

SN

中华人民共和国出入境检验检疫行业标准

SN/T 4429.2—2016

原油中总汞含量的测定 塞曼校正冷原子吸收光谱法

Determination of total mercury in crude oil—Zeeman correction—
Cold atomic absorption spectrometry

2016-03-09 发布

2016-10-01 实施

中 华 人 民 共 和 国 发 布
国 家 质 量 监 督 检 验 检 疫 总 局

前 言

SN/T 4429《原油中总汞含量的测量》分为两个部分：

——SN/T 4429.1 原油中总汞含量的测量 金汞齐化冷原子吸收光谱法；

——SN/T 4429.2 原油中总汞含量的测量 塞曼校正冷原子吸收光谱法。

本部分为 SN/T 4429 的第 2 部分。

本部分按照 GB/T 1.1—2009 给出的规则起草。

本部分修改采用 ASTM D7622-10《用燃烧与直接冷蒸汽原子吸收法和塞曼背景校正技术测定原油中总汞的试验方法》。

本部分由国家认证认可监督管理委员会提出并归口。

本部分主要起草单位：中华人民共和国宁波出入境检验检疫局。

本部分主要起草人：王豪、邬蓓蕾、叶海雷、林振兴、叶佳楣、王群威。

原油中总汞含量的测定

塞曼校正冷原子吸收光谱法

1 范围

SN/T 4429 的本部分规定了原油中总汞含量的塞曼校正冷原子吸收光谱测定方法。
本部分适用于原油中总汞含量的测定,汞的最低测定限为 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

SN/T 0975 进出口石油及液体石油产品取样法(自动取样)

ASTM D7482 汞分析用烃的取样、贮存和处理的规程

3 方法提要

样品通过进样器导入测汞仪中,汞被热分解成汞原子,汞原子蒸气对 253.65 nm 共振辐射的吸收、塞曼背景校正技术处理后用冷原子吸收法测定汞含量。

4 试剂和材料

除非另有说明,在分析中仅使用分析纯的试剂和符合 GB/T 6682 的二级水。

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

4.2 重铬酸钾,优级纯。

4.3 活性炭,粒度 0.3 mm~0.6 mm。

4.4 重铬酸钾溶液(40 g/L)。

4.5 重铬酸钾稀释液:移取 5 mL 重铬酸钾溶液(4.4),加入硝酸(4.1)50 mL,用水稀释至 1 000 mL。

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

4.7 汞标准工作溶液:取汞标准储备溶液(4.6),用稀释液(4.5)逐级稀释成 0.02 $\mu\text{g}/\text{mL}$,0.2 $\mu\text{g}/\text{mL}$,2.0 $\mu\text{g}/\text{mL}$,20 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 的汞标准工作溶液系列,用时现配。

5 仪器

5.1 塞曼校正原子吸收测汞仪,配有热解炉。

5.2 样品舟:材质为石英或相当者。

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 烘箱:能加热到恒定于 $(150\pm 5)^\circ\text{C}$ 。

5.6 超声波水浴:震荡频率 25 kHz~55 kHz。

6 取样

按 GB/T 4756 或 SN/T 0975 标准取得代表性样品,样品按 ASTM D7482 标准贮存于密闭干燥的容器内。

注:在每次取得试样前,将样品充分混合均匀。对于黏稠样品,以适当的加热方法把样品预热至流动状态,再进行混匀。可将试样放入超声波水浴中超声约 15 min,加入冰块以保持超声波水浴温度至室温。

7 测定步骤

7.1 测试前准备

7.1.1 活性炭(4.3)和样品舟(5.2)放入合适的瓷坩埚中,在烘箱(5.5) $(150\pm 5)^\circ\text{C}$ 下加热 1 h 以上,冷却后待用。

7.1.2 启动塞曼校正原子吸收测汞仪(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 的稀释液(4.5)至装有 0.2 g 活性炭(4.3)的样品舟(5.2)中进行分析,要求测试响应小于 3 ng/g 汞的样品响应值。

7.2 标准工作曲线绘制

用移液器(5.4)分别移取 100 μL 稀释液(4.5)于装有 0.2 g 活性炭(4.3)的样品舟(5.2)中,重复测定 4 次作为空白值。

用移液器(5.4)分别移取 100 μL 汞标准工作溶液(4.7)于装有 0.2 g 活性炭(4.3)的样品舟(5.2)中,相应的汞的质量分别为 2 ng, 20 ng, 200 ng, 2 000 ng, 依次进样,测定汞元素的光谱信号强度,绘制工作曲线。

7.3 试样测定

称取约 0.1 g(精确到 1 mg)试样于装有 0.2 g 活性炭(4.3)的样品舟(5.2)中,测定样品的光谱信号,并在工作曲线上查得样品中的汞质量。

7.4 空白试验

随同试样做空白实验。

8 计算和结果的表示

按式(1)计算试样中的汞含量:

$$X = \frac{m_1 - m_2}{m} \dots\dots\dots (1)$$

式中:

X —— 试样中汞含量,单位为纳克每克(ng/g);

m_1 —— 从工作曲线上查得试样汞的质量,单位为纳克(ng);

m_2 —— 从工作曲线上查得空白汞的质量,单位为纳克(ng);

m ——样品质量,单位为克(g)。

取两次测定结果的算术平均值,结果保留整数。

9 精密度

在重复性条件下,对同一被测物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超过重复性限(r)的情况不超过5%为前提,重复性限(r)按式(2)计算:

$$r = 0.7147x^{0.6} \dots\dots\dots(2)$$

式中:

x ——两次独立测定值的算术平均值,单位为纳克每克(ng/g)。

附 录 A
(资料性附录)
仪器测定参数

表 A.1 给出了塞曼校正原子吸收测汞仪的参考工作条件。

表 A.1 测汞仪的参考工作条件¹⁾

仪器条件	测定参数
热解炉初始温度	170 °C
热解炉分解初始温度	350 °C
热解炉分解目标温度	450 °C
热解炉程序升温时间	150 s
冷却时间	70 s
催化转换温度	750 °C
光学池温度	750 °C
气体流量	1.0 L/min

1) 非商业性申明:表 A.1 所列工作条件是在 Lumex 型号 RA-915M+PYRO-915 测汞仪上完成的,此处所列试验用仪器型号仅是为了提供参考型号,并不涉及商业目的,鼓励标准使用者尝试不同厂家和型号仪器。