



# 中华人民共和国出入境检验检疫行业标准

SN/T 3301—2012

## 汽油中锰、铁、铅含量的测定 电感耦合等离子体原子发射光谱法

Determination of manganese, iron, lead in gasoline—Inductively coupled plasma  
atomic emission spectrometry (ICP-AES)

2012-10-23 发布

2013-05-01 实施



中 华 人 民 共 和 国  
国家质量监督检验检疫总局 发 布

中华人民共和国出入境检验检疫  
行 业 标 准  
汽油中锰、铁、铅含量的测定  
电感耦合等离子体原子发射光谱法  
SN/T 3301—2012

\*

中国标准出版社出版  
北京市朝阳区和平里西街甲2号(100013)  
北京市西城区三里河北街16号(100045)  
总编室:(010)64275323

网址 [www.spc.net.cn](http://www.spc.net.cn)

中国标准出版社秦皇岛印刷厂印刷

\*

开本 880×1230 1/16 印张 0.5 字数 8 千字  
2013 年 3 月第一版 2013 年 3 月第一次印刷  
印数 1—1 600

\*

书号: 155066 • 2-24792 定价 14.00 元

## 前 言

本标准按照 GB/T 1.1—2009 给出的规则起草。

请注意本文件的某些内容可能涉及专利。本文件的发布机构不承担识别这些专利的责任。

本标准由国家认证认可监督管理委员会提出并归口。

本标准起草单位：中华人民共和国宁波出入境检验检疫局。

本标准主要起草人：袁丽凤、华正江、王栋、林振兴、邬蓓蕾、王群威、罗川、任飞。

# 汽油中锰、铁、铅含量的测定

## 电感耦合等离子体原子发射光谱法

### 1 范围

本标准规定了用电感耦合等离子体原子发射光谱法测定汽油中锰、铁、铅含量的方法。

本标准适用于测定汽油中锰、铁、铅含量的测定。铁元素的检出限为 0.5 mg/kg, 锰元素的检出限为 0.1 mg/kg, 铅元素的检出限为 2.0 mg/kg。

### 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

### 3 方法提要

取一定量经充分混匀的样品, 用溶剂稀释后得到试样溶液, 再以同样的方式制备标准溶液, 为了补偿各种试样因导入效应而引起的误差, 选择一种内标元素加入试样溶液和标准溶液中, 用蠕动泵将溶液导入 ICP 仪器中进行检测。通过比较试样溶液和标准溶液在特定波长处的发射强度, 计算试样溶液中被测元素的浓度, 内标法定量。

### 4 试剂和材料

- 4.1 正庚烷: 色谱纯, 不含有被测元素。
- 4.2 甲苯: 色谱纯, 不含有被测元素。
- 4.3 混合稀释剂: 3 体积的正庚烷(4.1)和 1 体积的甲苯(4.2)混合。
- 4.4 铁、锰、铅元素有机标样: 各元素浓度为 100 mg/kg 的混合有机标样或单元素有机标样均可。
- 4.5 钪内标: 浓度为 1 000 mg/kg。

### 5 仪器和设备

- 5.1 电感耦合等离子体发射光谱仪: 只要具备有石英炬管和高频发生器能形成等离子体的电感耦合等离子体发射光谱仪(无论顺序扫描或同时测定)均可使用。
- 5.2 雾化室: 外加循环冷凝水或半导体制冷装置, 能控制雾化室温度在 5℃ 以下。
- 5.3 蠕动泵进样管: 与稀释剂接触至少 6 h 不变型。
- 5.4 样品瓶: 30 mL~120 mL 带螺旋盖的 PET 塑料瓶。
- 5.5 超声波仪(推荐使用): 用于汽油样品中易挥发性物质的去除。
- 5.6 加氧装置: 用于改善 C 谱干扰和有效解决积炭问题。
- 5.7 天平: 感量为 0.1 mg。

6 取样

按 GB/T 4756 进行取样。

7 分析步骤

7.1 仪器准备

7.1.1 仪器条件

参照仪器手册中给出的用有机溶剂进样的操作条件,建立其选择使用混合稀释剂测定的仪器操作条件。

7.1.2 进样系统

7.1.2.1 雾化器:玻璃同心雾化器使用前应安装得当,要防止试样溶液泄漏。废液的排除要通畅,并有环型液封,才能保持等离子炬焰的稳定性。

7.1.2.2 蠕动泵:启动前先检查蠕动泵进样管是否已经变形,必要时进行更换;检查溶液进样速度,将其调节到所需的进样速度。

7.1.2.3 ICP 激发源:在试样分析前至少 30 min 点燃等离子体,经过预热周期后喷雾混合稀释剂,并检查炬管点燃炬焰后是否积炭,一旦发现有积炭,应立即更换炬管。

注:一个防止积炭的有效办法是加入氧气到辅助气流中。

7.1.3 波长轮廓扫描

按仪器操作说明书进行波长扫描校对。

7.1.4 操作参数选择

建立适当的仪器操作工作条件,以便能测量目标元素。这些参数包括:元素、波长、背景校正、元素干扰系数(可选择)、积分时间及内标校正。推荐测定波长参见表 1,典型的操作参数参见附录 A。

表 1 各元素的测定波长

元素	推荐波长		
	nm		
铁	259.94	238.20	258.58
锰	257.610	257.372	
铅	220.35	283.31	

7.2 校准曲线的绘制

7.2.1 空白溶液的制备:称取钇内标(4.5)0.1 g(精确到 0.1 mg)到样品瓶中,用混合稀释剂(4.3)稀释到 20.0 g(精确到 0.1 mg),混合均匀。

7.2.2 系列标准工作溶液的制备:分别称取 0.2 g、1.0 g、2.0 g、3.0 g、4.0 g 有机标样(4.4)(精确到 0.1 mg)到样品瓶中,加入钇内标 0.1 g(精确到 0.1 mg),用混合稀释剂稀释到 20.0 g(精确到 0.1 mg),得到不同浓度的标准工作溶液系列,使被测样品中各种元素浓度落在标准工作曲线的线性范



围内,并充分摇匀后密封保存。

7.2.3 校正曲线的建立:通过运行空白溶液和标准工作溶液系列溶液,建立各元素浓度与各元素强度比和内标元素浓度与强度比之间的标准曲线。

7.3 试样测定

7.3.1 试样溶液的制备:称取汽油样品 10.0 g(精确到 0.1 mg)于样品瓶中,加入钪内标 0.1 g(精确到 0.1 mg),用混合稀释剂稀释到 20.0 g(精确到 0.1 mg),摇匀,打开样品瓶盖,于 35 ℃ 的水浴中超声 30 min 后进行 ICP-AES 检测。

7.3.2 试样分析:按照与空白溶液和标准系列溶液相同的检测条件测定试样溶液。通过校正曲线得到试样溶液中元素的浓度。

7.3.3 分析结果核对:每分析 5 个试样后,用标准溶液校对一次。如果所得结果超出所希望浓度的 5%时,为了确保结果的准确性,需对仪器进行再校正,对试样重新进行分析。

8 结果计算

试样中各元素的含量按式(1)计算:

$$X_i = \frac{c_i \times m_1}{m} \dots\dots\dots (1)$$

式中:

- $X_i$  ——试样中各元素的含量,单位为毫克每千克(mg/kg);
- $c_i$  ——从标准曲线上得到的各元素的含量,单位为毫克每千克(mg/kg);
- $m_1$  ——试样用稀释剂稀释后的总质量,单位为克(g);
- $m$  ——试样质量,单位为克(g)。

取两次测定结果的平均值,结果保留至 2 位有效数字。

注:如需得到以 mg/L 形式表示的铁、锰、铅等元素含量,则需将 mg/kg 表示的结果乘上样品的密度得到。

9 精密度(95%置信度)

9.1 重复性

在重复性条件下进行检测,获得的各元素两次独立测试结果的绝对差值均不大于其算术平均值的 10%。

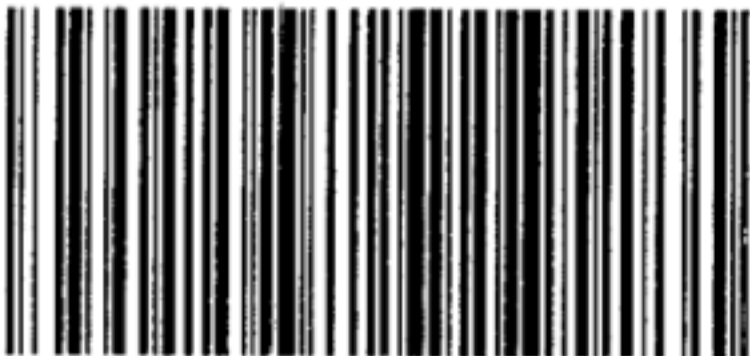
9.2 再现性

在再现性条件下进行检测,获得的各元素两次独立测试结果的绝对差值均不大于其算术平均值的 15%。

附录 A  
(资料性附录)  
典型的操作参数

表 A.1 典型的电感耦合等离子体发射光谱仪的操作参数

项 目	工作参数
功率/kW	1.50
观察高度/mm	7
冷却气流量/(L/min)	18.0
辅助气流量/(L/min)	0.75
雾化气流量/(L/min)	0.50
氧气流量/(L/min)	0.50
泵速(r/min)	6
积分时间/s	10
积分次数	3
注：以上参照条件在瓦里安 725-ES 仪器上是适用的。	



SN/T 3301-2012

书号:155066·2-24792  
定价： 14.00 元