



中华人民共和国出入境检验检疫行业标准

SN/T 3605—2013

液体石油产品汞含量的测定 直接进样法

Determination of mercury content in liquid petroleum products—
Direct injection method

2013-08-30 发布

2014-03-01 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：中华人民共和国宁波出入境检验检疫局、中华人民共和国广西出入境检验检疫局。

本标准主要起草人：邬蓓蕾、叶佳楣、刘灵芝、王豪、林振兴、奚中威、袁丽凤、陈铁杉。

液体石油产品汞含量的测定

直接进样法

1 范围

本标准规定了液体石油产品中汞含量的直接进样测定方法。

本标准适用于石脑油、柴油、燃料油等液体石油产品中汞含量的测定,汞的最低检测限为 2 $\mu\text{g}/\text{kg}$ 。

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 602 化学试剂 杂质测定用标准溶液的制备

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

3 方法提要

试样在分解炉中加热分解,产生的气体随载气进入催化炉中进一步催化分解,分解产生的卤素、硫化物及氮氧化物被吸附剂吸附;汞蒸气进入汞齐化器以金汞齐的形式被捕集;然后迅速加热汞齐化器释放出汞蒸气进入原子吸收光度计检测,测定 253.7 nm 处的吸光度,采用外标法定量。

4 试剂和材料

除非另有说明,仅使用分析纯的试剂和符合 GB/T 6682 规定的二级水。

4.1 硝酸($\rho=1.42\text{ g}/\text{cm}^3$)。

4.2 二甲苯,优级纯。

4.3 氧化铝,在 $(700\pm 50)^\circ\text{C}$ 下加热 2 h 以去除汞,冷却后待用。

4.4 硝酸溶液(5+95),体积分数。

4.5 汞标准储备溶液($1\,000\text{ }\mu\text{g}/\text{mL}$):按 GB/T 602 标准配制,或直接使用有证标准物质。

4.6 汞标准溶液($10.0\text{ }\mu\text{g}/\text{mL}$):准确移取 0.1 mL 汞标准储备溶液(4.5)于 10 mL 容量瓶中,用硝酸溶液(4.4)定容,混匀,用时现配。

4.7 汞标准工作溶液:取汞标准溶液(4.6),用硝酸溶液(4.4)逐级稀释成 $0.05\text{ }\mu\text{g}/\text{mL}$, $0.1\text{ }\mu\text{g}/\text{mL}$, $0.2\text{ }\mu\text{g}/\text{mL}$, $0.3\text{ }\mu\text{g}/\text{mL}$, $0.5\text{ }\mu\text{g}/\text{mL}$, $1.0\text{ }\mu\text{g}/\text{mL}$ 的汞标准工作溶液系列,用时现配。

5 仪器和设备

5.1 直接进样测汞仪:配有波长为 253.7 nm 的低压汞灯,带系列测量池的单光束或双光束光谱仪,热分解炉,催化炉及汞齐化器等。

5.2 样品舟:材质为石英或陶瓷。

5.3 分析天平:感量 0.1 mg。

5.4 移液器:量程 20 μL~200 μL,0.1 mL~1.0 mL 或适用的移液管。

5.5 马弗炉:配有温控装置,炉温能恒定在(700±50)℃。

6 试样

6.1 取样

按 GB/T 4756 取得代表性样品,样品应贮存于密闭干燥的容器内。

6.2 试样制备

取样前,应将样品充分混匀。对于粘稠样品,应以适当的加热方法把样品预热至流动状态,再进行混匀。

7 分析步骤

7.1 仪器准备

开启直接进样测汞仪(5.1),调整仪器的工作条件和测定参数至最佳状态(参见附录 A)。用移液器(5.4)移取 100 μL 的水至样品舟(5.2)中进行分析,要求吸光度小于 0.003 0,否则需重新进行水的测定直至吸光度符合要求。

7.2 标准工作曲线绘制

用移液器(5.4)分别移取 100 μL 汞标准工作溶液(4.7)于样品舟(5.2)中,相应的汞的质量分别为 5 ng、10 ng、20 ng、30 ng、50 ng、100 ng,依次进样,测定汞元素的吸光度,绘制工作曲线。

7.3 试样分析

7.3.1 称取 0.02 g(精确至 0.000 1 g)试样于样品舟(5.2)中,高温加热分解后,测定样品中汞的吸光度,并在工作曲线上查得样品中汞的质量。

若样品易挥发,可用氧化铝(4.3)填实样品舟再称样,防止爆燃爆沸。

7.3.2 如果试样中汞含量超出工作曲线的范围,可减少称样量或用二甲苯(4.2)对试样进行适当稀释后再测定。

警告:为避免有毒有害气体的伤害,必须按照仪器说明书要求操作仪器,为减小实验产生的气体的毒害,请保持良好通风。

8 结果计算

按式(1)计算试样中汞的含量:

$$w = \frac{m \times f}{m_0} \dots\dots\dots (1)$$

式中:

w —— 试样中汞含量,单位为微克每千克(μg/kg);

m —— 自工作曲线上查得的汞质量,单位为纳克(ng);

f —— 稀释因子;

m_0 ——样品质量,单位为克(g)。

取两次测定结果的算术平均值,结果保留 3 位有效数字。

9 精密度(置信度 95%)

9.1 重复性

在同一实验室,由同一操作者使用相同设备,按相同的测试方法,并在短时间内对同一被测对象相互独立进行测试获得的两次独立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%。

9.2 再现性

在不同的实验室,由不同的操作者使用不同的设备,按相同的测试方法,对同一被测对象相互独立进行测试获得的两次独立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 15%。

SN/T 3605—2013

附 录 A
(资料性附录)
仪器参数设置
直接进样测汞仪参考工作条件

表 A.1 给出了直接进样测汞仪的参考工作条件。

表 A.1 测汞仪的参考工作条件

| 仪器条件 | 测定参数 |
|----------|---------|
| 最高初始温度 | 150 ℃ |
| 干燥温度 | 200 ℃ |
| 干燥时间 | 180 s |
| 分解温度 | 600 ℃ |
| 分解时间 | 240 s |
| 等待时间 | 60 s |
| 汞齐化时间 | 12 s |
| 记录测定信号时间 | 30 s |
| 氧气压力 | 500 kPa |
