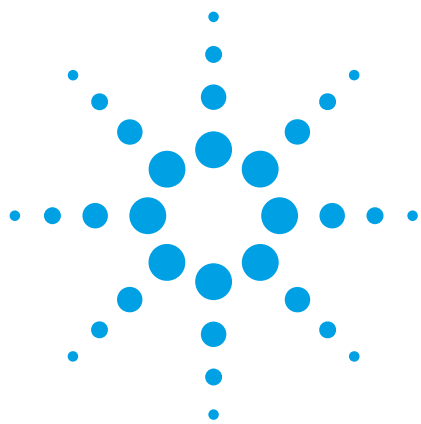




Agilent 4100 MP-AES 分析柴油中的金属元素

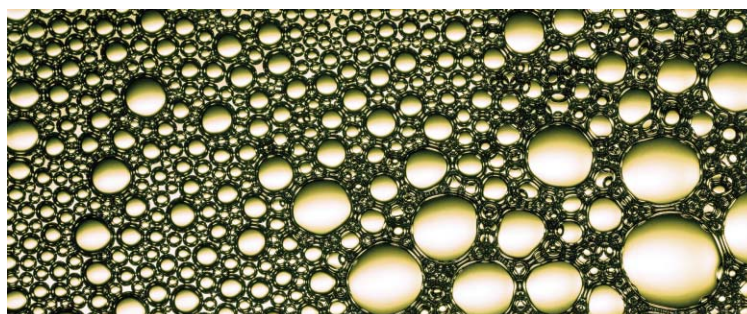
应用简报

能源和燃料

作者

Phil Lowenstern 和 Elizabeth Reisman

安捷伦科技
墨尔本，澳大利亚



引言

石油、柴油和生物柴油中的某些微量元素能够腐蚀并且沉积在发动机或涡轮组件上，尤其是在高温条件下。因此，一些柴油燃料限定这些元素的最高含量来防止其在发动机上的沉积。例如 ASTM 方法的 D6751 条款限定 Ca 和 Mg 总量的浓度为 5 ppm，Na 和 K 总量的浓度在 5 ppm [1]。因此通过微量元素的分析来确定柴油燃料的污染程度。

Agilent 4100 MP-AES 微波等离子体原子发射光谱仪利用磁耦合微波能量使氮气产生稳定的等离子体。此种稳定的等离子体不仅能够分析水溶液，同时也可用于分析具有挑战性的有机基体。较之传统的火焰 AA，Agilent 4100 MP-AES 无需使用昂贵和危险的气体如乙炔，从而降低了运行成本，实现了无人操作，提高了生产率。

本文中描述了采用 Agilent 4100 MP-AES 对柴油燃料中微量元素的测定。



Agilent Technologies

实验

仪器

Agilent 4100 MP-AES 采用外部气体控制模块 (EGCM)，该模块将空气注入到等离子体以避免炬管积炭，克服了任何因分析有机样品出现的等离子体不稳定性，并减少了背景辐射。仪器配置了包含 EGCM 的有机组件、惰性 OneNeb 雾化器 [2]、耐（有机）溶剂蠕动泵管，以及双通道旋流雾化室。OneNeb 雾化器较之其他雾化器增强了雾化效率和小液滴的窄分布，可保证仪器在较低的流速下稳定运行分析，减少了等离子体的溶剂加载量，同时维持了优异的灵敏度。

Agilent 4100 MP-AES 由安捷伦独特的基于工作表的 MP 专家软件控制，此软件在微软 Windows 7 操作系统下运行，软件具有自动优化功能，可帮助新用户自动进行方法的优化，简便快捷。例如，当待测元素选定后，软件可自动添加推荐波长、雾化器压力和 EGCM 设置。同时，强大的背景自动校正模式便于简单精确地校正因有机基体引起的辐射背景。

表 1a 和 1b 列出了仪器操作条件和设定值。

表 1a. Agilent 4100 MP-AES 操作条件

仪器参数	参数值
雾化器	惰性 OneNeb
雾化室	双通道玻璃旋流雾化室
样品管	橙 / 绿耐溶剂型
排废管	蓝 / 蓝耐溶剂型
读取时间	3 s
重复次数	3
样品提取延时	15 s
稳定时间	30 s
样品提取过程中泵快进	开
背景校正	自动
泵速	5 rpm

表 1b. 分析波长、雾化器压力和 EGCM 设置

元素和波长 (nm)	雾化器压力 (kPa)	EGCM 值
Mg 285.213	240	高
Ca 422.673	240	高
Na 588.995	240	高
K 766.491	240	高

样品和样品制备

根据方法 EN 14538 [3] 分析柴油样品。用 500ppm 的 S21+K 溶液 Conostan 制备浓度为 0.5 ppm、1 ppm、5 ppm 和 10 ppm 的校准标样，采用 ShellSol Shell 作为稀释剂；所有标样与空白油 75 Conostan 基体匹配。

采用 S21+K 对一个商业柴油样品在 0.5 ppm 浓度下加标，通过加标回收来验证方法的有效性。

结果和讨论

检出限

方法检出限等同于三倍于 10 个空白柴油测量值的标准偏差对应的浓度。表 2 列出各元素在溶液中的检出限，而且这些检出限相对于分析要求是足够低的，证实了 4100 MP-AES 处理困难有机样品的能力，在低样品流速下具有优异的性能，采用功能强大而且操作简单的自动背景校正技术克服了因碳辐射引起的背景干扰。

表 2. Mg、Ca、K 和 Na 元素的方法检出限 (ppb)

元素	波长 (nm)	汽油 MDL (ppb)
Mg	285.213	2.7
Ca	422.673	8.2
Na	588.995	18.7
K	766.491	2.7

加标回收率

表 3 列出了柴油燃料中的加标回收率。加标浓度为 0.55 ppm，所有的回收率均在目标值 $\pm 10\%$ 范围内。优异的回收率证实了 4100 MP-AES 在柴油燃料样品中方法要求水平下精确测定 Mg、Ca、Na 和 K 元素的能力。图 1 和图 2 分别显示了 K 的光谱图和校正曲线图。

表 3. 加标回收测试结果

元素 (nm)	样品 (ppm)	加标样品 (ppm)	回收率 (%)
Mg 285.213	< MDL	0.53	97
Ca 422.673	< MDL	0.51	93
Na 588.995	< MDL	0.51	93
K 766.491	< MDL	0.51	93

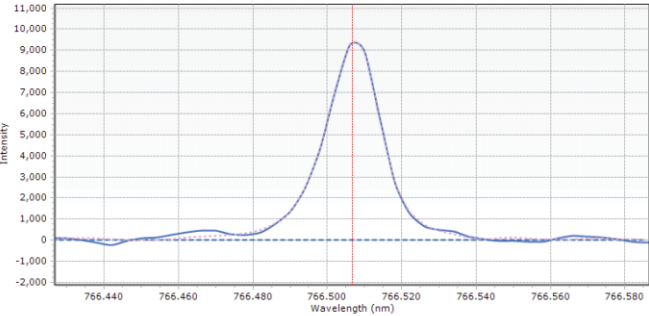


图 1. 在 0.5 ppm 下测定 K 766.491 的信号图显示了分析燃料样品时 4100 MP-AES 优异的灵敏度

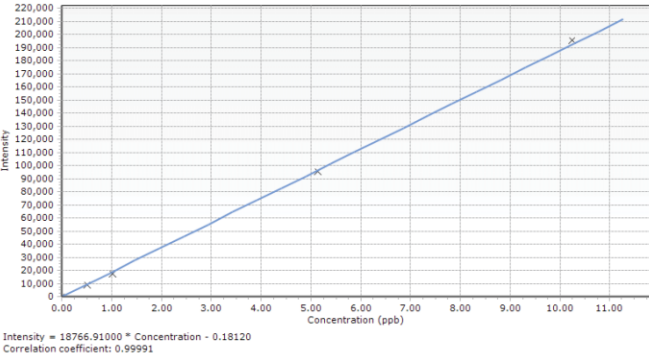


图 2. K 766.491 的校正曲线图展示了在校正范围和相关系数 0.99991 下的卓越的线性

结论

配有 OneNeb 雾化器和 EGCM 的 Agilent 4100 MP-AES 为柴油等半挥发性有机样品提供进行常规分析的理想方案。氮等离子体激发源展示了对有机溶剂负载的高耐受性；易用且功能强大的 MP 专家软件的自动背景校正模式确保了优异的检测限。通过 EGCM 引入空气到等离子体防止炬管中心管积碳，在低 ppm 浓度下的柴油燃料样品中进行加标实验显示了仪器优异的校准能力、低的检出限和高加标回收率。

Agilent 4100 MP-AES 具有可与火焰 AA 技术相媲美的最低操作成本，通过使用不易燃气体，消除了涉及乙炔和一氧化二氮的安全隐患。Agilent 4100 MP-AES 提高了样品的通量并且消除了对空心阴极灯等耗材的需求。

参考文献

1. ASTM D6751 – 11b, Standard Specification for Biodiesel Fuel Blend Stock (B100) for Middle Distillate Fuels, ASTM International, www.astm.org
2. J. Moffett and G. Russell, “Evaluation of a novel nebulizer using an inductively coupled plasma optical emission spectrometer”, Agilent Application Note 5990-8340EN
3. EN 14538:2006, Fat and oil derivatives – Fatty acid methyl ester (FAME) – Determination of Ca, K, Mg and Na content by optical emission spectral analysis with inductively coupled plasma (ICP OES), European Committee for Standardization, www.cen.eu

www.agilent.com/chem/cn

安捷伦对本资料可能存在的错误或由于提供、展示或使用本资料所造成的间接损失不承担任何责任。

本资料中的说明、信息和指标如有变更，恕不另行通知。

© 安捷伦科技（中国）有限公司，2011

2011 年 9 月 1 日，中国印刷
5990-9005CHCN



Agilent Technologies