

ICP-MS 法测定石脑油中铅、砷、汞、锑、铜元素的含量

ICPMS-187

摘要：本文参考《石脑油中铅、砷、汞、锑、铜的测定 电感耦合等离子体质谱法》（SN/T 5306-2021），将石脑油样品使用乙醇稀释后，使用岛津 ICPMS-2030 系列电感耦合等离子体质谱仪和有机进样系统建立了测定石脑油中铅、砷、汞、锑和铜元素含量的方法。实验结果表明，该方法标准曲线线性良好（ $r > 0.999$ ），方法检出限低，测定结果准确，重复性良好，满足石脑油中几种元素含量的分析要求。

关键词：ICP-MS 有机进样系统 石脑油

石脑油又叫化工轻油、粗汽油。是以原油或其他原料加工生产的用于化工原料的轻质油，主要用作烯烃、芳烃等生产的化工原料。石脑油中铜、铅、砷、锑和汞等重金属元素极易与贵金属催化剂铂、铈等形成化合物致使其活性降低，甚至导致催化剂永久性中毒而失活，影响到下游产品的质量。因此，准确测定石脑油中的铅、砷、汞、锑、铜等元素含量，对于指导油品脱铜、铅、砷，延长催化剂的使用寿命维持催

化重整装置平稳运行具有重要作用。

石脑油中的上述几个元素分析，主要技术手段有原子吸收法、原子荧光法和 ICP-MS 法。相比于原子吸收和原子荧光法，ICP-MS 法具有灵敏度高、分析速度快、线性范围广、可以同时分析多个元素的特点，本文采用带有机进样系统的 ICP-MS 仪器，样品经过稀释后直接上机测定，建立了快速测定石脑油中铅、砷、汞、锑、铜元素的方法。

■ 实验部分

1.1 仪器

岛津 ICPMS-2030 系列电感耦合等离子体质谱仪。

1.2 仪器分析条件

ICP-MS 仪器分析条件见表 1。

表 1 ICP-MS 分析条件

参数	参数设定	参数	参数设定
高频功率	1.40 kW	等离子体气流速	20.0 L/min
辅助气流速	0.50 L/min	载气流速	0.50 L/min
混合气类型	Ar/O ₂ (70:30)	混合气流速	0.15 L/min
炬管类型	四重炬管	雾化器	同心雾化器
雾化室	旋流	雾化室温度	-5°C
采样深度	5.0 mm	高频频率	27.12 MHz
碰撞气体	He	碰撞气流速	6 mL/min
池电压	-21 V	能量过滤器电压	7.0 V

■ 样品前处理

在 25 mL 的塑料容量瓶中加入无水乙醇至质量为 5.00 g，然后用塑料滴管加入石脑油样品至总质量为 (10.00±0.01) g，混匀，并准确记录加入的石脑油样品质量和试样溶液总质量。

■ 结果与讨论

3.1 标准加入法标准曲线

铅、砷、锑、铜元素标准溶液：在 5 个 25 mL 的塑料容量瓶中分别加入 0.00 mL, 0.020 mL, 0.050 mL, 0.075 mL, 0.100 mL 浓度为 1 mg/L 的铅、砷、锑、铜混合标准溶液，然后加入无水乙醇至质量为 5.00 g，最后用塑料滴管加入石脑油样品至总质量为 (10.00±0.01) g，混匀，得到样品稀释 2 倍加标浓度为 0.00、2.00、5.00、7.50、10.0 ng/g 的混合标准溶液。

汞元素标准溶液：在 5 个 25 mL 的塑料容量瓶中分别加入 0.00 mL, 0.02 mL, 0.05 mL, 0.075 mL, 0.10 mL 浓度为 1 mg/L 的汞标准溶液，然后加入无水乙醇至质量为 5.00 g，最后用塑料滴管加入石脑油样品至总质量为 (10.00±0.01) g，混匀，得到样品稀释 2 倍加标浓度为 0.00、2.00、5.00、7.50、10.0 ng/g 的汞元素标准溶液。

内标溶液：使用无水乙醇配制浓度为 100 ng/g 的 In、Tb 作为内标溶液，采用内标组件在线加入。

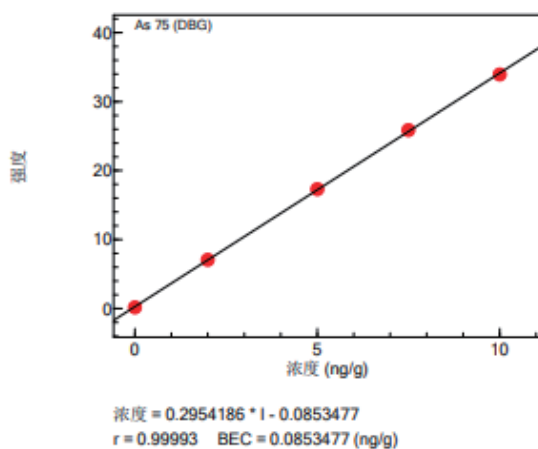


图 1 As 元素标准加入曲线

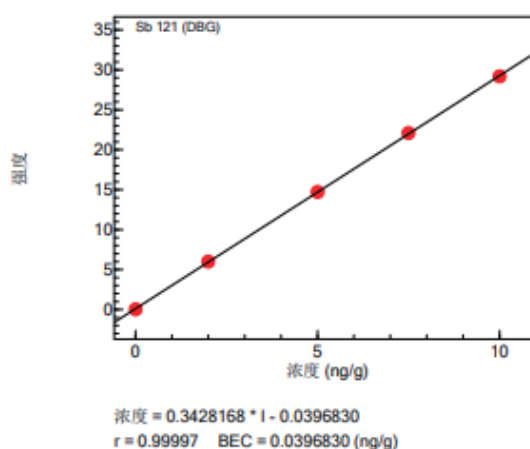


图 2 Sb 元素标准加入曲线

3.2 检出限

参照标准中空白溶液的制备方法，以无水乙醇作为空白试样，使用标准加入法建立的标准曲线对空白试样进行 11 次测定，以空白试样测定浓度标准偏差的 3 倍为方法检出限，计算得各元素检出限如表 2 所示。

表 2 各元素方法检出限

元素	质量数	方法定量限 ($\mu\text{g}/\text{kg}$)	SN/T 5306-2021 定量限 ($\mu\text{g}/\text{kg}$)
Pb	208	0.006	0.2
As	75	0.02	0.5
Hg	202	0.06	0.5
Sb	121	0.07	0.5
Cu	65	0.45	0.5

3.3 样品测试结果

以标准加入法建立标准曲线后，对使用乙醇稀释后的未知石脑油样品进行测定，并进行加标回收实验，样品分析结果和加标回收率如表 3 所示，样品加标回收率在 90.0%~106.5% 之间。

表 3 石脑油样品加标回收实验结果

元素	内标	测定值 (ng/g)	RSD% (n=3)	加标量 (ng/g)	回收率 (%)
Pb	¹⁵⁹ Tb	N.D.	--	2.0	99.5
		N.D.	--	5.0	93.0
As	¹¹⁵ In	0.06	2.89	2.0	99.5
		0.06	2.89	5.0	96.6
Hg	¹⁵⁹ Tb	0.11	1.52	2.0	96.0
		0.11	1.52	5.0	97.0
Sb	¹⁵⁹ Tb	N.D.	--	2.0	106.5
		N.D.	--	5.0	99.0
Cu	¹¹⁵ In	21.9	0.23	2.0	90.0
		21.9	0.23	5.0	90.0

备注：N.D. 表示未检出。

■ 结论

参考《石脑油中铅、砷、汞、锑、铜的测定 电感耦合等离子体质谱法》(SN/T 5306-2021) 行业标准，使用岛津 ICPMS-2030 系列电感耦合等离子体质谱仪测定了石脑油中多种重金属元素含量。实验结果表明，该方法检出限低，准确度好，加标回收率 90.0%~106.5%，适合石脑油样品稀释后直接上机铅、砷、汞、锑和铜元素同时检测。

岛津应用云

