



# 中华人民共和国国家标准

GB/T 16781.2—1997  
neq ISO 6978:1992

---

## 天然气中汞含量的测定 冷原子荧光分光光度法

Natural gas—Determination of mercury  
—Cold atomic fluorescent spectrophotometry

1997-05-08 发布

1997-10-01 实施

---

国家技术监督局 发布

## 前 言

本标准非等效采用 ISO 6978:1992《天然气中汞含量的测定》。本标准中包括分析仪器在内的部分技术内容与 ISO 6978:1992 有所差别,编写方法与 ISO 6978:1992 基本相对应。技术内容和编写方法上的差异是为了使本标准在我国更好地推广和应用。

ISO 6978:1992 选用的分析仪器是无火焰原子吸收光谱仪,而多数天然气井场,集输站和计量站等地理位置偏僻,不具备无火焰原子吸收光谱仪等大型分析仪器和相应的分析测试条件;另一方面天然气中汞含量一般较低,加上汞的特殊物理化学性质,因此现场取样远距离送回分析实验室进行测试会使汞严重损失。鉴于以上原因,本标准使用操作简单、价廉、易推广的便携式冷原子荧光测汞仪作为分析仪器。

为防止汞的穿透,本标准中用双吸收瓶或双石英管取样代替 ISO 6978:1992 中单吸收瓶或单石英管取样。

本标准方法 B 的取样方法与 ISO 6978:1992 中的方法 B 都是采用吸附法。与之不同的是,本标准直接用金丝一次吸附取样,再进行脱附测定,这是因为二次吸附和中间转移容易造成汞的损失。

ISO 6978:1992 中取样体积规定换算为 0℃,101.325 kPa 标准状态下的体积。根据我国对计量状态的规定,本标准中取样体积规定换算为 20℃,101.325 kPa 状态下的体积。

本标准使用冷原子荧光测汞仪,采用方法 A(高锰酸钾溶液吸收法),取样 2 h,检出下限是  $0.3 \mu\text{g}/\text{m}^3$ ;采用方法 B(金丝吸附法),在大气压下取样 2 h,检出下限是  $3 \times 10^{-2} \mu\text{g}/\text{m}^3$ 。

《天然气中汞含量的测定》标准包括二个部分。本标准是第 2 部分:GB/T 16781.2—1997《天然气中汞含量的测定 冷原子荧光分光光度法》。

本标准由中国石油天然气总公司提出。

本标准由中国石油天然气总公司规划设计总院归口。

本标准起草单位:四川石油管理局天然气研究所。

本标准主要起草人:毛筑胎、罗勤。

本标准 1997 年 5 月 8 日首次发布。

## ISO 前言

ISO(国际标准化组织)是各国标准机构(ISO 成员机构)组成的一个世界性联盟。一般由 ISO 技术委员会执行国际标准的制定工作。对某个已建立技术委员会的项目感兴趣的各成员机构均有权参加该委员会。同 ISO 协作的官方和非官方的各国际性组织也可参加有关工作。ISO 就电工技术标准化的各项问题与国际电工委员会(IEC)保持密切合作关系。

由技术委员会正式通过的国际标准草案交各成员机构投票。作为国际标准的出版物需要取得至少 75% 参加投票成员机构的同意才能正式通过。

国际标准 ISO 6978 是由天然气技术委员会 ISO/TC 193 下的天然气分析小组 SC1 制定的。

# 中华人民共和国国家标准

## 天然气中汞含量的测定 冷原子荧光分光光度法

GB/T 16781.2—1997  
neq ISO 6978:1992

Natural gas—Determination of mercury  
—Cold atomic fluorescent spectrophotometry

### 1 主题内容与适用范围

本标准规定了天然气中汞(包括元素汞、二甲基汞和二乙基汞)的 A 和 B 二种测定方法。

方法 A 规定在大气压下取样,采用高锰酸钾溶液吸收汞,接着汞离子被还原,然后用冷原子荧光测汞仪分析。取样 2 h,检出下限是  $0.3 \mu\text{g}/\text{m}^3$ 。芳烃会产生干扰。假若存在芳烃,建议使用 B 法。

方法 B 规定在大气压或更高压力下取样,采用金丝吸附汞,接着脱附,然后用冷原子荧光测汞仪分析。在大气压下取样 2 h,检出下限是  $0.03 \mu\text{g}/\text{m}^3$ 。

方法 A 用于高含汞天然气( $>0.5 \mu\text{g}/\text{m}^3$ )的测定,方法 B 用于汞浓度较低的天然气( $10^{-3} \sim 1 \mu\text{g}/\text{m}^3$ )的测定。

### 2 引用标准

下列标准所包含的条文,通过在本标准中引用而构成本标准的条文。本标准出版时所示版本均为有效。所有的标准都会被修订,使用本标准的各方应探讨使用下列标准最新版本的可能性。

GB/T 6682—92 分析实验室用水规格和试验方法

GB/T 11415—89 实验室烧结(多孔)过滤器 孔径、分级和牌号

GB/T 16781.1—1997 天然气中汞含量的测定 原子吸收光谱法

### 3 原理

#### 3.1 方法 A:大气压下取样时汞的测定

气体通过盛有高锰酸钾-硫酸溶液的吸收瓶,气体中的汞被氧化成汞(Ⅱ)离子。过剩的高锰酸钾用盐酸羟胺溶液还原,而汞(Ⅱ)离子被氯化亚锡(Ⅱ)溶液还原成元素汞进入氮气流,氮气流进入冷原子荧光测汞仪中的荧光池,低压汞灯发出波长  $253.7 \text{ nm}$  的激发光束使汞原子被激发而产生荧光,光电流经放大后由仪表读数或记录峰值。

#### 3.2 方法 B:大气压或更高压力下取样时汞的测定

气体通过已充填金丝的石英管,气体中的汞被金丝捕集,然后在炉中将充填有金丝的已吸附汞的石英管加热至  $900^\circ\text{C}$  并通入氮气,气流进入冷原子荧光测汞仪进行测定。

### 4 方法 A 大气压下取样时汞的测定

#### 4.1 试剂和材料

全部试剂应是分析纯,其汞含量尽可能低。对所有提到水的场合,均应使用适宜纯度的水,最好是去离子水,其汞含量极微;水的各种类型在 GB/T 6682 中都有描述。

##### 4.1.1 王水清洗液

三体积浓盐酸( $\rho_{20}=1.19\text{ g/mL}$ )和一体积浓硝酸( $\rho_{20}=1.40\text{ g/mL}$ )相混合。

#### 4.1.2 硫酸溶液

小心地把一体积浓硫酸( $\rho_{20}=1.84\text{ g/mL}$ )加到一体积水中。

#### 4.1.3 40 g/L 高锰酸钾溶液

称取 40 g 高锰酸钾,溶于 1 L 水中,倾出清液,在清液中加入 5 g 二氧化锰,用力摇匀 30 min,静置过夜,过滤除去二氧化锰,滤液储于棕色瓶中备用。

#### 4.1.4 高锰酸钾吸收液

混合一体积高锰酸钾溶液(4.1.3),一体积硫酸溶液(4.1.2)和二体积水。

#### 4.1.5 氯化亚锡(Ⅱ)( $\text{SnCl}_2$ )还原液

称取 20 g 二水氯化亚锡(Ⅱ)( $\text{SnCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ ),溶于 40 mL 温的浓盐酸中,用不含汞的氮气或空气以约 50 L/h 的流率通 5 min,吹提出溶液中的游离汞,用水稀释到 200 mL。

注:吹提目的是为了脱去氯化亚锡(Ⅱ)还原液中一切痕量的汞。

#### 4.1.6 盐酸羟胺( $\text{NH}_2\text{OH} \cdot \text{HCl}$ )溶液

称取 10 g 盐酸羟胺,溶于水中,用水稀释到 100 mL。

#### 4.1.7 1 mg/L 汞标准溶液(市售)

标准溶液也可配制,其方法和要求见 GB/T 16781.1。

#### 4.1.8 纯氮

纯度不低于 99.99%。

#### 4.1.9 硝酸溶液

一体积浓硝酸( $\rho_{20}=1.40\text{ g/mL}$ )和 26.6 体积水混合。

#### 4.1.10 稀释液

称取 1 g 铬酸钾溶于少量水中,加热后冷却,转移到 100 mL 浓硝酸( $\rho_{20}=1.40\text{ g/mL}$ )中用水稀释至 2000 mL。

### 4.2 仪器

#### 4.2.1 便携式冷原子荧光测汞仪

检出限  $10^{-11} \sim 10^{-12}\text{ g/mL}$ (溶液浓度)。

注:汞蒸气监控器特别适用于本方法,可由市场买到。也可选择金膜电阻型测汞仪。

#### 4.2.2 三个吸收瓶

100 mL,内附玻璃烧结过滤板 P 160( $100 \sim 160\ \mu\text{m}$ ,见 GB/T 11415)。

#### 4.2.3 二套可加热的阀及其附件

不锈钢材料(见图 1)。

#### 4.2.4 二个转子流量计

允许测定空气流率为  $0 \sim 160\text{ L/h}$ 。

#### 4.2.5 湿式气体流量计

每转 2.5 L。

#### 4.2.6 注射器

50  $\mu\text{L}$ 、2 mL、5 mL。

### 4.3 取样和分析

取样装置和取样点之间的任何连接件应是不锈钢材料并尽可能的短,最好加热到气源管线的温度。当取样点到取样装置距离太远时,应作特别处理(例如使用旁通快速通路)。

用王水(4.1.1)清洗所有使用的玻璃器皿。经常做空白试验检查玻璃器皿、氮气和试剂的汞污染情况。定期检查吸收瓶内高锰酸钾溶液中汞的穿透;具体方法是串联二个吸收瓶,检查第二个瓶中的汞含量。