

Application of ICP Analysis Technology in the Detection of Trace Iron, Manganese, Lead and Silicon in Gasoline

Chun Li

China Inspection and Certification Group Guangdong Co., Ltd. Daya Bay Branch, Huizhou, Guangdong, 516000, China

Abstract

The accurate determination of trace amounts of iron, manganese, lead, and silicon in gasoline is of significant importance for fuel quality control and engine performance evaluation. However, spectral and non-spectral interferences caused by the complex organic matrix severely limit the detection accuracy. In this study, inductively coupled plasma optical emission spectrometry (ICP-OES) was employed, combining matrix matching and standard addition methods to correct matrix effects. Additionally, improvements in radio frequency power, atomization gas flow rate, and internal standard elements were applied to compensate for signal fluctuations and enhance analytical stability. Sample pretreatment involved a combined approach of dilution and microwave digestion, along with the selection of characteristic spectral lines and interference correction algorithms, effectively overcoming C₂ band spectral overlap and inter-element cross-interference. The results show that the method detection limits for Fe, Mn, Pb, and Si were 0.8, 0.5, 1.2, and 2.0 μg/L, respectively, with spiked recovery rates between 95% and 105%, and relative standard deviations below 5%. This method achieved simultaneous and accurate determination of multiple elements.

Keywords

ICP-OES; trace elements in gasoline; matrix interference correction; standard addition method; spectral interference correction

ICP 分析技术在汽油中微量铁锰铅硅元素检测中的应用研究

黎春

中国检验认证集团广东有限公司大亚湾分公司, 中国·广东 惠州 516000

摘要

汽油中微量铁、锰、铅、硅的准确测定对燃料质量控制跟发动机性能评估有着重要意义,但是繁复有机基体带来的光谱与非光谱干扰严重制约检测精度。根据此,本研究依据电感耦合等离子体发射光谱技术,融合基体匹配与标准加入法校正基体效应,并凭借改良射频功率、雾化气流速及内标元素补偿信号波动,增强分析稳定性。样品前处理使用稀释与微波消解相结合方案,辅以特征谱线选择跟干扰校正算法,有效克服C₂带谱重叠及元素间交叉干扰。结果表明,方法检出限分别为Fe 0.8、Mn 0.5、Pb 1.2、Si 2.0 μg/L,加标回收率95%–105%,相对标准偏差低于5%,实现了多元素同步准确测定。

关键词

ICP-OES; 汽油中微量元素; 基体干扰校正; 标准加入法; 光谱干扰校正

1 引言

随着社会对环保要求的不断提高和燃料质量监管的日益严格,汽油中微量元素的检测成为了燃料质量控制的重要环节。铁、锰、铅、硅等元素在汽油中的含量不仅直接影响发动机的性能,还与燃烧效率、排放水平及环境污染密切相关。电感耦合等离子体发射光谱(ICP-OES)技术因其高灵敏度、广泛的元素适用性和优异的检测能力,成为了分析汽油中微量元素的理想工具。通过优化样品前处理技术和仪器参数,如内标法、标准加入法和基体匹配等手段,能够有效克服基体干扰,精确测定铁、锰、铅、硅等元素的浓度。

【作者简介】黎春(1986–),女,壮族,中国广东惠州人,本科,助理工程师,从事化工分析研究。

本文旨在探讨 ICP-OES 技术在汽油中微量铁、锰、铅、硅元素检测中的应用,分析其原理与技术优势,并提出相应的优化措施,期望为提高燃料质量监控提供理论依据和技术支持。

2 ICP-OES 技术原理与应用概述

电感耦合等离子体发射光谱(ICP-OES)技术基于高温等离子体对样品中元素的激发,能够精确测定元素的浓度。ICP-OES 的工作原理是将样品通过雾化器转化为气溶胶,在高温等离子体中使样品中的原子或离子激发到高能态。当原子或离子从激发态返回基态时,会释放出特征光谱线,检测器通过捕捉这些光谱信号来分析元素的浓度。利曼科技的 Prodigy7 电感耦合等离子体发射光谱仪是目前应用于分析领域的一款先进仪器,具有高分辨率光谱系统和先进的信号处

理算法^[1]。该仪器采用全谱直读技术,可以对复杂基体中的多种元素进行高效分析。Prodigy7 仪器配备了改进的高温等离子体源,确保高灵敏度和精确的信号响应,特别适用于汽油中铁、锰、铅、硅等微量元素的检测。通过优化射频功率、雾化气流速和背景校正等操作条件,Prodigy7 能够有效减少基体干扰,提供稳定可靠的分析结果。此外,结合内标法、标准加入法和基体匹配技术,该仪器的分析性能进一步得到提升,为汽油质量监控提供了可靠的技术保障^[2]。

3 汽油中目标元素的样品前处理方法

3.1 汽油基体对 ICP 检测的干扰特性

汽油基体对 ICP 检测的干扰主要表现为光谱与非光谱干扰。光谱干扰源于共存分子发射谱带跟目标元素谱线的重叠,如 C₂ 分子带对 Fe 248.327 nm 的干扰。非光谱干扰则囊括基体抑制致使的传输能力下降,以及硅氧烷在进样系统表面沉积引发的记忆效应。借助针对性校正方略,如谱线选择与仪器条件改良,可将干扰影响降至最低,保证检测准确性。汽油中目标元素 ICP 检测的主要干扰特性及缓解措施如表 1.1 所示。

表 1.1 汽油中目标元素 ICP 检测的主要干扰特性及缓解措施

目标元素	干扰类型	主要干扰源	干扰机制简述	干扰程度 (相对标准偏差 RSD%)	关键分析谱线 (nm)	主要缓解措施
Fe	光谱干扰	C ₂ 分子带 (240–245 nm)	C ₂ Swan 带与 Fe 谱线重叠	+12.3% (校正前)	248.327	多点背景校正与高分辨率光栅
Mn	非光谱干扰 (基体抑制)	烷烃 (C ₈ –C ₁₂)	气溶胶传输效率下降	-18.7% (10% v/v 基体)	257.610	内标法 (Y) 与雾化优化
Pb	光谱干扰	TiO 分子带 (283 nm)	TiO α-band 与 Pb 谱线重叠	+34.5% (含 Ti 时)	283.306	选用次灵敏线 (220.353 nm)
Si	非光谱干扰 (记忆效应)	硅氧烷 (如 D4/D5)	SiO ₂ 在石英表面沉积	信号衰减 41% (连续进样后)	251.611	氩气反吹与 HF 清洗程序
通用影响	物理干扰	芳烃、烯烃等	改变溶液物化性质,加剧雾化不稳定	RSD 升高 3.8–5.2 个百分点	—	优化样品引入系统与内标监控

3.2 有机基体消解策略选择

有机基体消解方针的选择需依据汽油样品的理化特性及目标元素的赋存形态。对于可溶性较好且金属浓度较低的样品,直接稀释法融合有机溶剂稀释跟基体匹配校正可有效维持元素稳定性,避免挥发损失。当样品基体冗杂或存在沉淀风险时,湿法酸消解借助强氧化性酸破坏碳链结构,实现铁、锰、铅、硅的彻底释放。若消解能力要求更高,则使用微波辅助消解,利用高温高压强化反应动力学,明显加强消解完全度。每一步骤后均需实行消解效果评估,保证无残余碳化物干扰后续 ICP 分析,保障检测准确性^[3]。

4 ICP 检测参数优化与方法验证

4.1 稀释与内标校正技术优化

稀释技术的改良过程需要平衡基体效应与检测限之间的矛盾,汽油样品一般使用有机溶剂实行适度稀释以减少其粘度以及碳含量,过高的稀释倍数虽然能缓解基体干扰却可能致使目标微量元素信号低于仪器检出限,实验说明选择异丙醇或二甲苯作为稀释剂并在 5 至 10 倍范围内实行稀释可以取得较好的折中效果。内标校正技术的引入意在监控并补偿分析过程中的信号漂移与基体抑制,选用钪、铈等元素作为内标物其关键在于内标元素需具备跟待测元素相似的分析行为且在样品中本底浓度极低,凭借在线加入内标溶液并实时监测内标信号的变化,仪器可以自动校正因进样能力波动或等离子体不稳定引起的测量误差,该方法明显增进了铁、锰、铅、硅等元素定量分析的准确度跟精密度,其加标

回收率可以稳定在 95% 至 105% 的满意区间。

4.2 分析谱线筛选与背景校正

分析谱线的筛选过程需要融合考量待测元素的特征谱线强度与潜在光谱干扰情况,针对汽油基体繁复的有机组分可能产生的分子谱带跟共存元素谱线重叠现象,研发团队系统评估了铁、锰、铅、硅各元素多条灵敏线跟次灵敏线的信背比及线性范围,优先选取那些受碳氢化合物燃烧产物及常见添加剂干扰最小的谱线作为分析线,譬如铁的 259.940 nm 与 238.204 nm 谱线均具备良好的分析特性,而锰的 257.610 nm 谱线则因其相对较高的灵敏度与较低的光谱背景被确定为最佳选择,铅的 220.353 nm 谱线跟硅的 251.611 nm 谱线同样经过类似评估流程可以确认,背景校正方针则使用离峰测量法,在分析谱线两侧选取无特征发射的背景点实行信号采集,借此扣除由基体连续背景与杂散光带来的非特征信号,保证检测结果具备优异的准确度跟精密度^[4]。

5 多元素同步检测能力与干扰控制

5.1 检出限与精密度评估指标

为评估 ICP-OES 方法的性能,对 Fe、Mn、Pb、Si 四种元素的检出限与精密度实行了系统测定。方法检出限借助分析 11 次空白溶液的标准偏差计算得出,结果分别为 Fe 0.8 μg/L、Mn 0.5 μg/L、Pb 1.2 μg/L、Si 2.0 μg/L,均满足汽油中痕量元素分析要求。精密度凭借连续测定同一加标样品 7 次实行验证,其相对标准偏差 (RSD) 均低于 5%,说明方法有着良好的重复性跟稳定性。2020–2024 年 Fe、Pb 元素检出限与 RSD 变化趋势如图 3.1 所示。

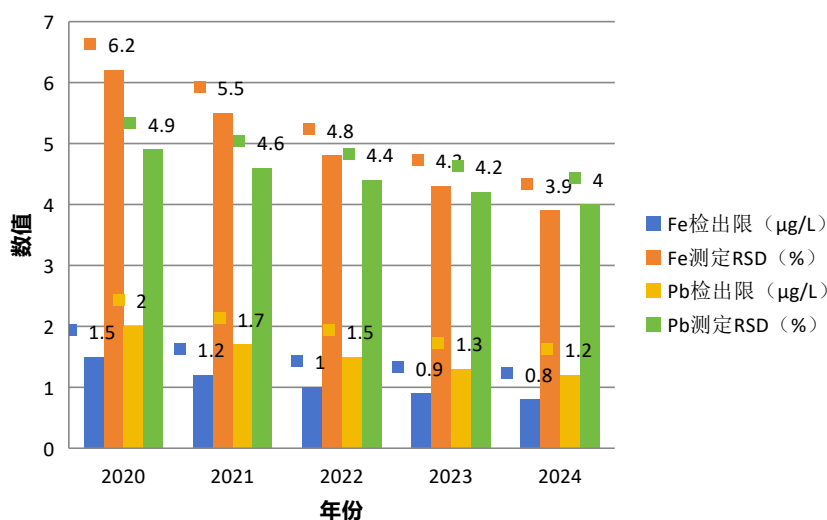


图 3.1 2020–2024 年 Fe、Pb 元素检出限与 RSD 变化趋势

数据显示,通过持续优化仪器参数与样品前处理流程,Fe 元素的检出限在五年间从 1.5 µg/L 稳步下降至 0.8 µg/L,同时方法精密性(RSD)由 6.2% 改善至 3.9%,验证了该方法在长期应用中的可靠性与持续改进潜力。

5.2 铁锰铅硅共存体系的光谱重叠分析

铁锰铅硅共存体系的光谱重叠分析构成 ICP 技术应用于汽油多元素检测的重点考验,此类元素在特定波长处存在谱线相互干扰的现象,譬如铁的 259.940 纳米谱线跟锰的 259.373 纳米谱线邻近可能产生重叠,铅的 220.353 纳米谱线则容易受到硅基体连续背景辐射的影响,该类光谱干扰直接致使各元素特征信号分辨困难并影响定量结果的准确性,现代全谱直读 ICP 光谱仪一般配备高分辨率光学系统跟先进的干扰校正算法,借助数学建模对重叠谱峰实行剥离与解析,继而在冗杂的汽油基质中实现铁锰铅硅四种微量元素的准确区分跟同步测定。同时借助绘制加入量与仪器响应值的线性关系曲线外推求得原始样品浓度,这两种方法有效克服了汽油繁复有机基体带来的信号抑制或增强效应,为获得准确的铁、锰、铅、硅等元素的定量结果给予了核心的技术保障^[5]。

6 结论

电感耦合等离子体原子发射光谱法依赖高温氩等离子体实现汽油中铁、锰、铅、硅的高效原子化跟特征谱线激发,

其信号强度与元素浓度呈良好线性关系,为痕量金属及类金属元素的定量分析给出了坚实的物理基础,基体匹配跟标准加入法协同校正汽油冗杂有机基质引起的雾化能力差异跟激发抑制效应,内标法融合钪或铈实时监控信号漂移,稀释介质优选异丙醇或二甲苯并控制 5–10 倍稀释倍数,在保障信背比的时候明显削弱碳基分子带干扰,Fe 259.940 nm 与 Mn 257.610 nm 等高选择性谱线配合离峰背景校正及全谱数学剥离算法,成功规避 Fe–Mn 谱线邻近重叠跟 Pb 受 Si 背景辐射影响等共存干扰,方法检出限达 0.5–2.0 µg/L,七次重复测定 RSD 均低于 5%,加标回收率稳定于 95%–105%,验证了该技术在汽油实际样品中同步、准确、可靠测定四种目标元素的工程适用性与质量控制能力。

参考文献

- [1] 于冰,王雯丹,刘波,赵庸,王硕. 汽油中硅元素分析的研究进展[J].中国石油和化工标准与质量,2024,44(22):119-121.
- [2] 刘世涛. ICP-OES法测定轻质油中硅含量研究[J].化学工程与装备,2024,(11):104-107.
- [3] 夏华荣,金迪芳,曹薇. ICP-OES法检测汽油中铅铁锰硅元素的方法研究[J].中国检验检测,2024,32(03):9-13.
- [4] 卓可强,田盼盼,董丹丹. ICP-OES法测定汽油中的铁锰铅及硅元素[J].山东化工,2022,51(04):121-123.
- [5] 徐大智,陈冬梅,杨帆,吉豪杰. ICP-OES检测C5轻烃中硅质量分数的研究[J].当代化工,2021,50(12):3005-3008.