ICS 75.160.20
E31

团　体　标　准

T/NAIA

轻质油品中汞的测定
微波消解-原子荧光光谱法

Determination of mercury in light petroleum products by microwave-assisted digestion-atomic fluorescence spectrometric method

（征求意见稿）

2021-XX-XX 发布　　2021-XX-XX 实施

宁夏化学分析测试协会　发 布

前 言

本标准按照 GB/T 1.1-2020 《标准化工作导则 第 1 部分：标准的结构和编写》规定编写。

请注意本标准的某些内容可能涉及专利，本标准的起草和发布机构不承担相关责任。

本标准由宁夏化学分析测试协会提出并归口。

本标准起草单位：宁夏计量质量检验检测研究院、宁夏大学、宁夏化学分析测试协会。

本标准主要起草人：王文华、胡修德、代静、赵双宏、张小飞、姚彩红、周莎、李淑娟。

本标准于 2021 年 X 月 XX 日首次发布。

轻质油品中汞的测定 微波消解-原子荧光光谱法

警告：本标准的使用可能涉及某些有危险的材料、操作和设备，但并未对与此有关的所有安全问题都提出建议。因此在使用本标准前，使用者有责任制定相应的安全和防护措施，并确定相关规章限制的适用性。

1 主要内容与适用范围

本标准规定了采用微波消解-原子荧光光谱法测定轻质油品中汞含量的试验方法。

本标准适用于石脑油、车用汽油、车用柴油、E10车用乙醇汽油、喷气燃料和各类煤基轻质油中汞的测定。汞的检出限为0.01mg/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，仅所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

SN/T 3188 原油中铅、砷、汞元素的测定 原子荧光光谱法

SY/T 0528 原油中砷含量的测定 原子荧光光谱法

3 方法概要

轻质油品经微波消解，其中各种形态的汞转化为二价汞（Hg^{2+}），再加入硼氢化钠（硼氢化钾）溶液与其反应，生成原子态汞，用氩气将原子态汞导入原子化器，在汞元素灯发射光的激发下产生原子荧光。通过光电倍增管将光信号转化为电信号，检测出被测样品中元素的含量。

4 试剂和材料

除非另有说明，分析中仅使用确认为不低于分析纯的试剂。

4.1 硝酸：GR，ρ（$HN0_3$)=1.42 g/mL。

4.2 盐酸：GR，ρ（HCl)=1.19 g/mL。

4.3 过氧化氢。

4.4 氢氧化钠（NaOH）。

4.5 硼氢化钠（$NaBH_4$）。

4.6 无水乙醇

4.7 硼氢化钠（$NaBH_4$）溶液 A

称取 0.1g 氢氧化钠（4.4）放入盛有 100ml 蒸馏水的烧杯中，玻璃棒搅拌待完全溶解后再加入称好的 1.0g 硼氢化钠（4.5），搅拌溶解。此溶液现配现用，用于测定汞。

也可以用氢氧化钾、硼氢化钾配置硼氢化钾溶液，但由于钾盐的分子量大，故应进行浓度换算以保持硼氢根量一致，其换算系数为 0.7，即 20g/L KBH_4 溶液浓度相当于 14g/L $NaBH_4$ 的浓度。

4.9 汞标准储备液（1μg/mL）。

4.10 汞标准使用液（0.1μg/mL）。

5 仪器要求

5.1 原子荧光光谱仪，配汞空心阴极灯。

5.2 微波消解仪：具有温度控制和程序升温，温度精度可达 2.5℃。

5.3 电热板：带调温装置。

5.4 电子天平：精度为 0.0001g。

6 试验步骤

6.1 取样

按照 GB/T 4756 的标准要求取样，混匀。

6.2 样品处理

称取试样约 0.2g，称准到 0.0001g，置于消解罐中，加入 10mL 硝酸和 2mL 过氧化氢，将消解罐装入消解罐支架后放入微波消解仪中，按表 1 的升温程序进行微波消解。消解结束后，待罐内温度降至室温后，在通风橱中取出、放气，打开，冷却。加入 20ml 水、2ml 过氧化氢，放置 5min,至于电热板上加热煮沸，此时溶液应呈蓝色，最后定容于 50ml 容量瓶中。

表1　微波消解升温程序

步骤	升温时间（min)	目标温度(℃)	保持时间（min）
1	90	120	2
2	5	160	3

开机预热 30 分钟待仪器稳定后，按照原子荧光的使用明书设定灯电流、负高压、载气流量、屏蔽气流量等工作参数，采用表 2

表2　仪器参数

元素名称	灯电流 (mA)	负高压（V）	原子化器温度 (℃)	载气流量（ml/min)	屏蔽器流量（ml/min)

汞	15-24	230-300	200	400	800-1000

6.3 校准系列的制备

分别移取 0、0.05、0.10、0.20、0.30、0.40、0.50 毫升汞标准溶液与一组 50ml 容量瓶中，加入重铬酸钾溶液至溶液为黄色，加入 2ml 无水乙醇，用水将溶液体积调至 50 毫升，加入 1ml 氯化亚锡溶液，立即塞上瓶塞，摇匀，放置片刻后进行测量。

表3　校准系列溶液浓度

元素	标准系列（μg/L）						
汞	0.00	0.10	0.20	0.40	0.60	0.80	1.00

以硼氢化钠溶液为还原剂，硝酸溶液为载流，浓度由高到低依次测定出汞元素校准系列溶液，用原子荧光强度为纵坐标，溶液中相对应的元素浓度为横坐标，绘制校准曲线。

按 6.2 的步骤制备空白样品。

6.4 分析试样

将制备好的试样和绘制曲线校准相同仪器进行测定。

7 计算

轻质油品中汞的结果（mg/kg）计算

$$W = \frac{(C_1 - C_0) \times DF \times V}{m \times 1000}$$

式中：C_1—工作曲线上查得被测元素的浓度，单位μg/L；

C_0—工作曲线上查得空白试验溶液中被测元素的浓度，单位μg/L；

DF—稀释倍数；

V—测定试样定容体积，ml；

m—称取试样的重量，g。

当测定结果小于 1 mg/kg 时，小数点后数字最多保留至三位；当测定结果大于 1 mg/kg 时，保留三位有效数字。

8 重复性和再现性

元素			重复性(mg/kg)	再现性(mg/kg)
汞	含量范围	0.01～0.1 mg/kg	0.002	0.005
		0.1～1 mg/kg	0.01	0.015

		＞1 mg/kg	0.05	0.075

9 注意事项

硝酸和盐酸具有强腐蚀性，样品消解过程应在通风橱内进行，实验人员应注意佩戴防护器具。

实验室使用的所有玻璃仪器必须用（1+1）硝酸浸泡 24 小时后，依次用自来水、蒸馏水洗净后方可使用。

消解罐的日常清洗和维护步骤：先进行一次空白消解，再慢慢加入 2ml 硝酸（3.2），以去除内衬管和密封盖上的残留，用水和软刷仔细清洗内衬管和压力套管; 将内衬管和陶瓷外套管放入烘箱，在 200℃~250℃温度下加热至少 4h,然后在室温下自然冷却。