

E500 元素分析仪测定酚醛树脂中 N、C、H、S、O 含量

一、前言

酚醛树脂作为一类重要的热固性高分子材料，因其优异的耐热性、机械强度及化学稳定性，被广泛应用于电子封装、复合材料、胶黏剂、阻燃材料等领域。其元素组成（尤其是 C、H、N、S、O 含量）直接影响材料的交联密度、热稳定性、阻燃性能及环境安全性。例如，硫（S）含量过高可能导致材料耐老化性下降，而氧（O）含量则可能影响树脂的固化反应速率和最终力学性能。因此，酚醛树脂生产厂家及下游采购方（如电子器件制造商、汽车零部件供应商）需严格监控元素含量，以进行工艺诊断与改进、性能预测和确保产品质量符合行业标准及环保法规。

目前，酚醛树脂中 C、H、N、S、O 的测试方法主要包括：元素分析法、高温裂解-离子色谱法、库伦法等。相较于上述方法，基于燃烧原理的元素分析仪法优势显著：

高效性：通过自动进样（如 E500 的 120 位坩埚进样器）实现连续检测，减少人为误差，同时一次性测试可以直接获得 C、H、N、S 的含量；

高精度：联用热导检测器（TCD）与非分散红外检测器（NDIR），提升气体组分动态测量的灵敏度和重复性；

环保性：特种分子筛材料实现气体快速分离，减少试剂消耗，符合绿色化学理念。

本方案旨在优化 E500 元素分析仪的测试参数，建立一套高效、稳定的测定酚醛树脂中 C、H、N、S、O 的测试方案。确保 E500 在复杂有机基质中的适用性，为酚醛树脂的质量控制与工艺改进提供可靠技术支撑。

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

酚醛树脂。

三、E500 元素分析仪实验方法

3.1 仪器准备

①管路准备：可根据耗材填充工装对燃烧管、还原管、裂解管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；

②气源准备：氦气（纯度：99.999%）；氧气（纯度：99.999%）；

③微量分析天平开机预热：尽量保持长期开机，并保持称量室温度和湿度稳定；

④新陶瓷坩埚（ $\Phi 14\text{mm} \times 25\text{mm}$ ）准备：将陶瓷坩埚置于 550°C 的马弗炉中灼烧 3h，冷却后置于干燥器中备用；

⑤CHNS/O 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	承装
CHNS 模式	1000°C	850°C	35°C	45°C	40°C	TCD 检测器	对氨基苯磺酸（参考标准品证书）	锡舟
O 模式	1000°C	-	-	-	-	红外检测器	苯甲酸（参考标准品证书）	银舟

3.2 CHNS 模式切换为 O 模式的操作

序号	更换项目名称	操作
1	耗材	将燃烧管、还原管更换为裂解管（配备相应的下封头）
2	气源	氧模式无需氧气，需将氦气瓶出口一分为二分别接入仪器的氦气和氧气进气口
3	内部管路连接	裂解管出口接入一级干燥管
4	内部管路连接	TCD 检测器出口接入红外检测器进口
5	金属爪	将 CHNS 模式金属爪更换为 O 模式金属爪
6	软件	在软件设置界面将工作模式切换为氧模式

3.3 仪器校准

CHNS 模式：称取 0.1、0.3、0.5、1、2、3、4、5、6、7、8、9、10、12、14、16、18、20mg 对氨基苯磺酸于锡舟中，设置测试序列，选择相应重量方法进行测试，对 C、H、N、S 逐一建立校准曲线，校准曲线的线性相关系数 R 应大于 0.999。

O 模式：分别称取 0、0.1、0.3、0.5、1、2、3、4、5、6、7mg 苯甲酸（标准品）于银舟中，设置测试序列，选择“O 模式”方法进行测试，建立校准曲线，校准曲线的线性相关系数 R 应大于 0.999。

为避免仪器状态波动对结果产生影响，每日测试样品前仍需要使用标准品进行日常系数校正，日常系数在 0.9~1.1 范围内说明标曲可以正常使用，如果超出该范围，需重新测试标曲。

3.4 样品制备

CHNS 模式：用锡舟称取 5mg 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。

O 模式：用银舟称取 3mg 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。

3.5 上机测试

将含有样品的陶瓷坩埚置于 E500 元素分析仪的样品盘中进行测试，仪器参数设置如下表：

CHNS 模式	
方法名称	CHNS 5mg
通氧时间/s	40
氧气流量/(mL/min)	160
断氧阈值/(%)	10
N 延时/s	105
C 延时/s	180
H 延时/s	240
S 延时/s	180
自动归零/s	70
O 模式	
方法名称	O 模式
O 延时/s	300
O ₂ -L	35
O ₂ -H	200
自动归零/s	60

四、实验数据

4.1 样品中的 N、C、H、S 含量

经过分析检测，酚醛树脂中 N、C、H、S 含量如下表：

样品名称	取样量/mg	N 含量/(%)	C 含量/(%)	H 含量/(%)	S 含量/(%)
酚醛树脂	5.069	4.010	75.224	5.802	0.000
	5.018	3.910	75.193	5.932	0.000
平均值/(%)		3.960	75.209	5.867	0.000
SD/(%)		0.071	0.022	0.092	0.000

4.2 样品中的 O 含量

经过分析检测，酚醛树脂中 O 含量如下表：

样品名称	取样量/mg	O 含量/(%)	平均值/(%)	SD/(%)
酚醛树脂	3.030	16.262	15.964	0.428
	3.031	15.473		
	3.033	16.156		

注：上述测试结果均为湿基结果。

五、注意事项

①对于氧模式而言，仪器升温后等待红外检测值趋于稳定或为 0 后方可开始测试。

②称量精度是影响测试结果的关键因素，因此称取标准品及样品时需要严谨、准确称量，并保证称量环境稳定。

六、结论

通过实验结果可以看出，对于酚醛树脂而言，E500 元素分析仪在“CHNS 模式”下仅需 5mg 进样，在“O 模式”下仅需 3mg 进样就可以完成对于酚醛树脂中 N、C、H、S 和 O 元素含量的准确测定，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酚醛树脂样品的连续大批量检测以及化工样品的研发工作。