

## ICP/AES 法测定焦化馏分油中的硅含量

何京 颜景杰 王霞

(石油化工科学研究院 北京 100083)

**摘要** 采用二甲苯对样品进行稀释,样品和二甲苯的稀释比为 1:10。用 ICP/AES 测定样品中的硅含量。本方法操作简便,结果准确,回收率为 90%~110%,相对标准偏差为 RSD%(n=5)小于 5%。

**关键词** 硅 焦化馏分油 等离子体发射光谱

在延迟焦化工艺中由于焦化塔内油品出现发泡现象,严重影响各馏分的产出效率。因此,工厂广泛使用消泡剂来控制发泡现象。但是消泡剂一般都含有有机硅化合物,这样会导致焦化后各馏分油中的硅含量有所增加。当各馏分油中硅浓度达到一定程度时,将对下一步的加氢工艺产生影响。因此,准确地测定各馏分油中的硅含量对整个工艺过程是非常重要的。本方法是采用二甲苯对样品进行稀释,用等离子体发射光谱 ICP/AES 测定其中的硅含量<sup>1,2</sup>。本方法操作简便,分析结果准确、可靠。

## 1 实验

## 1.1 仪器及试剂

VISTA AX 等离子体发射光谱,带有有机加氧附件,美国 VARIAN 公司。

有机硅标准油:10ppm, 30ppm, 美国 CONOSTAN 公司。

75<sup>#</sup>基础油:美国 CONOSTAN 公司。

二甲苯:分析纯。

有机标准油的配制(0.5ppm、1.0ppm、5.0ppm):分别向 3 个塑料瓶中加入 10ppm 的有机硅标准油 1.25g、2.50g 和 30ppm 的有机硅标准油 4.17g,再依次加入 23.75g、22.50g 和 20.83g 75<sup>#</sup>基础油,摇匀。

标准工作曲线溶液的配制:准确称取 75<sup>#</sup>基础油、0.5ppm、1.0ppm 和 5.0ppm 的有机标准油于塑料瓶中(精确到 0.01g),按照油和二甲苯的重量比 1:10 的比例加入二甲苯,充分摇匀后密封保存。

## 1.2 实验

准确称取一定量的焦化汽油或焦化柴油(约 2g,精确到 0.01g),加入二甲苯,稀释比为 1:10(油:二甲苯),将样品充分混合。用 ICP/AES 测定样品中的硅含量。仪器操作条件(见表 1)。

表 1 VISTA Ax 操作条件

测定谱线	288 158nm
高频功率	1.2kW
等离子气流量	15.0L/min
辅助气流量	2.25L/min
雾化气流量	0.4L/min
蠕动泵泵速	5转/min
加入氧气流量	80mL/min

## 2 结果与讨论

## 2.1 分析谱线的选择

本方法选择 5 条较为灵敏的分析谱线进行测定,试验结果(见表 2)。

表 2 不同分析谱线对样品测定结果的影响(Si 含量 ppm)

谱线(nm)	252.41	288.158	251.611	250.69	251.432
标样	0.5	0.34	0.52	0.38	0.37
准品	1.0	0.91	0.99	1.00	0.95

从表 2 数据可知,当样品中 Si 含量接近或大于 1ppm 时,所选谱线的测定结果比较好。但当样品中 Si 含量较低时,只有 288 158nm 这条谱线的测定结果与理论值接近。由于焦化馏分油中的 Si 含量较低,因此,本方法采用 288 158 nm 作为分析谱线。

## 2.2 稀释剂的选择

分析样品和标准样品稀释用溶剂的选择,必须考虑到分析的灵敏度、试样溶液的粘度、实验室的污染及对操作者的影响等问题。一般多使用不产生卤族有害气体的二甲苯<sup>3</sup>和甲基异丁基酮等溶剂。本工作考虑到二甲苯的溶解性较好。因此,选用二甲苯作为稀释用溶剂。

## 2.3 稀释比对测定结果的影响

在样品处理过程中需要按照一定的稀释比加入溶剂,这一方面是为增加样品的流动性,便于进样,另一方面是为降低由于标准样品和待测样品之间的物化学不同所造成的影响。本试验选择不同的稀释比进行测

定,测定结果(见表3)。

表3 不同的稀释比对背景信号强度的影响

样品	稀释比	净强度	背景信号强度	
有机标准油 0.5ppm	1:5	65000	10000	
	焦化汽油	1:5	64930	14000
		1:6	65472	12000
		1:8	64313	10000
焦化柴油	1:10	65040	10000	
	1:5	72301	10000	
	1:6	72385	10000	

采用 ICP/AES 对样品进行测定,其结果是否准确关键之一就是标准样品和待测样品的基体要匹配,也就是二者产生的背景信号要相同,否则将对测定结果产生影响。从表3数据可知,当焦化汽油样品所采用的稀释比逐渐增高时,背景信号强度逐渐降低,最终与标准样品所产生的背景信号一致。而焦化柴油的稀释比为 1:5 时就与标准样品一致。这是由于对于汽油样品,当稀释比较小时,汽油的雾化效率较大,产生的有机气体较多,因此信号增强,背景增高。为使样品和标准的背景信号保持一致,本方法采用 1:10 的稀释比稀释样品,以保证测定结果的准确。

#### 2.4 其它因素对测定的影响

在进行的机样品的测定过程中,由于有机样品分解不完全,因此会在炬管的中心部分形成积炭,这样就造成中心管部分堵塞,影响进样状态,使测定结果偏低。为解决这一问题,本试验在测定过程中连续、稳定地向中心管加入氧气,以帮助有机物分解,防止积炭的形成,使测定结果更加准确。

#### 2.5 方法的检出限

采用标准溶液,在相同的测定条件下测定空白溶液中的 Si 含量(噪音)。本试验以 3 倍噪音的信号值计算出本方法的检出限。本方法的检出限为 25ppb。

#### 2.6 方法的准确度和精密度

2.6.1 方法的准确度试验 本试验采用加重回收的方法,向样品中加入已知浓度的标准油制成考察样品,充分混合后测定考察样品中的 Si 含量。试验结果(见表4)。用测得的考察样品的 Si 含量减去原样品的 Si

含量,再与加入的理论值进行比较,计算方法的回收率。

表4 方法的回收率试验

样品	Si 含量(单位:ppm)			
	理论值加入值	考察样品值	差值	回收率%
焦化汽油	0	1.66	—	—
	0.20	1.86	0.20	100
	1.20	2.83	1.17	97.5
焦化柴油	2.20	3.68	2.02	91.8
	0	0.78	—	—
	1.0	1.74	0.96	96
	2.0	2.83	2.05	102.5

由表4数据可知,本方法的回收率在 90%~110% 之间,符合分析试验要求。

2.6.2 方法的精密度试验 在相同条件下连续 5 次对样品进行测定,获得试验结果(见表5)。

表5 方法的精密度试验

测定次数	Si 含量(单位:ppm)					RSD %
	1	2	3	4	5	
焦化汽油	1.66	1.69	1.66	1.69	1.67	0.91
焦化柴油	0.76	0.78	0.79	0.82	0.75	3.51

试验结果表明,连续测定 5 次时,方法的相对标准偏差 RSD % 小于 5%。

### 3 结论

本方法用于焦化后汽油和柴油的测定。样品采用二甲苯进行稀释,稀释比为 1:10(油:二甲苯)。用 ICP/AES 测定稀释后样品中的 Si 含量。本方法的回收率在 90% 到 110% 之间,5 次测定样品的 RSD % 小于 5%,操作简便,结果准确。

#### 参考文献

- 不破敬一郎. ICP 发射光谱分析,北京:化学工业出版社,181~196
- 孙宝湖. ICP/AES 直接进样法测定润滑油中添加元素、磨损和污染元素金属含量,现代科学仪器,1999,(6)
- A E Ward, I Marciello, Jarrell-Ash Plasma Newsletter: 1978, 1(4): 10

## The determination of silicon in the coking distillate by ICP/AES

He Jing Yan Jingjie Wang Xia

(Research institute of petroleum processing, Beijing 100083)

Abstract This method has been successfully applied to determination the concentration of silicon in the coking distillate. The sample was diluted with xylene and measured by ICP/AES. Relative standard deviation is better than 10% (n=5).

Key words Silicon Coking distillate ICP/AES