

Методика работы с фтор-содержащими образцами для vario MICRO/EL cube

1. Введение

Примечание: при работе в CHN/CN режимах, в связи с использованием более низких температур, фтор-содержащие пробы не оказывают негативного влияния на анализ

Основной проблемой при анализе соединений со связями C-F является образование HF, разрушающего кварц и другие компоненты прибора, снижая общий срок службы анализатора

Второй неприятный момент – образование SiF₄/CO₂F₂, не адсорбируемых на колонке и искажающих результаты анализа

В целом конструкция анализатора (короткие трубки, устойчивые к коррозии материалы) предусматривает возможность работы с фтор-содержащими пробами. **Периодическое включение фтор-содержащих образцов в общую массу проб на работоспособности прибора не сказывается (по порядку 1 образца на 10)**. При использовании больших навесок проб с высоким фторсодержанием (>10%) рекомендуется следовать инструкциям ниже

2. Постоянная работа с фтор-содержащими пробами

Частым считается использование каждый день около 5-10% фторсодержащих образцов. В этом случае:

- **Снижение массы пробы, вплоть до 100 мкг (предел чувствительности детектора)**
- **После каждых 10 фторсодержащих образцов запускайте не менее 10 обычных.** После каждой ежедневной серии фторсодержащих проб заменяйте или чистите золоуловитель. Если при внешнем осмотре незаметны следы деструкции кварца, золосорбник можно использовать повторно
- **Используйте реагенты для подавления образования летучих фторидов.** В целом конструкция прибора позволяет обходиться без них, однако для подстраховки можно использовать:
 - **«Набор для фторсодержащих образцов» (P/N 15.00-5022)** содержит керамический золоуловитель и оксид магния (MgO). Подмешивая MgO к пробе, вы снижаете количество свободных летучих фторидов, аналогичную функцию выполняет сам золоуловитель (в него также можно подсыпать примерно 5 мм слой MgO). **НЕ ЗАБЫВАЙТЕ КОНДИЦИНИРОВАТЬ ПРИБОР С НОВЫМ ЗОЛОУЛОВИТЕЛЕМ (ОТЖЕЧЬ ЕГО НА МЕТОДЕ BLANK)**
 - **Полезным будет использование серебряных лодочек или капсул (P/N 11.00-1371)** для связывания летучих фторидов на стадии окисления пробы
- **Регулярно проверяйте состояние серебряной ваты в трубке-абсорбере галогенов**
- **Используйте ИК-детектор для определения серы (15.50-0002), если необходима очень высокая точность анализа по S.**

3. Итог

Ограниченное число анализов соединений со связями Э-F/C-F не оказывает влияния на ход анализа в целом; однако результаты по сере могут оказаться испорченными по прошествии некоторого времени. Не применяйте сразу все вышеприведенные методы, следуйте принципу «от простого – к сложному». Начните с простого снижения массы пробы и при необходимости переходите к следующему шагу.



Art No. 15.00-1309 closed ash crucible, ceramics

Art. No. 11.02-1046 silver boats, 4mm x4 mm x 6 mm, 500pcs

Art. No. 15.00-0057 magnesium oxide

Art. No 15.00-1150 combustion-/reduction tube, quartz glass