

电感耦合等离子体发射光谱法分析再生烟气脱硝催化剂中微量元素

ICP-142

摘要：本文参考 GB/T 34701-2017《再生烟气脱硝催化剂微量元素分析方法》标准，使用岛津全谱型电感耦合等离子体发射光谱 ICPE-9820 氢氟酸进样系统，直接测定了再生烟气脱硝催化剂中 8 种微量元素含量。实验结果表明，该方法线性相关系数良好， $r > 0.9993$ ，测定结果准确，加标回收率在 90~114% 之间，重复性好，RSD < 4.0%，完全满足再生烟气脱硝催化剂中微量元素含量的测定要求。

关键词：ICPE-9820 氢氟酸进样系统 再生烟气脱硝催化剂 微量元素

脱硝催化剂是指应用在电厂选择性催化还原脱硝 (SCR) 系统上的催化剂，在 SCR 反应中，促使还原剂选择性地与烟气中的氮氧化物在一定温度下发生化学反应的物质。该催化剂基本都是以 TiO_2 为载体，以 V_2O_5 为主要活性成份，以 WO_3 、 MoO_3 为抗氧化、抗毒化辅助成份。催化剂作为 SCR 技术的核心，它的催化活性直接影响 SCR 系统的整体脱硝效果。而它的催化活性很容易受到飞灰以及各种毒性组分的影响而降低，如 K、Na 会使催化剂中毒，从而使催化剂钝化。

目前国内使用的脱硝催化剂更换频繁，运行成本高，同时考虑废旧脱硝催化剂对环境的影响，优先考虑对失活催化剂进行再生处理。因此，准确对脱硝催化剂中微量元素进行测定，有助于研究催化剂中毒原因，延长催化剂寿命，降低运行成本。

本文参考《GB/T 34701-2017 再生烟气脱硝催化剂微量元素分析方法》，利用硝酸 - 氢氟酸低温消解样品，以 ICP-OES 法分析脱硝催化剂中 8 种微量元素，方法的准确度和灵敏度均满足测试要求。

■ 实验部分

1.1 仪器

岛津全谱直读 ICPE-9820 电感耦合等离子体发射光谱仪 (氢氟酸进样系统)

1.2 实验器皿及试剂

实验所用塑料容量瓶均使用硝酸溶液 (1+1) 浸泡 24 小时后，用去离子水冲洗，干燥备用；实验所用 HNO_3 、HF 为优级纯试剂，实验用水为超纯去离子水。

1.3 样品前处理

称取 0.2g 脱硝催化剂于聚四氟乙烯消解罐中，加入 5mL HNO_3 和 1mL HF，于电热板上 95°C 恒温加热溶解完全，冷却至室温后转移至 100 mL 塑料容量瓶中用超纯水定容至刻度，摇匀待测。同法制备空白。

■ 结果讨论

2.1 仪器参数和分析线的选择

制备 K, Fe, Mg, Na, P, As, Cr, Hg 的混合标准溶液。对于像脱硝催化剂这样具有复杂组成样品中元素的测定，在选择分析线时主要考虑低含量元素的灵敏度和各元素之间的谱线干扰以及是否能够合理地扣除光谱背景。背景扣除后，岛津 ICPE-9800 软件智能化的综合分析每条谱线测定的强度 (软件自动推荐最佳分析波长)、谱图及干扰情况，选择出灵敏度适宜、稳定性好且尽量无干扰的光谱线作为最佳的分析线。

表 1 不同元素分析谱线以及标准曲线浓度

元素	观测方向	分析线 nm	浓度 (mg/L)				
K	轴向	766.490	0.0	0.5	1.0	2.5	5.0
Fe	纵向	238.204	0.0	0.5	1.0	2.5	5.0
Mg	纵向	285.213	0.0	0.5	1.0	2.5	5.0
Na	轴向	588.995	0.0	1.0	2.5	5.0	10.0
P	轴向	178.217	0.0	0.5	1.0	2.5	5.0
As	轴向	193.759	0.0	0.05	0.1	0.25	0.5
Cr	纵向	205.552	0.0	0.05	0.1	0.25	0.5
Hg	轴向	184.950	0.0	0.05	0.1	0.25	0.5

仪器稳定后, 按照表 2 的工作条件测定, 标准曲线法计算结果。

表 2 仪器工作条件

观测方向	雾化器类型	炬管类型	雾化室	辅助气 (L/min)	等离子气 (L/min)	载气 (L/min)	高频频率 (MHz)	高频输出功率 (kW)
纵向 / 轴向	同心	氢氟酸	旋流	1.2	14	0.7	27.12	1.2

2.2 标准曲线

各元素的标准曲线如下:

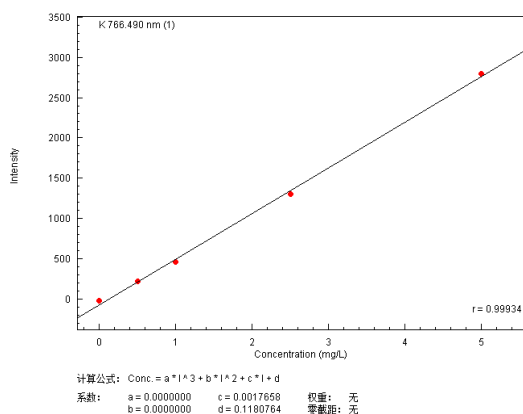


图 1 K 元素的标准曲线 $r=0.99999$

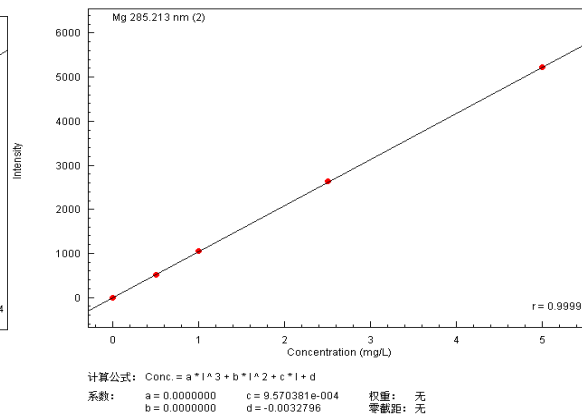


图 2 Mg 元素的标准曲线 $r=0.99999$

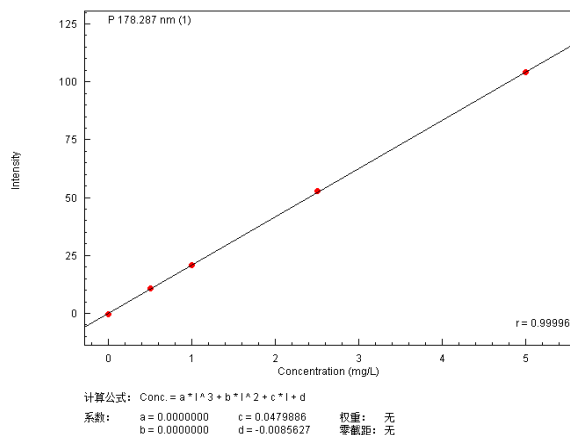


图 3 P 元素的标准曲线 $r=0.99999$

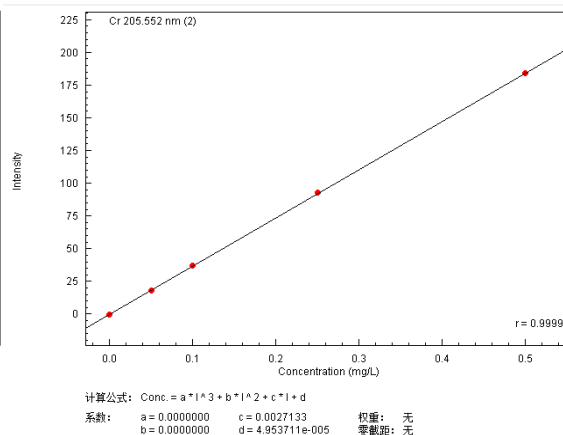


图 4 Cr 元素的标准曲线 $r=0.99999$

2.3 部分元素谱峰轮廓图

Fe 238.204 Best
条件2

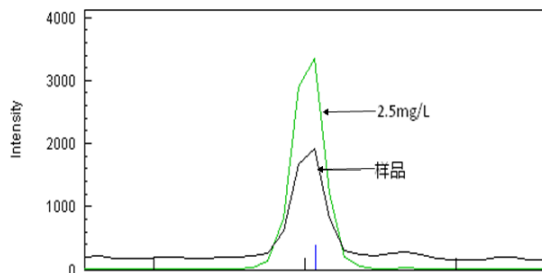


图 5 Fe 的谱峰轮廓图

K 766.490 Best
条件1

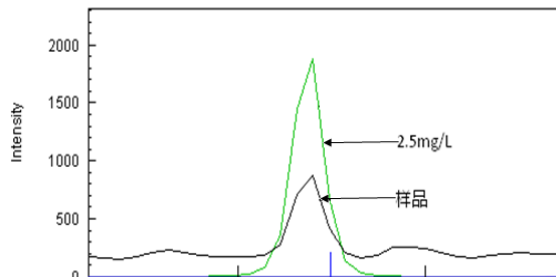


图 6 K 的谱峰轮廓图

Mg 285.213 Best
条件2

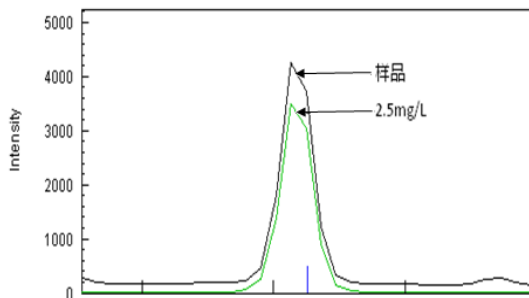


图 7 Mg 的谱峰轮廓图

Na 588.995 Best
条件1

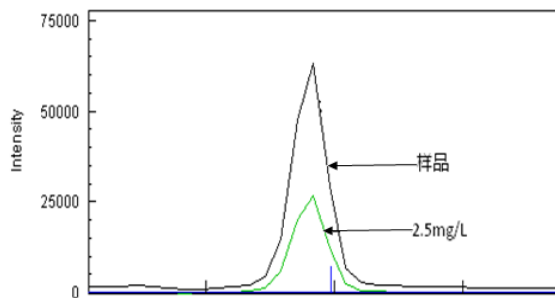


图 8 Na 的谱峰轮廓图

2.4 方法的检出限

对空白溶液中的分析元素进行 10 次测定，取 3 倍的空白标准偏差对应的浓度即为各元素的检出限，其结果见表 3。

表 3 检出限

元素名称	K	Fe	Mg	Na	P	As	Cr	Hg
检出限 (%)	0.0002	0.0001	0.0001	0.0005	0.004	0.002	0.0002	0.0005

2.5 测定结果及回收率

按照实验方法对样品进行分析，并进行了加标回收实验，结果见表 4。

表 4 样品分析结果及加标回收率

元素	测定值 (%)	加标回收率 (%)	RSD (%)
K	0.05	104	0.31
Fe	0.06	92	0.15
Mg	0.15	90	0.12
Na	0.30	109	0.59
P	0.06	100	3.7
As	N.D	114	--
Cr	0.005	93	0.09
Hg	N.D	96	--

备注：N.D 未检出；

■ 结论

参考 GB/T 34701-2017《再生烟气脱硝催化剂微量元素分析方法》标准，采用全谱型电感耦合等离子体发射光谱 ICPE-9820 氢氟酸进样系统测定再生烟气脱硝催化剂中微量元素的含量，所测元素的线性关系好，线性系数 $r > 0.9993$ ，定量准确，回收率在 90%~114% 之间，重复性好，RSD < 4.0%，该方法快速简便，不需要赶氢氟酸，可满足再生烟气脱硝催化剂中多元素杂质含量的分析要求。