

岛津应用数据集

●光谱分析

原子吸收分光光度法快速测定汽油中的锰

摘要：采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 0.15-25.00mg/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0.018g/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。

1.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：279.5nm 狭缝：0.2nm

点灯方式：BGC-D₂ 燃气流量：1.3L/min

助燃气流量：15L/min 燃烧器高度：5mm

1.3 试剂

碘-甲苯溶液（0.03g/mL）：用甲苯溶解 3.0g 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 88.0g（100mL）氯化钾基三辛基铵，并稀释到 1L。

1%（V/V）氯化钾基三辛基铵-（MIBK）溶液：用 MIBK 溶解 8.8g（100mL）氯化钾基

三辛基铵，并稀释到 1L。

溶剂油：符合 SH0005 要求。配制 264.20mg/L 的锰的标准溶液：称取 951.12mg 的 $\text{MnCl}_2 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$ ，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 30mL MIBK 50mL 的容量瓶中使用移液管移取 5mL 汽油试样，并摇匀。用 0.5mL 移液管移取 0.1mL 碘-甲苯溶液，摇匀并反应 1 分钟。然后加入 5mL 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。

2.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）。

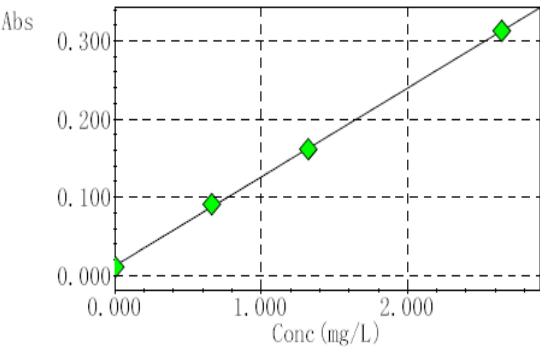


图 1 工作曲线图

在 0.00~2.64mg/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：

表格 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则定 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 0.015mg/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（%）
SJ84#	0.73	0.528	1.24	96.59
			1.21	90.30
			1.23	95.00

3.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 0.15-25.00mg/L 范围内的要求。该方法具有灵敏度高，操作简便等优点。