

微波消解 ICP – AES 法测定石油样品中镍钒铝硅

Microwave Induced Decomposition of Oil Samples for the Determination of Ni , V , Al and Si by ICP-AES

Ni、V、Al、Si 是石油的天然组分。其中 Ni 和 V 来源于形成石油的原始物质,它们易形成大而复杂的分子,从而使沸点非常高。含 Ni 和 V 的化合物在提炼过程中无法蒸馏,不能很经济地从燃料中去除。

Ni、V、Al、Si 在燃烧时会生成不同的氧化物,沉积在化学反应器(如发动机)的冷却器表面,形成黏着物并引起腐蚀;另外这些元素可能灭活提炼过程中的催化剂。可见,测定 Ni、V、Al、Si 对于炼油工业非常重要。

1 仪器

样品消解采用奥地利安东帕公司(Anton Paar GmbH)生产的 Multiwave 3000 微波消解系统,配有 8 位超高压转子。消解后的样品中痕量元素的分析用 Optima 3000 电感耦合等离子体发射光谱仪(ICP – AES,美国 PerkinElmer 公司)进行测定。

2 样品与主要试剂

150 mg 润滑油(Oil - 1);150 mg 燃料油(Oil - 2);150 mg 原油(Oil - 3);150 mg 渣油(Oil - 4 标物 1618 NBS)。
7 mL HNO₃、1 mL HF、2 mL H₂O₂ 均为 suprapure 纯。

3 消解步骤和测定结果

(1) 样品称量。注意带插入温度传感器的参比罐必须放样品。

(2) 加入试剂。往消解罐中加入混合酸(7 mL HNO₃、1 mL HF、2 mL H₂O₂)。相同方式处理空白液,以制备校准溶液和空白测定。

(3) 消解。在 Multiwave 3000 微波消解系统对样品和空白进行消解。升温程序见表 1。系统工作参数(消解时间、压力、功率)曲线见图 1。

表 1 样品消解升温程序
Table 1 Temperature program of sample decomposition

步骤	Power P/W	Ramp t _{爬坡} /min	Hold t _{保持} /min	Fan 风扇
1	900	0	2	1
2	600	0	15	1
3	900	0	15	1
4	0	0	15	3

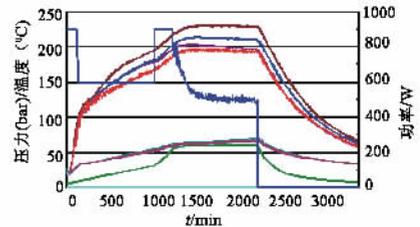


图 1 Multiwave 3000 系统消解石油样品工作参数曲线
Fig. 1 Working parameter curves of Multiwave 3000 system for oil sample decomposition

(4) 样品稀释。用超纯水稀释样品和空白至 100 mL,并加入 1 mg/L Sc 作为内标。

(5) 校准。用空白液和 4 个在线性范围内的标准溶液进行校准。空白和样品校准溶液的试剂组成与样品消解液相同。所有的校准都定期对对照标准进行检查。

(6) 测定。用 ICP – AES 法测定痕量元素,每个样品重复 5 次,结果见表 2。

表 2 石油样品中 V、Ni、Al、Si 的 ICP – AES 测定
Table 2 Analytical results of V, Ni, Al, Si in oil samples by ICP-AES

元素	$w_B(\mu\text{g} \cdot \text{g}^{-1})$			
	Oil - 1 (润滑油)	Oil - 2 (燃料油)	Oil - 3 (原油)	Oil - 4(渣油) 测定值 参考值
V	7.8 ± 1.3	44.8 ± 0.7	29.1 ± 1.3	418.7 ± 3.5 423.1 ± 3.4
Ni	75.7 ± 4.9	22.7 ± 4.2	14.8 ± 1.5	75.6 ± 1.2 75.2 ± 0.4
Al	-	-	10.1 ± 0.1	- -
Si	416 ± 88	348 ± 36	-	452 ± 88 -

4 结语

由于使用 Multiwave 3000 微波消解系统可实现极高的温度和压力,所以即使是难消解的有机样品也可以实现完全消解。密闭式反应罐和低试剂用量极大地降低了污染的可能。消解后极低的残碳(TOC)含量,使样品适合于高灵敏的仪器分析。

奥地利安东帕有限公司供稿