

E500 元素分析仪测定固废中的 C/H/N/S 含量

一、前言

在环境保护和资源循环利用的背景下，固体废物（固废）中的碳（C）、氢（H）、氮（N）、硫（S）等元素含量的测定显得尤为重要。这些元素不仅是评估固废环境影响的关键指标，也是确定其资源化利用潜力的重要参数。通过对固废中这些元素含量的精确测定，我们可以更好地理解其环境风险、资源价值和潜在应用，从而为固废的管理和处理提供科学依据。

元素分析法因其操作简便、可连续测样、适合有机化合物测试等优势而脱颖而出。特别是对于固废中的 C、H、N、S 等元素的测定，元素分析法能够提供快速、准确的结果，且对样品的前处理要求较低，适合大规模的样品分析。此外，元素分析法的自动化程度高，可以减少人为误差，提高分析的灵敏度和精确度，因此在固废元素含量测定中具有明显的优势。本文将针对固废样品进行适合于 E500 元素分析仪测试的方案开发，以确保 E500 元素分析仪更好的测定固废中 C、H、N、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、烘箱、高速粉碎机等。

2.2 试剂及材料

载气：高纯氮气（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

固废样品。

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

3.2.1 样品干燥及水分测定

准备一个干净且恒重的陶瓷蒸发皿，称重并记录陶瓷蒸发皿的质量。点击“去皮”，称取 10g 左右均匀的固废样品，并记录固废样品的湿重。将试样在 $105 \pm 5^\circ\text{C}$ 的烘箱中烘干 7h，取出放到干燥其中冷却 0.5h 后称重。重复烘干 2h，冷却 0.5h 后再次称重，使得两次称量之差不超过试样量的千分之四。恒重后的样品使用粉碎机磨细、混匀，装入自封袋中并置于干燥器中保存备用。

3.2.2 样品称量

用锡舟称取 20mg 样品，精确至 $\pm 0.001\text{mg}$ ，并按照 1:1 的比例加入 WO_3 ，一同包裹在锡箔纸中，将样品团成紧密的小球，排空空气，放入样品盒备用。

备注： WO_3 的添加有助于 S 元素的释放。

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（Φ14mm×25mm）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	5mg 样品
通氧时间/s	40
氧气流量/(mL/min)	160
断氧阈值/(%)	0
N 延时/s	105
C 延时/s	180
H 延时/s	240
S 延时/s	180

四、实验数据

4.1 通过恒重前后质量计算样品中的含水率如下表：

样品干燥前质量(g)	样品干燥后质量 (g)	样品含水率(%)
10.6521	6.9535	34.72

4.2 经过分析检测，样品中 C、H、N、S 含量（以干基计）如下表：

样品名称	重量(mg)	N 含量(%)	C 含量(%)	H 含量(%)	S 含量(%)
固废	5.021	3.182	42.877	3.855	0.574
	4.999	3.191	40.910	3.677	0.662
	5.010	3.012	42.336	3.785	0.593
结果平均值/(%)		3.128	42.041	3.772	0.610
结果 SD (%)		0.101	1.016	0.090	0.046

4.3 经过分析检测，样品中 C、H、N、S 含量（以湿基计）如下表：

样品名称	重量(mg)	N 含量(%)	C 含量(%)	H 含量(%)	S 含量(%)
固废	5.021	2.077	27.989	2.555	0.375
	4.999	2.083	26.705	2.439	0.432
	5.010	1.966	27.636	2.509	0.387
结果平均值/(%)		2.042	27.444	2.501	0.398
结果 SD (%)		0.066	0.663	0.059	0.030

以湿基计，样品中的 N、C、S 含量计算公式如下：

$$X' (\%) = \frac{X}{1 - 34.72\%}$$

式中：X 为测得的样品中 N、C、S 的含量（以干基计），单位为百分之百（%）；

X' 为计算得到的样品中 N、C、S 的含量（以湿基计），单位为百分之百（%）；

34.72% 为原样品中的含水率。

以湿基计，样品中的 H 含量计算公式如下：

$$X'(\%) = \frac{X}{1 - 34.72\%} + 34.72\% \times \frac{2}{18}$$

式中：X 为测得的样品中 H 的含量（以干基计），单位为百分之百（%）；

X' 为计算得到的样品中 H 的含量（以湿基计），单位为百分之百（%）；

2/18 为水中氢元素的质量分数。

五、注意事项

①鉴于固废样品的含水率较高，因此为了保证测试结果的稳定，需将样品烘干后再上机测试。除此之外，对样品进行充分的研磨、混匀有利于提高测试结果的平行性。

②由于固废样品需要测定氢元素，因此在测试前坩埚需要高温灼烧，以保证坩埚中的水分不会干扰对样品中氢元素的测定。

六、结论

通过实验结果可以看出，E500 元素分析仪仅需 5mg 进样，就可以完成对于固废中的碳（C）、氢（H）、氮（N）、硫（S）等元素含量的测定。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固废样品的连续大批量检测。