

中华人民共和国国家标准

GB/T 16781.1—2017
代替 GB/T 16781.1—2008

天然气 汞含量的测定 第 1 部分：碘化学吸附取样法

Natural gas—Determination of mercury—
Part 1: Sampling of mercury by chemisorption on iodine

(ISO 6978-1:2003, MOD)

2017-09-07 发布

2018-04-01 实施

中华人民共和国国家质量监督检验检疫总局
中国国家标准化管理委员会 发布

目次

前言 I

引言 II

1 范围 1

2 规范性引用文件 1

3 术语和定义 1

4 试验原理 1

5 仪器 1

6 试剂和溶液 2

7 取样 9

 7.1 总则 9

 7.2 取样步骤 10

 7.3 样品处理 10

8 汞的测定 11

 8.1 汞转移到 AAS 或 AFS 仪器 11

 8.2 校准 11

 8.3 空白试验 11

9 计算 11

10 精密度 12

 10.1 总则 12

 10.2 重复性和再现性 12

 10.3 不确定度 12

11 试验报告 12

附录 A (资料性附录) 本部分与 ISO 6978-1:2003 的主要差异 14

订单号: 0120250717857818 防伪编号: 2025-0717-0241-1465-5234 购买单位: 上海美析仪器

前 言

GB/T 16781《天然气 汞含量的测定》分为以下两个部分：

——第1部分：碘化学吸附取样法；

——第2部分：金/铂汞齐化取样法。

本部分为 GB/T 16781 的第1部分。

本部分按照 GB/T 1.1—2009 给出的规则起草。

本部分代替 GB/T 16781.1—2008《天然气 汞含量的测定 第1部分：碘化学吸附取样法》。

本部分与 GB/T 16781.1—2008 相比，主要技术变化如下：

——第4章试验原理部分，将“以水溶性络合物形式存在的汞被碱性锡盐(Ⅱ)溶液还原成元素汞”修改为“以水溶性络合物形式存在的汞被碱性锡盐(Ⅱ)或硼氢化钾溶液还原成元素汞”；

——6.4 中还原溶液部分，增加了硼氢化钾还原溶液和载流溶液；

——6.5.1 的内容中，将原标准内容“汞储备溶液，质量浓度 $\rho(\text{Hg})=1.000\text{ g/L}$ ，可溯源到国家标准物质”修改为“汞标准溶液，国家二级或国家一级标准物质，质量浓度 $\rho(\text{Hg})=1\text{ mg/L}\sim 1\,000\text{ mg/L}$ ，优先选用低浓度标准物质，以减少多级稀释带来的误差”；

——8.1 补充内容：采用流动注入和连续流动系统时，还可以采用载流溶液(6.4.3.2)和硼氢化钾还原溶液(6.4.2)，将含汞化合物还原为元素汞。用惰性气体汽提出汞并使用 AAS 或 AFS 仪器检测。

本部分使用重新起草法修改采用 ISO 6978-1:2003《天然气 汞含量的测定 第1部分：碘化学吸附取样法》，与 ISO 6978-1:2003 的主要差异见附录 A。

请注意本文件的某些内容可能涉及专利。本文件的发布机构不承担识别这些专利的责任。

本部分由全国天然气标准化技术委员会(SAC/TC 244)提出并归口。

本部分起草单位：中国石油西南油气田分公司天然气研究院、中国石油天然气质量控制与能量计量重点实验室、石油工业天然气质量监督检验中心。

本部分主要起草人：李晓红、涂振权、罗勤、许文晓、何斌、汪玉洁、周琳、黄黎明、常宏岗、张娅娜。

本部分所代替标准的历次版本发布情况为：

——GB/T 16781.1—1997、GB/T 16781.1—2008。

引 言

天然气中可能含有一定量汞,这些汞通常以元素形式存在。需要对汞含量高的天然气进行净化处理,这样既可避免处理和输送过程中汞的凝析,又符合气体销售合同的要求。天然气液化时规定只能含有低浓度的汞,这是为了避免严重的腐蚀问题,例如液化设备铝制热交换器的腐蚀。

天然气含有的烃类,尤其是低浓度芳香烃的存在会干扰原子吸收光谱(AAS)或原子荧光光谱(AFS)对汞的测定,故此时天然气中的汞不能直接测定。因此,在分析前,需对汞进行收集使其与芳香烃分离。

测量汞含量的目的为:

- 监控气体质量;
- 监控气体处理厂脱除汞的操作。

已开发了从天然气中收集或富集汞的几种方法。从干天然气中收集汞通常不涉及特殊问题。但在天然气接近凝析状态时对汞取样则需加小心(见 ISO 6570)。

GB/T 16781 的两个部分描述了汞的取样原理,规定了汞取样方法及测定管输天然气中汞含量的一般要求。本部分规定了碘浸渍硅胶化学吸附取样法,而第 2 部分规定了金/铂合金汞齐化取样法。

订单号: 0120250717857818 防伪编号: 2025-0717-0241-1465-5234 购买单位: 上海美析仪器

天然气 汞含量的测定

第1部分：碘化学吸附取样法

警告——本部分不涉及与其应用有关的所有安全问题。在使用本部分前，使用者有责任制定相应的安全和保护措施，并明确其限定的适用范围。

1 范围

GB/T 16781 的本部分规定了用碘浸渍硅胶化学吸附取样法测定天然气中汞含量的方法，取样压力最高 40 MPa。

本部分适用于测定天然气中含量为 $0.1 \mu\text{g}/\text{m}^3 \sim 5\,000 \mu\text{g}/\text{m}^3$ 范围内的汞。

本部分适用于所取样品体积中硫化氢质量小于 20 mg；且在取样条件下液态烃凝析液总量小于 $10 \text{ g}/\text{m}^3$ 的样品气。通过测量波长为 253.7 nm 处汞蒸气的吸光度或荧光度来确定其被收集的量。

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 13609 天然气取样导则(GB/T 13609—2012, ISO 10715:1997, EQV)

GB/T 20604 天然气 词汇(GB/T 20604—2006, ISO 14532:2001, IDT)

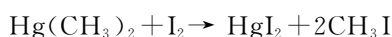
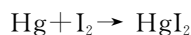
ISO 6570 天然气 潜在液烃含量的测定 称量法(Natural gas—Determination of potential hydrocarbon liquid content—Gravimetric methods)

3 术语和定义

GB/T 20604 界定的术语和定义适用于本文件。

4 试验原理

气体通过装有碘浸渍硅胶的玻璃管，气体中以元素汞及有机汞化合物[如二甲基汞 $\text{Hg}(\text{CH}_3)_2$ 或二乙基汞 $\text{Hg}(\text{C}_2\text{H}_5)_2$]形式存在的汞被化学吸附，反应方程式如下：



在实验室用碘化铵/碘溶液($\text{NH}_4\text{I}/\text{I}_2$)溶解生成的碘化汞(HgI_2)，并用真空汽提除去烃凝析物。以水溶性络合物形式存在的汞被碱性锡盐(Ⅱ)或硼氢化钾溶液还原成元素汞。用惰性气体将汞从溶液中汽提出来，将汞蒸气转移到冷原子吸收光谱仪(AAS)或原子荧光光谱仪(AFS)在波长 253.7 nm 处进行测定。用基体溶液与样品相匹配的汞标准溶液按同样方式对汞的最终测定结果进行校准。

5 仪器

5.1 影响测量的参数应溯源到国家标准或国际标准。体积测量(体积、温度、气体压力和大气压力)的

不确定度直接影响气体中汞含量测定的不确定度。因此应使用合适的、经过可接受的参比器具校准的测量设备将体积测量的不确定度降低到小于1%。

5.2 取样设备,取样压力最高达10 MPa的设备见图1a),取样压力最高达40 MPa的设备见图1b),包括下列部件。

5.2.1 高压取样池(见图2),材质0Cr15Ni60Mo16W5Fe5(合金牌号为NS333),包括温度表、压力表和下列部件。

5.2.1.1 酸洗玻璃棉。

5.2.1.2 取样管(见图3),由硼硅(酸盐)玻璃制作,并配有螺帽。

在取样管(图3)内先装一层0.5 cm厚的酸洗玻璃棉(5.2.1.1)托住吸收剂,然后装入4.00 g碘浸渍硅胶(6.2.3)获得5 cm厚的吸收层,最后再装一层0.5 cm厚的酸洗玻璃棉(5.2.1.1)盖在吸收层的上部。用螺帽堵紧取样管。

5.2.2 温度表或温度计[见图1a)和图1b),图2给出详图]。

5.2.3 压力表[见图1a)和图1b),图2给出详图]。

5.2.4 卸压阀[见图1a)和图1b)]为下列两者之一:

- a) 电加热卸压阀,取样压力最高达10 MPa[见图1a)];
- b) 与热交换器(5.2.5)耦合的卸压阀,取样压力最高达40 MPa[见图1b)]。

当安装在危险区域时,电加热卸压阀应符合当地的安全规程。

5.2.5 热交换器[见图1b)],具有足够的容量将样品和旁通气加热到90℃。

当安装在危险区域时,热交换器卸压阀应符合当地的安全规程。

5.2.6 气体流量计[见图1a)和图1b)],配备一个温度计(5.2.2)和一个压力表(5.2.3)。

5.2.7 气压计,测量大气压力。

5.3 分解用玻璃仪器(见图4),分解碘化汞的仪器由下列部件组成。

5.3.1 容器,储存溶液。

5.3.2 带刻度的接收器。

5.3.3 旋塞。

5.3.4 三通。

5.4 盛装碘浸渍硅胶的玻璃仪器(见图5),由下列部件组成。

5.4.1 圆底烧瓶,容量2 L。

5.4.2 进气管。

5.4.3 空气过滤器,充满合适的吸收剂,如脱除空气中汞的浸硫活性炭。

5.5 冷蒸气原子吸收光谱仪(AAS)或原子荧光光谱仪(AFS):具有本底校正功能的、采用冷蒸气技术的AAS或具有汞单元的AFS能检测到低至1 ng的汞,要求使用标准实验设备和聚乙烯乙酸纤维素管(PVA)。也可使用其他合适的塑料材质的软管,如聚四氟乙烯(PTFE)或聚酰胺(PA)。应确保分析系统中转移汞时的流量保持不变。

6 试剂和溶液

6.1 蒸馏水

汞含量低于1 μg/L。

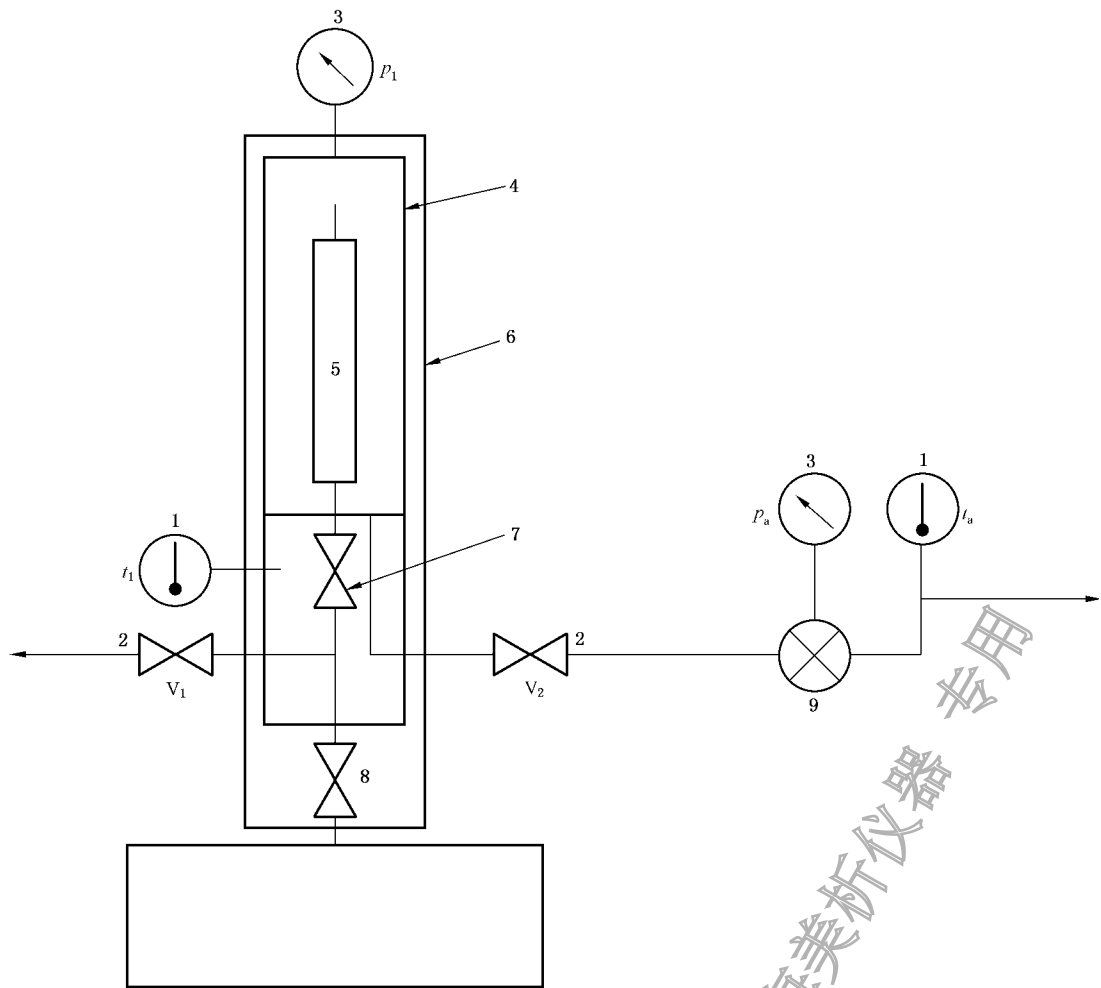
6.2 化学吸附试剂

6.2.1 碘(I₂)。

6.2.2 正戊烷(nC_5H_{12})。

6.2.3 碘浸渍硅胶,粒度为 0.2 mm~0.5 mm,按下列方法制备:

在一个 2 L 圆底烧瓶(5.4.1)中,用 1 L 正戊烷(6.2.2)溶解 12 g 碘(6.2.1)。摇动烧瓶,将 0.5 kg 硅胶分几次加入该溶液中。反应 30 min 后,将烧瓶安装到图 5 所示的具有硫浸渍活性炭或其他合适吸收剂的空气过滤器(5.4.3)组件上。使空气通过过滤器和烧瓶,不时摇动烧瓶内物质,逐渐蒸发正戊烷。最后通过短时间关闭玻璃阀使烧瓶减压到约 3 kPa 条件下蒸发剩余的正戊烷,但是不要完全除去正戊烷,以避免碘的蒸发。将碘浸渍硅胶转移到棕色磨砂玻璃容器内避光保存,有效期为 6 个月。

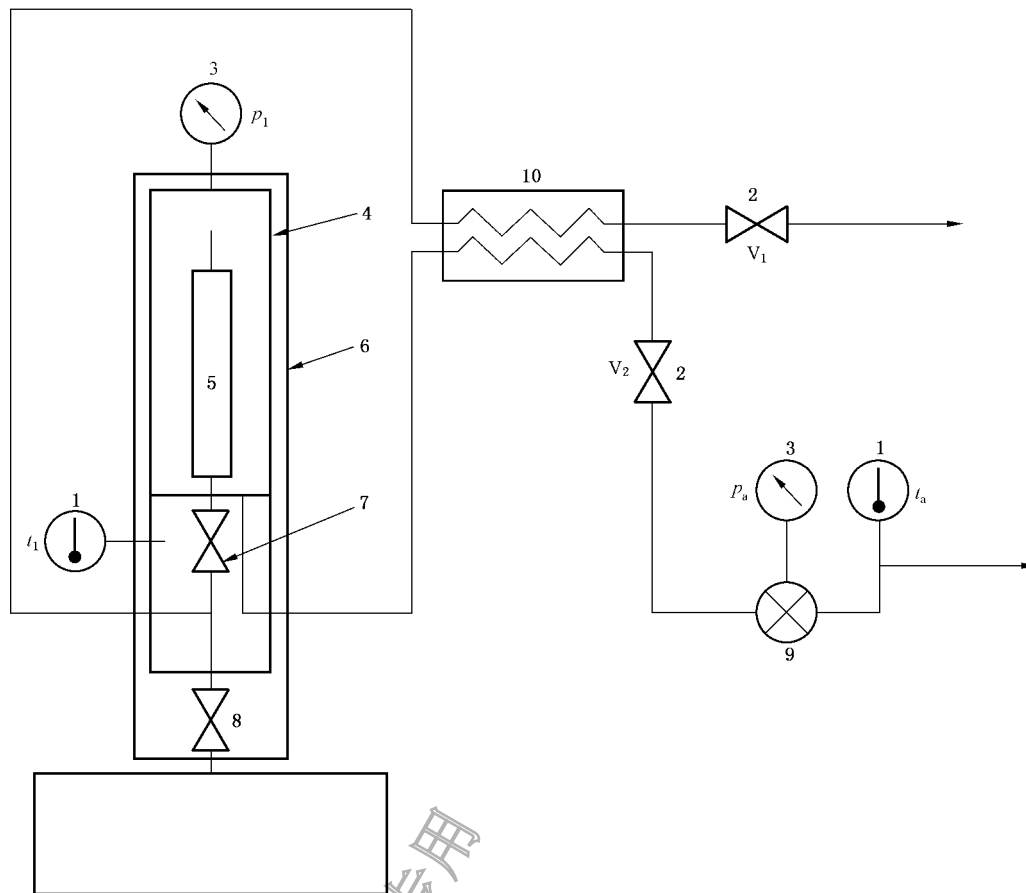


- 说明:
- 1——温度表(t_1, t_a);
 - 2——卸压阀(V_1, V_2);
 - 3——压力表(p_1, p_a);
 - 4——高压取样池;
 - 5——取样管;
 - 6——绝热体;
 - 7——单元阀;
 - 8——取样阀;
 - 9——气体流量计。

a) 取样压力达 10 MPa 的取样设备

图 1 取样设备

订购号: 0120250717857818 防伪编号: 2025-0717-0241-1465-5234 购买单位: 上海美析仪器



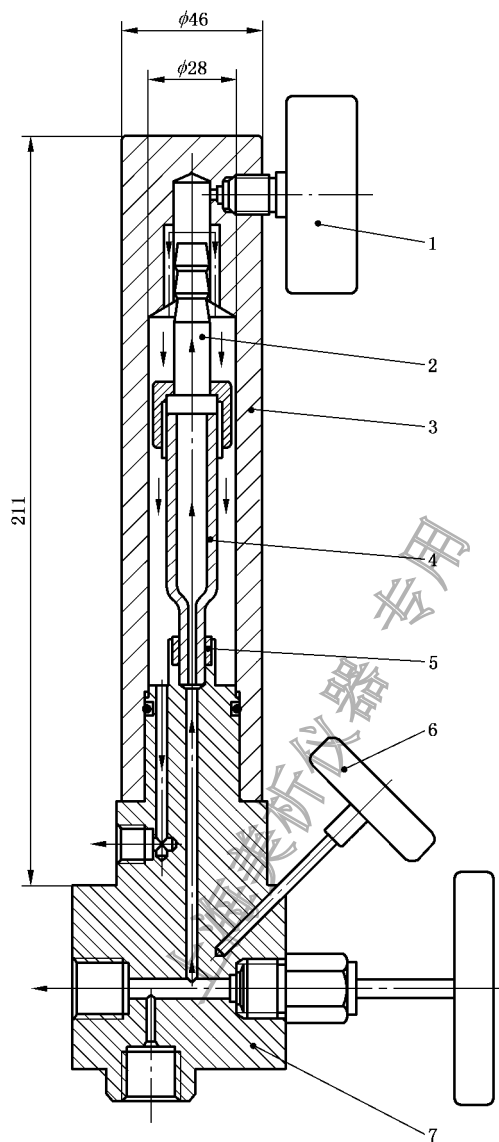
说明:

- 1 —— 温度表(t_1, t_a);
- 2 —— 卸压阀(V_1, V_2);
- 3 —— 压力表(p_1, p_a);
- 4 —— 高压取样池;
- 5 —— 取样管;
- 6 —— 绝热体;
- 7 —— 单元阀;
- 8 —— 取样阀;
- 9 —— 气体流量计;
- 10 —— 热交换器。

注: 见 7.2。

b) 取样压力达 40 MPa 的取样设备

图 1 (续)

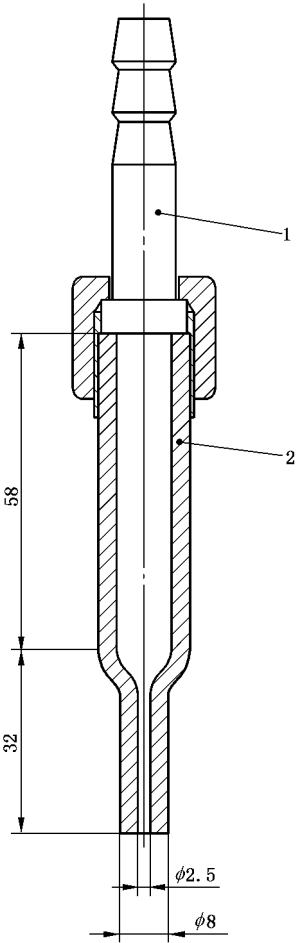


- 说明：
- 1——压力表；
 - 2——连接管；
 - 3——高压池；
 - 4——取样管；
 - 5——O 型密封圈；
 - 6——温度表；
 - 7——带阀的池底座。

图 2 高压取样池

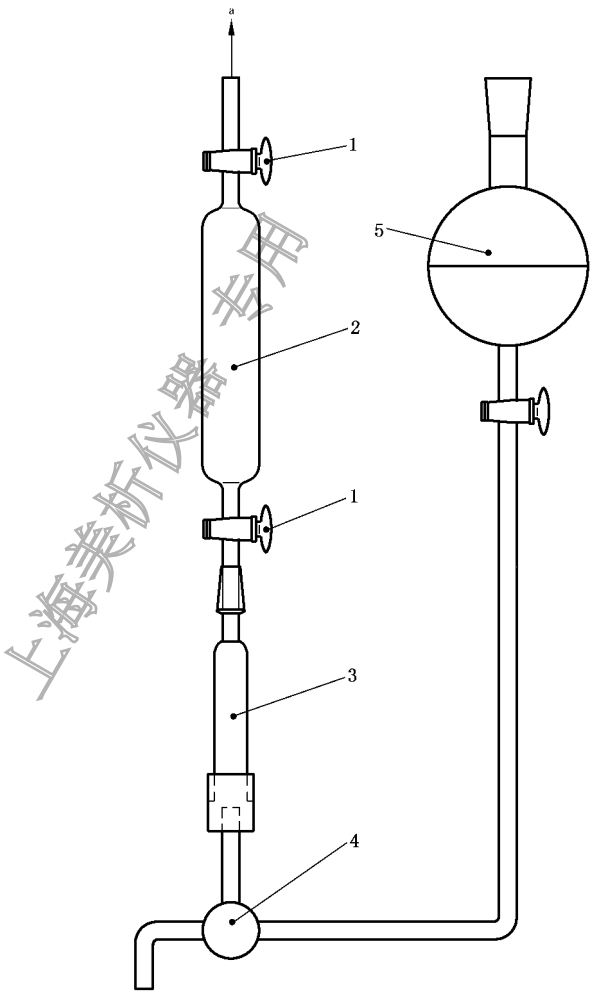
订单号：0120250717857818 防伪编号：2025-0717-0241-1465-5234 购买单位：上海美析仪器

订单号: 0120250717857818 防伪编号: 2025-0717-0241-1465-5234 购买单位: 上海美析仪器



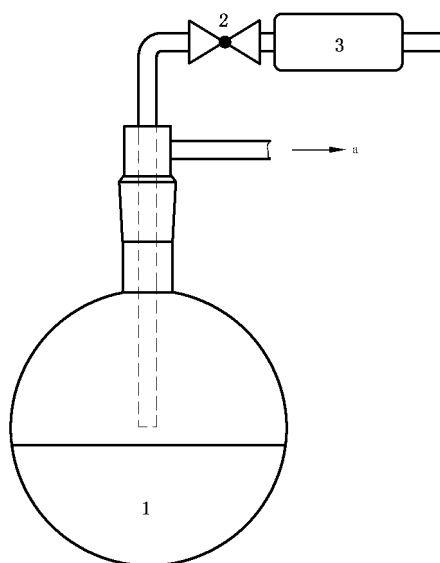
说明：
1——连接管；
2——取样管。
注：见 7.2。

图 3 取样管(硅酸盐玻璃)



说明：
1——旋塞；
2——带刻度的接收器；
3——取样管；
4——三通；
5——圆底容器；
a——抽真空。

图 4 分解用玻璃仪器



说明:

1——圆底烧瓶(2 L);

2——玻璃阀;

3——充满活性碳的空气过滤器;

^a——抽真空。

图 5 制备碘浸渍硅胶的玻璃仪器

6.3 分解用试剂

6.3.1 碘(I_2)。

6.3.2 碘化铵(NH_4I)。

6.3.3 碘化铵溶液, $c(NH_4I) = 1 \text{ mol/L}$ 。

6.3.4 碘化铵/碘(NH_4I/I_2)溶液的制备:先将 10 g 碘溶于 1 L 的 NH_4I 溶液(6.3.3)中,然后用水(6.1)将该溶液稀释 10 倍。分别将 NH_4I/I_2 试剂溶液和 NH_4I 溶液转移到棕色试剂瓶中避光保存。两种溶液的有效期均为 6 个月。

6.4 还原溶液和载流溶液

6.4.1 二氯化锡还原溶液

6.4.1.1 氢氧化钾溶液(KOH),质量浓度 15%。

6.4.1.2 二氯化锡(Ⅱ)($SnCl_2$),分析纯。

6.4.1.3 还原溶液,不断搅拌的情况下,将 0.5 g 二氯化锡(Ⅱ)(6.4.1.2)分几次溶解于 95 g 氢氧化钾溶液(6.4.1.1)中。该溶液必须过滤,且最多保存 2 天。

6.4.2 硼氢化钾还原溶液

6.4.2.1 氢氧化钠,分析纯。

6.4.2.2 硼氢化钾(KBH_4),分析纯。

6.4.2.3 称取 2.5 g 氢氧化钠溶于去离子水,溶解后加入 10 g 硼氢化钾,加去离子水稀释至 500 mL。该溶液最多保存 2 天。

6.4.3 载流溶液

6.4.3.1 浓盐酸,分析纯。

6.4.3.2 载流溶液,先向一个 500 mL 洁净的烧杯中加入 200 mL 左右的去离子水,再向烧杯中慢慢加入 20 mL 浓盐酸,最后加入去离子水至 400 mL 刻度,此溶液 HCl 的体积浓度为 5%。

6.5 校准溶液

6.5.1 汞标准溶液,国家二级或国家一级标准物质,质量浓度 $\rho(\text{Hg})=1\text{ mg/L}\sim 1\,000\text{ mg/L}$,优先选用低浓度标准物质,以减少多级稀释带来的误差。

6.5.2 汞校准溶液,用 $\text{NH}_4\text{I}/\text{I}_2$ 溶液(6.3.4)将汞标准溶液(6.5.1)稀释到适合仪器工作范围的适当的质量浓度。汞校准溶液保存在棕色试剂瓶中时,有效期为一年。

7 取样

7.1 总则

7.1.1 注意事项

天然气中的汞处于极低的浓度水平。因此,测定如此低含量的汞,为了得到可靠的结果采取一定的措施是必要的。痕量分析尤其受下列因素的影响:

- a) 取样设备对汞的吸附,导致结果偏低;
- b) 实验室空气、设备和化学试剂中汞的本底污染,导致测定结果偏高。

汞容易被大多数材质吸附。因此,为了得到可接受的结果,应使用石英玻璃、硅酸盐玻璃和不锈钢。建议根据管线的长度、使用的材质和流量对取样系统进行预处理。将汞蒸气转移到光谱仪的连接管建议使用聚乙酸乙烯酯(PVA)导管;但也可使用其他合适的塑料,如聚四氟乙烯(PTFE)或聚酰胺(PA)。

7.1.2 代表性取样条件

天然气取样的一般要求见 GB/T 13609。

由于存在 7.1.1 提到的吸附现象,因此只进行直接取样。

取样前吹扫取样系统(取样探头和取样阀)以除去沉积物或杂质。避免过度吹扫,因为气体膨胀(焦耳-汤姆逊效应)可引起取样阀结冰。

取样管线和转移管线应尽可能短。

强烈推荐使用快速回路绕过吸附管。这样可保证取样系统(取样探头和取样阀)中气体高速流动,并使吸附现象降低到最小。

7.1.3 高压取样

高压取样(高于大气压)允许大量的气体,在其压力和温度不变的情况下短时间内通过取样管。高压取样还可防止烃类的反凝析。降压前需用热交换器加热气体以保证准确测量气体样品的体积。由于安全原因,应将旁通气流再次引入低压管线或火炬和/或放空口。

7.1.4 适用性

本方法适用于天然气中汞含量的测定,测量范围为 $0.1\text{ }\mu\text{g/m}^3\sim 5\,000\text{ }\mu\text{g/m}^3$ 。样品气中的硫化氢质量应低于 20 mg ;按 ISO 6570 规定的取样条件测定的液态烃凝析物含量应低于 10 g/m^3 。

7.2 取样步骤

7.2.1 在工作压力下按 GB/T 13609 取样。

7.2.2 打开取样阀[见图 1a)和图 1b)]吹扫沉积物或杂质。注意避免过度吹扫,否则焦耳-汤姆孙效应可使阀结冰。

7.2.3 到高压取样池的取样管线尽可能短[见图 1a)和图 1b)],避免由于取样管线内表面吸附或温度下降造成的汞损失。

7.2.4 连接高压取样池底座(见图 2)时,应使其固定在垂直位置。如果需要连接管,应使用不锈钢管。

7.2.5 取样管(见图 3)上螺帽用连接管置换后,将取样管插入取样池底座(见图 2),底座用 O 型密封圈密封。将高压取样池体(见图 2)旋到取样池底座上,并用手旋紧(O 型密封圈)。

7.2.6 为了防止卸压阀[见图 1a)和图 1b)]冷凝和结冰,可加热卸压阀[取样压力达 10 MPa,见图 1a)],或用换热器加热卸压阀上游的气体[见图 1b)];卸压阀通过两根管线(0Cr15Ni60Mo16W5Fe5 钢,合金牌号为 NS333,或 PTFE 涂层的高压软管)连接到高压取样池[取样压力最高达 40 MPa,见图 1b)]。

7.2.7 当被加热的卸压阀温度达到约 50 °C,或热交换器温度 t_2 达到约 90 °C,慢慢打开取样阀和卸压阀 V_1 [见图 1a)和图 1b)]。根据取样管线的直径和长度以及上游压力,通过旁通调节系统的体积流量为 10 m³/h。

7.2.8 将带取样阀的取样头[见图 1a)和图 1b)]和取样池底座(见图 2)加热到气体温度。用温度表[见图 1a)和图 1b)]测量温度 t_1 。当温度变化小于 2 °C/10 min 时开始取样。

7.2.9 慢慢打开取样单元阀[见图 1a)和图 1b)],使取样池加压。注意取样单元阀不要打开太快,否则会引起取样管爆裂。

7.2.10 通过气泡检漏试验检查系统的气密性。如果系统漏气,更换取样池底座的 O 型密封圈。如果在取样过程中,气体温度高于大气温度,则用足够的保温材料对高压取样池和带取样阀的取样头进行保温。

7.2.11 建议取样开始前执行一次上述步骤以对取样池进行预热。报废用于此目的的取样管。

7.2.12 记录压力表[见图 1a)和图 1b)]读数 p_1 。

7.2.13 记录气体流量计[见图 1a)和图 1b)]的初始读数 V_i ,然后调节卸压阀 V_2 得到以下流量:

——对于压力 $p > 6.0$ MPa 的系统,气体流量 = 6 m³/h ~ 8 m³/h;

——对于压力 $p \leq 6.0$ MPa 的系统,气体流量 = p 的数值,单位为 m³/h。

7.2.14 以一定时间间隔记录气体流量计的气体温度 t_G 和表压 p_G 。至少记录取样开始和取样结束时的读数。同时,记录气压计的大气压力 p_a 。

7.2.15 一旦要求的取样体积(0.15 m³ ~ 2 m³)通过了系统,慢慢关闭单元阀[见图 1a)和图 1b)],记录气体流量计的最终读数 V_f 。

7.2.16 在每次取样后,尽快用一支新的、干净的管更换取样管,以避免热损失。

7.2.17 如果在取样过程中取样管内吸收层几乎完全变色,例如碘已蒸发或取样管已饱和,则应插入一支新的取样管以较少的取样体积重新取样。

7.3 样品处理

将取样管安装在分解设备(见图 4)上。用真空泵从带刻度的 50 mL 接收器的上端旋塞抽空取样管并保持三通阀关闭。关闭带刻度的接收器下端旋塞后,打开三通阀,使取样管内的所有硅胶与来自圆底容器的 NH₄I/I₂ 溶液完全接触。

轻轻打开带刻度接收器的下端活塞,使 NH₄I/I₂ 溶液进入带刻度的接收器,大约在 10 min 内使 50 mL 该溶液通过取样管进入带刻度的接收器。

在上述过程中,保持连接真空泵的带刻度接收器的上端旋塞开启。由于真空仍然存在,因此吸附的

烃类被大部分蒸发,避免对后续测试产生不利影响。

关闭带刻度接收器的两端旋塞和三通阀,取下连接件。将装有 $\text{NH}_4\text{I}/\text{I}_2$ 溶液的接收器摇动几次,然后将溶液转移到棕色样品瓶中。

8 汞的测定

8.1 汞转移到 AAS 或 AFS 仪器

用具有本底校正功能的 AAS(5.5)或具有还原单元的 AFS(5.5)仪器进行分析测定,下列步骤中可以使用分批法、流动注射法和连续流动法。

将 20 mL 氢氧化钾溶液(6.4.1.1)和 20 mL 水(6.1)注入 AAS 或 AFS 仪器的汞还原容器中。然后加入 $10\ \mu\text{L} \sim 100\ \mu\text{L}$ 样品溶液。确保汞含量处于 AAS 或 AFS 的线性范围内。用 $\text{NH}_4\text{I}/\text{I}_2$ 溶液(6.3.4)稀释汞含量高的样品。

加入 1.25 mL 二氯化锡还原溶液(6.4.1.3)将含汞化合物还原为元素汞。用惰性气体汽提出汞并使用 AAS 或 AFS 仪器检测。采用流动注入和连续流动系统时,使用同样还原溶液。溶液中冷凝物的存在会影响汞的测定,除非使用具有本底校正功能的 AAS。

采用流动注入和连续流动系统时,还可以采用载流溶液(6.4.3.2)和硼氢化钾还原溶液(6.4.2),将含汞化合物还原为元素汞,用惰性气体汽提出汞并使用 AAS 或 AFS 仪器检测。

8.2 校准

按 8.1 规定的方式分析已知浓度的汞校准溶液(6.5.2)对 AAS 或 AFS 的积分仪进行校准。

重复此步骤直到三次连续测量的相对标准偏差小于 3%。对于通过原点的一级校准曲线,在测定范围内至少需要两个不同浓度校准点,不通过原点的曲线至少需要三个校准点。

从校准曲线获得样品测量信号的合适响应因子。

汞校准溶液的测量信号可用来建立表明仪器和方法是否正常工作的控制图表。

8.3 空白试验

使用的试剂可能含有微量的汞。通过从测量的汞减去空白值对样品的汞含量进行校正。对使用的每一批新的试剂均要检测空白值。至少使用三支新的取样管按 7.3 和 8.1 规定的相同步骤操作。用于按 8.1 的规定进行测定的最终溶液中汞的空白值应小于 $1\ \mu\text{g/L}$ 。

9 计算

用式(1)计算收集在样品管中汞的质量,以纳克表示:

$$m_{\text{Hg}} = \frac{A \times V_1}{R_f \times V_2} \dots\dots\dots (1)$$

式中:

A ——AAS 或 AFS 显示的积分信号,任意单位;

R_f ——从校准曲线获得的响应因子,任意单位每纳克(任意单位/ng);

V_1 ——总样品溶液的体积,单位为毫升(mL);

V_2 ——被测样品溶液的体积,单位为毫升(mL)。

用式(2)校正试剂对汞质量的影响:

$$m_{\text{Hg,校正}} = m_{\text{Hg}} - m_{\text{空白}} \quad \dots\dots\dots (2)$$

式中:

$m_{\text{Hg,校正}}$ —— 校正后样品中汞的质量,单位为纳克(ng);

$m_{\text{空白}}$ —— 根据式(1)计算的汞的空白质量,单位为纳克(ng)。

用式(3)计算 293.15 K 和 101.325 kPa 条件下抽取的样品体积,以升表示:

$$V_G = \frac{(V_f - V_i) \times (p_a + p_G) T_N}{p_N (T_N + t_G)} \quad \dots\dots\dots (3)$$

式中:

V_f —— 气体流量计的最终体积读数,单位为升(L);

V_i —— 气体流量计的初始体积读数,单位为升(L);

p_a —— 大气压力,单位为千帕斯卡(kPa);

p_G —— 气体流量计表压(取样期间的平均值),单位为千帕斯卡(kPa);

t_G —— 气体流量计内的气体温度(取样期间的平均值),单位为摄氏度(°C);

T_N —— 标准参比温度,293.15 K;

p_N —— 标准参比压力,101.325 kPa。

用式(4)计算在标准状态下以质量浓度表示汞含量 β_{Hg} ,单位为纳克每升(ng/L),相当于微克每立方米($\mu\text{g}/\text{m}^3$):

$$\beta_{\text{Hg}} = \frac{m_{\text{Hg,校正}}}{V_G} \quad \dots\dots\dots (4)$$

10 精密度

10.1 总则

方法的精密度是通过实验室间的试验结果进行统计检验得到的。

10.2 重复性和再现性

10.2.1 重复性

几乎没有可用的统计数据。然而期望同一操作人员使用同一仪器在同一操作条件下对同一气样重复分析获得的结果中,任意两个结果的差值与平均值之比在 $\pm 3\%$ (95%置信限)的范围内。

10.2.2 再现性

几乎没有可用的统计数据。然而期望不同实验室的不同操作人员在正常和正确使用本试验方法的情况下,对同一气样进行分析获得的两个独立的重复结果的差值与平均值之比在 $\pm 7\%$ (95%置信限)的范围内。

10.3 不确定度

以样品溶液中汞浓度测量值的实验室间比对为基础的不确定度一般优于 $\pm 20\%$,包括测量偏差和测量不确定度。

11 试验报告

试验报告应包括以下信息:

- 依据 GB/T 16781.1；
- 取样日期和取样时间；
- 取样地点；
- 取样条件,如温度、压力、取样量；
- 取样方法；
- 分析方法(AAS 或 AFS 仪器)；
- 汞含量($\mu\text{g}/\text{m}^3$)；
- 校准数据；
- 相应空白测量；
- 在取样和测定过程中记录的异常现象。

上海美析仪器 专用

附录 A
(资料性附录)

本部分与 ISO 6978-1:2003 的主要差异

本部分为修改采用 ISO 6978-1:2003《天然气 汞含量的测定 第 1 部分：碘化学吸附取样法》。本资料性附录给出了本部分与 ISO 6978-1:2003 的主要差异：

- a) 第 2 章规范性引用文件中,将一些适用于国际标准的表述修改为适用于我国标准的表述,部分 ISO 标准替换为我国对应内容的国家标准,其余章节对应内容也作相应修改,删掉“ISO 14111 分析溯源性准则和测量不确定度表达导则(GUM)”两个规范性引用文件;
- b) 删掉第 4 章有关气体体积计量的标准参比条件的表述,增加硼氢化钾还原溶液;
- c) 5.1.1 中有关材质编号改为我国对应的材质编号,其余章节对应内容也作相应修改;
- d) 6.4 中还原溶液用试剂部分,增加了硼氢化钾还原溶液和载流溶液;
- e) 修改 6.5.1 的内容,将原标准内容“汞储备溶液,质量浓度 $\rho(\text{Hg})=1.000 \text{ g/L}$,可溯源到国家标准物质”修订为“汞标准溶液,国家二级或国家一级标准物质”;
- f) 8.1 增加“采用流动注入和连续流动系统时,还可以采用载流溶液(6.4.3.2)和硼氢化钾还原溶液(6.4.2.3),将含汞化合物还原为元素汞”的内容;
- g) 为了与我国现行的《天然气标准参比条件》等相关标准一致,将 ISO 6978-1:2003 中第 9 章“用式(3)计算 273.15 K, 101.325 kPa 条件下抽取的样品体积”改为“用式(3)计算 293.15 K, 101.325 kPa 条件下抽取的样品体积”,并对式(3)中标准参比条件的标注作相应修改。

上海美析仪器
专用

订单号: 0120250717857818 防伪编号: 2025-0717-0241-1465-5234 购买单位: 上海美析仪器

上海美析仪器 专用

 版权声明

中国标准在线服务网(www.spc.org.cn)是中国标准出版社委托北京标科网络技术有限公司负责运营销售正版标准资源的网络服务平台,本网站所有标准资源均已获得国内外相关版权方的合法授权。未经授权,严禁任何单位、组织及个人对标准文本进行复制、发行、销售、传播和翻译出版等违法行为。版权所有,违者必究!

中国标准在线服务网
<http://www.spc.org.cn>

标准号: GB/T 16781.1-2017
购买者: 上海美析仪器
订单号: 0120250717857818
防伪号: 2025-0717-0241-1465-5234
时 间: 2025-07-17
定 价: 38元



GB/T 16781.1-2017

中 华 人 民 共 和 国
国 家 标 准
天然气 汞含量的测定
第1部分:碘化学吸附取样法
GB/T 16781.1—2017

*

中国标准出版社出版发行
北京市朝阳区和平里西街甲2号(100029)
北京市西城区三里河北街16号(100045)

网址: www.spc.org.cn

服务热线: 400-168-0010

2017年9月第一版

*

书号: 155066 • 1-56283

版权专有 侵权必究