

测定原油中金属元素的应用方案 (ICP-AES 法)

关键词:ICP-AES 金属元素

引言

原油中某些微量金属元素的存在对石油加工,储运过程及环境保护均产生不良影响。因此,原油中有害元素的种类及其含量是评价原油优劣的一项重要指标。目前测定原油中微量元素常用的方法有原子吸收光谱法、原子荧光光谱法、紫外可见分光光度法等。随着原子发射光谱技术的发展和成熟,电感耦合等离子体原子发射光谱(ICP-AES)法因具有多元素同时测定、线性范围宽、灵敏度高、基体效应小、精密度高、快速准确等特点在原油元素分析中得到广泛应用。采用 ICP-AES 法测定,建立管输原油中钡、钙、镉、钴、铬、铜、铁、钾、镁、钠、镍、铅、钒、锰 14 种金属元素含量的快速测定方法。

仪器与试剂材料

美析 ICP-6800S 电感耦合等离子体发射光谱仪 (石化机);

马弗炉;

石英容量瓶包括 100 mL 和 50 mL 两种规格,依次用 10%盐酸、10%硝酸中浸泡,用去离子水冲洗后至于烘箱中干燥备用,石英坩埚(100 mL)、于 10%盐酸溶液中煮沸后在马弗炉中 750°C 灼烧 2 h,冷却至室温后存于干燥器中备用。

含钡、钙、镉、钴、铬、铜、铁、钾、镁、钠、镍、铅、钒、锰的标准储备液,1000mg/L;硝酸(68%),优级纯;氩气,纯度大于等于 99999%。

样品处理

称取电动搅拌器混匀后的原油样品 30.0 g。将样品置于坩埚中,放在电子万用炉上加热,自由燃烧,直至火熄灭为止,再将残渣移入高温马弗炉中灼烧一定时间,

直至残渣完全成为灰烬，取出冷至室温，加入 15 mLHNO₃，在电热板上溶解，加热浓缩至 1~2 mL，冷却后移入 50 mL 容量瓶中，稀释至刻度，摇匀。空白试验的样品处理，除不加入待测样品外，其它均按照上述方法进行。

仪器工作条件

通过采用仪器推荐条件以及反复摸索试验对仪器条件进行优化，优化后仪器条件为：射频功率 1150 W，雾化器压力 207.5 kPa，辅助气流量 0.5 L/min，蠕动泵转速 100 r/min，选择的各元素分析谱线数据见表 1。

表 1 元素分析谱线数据及级数

元素	波长/nm	级数	元素	波长/nm	级数
Ca	315.887	107	Co	237.862	142
Fe	259.940	130	Cr	283.563	119
Ni	231.604	445	K	769.896	44
Mn	257.610	131	Na	589.592	57
Mg	285.213	118	V	290.882	116
Cu	327.396	103	Cd	226.502	449
Ba	493.409	68	Pb	220.353	152

工作曲线绘制

分别取含钡、钙、镉、钴、铬、铜、铁、钾、镁、钠、镍、铅、钒、锰的标准储备液(1000 mg/L)配置成 100 mg/L 的标准使用液。

分别取 Ca、V、Pb 标准使用液 2.0、4.0、6.0、8.0、10.0 mL、Fe、Ni 标准使用液 1.0、2.0、3.0、4.0、5.0 mL、Mn、Mg、Cu、Co、Cd、Ba、Cr 标准使用液 0.1、0.4、1.0、1.4、2.0 mL 于 100 mL 容量瓶中，配置成含 Ca、V、Pb(2.0、4.0、6.0、8.0、10.0mg/L)、Fe、Ni(1.0、2.0、3.0、4.0、5.0 mg/L)、Mn、Mg、Cu、Co、Cd、Ba、Cr (0.1、0.4、1.0、1.4、2.0mg/L)的 A 系列混合标准溶液 a、b、c、d、e。

分别移取 Na, K 标准使用液 2.0、4.0、6.0、8.0、10.0 mL 于 100 mL 容量瓶中，配置成含 Na、K(2.0、4.0、6.0、8.0、10.0 mg/L)的 B 系列混合标准溶液 f、g、h、i、j。

测定

在设定的仪器测试条件下,对标准溶液的金属含量进行测定,根据测定结果绘制工作曲线。试样测定根据工作曲线,在设定的仪器测试条件下,对试样的金属元素含量进行测定。

结果与讨论

灰化条件的选择

灰化时间选择一批原油样品，分别在灰化温度为 500℃,550℃,650℃,700℃以及灰化时间为 20、25、30、40h 的条件下处理原油。结果表明,灰化时间为 3 h 时,灰化完全。

灰化温度为 550℃时各金属元素含量测定值基本最高。这是由于在 500℃时样品没有灰化完全,残存的小炭粒易吸附金属元素,且很难用酸完全溶解；而在 650℃和 700℃时，灰化温度过高，引起元素的挥发以及坩埚壁沾留，使得各金属元素含量的测定值偏低。所以灰化温度选择 550 ℃。

在进行原油中金属元素含量分析时，采用坩埚灰化法处理试样,石英坩埚适合用作管输原油灰化时的熔样坩埚,适宜的灰化条件为:温度 550 ℃,时间 3 h。

采用电感耦合等离子体原子发射光谱法测定管输原油中金属元素,只需一次性处理试样即可同时测定多种元素,方法简便、快速、测定结果准确。各金属元素检出限在 0.0006~0.723 omg/L 之间,除镉元素外，其它金属元素含量测定的相对标准偏差均小于 7.0%,加标回收率在 91%~115%之间。

关于美析

美析主营光谱类仪器可见分光光度计、紫外可见分光光度计、原子吸收光谱仪、超微量分光光度计、原子荧光光度计、ICP 电感耦合等离子体发射光谱仪、ICP 电感耦合等离子体质谱仪,目前,我们的产品已广泛应用于有机化学、无机化学、生物化学、医药、环保、冶金、石油、农业等领域。同时美析利用在产品机械结构、光学设计、电气应用和软件开发方面积累的丰富经验,结合市场的最新实际需求,近期将陆续推出一批全新的分析类仪器。