

E500 元素分析仪测定硬碳材料中的 C、H、N、S、O 含量

一、前言

硬碳因具有高比容量、良好的循环稳定性及优异的倍率性能，已成为钠离子电池、锂离子电池及超级电容器等领域备受关注的负极材料。其电化学性能与微观结构、表面化学特性及杂质元素含量密切相关。其中，氮（N）、碳（C）、氢（H）、硫（S）、氧（O）等元素的赋存形态与含量不仅影响材料的导电性、界面稳定性与首次库仑效率，也直接关系到电池体系的兼容性与安全性。因此，实现硬碳中 N、C、H、S、O 含量的准确、快速、全面测定，对于材料筛选、工艺优化及质量控制具有重要意义。

元素分析仪基于高温燃烧—热导/红外检测原理，可在单一平台上完成对有机及无机固体材料中多种元素的同步定量分析，具有操作简便、分析周期短、精密度高、样品消耗少等优点，已广泛应用于能源材料、催化剂、聚合物及环境样品等领域。然而，硬碳材料因石墨化程度较高、孔隙结构复杂，且存在一定热稳定性差异，对样品前处理、燃烧条件及分析方法提出了特殊要求。

本方案围绕硬碳样品中 N、C、H、S、O 含量的测定，系统构建了涵盖样品制备、仪器参数设置、校准策略与数据处理等关键环节的标准操作流程，旨在保障测定结果的准确性、重复性与可比性，为硬碳材料的研发与产业化应用提供可靠的分析技术支持。

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

硬碳材料 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	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

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、7、8、10mg 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 15mg 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 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。

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	15mg 硬碳样品
通氧时间/s	120
氧气流量/(mL/min)	100
断氧阈值/(%)	0
N 延时/s	60
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	10mg 硬碳样品
O 延时/s	360
O ₂ -L	35
O ₂ -H	200
自动归零/s	20

四、实验结果

4.1 经过分析检测，2 个硬碳样品中的 N、C、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#	14.993	0.000	85.381	3.862	0.000
	15.100	0.000	85.547	3.828	0.000
	15.102	0.000	85.723	3.868	0.000
平均值 (%)		0.000	85.550	3.853	0.000
绝对差值 (%)		0.000	0.340	0.040	0.000

2#	15.075	0.000	72.315	2.125	0.000
	15.144	0.000	71.555	1.964	0.000
	15.070	0.000	72.231	2.035	0.000
平均值 (%)		0.000	72.034	2.041	0.000
绝对差值 (%)		0.000	0.760	0.161	0.000

4.2 经过分析检测，2 个硬碳样品中 O 含量如下表：

样品名称	重量(mg)	O 含量(%)	平均值 (%)	绝对差值 (%)
1#	9.921	11.173	11.117	0.103
	10.015	11.070		
	10.013	11.107		
2#	10.109	24.608	24.500	0.197

	10.132	24.411		
	10.098	24.482		

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硬碳中的 C、H、N、S、O 元素的含量，测试结果平行性良好。