

E500 元素分析仪测定长焰煤中 N、C、H、S 含量

一、前言

煤作为基础能源和化工原料，其元素组成（N、C、H、S）的精确测定对优化利用、环保合规及工艺调控至关重要。氮（N）含量影响燃烧过程 NO_x 排放控制；碳（C）和氢（H）是热值计算的核心参数，直接关联燃煤效率；硫（S）则关系到设备腐蚀、大气污染及脱硫成本。因此，快速、准确地测定煤炭中四元素含量，是指导选煤工艺评判、热值预测、燃煤掺配及清洁利用的关键环节。

按煤化程度可将煤样从低到高分褐煤、烟煤、无烟煤三大类。长焰煤因燃烧时火焰长而得名，属于烟煤的细分煤种之一。

目前煤炭元素分析主要依赖以下方法：

- 1、凯氏定氮法（测 N）：流程繁琐、耗时长，需单独处理样品；
- 2、高温燃烧红外法（测 C/S）：对 C、S 单元素测定有效，但无法同步获取 H、N；
- 3、燃烧热值推算法（估测 H）：间接计算氢含量，误差较大且依赖经验公式；

因此要想获得煤中 N、C、H、S 的含量需要分设备多次测试。而基于燃烧原理的 E500 元素分析仪，通过自动进样实现连续检测，减少人为误差，同时一次性测试可以直接获得 N、C、H、S 的含量，更具高效性。

本方案旨在优化 E500 元素分析仪的测试参数，基于煤中灰分与总碳含量关系，建立一套适用于煤炭用户高效、稳定测定长焰煤中 N、C、H、S 含量的测试方案。为煤的选煤工艺评判、热值精准预测和燃煤掺配优化提供可靠技术支撑。

二、仪器与试剂

2.1 仪器

E500 元素分析仪、十万分之一分析天平等。

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；

锡舟、锡箔纸。

2.3 样品

加强分步处理的长焰煤。

三、E500 元素分析仪实验方法

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、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 800°C 的马弗炉中灼烧 1~2h，冷却后置于干燥器中备用；

⑤CHNS 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 $^\circ\text{C}$	850 $^\circ\text{C}$	35 $^\circ\text{C}$	45 $^\circ\text{C}$	40 $^\circ\text{C}$	TCD 检测器	对氨基苯磺酸（参考标准品证书）	锡舟

3.2 仪器校准

CHNS 模式：称取 0.5、1、2、3、4、5、6、7、8、9、10、12、14、16、18、20、25、30、40、50、70mg 对氨基苯磺酸于锡舟中，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。

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，日常系数在 0.9~1.1 范围内说明标曲可以正常使用，如果超出该范围，需重新测试标曲。

3.3 样品前处理

按照 GB/T 474 的规定制备成一般分析试验煤样，样品粒度应小于 0.2mm。样品和煤标准物质在分析前按照 GB/T 474 进行空气干燥，并按照 GB/T 212 进行水分的测定。



前处理后的煤（空气干燥基）

3.4 样品称量

CHNS 模式：用锡纸碗称取 30~100mg 煤样，精确至 $\pm 0.01\text{mg}$ ，将盛有样品的锡箔纸卷成密封的小球，并将称量好的样品置于陶瓷坩埚中后放入仪器样品盘待测。



锡纸碗制作步骤

备注：经测试发现，煤中的灰分含量与煤中总碳含量存在一定的线性关系，即煤中灰分含量越高，碳含量越低。因此煤的取样量和通氧方法可以参考煤中灰分的含量。

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：

方法名称	100mg 煤炭 (灰分>72%)	100mg 煤炭 (65%≤灰分<72%)	70mg 煤炭 (57%≤灰分<65%)
通氧时间/s	120	120	120
氧气流量/(mL/min)	100	150	150
断氧阈值/(%)	0	0	0
N 延时/s	60	60	60
C 延时/s	180	180	180
H 延时/s	240	240	240
S 延时/s	180	180	180
自动归零/s	70	70	70
方法名称	60mg 煤炭 (52%≤灰分<57%)	60mg 煤炭 (42%≤灰分<52%)	50mg 煤炭 (30%≤灰分<42%)
通氧时间/s	120	140	140
氧气流量/(mL/min)	150	180	220
断氧阈值/(%)	0	0	0
N 延时/s	60	50	50
C 延时/s	180	180	180
H 延时/s	240	240	240
S 延时/s	180	180	180
自动归零/s	70	70	70
方法名称	45mg 煤炭 (15%≤灰分<30%)	40mg 煤炭 (7%≤灰分<15%)	35mg 煤炭 (3%≤灰分<7%)
通氧时间/s	140	140	140
氧气流量/(mL/min)	220	220	220
断氧阈值/(%)	0	0	0
N 延时/s	50	50	50
C 延时/s	180	180	180
H 延时/s	240	240	240
S 延时/s	180	180	180
自动归零/s	70	70	70

四、测试结果

经过分析检测, 长焰煤样品中 N、C、H、S 含量如下表:

样品编号	样品名称	重量(mg)	N 含量(%)	C 含量(%)	H 含量(%)	S 含量(%)
加强分步精	长焰煤	40.00	0.818	72.322	5.098	0.390
加强分步精	长焰煤	39.90	0.831	72.054	5.125	0.365
平均值 (%)			0.825	72.188	5.112	0.378
精密度(%)			0.013	0.268	0.027	0.025
加强分步尾 5	长焰煤	45.02	0.833	61.790	4.822	0.514
加强分步尾 5	长焰煤	45.01	0.820	61.722	4.811	0.475
平均值 (%)			0.827	61.756	4.817	0.495
精密度(%)			0.013	0.068	0.011	0.039
加强分步尾 4	长焰煤	49.98	0.678	51.365	4.177	0.607
加强分步尾 4	长焰煤	50.06	0.677	51.402	4.216	0.569
平均值 (%)			0.678	51.384	4.197	0.588
精密度(%)			0.001	0.037	0.039	0.038
加强分步尾 3	长焰煤	60.04	0.446	32.431	2.991	0.504
加强分步尾 3	长焰煤	59.99	0.448	32.382	3.066	0.504
平均值 (%)			0.447	32.407	3.029	0.504
精密度(%)			0.002	0.049	0.075	0.000
加强分步尾 2	长焰煤	99.92	0.263	17.889	2.214	0.357
加强分步尾 2	长焰煤	99.97	0.271	17.902	2.266	0.372
平均值 (%)			0.267	17.896	2.240	0.365
精密度(%)			0.008	0.013	0.052	0.015
加强分步尾 1	长焰煤	99.98	0.189	11.381	1.746	0.453
加强分步尾 1	长焰煤	99.95	0.192	11.430	1.731	0.511
平均值 (%)			0.191	11.406	1.739	0.482
精密度(%)			0.003	0.049	0.015	0.058

五、注意事项

①保证煤样充分研磨：样品的均匀性直接决定了测试结果的精密度，测试样品前建议将样品充分粉碎研磨，研磨后的煤样要满足样品粒度小于 0.2mm，且用手摸起来没有颗粒感。

②称量精度：称量精度是影响测试结果准确度和精密度的关键因素，称取煤样时建议使用十万分之一天平，并且称取标准品及样品时需要严谨、准确称量，并保证称量环境稳定。

六、结论

经实验验证，E500 元素分析仪在 30~100mg 煤样取样量下，可一次性完成煤中氮（N）、碳（C）、氢（H）、硫（S）四元素的同步测定，测试结果精密度满足《GB/T 30733-2014 煤中碳氢氮的测定 仪器法》国家标准要求（C 重复性 $\leq 0.5\%$ 、H 重复性 $\leq 0.15\%$ 、N 重复性 $\leq 0.08\%$ ）。本方案创新性结合煤中灰分与总碳含量的关联模型，建立适用于煤炭用户直接调用的测试方法，显著提升高挥发分长焰煤的测试稳定性。该方法可为煤炭用户提供高效、精准的元素分析数据，直接支撑选煤工艺评判、热值预测及燃煤掺配优化，助力清洁能源利用与降本增效目标的实现。

参考文献

- [1] GB/T 30733-2014 煤中碳氢氮的测定 仪器法 [S]. 中华人民共和国国家质量监督检验检疫总局, 2014.
- [2] GB 474-2008 煤样的制备方法 [S]. 中华人民共和国国家质量监督检验检疫总局, 2008.