

# E500 元素分析仪测定高硫树脂中的 S 含量

## 一、前言

在化工材料领域，树脂作为一种重要的高分子材料，其化学成分的精确测定对于产品质量控制、性能评估以及环境影响评价具有重要意义。而测定树脂中硫含量的意义主要体现在产品质量控制、环境影响评估、材料性能优化等方面。

在测定树脂中硫含量的方法中，国内外已有多项标准和测试方法，其中包括元素分析法、高温裂解-离子色谱法和库伦法等。在方法间的优势比对中，元素分析法因其操作简便、可连续测样等特点而具有一定优势。特别是对于树脂中硫含量的测定，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。本文将针对树脂类样品中 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树脂中 S 的含量。

## 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

树脂类样品。

### 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  $800^\circ\text{C}$  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	$1000^\circ\text{C}$	$850^\circ\text{C}$	$35^\circ\text{C}$	$45^\circ\text{C}$	$40^\circ\text{C}$	TCD 检测器 ( $60^\circ\text{C}$ )	对氨基苯磺酸

#### 3.2 样品制备

用锡舟称取 5mg 左右的样品，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	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

经上机测试，样品中的 S 含量如下表：

样品编号	称样量/mg	S 含量/%	平均值/%	SD/%
1	4.992	51.428	51.406	0.19
	5.000	51.587		
	4.987	51.204		
2	4.987	50.126	50.174	0.24
	4.987	49.963		
	4.992	50.432		
3	5.016	50.691	50.909	0.32
	4.989	50.763		
	5.016	51.272		
4	4.994	35.222	35.083	0.19
	5.003	34.872		
	5.009	35.156		

#### 五、结论

通过实验结果可以看出，E500 元素分析仪仅需 5mg 进样，就可以完成对于高硫树脂中 S 含量的测定。由于本次测试树脂中的 S 主要以有机态的形式存在，并且通过对比测试发现在样品中添加三氧化钨对 S 含量的测试结果无影响，因此对于此类样品中 S 含量的测定可以无需添加三氧化钨。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树脂样品的连续大批量检测。