

分析石油類產品中微量無機元素 之樣品進樣及方法探討

前言：

因分析元素量及線性範圍的限制，分析石油類產品中微量無機元素之分析目前幾乎以感應耦合電漿發射光譜儀(ICP-OES)或感應耦合電漿質譜儀(ICP-MS)為主，而不採用原子吸收光譜儀進行分析。但以感應耦合電漿發射光譜儀(ICP-OES)或感應耦合電漿質譜儀(ICP-MS)仍面臨幾個主要困難點：

- 與水樣樣品比較需要比較大的電漿功率（約1350~1500W）以進行原子化及電子激發動作（採用電晶體設計之射頻產生器因負荷較大，長時間使用易使其射頻產生器壽命減短，須更注意射頻線圈及射頻產生器組件的保養與更換）。
- 過量進樣導致電漿負荷過重進而熄火。
- 樣品黏度過高將使上樣樣品霧化效果變差進而導致感度及回收率變差。
- 不適當的樣品進樣系統及導管(tubing)可能有的樣品殘留問題。
- 稀釋液及稀釋倍數的選擇，與儀器檢測極限之平衡點。
- 霧化效率衰減導致訊號衰減問題。
- 標準品與實際分析樣品基質不同所產生之各式問題。

前處理及對應分析方法：

針對以上課題，前處理及分析方法大致可分為兩種，說明如下：

※ 液態樣品：

前處理方法一

利用二甲苯(Xylene)或煤油(Kerosene)等有機溶劑作稀釋，建議依據樣品黏度作稀釋：黏度100cps以下稀釋十倍；黏度100~500cps以下稀釋五十倍；黏度500~1000cps以下稀釋一百倍。

分析方法一可有以下三種組合，端視個別元素之濃度範圍而決定：

系統	ICP-OES	ICP-OES+ USN(超音波霧化器)	ICP-MS
霧化器	石英玻璃同軸式 (建議使用SeaSpray)	Cetac 6000AT+ USN 內含去溶液薄膜 (membrane desolvation)	微量進樣石英玻璃同軸式 (進樣量在100~400 uL/ min之間的MicroMist霧化器)
霧化室	外通循環水雙循環旋風式 霧化室或電子致冷式之雙 循環旋風式霧化室	裝置及凝結乾燥器，有效 增加感度及去除氧化物	電子致冷式之雙循環旋風 式霧化室
炬管	一體成形石英鉅管，內管(Injector Tube)需為0.8~1.2mm之間 全可拆或半可拆卸式(Demountable)，需內管(Injector Tube)為0.8~1.2mm之間		
導管材質	使樣品基質選擇Solva或Viton或Silicone材質		
線性範圍	~10ppb	~1ppb	~50ppt

備註：

- A. 樣品分析建議採用標準添加法。
- B. 此方法在計算數據時需注意樣品及標準品比重問題，與一般水樣樣品計算方法不同。
- C. 建議導入氧氣至霧化氣流中，可有效減少電漿區元件如炬管及錐盤積碳問題。

機種選擇注意事項：

1. 不管選擇利用感應耦合電漿發射光譜儀(ICP-OES)或感應耦合電漿質譜儀(ICP-MS)做分析，皆須注意該廠牌有無提供氧氣導入裝置附件可供選擇。
2. 感應耦合電漿質譜儀(ICP-MS)建議離子透鏡區域為非檔板設計，避免積碳問題；錐盤選擇白金材質避免干擾。
3. 分析砷(As)等氫化元素，建議加裝氫化裝置(Vapor Generation Accessory)。

※ 固態或濃稠樣品：

前處理方法一

黏度1000cps以上考慮稀釋液成本問題及稀釋倍數過高造成超過儀器檢測極限下限，建議使用灰化法進行灰化後，再以酸溶解成水樣樣品。

若採用此分析方法一可有以下三種組合，端視個別元素之濃度範圍而決定：

系統	ICP-OES	ICP-OES+ USN(超音波霧化器)	ICP-MS
霧化器	石英玻璃同軸式 (建議使用SeaSpray)	Cetac 6000AT+ USN 內含去溶液薄膜 (membrane desolvation)	微量進樣石英玻璃同軸式 (進樣量在100~400 uL/ min之間的MicroMist霧化 器)
霧化室	單循環旋風式(Tracey Cyclonic或Single-Pass Cyclonic)	裝置及凝結乾燥器，有效 增加感度及去除氧化物	電子致冷式之雙循環旋風 式霧化室
炬管	一體成型或半可拆皆可		
導管材 質	PVC或Solva材質皆可		
線性範 圍	~1ppb	~100ppt	~ppt~ppq

機種選擇注意事項：

1. 分析砷(As)等氫化元素，建議加裝氫化裝置(Vapor Generation Accessory)。
2. 感應耦合電漿質譜儀(ICP-MS)建議錐盤選擇白金材質避免干擾。

目前市面上各廠牌因其設計而會有一些針對此應用之不同解決方式，但其解決方式仍必須遵守以上之規則，否則易衍生其他問題，例如：

- A. 利用水平式軸向觀測或水平式雙向觀測感應耦合電漿發射光譜儀直接分析液態石油類產品，不管觀測位向如何，兩者之炬管位向皆為水平式，故重力因素會將積碳沉積在炬管出口端靠地面方向位置，使其炬管產生溫差進而導致炬管損毀快速，若要改善此狀況，可加裝外通循環水雙循環旋風式霧化室或電子致冷式之雙循環旋風式霧化室來做局部改善，並搭配氧氣導入裝置及氫氣稍(Sheath Gas)設計。
- B. 利用垂直式側向觀測觀測感應耦合電漿發射光譜儀直接分析液態石油類產品，感度不足可能是比較嚴重的問題，雖可藉由加裝氫氣稍(Sheath Gas)並搭配具控溫功能之霧化室組件改善部分感度，但效果有限。

以上若有任何問題，請來電或電郵 harry@xuan-chen.com !!



烜晟科技有限公司
Xuan-chen Technologies Co., Ltd.

高雄市(81368)左營區文慈路289巷30-2號8樓
Tel : 07-3417290 Fax : 07-3417291
Website: www.xuan-chen.com