

文章编号:1671-6833(2013)04-0107-03

# 原子吸收法快速测定汽油中的铅、锰和铁

杨智灵

(河南省产品质量监督检验院, 河南 郑州 450004)

**摘要:**采用原子吸收法测定汽油中的铅、锰、铁,提出消解预处理样品,并与国标方法进行了比较.结果表明:铅、锰、铁含量在 $0 \sim 4 \text{ mg} \cdot \text{L}^{-1}$ 范围内线性关系良好,相关系数均大于0.999.铅、锰和铁的检出限分别为: $0.023 \text{ mg} \cdot \text{L}^{-1}$ 、 $0.068 \text{ mg} \cdot \text{L}^{-1}$ 和 $0.012 \text{ mg} \cdot \text{L}^{-1}$ ,均远低于国家标准的定量下限.重复性实验得到铅、锰和铁的测量平均误差和相对标准偏差均低于0.02,方法的精密度好.样品加标回收实验得到铅、锰和铁的加标回收率分别为:92.5%~98.1%、95.6%~106.2%和96.8%~107.1%,回收率高、方法的准确度高.

**关键词:**原子吸收法;汽油;铅;锰;铁

**中图分类号:** TS201.1

**文献标志码:** A

**doi:**10.3969/j.issn.1671-6833.2013.04.025

## 0 引言

随着我国汽车工业的快速发展,汽油的用量不断增大.由于汽油中铅、锰和铁的含量对油品的质量及环境污染有较大影响,所以其铅、锰和铁的含量列入了国家标准中的强制检测指标<sup>[1]</sup>.标准中指出,汽油中铅含量 $\leq 0.005 \text{ g/L}$ ,锰含量 $\leq 0.016 \text{ g/L}$ ,铁含量 $\leq 0.010 \text{ g/L}$ .为了保证汽油的质量,有效保护环境和人体健康,准确测定汽油中铅、锰和铁的含量具有十分重要的意义.国标 GB 8020—87、SH/T 0711—2002 和 SH/T 0712—2002 中分别制定了汽油中铅、锰和铁的测定方法<sup>[2-4]</sup>.这些方法存在以下问题:(1)过程较复杂、各元素处理方法各异,直接导致检测时间较长<sup>[5]</sup>;(2)测试过程中均需试剂氯化甲基三辛基铵,测定锰、铁时标准品为磺酸锰和二环戊二烯基合铁,这些药品不易购置;(3)GB 8020—87 中铅的定量下限为 $2.5 \sim 25 \text{ mg} \cdot \text{L}^{-1}$ ,而目前市场上汽油中铅含量一般为 $\leq 0.2 \text{ mg} \cdot \text{L}^{-1}$ ,部分在 $<0.1 \text{ mg} \cdot \text{L}^{-1}$ ,国标方法定量下限太高.因此,找到一种快速、准确、有效的汽油中铅、锰和铁的测定方法是目前亟待解决的问题.

基于此,笔者采用原子吸收法测定汽油中铅、锰和铁,用浓硫酸对样品进行碳化处理,然后采用混合酸( $\text{HNO}_3$ : $\text{HClO}_4$ )对其进行消解,消解液采

用原子吸收分光光度计即可一次性、快速、连续测定样品中铅、锰和铁的含量.实验结果表明,笔者所采取的方法是一种测定汽油中铅、锰和铁快速、有效、实用的方法.

## 1 实验部分

### 1.1 主要仪器与试剂

日本日立公司 Z-8200 原子吸收分光光度计.

仪器测定条件为铅含量测定:波长为 $283.3 \text{ nm}$ ;狭缝宽度为 $1.30 \text{ nm}$ ;锰含量测定:波长为 $279.6 \text{ nm}$ ;狭缝宽度为 $0.40 \text{ nm}$ ;铁含量测定:波长为 $248.3 \text{ nm}$ ;狭缝宽度为 $0.20 \text{ nm}$ ;其它测试条件相同为:空心阴极灯电流为 $5.5 \text{ mA}$ ;燃烧器高为 $7.5 \text{ mm}$ ,火焰类型是空气/乙炔,空气流量为 $15 \text{ L} \cdot \text{min}^{-1}$ ,乙炔流量为 $1.0 \text{ L} \cdot \text{min}^{-1}$ .

标准试剂:铅标准溶液(GSB 04—1742—2004):浓度 $1\,000 \text{ mg} \cdot \text{L}^{-1}$ ,介质溶液( $1.0 \text{ mol} \cdot \text{L}^{-1} \text{ HNO}_3$ ),国家标准物质研究中心;锰标准溶液(GSB04—1736—2004):浓度 $1\,000 \text{ mg} \cdot \text{L}^{-1}$ ,介质溶液( $1.0 \text{ mol} \cdot \text{L}^{-1} \text{ HNO}_3$ ),国家标准物质研究中心;铁标准溶液(GSB 04—1726—2004):浓度 $1\,000 \text{ mg} \cdot \text{L}^{-1}$ ,介质溶液( $1.0 \text{ mol} \cdot \text{L}^{-1} \text{ HNO}_3$ ),国家标准物质研究中心.

实验用水为自制双蒸去离子水.

收稿日期:2013-02-05;修订日期:2013-06-10

作者简介:杨智灵(1962-),女,河南郑州人,高级工程师,主要从事分析和产品质量检测相关的研究及管理工作,E-mail: yangzhiling007@sina.com.

1.2 实验方法

1.2.1 样品的处理

取汽油样品 2.0 mL 于三角烧瓶中,向其中加入浓硫酸 2.0 mL,将三角瓶置于电热板上,将样品碳化,然后向其中加入混合酸( $\text{HNO}_3$  和  $\text{HClO}_4$  的体积比为 4:1),消解碳化后的样品,必要时补加一定量的混合酸至样品为透明(无色或浅黄色),冷却至室温后转移至 10 mL 容量瓶中定容备用,同时做空白样。

1.2.2 标准溶液的配制

铅标准溶液系列:吸取 10.0 mL 铅标准溶液,置于 100 mL 容量瓶中,用  $1.0\text{ mol}\cdot\text{L}^{-1}\text{HNO}_3$  溶液稀释至刻度,混匀,得  $100\text{ mg}\cdot\text{L}^{-1}$  铅标准使用液。准确量取铅标准使用液 0 mL、0.5 mL、1.0 mL、2.0 mL、4.0 mL,将其加入 100 mL 容量瓶中,用  $1.0\text{ mol}\cdot\text{L}^{-1}\text{HNO}_3$  溶液稀释至刻度,混匀,配置成  $0\text{ mg}\cdot\text{L}^{-1}$ 、 $0.5\text{ mg}\cdot\text{L}^{-1}$ 、 $1.0\text{ mg}\cdot\text{L}^{-1}$ 、 $2.0\text{ mg}\cdot\text{L}^{-1}$ 、 $4.0\text{ mg}\cdot\text{L}^{-1}$  铅标准溶液系列,备用;

锰标准溶液系列:吸取 10.0 mL 锰标准溶液,置于 100 mL 容量瓶中,用  $1.0\text{ mol}\cdot\text{L}^{-1}\text{HNO}_3$  溶液稀释至刻度,混匀,得  $100\text{ mg}\cdot\text{L}^{-1}$  锰标准使用液。准确量取锰标准使用液 0 mL、0.5 mL、1.0 mL、2.0 mL、4.0 mL,将其加入 100 mL 容量瓶中,用  $1.0\text{ mol}\cdot\text{L}^{-1}\text{HNO}_3$  溶液稀释至刻度,混匀,配置成  $0\text{ mg}\cdot\text{L}^{-1}$ 、 $0.5\text{ mg}\cdot\text{L}^{-1}$ 、 $1.0\text{ mg}\cdot\text{L}^{-1}$ 、 $2.0\text{ mg}\cdot\text{L}^{-1}$ 、 $4.0\text{ mg}\cdot\text{L}^{-1}$  锰标准溶液系列,备用;

铁标准溶液系列:吸取 10.0 mL 铁标准溶液,置于 100 mL 容量瓶中,用  $1.0\text{ mol}\cdot\text{L}^{-1}\text{HNO}_3$  溶液稀释至刻度,混匀,得  $100\text{ mg}\cdot\text{L}^{-1}$  铁标准使用液。准确量取铁标准使用液 0 mL、0.5 mL、1.0 mL、2.0 mL、4.0 mL,将其加入 100 mL 容量瓶中,用  $1.0\text{ mol}\cdot\text{L}^{-1}\text{HNO}_3$  溶液稀释至刻度,混匀,配置成  $0\text{ mg}\cdot\text{L}^{-1}$ 、 $0.5\text{ mg}\cdot\text{L}^{-1}$ 、 $1.0\text{ mg}\cdot\text{L}^{-1}$ 、 $2.0\text{ mg}\cdot\text{L}^{-1}$ 、 $4.0\text{ mg}\cdot\text{L}^{-1}$  铁标准溶液系列,备用。

1.2.3 样品的测定

用配置好的铅、锰、铁标准溶液系列按照仪器测定条件测定,绘制相应标准曲线,并在同一条件下测定样品溶液中被测元素的吸光度,同时,采用标准方法对样品进行测定。

2 结果与讨论

2.1 铅、锰和铁的标准曲线和检出限

在仪器测定条件下,按照实验方法分别测定不同浓度铅、锰及铁标准溶液的吸光度,根据测得

吸光度绘制相应的铅、锰及铁标准工作曲线,见图 1。由图 1 可知,铅、锰和铁标准溶液的质量浓度在  $0\sim4\text{ mg}\cdot\text{L}^{-1}$  范围内均呈线性关系,铅的线性回归方程为  $A_1=0.004\ 32\ C_1+0.000\ 27$ ,相关系数  $R^2$  为  $0.999\ 9$ ;锰的线性回归方程为  $A_2=0.033\ 86\ C_2+0.000\ 13$ ,相关系数  $R^2$  为  $0.999\ 4$ ;铁的线性回归方程为  $A_3=0.016\ 34\ C_3+0.003\ 2$ ,相关系数  $R^2$  为  $0.999\ 7$ ,线性关系良好。平行测定铅、锰及铁空白样溶液各 11 次,得到铅、锰及铁的检出限分别为  $0.023\text{ mg}\cdot\text{L}^{-1}$ 、 $0.068\text{ mg}\cdot\text{L}^{-1}$  和  $0.012\text{ mg}\cdot\text{L}^{-1}$ ,均远低于国标中的定量下限  $2.5\text{ mg}\cdot\text{L}^{-1}$ 、 $0.25\text{ mg}\cdot\text{L}^{-1}$  和  $2.0\text{ mg}\cdot\text{L}^{-1}$ 。

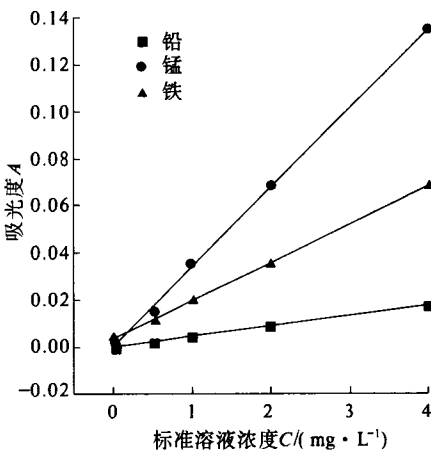


图 1 铅、锰和铁标准工作曲线  
Fig.1 The standard curve of lead, manganese and iron

2.2 测试方法的精密度与准确度

2.2.1 重复性实验

为了验证本实验样品处理及测定方法的精密度,在仪器测定条件下,按照实验方法取市售汽油样品 1#,测定其中铅、锰及铁的含量,测定次数为 11 次,所得结果见表 1。

由表 1 可以看出,在实验方法下,汽油样品 1#测定 11 次,铅、锰及铁的平均误差分别为:  $0.012\ 4$ 、 $0.010\ 1$  和  $0.014\ 7$ ,均低于  $0.02$ ;相对标准偏差分别为  $0.013\ 9$ 、 $0.011\ 0$  和  $0.018\ 2$ ,均低于  $0.02$ 。以上表明本实验所采用的方法平均误差和相对标准偏差均很低,具有较好的精密度。

2.2.2 样品的加标回收率

为了验证本实验样品处理及测定方法的准确度,在仪器测定条件下,按照实验方法取市售汽油样品 1#,文献[6]的方法进行了铅、锰及铁的加标回收实验,结果见表 2。

由表 2 可知,实验得到铅、锰及铁的加标回收率

表 1 重复性实验结果

Tab. 1 The repetitive experimental results			
平行样 编号	检测指标/(mg·L <sup>-1</sup> )		
	铅质量浓度	锰质量浓度	铁质量浓度
1	0.051 0	0.250 2	0.539 4
2	0.051 4	0.255 9	0.522 7
3	0.051 9	0.254 8	0.539 1
4	0.050 2	0.255 7	0.547 3
5	0.050 7	0.254 5	0.551 1
6	0.052 0	0.249 7	0.520 6
7	0.051 8	0.250 4	0.544 2
8	0.049 8	0.250 9	0.537 6
9	0.050 5	0.256 5	0.545 4
10	0.051 5	0.255 6	0.549 5
11	0.051 7	0.257 8	0.531 2
均值	0.051 1	0.253 8	0.538 9
平均误差	0.012 4	0.010 1	0.014 7
相对标准 偏差 RSD	0.013 9	0.011 0	0.018 2

表 2 加标回收实验结果

Tab. 2 The addition recovery experimental results				
元素	样品值/ (mg·L <sup>-1</sup> )	加标量/ (mg·L <sup>-1</sup> )	测量值/ (mg·L <sup>-1</sup> )	回收率/ %
铅	0.051 3	0.051 0	0.100 4	98.1
		0.102 0	0.141 8	92.5
		0.153 1	0.196 8	96.3
		0.252 1	0.483 3	95.6
锰	0.253 4	0.502 7	0.803 0	106.2
		0.753 1	1.030 7	102.4
		0.535 6	1.039 7	96.8
铁	0.538 5	1.065 5	1.673 1	104.5
		1.561 3	2.247 7	107.1

表 3 汽油样品测定结果

Tab. 3 The sample determine result of motor gasoline									
样品 编号	铅质量浓度/(mg·L <sup>-1</sup> )		相对误 差/%	锰质量浓度/(mg·L <sup>-1</sup> )		相对误 差/%	铁质量浓度/(mg·L <sup>-1</sup> )		相对误 差/%
	本文	国标		本文	国标		本文	国标	
1 <sup>#</sup>	0.051 7	0.052 6	1.74	0.254 3	0.248 0	2.48	0.537 1	0.544 6	1.40
2 <sup>#</sup>	0.028 5	0.029 2	2.46	0.543 1	0.552 8	1.79	2.374 1	2.450 1	3.12
3 <sup>#</sup>	0.061 3	0.060 7	0.98	0.963 2	0.983 5	2.11	3.456 2	3.370 8	2.47
4 <sup>#</sup>	0.127 1	0.129 8	2.12	2.432 1	2.469 8	1.55	1.573 3	1.546 2	1.72
5 <sup>#</sup>	0.085 4	0.084 2	1.41	1.378 5	1.331 6	3.40	0.923 8	0.947 2	2.53

参考文献:

[1]倪蓓,龙军,付兴国,等. GB 17930—2011. 汽油[S]. 北京:中国标准出版社,2011.

[2]徐延康. GB 8020—87 汽油铅含量测定方法(原子吸收光谱法)[S]. 北京:中国标准出版社,1987.

[3]何京. SH/T 0711—2002 汽油中锰含量测定方法(原子吸收光谱法)[S]. 北京:国家经济贸易委员会,2002.

[4]何京,王霞. SH/T 0712—2002 汽油中铁含量测定方法(原子吸收光谱法)[S]. 北京:国家经济贸易委员会,2011.

[5]陈信悦,吴建国,孙延伟,等. 电感耦合等离子体发射光谱法测定汽油中铅、锰、铁和磷[J]. 光谱实验室,2009,26(5):1109-1113.

[6]穆家鹏. 原子吸收分析方法手册[M]. 北京:原子能出版社,1989:241.

(下转第 114 页)

分别为:铅 92.5% ~ 98.1%, 锰 95.6% ~ 106.2%, 铁 96.8% ~ 107.1%. 以上表明本实验方法回收率高,具有较好的准确度.

2.3 样品的测定

按照实验部分 1.2 中的实验方法,取市场上汽油样品 5 种,标为 1<sup>#</sup>,2<sup>#</sup>,3<sup>#</sup>,4<sup>#</sup>,5<sup>#</sup>,分别采用本文方法和国标方法对样品中的铅、锰及铁的含量进行测定,结果见表 3.

由表 3 可知,采用本实验方法测定的汽油中铅、锰及铁的含量与相应国标方法间的相对误差分别为:铅 0.98% ~ 2.46%, 锰 1.55% ~ 3.40%, 铁 1.40% ~ 3.12%, 这表明本实验方法可靠.

3 结论

笔者采用原子吸收法测定汽油中的铅、锰和铁,以消解的方式对样品进行预处理,该方法简便、快捷,克服了国标方法繁琐、耗时、预处理试剂不易购得的缺陷. 在质量浓度范围为 0 ~ 4 mg·L<sup>-1</sup>, 铅、锰和铁标准溶液均呈良好的线性关系, 铅、锰和铁的检出限分别为:0.023 mg·L<sup>-1</sup>、0.068 mg·L<sup>-1</sup>和 0.012 mg·L<sup>-1</sup>,均远低于国家标准中的定量下限. 重复性实验得到方法的平均误差和相对标准偏差均很低,方法的精密度好;样品加标回收实验的回收率高,方法准确度高. 采用笔者方法和国标方法对 5 种市售汽油中铅、锰和铁进行了测定,方法间的相对误差均在 3.5% 以内,方法可靠. 本方法适合于汽油中的铅、锰、铁的快速测定.

## A New Method for Multi-Aircraft Cooperative Communication in the VHF Aeronautical Channel

WANG Zhong-yong<sup>1</sup>, DANG Gang<sup>1</sup>, YUAN Hong-bo<sup>2</sup>, ZHANG Da-peng<sup>2</sup>

(1. School of Information Engineering, Zhengzhou University, Zhengzhou 450001, China; 2. Department of Aeronautic Electronic Engineering, The First Aeronautical College of Air Force, Xinyang 464000, China)

**Abstract:** In view of the high BER (Bit Error Rate) caused by a variety of interference in the aeronautical communications, this paper proposes the multi-aircraft cooperative communication scheme for the case that a direct link does or doesn't exist separately to improve the diversity gain in aeronautical channel. The proposed scheme could achieve high data rate, effectively resist multi-path fading, and expand the communication range in conditions of fixed airborne communication equipment modulation and constant transmission power. By analyzing whether there is a direct link for transmitting signals in VHF channel, we give both the amplify-and-forward and decode-and-forward cooperative communication mode based on the model of aeronautical channel. What's more, the maximum ratio combining method is utilized to improve the SNR (Signal to Noise Ratio) at the receiving end. Simulation results show that the multi-aircraft DF has optimal performance of BER when direct link exists, and the multi-aircraft AF has optimal performance of BER when direct link does not exist, when the parameters of air-to-air and air-to-ground channels are given.

**Key words:** aeronautical channel; amplify-and-forward (AF); decode-and-forward (DF); multi-aircraft cooperative communication

(上接第 109 页)

## Rapid Determination of Lead, Manganese, and Iron in Gasoline with Atomic Absorption Spectrophotometry

YANG Zhi-ling

(Henan Province Product Quality Supervision and Inspection Center, Zhengzhou 450004, China)

**Abstract:** An atomic absorption spectrophotometry method for the determination of Pb, Mn, and Fe in motor gasoline was studied. Digestion method for pretreatment of samples was proposed. And comparison of method between this work and national standard was carried out. The results showed that the linear relation between absorbance and ion concentration were good in the range of  $0 \sim 4 \text{ mg} \cdot \text{L}^{-1}$ . The correlation coefficients were all more than 0.999. The detection limit of Pb, Mn, and Fe which were all lower than the quantitative lower limits of national standard were  $0.023 \text{ mg} \cdot \text{L}^{-1}$ ,  $0.068 \text{ mg} \cdot \text{L}^{-1}$ , and  $0.012 \text{ mg} \cdot \text{L}^{-1}$ , respectively. The average error and relative standard deviation of measurement were all lower than 0.02 which showed that the precision and accuracy of this method is satisfied. The values of recovery of Pb, Mn, and Fe were in the range of 92.5% ~ 98.1%, 95.6% ~ 106.2%, and 96.8% ~ 107.1%, respectively. It showed that the recovery is high and the method is accurate. The content of Pb, Mn, and Fe in five kinds of motor gasoline were determined by methods of this work and national standard with an average error lower than 3.5% which showed that the method is reliable.

**Key words:** atomic absorption spectrophotometer; gasoline; lead; manganese; iron