

## 9. 生質柴油之品質與檢驗

### 9.7 鈣與鎂測定法－感應耦合電漿原子發射光譜法

感應耦合電漿原子發射光譜法 (Optical emission spectral analysis with inductively coupled plasma, ICP-OES) 為發射光譜法之一種，因激發能量較高，具有可激發之光譜線較多，強度也較強等優點，常用於樣品之元素主成分、副成分、微量成分之分析與元素濃度之測定。該方法係將待測之樣品導入霧化器 (Atomizer)，經霧化後藉由攜行氣體輸送至電漿焰炬，以高能量之感應耦合電漿加熱、激發，將之氣化分解成原子，甚至一部分解離成離子，被激發之原子或離子會放出許多特定波長之光譜線，經由光學轉換與分光後，由偵測器，如光電增幅管 (Photomultiplier tube) 或光檢器 (Photosensitive devices) 予以偵測，藉以鑑定待測樣品所含元素之種類與濃度。與火焰分析法一樣，發射光譜法也必須先配製已知濃度之特定元素校正溶液，並於特定元素相對之波長下，測定濃度與發射強度之關係，繪製該元素之檢量線 (Calibration curve) 或校正曲線，即可據以測定待測樣品之特定元素濃度或含量。

臺灣國家標準中關於 B-100 生質柴油鈣 (Ca)、鎂 (Mg) 含量之測定法 (CNS 15054)，係先將待測之脂肪酸甲酯樣品以煤油依 1:1 重量比率稀釋，導入配備有分析有機液體之感應耦合電漿原子發射光譜儀 (Optical emission spectral analyzer with inductively coupled plasma, ICP-OES) (順序掃描式或同時多通道式)，測定鈣在波長 422.673 nm 與鎂在波長 279.553 nm 處之發射強度，經比對檢量線求得鈣與鎂之含量。製作檢量線之校正溶液製備方面，除秤取 30±0.01 g 之石蠟油至 250 ml 之聚乙烯 (Polyethylene, PE) 瓶，再加入煤油，使溶液總質量為 100±0.01 g，作為空白溶液外；另分別秤取 0.1±0.0001 g、0.2±0.0001 g、1.0±0.0001 g、2.0±0.0001 g 之市售鈣及鎂標準溶液 (溶於油，每一元素含量為 500 mg/kg) 至 250 ml 之 PE 瓶，添加 30±0.01 g 之石蠟油，再加入煤油，使溶液總質量為 100±0.01 g，以製備出標稱含量為 0.5 mg/kg、1.0 mg/kg、5.0 mg/kg、10 mg/kg (濃度) 之校正溶液；至於檢量線之製作，則分別針對空白溶液與標稱含量為 0.5 mg/kg、1.0 mg/kg、5.0 mg/kg、10 mg/kg (濃度) 之校正溶液，測定波長 422.673 nm (鈣) 與波長 279.553 nm (鎂) 處之發射強度，然後將每一元素以濃度為自變數，發射強度信號為因變數，應用線性迴歸方法，繪製檢量線。測定樣品溶液之製備方面，先將待測樣品振搖使其混合均勻，然後精秤約 10±0.001 g 之樣品到 100 ml 之 PE 瓶，以煤油稀釋至重量為 20±0.001 g，並由實際量得之重量計算確實之濃度與計算確實之稀釋因子 DF (目標值為 20 g/10 g = 2)，且每一樣品取兩份溶液作為測試溶液，於測定校正溶液之條件下，量測鈣在波長 422.673 nm 與鎂在波長 279.553 nm 處之發射強度，並以測得之發射強度與檢量線得到每一測試溶液之鈣與鎂濃度 (mg/l)，進而算出鈣與鎂含量 (mg/kg)。

$$w(p) = DF \times \frac{E_p \cdot a(p)}{E_k}$$

其中，w(p)：待測樣品中 p 元素 (鈣或鎂) 之含量 (mg/kg)

$E_p$ ：待測樣品中 p 元素（鈣或鎂）之發射強度

$E_k$ ：標準（校正）溶液中 p 元素（鈣或鎂）之發射強度

$a(p)$ ：標準（校正）溶液中 p 元素（鈣或鎂）之濃度

DF：稀釋因子