

# ICP-OES 测定 AUS 32 中金属元素的含量

ICP-178

**摘要：**本文参考 GB 29518-2013《柴油发动机氮氧化物还原剂 尿素水溶液 AUS 32》附录 G《AUS 32 中金属含量的测定（电感耦合等离子体发射光谱法）》，采用基体匹配法，利用岛津电感耦合等离子体发射光谱仪 ICPE-9820 测定了 AUS 32 中金属元素的含量。分析结果表明，各元素的方法检出限为 0.0003 mg/kg ~ 0.008 mg/kg；仪器精密度优良，样品加标 RSD 值小于 2.50% (n=6)；样品加标回收率为 93.5%-103%。该方法灵敏度高，精密度优良，适用于批量 AUS 32 中金属元素含量的测定。

**关键词：**电感耦合等离子体发射光谱法 AUS 32 金属元素

氮氧化物 (NO<sub>x</sub>) 是柴油机排放处的主要成分，对人类健康及大气环境具有不容低估的危害作用。目前，清除 NO<sub>x</sub> 的选择性催化还原剂主要有烃类及其衍生物、NO<sub>x</sub> 还原剂 AUS 32 和氨气 3 类，其中 NO<sub>x</sub> - 还原剂 AUS 32 即 32.5% 尿素水溶液是最为理想的还原剂。钙、铁、铜、锌、铬、镍、镁、钠、钾及铝等金属离子作为 NO<sub>x</sub> - 还原剂 AUS 32 中的杂质，对选择性催化还原 (SCR) 系统的催化剂具有毒害作用，影响 SCR 的转化效率。因此，需要严格控制以上金属的含量。

电感耦合等离子体原子发射光谱法 (ICP-AES) 以其测定元素范围广、线性分析范围宽、分析精密度高、基体干扰小、分析速度快、可同时测定多元素等众多优点而受到分析工作者青睐。

参考 GB 29518-2013《柴油发动机氮氧化物还原剂 尿素水溶液 AUS 32》附录 G《AUS 32 中金属含量的测定（电感耦合等离子体发射光谱法）》，采用基体匹配法，直接稀释样品，利用岛津电感耦合等离子体发射光谱仪 ICPE-9820 测定了 AUS 32 中金属元素的含量。

## ■ 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 分析条件

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	14.0 L/min
辅助气流速	1.20 L/min	载气流速	0.70 L/min
炬管类型	标准	雾化器类型	同心
雾化室	旋流雾室	高频频率	27.12 MHz

### 1.3 样品前处理

称取 NO<sub>x</sub>-还原剂 AUS 32 试样 20.00 g 至 100 mL 塑料容量瓶中，依次加入去离子水 50 mL 和 5 mL 硝酸后用纯水定容，摇匀备用。同法制备方法空白和样品加标溶液。

### 1.4 标准溶液配制

移取相应体积的混合标液溶液至 100 mL 塑料容量瓶中，依次加入适量去离子水、32.5% 的尿素水溶液 20.00 g 以及 5 mL 硝酸，用纯水稀释至刻度。Al、Ca、Cr、Cu、Fe、K、Mg、Na、Ni 和 Zn 的混合浓度系列为 0、0.005、0.010、0.020、0.050、0.10、0.20 和 0.50 mg/L；

## ■ 结果与讨论

### 2.1 标准曲线和谱峰轮廓图

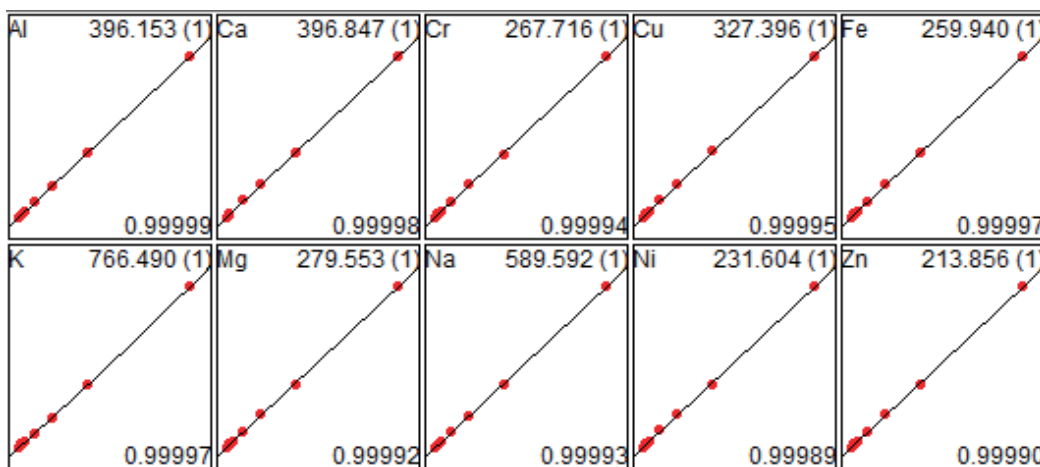
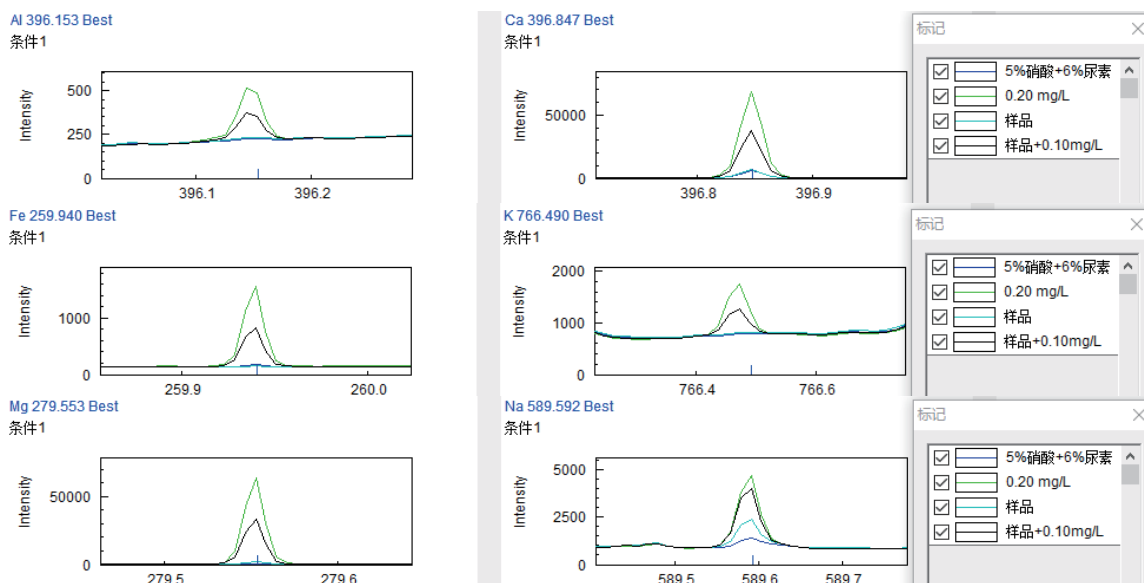


图 2 元素标准曲线



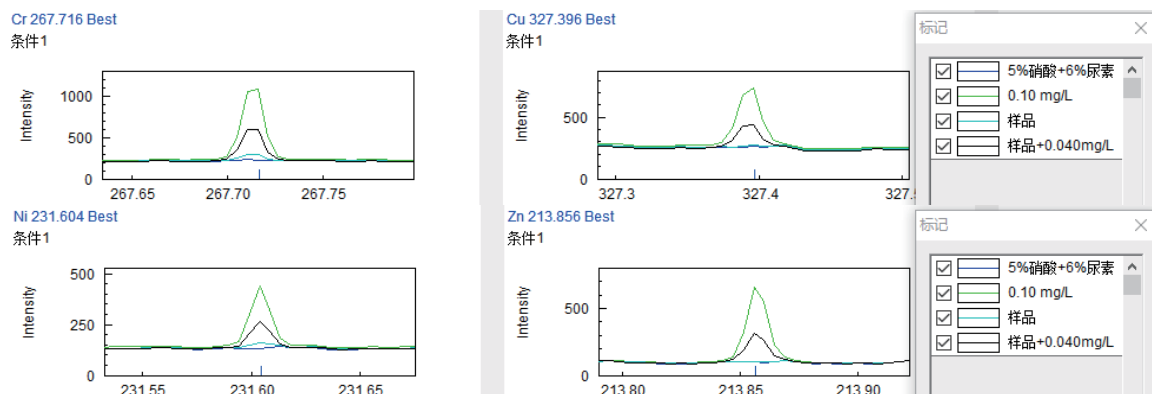


图3 元素谱峰轮廓图

## 2.2 检出限

以方法空白溶液连续测定 10 次，以测定结果的 3 倍标准偏差及称样量和定容体积计算，得到该方法的检出限（MDL），各元素的检出限如表 2. 所示。

表 2 方法检出限 (mg/kg)

元素	分析波长 (nm)	方法检出限 (mg/kg)	标准限值 (mg/kg)	元素	分析波长 (nm)	方法检出限 (mg/kg)	标准限值 (mg/kg)
Al	396.153	0.008	0.50	K	766.490	0.006	0.50
Ca	396.847	0.003	0.50	Mg	279.553	0.0003	0.50
Cr	267.716	0.003	0.20	Na	589.592	0.006	0.50
Cu	327.396	0.004	0.20	Ni	231.604	0.006	0.20
Fe	259.940	0.004	0.50	Zn	213.856	0.004	0.20

## 2.3 分析结果

按照样品前处理程序，对 NO<sub>x</sub>-还原剂 AUS 32 试样进行分析测定，分析结果见表 3。同时对样品进行限值加标回收率实验，加标回收率为 93.5%-103% 之间，每份加标样品测定 6 次，RSD 值小于 2.50%，仪器精密度高。

表 3 分析结果及加标回收率

分析元素	样品分析结果 (mg/L)	RSD (n=3, %)	样品含量 (mg/kg)	加标量 (mg/L)	加标后测定结果 (mg/L)	RSD (n=6, %)	回收率 (%)
Al	0.006	16.9	0.030	0.10	0.106	1.86	99.4
Ca	0.018	0.35	0.085	0.10	0.118	0.47	99.5
Cr	0.009	1.54	0.045	0.040	0.047	2.16	95.8
Cu	N.D.	--	--	0.040	0.038	2.14	98.0
Fe	N.D.	--	--	0.10	0.099	0.74	99.0
K	N.D.	--	--	0.10	0.103	1.89	103
Mg	0.005	5.26	0.024	0.10	0.102	0.83	97.6
Na	0.081	1.55	0.40	0.10	0.181	2.43	100
Ni	0.007	2.30	0.035	0.040	0.044	1.46	93.5
Zn	N.D.	--	--	0.040	0.039	0.64	97.5

备注：N.D. 代表未检出

## ■ 结论

本文采用基体匹配法配制标准溶液，直接稀释样品，利用岛津电感耦合等离子体发射光谱仪 ICPE-9820 测定了 NO<sub>x</sub>-还原剂 AUS 32 中金属元素的含量。该方法灵敏度高，精密度好，线性范围宽，可快速准确测定批量 NO<sub>x</sub>-还原剂 AUS 32 中金属元素的含量。

岛津应用云

