

# E500 元素分析仪测定煤炭中的氧含量

## 一、前言

煤炭作为全球重要的基础能源和工业原料，其元素组成分析对于评价煤炭品质、指导清洁高效利用及计算燃烧热效率至关重要。其中氧元素不仅直接影响煤炭的热值，其含量与赋存形态更是关联着煤炭的转化特性、反应活性和环保指标（如燃烧后污染物生成）。因此，准确测定煤炭中的氧含量，是煤炭科学研究和工业应用领域中一项不可或缺的基础工作。

目前，煤炭中氧含量的测定主要依赖于差减法，即通过测定煤炭中水分、灰分、碳、氢、氮、硫等所有其他组分的含量，最终以差额计算得出氧含量。然而，该方法存在明显的局限性：所有组分的测定误差会累积并最终体现在氧含量的结果上，导致一定的结果偏差。

相比之下，采用 E500 氧元素分析仪进行直接测定，代表了一种更为先进和精准的技术路径。该仪器基于高温裂解原理，将样品在高温惰性气氛下瞬间裂解，其中所有形式的氧均被定量转化为一氧化碳（CO），经非扩散红外检测器进行检测，从而实现了对氧元素的直接、定量分析。这一方法从根本上避免了差减法固有的误差累积问题，提供了更高的准确度和精密度。

E500 仪器进行直接测定的核心优势在于其高效、精准与直观。它不仅简化了分析流程，缩短了测试时间，更能获得独立、可靠的氧含量数据，为煤炭的精准分类和高效利用提供了坚实的数据支撑。

需要特别指出的是，由于煤炭样品基质的复杂性，为确保测试结果的平行性良好，优化实验参数至关重要。实践证明，通过合理减小取样量，可以确保样品在高温区得以充分、瞬间裂解，有效避免因反应不完全或分步裂解导致的峰形异常与结果偏差，从而获得稳定、可靠的平行性数据。

本方案将详细阐述基于 E500 元素分析仪直接测定煤炭中氧含量的方法。

## 二、仪器与试剂

### 2.1 仪器

E500 元素分析仪、百万分之一天平。

### 2.2 试剂及材料

载气：高纯氦气（体积分数 $\geq 99.999\%$ ）；

标准品：苯甲酸；

耗材：炭黑、石墨毡、石英棉、刚玉球；

样品：煤炭。

## 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裂解管进行准确装填，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%）；

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陶瓷坩埚（ $\Phi 14\text{mm} \times 25\text{mm}$ ）准备：将陶瓷坩埚置于  $550^\circ\text{C}$  的马弗炉中灼烧 3h，冷却后置于干燥器中备用；

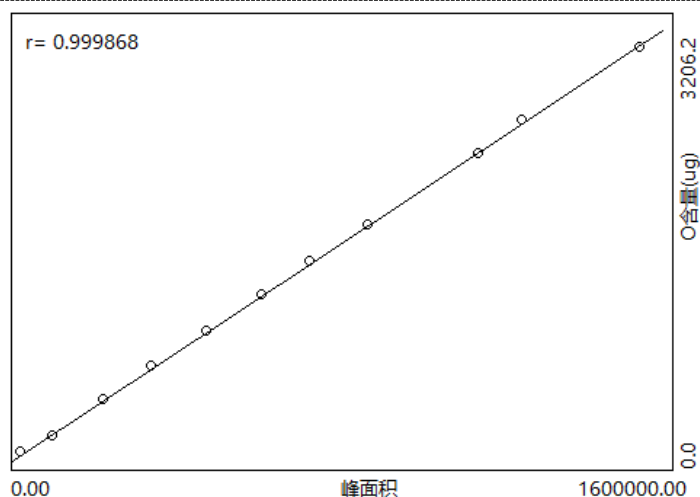
氧模式使用参数见下表：

模式	燃烧管	还原管	C 柱	H 柱	S 柱	检测器	标准品	承装
O 模式	$1000^\circ\text{C}$	-	-	-	-	红外检测器	苯甲酸（参考标准品证书）	银舟

### 3.2 仪器校准

O 模式：分别称取 0、0.1、0.3、0.5、1、2、3、4、5、6、7、8、9、10、12mg 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。

以不同质量苯甲酸绘制的“峰面积-O 含量”的标准曲线如图一所示



图一 同质量苯甲酸绘制的“峰面积-O含量”的标准曲线

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。

### 3.3 样品制备

按 GB/T 19144 的质量要求，煤样的烧失量小于 75%，应经过干酪根制备后再测。

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，使样品充分混匀。将煤样在烘箱中于 60°C 干燥 4h，储存于干燥器中备用。

### 3.4 样品称量

苯甲酸标准品称量：用银舟称取 10mg 苯甲酸，精确至 ±0.001mg，用镊子将锡舟压扁并折叠密封。

煤炭样品称量：用银舟称取 10~20mg 样品，精确至 ±0.001mg，用镊子将银舟压扁并折叠密封。

将称量好的标准品或样品置于陶瓷坩埚中待测。

### 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：

方法名称	10mg 苯甲酸
O 延时/s	360
O <sub>2</sub> L	35
O <sub>2</sub> H	200
自动归零/s	20

备注：该方法适用于 10mg 苯甲酸样品，也适用于 20mg 及以下的煤炭样品

#### 四、实验数据

##### 4.1 不同煤炭样品中的氧含量测试结果

经 E500 元素分析仪测试，不同煤炭中的氧含量结果如下表：

样品名称	重量(mg)	O 含量(%)	平均值 (%)	绝对差值 (%)
蒙煤 1 精	20.02	5.919	5.968	0.097
蒙煤 1 精	20.01	6.016		
咸阳原生煤泥	20.03	16.615	16.437	0.356
咸阳原生煤泥	20.13	16.259		
咸阳原煤浸泡后	20.00	13.884	13.788	0.192
咸阳原煤浸泡后	19.91	13.692		

##### 4.2 特殊区域的煤尾样品可通过减小取样量提高测试结果的平行性

煤炭样品测试氧含量时可以优先称取 20mg 进行测试，然而对于特殊区域的煤尾而言，称取 20mg 的样品并不能获得较好的平行性。因此尝试改变取样量进行煤炭中氧含量的测试。

经 E500 元素分析仪测试，不同取样量的煤炭中氧含量的结果及绝对差值如下表：

样品名称	重量(mg)	O 含量(%)	平均值 (%)	绝对差值 (%)
蒙煤 2 尾 1	20.04	9.764	10.696	1.864
	20.26	11.628		
	15.33	9.761	10.002	0.482
	14.87	10.243		
	10.00	10.001	9.959	0.085
	10.02	9.916		

由上表可以发现，对于特殊区域的煤炭而言，可能由于样品基质复杂的原因，使得取样量较大时，氧元素裂解不完全，因此减小取样量可以在一定程度上提高测试结果的平行性。

## 五、测试注意事项

①为确保测试结果的准确性，所测样品中的总氧量需在标曲测试的总氧量范围内，因此需根据样品中的氧含量及样品特性适当改变取样量。

②仪器升温后等待 NDIR 检测值趋于稳定或为 0 后方可开始测试，必要时可以在仪器上进行零点校准。

③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，以确保称量精度。

④为保证测试结果的准确性与平行性，样品称量应确保使用百万分之一天平；如条件限制，在保证煤炭样品研磨粉碎非常充分时，最低需使用十万分之一天平。

## 六、结论

本方案建立了使用 E500 元素分析仪测定煤炭中氧含量的方法。结果表明，该仪器能够有效实现煤炭氧含量的直接测定，为替代传统的差减法提供了一种更快速、直接的分析路径。

对于常规煤样，该方法可获得可行的平行性，精密度符合《GB/T 19143-2017 岩石有机质中碳、氢、氧、氮元素分析方法》的要求；对于基质复杂的样品，通过将取样量优化至约 10mg，可有效改善测定结果的稳定性。

基于高温裂解-红外检测原理，E500 元素分析仪在煤炭氧含量测定中展现出直接、高效的特点，可用于煤炭组成分析与品质评价，为其氧含量测定提供了可靠的技术选择。

## 参考文献

[1] GB T 19143-2017 岩石有机质中碳、氢、氧、氮元素分析方法 [S].

[2] GB 476-1991 煤的元素分析方法 [S].