

E500 元素分析仪测定 MOFs 材料中的 C、H、N、S、O 含量

一、前言

金属-有机框架材料 (Metal-Organic Frameworks, MOFs) 作为一种由金属离子或簇与有机配体通过配位键自组装形成的晶态多孔材料, 因其具有极高的比表面积、可调的孔道结构和优异的化学功能性, 在气体存储与分离、催化、传感、药物递送及能源等领域展现出巨大的应用潜力。MOFs 材料的物理化学性质, 包括其结构稳定性、孔隙率以及功能表现, 均直接取决于其精确的化学组成, 即金属节点与有机配体的种类、比例及纯度。因此, 对 MOFs 材料中各元素进行准确定量分析, 是验证其分子结构、评估合成产物纯度、监控批次一致性以及指导后续材料改性的关键环节。

元素分析 (Elemental Analysis, EA) 是测定有机物和配位化合物中碳 (C)、氢 (H)、氮 (N)、硫 (S)、氧 (O) 等核心元素含量的经典且至关重要的分析方法。其原理是在高温催化条件下将样品彻底燃烧分解, 使各元素转化为相应的气态产物 (如 CO_2 , H_2O , N_2 , SO_2 等), 再通过分离检测系统进行定性与定量分析。对于 MOFs 材料而言, 通过元素分析仪获得的实验值与基于其化学式的理论计算值进行对比, 可以为化学组成提供最直接、有力的证据, 是判断合成产物是否与目标结构相符的“金标准”之一。

本方案采用高性能元素分析仪, 对 MOFs 样品中的 C、H、N、S、O 元素含量进行精确测定, 为材料的合成验证、性质研究和后续应用提供可靠的基础数据支撑。

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

MOFs 材料 1#、2#和 3#（选 2、6 和 8）。

三、实验方案

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（Φ14mm×25mm）准备：将陶瓷坩埚置于 550℃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℃	850℃	35℃	45℃	40℃	TCD 检测器	磺胺（参考标准品证书）	锡舟
O 模式	1000℃	-	-	-	-	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

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、20、25、30、40、50、70mg 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 样品，精确至 0.001mg，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中待测。

O 模式：用银舟称取 3-6mg 样品，精确至 0.001mg，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中待测。

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	10mgMOFs
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-3mgMOFs	O 模式-6mgMOFs
O 延时/s	240	360
O ₂ -L	35	35
O ₂ -H	200	200
自动归零/s	20	20

四、实验结果

4.1 样品中的 N、C、H、S 含量

经过分析检测，MOFs 样品中的 C、N、H、S 含量如下表：

样品名称	重量(mg)	N 含量(%)	C 含量(%)	H 含量(%)	S 含量(%)
1 号	10.023	7.178	44.165	3.151	0.000
	9.935	7.161	44.055	3.093	0.000
平均值 (%)		7.170	44.110	3.122	0.000
绝对差值 (%)		0.017	0.110	0.058	0.000
2 号	10.090	9.483	57.107	3.457	0.000
	10.096	9.526	57.234	3.360	0.000
平均值 (%)		9.505	57.171	3.409	0.000
绝对差值 (%)		0.043	0.127	0.097	0.000
3 号	10.125	8.101	38.203	2.920	0.000
	10.173	8.069	37.952	2.929	0.000
平均值 (%)		8.085	38.078	2.925	0.000
绝对差值 (%)		0.032	0.251	0.009	0.000

4.2 样品中的 O 含量

经过分析检测，MOFs 样品中的 O 含量如下表：

样品名称	重量(mg)	O 含量(%)	平均值 (%)	绝对差值 (%)
1 号	6.098	21.162	21.006	0.312
	6.079	20.850		
2 号	3.009	21.255	21.203	0.104
	2.994	21.151		
3 号	3.048	32.400	32.004	0.793
	3.099	31.607		

五、注意事项

- 1、氧模式测试时，仪器升温后待红外检测值趋于稳定或为 0 时方可开始测试。
- 2、称量精度影响测试结果的关键因素，因此称取标准品及样品时需严谨、准确称量。

六、实验结论

测试结果可以看出，E500 元素分析仪可用于测试 MOFs 中的 C、H、N、S、O 元素的含量，测试结果平行性良好。