## 等离子体发射光谱测定燃油中钠、钒和铝的研究

魏海军<sup>1</sup>,关德林<sup>1</sup>,孙培廷<sup>1</sup>,王宏志<sup>1</sup>,王泽恩<sup>2</sup>,骆泽平<sup>2</sup>,李韶辉<sup>2</sup>

1. 大连海事大学轮机工程学院, 辽宁 大连 116026

2. 中国石油大连润滑油研发中心, 辽宁 大连 116032

摘 要 利用等离子体发射光谱,通过试验优化,确定了影响钠、钒和铝元素的背景等效浓度各因素的最佳 工作参数:入射功率、载气流量和辅助气流量,其中钠的入射功率(*P*)950 W、载气流量(*N*)0.6L ·min<sup>-1</sup>、 辅助气流量(*A*)1.0L ·min<sup>-1</sup>;钒的入射功率1150 W、载气流量0.5L ·min<sup>-1</sup>、辅助气流量1.1L ·min<sup>-1</sup>; 铝的入射功率1150 W、载气流量0.6L ·min<sup>-1</sup>、辅助气流量1.0L ·min<sup>-1</sup>。结果表明,该方法具有重现性 好、灵敏度高、线性范围宽和精密度高等优点。本方法的精密度在1.7%~2.2%之间,线性范围0~100 mg ·L<sup>-1</sup>,加标回收试验的回收率在96%~105%之间。

**主题词** 燃油;等离子体发射光谱;钠、钒、铝;精密度;加标回收率 中图分类号: 0657.3 **文献标识码**: A **文章编号**: 1000-0593(2006)02-0340-04

### 引 言

燃油中钒、钠含量不容忽视,特别是在钒含量较高或钠 和钒的重量比超过1 3的情况下,在燃烧后会形成低熔点 的化合物,这些化合物的熔点比较低。当气缸壁和排气阀的 表面温度过高而超过这些化合物的熔点时,这些固体粒子就 熔化附着在金属表面上,与金属发生氧化还原反应而腐蚀金 属<sup>[1]</sup>。此外,铝和硅是金刚石的组成物质,如果燃油中含量 较大时,燃烧生成的氧化物会对燃烧室部件产生很大的磨 损。因此,燃油中的钠、钒、铝的含量是区分燃油质量的主 要标准,同时必须严格控制,以确保柴油机正常运转。

1 实验部分

#### 1.1 仪器及分析线的选择

本试验研究的仪器为 SPECTRO CIROS CCD 全谱直读 等离子体发射光谱仪, CCD 检测器,进样装置:蠕动泵、交 叉型气动雾化器、Scott 双层雾化室。本仪器完全满足测定的 要求。

参考仪器随机所带的谱线库,综合灵敏度和谱线相互干 扰等因素,分析线选择如下: Na 588.9 nm, V<sub>3</sub> 11.0 nm, Al 167.0 nm。

#### 1.2 仪器工作参数的优化

7

收稿日期: 2005-01-28,修订日期: 2005-04-28 基金项目:国家自然科学基金(50276006)资助项目 作者简介:魏海军,1971年生,大连海事大学轮机工程学院副教授,博士

背景等效浓度(BEC)<sup>[2]</sup>是指在一定分析线下,背景信号的强度所对应的待测元素的浓度,相当于信噪比,是衡量 ICPAES仪器工作条件优越与否的主要因素。理论上认为背 景等效浓度越小越好,本实验以钠、钒、铝的背景等效浓度 作为优化仪器工作参数的指标。

1.2.1 入射功率的选择

入射功率<sup>[3]</sup>是影响测量精度的主要因素,因此,必须首 先确定钠、钒、铝的测量入射功率。根据 ICP A ES 仪器出厂 设定参数,本文考察了入射功率对钒、钠和铝等的背景等效 浓度影响,图1、图2和图3为入射功率对钠、钒和铝的背景 等效浓度影响图。



N(Carrier gas flow) : 0. 6 L  $\cdot$ min<sup>-1</sup>; A(Assistant gas flow) : 1. 0 L  $\cdot$ min<sup>-1</sup>

由图可见,入射功率越大,钠、钒和铝的 BEC 越小,根

据仪器的安全性和出厂数据选择依据,钠、钒、铝分别选用 950,1150,1150 W 作为入射功率。











#### 1.2.2 载气流量的选择

载气流量<sup>[4]</sup> 对钠、钒和铝的背景等效浓度的影响如图 4、 图 5 和图 6 所示,结果表明,载气流量为 0.6 L ·min<sup>-1</sup>时, 钠的 BEC 最小;载气流量为 0.5 L ·min<sup>-1</sup>时,钒的 BEC 最 小;载气流量为 0.6 L ·min<sup>-1</sup>时,铝的 BEC 最小。此时,辅 助气流量分别为 1.0,1.1 和 1.0 L ·min<sup>-1</sup>。



#### 1.2.3 辅助气流量的选择

固定其他条件不变,辅助气流量<sup>[5]</sup>对钠、钒和铝的背景 等效浓度的影响如图 7、图 8 和图 9 所示,结果表明,钠、 钒、铝的最佳辅助气流量分别为 1. 0, 1. 1, 1. 0 L ·min<sup>-1</sup>。





Fig 7 Influence of assistant gas flow on BEC of Na P: 950 W; N: 0.6 L · min<sup>-1</sup>



Fig 8 Influence of assistant gas flow on BEC of V P: 1 150 W; N: 0.5 L ·min<sup>-1</sup>



Fig 9 Influence of assistant gas flow on BEC of Al P: 1 150 W; N: 0.6 L · min<sup>-1</sup>

综上所述,影响钠背景等效浓度因素的各最佳工作参数

分别为入射功率 950 W、载气流量 0.6L ·min<sup>-1</sup>、辅助气流 量 1.0L ·min<sup>-1</sup>;影响钒背景等效浓度因素的各最佳工作参 数分别为入射功率 1 150 W、载气流量 0.5L ·min<sup>-1</sup>、辅助 气流量 1.1L ·min<sup>-1</sup>;影响铝背景等效浓度因素的各最佳工 作参数分别为入射功率 1 150 W、载气流量 0.6L ·min<sup>-1</sup>、

342

辅助气流量 1.0 L ·min<sup>-1</sup>。

1.3 本方法的精密度

在上述工作参数的条件下,对钠、钒和铝的标样重复测 定7次,钠、钒和铝实验结果及计算所得的精密度<sup>[6]</sup>如表1、 表2和表3所示。

Table 1	The analytical	precisions( Na)
---------	----------------	-----------------

样品号	1	2	3	4	5	6	7 平均值	精密度/ %	
1	0. 332	0. 331	0. 335	0. 332	0. 330	0. 334	0. 336	0. 333	2.1
2	0. 436	0. 433	0. 435	0. 434	0. 432	0. 434	0. 431	0. 434	1. 7
3	0. 253	0. 252	0. 251	0. 255	0. 254	0. 256	0. 253	0. 253	2.1

			Table	2 The anal	ytical precisio	ons(V)			
样品号	1	2	3	4	5	6	7	平均值	精密度/ %
1	0. 532	0. 536	0. 533	0. 535	0. 534	0. 531	0. 533	0. 533	1. 8
2	0. 386	0. 387	0. 385	0.388	0. 384	0. 385	0. 384	0. 386	1. 9
3	0 223	0 222	0 224	0 222	0 226	0.221	0 225	0 223	2.2

Table 3The analytical precisions( Al)									
样品号	1	2	3	4	5	6	7	平均值	精密度/ %
1	0. 436	0. 434	0. 433	0. 435	0. 434	0. 431	0. 433	0. 434	2. 0
2	0.346	0. 347	0. 345	0.348	0. 344	0. 345	0. 344	0.346	1.8
3	0. 123	0. 122	0.124	0.122	0.126	0.121	0. 125	0.123	1. 9

Table 4 The recovery of added standard (Na)

样品号	标准加入量 / (mg ·L <sup>- 1</sup> )	结果 / (mg ·L <sup>- 1</sup> )	加标回收率 (n=5)/%
1	5. 0	5. 1	102
2	10. 0	10.1	101
3	20. 0	19. 2	96
4	30. 0	31. 5	105
5	40. 0	41.2	98

Table 6 The recovery of added standard (Al)

样品号	标准加入量 / (mg ·L <sup>- 1</sup> )	结果 / (mg ·L <sup>- 1</sup> )	加标回收率 (n=5)/%
1	5. 0	5. 05	101
2	10. 0	10.2	102
3	20. 0	19.6	98
4	30. 0	31. 2	104
5	40. 0	41. 5	104

### 1.4 本方法的回收率

7

根据样品中钠、钒和铝含量范围,取适量的样品,经一次干法灰化后,以盐酸和硝酸溶解灰分,对样品进行加标回收试验<sup>[7]</sup>,结果如表4、表5和表6所示。从表中可以看出钠

Table 5 The recovery of added standard (V)

样品号	<b>标准加入量</b> / (mg ·L <sup>-1</sup> )	结果 / (mg ·L <sup>- 1</sup> )	加标回收率 (n=5)/%
1	5. 0	5.06	101
2	10. 0	9. 92	99
3	20. 0	19. 5	97
4	30. 0	31. 2	104
5	40. 0	41. 0	102

的回收率为 96 % ~ 105 %, 钒的回收率为 97 % ~ 104 %, 铝的 回收率为 98 % ~ 104 %, 表明了本方法的准确性和可靠性。

## 2 结 论

通过试验,优化确定了影响钠、钒、铝元素的背景等效 浓度各因素的最佳工作参数入射功率、载气流量和辅助气流 量。

本文采用 ICPAES 仪建立燃油中钠、钒、铝的分析方法,具有重现性好、灵敏度高、线性范围宽、无污染和精密 度高等优点,可以用于燃料油质量的评价,值得推广。

#### 参考文献

- [1] ZHANG Cui-geng, et al (张翠凤, 等). Machinery and Lubricant Technique (机械设备润滑技术). Guangzhou: Guangzhou Higher Education Press(广州:广州高等教育出版社), 2001. 32.
- [2] WANG Xin-ping, WANG Chur-yan(王新平, 王春燕). Spectroscopy and Spectral Analysis(光谱学与光谱分析), 2002, 22(1): 163.
- [3] ZHANG Chao-ping, DENG Wei, HU Zong-chao, et al(张朝平,邓伟,胡宗超,等). Chinese J. Applied Chemistry(应用化学), 2000, 17(3): 248.
- [4] Aksay I A, Trau M, Manne S, et al. Science, 1996, 273: 892.
- [5] Del Bianco L , Hernando A , Multigner C , et al. J. Appl. Phys. , 1998 , 84 : 2189.
- [6] YANGJun, XU Yi-zhuang, WENG Shi-fu, et al (杨 军, 徐怡庄, 翁诗甫, 等). Spectroscopy and Spectral Analysis (光谱学与光谱分析), 2002, 22(5): 741.
- [7] LI Yong, ZHANG Ke, XU Yrzhuang, et al (李 勇, 张 珂, 徐怡庄, 等). Acta Phys. Chim. Sin. (物理化学学报), 2002, 18(4): 292.

# Study on Determination of Natrium, Vanadium and Aluminum Contents in Fuel Oil by ICP-AES

WEI Hairjun<sup>1</sup>, GUAN Derlin<sup>1</sup>, SUN Peirting<sup>1</sup>, WANG Hong-zhi<sup>1</sup>, WANG Zeren<sup>2</sup>, LUO Zerping<sup>2</sup>, LI Shaorhui<sup>2</sup>

1. Marine Engineering College, Dalian Maritime University, Dalian 116026, China

2. Dalian Lube Oil R and D Institute, Dalian 116032, China

**Abstract** The present paper considers synthetically all kinds of factors affecting excitation spectrum under traditional measurement conditions of fluorescence matter in liquor using plasma atomic emission spectra. The input power, carrier gas flow and assistant gas flow for BEC of Na, V, Al were optimized by testing. The input power, carrier gas flow and assistant gas flow for Na are 950 W, 0. 6 L  $\cdot \min^{-1}$  and 1. 0 L  $\cdot \min^{-1}$ , respectively. The input power, carrier gas flow and assistant gas flow for Al are 1 150 W, 0. 5 and 1. 1 L  $\cdot \min^{-1}$ , respectively. The input power, carrier gas flow and assistant gas flow for Al are 1 150 W, 0. 6 and 1. 0 L  $\cdot \min^{-1}$ , respectively. The input power, carrier gas flow and assistant gas flow for Al are 1 150 W, 0. 6 and 1. 0 L  $\cdot \min^{-1}$ , respectively. The input power, carrier gas flow and assistant gas flow for Al are 1 150 W, 0. 6 and 1. 0 L  $\cdot \min^{-1}$ , respectively. The input power, carrier gas flow and assistant gas flow for Al are 1 150 W, 0. 6 and 1. 0 L  $\cdot \min^{-1}$ , respectively. The input power, carrier gas flow and assistant gas flow for Al are 1 150 W, 0. 6 and 1. 0 L  $\cdot \min^{-1}$ , respectively. The result shows that the method is sensitive, accurate, linear in a wide range and highly precise. The precision is between 1. 7 %-2. 2 %, the linear ranges are between 0-100 mg  $\cdot L^{-1}$  and recoveries are between 96 %-105 %.

Keywords Fuel oil; Plasma atomic emission spectroscopic analysis; Natrium, vanadium and aluminum; Precision; Recovery

(Received Jan. 28, 2005; accepted Apr. 28, 2005)