

E500 元素分析仪测定 α -烯烃/马来酸酐共聚物中 N、C、H、S、O 含量

一、前言

α -烯烃/马来酸酐共聚物是通过 α -烯烃（如 C8-C18 甚至更高碳数的烯烃）与马来酸酐共聚得到的高分子材料。因其具有独特的双亲性质，被广泛应用于胶黏剂（特别是无醛胶黏剂）、润滑油添加剂、生物柴油降凝剂、化妆品以及油墨和涂料等行业。以胶黏剂行业为例， α -烯烃/马来酸酐共聚物用于无醛木材胶黏剂，羧基和胺类反应形成交联网络，替代甲醛基胶黏剂。可以通过测试 α -烯烃/马来酸酐共聚物中 C/H/O 比例来验证 α -烯烃链长（C/H 比）与马来酸插入率（O 含量），确保共聚物组成符合设计；通过检测 α -烯烃/马来酸酐共聚物中 N 含量可监控胺化反应程度（如氨化改性），直接影响胶黏剂固化速率与耐水性；除此之外，检测 α -烯烃/马来酸酐共聚物中 S 含量可以检测原料杂质（如含硫催化剂残留），避免影响环保认证。因此相关行业可以通过测试 α -烯烃/马来酸酐共聚物中 C、H、N、S、O 含量进行质量控制与配方验证（验证共聚物组成、官能化程度等）、性能优化（交联密度、极性基团含量影响性能）、环保合规以及研究开发。

相较于传统方法而言，基于燃烧原理的元素分析法优势显著：

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 α -烯烃/马来酸酐共聚物中 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 α -烯烃/马来酸酐共聚物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 $\geq 99.999\%$ ）；

磺胺标准品（纯度 $>99\%$ ）；

三氧化钨、线状铜、银丝、刚玉球、石英棉、炭黑、石墨毡等；

2.3 样品

α -烯烃/马来酸酐共聚物。

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	磺胺（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 磺胺于锡舟中，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。

3.4 样品制备

CHNS 模式：用锡舟称取 10mg α -烯烃/马来酸酐共聚物样品，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 α -烯烃/马来酸酐共聚物样品，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 10mg
通氧时间/s	80
氧气流量/(mL/min)	100
断氧阈值/(%)	0
N 延时/s	80
C 延时/s	150
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	240
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， α -烯烃/马来酸酐共聚物中 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(%)
1 号 α -烯烃/马来酸酐共聚物	10.014	4.893	59.407	7.256	0.000
	10.010	4.823	59.512	7.247	0.000
平均值 (%)		4.858	59.460	7.252	0.000
SD(%)		0.049	0.074	0.006	0.000
2 号 α -烯烃/马来酸酐共聚物	9.989	3.516	61.018	6.805	0.000
	10.017	3.480	61.113	6.990	0.000
平均值 (%)		3.498	61.066	6.898	0.000
SD(%)		0.025	0.067	0.131	0.000

样品名称	取样量(mg)	N 含量(%)	C 含量(%)	H 含量(%)	S 含量(%)
3 号 α -烯烃/马来酸酐共聚物	10.001	3.266	61.239	6.589	0.000
	10.023	3.247	61.429	6.589	0.000
平均值 (%)		3.257	61.334	6.589	0.000
SD(%)		0.013	0.134	0.000	0.000
4 号 α -烯烃/马来酸酐共聚物	10.019	3.110	61.346	6.684	0.000
	10.011	3.080	61.444	6.616	0.000
平均值 (%)		3.095	61.395	6.650	0.000
SD(%)		0.021	0.069	0.048	0.000

4.2 样品中的 O 含量

经过分析检测， α -烯烃/马来酸酐共聚物中 O 含量如下表：

样品名称	取样量(mg)	O 含量(%)	O 含量平均值(%)	SD(%)
1 号 α -烯烃/马来酸酐共聚物	2.989	29.467	29.385	0.116
	3.029	29.303		
2 号 α -烯烃/马来酸酐共聚物	3.043	29.251	29.272	0.029
	3.006	29.292		
3 号 α -烯烃/马来酸酐共聚物	2.996	29.570	29.546	0.034
	3.032	29.522		
4 号 α -烯烃/马来酸酐共聚物	3.006	29.741	29.650	0.129
	3.023	29.558		

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 α -烯烃/马来酸酐共聚物而言，E500 元素分析仪在“CHNS 模式”下仅需 10mg 进样，在“O 模式”下仅需 3mg 进样就可以完成对于 α -烯烃/马来酸酐共聚物中 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 α -烯烃/马来酸酐共聚物样品的连续大批量检测以及化工样品的研发工作。