

D200 杜马斯定氮仪测定树脂（高碱金属）中的氮含量

一、前言

树脂作为一种多功能的高分子材料，在现代工业中扮演着不可或缺的角色。测定树脂中氮含量对于评估树脂的性能和质量至关重要。氮元素在树脂中的含量会影响其化学稳定性和物理性能，尤其是在高性能应用中，如电子和汽车行业，对氮含量的精确控制尤为关键。其中，碱性酚醛树脂因其卓越的耐热性、耐化学性和绝缘性能，被广泛应用于多个领域，包括建筑材料、电气设备、汽车零部件等。据市场研究报告显示，2019 年至 2023 年期间，中国碱性酚醛树脂市场年复合增长率达到了 8.6%，并预计到 2030 年市场规模将突破 400 亿元人民币，显示出其在树脂市场中的重要地位和快速增长的市场份额。

测定树脂中氮含量的方法包括元素分析法、凯氏定氮法等。例如《GB/T 33317-2016 塑料 酚醛树脂 六次甲基四胺含量的测定 凯氏定氮法、高氯酸法和盐酸法》为树脂中氮含量的测定提供了规范和依据。

然而由于酚醛树脂中的氮主要以六次甲基四胺、胺基、含氮单体、氮杂环、其他含氮化合物等形式存在，因此使用凯氏定氮法有可能无法将树脂中的氮元素完全转化为硫酸铵。因此燃烧法检测树脂中氮含量有一定的优势。燃烧法测定氮元素又可以分为元素分析仪法和杜马斯燃烧法，但是由于碱性酚醛树脂中含有游离 K^+ 、 Na^+ 等碱金属离子，这些碱金属离子会破坏元素分析仪的石英燃烧管，无法满足碱性酚醛树脂的大批量测定。因此本文旨在验证使用 D200 杜马斯定氮仪测定碱性酚醛树脂中氮含量时，碱金属是否破坏金属灰分管以及金属燃烧管，并且能否在保证测试结果准确性的同时找到更适用于 D200 杜马斯定氮仪测定碱性酚醛树脂中氮含量的测试方案。

二、杜马斯定氮仪测试方案

2.1 仪器与试剂

仪器：D200 杜马斯定氮仪、十万分之一分析天平；

试剂：氧气（纯度 > 99.999 %）；二氧化碳气（纯度 > 99.999 %）；L-天冬氨酸标准品（纯度 > 99 %）；样品：树脂（高碱金属）。

2.2 样品制备

固体样品或粘稠类样品：称取 100~200mg 样品，精确至 0.01mg，将样品包裹在锡箔纸中，并将锡箔纸团成紧密的样品球，放入样品盒中备用。

液体样品：使用滤纸球作为液体吸附剂，先于锡箔纸中放入一颗滤纸球，使用 200 μL 移液枪移取 200mg（精确至 0.01mg）左右的液体，等待液体被滤纸球吸附并处于非流动状态后，将锡箔纸轻轻团成紧密的样品球，过程中避免液体样品泄露，放入样品盒备用。

备注：

- ① 样品取样量取决于样品中的氮含量，对于 $N\% \geq 8\%$ 的样品可称取 100mg，对于 $N\% < 8\%$ 的样品可称取 200mg。
- ② 吸取 88 μL 的液体树脂接近于 100mg，吸取 175 μL 的液体树脂接近于 200mg。
- ③ 使用滤纸球作为液体吸附剂相比较使用硅藻土作为液体吸附剂产生的灰分更少。

2.3 上机测试

样品称量使用的是十万分之一的天平，以 mg 为单位进行称量。

将样品置于样品盘中，根据样品重量选择相应方法，开始测试。测试方法参数如下表所示：

方法名称	通氧时间	氧气流量	断氧阈值	自动归零	峰值预期	积分重启延时
100mg 树脂	40s	300 mL/min	0%	180s	130s	0s
200mg 树脂	46s	350 mL/min	0%	174s	130s	0s

2.4 观察灰分管及燃烧管的腐蚀情况

使用两种灰分管（金属灰分管、陶瓷灰分管）对样品进行连续测试，仪器降温后观察灰分管、金属燃烧管、还原管的腐蚀情况和灰分管中灰分的总量。

三、实验数据

3.1 使用金属灰分管测试样品中的氮含量

经 D200 杜马斯定氮仪分析检测，样品中氮含量如下表所示：

样品名称	取样量/mg	N 含量/%	N 含量平均值/%	SD/%
240F-03-3	104.50	17.318	17.320	0.015
	100.26	17.336		
	105.29	17.306		
PF-3198-1-001A	201.23	2.135	2.115	0.046
	195.44	2.148		
	201.22	2.063		
PF-2550-281A	202.38	0.769	0.747	0.034
	201.52	0.708		
	200.52	0.763		
1	201.27	0.050	0.050	0.001
	201.52	0.049		
	200.35	0.051		
4	200.10	0.136	0.136	0.004
	200.01	0.140		
	199.95	0.133		
6	198.95	0.201	0.199	0.002
	200.33	0.197		
	199.92	0.200		

3.2 使用陶瓷灰分管测试样品中的氮含量

经 D200 杜马斯定氮仪分析检测，样品中氮含量如下表所示：



样品名称	取样量/mg	N 含量/%	N 含量平均值/%	SD /%
240F-03-3	103.43	17.385	17.333	0.045
	101.74	17.305		
	101.44	17.309		
PF-2550-281A	199.85	0.783	0.760	0.033
	200.55	0.775		
	199.58	0.723		

1	201.81	0.037	0.043	0.009
	199.46	0.053		
	200.20	0.039		
4	200.25	0.138	0.130	0.011
	200.00	0.122		
6	202.42	0.185	0.188	0.003
	199.68	0.190		
	200.37	0.190		

备注：由于连续进行了多次测试，样品 PF-3198-1-001A 用尽，因此上表中没有列出其结果。

3.3 金属灰分管与陶瓷灰分管的使用情况比对

本次使用金属灰分管对样品进行了连续三天测试，共计 67 个样品；使用陶瓷灰分管对样品进行了连续两天测试，共计 33 个样品。金属灰分管与陶瓷灰分管的比对如下表所示：

使用情况	金属灰分管	陶瓷灰分管
测样天数	3 天	2 天
测试样品总数	67 个	33 个
灰分管图片		
腐蚀说明	金属灰分管被腐蚀出一个洞	陶瓷灰分管外部出现轻微裂痕
灰分情况	—	33 个样品总灰分约占据陶瓷灰分管的 2/5， 预计一个陶瓷灰分管可以测试 60 个样品
灰分管换新频率	60 个样品/个	60 个样品/个
价格	高	低

四、注意事项

- ①由于部分粘稠的树脂类样品，不易被滤纸球吸附，因此包裹样品中要尽量小心，避免样品泄露。
- ②虽然样品中氯含量较低，但为避免燃烧管堵塞，建议增加净化管。

五、实验结论

本次分别使用了金属灰分管和陶瓷灰分管配合 D200 杜马斯定氮仪对样品进行测试，通过连续五天测试发现，从腐蚀情况来看，碱金属含量较高的树脂类样品会腐蚀金属灰分管，不会腐蚀陶瓷灰分管，但陶瓷灰分管在燃烧过程中会出现裂纹，而 D200 杜马斯定氮仪的金属燃烧管及还原管没有明显的腐蚀和损坏；从更换频率来看，预计一个金属或陶瓷灰分管均需每 60 个样品更换一个新的灰分管；从灰分管单价来看，陶瓷灰分管单价是金属灰分管的十分之一；从测试结果来看，陶瓷灰分管与金属灰分管的结果比较接近。

除此之外，对于树脂类样品增加通氧流量有利于样品的燃烧并有助于提高样品测试结果的平行性。

综上所述，D200 杜马斯定氮仪配合陶瓷灰分管可以更好地用于树脂（高碱金属）样品中氮含量的测定。