



中华人民共和国国家标准

GB/T 18608—2012
代替 GB/T 18608—2001

GB/T 18608—2012

原油和渣油中镍、钒、铁、钠含量的测定 火焰原子吸收光谱法

Determination of nickel, vanadium, iron, and sodium in crude oils
and residual fuels by flame atomic absorption spectrometry

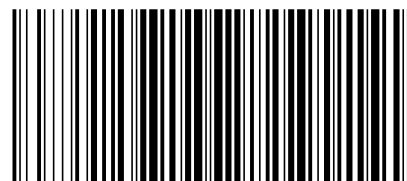
中华人民共和国
国家标准
原油和渣油中镍、钒、铁、钠含量的测定
火焰原子吸收光谱法
GB/T 18608—2012

*
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(100013)
北京市西城区三里河北街16号(100045)
网址 www.spc.net.cn
总编室:(010)64275323 发行中心:(010)51780235
读者服务部:(010)68523946
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 字数 20 千字
2013年5月第一版 2013年5月第一次印刷

*
书号: 155066·1-47067 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)68510107



GB/T 18608-2012

2012-12-31 发布

2013-07-01 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

前 言

本标准按照 GB/T 1.1—2009 给出的规则起草。

本标准代替 GB/T 18608—2001《原油中铁、镍、钠、钒含量的测定 原子吸收光谱法》，与 GB/T 18608—2001 相比，主要技术变化如下：

- 标准名称由“原油中铁、镍、钠、钒含量的测定 原子吸收光谱法”修改为“原油和渣油中镍、钒、铁、钠含量的测定 火焰原子吸收光谱法”；
- 修改了样品的处理方法(见 5.4,2001 年版的 8.1)；
- 修改了方法的精密度(见 5.7,2001 年版的第 10 章)；
- 增加了有机溶剂法测定样品中镍、钒和钠含量的内容(见第 6 章)；
- 将钠含量的测定方法修改为方法 B(见第 6 章,2001 年版的第 8 章)；
- 将钒含量的测定方法修改为火焰原子吸收光谱法；
- 增加了“质量保证和控制”(见第 7 章)；
- 增加了“试验报告”(见第 8 章)；
- 增加了“注意事项”(见附录 A)。

本标准使用重新起草法修改采用 ASTM D5863—00a(2005)《原油和渣油中镍、钒、铁、钠含量的测定 火焰原子吸收光谱法》。

本标准与 ASTM D5863—00a(2005)相比在结构上有较多调整,附录 B 中列出了本标准与 ASTM D5863—00a(2005)的章条编号对照一览表。

本标准与 ASTM D5863—00a(2005)的技术性差异及其原因如下：

- 关于规范性引用文件,本标准做了具有技术性差异的调整,以适应我国的技术条件,调整的情况集中反映在第 2 章“规范性引用文件”中,具体调整如下：
 - 用等效采用国际标准的 GB/T 4756 代替了 ASTM D4057(见 4.1)；
 - 用修改采用国际标准的 GB/T 6682 代替了 ASTM D1193(见 5.2.4)；
 - 用等同采用国际标准的 SY/T 5317 代替了 ASTM D4177(见 4.1)。

本标准做了下列编辑性修改：

- 删除了 ASTM D5863—00a(2005)的第 4 章“意义与用途”；
- 删除了 ASTM D5863—00a(2005)的 22.2“偏差”；
- 删除了 ASTM D5863—00a(2005)的第 23 章“关键词”；
- 删除了 ASTM D5863—00a(2005)的资料性附录 X1。

本标准由全国石油天然气标准化技术委员会(SAC/TC 355)提出并归口。

本标准起草单位:大庆油田工程有限公司、中国石油大学(华东)化学化工学院、中国石油兰州润滑油研究开发中心。

本标准主要起草人:魏哲、单玲、周亚斌、刘树文。

本标准所代替标准的历次版本发布情况为：

- GB/T 18608—2001。

附 录 A
(资料性附录)
注 意 事 项

- A.1 原油和渣油应采用适当的混合及取样步骤。渣油需充分加热,以获得良好的流动性,然后充分振荡。
- A.2 应使用指定的分析波长,因为经试验确定的波长是最佳的,并且无光谱干扰。
- A.3 按照被试样品的类型制定维护计划,对燃烧器进行拆卸并清洁。
- A.4 需经常检查喷雾器的管路是否有弯曲、堵塞或裂缝。必要时应更换。
- A.5 需经常测量喷雾器的提升速率,检查是否有堵塞。当提升速率不正常时,应清洁干净。
- A.6 每次点火都应校正仪器。
- A.7 应检查燃烧头和喷雾器上的沉积物。当沉积物过多引起吸光度偏移较大时,应进行清除。
- A.8 通过调节气体的流速来减少燃烧头上的积炭。当吸喷非水溶液时,积炭可能会增多,可用碳棒清理燃烧头。
- A.9 分析期间,应持续观察火焰的外观,以注意条件是否有任何变化。
- A.10 检查乙炔瓶压,压力低于 0.5 MPa 时需更换,以防止丙酮从乙炔瓶内泄漏。
- A.11 分析前应检查空心阴极灯的对正情况。
- A.12 为防止污染,应使仪器保持清洁。
- A.13 尽可能使标准溶液和样品溶液的基体匹配。
- A.14 配制并测定试剂空白,最后结果应做空白校正。
- A.15 对于样品的分解而言(见 5.4),应认真遵守规定的实验操作方法。
- a) 在通风良好的通风橱内工作,并按安全操作守则的规定采取适当的防护。
 - b) 应将样品容器盖好,以防止对马弗炉的污染。
 - c) 通过处理在样品分解过程中使用的所有试剂来配制试剂空白溶液。
 - d) 如果样品含水量较大,则应缓慢升高油温,以防止油和酸的喷溅。

原油和渣油中镍、钒、铁、钠含量的测定
火焰原子吸收光谱法

警告: 使用本标准的人员应有正规实验室工作的实践经验。本标准并未指出所有可能的安全问题。使用者有责任采取适当的安全和健康措施,并保证符合国家有关法规规定的条件。

1 范围

本标准规定了采用火焰原子吸收光谱法测定原油和渣油中镍、钒、铁、钠含量的两种方法。包括方法 A——酸消解法测定样品中镍、钒和铁的含量和方法 B——有机溶剂法测定样品中镍、钒和钠的含量。方法 B 是以油溶性金属元素为标准样来测定油溶性金属元素的含量,不适用于定量测定含有非油溶性颗粒的样品,因此,该方法测得的金属元素的总含量可能偏低,尤其是测定以无机钠盐形式存在的钠。

本标准适用于原油和渣油中镍、钒、铁、钠含量的测定。对于不同元素,两种测定方法的精密度不同,可根据具体分析的精密度要求来选取适宜的方法。

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 4756 石油液体手工取样法(GB/T 4756—1998,eqv ISO 3170:1988)

GB/T 6682 分析实验室用水规格和试验方法(GB/T 6682—2008,ISO 3696:1987,MOD)

SY/T 5317 石油液体管线自动取样法(SY/T 5317—2006,ISO 3171:1988,IDT)

3 原理

3.1 方法 A:称取 1 g~20 g 样品置于石英烧杯内,用浓硫酸溶解,加热至干。在马弗炉中于 525 ℃ 下灼烧除尽残炭,所得灰分(无机残渣)溶于稀硝酸中,然后蒸发至干,再加入稀硝酸溶解并定容。当测定钒时,应向该测试溶液中加入掩蔽剂。采用氧化亚氮-乙炔火焰测定钒,空气-乙炔火焰测定镍和铁。测定所得吸光强度与浓度成比例。

3.2 方法 B:用有机溶剂稀释样品,得到质量分数为 5% 或 20% 的测试溶液。测试溶液的稀释浓度由样品中待测元素的浓度决定。当测定钒时,应向测试溶液中加入掩蔽剂。采用氧化亚氮-乙炔火焰测定钒,空气-乙炔火焰测定镍和钠。测定所得吸光强度与浓度成比例。

4 取样

4.1 按 GB/T 4756 或 SY/T 5317 取得有代表性的样品。

4.2 样品称量前应充分混合均匀。如果样品在室温下不易流动,应将样品加热至流动状态,再进行混匀。