



Instrument:

EA1108 (CHNS), Fisons Instrument

Méthode d'analyse:

Les pourcentages de carbone, hydrogène, azote et soufre dans un composé sont déterminés en utilisant la méthode quantitative de combustion dynamique (dynamic flash combustion). Cette technique est basée sur l'oxydation complète de l'échantillon.

1. On pèse ≈ 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°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: CO_2 , H_2O , N_2 , SO_2
3. Les gaz de combustion sont transportés dans la colonne chromatographique par le gaz porteur He, où ils sont séparés. La détection est faite par un détecteur de conductivité thermique qui donne un signal proportionnel à la concentration de chacun de composants : C, H, N, S.
4. La calibration de l'appareil est faite en utilisant des standards certifiés. Pour la validation des résultats des analyses, des échantillons "contrôle qualité" sont utilisés (voir partie procédure).



Procédure :

Nous établissons une courbe de calibration avec des standards. Des standards sont ensuite analysés comme inconnus et servent de contrôle de qualité. La suite des analyses est:

- 3-6 échantillons standards (courbe de calibration)
- 1 échantillon standard comme inconnu (contrôle de qualité)
- 6-10 échantillons inconnus
- 1 échantillon standard comme inconnu (contrôle de qualité)
- 6-10 échantillons inconnus
- 1 échantillon standard comme inconnu (contrôle de qualité)
- 3-6 échantillons standards (courbe de calibration)
- 1 échantillon standard comme inconnu (contrôle de qualité)
- 6-10 échantillons inconnus
- 1 échantillon standard comme inconnu (contrôle de qualité)
- 6-10 échantillons inconnus
- 1 échantillon standard comme inconnu (contrôle de qualité)
- 3-6 échantillons standards (courbe de calibration)

.....

Nous utilisons des standards certifiés fournis par la compagnie Isomass. Les standards sont choisis avec % de C, N, S, H près de ceux des échantillons inconnus. Pour les échantillons "contrôle qualité" les critères de validation versus les valeurs attendus pour les standards utilisés sont présentés dans le tableau suivant. Les résultats sont donnés en % massique (masse de l'élément/masse du composé).

% de chaque élément	Différence tolérée
C, H, N	± 0,30%
S (< 25%)	± 1,00%
Note : Pour les échantillons contenant plus de 25% de soufre, l'appareil est moins fiable.	

Chaque échantillon est analysé au moins deux fois (si la quantité le permet). Si les résultats des deux analyses 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'.

Les limites de détection pour les analyses sont 0.3 % pour les C, H, N et 1.0 % pour le S.