

ICP-OES 测定煤中全硫和磷的含量

ICP-172

摘要：本文参考《煤中全硫、磷的测定 电感耦合等离子体发射光谱法》（SN/T 5304-2021），使用岛津 ICPE-9820 型电感耦合等离子体发射光谱仪（ICP-OES）建立了测定煤中全硫和磷含量的方法。实验结果表明，该方法标准曲线线性良好（ $r > 0.9999$ ），方法检出限低，测定结果准确，重复性良好，满足煤中全硫和磷含量的测定要求。

关键词：ICP-OES 煤 全硫 磷

煤炭是一种重要的传统化石能源，中国是世界上最大的煤炭生产和消费国，在较长时间内我国以煤炭为主要能源的生产和消费结构不会发生改变。煤炭在为国民经济发展做出巨大贡献的同时，其开发和利用过程也产生了严重的污染问题。煤炭燃烧是大气中二氧化硫、氮氧化物、烟尘等污染物的主要来源，不仅危害环境还影响人体健康。因此，大力推进煤炭洁净技术，对于减少污染排放具有重要作用。

煤炭中硫和磷含量是评价煤炭清洁程度的重要指标，其中硫燃烧后形成二氧化硫严重污染大气；磷是

煤炭中的有害元素之一，在炼焦时煤中磷会影响钢铁的冷脆性，用作动力燃料时，煤中磷会影响锅炉效率。因此，对煤中硫和磷的含量进行准确测定具有重要意义。通常使用分光光度法测定煤炭中的硫和磷含量，存在操作繁琐，试剂消耗大和分析效率低等缺点，而电感耦合等离子体发射光谱仪是测定硫和磷的有力工具，具有线性范围宽、分析速度快、灵敏度高等优点。

本文使用岛津电感耦合等离子体发射光谱仪 ICPE-9820 对煤炭中的全硫和磷含量进行测定，并进行方法学考察。

■ 实验部分

1.1 仪器设备

岛津 ICPE-9820 电感耦合等离子体发射光谱仪。

1.2 仪器条件

表 1 ICP-OES 分析条件

仪器参数	设定值	仪器参数	设定值
高频功率	1.20 kW	等离子体气流速	10.0 L/min
辅助气流速	0.60 L/min	载气流速	0.70 L/min
炬管类型	Mini 炬管	雾化器类型	同轴雾化器
雾化室	旋流雾室	高频频率	27.12 MHz

■ 样品前处理

参考标准方法配制试剂并处理煤炭样品，处理流程见下图 1 和图 2 所示。

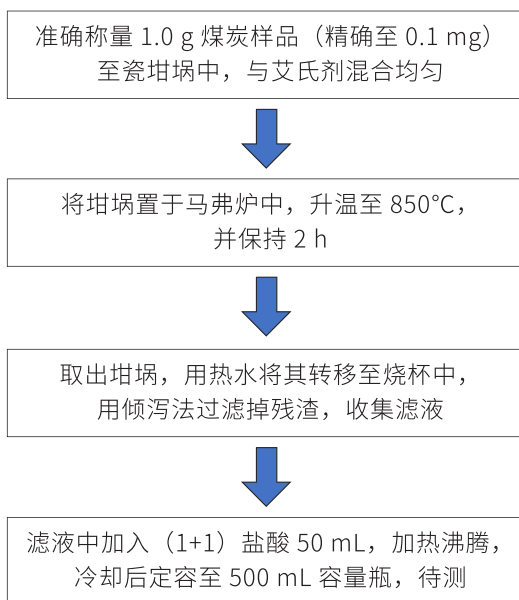


图 1 煤炭中全硫含量测定样品前处理流程图

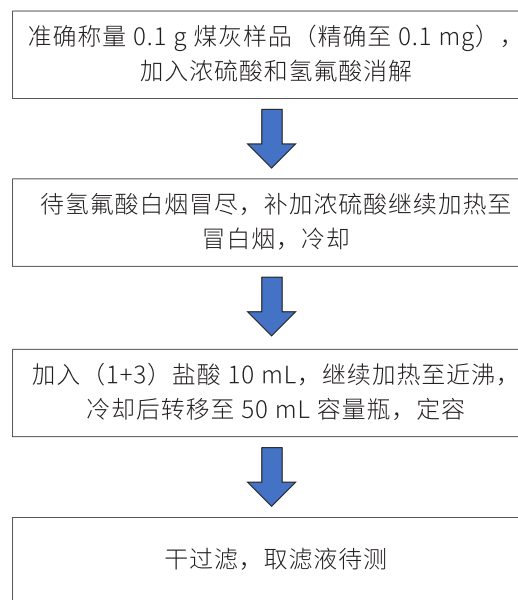


图 2 煤炭中磷含量测定样品前处理流程图

■ 结果与讨论

3.1 标准曲线和检出限

使用 5% 盐酸分别配制 S 和 P 的标准溶液。其中, S 标准系列使用碳酸钠溶液进行基体匹配。标准溶液浓度系列见表 2, 标准曲线见图 3 和图 4。

表 2 S 和 P 标准曲线浓度

元素	浓度 (mg/L)					
	STD1	STD2	STD3	STD4	STD5	STD6
S	0	2.00	5.00	10.0	20.0	50.0
P	0	0.20	0.50	1.00	2.00	5.00

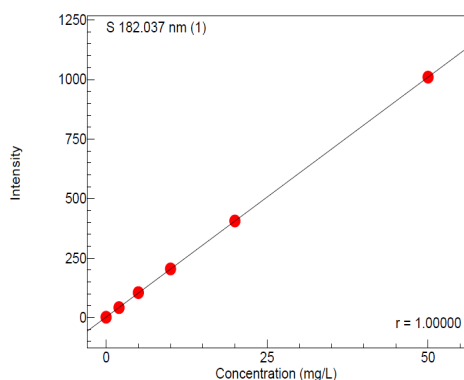


图 3 硫 (S) 标准曲线

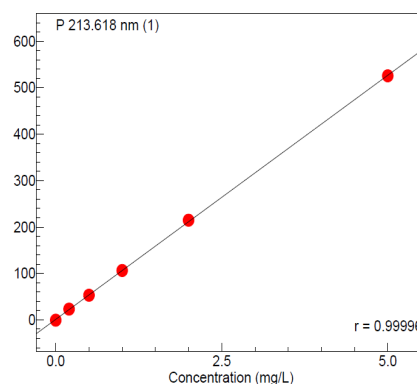


图 4 磷 (P) 标准曲线

使用样品空白溶液测定 10 次, 分别以样品空白强度的 3 倍和 10 倍标准偏差 (SD) 计算检出限和定量限。其中, 按煤炭样品称量 1.0 g, 定容体积 500 mL, 计算 S 的方法检出限和定量限; 按煤灰样品称量 0.1 g, 定容体积 50 mL, 计算 P 的方法检出限和定量限。

表 3 方法检出限

元素	波长 (nm)	观测方向	仪器检出限 (mg/L)	仪器定量限 (mg/L)	方法检出限 (%)	方法定量限 (%)
S	182.037	轴向	0.07	0.23	0.004	0.012
P	213.618	轴向	0.01	0.04	0.005	0.002

3.2 谱峰轮廓

岛津 ICPEsolution 软件具有独特的“自动确定最佳波长”功能，可以从全部波长范围的测定数据中，根据实际样品的分析情况，自动确定最佳波长。S 和 P 的谱峰轮廓见图 5 和图 6 所示。

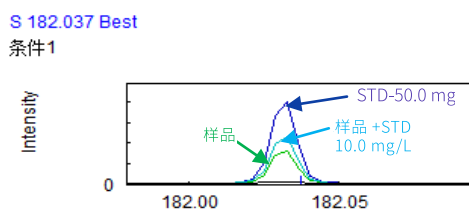


图 5 磷 S 的谱峰轮廓

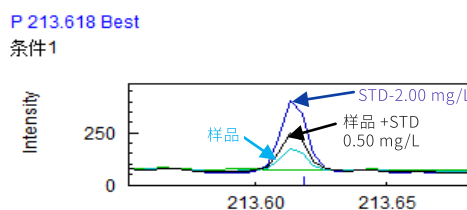


图 6 P 的谱峰轮廓

3.3 样品结果

煤中全硫和磷的测定结果见下表 4。

表 4 煤中全硫和磷测定结果

测定元素	灰分含量 (%)	测定浓度 (mg/L)	含量 (%)	加标浓度 (mg/L)	测定浓度 (mg/L)	加标回收率 (%)	RSD (% , n=4)
S	9.10	15.5	0.78	10.0	25.0	95.0	1.86
P		0.61	0.28	0.50	1.08	94.0	2.31

注：磷的含量根据煤炭的灰分含量进行折算。

■ 结论

使用岛津 ICPE-9820 型电感耦合等离子体发射光谱仪对煤炭中的全硫和磷含量进行测定，该方法线性良好，检出限低，测试准确度高，精密度好，满足标准方法对煤中全硫和磷含量的测定要求。

岛津应用云

