

# ICPE-9820 测定煤焦油钠、钙、镁和铁元素的含量

ICP-153

**摘要:** 参考《GB/T 38394-2019 煤焦油 钠、钙、镁、铁含量的测定 电感耦合等离子体发射光谱法》，采用电热板-马弗炉消解样品，利用岛津电感耦合等离子体发射光谱仪 ICPE-9820 测定了煤焦油钠、钙、镁和铁元素的含量。分析结果表明，该方法各元素检出限为 0.001~0.20 mg/kg；仪器精密度优良，测定 RSD 值小于 3.00%；样品加标回收率为 93.0~103%。该方法灵敏度高，重复性良好，适用于煤焦油中钠、钙、镁和铁元素含量的批量测定。

**关键词:** 电感耦合等离子体原子发射光谱法 煤焦油 金属元素

煤焦油中含有微量的金属元素，虽然其含量极少，但是这些金属元素存在对煤焦油加氢过程危害很大，不仅能够腐蚀、堵塞生产设备和传输管道，而且会引起催化剂中毒失活和目标产品的收率下降，缩短装置的运行周期。《GB/T 38394-2019 煤焦油 钠、钙、镁、铁含量的测定 电感耦合等离子体发射光谱法》规定了煤焦油中钠、钙、镁和铁的测定方法，为煤焦油的后期加工、生产提供重要参数。

电感耦合等离子体原子发射光谱法（ICP-OES）具有测定元素范围广、线性分析范围宽、分析精密度高、干扰较少、同时或顺序多元素测定等优点。本文参考《GB/T 38394-2019 煤焦油 钠、钙、镁、铁含量的测定 电感耦合等离子体发射光谱法》，采用电热板-马弗炉消解样品，利用岛津电感耦合等离子体发射光谱仪 ICPE-9820 测定了煤焦油中钠、钙、镁和铁元素含量。

## ■ 实验部分

### 1.1 仪器设备

岛津 ICPE-9820 型电感耦合等离子体发射光谱仪。



图 1 岛津 ICPE-9820 型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
雾化室	旋流雾化室	高频频率	27.12 MHz

## ■ 样品前处理

称取试样约 5.0 g，精确至 0.001 g，置于石英烧杯中，将定量滤纸折叠成两折，卷成圆锥状，剪去距尖端 4.0 mm-10 mm 的顶端部分，将其立插于称好的样品中盖住大部分试样表面。将烧杯置于电热板上 200 °C 加热至样品浸透滤纸，点燃滤纸至样品炭化为残渣。

将烧杯放入马弗炉中 750 °C 灰化 3.0 h，至无黑色残留物。

待灰化后样品冷却后，向烧杯中加入 5.0 mL 盐酸，并置于电热板上加热至完全溶解后，待溶液蒸发至约 1.0 mL，取下烧杯冷却至室温，用超纯水洗涤定容至 50 mL，摇均待测。相同的方法制备空白溶液。

## ■ 结果与讨论

### 3.1 标准曲线

使用 4% 的盐酸配制 Ca、Fe、Mg、Na 混合标准溶液，标准曲线浓度为 0、0.20、0.50、1.00、2.00、5.00、10.0、20.0 mg/L，根据样品含量适当调整标准曲线浓度范围。部分元素标准曲线及谱峰轮廓图如下图。

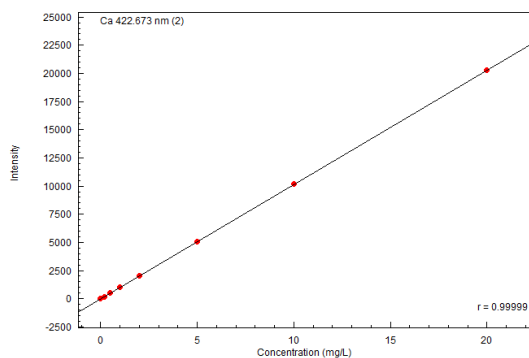


图 2 钙 (Ca) 标准曲线  $r=0.99999$

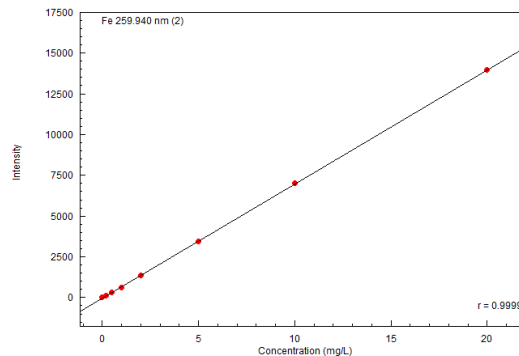


图 3 铁 (Fe) 标准曲线  $r=0.99996$

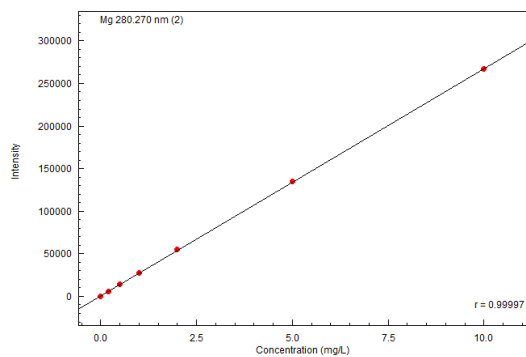


图 4 镁 (Mg) 标准曲线  $r=0.99997$

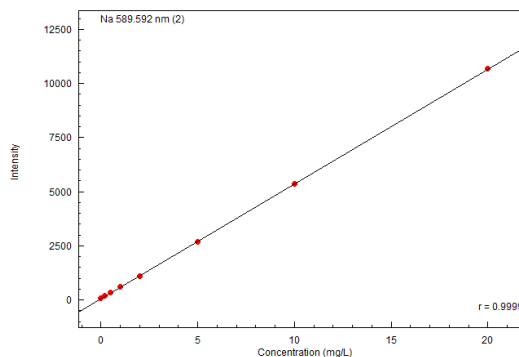


图 5 钠 (Na) 标准曲线  $r=0.99999$

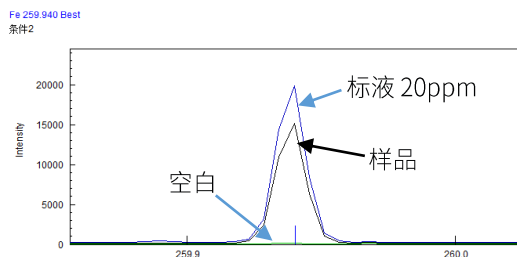


图 6 铁 (Fe) 元素谱峰轮廓图

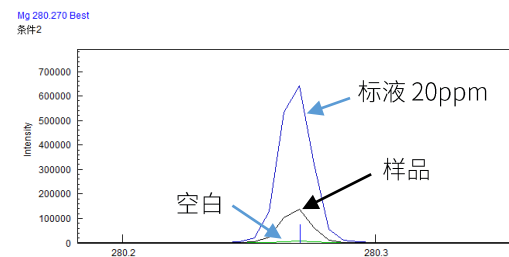


图 7 镁 (Mg) 元素谱峰轮廓图

### 3.2 检出限

以空白溶液连续测定 10 次，计算检出限 (IDL)，以称样 5.0 g 稀释到 50 mL 计算，得到该方法的检出限 (MDL)，各元素的检出限如表 2 所示。

表 2 检出限 (mg/kg)

元素	波长 (nm)	观测方向	IDL(mg/L)	MDL(mg/kg)
Ca	396.847	径向	0.019	0.19
Fe	259.940	径向	0.020	0.20
Mg	280.270	径向	0.00010	0.0010
Na	589.592	径向	0.014	0.14

### 3.3 样品结果

按照样品前处理程序，对煤焦油样品进行前处理后，使用 ICPE-9820 测定，分析结果见表 3；同时对样品进行加标回收率实验，测定结果见表 4。各元素测定 RSD 小于 3.00%，测定稳定性良好；加标回收率为 93.0~103%，回收率良好。

表 3 煤焦油分析结果

元素	煤焦油 A			煤焦油 B		
	测定结果 (mg/L)	RSD(n=3,%)	样品结果 (mg/kg)	测定结果 (mg/L)	RSD(n=3,%)	样品结果 (mg/kg)
Ca	14.6	0.32	146	1.40	0.33	14.0
Fe	15.3	0.18	153	1.16	1.97	11.6
Mg	3.66	0.10	36.6	0.41	0.26	4.10
Na	1.64	1.14	16.4	0.93	3.00	9.30

表 4 加标回收试验结果

	元素	测定结果 (mg/L)	加标量 (mg/L)	加标测定结果 (mg/L)	回收率 (%)
煤焦油 B	Ca	1.40	1.00	2.40	100
	Fe	1.16	1.00	2.19	103
	Mg	0.41	1.00	1.44	103
	Na	0.93	1.00	1.86	93.0

## ■ 结论

使用岛津 ICPE-9820 型电感耦合等离子体发射光谱仪测定了煤焦油中钠、钙、镁和铁元素含量。该方法抗基体能力强，精密度高，ICPE-9820 垂直炬管设计，可有效减少样品残留和防止炬管积碳积盐，可以实现轴向和径向观测，实现高低浓度的一次测定，适用于煤焦油中金属元素含量的分析。

岛津应用云

