

E500 元素分析仪测定聚苯硫醚中的 O 含量

一、前言

聚苯硫醚（PPS）作为一种高性能工程塑料，因其优异的耐热性、化学稳定性和机械性能，广泛应用于电子电器、汽车工业及航空航天等领域。PPS 材料中的氧含量是影响其热稳定性、加工性能及使用寿命的关键指标之一，准确测定氧含量对于材料质量控制、工艺优化及失效分析具有重要意义。

目前，氧元素的定量分析常用高温裂解—红外检测法，该方法具有灵敏度高、操作简便、无需复杂前处理等优点。本方案采用 E500 元素分析仪，建立了一种适用于 PPS 样品中氧含量测定的分析方法。通过对仪器参数优化及样品测试条件进行系统考察，验证了该方法的准确性和精密度，以期为 PPS 材料的质量控制提供可靠的技术支持。

二、仪器与试剂

2.1 仪器

E500 元素分析仪、微量分析天平（百万分之一）等。

2.2 试剂及材料

载气：高纯氢气（体积分数 $\geq 99.999\%$ ）；

磺胺标准品（纯度 $> 99\%$ ）；

2.3 样品

聚苯硫醚 1#和 2#。

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%）；

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；

⑤O 模式使用参数见下表：

模式	燃烧管	检测器	标准品	承装
O 模式	1000°C	红外检测器	苯甲酸（参考标准品证书）	银舟

3.2 仪器校准

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。

3.3 样品制备

用银舟称取 30mg 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。

3.4 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：

O 模式	
方法名称	30mg 样品
O 延时/s	360
O ₂ -L	35
O ₂ -H	200
自动归零/s	20

四、实验结果

经过分析检测，2 个聚苯硫醚样品中 O 含量如下表：

样品名称	重量(mg)	O 含量(%)	平均值 (%)	绝对差值 (%)
1#	29.923	1.738	1.704	0.069
	30.020	1.669		
2#	30.058	1.436	1.442	0.011
	30.076	1.447		

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聚苯硫醚中的 O 元素的含量，测试结果平行性良好。