

汽油铅含量测定法
(原子吸收光谱法)

UDC 665.521.2
: 543.42
: 546.815
GB 8020—87

Gasoline—Determination of lead content
—Atomic absorption spectrometry

本方法适用于测定汽油中浓度范围为2.5~25mg/L的总铅量。本方法不受汽油组成差别及不同类型烷基铅化合物的影响。

1 方法概要

汽油试样用甲基异丁基甲酮稀释，加入碘和季铵盐与烷基铅化合物反应使之稳定。以氯化铅为标样，用火焰原子吸收光谱法在2833Å下测定试样中铅含量。采取上述处理方法，对于汽油中各类烷基铅化合物可以得到相同的响应。

2 仪器

- 2.1 原子吸收分光光度计：带有标尺扩展，采用空气-乙炔火焰。
- 2.2 容量瓶：50、100、250和1000mL。
- 2.3 移液管：0.5、1.0、2.0、5.0、10、20和50mL。

3 试剂

- 3.1 甲基异丁基甲酮 (MIBK)：分析纯。
- 3.2 结晶碘：分析纯。
- 3.3 甲苯：分析纯。
- 3.4 氯化铅：分析纯。
- 3.5 氯化甲基三辛基铵：纯度不低于90%。
- 3.6 贫铅汽油：铅含量低于1.25mg/L，用作试剂空白。

注意：甲苯和汽油都是易燃品，吸入有害，而且汽油蒸气可引起突然起火。另外氯化甲基三辛基铵属于中等毒性，所以使用它们时，注意适当通风，避免吸入和接触皮肤。

4 准备工作

- 4.1 氯化甲基三辛基铵-甲基异丁基甲酮溶液 (10%，体积/体积) 的配制：用甲基异丁基甲酮溶解100 mL (88.0g) 氯化甲基三辛基铵，并稀释到1 L。
- 4.2 氯化甲基三辛基铵-甲基异丁基甲酮溶液 (1%，体积/体积) 的配制：用甲基异丁基甲酮溶解10mL (8.8g) 氯化甲基三辛基铵，并稀释到1 L。
- 4.3 碘-甲苯溶液 (3.0%，重量/体积) 的配制：用甲苯溶解3.0g结晶碘，并稀释到100 mL。
- 4.4 配制铅的标准溶液
4.4.1 铅标准溶液A (1321毫克铅/升，相当于5.0g Pb/USgal)：用约200 mL 10%氯化甲基三辛基铵-甲基异丁基甲酮溶液，在250 mL 带有塑料盖的容量瓶中溶解0.4433g 预先在105℃下烘干3 h 的氯化铅，并稀释到刻度，摇匀，储存在带有塑料盖或衬有聚乙烯盖的棕色瓶中。

4.4.2 铅标准溶液B (264.2 mgPb/L, 相当于1.0gPb/USgal): 用移液管准确地将50mL铅标准溶液A转移到250mL带有塑料盖的容量瓶中, 用1%氯化甲基三辛基铵-甲基异丁基甲酮溶液稀释到刻度, 摇匀, 储存在带有塑料盖或衬有聚乙烯盖的棕色瓶中。

4.4.3 铅标准溶液C,D和E (5.28,13.21和26.42 mgPb/L, 相当于0.02、0.05和0.10gPb/USgal): 用移液管准确地吸入2.0、5.0和10.0mL铅标准溶液B, 分别转移到三个100mL带有塑料盖的容量瓶中, 每个瓶中再加入5.0mL1%氯化甲基三辛基铵-甲基异丁基甲酮溶液, 最后用甲基异丁基甲酮稀释到刻度, 摇匀, 储存在带塑料盖或衬有聚乙烯盖的棕色瓶中。

4.5 试样应收集在一个非铅的容器中, 此容器应密封以防泄漏。

5 绘制工作曲线

5.1 配制铅工作标准溶液(0.53,1.32和2.64mgPb/L, 相当于0.002,0.005和0.010gPb/USgal): 在四个50mL带有塑料盖的容量瓶中, 分别加入30mL甲基异丁基甲酮和5.0mL贫铅汽油, 其中三个容量瓶分别加入5.0mL铅标准溶液C, D和E, 另外一个不加铅标准溶液, 用作空白试液。用0.5mL移液管向四个容量瓶中再分别加入0.1mL3.0%碘-甲苯溶液和5.0mL1%氯化甲基三辛基铵-甲基异丁基甲酮溶液, 最后用甲基异丁基甲酮稀释到刻度。

5.2 仪器准备: 在原子吸收分光光度上, 用铅标准溶液选好最佳测定条件, 再用空白试液调节零点, 测定三个铅工作标准溶液的吸光度, 必要时, 用标尺扩展。以测定的吸光度为纵坐标, 对应的铅浓度为横坐标, 绘出工作曲线, 并检查其线性关系。

6 试验步骤

6.1 在一个盛有30mL甲基异丁基甲酮的50mL带有塑料盖的容量瓶中, 用移液管加入5.0mL已摇匀的待测汽油试样, 并摇匀(此溶液称为试液)。

6.1.1 用0.5mL移液管加入0.1mL3.0%碘-甲苯溶液, 使混合物反应约1min。

6.1.2 用移液管加入5.0mL1%氯化甲基三辛基铵-甲基异丁基甲酮溶液, 并摇匀。

6.1.3 用甲基异丁基甲酮稀释到刻度, 并摇匀。

6.2 吸喷试液和铅工作标准溶液, 测定其吸光度, 并经常用空白试液调节零点和检查铅工作标准溶液。

7 计算

在绘出的工作曲线上查出试液的对应浓度或用“浓度直读”的方式, 直接测出试液的浓度。则试样的铅浓度 X (mg/L)按下式计算:

$$X = C \times 10$$

式中: C ——试液的浓度, mg/L;

10——试样的稀释倍数。

8 精密度

按下述规定判断试验结果的可靠性(95%置信水平)。

8.1 重复性

同一操作者对同一试样, 用同一台仪器, 在恒定的操作条件下所测的两个试验结果之差应不超过1.25mgPb/L(相当于0.005gPb/USgal)。

8.2 再现性

由不同实验室工作的不同操作者, 对同一试样所测的两个试验结果之差应不超过2.5mgPb/L(相当于0.01gPb/USgal)。

9 报告

取重复测定两次结果的算术平均值，作为试样的结果。

附加说明:

本标准由石油化工科学研究院归口。

本标准由石油化工科学研究院负责起草。

本标准主要起草人徐延康。

本标准是参照采用美国试验与材料协会标准AS TMD 3237—79《汽油铅含量测定法(原子吸收光谱法)》。