

ICPE-9820+ 电子控温雾化室 (IsoMist) 测定汽油中多元素

ICP-128

摘要: 本文采用 ICPE-9820 与 IsoMist 电子控温雾化室, 在 -10°C 温度条件下, 测定了汽油样品中的多元素。实验结果表明, 该方法各元素检出限 0.00057~0.038 mg/Kg。样品检测结果 RSD 值 <3.0%, 回收率 98.5~106.0%, 可满足汽油样品中多元素的快速检测。

关键词: 汽油 电子控温雾化室 IsoMist ICP-AES

电感耦合等离子体原子发射光谱 (ICP-AES) 是一种广泛应用的元素分析技术。本文参考国家标准《车用汽油中总硅含量的测定电感耦合等离子体发射光谱法》、《ASTMD5185-2013 Standard Test Method for Multielement Determination of Used and Unused Lubricating Oils and Base Oils by Inductively Coupled

Plasma Atomic Emission Spectrometry (ICP-AES)》、GB/T 17476-1998《使用过的润滑油中添加剂元素、磨损金属和污染物以及基础油中某些元素测定法 (电感耦合等离子体发射光谱法)》等方法标准, 利用全谱型 ICP-AES 有机系统, 采用内标法直接进样, 测定了汽油中多种元素。

实验部分

1.1 仪器

岛津 ICPE-9820 全谱型电感耦合等离子体发射光谱仪

1.2 实验器皿及试剂

实验所用玻璃器皿均用硝酸溶液 (1+1) 浸泡 24 小时后, 用去离子水冲洗, 干燥备用。

PremiSolv ICP Solvent(稀释剂); 有机标准溶液 (多元素混标): S-21, 300 ppm(Wt.), Oil Analysis Standards, CONOSTAN

1.3 样品的前处理

参考 ASTM D 5185-2013 方法, 所有汽油样品以及标准溶液都采用称重的方法进行配制。本文方法采用 1 mg/Kg 的 Y 元素内标校正, 消除基质干扰。

标准溶液: 称取一定质量 CONOSTAN S-21 标液, 加入稀释剂, 定容至 10 g, 添加内标元素, 摇匀待测。

称取汽油样品 1 g 左右, 利用稀释剂, 定容至 10 g。添加内标元素, 摇匀待测。

1.4 仪器参数

仪器工作条件如表 1 所示。

表1 仪器工作条件

观测方向	雾化器类型	炬管类型	雾化室	辅助气流速 (L/min)	等离子气流速 (L/min)	载气流速 (L/min)	高频频率 (MHz)	高频输出功率(kW)
径向	同心	标准	IsoMist 电子控温雾化室	1.4	20	0.6	27.12	1.4

岛津 ICPE-9800 系列优化的等离子体条件和垂直放置炬管设计可有效降低炬管顶端的碳沉积。实现有机样品的有效导入，无需引入氧气，即可实现稳定测试。ICPE-9820 为 ICPE-9800 系列中双向观测的型号，有机样品进样推荐径向观测。因为岛津 ICPE-9820 使用真空型分光器，所以对于硫 (S) 等真空紫外区的波长，无需使用吹扫型分光器需要的高纯度气体，就可以进行低运行成本的稳定分析。IsoMist 电子控温雾化室可在 -10℃ ~60℃之间为雾化室控温。低温有利于高挥发性样品的稳定进样，本实验依据国家标准《车用汽油中总硅含量的测定电感耦合等离子体发射光谱法》，将雾化室温度设定在 -10℃。



图1 ICPE-9820



图2 IsoMist电子控温雾化室

结果讨论

2.1 标准曲线配制

按照 1.3 所述方法，配制标准溶液，详细浓度如表 2。

表2 各元素标准曲线浓度

元素	标准曲线浓度(mg/Kg)				
	STD1	STD2	STD3	STD4	STD5
Ag	0	0.102	0.537	3.453	11.988
Al	0	0.102	0.537	3.453	11.988
B	0	0.102	0.537	3.453	11.988
Ba	0	0.102	0.537	3.453	11.988
Ca	0	0.102	0.537	3.453	11.988
Cd	0	0.102	0.537	3.453	11.988
Cr	0	0.102	0.537	3.453	11.988
Cu	0	0.102	0.537	3.453	11.988
Fe	0	0.102	0.537	3.453	11.988
Mg	0	0.102	0.537	3.453	11.988
Mn	0	0.102	0.537	3.453	11.988
Mo	0	0.102	0.537	3.453	11.988
Ni	0	0.102	0.537	3.453	11.988
Pb	0	0.102	0.537	3.453	11.988
Si	0	0.102	0.537	3.453	11.988
Ti	0	0.102	0.537	3.453	11.988
V	0	0.102	0.537	3.453	11.988
Zn	0	0.102	0.537	3.453	11.988

2.2 元素的标准曲线

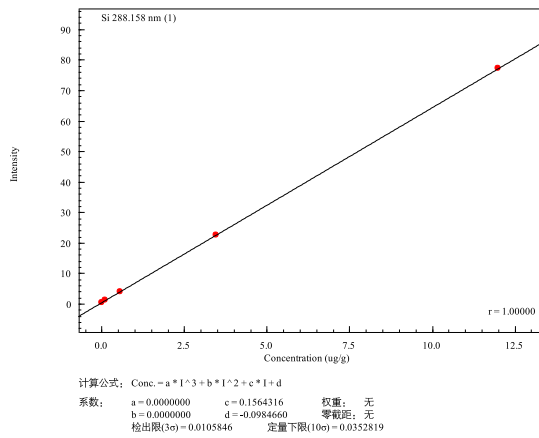


图3 Si标准曲线

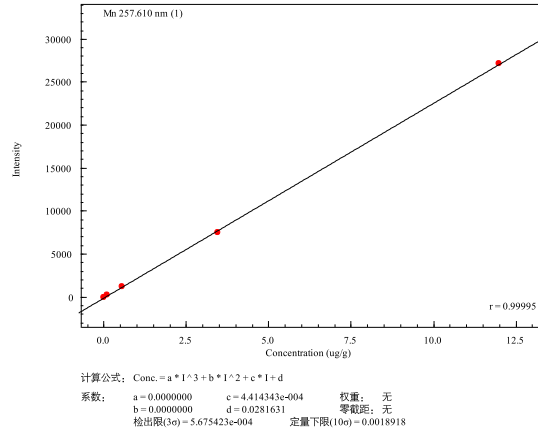


图4 Mn标准曲线

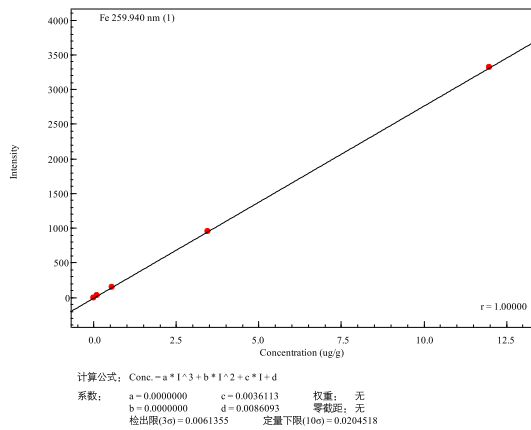


图5 Fe标准曲线

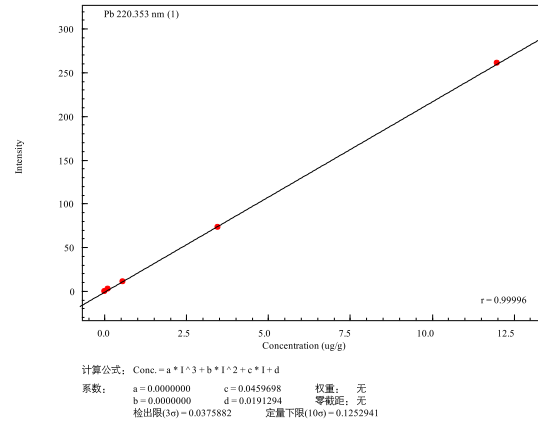


图6 Pb标准曲线

2.3 元素谱峰轮廓图

Si 288.158 Best

条件1

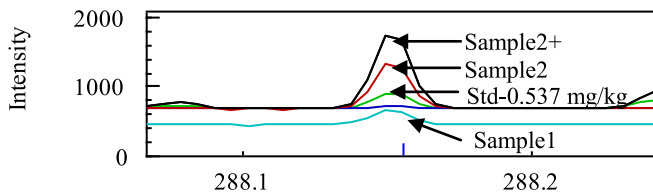


图7 Si谱峰轮廓图

Pb 220.353 Best

条件1

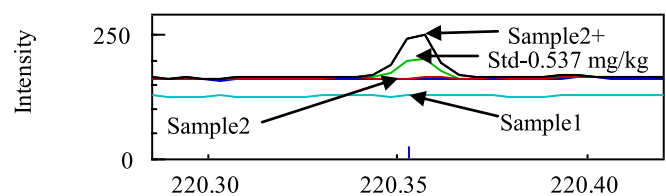


图8 Pb谱峰轮廓图

Fe 259.940 Best

条件1

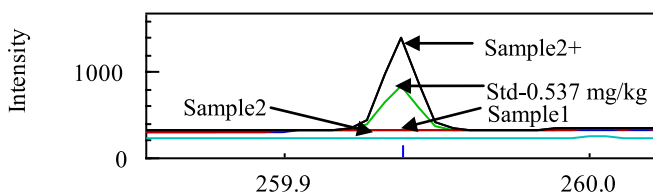


图9 Fe谱峰轮廓图

Mn 257.610 Best

条件1

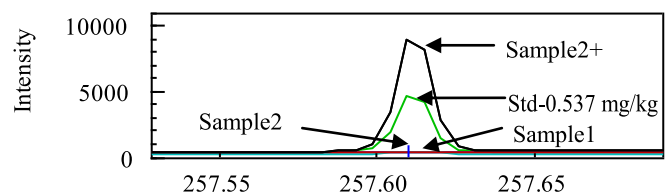


图10 Mn谱峰轮廓图

2.4 汽油样品分析结果、检出限及加标回收率实验

利用 ICPE-9820 有机系统, 对市场上 2 种商品汽油样品进行测定, 结果见表 4。同时对样品空白的分析元素进行 10 次测定, 取 3 倍的空白标准偏差所对应的浓度即为各元素的检出限, 结果见表 3。

在样品 2 的基础上, 开展加标回收试验, 考察方法可靠性。结果如表 5 所示, 各元素回收率 98.5~106.0%。

表3 各元素检出限

元 素	Ag	Al	B	Ba	Ca	Cd	Cr	Cu	Fe
波 长 (nm)	328.068	394.403	249.773	455.403	422.673	226.502	267.716	224.7	259.94
检出限 (mg/kg)	0.0030	0.0037	0.018	0.00060	0.011	0.0013	0.0019	0.010	0.0061
定量下限 (mg/kg)	0.010	0.012	0.060	0.0020	0.037	0.0043	0.0063	0.033	0.020
元 素	Mg	Mn	Mo	Ni	Pb	Si	Ti	V	Zn
波 长 (nm)	285.213	257.61	281.615	231.604	220.353	288.158	334.941	290.882	213.856
检出限 (mg/kg)	0.0012	0.00057	0.0034	0.0057	0.038	0.010	0.0010	0.0015	0.0022
定量下限 (mg/kg)	0.0040	0.0019	0.011	0.019	0.13	0.033	0.0033	0.0050	0.0073

表4 样品测试率结果

元 素	Ag	Al	B	Ba	Ca	Cd	Cr	Cu	Fe
波 长 (nm)	328.068	394.403	249.773	455.403	422.673	226.502	267.716	224.700	259.94
样品1含量 (mg/kg)	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND
RSD(%)	-	-	-	-	-	-	-	-	-
样品2含量 (mg/kg)	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND
RSD(%)	-	-	-	-	-	-	-	-	-
元 素	Mg	Mn	Mo	Ni	Pb	Si	Ti	V	Zn
波 长 (nm)	285.213	257.61	281.615	231.604	220.353	288.158	334.941	290.882	213.856
样品1含量 (mg/kg)	ND	0.30	ND	ND	ND	4.80	ND	0.67	ND
RSD(%)	-	2.2	-	-	-	0.83	-	2.6	-
样品2含量 (mg/kg)	ND	ND	ND	ND	ND	17.6	ND	ND	ND
RSD(%)	-	-	-	-	-	2.1	-	-	-

表5 样品回收率结果

元素	Ag	Al	B	Ba	Ca	Cd	Cr	Cu	Fe
波长 (nm)	328.068	394.403	249.773	455.403	422.673	226.502	267.716	224.700	259.94
添加前浓度 (mg/kg)	ND	ND	N.D.	ND	ND	ND	ND	ND	ND
添加浓度 (mg/kg)	1.10	1.10	1.10	1.10	1.10	1.10	1.10	1.10	1.10
添加后浓度 (mg/kg)	1.15	1.16	1.10	1.13	1.16	1.14	1.11	1.13	1.13
回收率(%)	105.6	104.0	100.1	103.1	105.0	102.8	100.3	102.7	102.2
元素	Mg	Mn	Mo	Ni	Pb	Si	Ti	V	Zn
波长 (nm)	285.213	257.61	281.615	231.604	220.353	288.158	334.941	290.882	213.856
添加前浓度 (mg/kg)	ND	ND	ND	ND	ND	1.76	ND	ND	ND
添加浓度 (mg/kg)	1.10	1.10	1.10	1.10	1.10	1.10	1.10	1.10	1.10
添加后浓度 (mg/kg)	1.13	1.12	1.11	1.10	1.16	3.00	1.16	1.11	1.13
回收率(%)	101.8	100.0	98.5	98.7	103.0	106.0	105.5	101.2	105.8

结论

本文采用直接进样的方法，利用 ICPE-9820 及电子控温雾化室 IsoMist，结合内标校正法测定了市场上三种不同浓度水平汽油样品中硅等元素含量，结果稳定可靠。由于岛津 ICPE-9800 系列优化的等离子体条件和垂直放置炬管设计，汽油样品利用稀释剂简单稀释后，即可进样分析，从而达到快速检测的效果，并可获得更高灵敏度。此方法中，样品测试 RSD<3.0%，回收率 98.5~106.0%，此方法可同时满足汽油样品中硅等多元素的快速检测。