

中华人民共和国石油化工行业标准

SH/T 0712—2002

汽油中铁含量测定法 (原子吸收光谱法)

Standard test method for iron in gasoline
by atomic absorption spectroscopy

2002-05-31 发布

2002-07-01 实施

国家经济贸易委员会 发布

前 言

本标准适用于汽油中铁含量的测定，铁的测定范围为 2.0mg/L ~ 25.0mg/L。汽油试样采用碘-甲苯溶液处理，经氯化甲基三辛基铵-甲基异丁基酮(MIBK)溶液稀释后，用原子吸收光谱仪在 248.3nm 处测定铁含量。本标准对于含有甲基叔丁基醚、甲基叔戊基醚和乙醇的汽油同样适用。

本标准由中国石油化工股份有限公司提出。

本标准由中国石油化工股份有限公司石油化工科学研究院归口。

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。

本标准主要起草人：何京、王霞。

汽油中铁含量测定法
(原子吸收光谱法)

SH/T 0712—2002

Standard test method for iron in gasoline by
atomic absorption spectroscopy

1 范围

- 1.1 本标准适用于汽油中总铁含量的测定，铁含量的测定范围为 2.0mg/L~25.0mg/L。
- 1.2 本标准对含有甲基叔丁基醚(MTBE)、甲基叔戊基醚(TAME)和乙醇的汽油同样适用。至于其他浓度范围或含有其他含氧化合物的汽油中铁含量的测定均未做过试验。
- 1.3 本标准并未对所涉及的所有安全问题提出建议。本标准的用户在使用前应建立适当的安全防范措施，并确定适当的规章制度。

2 引用标准

下列标准包括的条文，通过引用而构成为本标准的一部分。除非在标准中另有明确规定，下述引用标准都应是现行有效标准。

- GB/T 4756 石油液体手工取样法
GB/T 6683 石油产品试验方法精密度数据确定法
SH 0005 油漆工业用溶剂油

3 方法概要

汽油试样用碘-甲苯溶液处理，用氯化甲基三辛基铵-甲基异丁基酮(MIBK)溶液稀释后，用原子吸收光谱仪在 248.3nm 处测定试样中的铁含量。

4 意义和用途

我国在汽油产品标准中规定汽油中不得人为加入铁，但有些生产厂或销售部门仍向汽油中加入有机铁化合物。本标准提供了一种测定汽油中铁含量的标准方法。

5 仪器

- 5.1 原子吸收光谱仪：能够进行背景校正，配有铁空心阴极灯，在 248.3nm 处测定汽油中的铁含量。
- 5.2 容量瓶：50mL、100mL、250mL、1000mL。
- 5.3 移液管：0.5mL、5.0mL。
- 5.4 玻璃烧杯：100mL。

6 试剂

6.1 试剂纯度：除特殊说明外，均应使用分析纯试剂。若使用其他级别的试剂，则以其纯度不会降低测定准确度为准。

6.2 结晶碘。

6.3 甲苯。

警告：甲苯属易燃品，且吸入有害，应注意适当通风，避免吸入和接触皮肤。

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

6.5 二环戊二烯基合铁(俗称：二茂铁， $C_{10}H_{10}Fe$)：纯度不低于 95% (m/m)，需在室温下干燥保存。

6.6 氯化甲基三辛基铵：纯度不低于 90% (m/m)。

6.7 甲基异丁基酮(MIBK)。

警告：氯化甲基三辛基铵和 MIBK 属中等毒性。使用时应注意通风，避免吸入和接触皮肤。

6.8 10% (V/V)氯化甲基三辛基铵-MIBK 溶液：用 MIBK 溶解 88.0g(100mL)氯化甲基三辛基铵，并稀释到 1L。

6.9 1% (V/V)氯化甲基三辛基铵-MIBK 溶液：用 MIBK 溶解 8.8g(10mL)氯化甲基三辛基铵，并稀释到 1L。

6.10 溶剂油：符合 SH 0005 要求。

7 准备工作

7.1 配制铁标准溶液 A(264.20mg/L)：准确称取二茂铁 0.231g(精确至 0.1mg)于 100mL 烧杯中，用 10% (V/V)氯化甲基三辛基铵-MIBK 溶液溶解，将溶液转移到 250mL 容量瓶中，用 10% (V/V)氯化甲基三辛基铵-MIBK 溶液稀释到刻度，摇匀。

7.2 配制铁标准溶液 B、C、D(5.28mg/L、13.21mg/L 和 26.42mg/L)：准确移取 1.0mL、2.5mL 和 5.0mL 铁标准溶液 A 于三个 50mL 容量瓶中，分别加入 5.0mL 1% (V/V)氯化甲基三辛基铵-MIBK 溶液，再用 MIBK 稀释到刻度。

7.3 配制铁标准工作曲线溶液(0.53mg/L、1.32mg/L 和 2.64mg/L)：在四个 50mL 容量瓶中分别加入 30mL MIBK 和 5.0mL 溶剂油，其中三个容量瓶分别加入 5.0mL 铁标准溶液 B、C 和 D，另一个作空白。用 0.5mL 移液管向这四个容量瓶中分别加入 0.1mL 碘-甲苯溶液，摇匀，反应约 1min，再加入 5.0mL 1% (V/V)氯化甲基三辛基铵-MIBK 溶液，用 MIBK 稀释到刻度。

8 取样

取样应按照 GB/T 4756 的要求进行。汽油样品直接取入避光容器内，并尽快分析。

9 校准

9.1 仪器调节：按照仪器操作手册中的说明调节仪器参数，调整雾化器、乙炔气和空气流量，得到贫燃火焰。在 248.3nm 处测定铁含量。由于有机物在燃烧过程中会产生较大的背景干扰信号，因此需要采用仪器扣背景功能，扣除有机物对测定的干扰影响，得到准确结果。

9.2 依次喷入铁标准工作曲线溶液，记录吸光度，绘制标准工作曲线，检查数据线性。若曲线弯曲，则重新调节进样量或气体流速，直至获得良好的线性。

10 试验步骤

10.1 在盛有 30mL MIBK 的 50mL 容量瓶中，用移液管加入 5.0mL 汽油试样，并摇匀。

- 10.2 用 0.5mL 移液管向容量瓶中加入 0.1mL 碘-甲苯溶液，摇匀，反应约 1min。
 10.3 加入 5.0mL 1% (V/V) 氯化甲基三辛基铵-MIBK 溶液，用 MIBK 稀释到刻度，并摇匀。
 10.4 依次喷入铁标准工作曲线溶液和待测试样溶液，记录吸光度值。

注意：由于吸光度会随着时间而发生变化，故应同时测定铁标准工作曲线溶液和试样。

11 计算

根据式(1)计算试样中铁含量(mg/L)，精确至 0.1mg/L：

$$\text{铁含量} = \frac{C \times V_2}{V_1} \dots\dots\dots (1)$$

式中：

C ——从标准工作曲线中读出的试样溶液中的铁浓度，mg/L；

V_1 ——取样体积，按照 10.1 条为 5.0mL；

V_2 ——稀释体积，按照 10.1 条为 50.0mL。

12 精密度与偏差

按下述规定判断结果的可靠性(95%置信水平)。

12.1 精密度

经实验室间的统计考察，按照 GB/T 6683 标准，得到方法的精密度如下：

12.1.1 重复性

同一操作者，用同一台仪器，在恒定的操作条件下，对同一试样连续测定的两个试验结果之差不应超过下值：

$$0.65X^{0.48}$$

式中：

X ——两个结果的平均值，mg/L。

12.1.2 再现性

不同实验室工作的不同操作者，对同一试样所测定的两个独立的试验结果之差不应超过下值：

$$0.55X^{0.79}$$

式中：

X ——两个结果的平均值，mg/L。

12.2 偏差

因为没有合适的参考物，该方法的偏差无法确定。