

ICPE-9820 测定重质馏分油、渣油及原油中痕量金属元素含量

ICP-154

摘要：参考《GB/T 37160-2019 重质馏分油、渣油及原油中痕量金属元素的测定 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 测定了重质馏分油、渣油及原油中痕量金属元素的含量。分析结果表明，该方法各元素检出限为 0.0033~1.37 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 91.0~108%。该方法灵敏度高，重复性良好，适用于重质馏分油、渣油及原油中痕量金属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 重质馏分油 渣油 原油 金属元素

石油是由碳氢化合物组成，具有特殊气味的、有色的可燃性油质液体，是一种不可再生原料，主要被用作燃油和汽油，同时也被用作化学工业产品如溶剂、化肥、杀虫剂和塑料等的原料。

在石油炼制过程中，原料油中的部分金属元素过高会对催化剂的反应活性造成影响，导致催化剂中毒。因此，准确测定油品中金属元素含量对于生产加工工艺流程的设计、催化剂的选择以及产品的质量控制在是非常重要的。《GB/T 37160-2019 重质馏分油、渣油及原油中痕量金属元素的测定 电感耦合等离子体发射光谱法》规定了重质馏分油、渣油以及原油中部分金

属元素的测定方法，为油品的后期加工、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 37160-2019 重质馏分油、渣油及原油中痕量金属元素的测定 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 测定了重质馏分油、渣油及原油样品中痕量金属元素含量。

■ 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	高频频率	27.12 MHz

■ 样品前处理

称取试样约 5.0 g，精确至 0.001g，置于石英烧杯中，缓慢加入 2.0 mL 硫酸，盖上石英表面皿，置于电热板上加热，缓慢升温至样品停止生烟并全部结焦。将带盖的石英烧杯放入 550℃马弗炉中灰化 5.0 小时，根据样品灰化情况，可适当增加灰化时间。

待灰化后样品冷却后，向烧杯中加入 10 mL 王水溶解残渣，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，加入 1.0 mg/L 钪内标，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 Al、Ca、Fe、K、Mg、Mn、Mo、Na、Ni、Pb、V、Zn 混合标准溶液，加入 1.00 mg/L 钪作为内标。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。

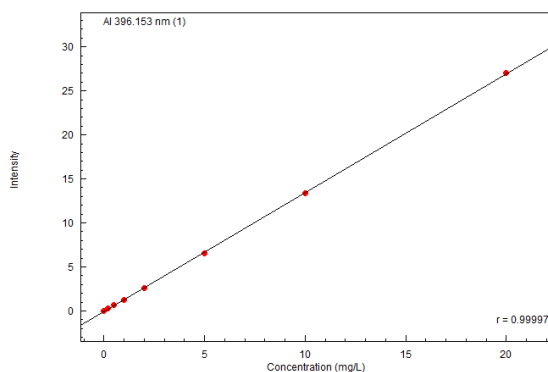


图 2 铝 (Al) 标准曲线 $r=0.99997$

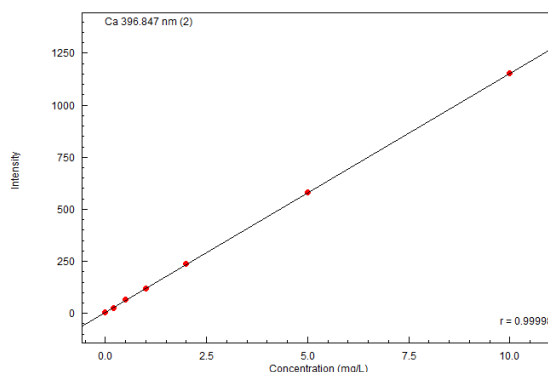


图 3 钙 (Ca) 标准曲线 $r=0.99998$

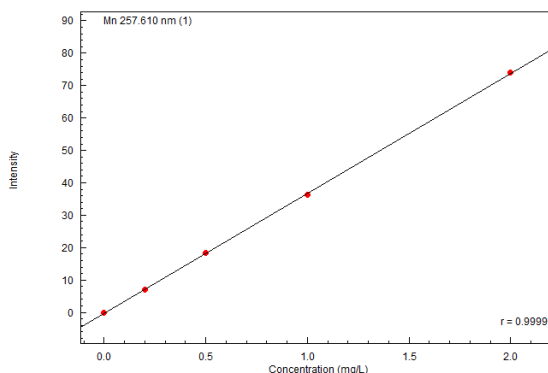


图 4 锰 (Mn) 标准曲线 $r=0.99996$

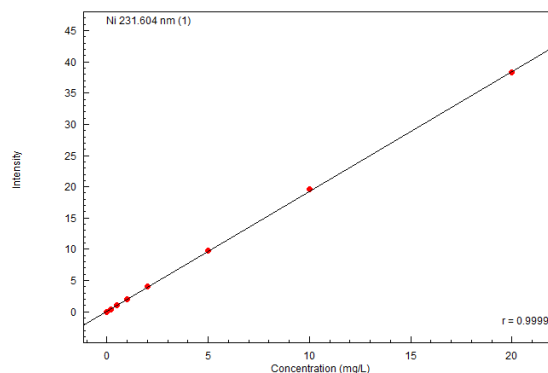


图 5 镍 (Ni) 标准曲线 $r=0.99993$

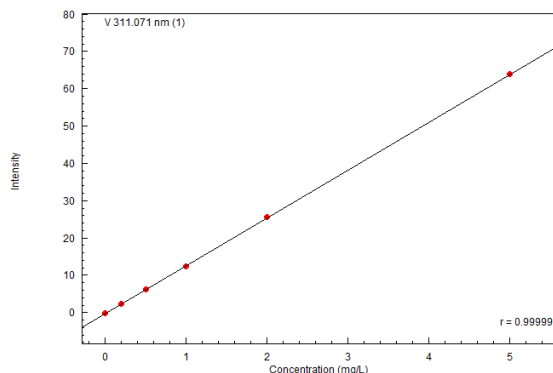


图 6 钒 (V) 标准曲线 $r=0.99999$

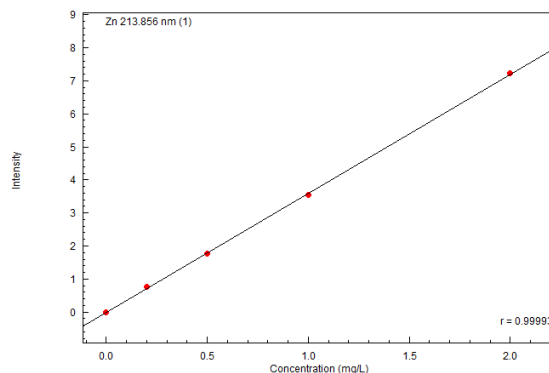


图 7 锌 (Zn) 标准曲线 $r=0.99993$

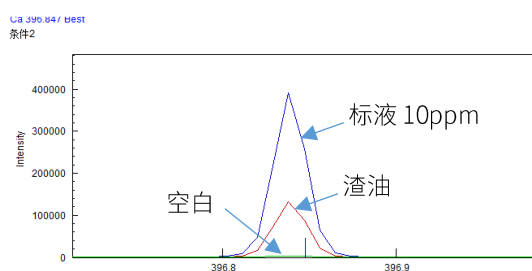


图 8 钙 (Ca) 元素谱峰轮廓图

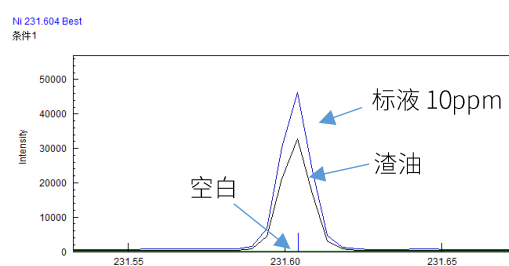


图 9 镍 (Ni) 元素谱峰轮廓图

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 各元素分析检出限 (mg/kg)

元素	波长 (nm)	观测方向	IDL(mg/L)	MDL(mg/kg)
Al	394.403	轴向	0.0017	0.017
Ca	396.847	径向	0.00065	0.0065
Fe	259.940	轴向	0.00055	0.0055
K	766.490	径向	0.14	1.37
Mg	280.270	径向	0.0015	0.015
Mn	257.610	轴向	0.00066	0.0066
Mo	202.030	轴向	0.00060	0.0060
Na	589.592	径向	0.075	0.75
Ni	231.604	轴向	0.0012	0.012
Pb	220.353	轴向	0.0044	0.044
V	311.071	轴向	0.00035	0.0035
Zn	213.856	轴向	0.00033	0.0033

3.3 样品结果

按照样品前处理程序，对重质馏分油、渣油和原油样品进行前处理后，使用 ICPE-9820 测定，同时对样品进行加标回收率实验，测定结果见表 3-5，各元素测定 RSD 小于 3.00%，测定稳定性良好；加标回收率为 91.0~108%，回收率良好。

表 3 重质馏分油分析结果

元素	测定结果 (mg/L)	RSD(n=3,%)	样品结果 (mg/kg)	加标量 (mg/L)	加标测定结果 (mg/L)	回收率 (%)
Al	0.081	0.08	0.81	1.00	1.06	97.9
Ca	0.048	1.04	0.48	1.00	1.06	101
Fe	0.016	0.85	0.16	1.00	1.03	101
K	1.77	1.63	17.7	1.00	2.75	98.0
Mg	0.12	0.27	1.24	1.00	1.14	102
Mn	0.0083	0.48	0.083	1.00	1.00	99.1
Mo	0.012	1.16	0.12	1.00	0.99	97.3
Na	0.44	1.73	4.37	1.00	1.36	92.3
Ni	N.D.	---	---	1.00	1.01	101
Pb	N.D.	---	---	1.00	1.02	102
V	0.0096	1.48	0.10	1.00	0.98	97.0
Zn	0.013	1.30	0.13	1.00	1.07	106

N.D.: 未检出。

表 4 渣油分析结果

元素	测定结果 (mg/L)	RSD(n=3,%)	样品结果 (mg/kg)	加标量 (mg/L)	加标测定结果 (mg/L)	回收率 (%)
Al	0.34	0.83	3.39	1.00	1.33	99.1
Ca	3.31	0.13	33.1	10.0	12.7	93.9
Fe	2.42	0.11	24.2	1.00	3.46	104
K	1.99	1.78	19.9	1.00	2.91	92.0
Mg	0.12	0.04	1.16	1.00	1.14	102
Mn	0.058	0.62	0.58	1.00	1.05	99.2
Mo	0.019	2.76	0.19	1.00	0.99	97.2
Na	0.18	1.72	1.79	1.00	1.13	95.1
Ni	6.81	0.04	68.1	10.0	16.3	94.9
Pb	N.D.	---	---	1.00	1.00	100
V	0.14	0.51	1.43	1.00	1.11	96.7
Zn	0.13	0.80	1.27	1.00	1.16	103

N.D.: 未检出。

表 5 原油分析结果

元素	测定结果 (mg/L)	RSD(n=3,%)	样品结果 (mg/kg)	加标量 (mg/L)	加标测定结果 (mg/L)	回收率 (%)
Al	0.31	0.19	3.13	1.00	1.25	93.7
Ca	2.42	0.15	24.2	1.00	3.40	98.0
Fe	1.29	0.18	12.9	1.00	2.24	95.0
K	3.89	0.96	38.9	10.0	14.7	108
Mg	0.83	0.12	8.28	1.00	1.81	98.2
Mn	0.032	0.12	0.32	1.00	0.99	95.6
Mo	0.015	2.42	0.15	1.00	0.96	94.8
Na	3.75	0.51	37.5	10.0	14.2	105
Ni	2.23	0.27	22.3	1.00	3.14	91.0
Pb	N.D.	---	---	1.00	0.97	97.0
V	0.052	0.37	0.52	1.00	1.00	94.7
Zn	0.086	0.41	0.86	1.00	1.08	99.4

N.D.: 未检出。

■ 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重质馏分油、渣油和原油中痕量金属元素含量。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，适用于重质馏分油、渣油和原油中痕量金属元素含量的分析。

岛津应用云

