

# Indukčne viazaná plazma s optickým emisným spektrometrom

V tomto článku by som chcel ukázať analytické možnosti ICP OES (Inductive Coupled Plasma Optical Emission Spectrometry – indukčne viazaná plazma s optickým emisným spektrometrom) spektrometra v procese kontroly surovín a výroby bionafty. Prístroje ICP OES sa používajú nielen na kontrolu surovín, ktoré vstupujú do tohto výrobného procesu, ale následne na kontrolu hotového výrobku.

Najdôležitejšími prvkami, ktoré je nutné analyzovať v surovinách sú P, Mg a Ca. V hotovom výrobku k týmto prvkom ešte pribudnú Na a K. Pôvod fosforu, horčíka a vápnika v surovinách je z rastlín (napr. repka olejnatá), z ktorých sa získava surovina. Sodík a draslík sa používajú v podobe hydroxidov ako katalyzátory pri výrobe metylesterov mastných kyselín. Koncentrácia P musí byť nižšia ako 10 mg/kg, aby mohli správne prebiehať technologické procesy výroby. Súčet koncentrácií Na a K a tak isto Mg a Ca musí byť nižší ako 5 mg/kg, aby nedošlo k poškodeniu spaľovacích motorov pri použití bionafty. Okrem výroby bionafty sa používa ICP OES technika aj na kontrolu aditív v mazacích olejoch (Ca, Mg, P, Zn), alebo obsahu otrečných kovov v mazacích olejoch (Fe, Cr, Ni, Mo, Al). Špeciálny prípad je analýza síry v palivách a olejoch, na ktorú je tiež možné použiť techniku ICP OES. V procese výroby bionafty však analýza S nie je veľmi zaujímavá, pretože v rastlinných olejoch sa vyskytuje vo veľmi nízkych koncentráciách.

## Pracovné podmienky:

Výkon plazmy:	1 450 W
Chladiaci prietok:	14 l/min.
Axiálny prietok:	1.8 l/min.
Prietok cez hmlový systém:	0.8 l/min.
Plazmová hlavica:	kremenná, 1.8 mm
Hmlová komora:	Scott
Rozprašovač:	křížový
Čas integrácie signálu:	20 s
Prietok vzorky:	2 ml/min.

Prístrojové vybavenie: Na analýzu bol použitý prístroj SPECTRO GENESIS s radiálnym pohľadom do plazmy, 400 mm optikou Paschen-Runge, ktorá



simultánne analyzuje spektrum v rozsahu 175 – 777 nm pomocou 15-tich lineárnych CCD detektorov. Generátor na vytvorenie plazmy je vzduchom chladený voľne bežiaci s frekvenciou 27.12 MHz. Všetky parametre ICP sú riadené a nastavované cez riadiaci softvér.

Štandard č.	Ca [mg/kg]	K [mg/kg]	Mg [mg/kg]	Na [mg/kg]	P [mg/kg]
1	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0
2	1.86	1.86	1.86	1.86	1.86
3	3.71	3.71	3.71	3.71	3.71
4	7.41	7.41	7.41	7.41	7.41
5	14.81	14.81	14.81	14.81	14.81
6	29.66	29.66	29.66	29.66	29.66
7	59.17	59.17	59.17	59.17	59.17
8	117.8	117.8	117.8	117.8	117.8
9	237.7	237.7	237.7	237.7	237.7

Príprava kalibračných vzoriek: Na kalibráciu bol použitý štandard V23 s koncentráciou 500 mg/kg, ktorý bol riedený na koncentrácie ako je uvedené v tab. č. 1. Vzorky z výroby sa pripravujú riedením s petrolejom v hmotnostnom pomere 1:1.

## Výsledky a diskusia

V tabuľke č. 2 sú zobrazené spektrálne čiary, ktoré boli použité v kalibráciách, ich použitý koncentračný rozsah a limity detekcie pre najcitlivejšie spektrálne čiary. Limity sú vypočítané z kalibrácie ako  $LOD = (3 \times RSD_b \times C) / SBR$ . ( $RSD_b$  je relatívna štandardná odchýlka 10 meraní blanku, C je koncentrácia vzorky a SBR je pomer signálu k pozadiu.)

Prvok	Spektrálna čiara [nm]	Kalibračný rozsah [mg/kg]	Limit detekcie [ $\mu$ g/kg]
Ca	393.366	0 – 15	1.5
Ca	422.673	12 – 50	
Ca	183.801	50 – 285	
K	766.491	0 – 50	170
Mg	279.553	0 – 50	4
Mg	285.213	45 – 285	
Na	588.995	0 – 70	45
P	177.495	0 – 45	150
P	178.287	40 – 285	

## Záver

Z uvedeného je vidieť, že technika ICP OES sa dá úspešne použiť na riadenie procesu výroby bionafty. Požadované parametre pri výrobe bionafty ako je rýchlosť metódy, rozsah analyzovaných prvkov a požadované koncentračné rozsahy, v ktorých treba tieto prvky analyzovať, spĺňa táto technika bez obmedzení. Na obrázku je prístroj, ktorý sa na tento účel používa a je opísaný v tejto práci.

Michal Lomen

## english abstract

Abstract: In the paper is described how to use ICP OES in process of the production bio-diesel. The measurement parameters and the calibration are described in the details.