

# SN

## 中华人民共和国出入境检验检疫行业标准

SN/T 3016—2011

### 石脑油中汞含量测定 冷原子吸收光谱法

Determination of mercury content in naphtha—  
Cold atomic absorption spectrometry

2011-09-09 发布

2012-04-01 实施



中华人民共和国 发布  
国家质量监督检验检疫总局

中华人民共和国出入境检验检疫

行 业 标 准

石脑油中汞含量测定

冷原子吸收光谱法

SN/T 3016—2011

\*

中国标准出版社出版

北京复兴门外三里河北街16号

邮政编码:100045

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

电话:68523946 68517548

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 9 千字

2012年2月第一版 2012年2月第一次印刷

印数 1—1 600

\*

书号: 155066·2-22939 定价 14.00 元



## 前 言

本标准根据 GB/T 1.1—2009 的规则进行编写。

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：中华人民共和国辽宁出入境检验检疫局。

本标准主要起草人：孙延伟、陈信悦、吴建国、于孝展、徐宏伟、张颖焱、那晗、臧欣阳。



## 石脑油中汞含量测定 冷原子吸收光谱法

### 1 范围

本标准规定了冷原子吸收光谱法测定石脑油中汞含量的测定方法。

本标准适用于石脑油中汞含量为  $0.1 \mu\text{g}/\text{kg} \sim 200 \mu\text{g}/\text{kg}$  的测定。

### 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 602 化学试剂 杂质测定用标准溶液的制备(GB/T 602—2002, neq ISO 6353-1:1982)

GB/T 1884 原油和液体石油产品密度实验室测定法(密度计法)(GB/T 1884—2000, eqv ISO 3675:1988)

GB/T 4756 石油液体手工取样法(GB/T 4756—1998, eqv ISO 3170:1988)

GB/T 6682 分析实验室用水规格和试验方法(GB/T 6682—2008, mod ISO 3696:1987)

SH/T 0604 原油和石油产品密度测定法(U形振动管法)(SH/T 0604—2000, eqv ISO 12185:1996)

### 3 方法提要

通过对盛有样品的瓷舟加热,样品分解形成汞蒸气,并经过两次金汞齐收集。第二次金汞齐过程完成后,将收集器加热至  $700^\circ\text{C}$ ,将汞释放出来。用载气将汽化的汞带到吸收池,采用冷原子吸收光谱法检测。

### 4 试剂和材料

除非另有说明,在分析中仅使用符合要求的分析纯试剂,试验用水应符合 GB/T 6682 二级水的技术要求。

4.1 丙酮。

4.2 添加剂(三氧化二铝)。

4.3 L-半胱氨酸。

4.4 磷酸盐缓冲溶液(pH 6.86)。

4.5 硝酸( $\rho=1.42 \text{ g/mL}$ )。

4.6 硝酸溶液(1+1)。

4.7 L-半胱氨酸溶液( $10 \text{ mg/L}$ ):称取  $0.010 \text{ g}$  L-半胱氨酸,精确至  $0.1 \text{ mg}$ 。用水定量转移至  $1\,000 \text{ mL}$  容量瓶中。移取  $2 \text{ mL}$  硝酸(4.5),并用水稀释至刻度。

4.8 汞标准储备溶液( $100 \text{ mg/L}$ ):按 GB/T 602 方法配制或直接使用有证标准溶液。

4.9 汞标准工作溶液( $1 \text{ mg/L}$ ,  $0.1 \text{ mg/L}$ ,  $0.01 \text{ mg/L}$ ):用 L-半胱氨酸溶液(4.8)逐级稀释汞标准储



备溶液,使用当日配制。

4.10 载气:干燥净化空气。

5 仪器设备

5.1 汞分析仪,由控制器、汞原子化仪、汞检测器组成。

5.2 马弗炉,控制温度在  $700\text{ }^{\circ}\text{C}\pm 50\text{ }^{\circ}\text{C}$ 。

5.3 分析天平,感量为  $0.1\text{ mg}$ 。

5.4 瓷舟,  $10\text{ mL}$ 。

5.5 干燥器。

5.6 玻璃容量瓶,  $100\text{ mL}$ 、 $500\text{ mL}$ 、 $1\text{ }000\text{ mL}$ 。

5.7 注射器,  $50\text{ }\mu\text{L}$ 、 $100\text{ }\mu\text{L}$ 、 $200\text{ }\mu\text{L}$ 。

5.8 移液管,  $1\text{ mL}$ 、 $10\text{ mL}$ 、 $50\text{ mL}$ 、 $100\text{ mL}$ 。

6 样品

按照 GB/T 4756 的规定取出有代表性石脑油样品。元素汞与有机汞样品不稳定,能够与样品容器壁反应。不要用金属容器盛放样品。试样必须收集在先前酸洗过的干净玻璃容器中。

7 准备工作

7.1 所有玻璃容器必须用硝酸溶液(4.6)清洗干净,然后用水冲洗,再用丙酮冲洗,最后用空气吹干。

7.2 瓷舟(5.4)预处理:将瓷舟放进温度设置为  $700\text{ }^{\circ}\text{C}\pm 50\text{ }^{\circ}\text{C}$  的马弗炉中。加热至少  $2\text{ h}$  后,放在干燥器中冷却。

7.3 加入添加剂(4.2)的瓷舟预处理:将约  $2\text{ g}$  添加剂均匀放入瓷舟(5.4),并将瓷舟放进温度设置为  $700\text{ }^{\circ}\text{C}\pm 50\text{ }^{\circ}\text{C}$  的马弗炉中。加热至少  $2\text{ h}$  后,放在干燥器中冷却。

8 分析步骤

8.1 仪器准备

使用不同型号仪器,按所用仪器说明选择最佳工作条件。汞分析仪工作条件参数参见附录 A。

8.2 标准曲线绘制

根据样品中的汞含量,利用表 1 选择合适的测量范围、标准溶液及进样量。从干燥器中取出一个经过处理的瓷舟(7.2),按 8.1 选择仪器工作条件,进行测定。分别以测定的峰信号值为纵坐标,对应汞含量为横坐标,绘制标准曲线。

表 1 测定范围与标准溶液及进样量

测量范围/ng	标准溶液/(mg/L)	标准溶液进样量/ $\mu\text{L}$
0~2	0.01	0,50,100,200
0~20	0.1	0,50,100,200
0~200	1	0,50,100,200



8.3 样品测定

- 8.3.1 从干燥器中取出一个放入添加剂的瓷舟(7.3),将其放在燃烧管入口。用注射器将 100 μL 试样注入瓷舟底部。将仪器调到最佳工作状态(8.1)进行测定。从标准曲线上得出相应的汞的质量。
- 8.3.2 随同试样做空白试验。从标准曲线上得出相应的汞的质量。
- 8.3.3 按 GB/T 1884 或 SH/T 0604 测定及计算样品标准密度(ρ<sub>20</sub>)。

9 结果计算

按式(1)计算样品中的汞含量:

$$X = \frac{(C_1 - C_0) \times 10^3}{V \times \rho_{20}}$$

.....( 1 )

式中:

- X ——样品中的汞含量,单位为微克每千克(μg/kg);
- C<sub>1</sub> ——自标准曲线上查得的试样中的汞的质量,单位为纳克(ng);
- C<sub>0</sub> ——自标准曲线上查得的空白中的汞的质量,单位为纳克(ng);
- V ——试样的进样体积,单位为微升(μL);
- ρ<sub>20</sub> ——20 ℃样品密度,单位为千克每升(kg/L)。

计算结果取两份试样测定的平均值。当结果大于或等于 10 μg/kg 时保留三位有效数字,当结果小于 10 μg/kg 时保留两位有效数字。

10 精密度

- 10.1 重复性:同一操作者对同一样品两次平行测试结果的绝对差值不大于这两个测定值的算术平均值的 10%。
- 10.2 再现性:两个实验室各自提出的结果之差不大于这两个测定值的算术平均值的 20%。



附 录 A  
(资料性附录)  
仪器工作条件参数

仪器工作条件参数见表 A.1。

表 A.1 仪器工作条件

样品加热炉温度	950 ℃
分解炉元件温度	850 ℃
汞收集器预加热温度	150 ℃
汞收集器温度	700 ℃
载气	干燥净化空气
载气压力	0.4 kg/cm <sup>2</sup> (39 kPa)
燃烧系统流速	0.5 L/min
测量系统流速	0.5 L/min
记录仪纸速	5 mm/min
分析时间	15 min



SN/T 3016-2011

书号:155066 · 2-22939

定价: 14.00 元