessary!

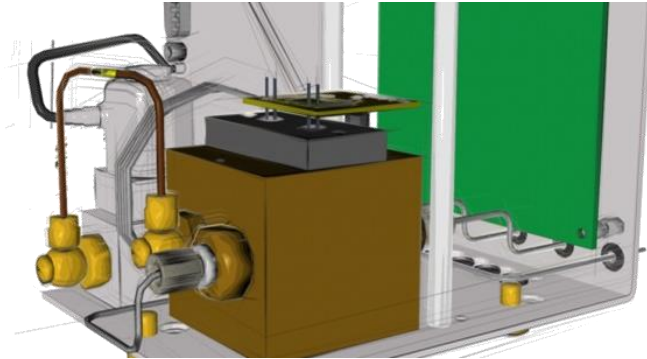
# vario MAX cube – Autosampler



- Automatic sample introduction and ash removal via robotic arm
- 90 position carousel as standard
- Robust, maintenance-free mechanical design
- Reloadable at any position and time during operation
- Robotic arm with integrated oxygen lance for optimal combustion

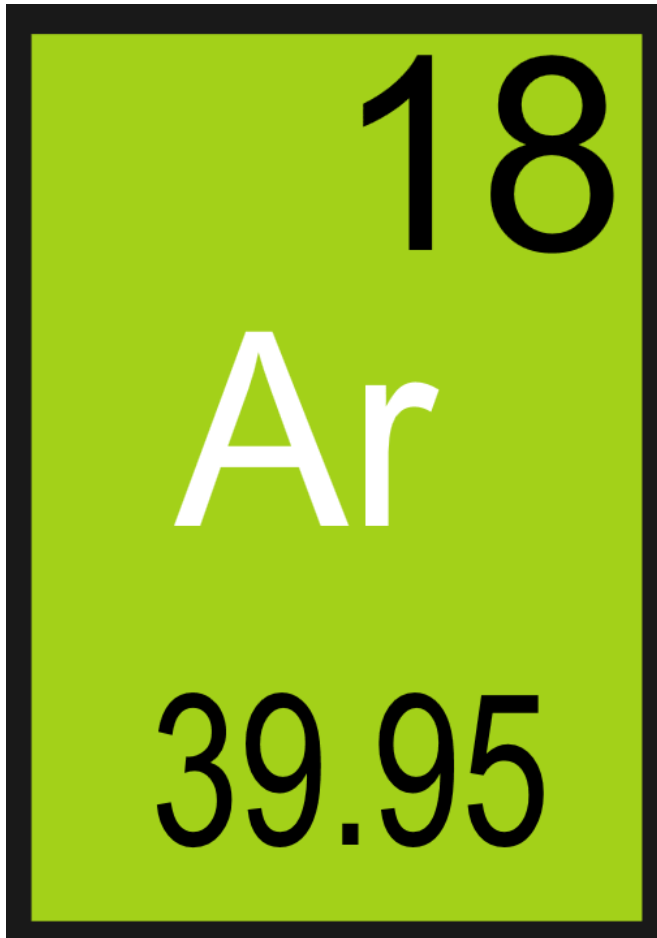


# vario MAX cube – Thermal Conductivity Detector



- High sensitivity < 100 ppm to 100% detection
- Large dynamic range
- Stable calibration for more than 1 year

# vario MAX cube – runAr Technology



- Allows utilizing Argon instead of Helium as a carrier gas to further reduce cost-per-sample
- No time-consuming retrofit needed
- Use of Argon has been scientifically proven for the analysis of soils