

SN

中华人民共和国出入境检验检疫行业标准

SN/T 3234—2012

凝析油中砷和铅含量测定 石墨炉原子吸收法

Determination of arsenic and lead content in condensate oil—
Graphite furnace atomic absorption spectrometry

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

前 言

本标准按照 GB/T 1.1—2009 给出的规则起草。
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：中华人民共和国广东出入境检验检疫局。
本标准主要起草人：叶庆赞、张海峰、解伟欣、舒保、侯智文、刘建华。

凝析油中砷和铅含量测定
石墨炉原子吸收法

1 范围

本标准规定了用石墨炉原子吸收法测定凝析油中微量砷和铅的方法。
本标准适用于凝析油中砷铅含量的测定。测定范围：砷 25 $\mu\text{g/L}$ ~350 $\mu\text{g/L}$ ；铅 25 $\mu\text{g/L}$ ~400 $\mu\text{g/L}$ 。

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 分析实验室用水规格和试验方法
- JJG 694 原子吸收分光光度计
- SN/T 0826 进出口石油及液体石油产品取样法(手工取样)

3 术语和定义

下列术语和定义适用于本文件。

3.1

凝析油 condensate

也称凝析原油，开采原油或湿天然气时，集输的油田伴生气或天然气经压缩冷却后，其中部分轻质烃类凝缩成液态烃，在我国称凝析油，在国外称天然汽油。

4 原理

试样中加入碘氧化各种形态的有机砷和有机铅，用 10% 的硝酸把砷和铅萃取到水相，进石墨炉原子吸收光谱仪检测。

5 试剂

除另有说明外，所用试剂均为分析纯，水为 GB/T 6682 规定的二级水。

- 5.1 碘。
- 5.2 二甲苯。
- 5.3 油溶性破乳剂，工业上原油脱水用高分子破乳剂，选用的破乳剂型号应适合被试凝析油的破乳。
- 5.4 硝酸镁。
- 5.5 过氧化氢(30%)。
- 5.6 铅标准储备液(1 000 mg/L)，使用有证标准物质。
- 5.7 砷标准储备液(1 000 mg/L)，使用有证标准物质。

- 5.8 硝酸($\rho=1.42\text{ g/mL}$),优级纯,或砷和铅含量更低的硝酸,如光谱纯、工艺超纯、MOS级(电子工业专用高纯级)等。
- 5.9 硝酸(10%),用硝酸(5.8)配制。其砷和铅吸光度均不得超过0.015。
- 5.10 砷铅混合标准溶液($50.0\text{ }\mu\text{g/L}$),取砷铅的标准溶液(5.6)和(5.7),用硝酸(5.9)逐级稀释定容。
- 5.11 碘溶液(5%),称取5 g碘(5.1),用二甲苯(5.2)稀释定容至100 mL,低温避光保存。
- 5.12 硝酸镁-过氧化氢混合液[0.2% $\text{Mg}(\text{NO}_3)_2$ -0.45% H_2O_2],称取0.2 g硝酸镁(5.4),溶解于50 mL水,加入1.5 mL过氧化氢(5.5),加1 mL硝酸(5.9),定容至100 mL,低温避光保存。
- 5.13 破乳剂溶液(1+3),取10 mL破乳剂(5.3),用30 mL二甲苯(5.2)稀释,棕色试剂瓶保存。

6 仪器和设备

- 6.1 石墨炉原子吸收光谱仪,具有塞曼扣背景功能,稳定性和灵敏度应符合JJG 694 原子吸收分光光度计检定规程的要求。
- 6.2 砷、铅空心阴极灯。
- 6.3 氩气,纯度 $>99.995\%$ 。
- 6.4 天平,精度为0.01 g。
- 6.5 梨形分液漏斗,125 mL、250 mL。
- 6.6 容量瓶,100 mL。
- 6.7 单刻线移液管,5 mL、10 mL、25 mL、50 mL。
- 6.8 刻度移液管:2 mL、5 mL、10 mL。
- 6.9 量筒,50 mL、100 mL。

7 取样

应按照标准GB/T 4756 或SN/T 0826 中关于痕量金属检测取样办法,采用合适的容器取样、密封、保存和转移,并尽快分析。

8 分析步骤

8.1 样品处理

8.1.1 按照表1规定的样品处理条件,平行取两份样品,分别加入分液漏斗(6.5),并加入碘溶液(5.11),将分液漏斗振摇30 s,放置10 min。

表 1 样品处理条件

砷铅含量 μg/L	通常的取样量 mL	分液漏斗 mL	碘加入量 mL	处理方法
>400	5.00	125	1	振摇 30 s,静置 10 min
201~400	10.0		2	
40~200	25.0		4	
<40	50.0	250	6	
注 1: 有些油品加碘后会产生较多沉淀,可适当减少取样量,以确保检测准确度。				
注 2: 不同油品的还原性物质含量有区别,碘应适当过量。判断碘适当过量的依据是,第一次加酸萃取时的水相应呈现淡黄色或橙黄色。如水相无色,油相也无色或红色非常浅,应适当补加碘。				

8.1.2 加硝酸(5.9)30 mL,用力振摇 5 min,静置,完全分层后放出下层澄清液到 100 mL 容量瓶。重复操作一次,合并两次萃取液,用硝酸(5.9)定容,摇匀待测。

注:有些油品加酸振摇时易乳化,难以分层。可先加一滴破乳剂溶液(5.13),再加硝酸,以提高分层速度。同时,为加快乳浊液消失速度,振摇操作时,宜将分液漏斗按照水平用力振摇萃取,竖直轻摇破坏乳化层,静置待乳浊液消失,再重复用力振摇的顺序操作。水平用力振摇时间累计应达到 5 min。

8.1.3 按照 8.1.1 和 8.1.2 的步骤处理,不加入样品,得到试剂空白。玻璃器皿的冲洗参见附录 A。

8.2 标准曲线绘制

将砷铅混合标准溶液(5.10)和基体改进剂硝酸镁-过氧化氢混合液(5.12)倒入仪器自动进样器的样品瓶,设置标准曲线点:0 μg/L、10 μg/L、20 μg/L、35 μg/L、50 μg/L。曲线进样 20 μL,基体改进剂进样 5 μL,参照附录 B 推荐的条件进行测定。以砷或铅含量(μg/L)为横坐标,吸光度为纵坐标绘制标准曲线。

8.3 样品测定

在与测量标准曲线相同的条件下,以试剂空白调零,测定待测液(8.1.2)的吸光度。从标准曲线上得出相应的砷和铅的检测浓度。

9 结果计算和报告

9.1 砷或铅含量按式(1)计算:

$$X = (c_1 - c_0) \times \frac{V_1}{V} \dots\dots\dots (1)$$

式中:
X ——试样中铅或砷的含量,单位为微克每升(μg/L);
c₁ ——检测浓度,单位为微克每升(μg/L);
c₀ ——空白浓度,单位为微克每升(μg/L);
V₁ ——检测时定容体积,单位为毫升(mL);
V ——试样的体积,单位为毫升(mL)。

9.2 以两次平行测试结果的平均值作为样品的测试结果。计算结果保留到个位。检测结果低于 25 μg/L 的,一律以小于 25 μg/L 报出。

10 精密度

10.1 重复性

同一操作员重复测定两个结果的绝对差值与其算术平均值的比值不大于 10%。

10.2 再现性

由于凝析油挥发性很强,微量的有机铅和有机砷变化很快,存在样品保存、运输的困难,因此本方法没有规定再现性要求。

附 录 A
(资料性附录)
玻璃器皿的清洗

本标准是从油中萃取出重金属进行检测,接触过油的玻璃器皿污染较复杂,为确保清洗干净玻璃器皿,建议对玻璃器皿分类进行清洗:

- a) 配制标准曲线,未接触过油的容量瓶和移液管等玻璃器皿,用纯水冲洗 3 次,用 50%硝酸浸泡过夜,再用纯水冲洗 3 次,晾干待用。
- b) 接触过油的玻璃器皿,如取样的移液管、分液漏斗和容量瓶等,依次用四氢呋喃和乙醇冲洗 3 次,再按照 a)步骤处理。

附录 B
(资料性附录)
仪器参数和工作条件

本标准制定时采用的原子吸收光谱仪的仪器工作条件参数如表 B.1 所示。不同仪器的性能有差异,仅供参考。标准使用者应根据各自实验室仪器情况优化测试条件。

表 B.1 仪器参数和工作条件

工作条件		Pb			As		
推荐波长/nm		283.3			193.7		
光谱通带/nm		0.5			0.5		
灯电流/mA		2			6		
背景校正		塞曼			塞曼		
测量模式		峰高			峰高		
样品进样量/μL		20			20		
基改剂进样量/μL		5			5		
干燥	温度/℃	85	95	120*	85	95	120
	时间/s	5.0	40	10	5.0	40	10
	气体流量/(L/min)	3.0	3.0	3.0	3.0	3.0	3.0
灰化	温度/℃	699	699	800	800		
	时间/s	6.0	2.0	6.0	2.0		
	气体流量/(L/min)	3.0	3.0	3.0	0		
原子化	温度/℃	1 968			2 400		
	时间/s	2.9			2.9		
	气体流量/(L/min)	0			0		
热处理	温度/℃	2 400			2 800		
	时间/s	2.0			2.0		
	气体流量/(L/min)	3.0			3.0		

中华人民共和国出入境检验检疫
行 业 标 准
凝析油中砷和铅含量测定
石墨炉原子吸收法
SN/T 3234—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

中国标准出版社秦皇岛印刷厂印刷

*

开本 880×1230 1/16 印张 0.75 字数 11 千字
2013 年 4 月第一版 2013 年 4 月第一次印刷
印数 1—1 600

*

书号: 155066 • 2-24782 定价 16.00 元



SN/T 3234-2012