

使用 Agilent 5800 FACT 技术测定 地沟油中的杂质元素

作者

张萍, 赵志飞
安捷伦科技(中国)有限公司

摘要

本文介绍了一种采用 Agilent 5800 ICP-OES 结合快速自动曲线拟合技术 (FACT) 准确测定地沟油中稀土杂质元素的方法。该方法借助 FACT, 能够有效去除有机背景对待测谱线的干扰, 模型校正后所有元素校准曲线相关系数均高于 0.999, 且 24 种杂质元素加标回收率均在 90.8%–107.4% 之间。所开发的方法灵敏度高、干扰去除效果好, 能够满足地沟油样品中杂质元素分析的需求。

前言

随着全球能源结构转型加速与环保要求升级，寻求可持续、低污染的替代能源成为破解能源危机与环境压力的关键方向。“地沟油”作为餐饮废弃油脂的统称，来源广泛且处置难题突出。传统的随意丢弃、非法回流餐桌等处理方式不仅造成严重的水体和土壤污染，而且直接威胁食品安全与公众健康。地沟油的无害化、资源化利用已成为社会治理的重要课题。在此背景下，将地沟油转化为生物燃料的技术路径应运而生。一方面，地沟油富含脂肪酸甘油酯，可通过酯交换、氢化等工艺转化为生物柴油、生物航空煤油等清洁能源，其燃烧性能与传统化石燃料相近，且碳排放、硫氧化物排放显著降低，契合“双碳”目标下的减排需求；另一方面，该转化路径可实现“变废为宝”，既化解地沟油的环境与安全隐忧，又拓展可再生能源的供给渠道，为餐饮废弃物资源化、能源结构多元化提供可持续的解决方案。因此，将地沟油转化为生物燃料，逐步成为全球能源转型与生态治理领域的重要探索方向之一。

监控地沟油中的杂质元素含量，是保障生物燃料生产安全、产品质量、设备寿命和环保合规的关键，直接决定了转化工艺可行性与燃料应用安全性。本文介绍了一种采用 FACT 模式消除有机背景对待测元素谱线干扰，以通过 ICP-OES 定量分析地沟油中杂质元素的方法。该方法改善了 ICP-OES 分析地沟油中杂质元素的灵敏度、准确度和精密度，为地沟油样品的高效质量管控提供了可靠的技术支撑。

实验部分

试剂和样品

所有有机金属标准溶液为安捷伦 100 µg/g 21 元素混标，包括：Ag、Al、B、Ba、Ca、Cd、Cr、Cu、Fe、Mg、Mn、Mo、Na、Ni、P、Pb、Si、Sn、Ti、V、Zn（部件号 5190-8603）、内标为安捷伦 1000 µg/g 单元素有机标准溶液（部件号为 5190-8795）；基础矿物油（部件号为 5190-8715）；稀释剂为安捷伦 A-Solv 有机溶剂（部件号为 5190-8717）。样品为客户提供地沟油样品。

仪器和设备

采用 Agilent 5800 ICP-OES，配备内部加氧模块、SeaSpray 雾化器和双通道旋流雾室以及 1.8 mm 中心管的全可拆炬管组件^[1]。

使用 Agilent ICP Expert 软件（7.7.3 版）对仪器进行控制。该软件具有 FACT 功能。

标准溶液配置方法及样品前处理

标准溶液配置：采用称重法对 21 元素有机混标进行稀释，配制浓度为 0.1–1 mg/kg 的标准序列，配置过程中，为了和样品的基体尽可能一致，移取有机标液后，用矿物油补齐剩余重量，确保两者重量加和为 1.000 g，同样加入 1 mg/kg Y 作为内标，用 A-Solv 定容至 10.000 g 待用。

样品前处理：准确称取约 1.000 g 地沟油样品，加入 1 mg/kg 的 Y 元素作为内标，用 Agilent A-Solv 溶剂定容至 10.000 g 待测。

表 1. Agilent 5800 ICP-OES 仪器操作参数

观测方式	轴向观测
读取时间 (s)	10
重复测定次数	3
提升延迟时间 (s)	13
读数稳定时间 (s)	10
泵速 (rpm)	12
射频功率 (W)	1400
等离子体气流量 (L/min)	16
辅助气流量 (L/min)	1.0
雾化气流量 (L/min)	0.65
氧气 (%)	30
进样泵管类型	Solvaflex 黑色/黑色
排废液管类型	Solvaflex 灰色/灰色
背景校正	FACT, 拟合

结果与讨论

待测元素波长及校准浓度范围选择

校准曲线采用由 constant 21+K 混合油标制备的校准标样进行绘制。为消除基体干扰，向校准标样和样品中均加入 1 mg/kg 的 Y 作为内标。最终选择的元素波长、校准范围和背景校正方式见表 2。从表中可以看出，所分析的 24 种杂质元素的校准曲线相关系数均高于 0.999，在考察的浓度范围内表现出良好的线性。

表 2. 分析元素波长及线性范围

元素	推荐波长 (nm)	背景校正	校准范围 (mg/kg)	线性相关系数
Ag	328.068	拟合	0.1-1	0.9997
Al	396.152	FACT	0.1-1	0.9997
B	249.772	拟合	0.1-1	0.9999
Ba	455.403	拟合	0.1-1	0.9999
Ca	396.847	拟合	0.1-1	0.9999
Cd	214.439	拟合	0.1-1	0.9999
Cr	267.716	拟合	0.1-1	0.9999
Cu	324.754	拟合	0.1-1	0.9999
Fe	238.204	拟合	0.1-1	0.9999
K	766.491	FACT	0.1-1	0.9999
Mg	279.553	拟合	0.1-1	0.9999
Mn	257.610	拟合	0.1-1	0.9998
Mo	202.032	拟合	0.1-1	0.9999
Na	589.592	拟合	0.1-1	0.9997
Ni	231.604	FACT	0.1-1	0.9999
P	213.618	拟合	0.1-1	0.9999
Pb	220.353	FACT	0.1-1	0.9999
Si	251.611	拟合	0.1-1	0.9999
Sn	189.925	拟合	0.1-1	0.9999
Ti	336.122	拟合	0.1-1	0.9999
V	292.401	拟合	0.1-1	0.9999
Zn	202.548	拟合	0.1-1	0.9999

样品分析结果及加标回收实验

FACT 通过使用高级光谱建模技术提供实时光谱校正，以数学方式从原始光谱中解析（即分离）分析物信号，并通过分别测定预期组分以及各自的响应来建模。例如，在测定地沟油中的 Na (589.592 nm) 时，会受到有机背景的严重干扰，导致校准曲线的截距大、线性差，且检出限也受到影响。基于 A-Solv 空白、水标 Na 和水建立 FACT 模型后，可以分离出正确的分析物信号，确保分析结果的准确度（见图 1）。

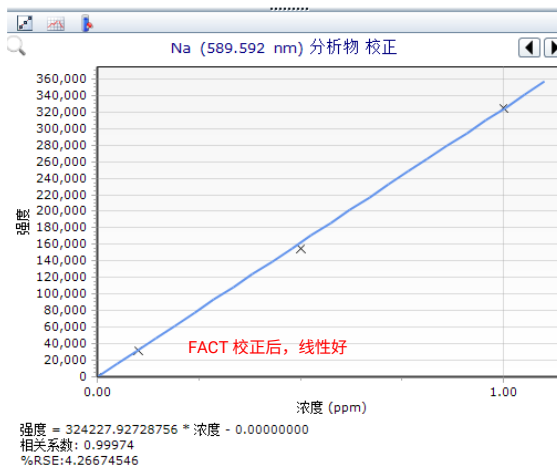
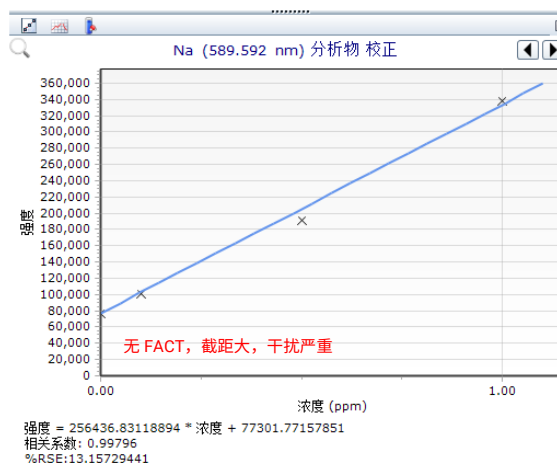
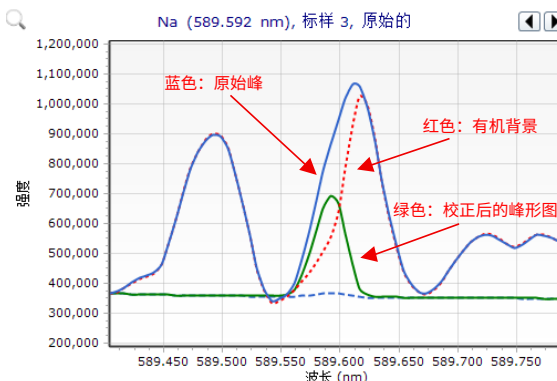
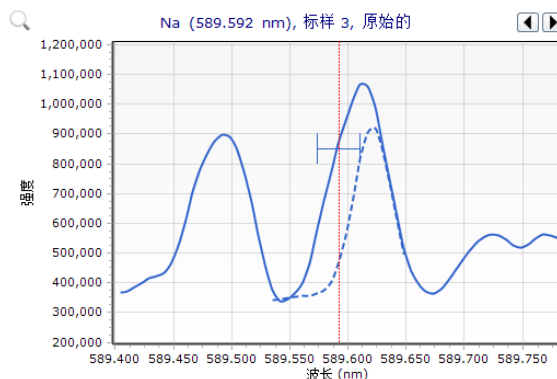


图 1. 针对地沟油中的 Na，采用 FACT 模型校正前后所得到的校准曲线对比

对处理后的地沟油样品进行检测，并计算仪器检出限和方法检出限。具体而言，在预设的方法参数条件下，对空白样品进行 11 次测定，将标准偏差的三倍定义为仪器检出限，并将仪器检出限乘以样品前处理过程中的稀释倍数后定义为方法检出限。为验证方法的可行性，进一步开展了加标回收实验（所有元素的加标浓度均为 0.5 mg/kg），结果列于表 3 中。从表中可以看出，所考察的 24 种杂质元素的回收率均介于 90.8%–107.4% 之间，证明该方法具有良好的准确度。

表 3. 各元素的检出限及加标回收率

元素	样品浓度 (mg/kg)	仪器检出限 (µg/kg)	方法检出限 (µg/kg)	加标回收率 (%)
Ag	0.033	0.921	9.210	99.00
Al	1.231	1.917	19.170	90.80
B	< 0.09	2.731	27.310	97.40
Ba	0.012	0.254	2.540	99.80
Ca	2.393	0.633	6.330	97.00
Cd	0.023	0.781	7.810	107.40
Cr	0.668	0.464	4.640	100.60
Cu	1.492	2.351	23.510	100.60
Fe	0.759	1.771	17.710	99.80
K	0.361	6.231	62.310	93.20
Mg	0.322	0.925	9.250	96.00
Mn	0.077	0.316	3.160	100.80
Mo	0.353	2.358	23.580	100.68
Na	1.015	2.203	22.030	98.40
Ni	0.523	1.448	14.480	103.40
P	0.285	6.367	63.670	96.00
Pb	< 0.060	5.375	53.750	104.80
Si	< 0.060	5.770	57.700	95.80
Sn	< 0.050	5.484	54.840	106.20
Ti	0.096	0.583	5.830	99.20
V	0.073	0.887	8.870	100.20
Zn	0.253	1.240	12.400	103.60

精密度实验

为验证分析方法的精密度，对加标样品（加标浓度为 0.5 mg/kg）进行了 12 次进样分析。结果如图 2 所示。所有元素 12 次进样分析结果的相对标准偏差 (RSD) 均小于 2%，表明该方法具有出色的精密度。

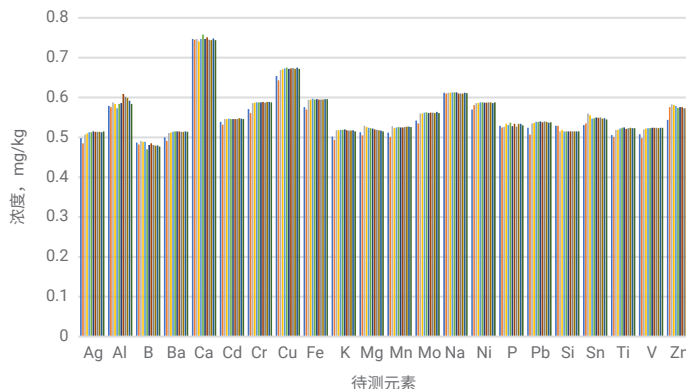


图 2. 地沟油加标样品 12 次进样分析结果

结论

本实验采用 5800 ICP-OES 系统结合安捷伦 FACT 技术，对地沟油样品中的 24 种杂质元素进行了分析。在存在有机背景干扰的情况下，所有待测元素的仪器检出限均小于 10 ppb；加标回收率在 90.8%–107.4% 之间；且地沟油加标样品 12 次重复测定结果的 RSD 均小于 2%，表明所开发的方法具有出色的灵敏度、准确度和精密度。该方法适用于地沟油样品中杂质元素的准确定量分析。

参考文献

1. Neli Drvodelic. 使用配备高级阀系统的 Agilent 5110 垂直观测 (RV) ICP-OES 提高测定油类样品中金属的分析效率. 安捷伦科技公司应用简报, 出版号 5991-6849CHCN, 2016

查找当地的安捷伦客户中心:

www.agilent.com/chem/contactus-cn

免费专线:

800-820-3278, 400-820-3278 (手机用户)

联系我们:

LSCA-China_800@agilent.com

在线询价:

www.agilent.com/chem/erfq-cn



微信搜一搜

安捷伦视界

www.agilent.com

DE-011395

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。

本文中的信息、说明和指标如有变更,恕不另行通知。

© 安捷伦科技(中国)有限公司, 2025
2025年12月11日, 中国出版
5994-8862ZHCN

