



中华人民共和国国家标准

GB/T 8020—2015
代替 GB/T 8020—1987

汽油中铅含量的测定 原子吸收光谱法

Determination of lead in gasoline—Atomic absorption spectrometry

2015-12-31 发布

2016-06-01 实施

中华人民共和国国家质量监督检验检疫总局
中国国家标准化管理委员会 发布

前 言

本标准按照 GB/T 1.1—2009 给出的规则起草。

本标准代替 GB/T 8020—1987《汽油铅含量测定法（原子吸收光谱法）》。本标准与 GB/T 8020—1987 相比主要技术变化如下：

- 增加了第 2 章“规范性引用文件”，引用了标准 GB/T 4756、GB/T 6682、GB/T 15337（见第 2 章）；
- 方法概要中增加了对原子吸收光谱仪使用的规范（见第 3 章，1987 年版中第 1 章）；
- 增加了第 4 章“方法应用”（见第 4 章）；
- 移取微量溶液时使用 100 μ L 移液器或移液管。在 GB/T 8020—1987 中使用 0.5 或 1.0 mL 移液管（见 5.1，1987 年版中 4.1）；
- 修改了空白汽油的铅含量，本标准要求低于 1.32 mg/L，在 GB/T 8020—1987 中为低于 1.25 mg/L（见 6.6，1987 年版中 3.6）；
- 修改了铅标准溶液的浓度值，本标准为 2.6 mg/L、5.3 mg/L、13.2 mg/L 和 26.4 mg/L，在 GB/T 8020—1987 中为 5.28 mg/L、13.21 mg/L 和 26.42 mg/L（见 6.12，1987 年版中 4.4.3）；
- 增加了“质量控制样品”，用于验证仪器系统和测试过程（见 6.13）；
- 增加了使用空白试剂调整混合气流量和样品传输速率（见 8.2.1）；
- 指定用 26.4 mg/L 的铅标准溶液调整燃烧头高度，在 GB/T 8020—1987 中未指明浓度（见 8.2.2，1987 年版中 5.2）；
- 取消了 GB/T 8020—1987 中的计算公式 $X = C \times 10$ （见第 10 章，1987 年版中第 7 章）；
- 取消了 GB/T 8020—1987 报告中的“取重复测定两次结果的算术平均值，作为试样的结果”内容，改为“报告从第 10 章中计算得到的试样的铅含量，精确到质量浓度 0.1 mg/L。（见第 12 章，1987 年版中第 9 章）；
- 修改了重复性和再现性数值，本标准分别为 1.3 mg/L 和 2.6 mg/L，GB/T 8020—1987 中为 1.25 mg/L 和 2.5 mg/L（见 13.1.1 和 13.1.2，1987 年版中 8.1 和 8.2）；
- 增加了“偏差”内容（见 13.2）；
- 增加了“附录 A”，用来进行质量控制监测（见附录 A）。

本标准使用重新起草法修改采用美国试验与材料协会标准 ASTM D3237-12《汽油中铅含量的标准测定方法（原子吸收光谱法）》。

本标准在采用 ASTM D3237-12 时进行了修改。本标准与 ASTM D3237-12 的主要技术差异及其原因如下：

- 删除了 ASTM D3237-12 中 1.2 关于国际单位制的说明，因本标准已采用国际单位制；
- 第 2 章规范性引用文件中引用了我国相应的国家标准，以适应我国的技术条件；
- 增加了第 12 章“报告”，规定了报告分析结果精确至 0.1 mg/L；
- 删除了 ASTM D3237-12 第 13 章关键词，因该内容不属于我国标准的内容。

本标准由全国石油产品和润滑剂标准化技术委员会（SAC/TC 280）提出。

本标准由全国石油产品和润滑剂标准化技术委员会石油燃料和润滑剂分技术委员会（SAC/TC 280/SC 1）归口。

本标准起草单位：中国石油化工股份有限公司石油化工科学研究院、深圳计量质量检测研究院。

GB/T 8020—2015

本标准主要起草人：高萍、冒昕焯、黄开胜、赵彦、张世元、李思源。

本标准所代替标准的历次版本发布情况为：

——GB/T 8020—1987。

中国石化

汽油中铅含量的测定 原子吸收光谱法

警告——本标准涉及某些有危害的材料、操作及设备,但未对所涉及的所有安全问题提出建议。因此,在使用本标准以前,用户应建立适当的安全和保护措施,并确定相关规章限制的适用性。对于一些特殊的预防说明见 6.6 和 6.9。

1 范围

本标准规定了采用原子吸收光谱法测定汽油中铅含量的方法。

本标准适用于测定汽油中质量浓度范围为 2.5 mg/L~25 mg/L 的总铅含量。本标准的测定结果不受汽油组成差别和不同类型烷基铅化合物的影响。

2 规范性引用文件

下列文件对于本文件的应用是必不可少的。凡是注日期的引用文件,仅注日期的版本适用于本文件。凡是不注日期的引用文件,其最新版本(包括所有的修改单)适用于本文件。

GB/T 4756 石油液体手工取样法

GB/T 6682—2008 分析实验室用水规格和试验方法

GB/T 15337 原子吸收光谱分析法通则

3 方法概要

汽油试样用甲基异丁基甲酮稀释,含有烷基铅的试样需要加入碘和氯化甲基三辛基铍作为稳定剂。由分析纯及以上纯度的氯化铅来制备标准溶液,用原子吸收光谱法在波长 283.3 nm 处检测试样中铅含量。采用上述处理方法,汽油中的所有烷基铅化合物均能给出相同的响应。

原子吸收光谱仪的使用规程详见 GB/T 15337。

4 方法应用

本标准为无铅汽油中的痕量铅的限值规定提供了检测手段。

5 仪器

5.1 原子吸收光谱仪:带有标尺扩展,雾化器可调,有为使用空气乙炔火焰所配置的狭缝燃烧炉和原料预混室。

5.2 容量瓶:50 mL、100 mL、250 mL 和 1 000 mL。

5.3 移液管:2 mL、5 mL、10 mL、20 mL 和 50 mL。

5.4 微量移液管:100 μ L 移液器或移液管。

6 试剂和材料

6.1 试剂的纯度：除另有规定外，所用试剂均为分析纯。

6.2 水的纯度：除非有特殊说明，本标准使用 GB/T 6682—2008 规定的二级水。

6.3 氯化甲基三辛基铵。

6.4 甲基异丁基甲酮 (MIBK)。

6.5 氯化铅 (PbCl_2)。

6.6 空白汽油：铅含量低于质量浓度 1.32 mg/L。

注：如果需要确认铅含量是否小于 1.32 mg/L，可先对样品进行萃取富集然后用原子吸收光谱仪或等离子发射光谱仪测定，也可用其他可行的方法进行确认。

警告——极易燃，吸入对身体有害，蒸气可引起闪燃。

6.7 体积分数为 10% 的氯化甲基三辛基铵-MIBK 溶液：用 MIBK 溶解 100 mL (88.0 g) 氯化甲基三辛基铵并稀释至 1 L。

6.8 体积分数为 1% 的氯化甲基三辛基铵-MIBK 溶液：用 MIBK 溶解 10 mL (8.8 g) 氯化甲基三辛基铵并稀释至 1 L。

6.9 质量浓度为 30 g/L 的碘-甲苯溶液：用甲苯溶解 3.0 g 碘并稀释至 100 mL。

警告——易燃，蒸气有毒。

6.10 质量浓度为 1 321 mg/L 的铅标准溶液：将在 105 °C 下干燥 3 h 的氯化铅 (PbCl_2) 0.443 3 g 溶于约 200 mL 体积分数为 10% 的氯化甲基三辛基铵-MIBK 溶液中，移入 250 mL 容量瓶并用体积分数为 10% 的氯化甲基三辛基铵-MIBK 溶液定容至刻度，混合均匀后转移至配有聚四氟乙烯衬里盖子的棕色瓶中储存。

6.11 质量浓度为 264 mg/L 的铅标准溶液：用移液管准确移取质量浓度为 1 321 mg/L 的铅标准溶液 50.0 mL~250 mL 容量瓶中，用体积分数为 1% 的氯化甲基三辛基铵-MIBK 溶液稀释至刻度，混合均匀后转移至配有聚四氟乙烯衬里盖子的棕色瓶中储存。

6.12 质量浓度分别为 2.6 mg/L、5.3 mg/L、13.2 mg/L 和 26.4 mg/L 的铅标准溶液：用移液管准确移取 1.0 mL、2.0 mL、5.0 mL、和 10.0 mL 质量浓度为 264 mg/L 的溶液至 100 mL 容量瓶中，分别加入 5.0 mL 体积分数为 1% 的氯化甲基三辛基铵-MIBK 溶液，用 MIBK 稀释至刻度，混合均匀后转移至配有聚四氟乙烯衬里盖子的棕色瓶中储存。

6.13 质量控制 (QC) 样品：选择稳定并具代表性的一种或多种液体石油类产品作为质量控制样品，用来检验试验过程的有效性，具体方法见第 11 章。

7 取样

7.1 按照 GB/T 4756 规定的方法取样。

7.2 将所采取的样品存放在非铅、密封和避光的金属容器中，在测量前保持储存的环境温度恒定。

8 校准

8.1 配制铅工作标准溶液

8.1.1 用 6.12 中的质量浓度为 2.6 mg/L、5.3 mg/L、13.2 mg/L 和 26.4 mg/L 的铅标准溶液配制 4 个铅工作标准溶液，并准备一个空白溶液。

8.1.2 在 5 个 50 mL 的容量瓶中分别加入 30 mL MIBK 和 5.0 mL 空白汽油，再在其中 3 个容量瓶中

分别加入 5.0 mL 6.12 中的质量浓度为 2.6 mg/L、5.3 mg/L、13.2 mg/L 和 26.4 mg/L 的铅标准溶液，另外一个不加铅标准溶液，用作空白溶液。

8.1.3 用 100 μ L 移液器往每个容量瓶中分别加入 0.10 mL 质量浓度为 30 g/L 的碘-甲苯溶液，混合均匀并让其反应 1 min。

8.1.4 在每个容量瓶中都加入 5.0 mL 体积分数为 1% 的氯化甲基三辛基铵-MIBK 溶液，然后用 MIBK 稀释至刻度并混合均匀。

8.2 仪器准备

8.2.1 优化原子吸收光谱仪的测定条件，调整波长到 283.3 nm，使用空白试剂(MIBK)，调整混合气流速度和样品传输速率，得到蓝色的贫燃氧化火焰。

8.2.2 吸喷质量浓度为 26.4 mg/L 的铅工作标准溶液，调整燃烧头高度从而获得仪器最大响应。在该标准中，某些仪器需要使用信号放大器使吸光度在 0.150~0.170 之间。

8.2.3 以空白工作标准溶液作为标准曲线零点，吸喷铅工作标准溶液，绘制标准曲线，并检查标准曲线的线性关系。

9 试验步骤

9.1 在 50 mL 容量瓶中加入 30 mL MIBK，再加入 5.0 mL 汽油试样，混合均匀。

9.2 加入 0.10 mL (100 μ L) 质量浓度为 30 g/L 的碘-甲苯溶液，混合均匀，静置 1 min 让其完全反应。

9.3 加入 5.0 mL 体积分数为 1% 的氯化甲基三辛基铵-MIBK 溶液，混合均匀。

9.4 用 MIBK 定容并混合均匀。

9.5 吸喷试样溶液和铅工作标准溶液，记录吸光度，并经常确定零点是否漂移。

10 计算

10.1 将铅工作标准溶液的吸光度对质量浓度作曲线，从曲线上读出试样的铅含量。

10.2 如果原子吸收光谱仪配置了计算机软件，那么可用计算机进行上述计算。

11 质量控制

11.1 通过分析质量控制(QC)样品来确认仪器性能或测试过程的可靠性(见 6.13)。

11.2 如果实验室已经建立 QC 或质量保证(QA)协议，则在确认测试结果可靠性时可以使用。

11.3 如果实验室没有建立 QC/QA 协议，可以使用附录 A 作为 QC/QA 检测体系。

注：关于 QC/QA 的使用指导方法见 ASTM D6792。

12 报告

报告从第 10 章中计算得到的试样的铅含量，精确到质量浓度 0.1 mg/L。

13 精密度和偏差

13.1 精密度

按下述规定判断试验结果的可靠性(95%置信水平)。

13.1.1 重复性, r

同一个操作者,在同一实验室,使用同一台仪器,对同一试样进行连续测定,所得两个试验结果之差不应超过 1.3 mg/L。

13.1.2 再现性, R

由不同的操作者,在不同的实验室,使用不同的仪器,对同一试样进行测定,所得两个单一和独立的试验结果之差不应超过 2.6 mg/L。

13.2 偏差

两个独立的实验室分析同一标准物质,两个实验室的测定结果与标准值之差都在本标准重复性的要求范围内,无显著偏差,见表 1。

表 1 标准物质铅含量测定结果

标准物质	标准值/(mg/L)	测定值/(mg/L)			
		实验室 1		实验室 2	
SRM2712	8.1	8.3	8.6	8.8	8.6
SRM2713	13.5	13.3	14.0	13.0	13.3
SRM2714	19.5	20.0	20.5	—	—

附 录 A
(资料性附录)
质量控制监测

A.1 QC 样品的使用

A.1.1 通过分析质量控制(QC)样品来确定仪器是否正常或测试过程是否正确。

A.1.2 在监控分析测试过程之前,应确定 QC 样品的平均值和控制范围(见 NB/SH/T 0843)。

A.1.3 根据 QC 样品的结果和对控制图表或其他统计技术的分析,确定整个测试过程的统计控制状况。找出测试结果超出范围的原因,重新校正曲线即可。

A.1.4 QC 样品的测试频率取决于对分析质量的要求、测试过程所表现的稳定性及客户的要求。一般来说,应该在每天分析之前进行 QC 样品的测试。如果日常分析的样品很多, QC 样品测试的频率应该增加。但是,当测试过程表现很稳定时, QC 样品测试的频率可以减少。

A.2 QC 样品的选择

QC 样品的种类应该与日常分析的样品类似。QC 样品应该供应充足,以用作较长一段时间内的质量控制,在所满足的储存条件下能够保持均匀稳定。

参 考 文 献

- [1] NB/SH/T 0843 石化行业分析测试系统的评价 统计技术法
- [2] ASTM D6792 Practice for Quality System in Petroleum Products and Lubricants Testing Laboratories
-

中国石化

中国石化

中华人民共和国
国家标准
汽油中铅含量的测定 原子吸收光谱法
GB/T 8020—2015

*

中国标准出版社出版发行
北京市朝阳区和平里西街甲2号(100029)
北京市西城区三里河北街16号(100045)

网址 www.spc.net.cn

总编室:(010)68533533 发行中心:(010)51780238

读者服务部:(010)68523946

中国标准出版社秦皇岛印刷厂印刷
各地新华书店经销

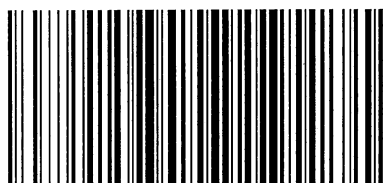
*

开本 880×1230 1/16 印张 0.75 字数 14 千字
2016年3月第一版 2016年3月第一次印刷

*

书号: 155066·1-53134 定价 16.00 元

如有印装差错 由本社发行中心调换
版权专有 侵权必究
举报电话:(010)68510107



GB/T 8020-2015