

关键词

- ICP-5000
- 有机进样
- 油品

ICP-5000 测定油品中 Si 含量

Determination of Si in the oils by ICP-5000

苏明扬

聚光科技（杭州）股份有限公司

技术特点

- 有机进样
- 加氧燃烧

石油化工行业中，在炼制多种不同馏分油时往往选择多种不同催化剂或其他化学试剂提高效率。若原料油中含有一定量的无机杂质元素，则有可能在加工过程中造成催化剂中毒。如在成品油中含有过量的其他杂质元素，则可能对设备造成损害，如汽油中 Si 的含量过高造成火花塞堵塞等；金属杂质过多，加剧设备磨损与腐蚀。

传统检测手段多采用不同的消解手段，将油品中大量的有机组份去除后，采用发射光谱或质谱进行元素检测，这无疑降低了分析效率；同时，油品在消解的过程中也会带来元素损失或杂质的引入，造成分析结果的误差。而且，若不采用特殊的进样系统与分析条件，往往会造成分析仪器的损害，降低使用寿命，如炬管、中心管积碳等。

本文采用使用 ICP-5000，配合使用 TC-100 有机进样系统，测定了煤油样品中的多种金属元素，并对 Si 单独测定。

样品前处理

准确称取一定量（精确至 0.0001g）基础油溶解的标准试样于聚四氟乙烯瓶中，加入航空煤油准确稀释一定倍数，制得标准溶液；称取 10.0 g 煤油样品，加入 90.0 g 航空煤油作为稀释剂，制得样品溶液，用于分析。



仪器配置

仪器：ICP-5000 电感耦合等离子体发射光谱仪；

进样系统：TC-100 有机进样系统；

分析参数见表 1。

表 1 ICP-5000 的仪器条件

参 数	设 置
RF 功率	1350 w
冷却气	14 L/min
辅助气	1.00 L/min
雾化气	0.35 L/min
进样泵速	25 rpm
冲洗泵速	25 rpm
雾化室温度	室温
氧气	0.035 L/min
分析时间	长波 10 s, 短波 15s 智能积分

标准溶液配置

被测元素标准溶液配制梯度见表 2。线性相关系数大于 0.999。

表 2 各元素的标准溶度配制梯度 单位：mg/kg

溶液编号	元素名称	标准溶液浓度
1	Si	0、0.5、1.0、5.0

采用 ICP-5000 测定 5 个平行样品，考察方法精密度和加标回收率，方法精密度和加标回收率结果见表 4。

方法检出限

按样品空白连续 11 次测定的 3 倍 浓度 SD 得到仪器检出限；乘以稀释倍数计算元素的方法检出限(MDL)。结果列于表 3。

表 3 被测元素的检出限 单位：mg/Kg

元素波长 (nm)	仪器检出限	方法检出限
Si 251.611	0.015	0.150

注：方法检出限=3 倍标准偏差×稀释倍数(稀释 10 倍)；

方法精密度与加标回收率

结论

本文采用 ICP-5000 配合使用 TC-100 有机进样系统，测定了油品中 Si 元素的含量，通过计算方法检出限、回收率和方法精密度，考察了 ICP-5000 与 TC-100 在油品中无机元素的实际分析性能。结果表明：加标回收率与方法精密度均较好，ICP-5000 可用于油品中 Si 元素的分析检测。

表 4 方法精密度和加标回收率 单位：mg/Kg

元素	样品	加标量	加标前	加标后	加标回收率 (%)	方法精密度(%)
Si	1	1.00	1.70	2.68	98.1	0.70
	2	1.00	1.71	2.68	97.0	
	3	1.00	1.73	2.72	99.1	
	4	1.00	1.72	2.70	98.0	
	5	1.00	1.77	2.81	104.2	



聚光科技（杭州）股份有限公司
浙江省杭州市滨江（高新）区滨安路 760 号
邮编：310052
电话：0571-85012188
传真：0571-85012001
网址：www.fpi-inc.com
客服热线：400-7007-555

