

# 原油中金属元素的 ICP-MS 测定

## 1 实验部分

### 1.1 仪器与试剂

OptiMass 9500 型电感耦合等离子体飞行时间质谱仪，超纯水仪，分析天平，电热恒温干燥箱，微波消解仪，聚四氟乙烯消解罐，容量瓶。

多元素混合标准溶液 ( 10mg/L )，使用时采用 2% 硝酸溶液稀释至所需浓度；HNO<sub>3</sub>，H<sub>2</sub>O<sub>2</sub> 均为优级纯；高纯氩气，实验用水均为超纯水。

### 1.2 仪器条件

表 1 仪器主要工作参数

等离子体气体流量 L/min	雾化器气体流量 L/min	辅助气流量 L/min	射频功率 W	蠕动泵泵速 rps
10	0.8	0.5	1200	10

### 1.3 标准溶液的配制

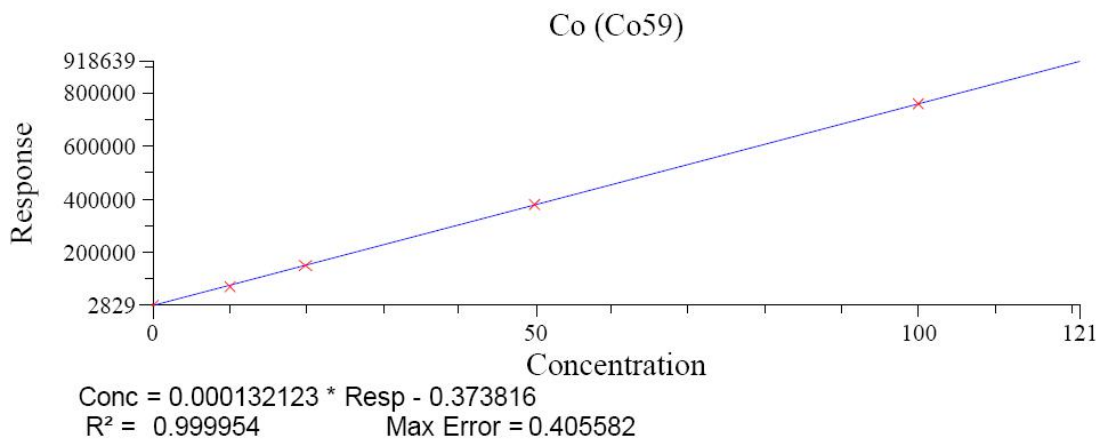
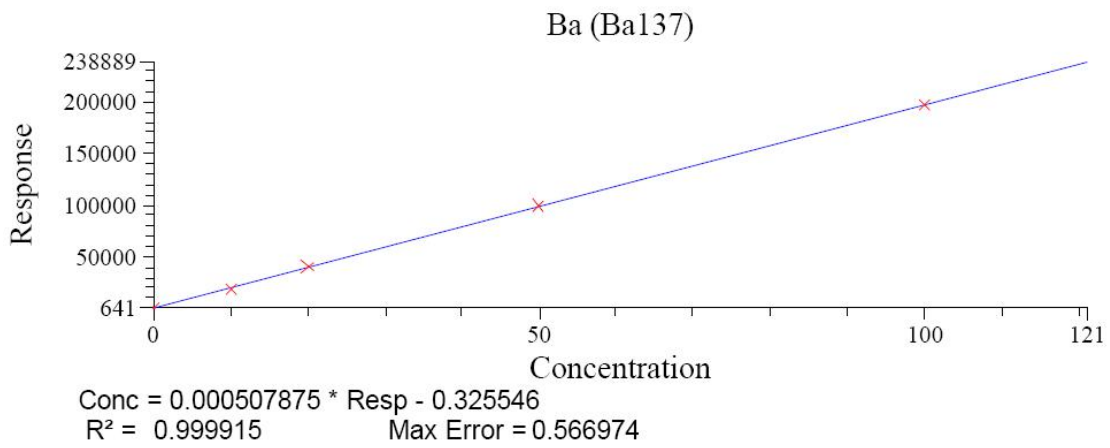
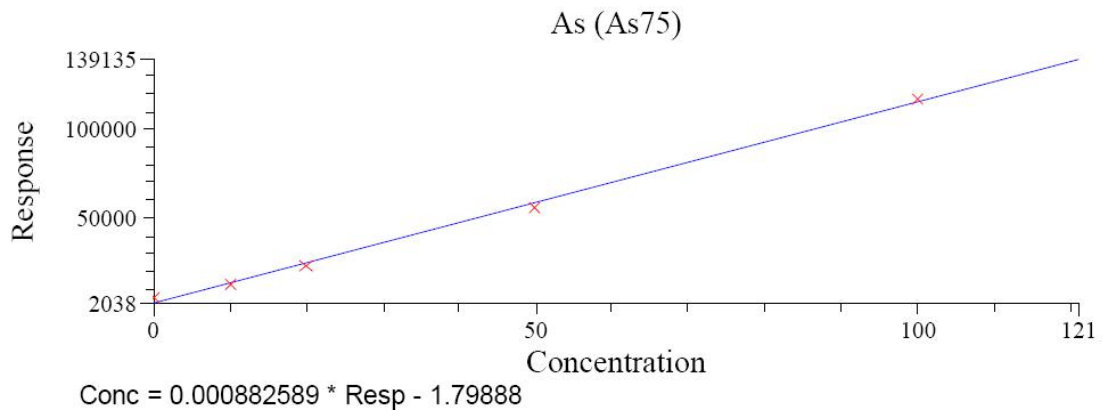
分别取适量多元素混合标准溶液 ( 10mg/L ) 于 50mL 容量瓶中，用 2% 硝酸溶液定容至刻度稀释至 0, 10, 20, 50, 100 ng/mL 备用。

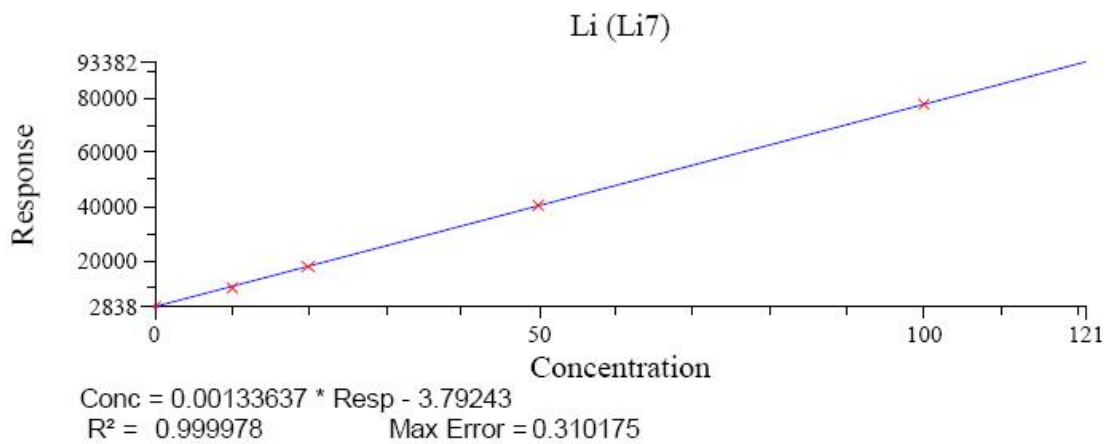
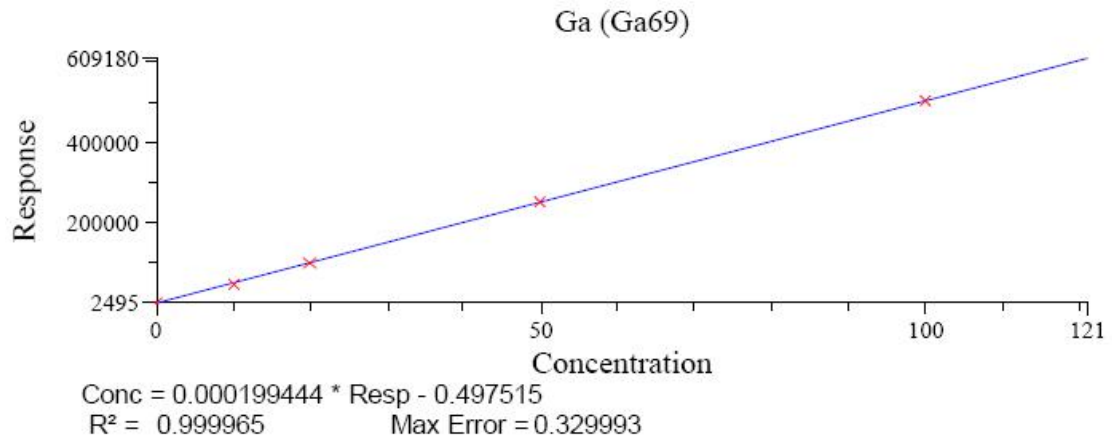
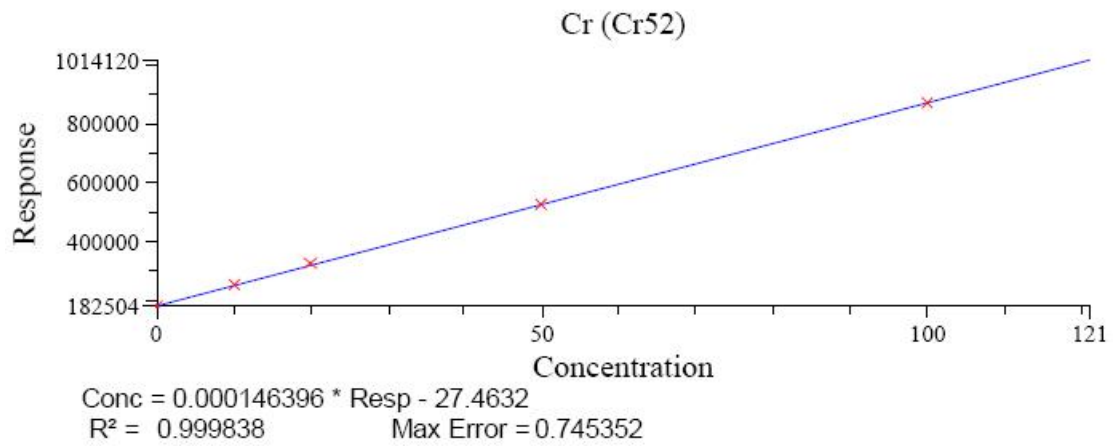
### 1.4 样品处理

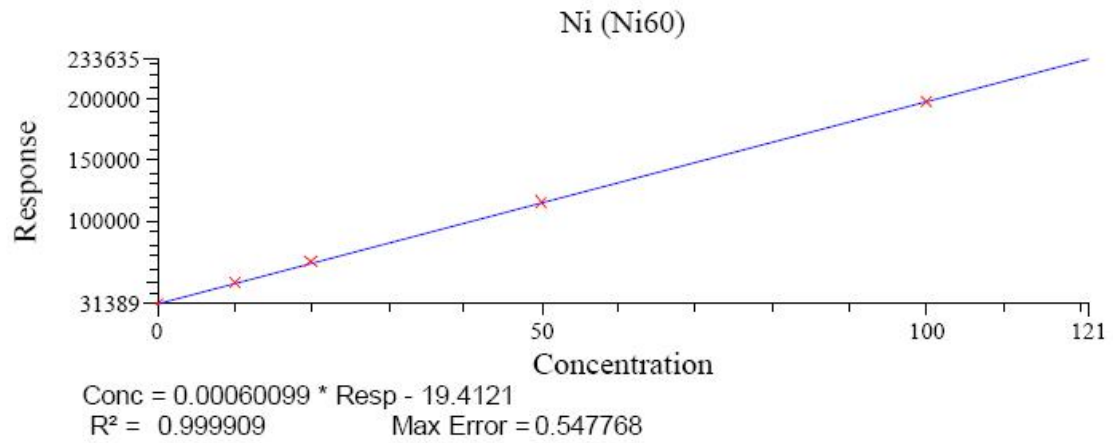
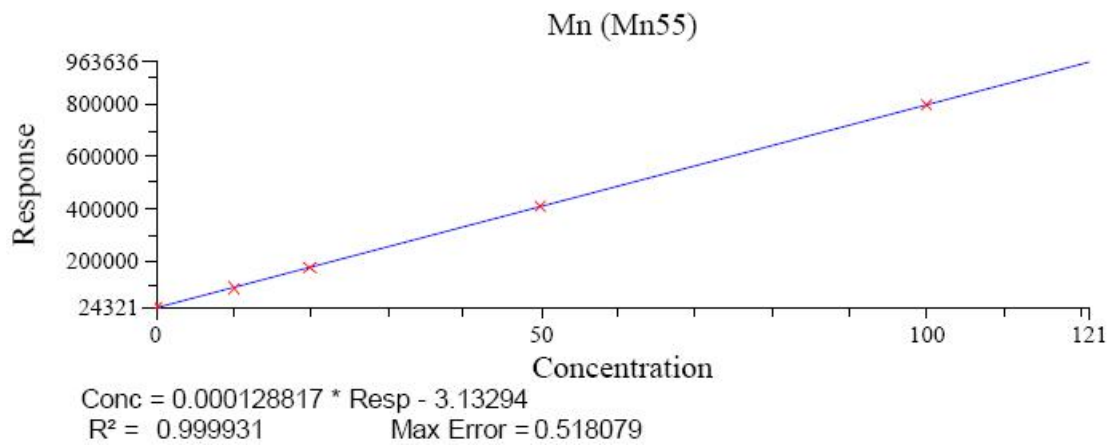
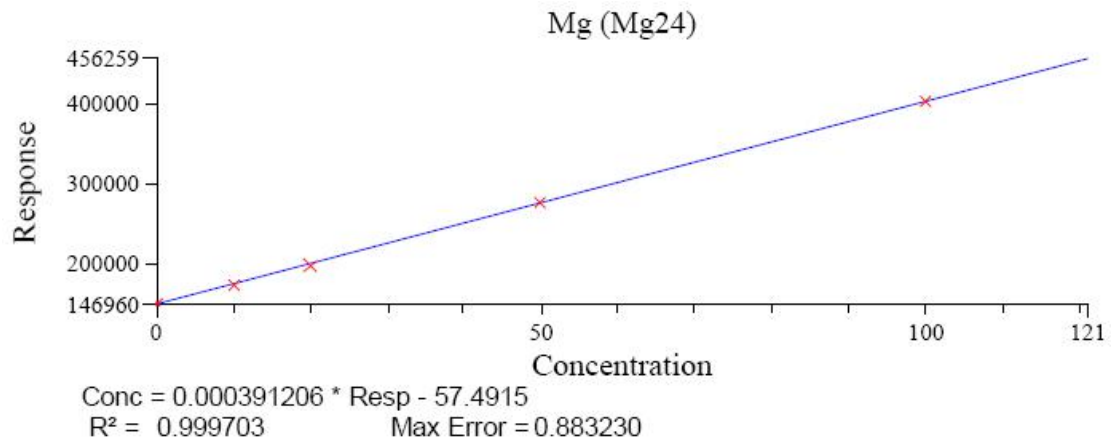
准确称取 0.1000g 样品于聚四氟乙烯高压密闭消解罐中，向消解罐中加入 5 mL HNO<sub>3</sub> 和 1 mL H<sub>2</sub>O<sub>2</sub>，于 100℃ 条件下在烘箱中预消解 4h，冷却放气。然后在 160℃ 条件下完全消解 5h。冷却后加入 1ml H<sub>2</sub>O<sub>2</sub>，30min 后转移至容量瓶中，用去离子水定容至 25mL。

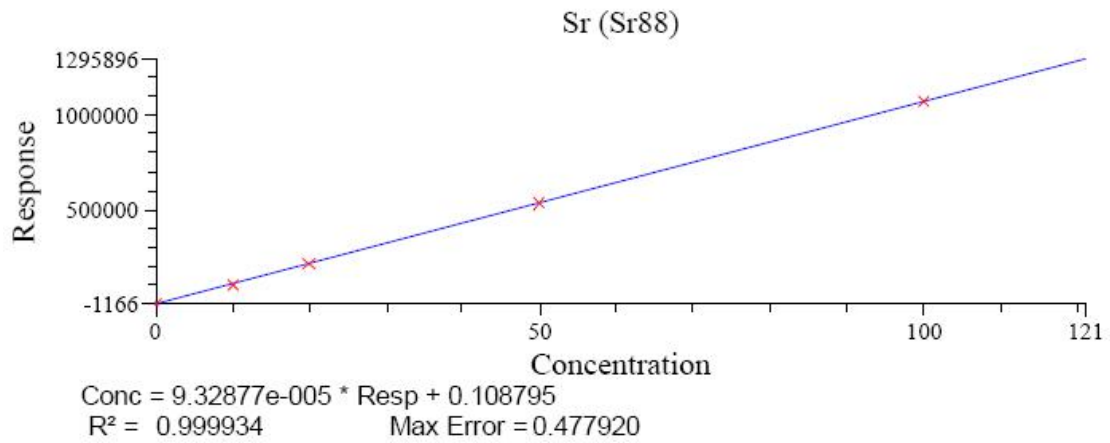
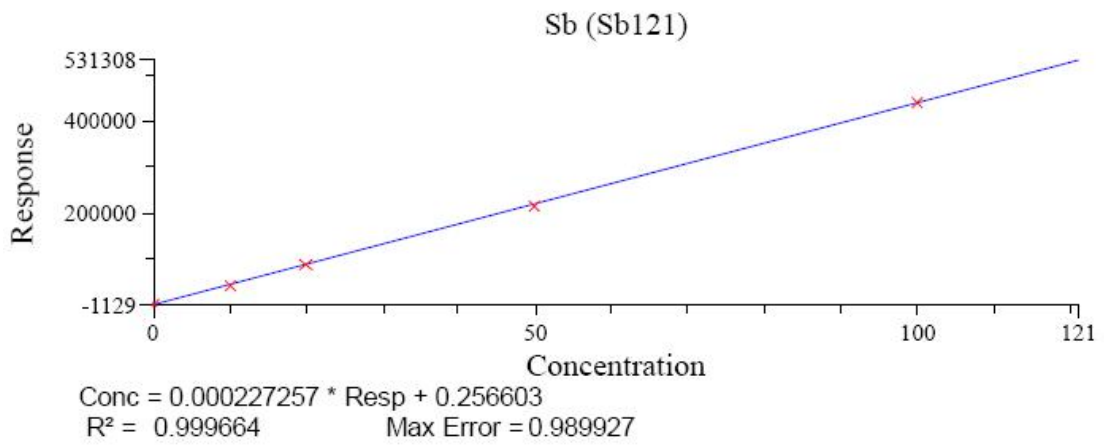
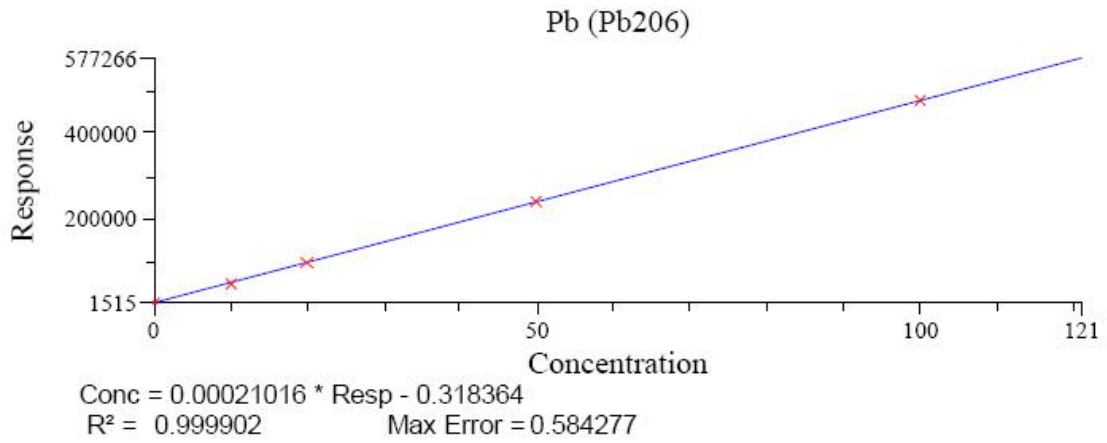
## 2 实验结果

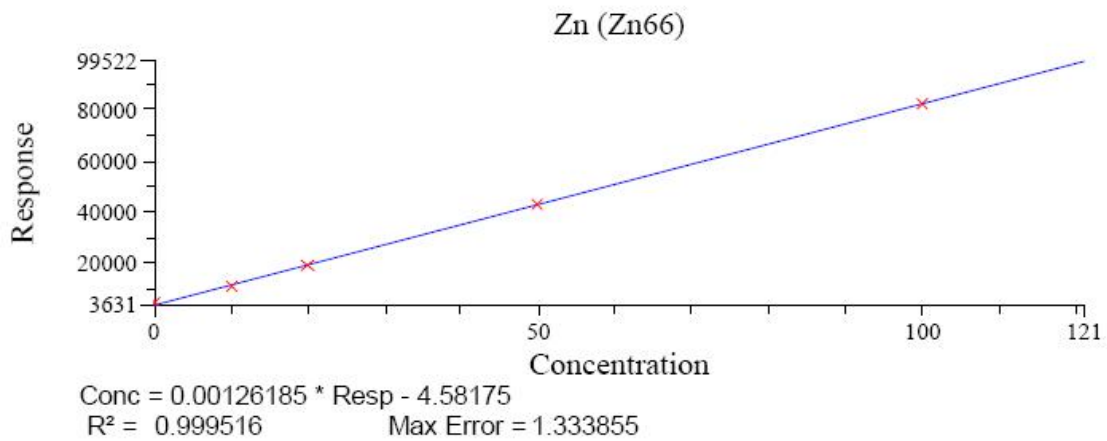
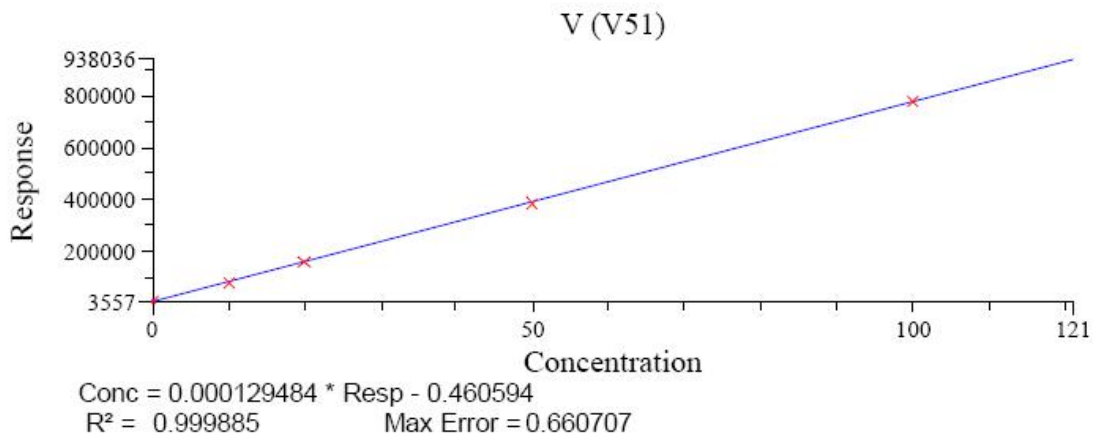
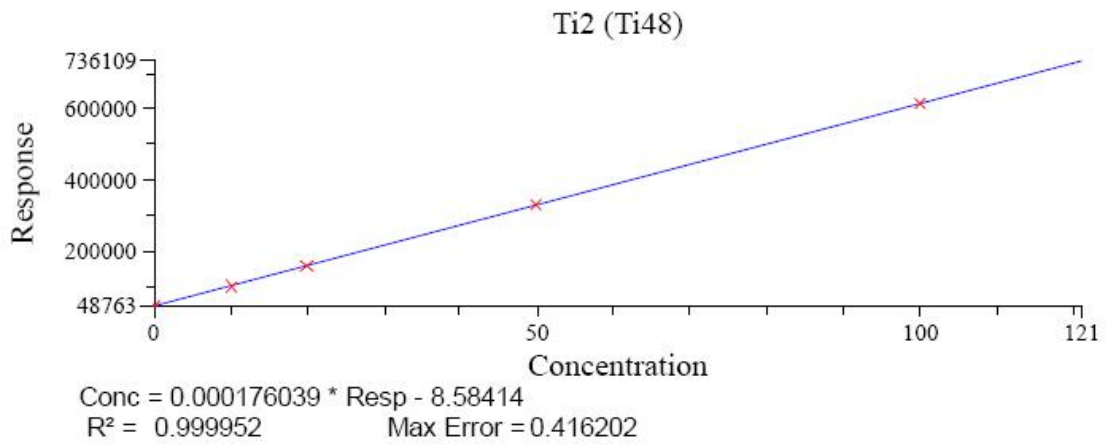
### 2.1 标准曲线

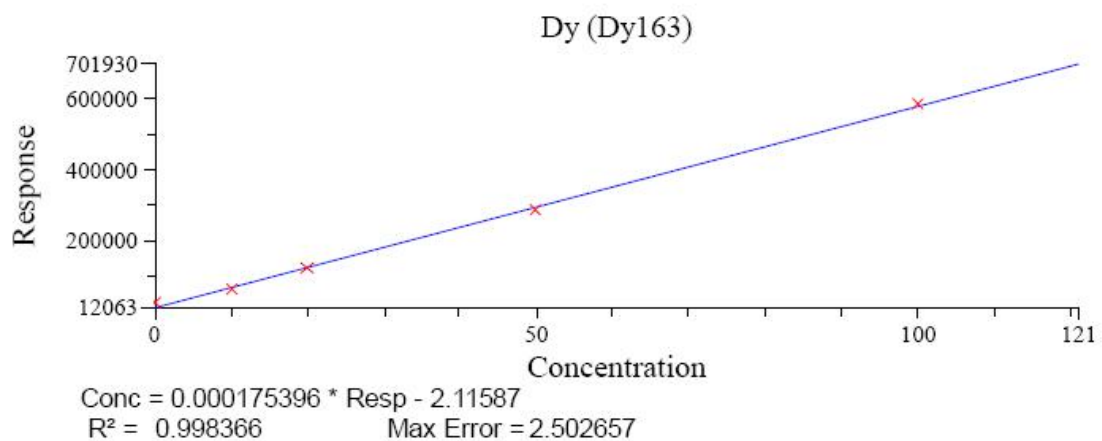
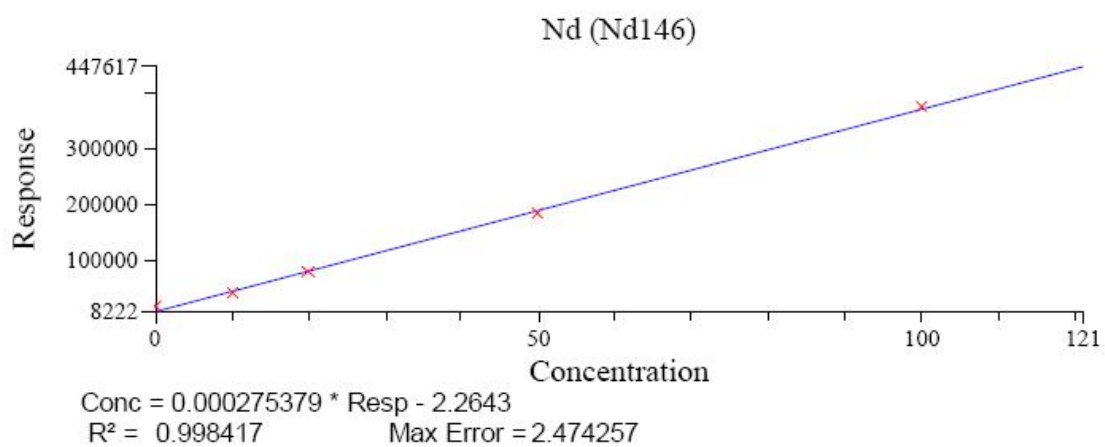
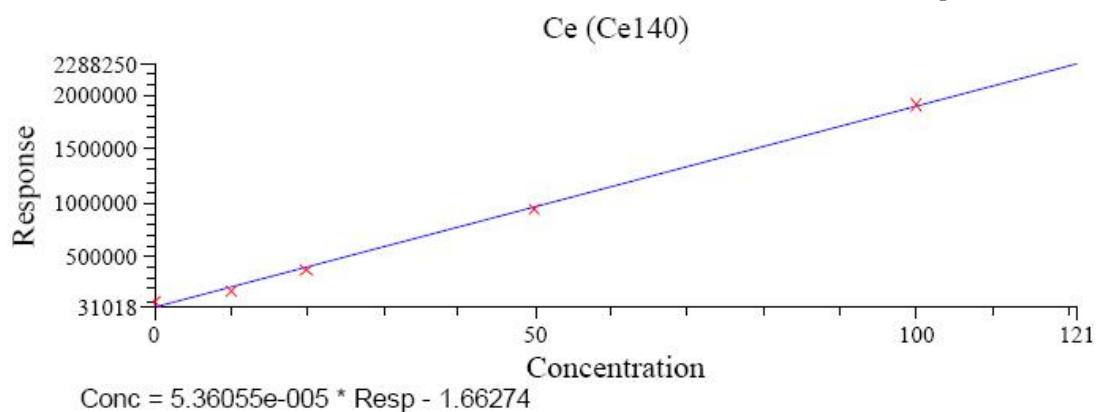












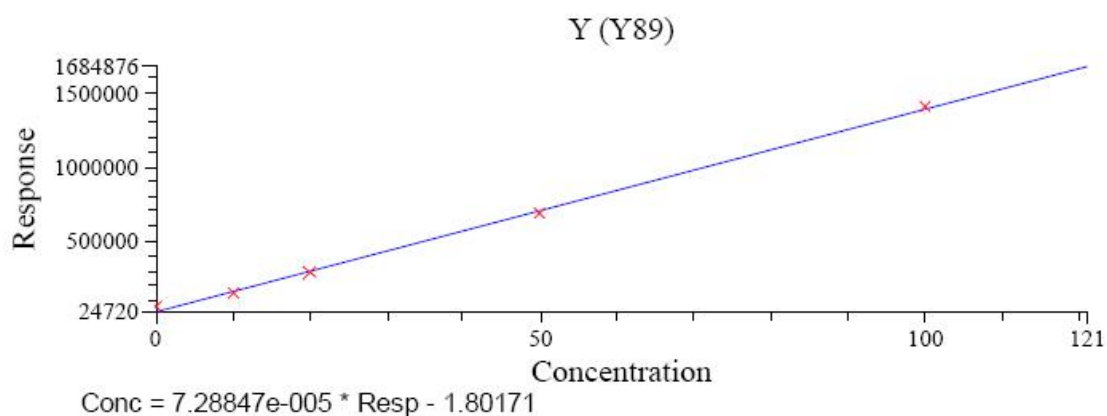


表 2 标准系列溶液浓度

序号	元素	标准系列溶液浓度 ( ng/mL )				
		浓度 1	浓度 2	浓度 3	浓度 4	浓度 5
1	As	0	10	20	50	100
2	Ba	0	10	20	50	100
3	Co	0	10	20	50	100
4	Cr	0	10	20	50	100
5	Ga	0	10	20	50	100
6	Li	0	10	20	50	100
7	Mg	0	10	20	50	100
8	Mn	0	10	20	50	100
9	Ni	0	10	20	50	100
10	Pb	0	10	20	50	100
11	Sb	0	10	20	50	100
12	Sr	0	10	20	50	100
13	Ti	0	10	20	50	100
14	V	0	10	20	50	100
15	Zn	0	10	20	50	100
16	Ce	0	10	20	50	100
17	Nd	0	10	20	50	100
18	Dy	0	10	20	50	100
19	Y	0	10	20	50	100



表 3 方法线性方程及检测限结果

元素	定量离子	线性相 关系数	线性方程	样品含量 mg/kg	检测限 ug/L
As	75	0.9975 1	Conc = 0.000882589 * Resp - 1.79888	0.21	1.55
Ba	137	0.9999 1	Conc = 0.000507875 * Resp - 0.325546	1.8	0.21
Co	59	0.9999 5	Conc = 0.000132123 * Resp - 0.373816	0.22	0.001
Cr	52	0.9998 4	Conc = 0.000146396 * Resp - 27.4632	5.23	3.16
Ga	69	0.9999 7	Conc = 0.000199444 * Resp - 0.497515	0.33	0.098
Li	7	0.9999 8	Conc = 0.00133637 * Resp - 3.79243	0.21	0.42
Mg	24	0.9997 0	Conc = 0.000391206 * Resp - 57.4915	10.71	6.12
Mn	55	0.9999 3	Conc = 0.000128817 * Resp - 3.13294	4.28	0.35
Ni	60	0.9999 1	Conc = 0.00060099 * Resp - 19.4121	18.82	2.38
Pb	206	0.9999 0	Conc = 0.00021016 * Resp - 0.318364	0.06	0.49
Sb	121	0.9996 6	Conc = 0.000227257 * Resp + 0.256603	0.13	0.08
Sr	88	0.9999 3	Conc = 9.32877e-005 * Resp + 0.108795	0.52	0.07
Ti	48	0.9998 8	Conc = 0.00202942 * Resp - 11.5082	1213.7	0.99
V	51	0.9998 9	Conc = 0.000129484 * Resp - 0.460594	2.88	0.66
Zn	66	0.9995 2	Conc = 0.00126185 * Resp - 4.58175	16.26	0.42
Ce	140	0.9981 2	Conc = 5.36055e-005 * Resp - 1.66274	0.12	0.35
Nd	146	0.9984 2	Conc = 0.000275379 * Resp - 2.2643	0.09	0.89
Dy	163	0.9983 7	Conc = 0.000175396 * Resp - 2.11587	0.07	0.18
Y	89	0.9979 9	Conc = 7.28847e-005 * Resp - 1.80171	0.43	0.55