



# 中华人民共和国国家标准

GB/T 16781.1—2008  
代替 GB/T 16781.1—1997

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)

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—2008

\*

中国标准出版社出版发行  
北京复兴门外三里河北街 16 号  
邮政编码：100045

网址 [www.spc.net.cn](http://www.spc.net.cn)

电话：68523946 68517548

中国标准出版社秦皇岛印刷厂印刷  
各地新华书店经销

\*

开本 880×1230 1/16 印张 1.25 字数 29 千字  
2009 年 3 月第一版 2009 年 3 月第一次印刷

\*

书号：155066·1-36024 定价 18.00 元

如有印装差错 由本社发行中心调换

版权专有 侵权必究

举报电话：(010)68533533



GB/T 16781.1—2008

2008-12-31 发布

2009-06-01 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

$$\beta_{Hg} = \frac{m_{Hgcorr}}{V_G} \dots\dots\dots (4)$$

10 精密度

10.1 总则

方法的精密度是通过对实验室间的试验结果进行统计检验得到的,表示如下。

10.2 重复性和再现性

10.2.1 重复性

目前尚未获得可用的试验统计数据,预期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在±3%(95%置信限)的范围内。

10.2.2 再现性

目前尚未获得可用的试验统计数据,预期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在±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±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(μg/m³);
- 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。

目次

前言 ..... III

引言 ..... IV

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 ..... 8

7 取样 ..... 9

7.1 总则 ..... 9

7.2 取样步骤 ..... 9

7.3 样品处理 ..... 10

8 汞的测定 ..... 10

8.1 汞转移到 AAS 或 AFS 仪器 ..... 10

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

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)。

为了防止卸压阀(见图1)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]。

当被加热的卸压阀温度达到约50℃,或热交换器温度 $t_2$ 达到约90℃,慢慢打开取样阀和卸压阀 $V_1$ (见图1)。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 m<sup>3</sup>/h。

将带取样阀的取样头(见图1)和取样池底座(见图2)加热到气体温度。用温度表(见图1)测量温度 $t_1$ 。当温度达到恒定时(如温度变化小于2 K/10 min)开始取样。

慢慢打开取样单元阀(见图1),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。

然后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。

建议取样开始前执行一次上述步骤以对取样池进行预热。

记录压力表(见图1)读数 $p_1$ 。

记录气体流量计(见图1)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 m<sup>3</sup>/h~8 m<sup>3</sup>/h;

——对于压力 $p \leq 6.0$  MPa的系统 气体流量= $p$ 的数值,m<sup>3</sup>/h。

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 $p_a$ 。

一旦要求的取样体积(0.15 m<sup>3</sup>到2 m<sup>3</sup>)通过了系统,慢慢关闭单元阀(见图1),记录气体流量计的最终读数 $V_f$ 。

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。

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NH<sub>4</sub>I/I<sub>2</sub>溶液完全接触。

轻轻打开带刻度接收器的下端活塞,使NH<sub>4</sub>I/I<sub>2</sub>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NH<sub>4</sub>I/I<sub>2</sub>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

**警告——如果处理不正确汞会危害健康。避免吸入蒸气。**

### 8.1 汞转移到AAS或AFS仪器

用具有本底校正功能的AAS(5.4)或具有还原单元的AFS(5.4)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。

## 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:金铂合金汞齐化取样法。

本部分为GB/T 16781的第1部分。

本部分修改采用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》(英文版)。

本部分做了下列技术性修改,与ISO 6978-1:2003的主要差异是:

——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;

——删掉第4章有关气体体积计量的标准参比条件的表述;

——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;

——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,10.325 kPa条件下抽取的样品体积”改为“用式(3)计算293.15 K,10.325 kPa条件下抽取的样品体积”,并对公式(3)中标准参比条件的标注作相应修改。

为便于使用,本部分还做了下列编辑性修改:

——删除ISO 6978-1:2003的前言,重新编写本部分的前言。

本部分代替GB/T 16781.1—1997《天然气中汞含量的测定 原子吸收光谱法》。本部分与GB/T 16781.1—1997在技术内容,即测量范围、试验原理、仪器、试剂、取样、汞的测定等内容完全不同,作了较大的修改。

本部分由全国天然气标准化技术委员会(SAC/TC 244)提出。

本部分由全国天然气标准化技术委员会(SAC/TC 244)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。

本部分主要起草人:涂振权、罗勤、许文晓、黄黎明、常宏岗、张娅娜、何斌。

本部分所代替标准的历次版本发布情况为:

——GB/T 16781.1—1997。