

原子吸收分光光度法快速测定 汽油中的锰

AAS-006

摘要：用原子吸收分光光度计选用甲基三辛基氯化铵的甲基异丁基酮溶液(MIBK)作溶剂直接溶解有机试样，使用空气-乙炔贫燃火焰，用标准曲线法定量，建立了一种新型高准确度测定汽油中痕量锰的定量分析方法，其回收率为90.30~96.59%，能够满足日常测定锰含量在0.15~25.00 mg/L范围内的要求。该方法具有灵敏度高，操作简便等优点。

关键词：原子吸收光谱法 汽油 锰 甲基三辛基氯化铵 甲基异丁基酮(MIBK)

原油中含有痕量的锰元素，为了满足环保要求，需准确地检测汽油中的痕量锰以判断对环境标准的符合情况。最早是用气相色谱法与分光光度法进行检测，20世纪80年代开始出现了用原子吸收、等离子发射光谱、质谱、色谱联用法分析各种形态的有机金属化合物。其中溶剂萃取原子吸收法已被确定为国家标准分析方法(SH/T 0711-2002)，后三者所需仪器庞大而昂贵，用原子吸收分光光度法测定则更加方便，实现准确度高，精密度好，速度快的分析过程。车用无铅汽油产品标准(GB17930)规定，汽油中锰含量不大于0.018 g/L，为保证汽油产品出厂质量，本文采用岛津AA6300建立了原子吸收分光光度法快速测定汽油中锰含量的测定方法。

实验部分

1.1 仪器配置

AA 6300(岛津)
空气压缩机
乙炔气

1.2 实验条件

波长：279.5 nm
狭缝：0.2 nm
点灯方式：BGC-D₂
燃气流量：1.3 L/min
助燃气流量：15 L/min
燃烧器高度：5 mm

1.3 试剂

碘-甲苯溶液(0.03 g/mL)：用甲苯溶解3.0 g结晶碘，并稀释到100mL。

10%(V/V)氯化钾基三辛基铵-(MIBK)溶液：用MIBK溶解88.0 g(100mL)氯化钾基三辛基铵，并稀释到1 L。

1%(V/V)氯化钾基三辛基铵-(MIBK)溶液：用MIBK溶解8.8 g(100 mL)氯化钾基三辛基铵，并稀释到1 L。

溶剂油：符合SH0005要求。配制264.20 mg/L的锰的标准溶液：称取951.12 mg的MnCl₂·4H₂O，用10%(V/V)氯化钾基三辛基铵-(MIBK)溶液溶解定容到1L。汽油中的MMT(甲基环戊二烯三羰基锰)见光不稳定，容易分解，样品应放在避光容器中保存。

1.4 样品前处理

在盛有30 mL MIBK 50 mL的容量瓶中使用移液管移取5 mL汽油试样，并摇匀。用0.5 mL移液管移取0.1 mL碘-甲苯溶液，摇匀并反应1分钟。然后加入5 mL 1%(V/V)氯化钾基三辛基铵-(MIBK)溶液，使用MIBK溶液定容到刻度并摇匀待测。

实验结果

2.1 标准曲线

原子吸收分光光度法测定汽油中的微量锰系列标准溶液：配制锰标准工作曲线溶液(Mn：0.00，0.53，1.32，2.64 mg/L)。

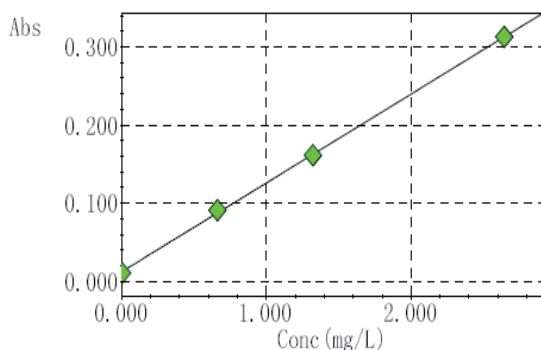


图1 工作曲线图

在0.00~2.64 mg/L浓度范围内，浓度与吸光度有着良好的线性关系，相关系数为 $r=0.9998$ 。

2.2 样品测定结果

分别测定SJ82#、SJ83#、SJ84#和SJ85#四个汽油样品中的锰含量，测定结果如下：

表1 样品测定结果

样品名称	测定结果 (mg/L)	RSD%
SJ82#	12.58	0.33
SJ83#	13.26	0.31
SJ84#	7.31	0.37
SJ85#	14.27	0.26

2.3 检测限及加标回收实验

在选定条件下对空白样品测定11次，根据3倍的标准偏差除以曲线斜率算得方法检测限为0.015 mg/L。以同样前处理方法测定值为本底并以SJ84#进行加标回收率实验，回收率数据如下表2所示：

表2 样品回收率

样品名称	测定含量	加标量	测定总量 (mg/L)	回收率 (%)
			1.24	96.59
SJ84#	0.73	0.528	1.21	90.30
			1.23	95.00

总结

采用岛津AA6300参照国家标准分析方法(SH/T 0711-2002)，建立了一种新型高准确度测定汽油中痕量锰的定量分析方法，其回收率为90.30~96.59%，能够满足日常测定锰含量在0.15~25.00 mg/L范围内的要求。该方法具有灵敏度高，操作简便等优点。