

# ПРЯМОЙ ЭЛЕМЕНТНЫЙ АНАЛИЗ НЕФТЕПРОДУКТОВ МЕТОДОМ ИСП-АЭС

с помощью атомно-эмиссионного спектрометра с индуктивно связанной плазмой EXPEC PlaAr AES V марки Expec с использованием приставки для анализа образцов с органической матрицей TC-100

## Введение

Элементный анализ нефтепродуктов, органических растворителей и различных видов топлива является актуальной задачей на протяжении уже долгого времени. Многие элементы, содержащиеся в продуктах переработки нефти даже в следовых концентрациях, являются каталитическими ядами, что приводит к коррозии оборудования. Содержание других элементов необходимо для изучения механизмов образования нефти.

Сегодня для определения элементного состава нефтепродуктов используются следующие методы анализа:

- атомно-абсорбционная спектрометрия (ААС),
- атомно-эмиссионная спектрометрия с индуктивно связанной плазмой (ИСП-АЭС),
- масс-спектрометрия с индуктивно связанной плазмой (ИСП-МС),

- рентгенофлуоресцентный анализ (РФА) и др.

Наиболее оптимальным и экспрессным методом для элементного анализа нефтепродуктов является метод ИСП-АЭС. Основная проблема при прямом вводе органических образцов – интенсивное отложение углерода на горелке и интерфейсе, а также снижение стабильности плазмы.

В данной статье приведен эксперимент по определению содержания ряда элементов в пробах моторного масла методом ИСП-АЭС с использованием атомно-эмиссионного спектрометра EXPEC PlaAr AES V с системой дожига органики TC-100, которая включает в себя модуль ввода кислорода в плазму и распылительную камеру с возможностью охлаждения, что позволяет анализировать такие образцы напрямую, без предварительного трудозатратного разложения.

**EXPEC**  
TECHNOLOGY



## Оборудование

Атомно-эмиссионный спектрометр с индуктивно связанной плазмой EXPEC PlaAr AES V марки Expec;

Аналитические весы ВЛА-225МА марки Госметр;

Приставка для анализа образцов с органической матрицей TC-100;

Программное обеспечение EXPEC PlaAr WS.



## Подготовка пробы

- Перед проведением измерений образцы моторного масла разбавляли в 10 раз весовым способом. Для этого в колбу вместимостью 25 см<sup>3</sup> отбирали навеску образца массой 1.00 г и до 10.00 г доводили керосином, после чего тщательно перемешивали.
- Для построения градуировочной зависимости использовали стандартные образцы, полученные последовательным весовым разбавлением стандартного образца Conostan S-21+2.

## Проведение анализа

Из всех параметров работы спектрометра наибольшее влияние на стабильность плазмы и значения пределов обнаружения оказывает мощность генератора, значение скорости потоков газа носителя и кислорода. Уменьшение количества образца (растворителя и пробы), вводимого в плазму, снижает нагрузку на плазму, делая ее более стабильной. Увеличение потока кислорода не только способствует уменьшению интенсивного отложения углерода на орифисе и инжекторе горелки,

но и одновременно может приводить к ухудшению пределов обнаружения для некоторых линий, находящихся в ультрафиолетовой области за счет наложения спектральных помех от кислородсодержащих молекул. В программном обеспечении EXPEC PlaAr WS были подобраны оптимальные параметры анализа, при которых достигается стабильность плазмы и низкие пределы обнаружения для всех спектральных линий (приведены в Таблице 1).

По подобранным условиям была построена градуировочная зависимость и проведены измерения растворов моторного масла.

Результаты измерения представлены в **Таблице 2**. Кроме того, в **Таблице 2** приведены референтные значения содержания элементов, полученные традиционным способом с предварительным кислотным разложением проб.

Параметр	Значение параметра	
Мощность ВЧ-генератора, Вт	1600	
Скорость потока газа, л/мин	Носитель	0.35
	Вспомогательный	1.50
	Плазмообразующий	16.0
	Кислород	40
Температура распылительной камеры, °С	Room temperature	
Скорость вращения насоса для подачи пробы, об/мин	25	
Обзор плазмы	аксиальный	
Время экспозиции, с	25	

**Таблица 1** – Параметры анализа

Элемент	Содержание определяемых элементов, мг/кг						ПО, мг/кг
	Моторное масло1		Моторное масло2		Моторное масло3		
	Прямой ввод	Референтные данные	Прямой ввод	Референтные данные	Прямой ввод	Референтные данные	
Al	6.5	6	< ПО	< ПО	< ПО	< ПО	0.03
Ba	7.9	7	1.5	2	< ПО	< ПО	0.005
Ca	2152	2160	3.8	4	3883	3900	0.01
Cr	6.1	6	< ПО	< ПО	< ПО	0	0.01
Cu	7.6	6	< ПО	< ПО	< ПО	0	0.01
Fe	7.3	7	< ПО	< ПО	15.4	15	0.01
Pb	6.6	6	< ПО	< ПО	< ПО	2	0.05
Mg	558	504	< ПО	< ПО	13.6	12	0.005
Mn	7.7	6	< ПО	< ПО	< ПО	0	0.005
Mo	55	45	< ПО	< ПО	49.4	43	0.02
Ni	7.2	6	< ПО	< ПО	< ПО	0	0.02
P	760	961	304	357	1028	994	0.5
Na	7.8	7	< ПО	< ПО	< ПО	< ПО	0.03
Si	13.9	12	< ПО	< ПО	6.3	< ПО	0.05
Sn	5.8	5	< ПО	< ПО	< ПО	< ПО	0.05
Ti	7.5	6	22.8	21	< ПО	< ПО	0.005
V	7.3	6	< ПО	< ПО	< ПО	< ПО	0.005
Zn	1270	1150	16.1	16	1237	1160	0.01

**Таблица 2** – Результаты измерений

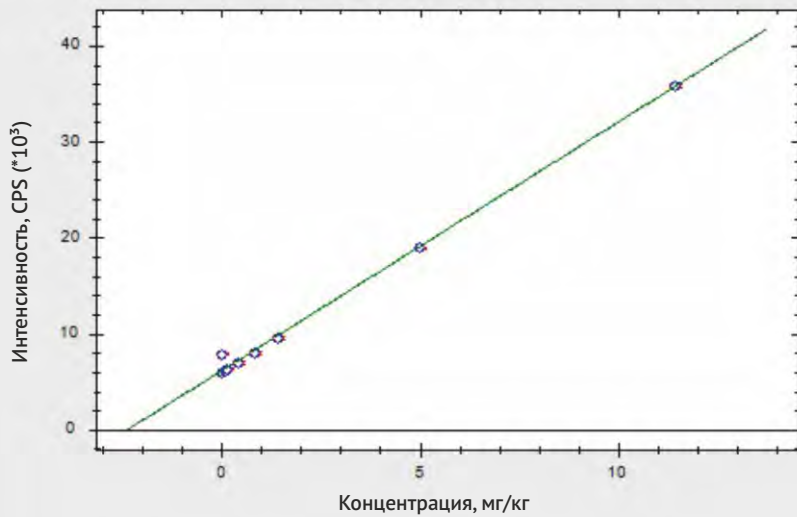
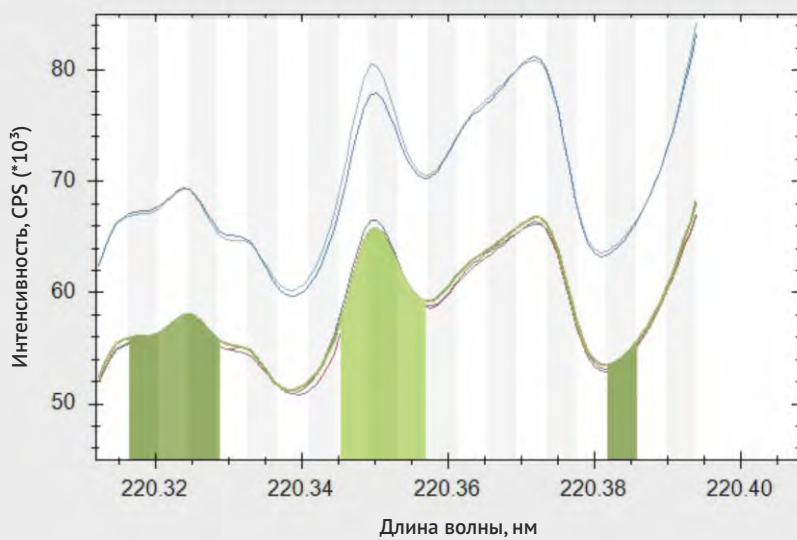


Рисунок 1 - Градуировочная зависимость для Pb 220,353 нм



- L
- C
- R
- St-4
- Blank
- St-3
- St-5
- A-40-1-2023 (1)

Рисунок 2 - Профили сигналов для Pb 220,353 нм

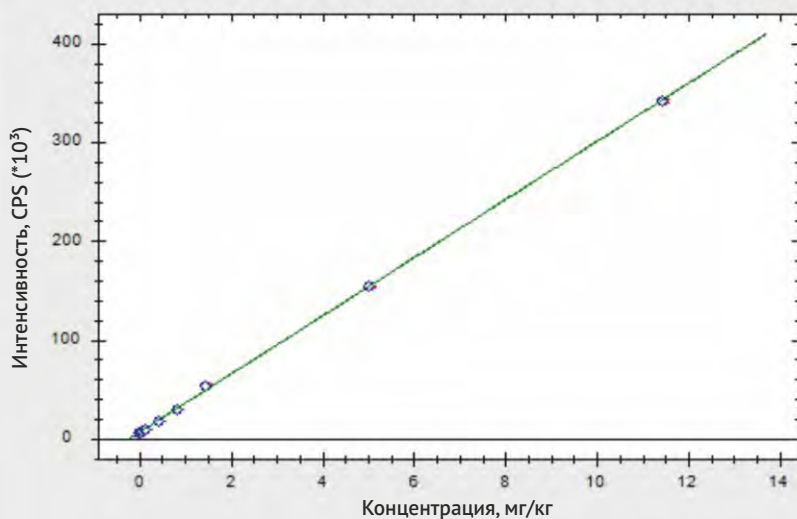
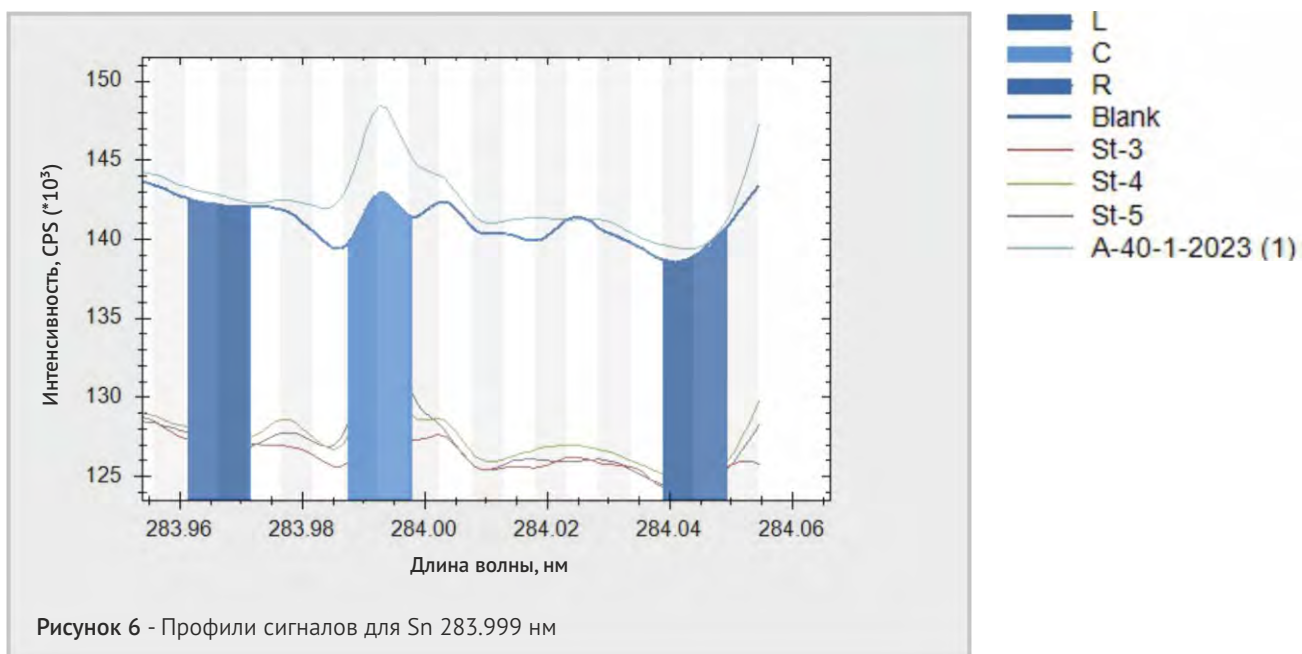
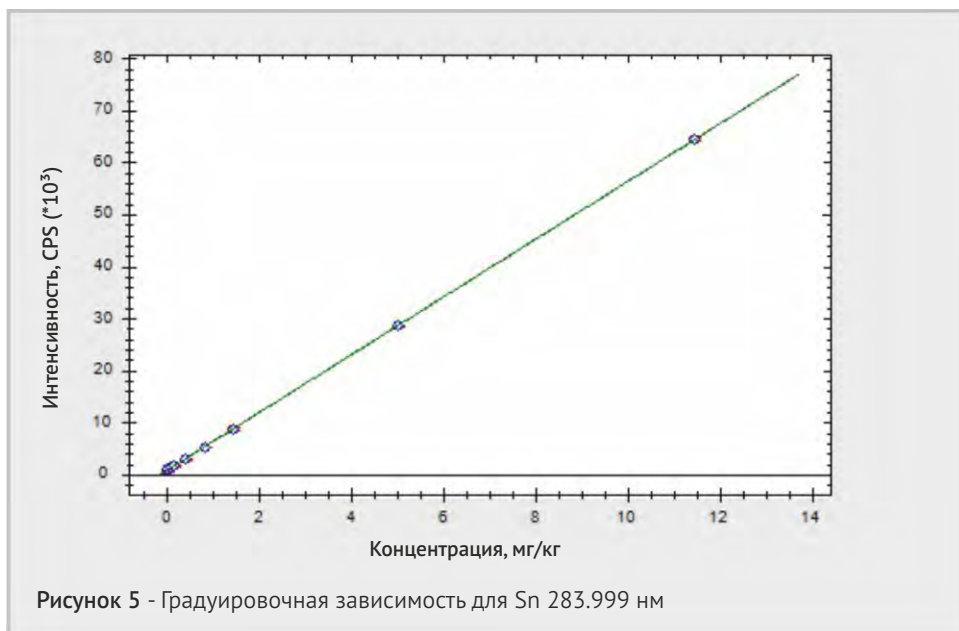
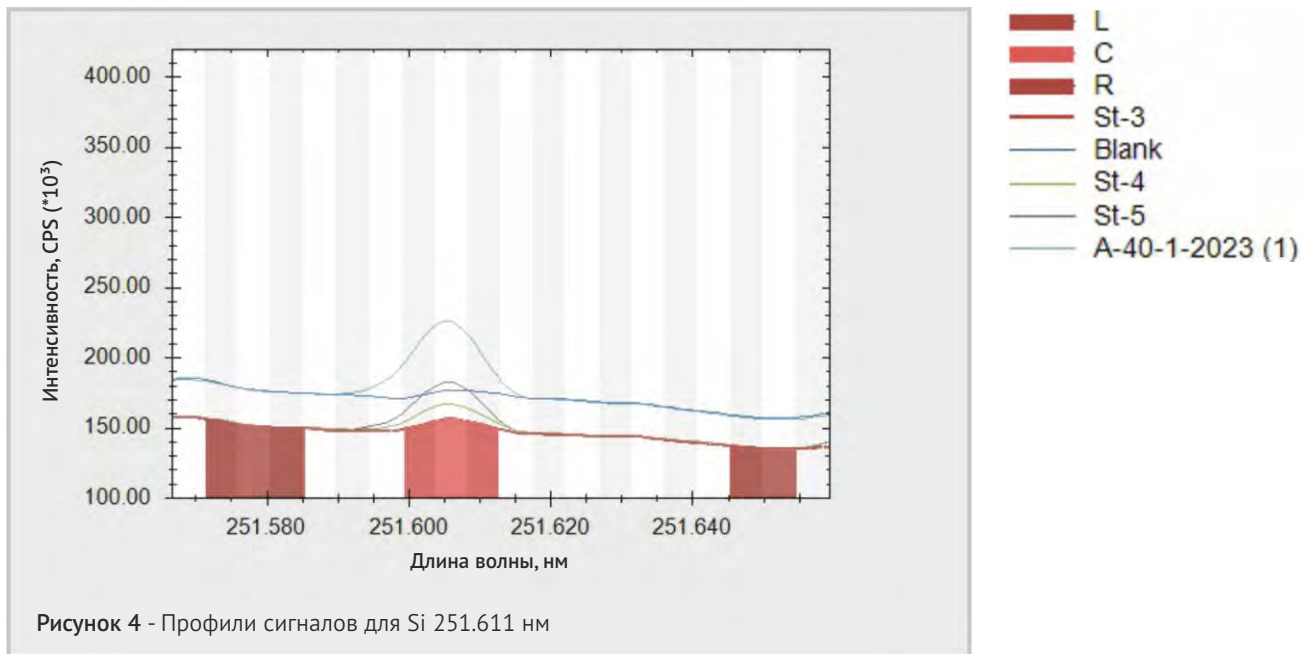


Рисунок 3 - Градуировочная зависимость для Si 251,611 нм

На рисунках представлены градуировочные зависимости и профили линий для некоторых элементов.



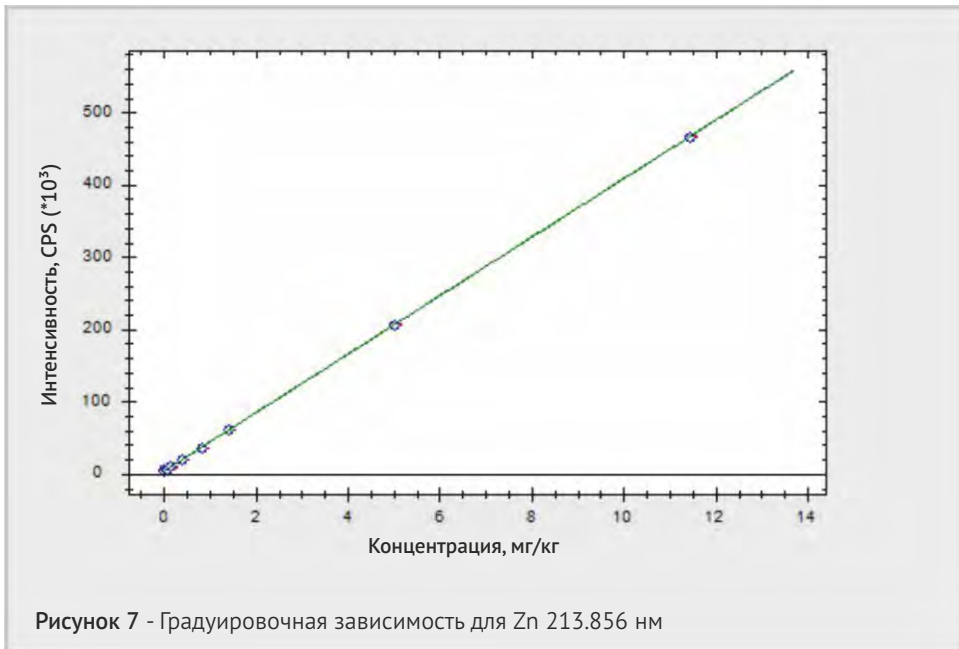


Рисунок 7 - Градуировочная зависимость для Zn 213.856 нм

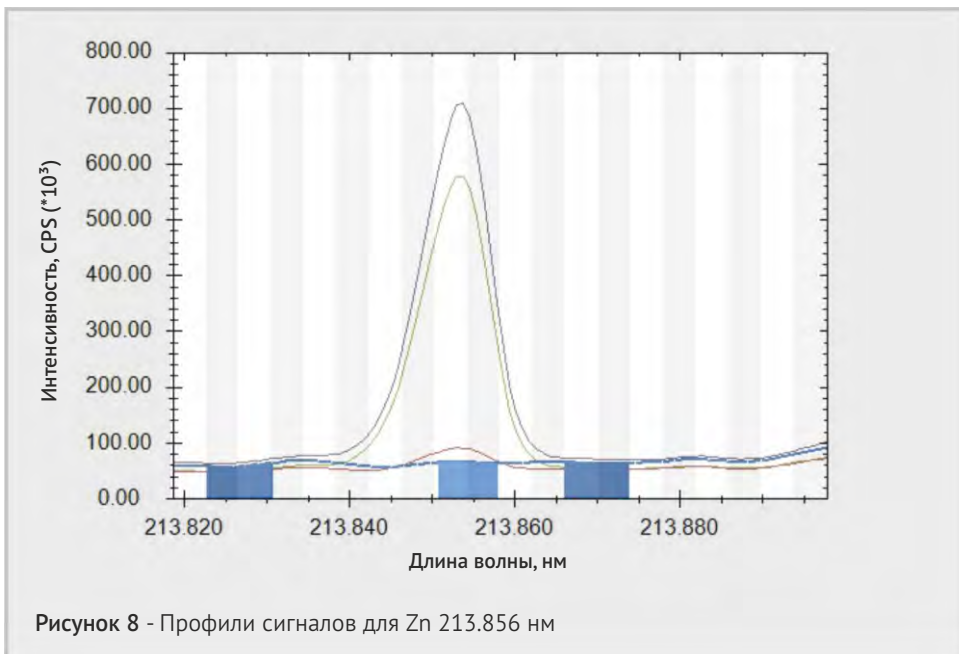


Рисунок 8 - Профили сигналов для Zn 213.856 нм

## Заключение

Были проанализированы образцы моторного масла с известным содержанием на атомно-эмиссионном спектрометре с индуктивно связанной плазмой EXPEC PlAaG AES V. Результаты измерений, полученные без предварительной пробоподготовки, сопоставимы с референтными данными, полученными традиционным способом с предварительным кислотным разложением проб. Таким образом, атомно-эмиссионный спектрометр с индуктивно связанной плазмой EXPEC PlAaG AES V с применением системы для анализа образцов с органической матрицей TC-100 позволяет проводить экспрессный анализ образцов с органической матрицей, например, нефтепродуктов и масел, и определять следовые содержания элементов в этих продуктах.