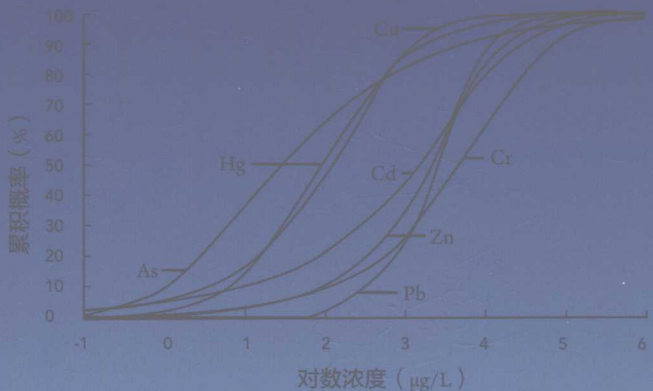
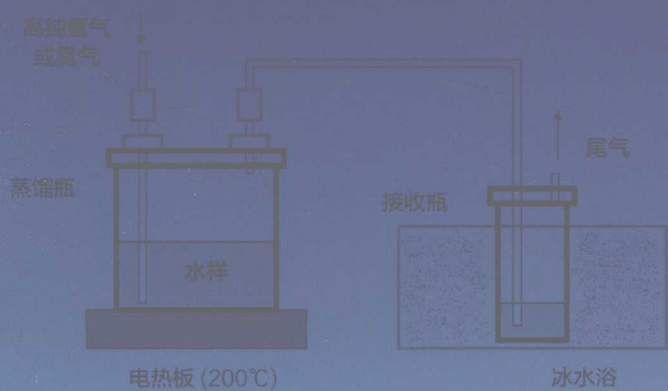
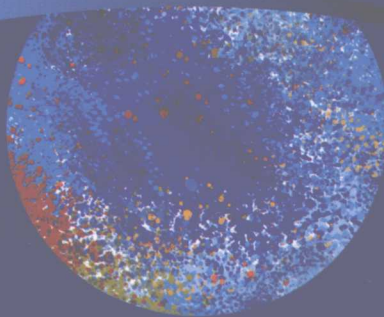


海洋公益性行业科研专项

“近海重金属污染新型监测与风险评估技术业务化示范应用”项目



主 编 ● 暨卫东
副主编 ● 贺 青 林 彩 刘广远 高生泉 袁东星 杜建国 孙 霞 王玉红 王继纲

近海重金属污染元素 监测与评价方法

JINHAI ZHONGJINSHU
WURAN YUANSU
JIANCE YU PINGJIA FANGFA

海洋出版社

近海重金属污染元素 监测与评价方法

主 编 暨卫东
副主编 贺 青 林 彩 刘广远 高生泉 袁东星
杜建国 孙 霞 王玉红 王继纲

海洋出版社

2015 年 · 北京

图书在版编目 (CIP) 数据

近海重金属污染元素监测与评价方法/暨卫东主编. —北京: 海洋出版社, 2015. 8
ISBN 978 - 7 - 5027 - 9226 - 8

I. ①近… II. ①暨… III. ①近海 - 重金属污染 - 污染测定 - 中国 IV. ①X55

中国版本图书馆 CIP 数据核字 (2015) 第 227414 号

责任编辑: 钱晓彬

责任印制: 赵麟苏

海洋出版社 出版发行

<http://www.oceanpress.com.cn>

北京市海淀区大慧寺路 8 号 邮编: 100081

北京朝阳印刷有限责任公司印刷 新华书店发行所经销

2015 年 8 月第 1 版 2015 年 8 月北京第 1 次印刷

开本: 889mm × 1194mm 1/16 印张: 14

字数: 460 千字 定价: 68.00 元

发行部: 62132549 邮购部: 68038093 总编室: 62114335

海洋版图书印、装错误可随时退换

编 委 会

主 编：暨卫东

副主编：贺 青 林 彩 刘广远 高生泉 袁东星 杜建国 孙 霞
王玉红 王继纲

成 员：张友箴 杨 颖 倪志鑫 陈洪涛 刘 洋 陈金民 林 辉
黄海宁 陈宝红 孙秀武 陈文锋 邝伟明 王伟力 韩爱琴
董 旭 陈泓哲 霍云龙 周开文 郭辉革 罗 勇 陈 拥
傅婷婷 白有成 吕海燕 李 力 赵佳懿 俞炜炜 胡文佳
郑森林

前 言

为贯彻《中华人民共和国环境保护法》和《中华人民共和国海洋环境保护法》，防治和控制海洋污染，保护海洋生物资源和其他海洋资源，维护海洋生态系统安全健康，防止重金属污染对海洋水上娱乐与人们食用海产品造成人身健康的危害，特编制近海重金属污染元素监测与评价方法。本方法适用于海洋环境重金属污染监测、调查和评价以及供科研、管理和教育部门作参考。

第一篇 近海重金属污染元素监测方法

《近海重金属污染元素监测方法》分为三个部分：

- 第1部分 海水重金属监测；
- 第2部分 沉积物重金属监测；
- 第3部分 生物体中重金属监测。

本方法由国家海洋局第三海洋研究所负责，国家海洋环境监测中心、厦门大学、中国海洋大学、国家海洋局第一海洋研究所、国家海洋局第二海洋研究所、国家海洋局北海环境监测中心、国家海洋局东海环境监测中心、国家海洋局南海环境监测中心参与起草。

牵头单位：

国家海洋局第三海洋研究所，总编制负责人：暨卫东、林彩、贺青、陈泓哲、陈金民。

参加单位：

1. 国家海洋局第三海洋研究所，《近海重金属污染元素监测方法》——海水、沉积物和生物体中重金属的原子吸收分光光度法编制人：林彩、刘洋；《近海重金属污染元素监测方法》——海水、沉积物和生物体中原子荧光光度法编制人：王继纲。
2. 国家海洋环境监测中心，《近海重金属污染元素监测方法》——海水、沉积物和生物体中重金属的电感耦合等离子质谱法编制人：刘广远。
3. 厦门大学，《近海重金属污染元素监测方法》——海水、沉积物和生物体中甲基汞、四种形态砷、有机锡的测定方法编制人：袁东星。
4. 国家海洋局第一海洋研究所、第二海洋研究所、北海环境监测中心、东海环境监测中心、南海环境监测中心、国家海洋标准计量中心、中国海洋大学共同参与实验室互校。

第二篇 近海重金属污染评价方法

《近海重金属污染评价方法》分为两个部分：

- 第1部分 近海重金属污染评价方法；
- 第2部分 近海重金属污染生态风险评价方法。

本方法由国家海洋局第三海洋研究所负责，国家海洋局第二海洋研究所，第一海洋研究所参加。

牵头单位：

国家海洋局第三海洋研究所,《第1部分 近海重金属污染评价方法》编制负责人:暨卫东、贺青、陈泓哲、陈金民。

国家海洋局第三海洋研究所,《第2部分 近海重金属污染生态风险评价方法》编制负责人:杜建国、陈彬、暨卫东、贺青、赵佳懿、俞炜炜、胡文佳、郑森林。

参加单位:

1. 国家海洋局第三海洋研究所,《近海重金属污染评价方法》——海水部分编制人:林彩。

2. 国家海洋局第二海洋研究所,《近海重金属污染评价方法》——沉积物部分编制人:高生泉、白有成、吕海燕。

3. 国家海洋局第一海洋研究所,《近海重金属污染评价方法》——生物体部分编制人:孙霞、李力。

编 者

目次

第一篇 近海重金属污染元素监测方法

第1部分 海水重金属监测	(3)
1 范围	(3)
2 规范性引用文件	(3)
3 术语和定义	(3)
4 一般规定	(3)
4.1 样品采集	(3)
4.2 实验器皿、水、试剂	(4)
4.3 实验室常规设备	(4)
4.4 样品预处理	(5)
4.5 样品测试	(5)
5 分析方法	(5)
5.1 原子吸收分光光度法	(5)
5.2 原子荧光光度法	(17)
5.3 电感耦合等离子体质谱法(同步测定铜、铅、锌、镉、铬和砷)	(21)
6 调查资料处理和汇编	(26)
6.1 调查资料处理	(26)
6.2 质量控制	(26)
6.3 资料验收	(27)
6.4 资料汇编	(27)
7 报告编写	(28)
7.1 航次报告	(28)
7.2 资料处理报告	(30)
8 海洋调查资料和成果归档	(31)
8.1 归档资料的主要内容	(31)
8.2 归档要求	(31)
附录A(规范性附录)水样中甲基汞的测定(乙基化-气相色谱分离-冷原子荧光光谱法)	(32)
附录B(规范性附录)水样中四种形态砷的测定(液相色谱-氢化物发生-原子荧光光谱法)	(39)
附录C(规范性附录)有机锡的测定——气相色谱法	(44)
附录D(资料性附录)记录表格式	(48)
表D.1.1.1 水样采样记录	(48)
表D.1.1.2 海水样品()标准曲线数据记录(无火焰原子吸收分光光度法)	(49)
表D.1.1.3 海水样品()分析记录(无火焰原子吸收分光光度法)	(50)
表D.1.1.4 海水样品()标准曲线数据记录(火焰原子吸收分光光度法)	(51)
表D.1.1.5 海水样品()分析记录(火焰原子吸收分光光度法)	(52)
表D.1.1.6 海水中()分析标准工作曲线记录(原子荧光法)	(53)
表D.1.1.7 海水中()分析记录(原子荧光法)	(54)
表D.1.1.8 海水样品()标准曲线数据记录(ICP-MS连续测定法)	(55)

表 D. 1. 1. 9	海水样品中()分析记录(ICP - MS 法)	(56)
表 D. 1. 1. 10	水样中甲基汞分析记录	(57)
表 D. 1. 1. 11	海水样品中不同形态砷分析记录(LC - HG - AFS 法)	(58)
表 D. 1. 1. 12	海水样品中有机锡分析记录	(59)
附录 E(资料性附录)	测定结果计算用表	(60)
表 E. 1. 1. 1	元素的相对原子质量表(1997)	(60)
表 E. 1. 1. 2	20℃时容积为 1.000 0 L 玻璃容器中的蒸馏水在不同温度时的质量(m_{20})	(61)
附录 F(资料性附录)	调查资料封面格式	(62)
第 2 部分	沉积物重金属监测	(64)
1	范围	(64)
2	规范性引用文件	(64)
3	术语和定义	(64)
4	一般规定	(64)
4.1	样品采集	(64)
4.2	样品贮存与运输	(65)
4.3	实验器皿、水和试剂	(65)
4.4	样品测试	(65)
4.5	实验室常规设备	(66)
5	分析方法	(66)
5.1	原子吸收分光光度法	(66)
5.2	原子荧光光度法	(77)
5.3	电感耦合等离子质谱法(连续测定铜、铅、锌、镉、铬和砷)	(82)
6	调查资料处理和汇编	(87)
6.1	调查资料处理	(87)
6.2	质量控制	(87)
6.3	资料验收	(88)
6.4	资料汇编	(88)
7	报告编写	(89)
7.1	航次报告	(89)
7.2	资料处理报告	(90)
8	资料和成果归档	(91)
8.1	归档资料的主要内容	(91)
8.2	归档要求	(92)
附录 A(规范性附录)	沉积物中甲基汞的测定(乙基化 - 气相色谱分离 - 原子荧光光谱法)	(93)
附录 B(规范性附录)	沉积物中四种形态砷的测定(液相色谱 - 氢化物发生 - 原子荧光光谱法)	(100)
附录 C(规范性附录)	有机锡的测定——气相色谱法	(106)
附录 D(资料性附录)	记录表格式	(110)
表 D. 1. 2. 1	沉积物采样记录	(110)
表 D. 1. 2. 2	沉积物样品()标准曲线数据记录(火焰原子吸收分光光度法)	(111)
表 D. 1. 2. 3	沉积物样品()分析记录(火焰原子吸收分光光度法)	(112)
表 D. 1. 2. 4	沉积物样品()标准曲线数据记录(无火焰原子吸收分光光度法)	(113)
表 D. 1. 2. 5	沉积物样品()分析记录(无火焰原子吸收分光光度法)	(114)
表 D. 1. 2. 6	沉积物样品()标准曲线数据记录(原子荧光法)	(115)
表 D. 1. 2. 7	沉积物样品()分析记录(原子荧光法)	(116)
表 D. 1. 2. 8	沉积物样品汞分析记录(测汞仪法)	(117)

表 D. 1. 2. 9	沉积物样品()标准曲线数据记录(ICP-MS 连续测定法)	(118)
表 D. 1. 2. 10	沉积物样品中()分析记录(ICP-MS 法)	(119)
表 D. 1. 2. 11	沉积物中甲基汞分析记录	(120)
表 D. 1. 2. 12	沉积物样品中不同形态砷分析记录(LC-HG-AFS 法)	(121)
表 D. 1. 2. 13	沉积物样中有机锡分析记录	(122)
附录 E(资料性附录)	测定结果计算用表	(123)
E. 1. 2. 1	海洋沉积物质量标准	(123)
附录 F(资料性附录)	调查资料封面格式	(124)
第 3 部分	生物体中重金属监测	(126)
1	范围	(126)
2	规范性引用文件	(126)
3	术语和定义	(126)
4	一般规定	(127)
4.1	样品采集	(127)
4.2	样品贮存与运输	(127)
4.3	实验器皿、超纯水和试剂	(127)
4.4	样品测试	(128)
4.5	实验室常规设备	(128)
5	分析方法	(128)
5.1	原子吸收分光光度法	(128)
5.2	原子荧光分光光度方法	(140)
5.3	电感耦合等离子体质谱法(连续测定铜、铅、锌、镉、铬和砷)	(145)
6	资料处理和汇编	(150)
6.1	调查资料处理	(150)
6.2	质量控制	(150)
6.3	资料验收	(150)
6.4	资料汇编	(151)
7	报告编写	(152)
7.1	航次报告	(152)
7.2	资料处理报告	(153)
8	资料和成果归档	(154)
8.1	归档资料的主要内容	(154)
8.2	归档要求	(154)
附录 A(规范性附录)	生物样中甲基汞的测定(乙基化-气相色谱分离-原子荧光光谱法)	(155)
附录 B(规范性附录)	生物样中四种形态砷的测定(液相色谱-氢化物发生-原子荧光光谱法)	(161)
附录 C(规范性附录)	有机锡的测定——气相色谱法	(167)
附录 D(资料性附录)	记录表格式	(171)
表 D. 1. 3. 1	生物样品 分析记录表(分光光度法)	(171)
表 D. 1. 3. 2	生物体样品()标准曲线数据记录(火焰原子吸收分光光度法)	(172)
表 D. 1. 3. 3	生物体样品()分析记录(火焰原子吸收分光光度法)	(173)
表 D. 1. 3. 4	生物体样品()标准曲线数据记录(无火焰原子吸收分光光度法)	(174)
表 D. 1. 3. 5	生物体样品()分析记录(无火焰原子吸收分光光度法)	(175)
表 D. 1. 3. 6	生物体样品(汞、砷)标准曲线数据记录(原子荧光法)	(176)
表 D. 1. 3. 7	海洋生物体中汞、砷分析记录表(原子荧光法)	(177)
表 D. 1. 3. 8	生物样品()标准曲线数据记录(ICP-MS 连续测定法)	(178)

表 D. 1. 3. 9 生物体样品中_____分析记录(ICP-MS 法)	(179)
表 D. 1. 3. 10 生物体样品汞分析记录(测汞仪法)	(180)
表 D. 1. 3. 11 生物样中甲基汞分析记录	(181)
表 D. 1. 3. 12 生物样中不同形态砷分析记录	(182)
表 D. 1. 3. 13 生物样中有机锡分析记录	(183)
附录 E(资料性附录)调查资料封面格式	(184)

第二篇 近海重金属污染评价方法

第 1 部分 近海重金属污染评价方法	(189)
1 范围	(189)
2 规范性引用文件	(189)
3 术语和定义	(189)
4 监测方案设计	(191)
4.1 监测站位布设	(191)
4.2 监测频率与时间	(191)
4.3 样品采集	(191)
4.4 评价项目	(192)
5 质量控制与保证	(194)
6 海洋环境中重金属污染评价	(194)
6.1 海水中重金属污染的评价标准与方法	(194)
6.2 海洋沉积物中重金属污染的评价标准与方法	(196)
6.3 海洋生物体中重金属污染的评价标准与方法	(197)
6.4 海洋甲基汞和三丁基锡的评价标准与方法	(199)
7 监测资料处理和汇编	(200)
7.1 监测资料处理	(200)
7.2 质量控制	(200)
8 近海重金属监测报告内容与格式	(200)
8.1 文本规格	(200)
8.2 封面格式	(200)
8.3 封里内容	(200)
8.4 近海重金属监测与评价报告章节内容	(200)
9 资料和成果归档	(201)
9.1 归档资料的主要内容	(201)
9.2 归档要求	(201)
参考文献	(202)
第 2 部分 近海重金属污染生态风险评价方法	(203)
1 范围	(203)
2 规范性引用文件	(203)
3 术语	(203)
4 生态风险评价项目	(204)
5 生态风险评价流程	(204)
5.1 问题提出	(204)
5.2 风险分析	(204)
5.3 风险表征	(204)
5.4 形成报告	(205)

6 生态风险评价方法 (205)

6.1 物种分组和数据处理 (206)

6.2 SSD 曲线拟合 (206)

6.3 HC5 计算 (207)

6.4 PAF 计算 (207)

6.5 联合生态风险 (208)

7 评价标准 (208)

7.1 单个站位单种重金属生态风险 (209)

7.2 单个站位多种重金属生态风险 (209)

7.3 多个站位多种重金属生态风险 (209)

参考文献 (210)

第一篇 近海重金属 污染元素监测方法

第 1 部分 海水重金属监测

1 范围

本部分规定了海水中重金属监测方法，对海水样品的采集、贮存、运输以及海水中重金属项目的分析方法和测定结果计算等提出了技术规定和要求。

本部分适用于近海、近岸及陆源入海排污口及其邻近海域海水中重金属监测，也适用于海洋倾废、疏浚物和海洋污染事故等调查与监测中海水中重金属监测。

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 17378.2—2007 海洋监测规范 第2部分：数据处理与分析质量控制

GB 17378.3—2007 海洋监测规范 第3部分：样品采集、贮存与运输

GB 17378.4—2007 海洋监测规范 第4部分：海水分析

GB 12807—1991 实验室玻璃仪器 分度吸量管

GB/T 12806—1991 实验室玻璃仪器 单标线容量瓶

GB/T 6682—2008 分析实验室用水规格和试验方法

3 术语和定义

下列术语和定义适用于本文件。

3.1

热分解 thermal decomposition

用对流或传导加热全部或部分分解样品，使其中易挥发或不稳定的组分如水、二氧化碳、有机质、氧化物、单质蒸汽或其他化合物释放出来。

3.2

样品舟 sample boat

用来盛放和运送液体样品或者固体样品进入热分解管中的不吸附汞并且具有热稳定性的容器。

3.3

现场平行样 field parallel samples

在采样现场，对同一个站位，在相同的条件下采集的两份样品。

3.4

现场加标样 field spiked samples

在采样现场取一组平行样，将实验室配制的已知浓度的被测物质的标准溶液，定量加到其中一份已知体积的水样中为现场加标样，另一份不加标。

4 一般规定

4.1 样品采集

4.1.1 采样设备

本部分所需的采样设备为聚氯乙烯或聚四氟乙烯材质的采水器。

4.1.2 样品容器

样品容器可以是下列容器中的一种：

- 聚四氟乙烯瓶；
- 塑料材质的（聚乙烯和聚丙烯等）样品瓶；
- 聚对苯二甲酸乙二醇酯材质的（PET）样品瓶。

4.1.3 容器的洗涤

容器按下述步骤清洗：

- 容器盖和盖衬先用洗涤剂清洗；
- 用自来水冲洗 2~3 次；
- 用去离子水漂洗 3 次；
- 烘干；
- 特殊项目按要求进行洗涤。

4.1.4 采样操作

采样操作应遵循以下基本原则：

- 用船只采样时，应避免船体污染；
- 采样器不应直接接触船体任何部位，裸手不应接触采样器排水口；
- 采样人员的手臂应保持清洁；
- 样品采集后，于项目规定条件下保存。

4.1.5 样品采集质量保证与质量控制

样品采集质量保证与质量控制措施包括：

- 现场空白样：每次至少带一个现场空白样（去离子水），在现场与样品相同条件下包装、保存和运输，直至交给实验室分析；
- 现场平行样：现场平行样应占样品总量的 5%~10%，每批样品至少采两组平行样，平行样分析应控制在误差允许范围内；
- 设备材料空白：当使用新采样设备、新容器和新材料时，需进行设备材料的空白试验；
- 现场加标样：在现场取一组平行样，将实验室配制的一定浓度的被测物质的标准溶液，等量加到其中一份已知体积的水样中，另一份不加标，送实验室按样品要求进行处理分析；
- 现场空白值大于样品含量的 30% 时，应对实验室、采样、运输和贮存等步骤做仔细审查；
- 现场加标样分析值超出分析控制线时，应查找原因，在未找出原因之前不得继续分析样品。

4.2 实验器皿、水、试剂

实验器皿、水和试剂应符合下述要求：

- 实验用带刻度试管、浓缩瓶、移液管、容量瓶等使用前，应进行校准；
- 试剂、有机溶剂应按要求进行纯化；
- 所用试剂宜选用同一厂家生产的同类产品；
- 为保证实验的重现性和再现性，重蒸馏有机试剂应混匀，实验条件应一致；
- 按测项要求选择实验用水。

4.3 实验室常规设备

实验室常用设备如下：

- 冰箱；
- 冰柜；
- 可调温的电加热板（或电炉）；
- 分析天平或高精度电子天平（ $\pm 0.1\text{ mg}$ ）；

- 高精度微量移液器（10.0 μL ~ 100.0 μL ，100 μL ~ 1 000 μL ）；
- 微波炉；
- 马弗炉；
- 超纯水系统；
- 亚沸蒸馏器；
- 离心机；
- 真空抽滤泵；
- 过滤装置；
- 玛瑙研磨机。

4.4 样品预处理

样品预处理应符合下述要求：

- a) 操作时应戴洁净的 PE 手套，并穿实验工作服；
- b) 用于预处理的器皿，应根据样品的性质选择不同的清洗剂（如硝酸、洗液、洗涤剂）浸泡 24 h，依次用水、去离子水洗净，根据需要再用其他试剂漂洗；
- c) 船内没有标准洁净实验室，替代方案是在船上实验室内安装洁净工作台；
- d) 认真记录前处理、预处理样品的体积。

4.5 样品测试

样品测试应遵循下述原则：

- a) 分析人员可根据情况选用绘制质控图、插入质控样或做加标回收等方法进行自控；
- b) 质控人员应编入 5% ~ 10% 的平行样或质控样；
- c) 分析空白要占样品总数的 5%，样品少于 20 个时，每批至少带一个分析空白，分析空白值低于方法检出限；样品不足 10 个时，应做 20% 平行样或质控样；
- d) 每批样品至少进行一个加标质控样分析，要占样品总数的 2%；
- e) 分析空白大于样品的 30% 时，应对实验室分析进行仔细核查；
- f) 质控样和加标回收样超出控制线时，要查找原因，在未找出原因之前不得继续分析样品。

5 分析方法

5.1 原子吸收分光光度法

5.1.1 铜（无火焰原子吸收分光光度法）

5.1.1.1 方法原理

在 pH 为 4.5 ± 0.2 条件下，海水中铜离子与吡咯烷二硫代甲酸铵（APDC）及二乙氨基二硫代甲酸钠（DDTC）螯合，经 1, 1, 2 - 三氯三氟乙烷（氟利昂）萃取及硝酸反萃取后，用石墨炉原子化，于铜的特征吸收波长（324.7 nm）处，测定原子吸光值。

5.1.1.2 试剂及其配制

除非另有说明，所有试剂均为分析纯，水为超纯水。

5.1.1.2.1 水：取自超纯水制备系统，电阻率 $\geq 18.2 \text{ M}\Omega \cdot \text{cm}$ （25℃）。

5.1.1.2.2 硝酸（ HNO_3 ）： $\rho = 1.42 \text{ g/mL}$ ，优级纯，经石英亚沸蒸馏器蒸馏纯化。

5.1.1.2.3 硝酸溶液：体积分数为 50%，将 50 mL 硝酸（5.1.1.2.2）用水（5.1.1.2.1）稀释至 100 mL。

5.1.1.2.4 硝酸溶液：体积分数为 1%，将 5 mL 硝酸（5.1.1.2.2）用水（5.1.1.2.1）稀释至 500 mL。

5.1.1.2.5 氨水（ $\text{NH}_3 \cdot \text{H}_2\text{O}$ ）： $\rho = 0.90 \text{ g/mL}$ ，应用等温扩散法提纯。

5.1.1.2.6 1, 1, 2 - 三氯三氟乙烷（氟利昂， $\text{C}_2\text{Cl}_3\text{F}_3$ ）：优级纯，取 300 mL 氟利昂于 500 mL 分液漏

斗中,加入3 mL硝酸(5.1.1.2.2),振荡2 min,静止分层,收集有机相于另一500 mL分液漏斗中,在此有机相中按上述步骤重复2次;在有机相中加入水(5.1.1.2.1)振荡洗涤,直至水相pH为6~7,收集有机相。

5.1.1.2.7 吡咯烷二硫代甲酸铵(APDC, $C_5H_{12}N_2S_2$): 优级纯。

5.1.1.2.8 二乙氨基二硫代甲酸钠(DDTC, $C_5H_{10}NS_2Na$): 优级纯。

5.1.1.2.9 APDC-DDTC混合溶液: 分别称取APDC(5.1.1.2.7)和DDTC(5.1.1.2.8)各1 g,溶于50 mL水(5.1.1.2.1),经定量滤纸过滤,稀释至100 mL。用氟利昂(5.1.1.2.6)萃取3次,每次10 mL。收集水相于冰箱内保存。一星期内有效。

5.1.1.2.10 金属铜(粉状, Cu): 纯度为99.99%。

5.1.1.2.11 铜标准贮备溶液: $\rho = 1.000 \text{ mg/mL}$, 称取0.100 0 g金属铜(5.1.1.2.10)于50 mL烧杯中,用适量硝酸溶液(5.1.1.2.3)溶解,用水(5.1.1.2.1)定容至100.0 mL容量瓶中,混匀。

5.1.1.2.12 铜标准中间溶液: $\rho = 50.0 \text{ }\mu\text{g/mL}$, 量取5.00 mL铜标准贮备溶液(5.1.1.2.11)于100.0 mL容量瓶内,用硝酸溶液(5.1.1.2.4)定容,混匀。

5.1.1.2.13 铜标准使用溶液: $\rho = 0.500 \text{ }\mu\text{g/mL}$, 量取1.00 mL铜标准中间溶液(5.1.1.2.12)于100.0 mL容量瓶内,用硝酸溶液(5.1.1.2.4)定容,混匀。

5.1.1.3 仪器与设备

5.1.1.3.1 原子吸收分光光度计

原子吸收分光光度计包括:

——具有石墨炉原子化器;

——铜空心阴极灯;

——配20 μL 进样泵的自动进样器或20 μL 精密微量移液器;

——钢瓶氩气(纯度为99.9%以上)。

5.1.1.3.2 其他设备

其他设备包括:

——聚四氟乙烯(或聚丙烯)杯: 2 mL;

——分液漏斗: 125 mL、500 mL和1 000 mL;

——移液管: 1.00 mL、2.00 mL、5.00 mL和10.0 mL。

5.1.1.4 分析步骤

5.1.1.4.1 绘制工作曲线

按照下述步骤绘制工作曲线:

a) 取7个50.0 mL容量瓶,分别加入0.00 mL、0.50 mL、1.00 mL、2.00 mL、3.00 mL、5.00 mL、7.50 mL铜标准使用溶液(5.1.1.2.13),用水(5.1.1.2.1)定容,此标准系列分别含铜0.0 $\mu\text{g/L}$ 、5.0 $\mu\text{g/L}$ 、10.0 $\mu\text{g/L}$ 、20.0 $\mu\text{g/L}$ 、30.0 $\mu\text{g/L}$ 、50.0 $\mu\text{g/L}$ 、75.0 $\mu\text{g/L}$;

b) 取7支1 000 mL具塞分液漏斗,分别加入390 mL水(5.1.1.2.1)及10.0 mL上述标准系列溶液;

c) 以精密pH试纸(pH为3.8~5.4)为指示,用稀氨水或稀硝酸调节pH至 4.5 ± 0.2 ;

d) 加入1 mL APDC-DDTC混合溶液(5.1.1.2.9),混匀;加20 mL氟利昂(5.1.1.2.6),人工手摇或机械振荡2.5 min,静置分层,下层的有机相转移至125 mL分液漏斗中,水相中再加10 mL氟利昂(5.1.1.2.6),振荡2 min,静置分层,合并收集有机相至125 mL分液漏斗中;在有机相中加0.20 mL硝酸(5.1.1.2.2),振荡2 min,再加9.80 mL水(5.1.1.2.1),萃取2 min,静置分层,上层的水相收集待测;

e) 按仪器工作条件测定吸光值 A_w ,样品进样量为20.0 μL ;