

火焰原子吸收光谱法测定汽油中的铅含量 (GB8020-87)

AAS-085

摘要：参照国家标准 GB 8020-87《汽油铅含量测定法（原子吸收光谱法）》，使用火焰原子吸收光谱法测定了汽油中的铅元素含量。

关键词：汽油 原子吸收 铅

现行的汽油国四标准规定：车用汽油中的铅元素含量不得高于 0.005 g/L，因为汽油中的含铅化合物在气缸中燃烧后，其中的铅会变成氧化铅沉积下来，增加积炭量，影响发动机正常工作，且排出的废气亦污染环境，影响人体健康。

本文参照国家标准 GB 8020-87《汽油铅含量测定法（原子吸收光谱法）》，将汽油样品以甲基异丁基酮 (MIBK) 稀释，加入碘和季铵盐与汽油中的烷基铅反应使之稳定后，火焰原子吸收光谱法进样检测了汽油中的铅含量。

实验部分

1.1 仪器

岛津 AA-6300 原子吸收分光光度计

1.2 试剂

0.03 g/mL 碘 - 甲苯溶液：用甲苯溶解 3.0 g 结晶碘，并定容至 100 mL；

氯化甲基三辛基铵：纯度不低于 90% (m/m)；

甲基异丁基酮 (MIBK) 和氯化铅均为分析纯；

无铅汽油：用作试剂空白。

实验用水为超纯去离子水。

1.3 样品制备

1.3.1 标准样品制备

(1) 准确称取氯化铅 0.177g (预先在烘箱中 105℃干燥 3 h)，以 10%(V/V) 氯化甲基三辛基铵 -MIBK 溶液溶解并定容至 500 mL 塑料盖棕色瓶中，得 264.2 mg/L 铅标准溶液 A；

(2) 准确移取 2.0 mL 和 5.0 mL 铅标准溶液 A 于 100 mL 塑料盖棕色瓶中，加入 5.0 mL 1%(V/V) 氯化甲基三辛基铵 -MIBK 溶液，并以 MIBK 稀释定容，得 5.28 mg/L 铁标准溶液 B 和 13.21 mg/L 铅标准溶液 C；

(3) 在 4 个 50 mL 塑料盖棕色瓶中分别加入 30 mL MIBK 和 5.0 mL 溶剂油，其中 3 个容量瓶分别加入 2.0 mL B, 5.0 mL B 和 5.0 mL C, 另一个作空白。4 个容量瓶中分别加入 0.1 mL 碘 - 甲苯溶液，摇匀，反应约 1 min，再加入 5.0 mL 1%(V/V) 氯化甲基三辛基铵 -MIBK 溶液，以 MIBK 稀释至刻度，得浓度分别为 0.21 mg/L、0.53 mg/L 和 1.32 mg/L 的铅标准溶液系列以及空白。

1.3.2 待测样品制备

在 50 mL 塑料盖棕色瓶中，加入 30 mL MIBK 和 5.0 mL 汽油样品，摇匀后加入 0.1 mL 碘 - 甲苯溶液，摇匀，反应约 1 min，然后加入 5.0 mL 1%(V/V) 氯化甲基三辛基铵 -MIBK 溶液，以 MIBK 稀释至刻度，摇匀待测。

1.4 仪器条件和参数

配制铅元素的标准溶液和待测样品，开机待仪器稳定后，按表 1 中的仪器工作条件，标准曲线法计算结果。

表1 火焰法工作条件

元素	波长 (nm)	火焰类型	燃烧头高 度 (mm)	点灯方式	狭缝 (nm)	灯电流 (mA)	燃气流量 (L/min)	助燃气流量 (L/min)
Pb	283.3	Air-C ₂ H ₂	11	BGC-D ₂	0.7	10	1.5	15.0

结果与讨论

2.1 标准曲线

将依照“1.3.1 标准溶液制备”所得的空白和标准溶液依次进样，以测得的吸光度值为纵坐标，浓度为横坐标，得标准曲线如图 1。

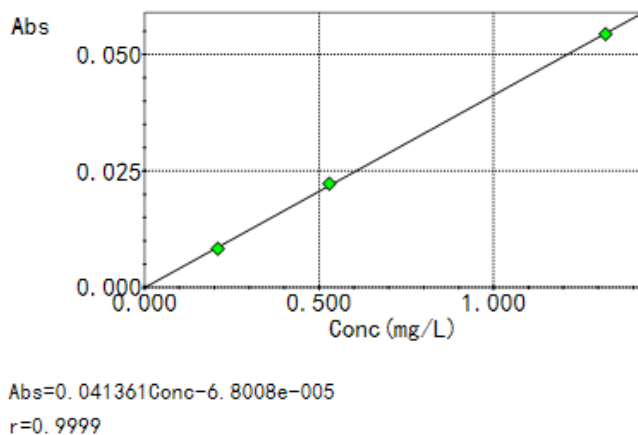


图1. Pb标准曲线

在浓度范围内，Pb 的吸光度与浓度有着良好的线性关系，相关系数为 $r=0.9999$ 。

2.2 样品检测结果、加标回收率和精密度

将依照“1.3.2 待测样品制备”所得的样品进样检测，所得吸光度值代入标准曲线，得样品中 Pb 的浓度；样品中加标后，以同样的方法前处理后检测得加标后含量，并计算加标回收率和精密度。

表2 样品中铅元素含量、加标回收率和精密度

元素	样品含量(mg/L)	加标量(mg/L)	检测含量(mg/L)	加标回收率 (%)	RSD (% , n=5)
Pb	0.16	0.50	0.67	101.5	3.24

结论

参照国家标准 GB 8020-87《汽油铅含量测定法（原子吸收光谱法）》，使用火焰原子吸收光谱法测定了汽油中的铅元素含量。实验表明：该方法所得标准曲线线性线性相关系数 $r=0.9999$ ，回收率为 101.5%，适合汽油中铅元素含量的测定。