

微波消解 ICP-AES 法测定轻质油品中的硫含量

ICP-057

摘要: 本文采用微波消解 ICP-AES 法测定了石油硫含量测定用标准物质 (GBW(E)060109) 中的硫含量。实验结果表明, 硫元素回收率和重复性良好, 测定结果与标定值吻合, 硫元素的方法检出限低, 测试精密度相对较高, 适合轻质油品如汽油、柴油中硫含量的日常检验需要。

关键词: 环境 空气 污染 汽油 硫含量

近日中国多城市深受雾霾天气困扰, 有关 PM_{2.5} 污染的成因分析成热门话题, 而低劣油品成 PM_{2.5} 污染主要来源。随着汽车数量猛增, 汽车尾气排放已成为城市污染的首要问题。汽车燃料汽、柴油中的硫经燃烧转化为硫的氧化物, 除了腐蚀机器设备外, 更为严重的是形成酸雨, 危害农作物和人类健康。欧洲委员会提出的硫

的控制值为 150 ppm, 到 2005 年为 50 ppm, 日本的现行规定为小于 100 ppm。而我国标准规定汽油硫含量是不大于 150 ppm (见表 1) 本文采用微波消解 ICP-AES 法测定了石油硫含量测定用标准物质 (GBW(E)060109) 中的硫含量。

表 1 世界染料规范/欧盟/中国汽油硫含量标准(mg/L)

世界燃油规范		I 类	II 类	III 类	IV 类
		1000	200	30	10
欧盟	欧 I 类	欧 II 类	欧 III 类	欧 IV 类	欧 V 类
	1000	500	150	50	10
中国	国 I 类	国 II 类	国 III 类	国 IV 类	国 V 类
	(2003)	(2006)	(2006)	(2011)	(2011)
	800	500	150	50	10

实验部分

1.1 仪器

岛津 ICPE-9000 等离子体发射光谱仪

1.2 实验器皿及试剂

实验中所用水为超纯去离子水; 玻璃器皿于硝酸溶液浸泡 24 小时; 汽油中硫含量标准品 GBW(E)060109 (中国计量科学研究院)。

1.3 样品的前处理

准确称取约 0.2 g 汽油标准品, 然后加入 7 mL 浓硝酸, 1 mL 30% 过氧化氢。放置待气泡消失, 置于微波消解炉内进行消解 (见表 2)。消解完成后, 待消解罐冷却至室温, 将其移至通风橱内; 缓缓摇动消解罐, 至红棕色气体挥发完全; 电热板赶酸近干, 然后使用 2 mL (1+1) 硝酸水溶液溶解后, 转移至 25 mL 容量瓶中, 去离子水定容至刻度, 摇匀, 待用。同时作空白样。

表 2 微波消解温度控制程序

步骤	时间/min	温度/°C
升温1	10	120
升温2	10	150
升温3	10	195
恒温4	30	195
降温5	---	---

1.4 仪器参数

仪器工作条件见表 3。

表 3 仪器工作条件

观测方向	等离子体气 (L/min)	辅助气 (L/min)	载气 (L/min)	高频频率 (MHz)	高频输出功率 (kW)	炬管类型	雾化器	雾化室
轴向	10	0.6	0.7	27.12	1.2	Mini	同心	旋流

结果与讨论

2.1 标准曲线与轮廓图

配制硫元素的标准溶液，其浓度见表 4。

表 4 硫元素标准曲线浓度(μg/L)

元素	STD1	STD2	STD3	STD4	STD5
S	0	50	100	500	1000

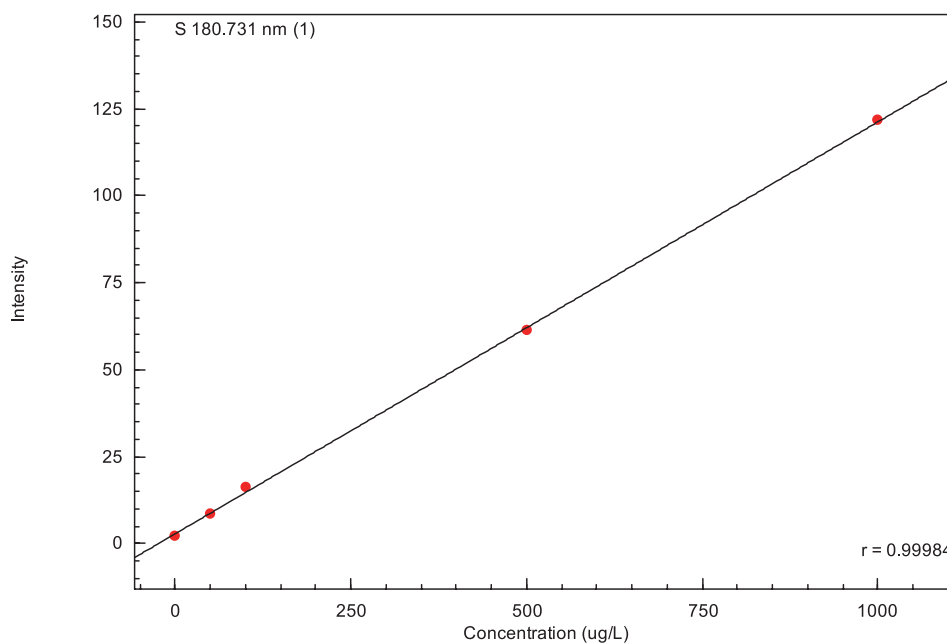


图 1 硫元素的标准曲线图

2.2 硫元素谱峰轮廓图

硫元素的轮廓图如下：

S 180.731 Best

条件1

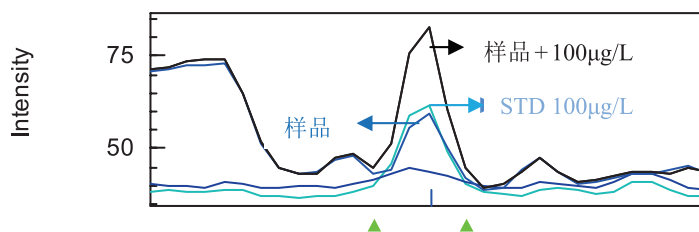


图 2 硫元素的谱峰轮廓图

2.3 方法的检出限

对空白标准溶液的分析元素进行 10 次测定，取 3 倍的空白标准偏差除以标准曲线斜率即为各元素的检出限，该方法的检出限为 7.09 $\mu\text{g/L}$ 。

2.4 样品测定结果

按实验方法对 GBW(E)060109 油品标准样品进行分析，分析结果见表 5。

表 5 GBW(E)060109 标准品测定结果及标准值

样品名称	称取质量 (g)	定容体积 (mL)	测定结果 ($\mu\text{g/L}$)	样品含量 (mg/Kg)	标准值 (mg/Kg)	RSD(n=6) (%)
GBW(E)060109	0.2036	25	81.30	9.98	10.1 \pm 0.2	1.70

2.5 回收率实验

表 6 GBW(E)060109 标准品加标回收率和精密度

样品名称	称取质量 (g)	定容体积 (mL)	测定值 ($\mu\text{g/L}$)	加标量 ($\mu\text{g/L}$)	总测定值 (mg/L)	回收率 (%)	RSD(n=6) (%)
GBW(E)060109	0.2076	25	82.76	100	182.00	99.24	1.38

结论

本文利用微波消解法预处理石油硫含量测定用标准物质样品，该方法简单，快速，试剂用量少，不污染环境，避免了采用有机溶剂给人体带来的伤害。ICP-AES 法测试精密度高，检出限低，适合轻质油品如汽油、柴油中硫含量的日常检验需要。