

E500 元素分析仪测定化工防老剂、硝化物中 C、S 含量

一、前言

在橡胶、塑料、涂料等工业材料的生产过程中，为了延长产品的使用寿命和提高其性能，常常会添加一类特殊的添加剂——防老剂和硝化剂。防老剂主要用于防止材料因氧化作用而发生降解，而硝化剂则在橡胶工业中用于改善橡胶的物理性能。C 和 S 的含量测定对于防老剂和硝化剂的质量控制至关重要。C 含量的高低直接影响材料的热稳定性和机械性能，而 S 含量则与材料的耐老化性和抗氧化性密切相关。过高或过低的含量都可能导致材料性能不达标，影响产品的市场表现和企业的经济效益。

目前，测定防老剂和硝化剂中 C、S 含量的方法多样，包括化学分析、物理测试、热分析、光谱分析和加速老化测试等。这些方法各有优势，但相比之下，元素分析法因其独特的技术优势脱颖而出。燃烧法元素分析仪采用高温燃烧热导分析法，能够快速、准确地测定样品中的 C、S 含量。该方法具有样品量少、元素检出限低、定量准确等优点，且操作简便、自动化程度高，大大提升了分析效率和准确性。

本文将针对防老剂、硝化物中 C、S 含量的测定进行适合于 E500 元素分析仪的方案开发，以确保 E500 元素分析仪更好地测定防老剂、硝化物中 C、S 含量。

二、仪器与试剂

2.1 仪器

E500 元素分析仪、微量分析天平等。

2.2 试剂及材料

载气：高纯氦气（体积分数 $\geq 99.999\%$ ）、助燃气：氧气（体积分数 $\geq 99.999\%$ ）；

对氨基苯磺酸标准品（纯度 $> 99\%$ ）；

三氧化钨、线状铜、银丝、刚玉球、石英棉；

2.3 样品

防老剂、硝化剂。

三、E500 元素分析仪实验方法

3.1 仪器准备

管路准备：可根据耗材填充工装对燃烧管、还原管及干燥管进行准确装填，如耗材使用周期达到上限需及时更换；

气源准备：氦气（体积分数 $\geq 99.999\%$ ）；氧气（体积分数 $\geq 99.999\%$ ）；

微量分析天平开机预热：尽量保持长期开机，并保持称量室内温度和湿度稳定；

陶瓷坩埚（ $\Phi 14\text{mm} \times 25\text{mm}$ ）准备：将陶瓷坩埚置于 800°C 的马弗炉中灼烧 2h，冷却后置于干燥器中备用；

CHNS 模式使用参数见下表：

模式	燃烧管	还原管	C 柱	H 柱	S 柱	检测器	标准品
CHNS 模式	1000°C	850°C	35°C	45°C	40°C	TCD 检测器 (60°C)	对氨基苯磺酸

3.2 样品制备

用锡舟称取 30mg 样品，精确至 $\pm 0.001\text{mg}$ ，用镊子将锡舟压扁并折叠，卷起来密封，将称量好的样品置于陶瓷坩埚中后放入仪器样品盘待测。

3.3 上机测试

按照仪器的操作规程进行仪器优化及日常系数计算。将样品放于陶瓷坩埚（ $\Phi 14\text{mm} \times 25\text{mm}$ ）中并置于 E500 元素分析仪样品盘中并进行测试，方法参数设置如下表：

方法名称	CHNS 30mg
通氧时间/s	140
氧气流量/(mL/min)	150
断氧阈值/(%)	0
N 延时/s	0
C 延时/s	180
H 延时/s	240
S 延时/s	180
自动归零/s	35

四、实验数据

经过分析检测，四个样品中 C、S 含量如下表：

样品名称	取样量/mg	C 含量/(%)	S 含量/(%)
防老剂 1	32.224	71.375	0.228
	32.281	71.853	0.201
	32.004	71.726	0.207
平均值/(%)		71.651	0.212
SD/(%)		0.25	0.01

样品名称	取样量/mg	C 含量/(%)	S 含量/(%)
防老剂 2	31.135	72.237	0.196
	31.983	72.373	0.176
	32.194	72.228	0.177
平均值/(%)		72.279	0.183
SD/(%)		0.08	0.01

样品名称	取样量/mg	C 含量/(%)	S 含量/(%)
硝化剂 1	33.202	55.635	0.211
	33.499	55.669	0.238
	33.928	55.630	0.238
平均值/(%)		55.645	0.229
SD/(%)		0.02	0.02

样品名称	取样量/mg	C 含量/(%)	S 含量/(%)
硝化剂 2	31.224	55.659	0.267
	32.292	55.557	0.276
	33.691	55.620	0.285
平均值/(%)		55.612	0.276
SD/(%)		0.05	0.01

五、注意事项

当样品中 S 元素以硫酸盐的形式存在时，可以尝试提高燃烧温度或按照 1:2 的比例加入三氧化钨催化剂辅助 S 元素的含量测试。

六、结论

通过实验结果可以看出，化工防老剂、硝化物属于一种高碳低硫的样品，而 E500 元素分析仪仅需 30mg 进样，就可以完成对于化工防老剂、硝化物中 C、S 含量的准确测定，并且测试结果平行性良好。除此之外，E500 元素分析仪的“样品-灰分原位置换”技术和 120 位进样盘可以更好助力于化工防老剂、硝化物样品的连续大批量检测以及化工样品的研发工作。