

2007年 第六卷



中国国家标准汇编

2007 年修订-19

中国标准出版社 编

中国标准出版社

北京



中国标准出版社

91-11 005

中国标准出版社

图书在版编目 (CIP) 数据

中国国家标准汇编: 2007 年修订. 19/中国标准出版社编. —北京: 中国标准出版社, 2008

ISBN 978-7-5066-4993-3

I. 中… II. 中… III. 国家标准-汇编-中国-2007
IV. T-652.1

中国版本图书馆 CIP 数据核字 (2008) 第 101053 号

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

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 46 字数 1 395 千字

2008 年 8 月第一版 2008 年 8 月第一次印刷

定价 200.00 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) 68535333

ISBN 978-7-5066-4993-3



9 787506 649933 >

出版说明

1. 《中国国家标准汇编》是一部大型综合性国家标准全集,自 1983 年起,按国家标准顺序号以精装本、平装本两种装帧形式陆续分册汇编出版。《汇编》在一定程度上反映了我国建国以来标准化事业发展的基本情况和主要成就,是各级标准化管理机构,工矿企事业单位,农林牧副渔系统,科研、设计、教学等部门必不可少的工具书。

2. 由于标准的动态性,每年有相当数量的国家标准被修订,这些国家标准的修订信息无法在已出版的《汇编》中得到反映。为此,自 1995 年起,新增出版在上一年度被修订的国家标准的汇编本。

3. 修订的国家标准汇编本的正书名、版本形式、装帧形式与《中国国家标准汇编》相同,视篇幅分设若干册,但不占总的分册号,仅在封面和书脊上注明“2006 年修订-1,-2,-3,……”等字样,作为对《中国国家标准汇编》的补充。读者配套购买则可收齐前一年新制定和修订的全部国家标准。

4. 修订的国家标准汇编本的各分册中的标准,仍按顺序号由小到大排列(不连续);如有遗漏的,均在当年最后一分册中补齐。

5. 2007 年制修订国家标准 1 410 项,全部收入在《中国国家标准汇编》第 352~367 分册和 2007 年修订-1~修订-23 分册中。本分册为“2007 年修订-19”,收入新制修订的国家标准 15 项。

中国标准出版社
2008 年 6 月

目 录

GB 17378.4—2007	海洋监测规范 第4部分:海水分析	1
GB 17378.5—2007	海洋监测规范 第5部分:沉积物分析	167
GB 17378.6—2007	海洋监测规范 第6部分:生物体分析	265
GB 17378.7—2007	海洋监测规范 第7部分:近海污染生态调查和生物监测	341
GB/T 17383—2007	船舶和海上技术 挖泥船 分类	439
GB/T 17470—2007	玻璃纤维短切原丝毡和连续原丝毡	445
GB/T 17564.5—2007	电气元器件的标准数据元素类型和相关分类模式 第5部分:EXPRESS 字典模式扩展	459
GB 17565—2007	防盗安全门通用技术条件	513
GB/T 17581—2007	真空管型太阳能集热器	531
GB/T 17593.2—2007	纺织品 重金属的测定 第2部分:电感耦合等离子体原子发射光谱法	555
GB 17625.2—2007	电磁兼容 限值 对每相额定电流 $\leq 16\text{ A}$ 且无条件接入的设备在公用低压 供电系统中产生的电压变化、电压波动和闪烁的限制	561
GB/T 17626.16—2007	电磁兼容 试验和测量技术 0 Hz~150 kHz 共模传导骚扰抗扰度试验	581
GB 17743—2007	电气照明和类似设备的无线电骚扰特性的限值和测量方法	597
GB/T 17791—2007	空调与制冷设备用无缝铜管	633
GB/T 17798—2007	地理空间数据交换格式	643



中华人民共和国国家标准

GB 17378.4—2007
代替 GB 17378.4—1998



2007-10-18 发布

2008-05-01 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

本部分的全部技术内容为强制性。

GB 17378《海洋监测规范》分为七个部分：

- 第1部分：总则；
- 第2部分：数据处理与分析质量控制；
- 第3部分：样品采集、贮存与运输；
- 第4部分：海水分析；
- 第5部分：沉积物分析；
- 第6部分：生物体分析；
- 第7部分：近海污染生态调查和生物监测。

本部分为GB 17378的第4部分，代替GB 17378.4—1998《海洋监测规范 第4部分：海水分析》。

本部分与GB 17378.4—1998相比主要变化如下：

- 水样采集、贮存和运输调整为规范性附录(1998年版的4.3；本版的附录B)；
- 检出限调整为资料性附录(1998年版的第5章；本版的附录C)；
- 增加了汞的原子荧光测定法(见5.1)；
- 取消了汞的双硫脲分光光度法(1998年版的6.2)；
- 修改了铜、铅和镉的无火焰原子吸收分光光度测定法，调整为铜、铅和镉的连续测定法(1998年版的7.1、8.1、9.1；本版的6.1、7.1、8.1)；
- 取消了铜的二乙氨基二硫代甲酸钠分光光度法(1998年版的7.4)；
- 取消了铅的双硫脲分光光度法(1998年版的8.4)；
- 取消了镉的双硫脲分光光度法(1998年版的9.4)；
- 取消了锌的双硫脲分光光度法(1998年版的10.3)；
- 增加了砷的原子荧光测定法(见11.1)；
- 修改了油类的环己烷萃取荧光分光光度测定法(1998年版的14.1；本版的13.1)；
- 取消了氟里昂-环己烷萃取体系荧光分光光度法(1998年版的14.2)；
- 透明度—目视法修改为透明度—透明圆盘法(1998年版的23.1；本版的22)；
- 取消了pH的pH比色法(1998年版的27.2)；
- 增加了盐度的温盐深仪(CTD)测定法(见29.2)；
- 增加了总有机碳的总有机碳仪器测定法(见34.1)；
- 增加了总磷过硫酸钾氧化测定法(见第40章)；
- 增加了总氮过硫酸钾氧化测定法(见第41章)；
- 增加了镍的无火焰原子吸收分光光度测定法(见第42章)；
- 修改完善了附录A并调整为规范性附录(1998年版的附录A；本版的附录A)；
- 附录B调整为资料性附录(1998年版的附录B；本版的附录D)。

本部分的附录A和附录B为规范性附录，附录C和附录D为资料性附录。

本部分由国家海洋局提出。

本部分由全国海洋标准化技术委员会(SAC/TC 283)归口。

本部分起草单位：国家海洋环境监测中心。

本部分主要起草人：马永安、徐恒振、于涛、贺广凯、赵云英、张国光、尚龙生、孙茜、吴之庆、陈淑梅、

韩庚辰、关道明、王健国、张春明、许昆灿、陈维岳、陈邦龙、战秀文、

本部分所代替标准的历次版本发布情况为:

—GB 17378.4—1998.

海洋监测规范

第4部分:海水分析

1 范围

GB 17378的本部分规定了海水监测项目的分析方法,对海水分析的样品采集、贮存、运输、测定结果计算等提出了技术规定和要求。

本部分适用于大洋、近海、河口及咸淡水混合水域。可用于海洋环境监测,常规水质监测,近岸浅水区环境污染调查监测,以及海洋倾废、疏浚物、赤潮和海洋污染事故的应急专项调查监测与海洋有关的海洋环境调查监测。

2 规范性引用文件

下列文件中的条款通过 GB 17378 的本部分的引用而成为本部分的条款。凡是注日期的引用文件,其随后所有的修改单(不包括勘误的内容)或修订版均不适用于本部分,然而,鼓励根据本部分达成协议的各方研究是否可使用这些文件的最新版本。凡是不注日期的引用文件,其最新版本适用于本部分。

- GB/T 12763.1 海洋调查规范 第2部分:海洋水文观测
- GB/T 12763.4 海洋调查规范 第4部分:海洋化学要素调查
- GB 17378.2 海洋监测规范 第2部分:数据处理与分析质量控制
- GB 17378.3 海洋监测规范 第3部分:样品采集、贮存与运输
- HY/T 07—1992 颠倒温度表

3 术语和定义

下列术语和定义适用于 GB 17378 的本部分。

3.1

过滤的水样 *filtered water sample*
用 0.45 μ m 纤维滤膜过滤的水。

3.2

标线 *standard line*
计量容器体积的刻度线。

4 一般规定

4.1 试剂、溶剂、滤膜的纯化和处理

4.1.1 氨水的等温扩散法纯化:将分别盛有氨水和高纯水的容器分放在玻璃干燥器隔板上或隔板上,密闭放置。扩散时间依气温而定,大约1周~2周。

4.1.2 三氯甲烷、四氯化碳的纯化:对新开封的溶剂可进行简单的处理,即每升溶剂中加 200 mL 盐酸羟胺溶液(体积分数 0.5%),于分液漏斗中振荡洗涤弃去水相,再用纯水洗涤一次,经干燥过的滤纸过滤即可。若作为回收的废溶剂或经上述方法处理后仍不合格者,改用下法处理:将溶剂倒入蒸馏瓶至半满,加适量亚硫酸钠溶液(体积分数 10%)适量覆于上层,进行第一次蒸馏,再移入另一清洁的蒸馏瓶中,加入固体氧化钙进行第二次蒸馏,弃去初馏液少许,接取馏液,贮于棕色瓶中。若溶剂为氯仿,可加

1%体积的无水乙醇,增加其稳定性。

4.1.3 0.45 μm 纤维滤膜的处理:用敷有聚乙烯膜的不锈钢镊子挟持滤膜的边缘,逐张地竖直向下浸入 0.5 mol/L 的盐酸溶液中,至少 12 h。用纯水冲洗至中性,密封待用。

4.2 说明

4.2.1 标准空白(A_0)与分析空白(A_b)的扣除

4.2.1.1 当 $A_0 = A_b$ (即标准系列与水样测定步骤完全一致),两者都可不必扣除,即 A_i 不减 A_0 ; A_w 不减 A_b 绘制校准曲线或查读曲线,但只限同批可行;若空白值(A_0 及 A_b)十分稳定,可延用一周。

注 1: A_w : 水样的吸光(信号)值;

注 2: A_b : 分析空白吸光值;

注 3: A_0 : 标准系列各点的吸光值,其中零浓度为标准空白 A_0 。

4.2.1.2 当 $A_0 \neq A_b$, 即标准系列的测定步骤较之水样有所省略时,则必须 $A_i - A_0$ 后绘制曲线; $A_w - A_b$ 后查读曲线。

4.2.1.3 用线性回归方程计算也应按上述规定。

4.2.1.4 原子吸收、气相色谱、电化学等测定方法,参照上述规定。

4.2.2 盐误差的校正

盐误差(离子强度不同带来的误差)的校正,应用清洁海水稀释定容标准系列;若用纯水则应给出校正因数;已知某些校正因数(如硅、氨)受环境和纯水影响波动较大,使用者应以实测的结果作必要的校正。

4.2.3 水样体积的校正

在量取测定水样之前向水样加入的试剂溶液超过 1% 体积时,按式(1)进行体积校正:

$$V = \frac{V_1 V_3}{V_1 + V_2} \quad \text{..... (1)}$$

式中:

V ——校正后水样体积,单位为毫升(mL);

V_1 ——原始水样体积,单位为毫升(mL);

V_3 ——量取测定水样体积,单位为毫升(mL);

V_2 ——加入试剂溶液体积,单位为毫升(mL)。

4.2.4 测试方法的验证

水温、盐度、水色、透明度、pH、氯化物、化学需氧量、氨的次溴酸盐法等测试方法系等同采用国内外经典方法,其性能指标多数引自原稿,未再验证。

4.2.5 平行样间的相对偏差限及天然样品加标回收率

重复测定平行样之间的相对偏差限及天然样品加标回收率,若原方法中未作规定,按照 GB 17378.2 的规定执行。

5 汞

5.1 原子荧光法

5.1.1 适用范围和应用领域

适用于大洋、近岸及河口区海水中汞的测定。

本方法为仲裁方法。

5.1.2 方法原理

水样经硫酸-过硫酸钾消化后,在还原剂硼氢化钾的作用下,汞离子被还原成单质汞。以氩气为载体将汞蒸气带原子荧光光度计的原子化器中,以特种汞空心阴极灯为激发光源,测定汞原子荧光强度。

5.1.3 试剂及其配制

- 5.1.3.1 硫酸:工艺超纯, $\rho=1.84\text{ g/mL}$ 。
- 5.1.3.2 硝酸:优级纯, $\rho=1.42\text{ g/mL}$ 。
- 5.1.3.3 盐酸羟胺($\text{NH}_2\text{OH} \cdot \text{HCl}$)。
- 5.1.3.4 过硫酸钾($\text{K}_2\text{S}_2\text{O}_8$)。
- 5.1.3.5 硼氢化钾(KBH_4)。
- 5.1.3.6 氢氧化钾(KOH):优级纯。
- 5.1.3.7 盐酸羟胺溶液(100 g/L):称取 25 g 盐酸羟胺(见 5.1.3.3)溶于水中,稀释至 250 mL 。
- 5.1.3.8 过硫酸钾溶液(50 g/L):称取 50 g 过硫酸钾(见 5.1.3.4)用水溶解并稀释至 $1\,000\text{ mL}$ 。
- 5.1.3.9 硫酸溶液:在搅拌下,将 28 mL 硫酸(见 5.1.3.1)缓慢地加到 500 mL 水中,稀释至 $1\,000\text{ mL}$ 。
- 5.1.3.10 硝酸溶液($1+19$):将 50 mL 硝酸(见 5.1.3.2)缓慢地加到 $1\,000\text{ mL}$ 水中。
- 5.1.3.11 KBH_4 溶液(0.05 g/L):称取 1 g 氢氧化钾(见 5.1.3.6)溶于 200 mL 水中,加入 0.5 g 硼氢化钾(见 5.1.3.5)溶解后,取 20 mL 用水稀释至 $1\,000\text{ mL}$ 。
- 5.1.3.12 汞标准储备溶液(1.00 mg/mL):准确称取 0.1354 g 氯化汞(HgCl_2 , 优级纯, 预先在硫酸干燥器中放置 24 h 以上)于 50 mL 干净的烧杯中,用少量硝酸溶液(见 5.1.3.10)溶解后,全量转入 100 mL 容量瓶中,用硝酸溶液(见 5.1.3.10)定容至标线,混匀。
- 5.1.3.13 汞标准中间溶液($10.0\text{ }\mu\text{g/mL}$):移取 1.00 mL 汞标准储备溶液(见 5.1.3.12)置于 100 mL 容量瓶中,加硝酸溶液(见 5.1.3.10)至标线,混匀。
- 5.1.3.14 汞标准中间溶液($0.100\text{ }\mu\text{g/mL}$):移取 1.00 mL 汞标准中间溶液(见 5.1.3.13)置于 100 mL 容量瓶中,加硝酸溶液(见 5.1.3.10)至标线,混匀。
- 5.1.3.15 汞标准使用溶液(10.0 ng/mL):移取 10.00 mL 汞标准中间溶液(见 5.1.3.14)置于 100 mL 容量瓶中,加硝酸溶液(见 5.1.3.10)至标线,混匀(使用时配制)。

5.1.4 仪器及设备

仪器和设备如下:

- 原子荧光光度计;
- 容量瓶:容量 100 mL 、 $1\,000\text{ mL}$;
- 移液管:容量 1 mL 、 2 mL 、 5 mL 、 10 mL ;
- 烧杯:容量 50 mL 、 $1\,000\text{ mL}$;
- 一般实验室常备仪器和设备。

5.1.5 分析步骤

5.1.5.1 绘制标准曲线

5.1.5.1.1 量取 0 mL 、 0.25 mL 、 0.50 mL 、 1.00 mL 、 2.00 mL 、 4.00 mL 、 8.00 mL 汞标准使用液(见 5.1.3.15),分别移入 100 mL 容量瓶中,加硫酸溶液(见 5.1.3.9)至标线,混匀。分别进样 2.0 mL ,依次测定标准系列各点荧光强度值(I_s)和标准空白荧光强度值(I_0)。

5.1.5.1.2 以($I_s - I_0$)为纵坐标,汞量(ng)为横坐标,绘制标准曲线(给出线性回归方程)并计算线性回归系数,结果记入表 A.1。

5.1.5.2 样品测定

5.1.5.2.1 样品消化:量取 100 mL 水样于 250 mL 锥形瓶中,加入 2.0 mL 硫酸(见 5.1.3.1)、 5.0 mL 过硫酸钾溶液(见 5.1.3.8),放置在室温下消化 24 h ,或加热煮沸 1 min 后,冷却至室温,滴加 2 mL 盐酸羟胺溶液(见 5.1.3.7),混匀,此液为样品消化液。

5.1.5.2.2 分析空白:量取 100 mL 无汞纯水于 250 mL 锥形瓶中,加入 2.0 mL 硫酸(见 5.1.3.1)、 5.0 mL 过硫酸钾溶液(见 5.1.3.8),在室温下放置消化 24 h 以上,或加热煮沸 1 min 后,冷却至室温。

滴加 2 mL 盐酸羟胺溶液(见 5.1.3.7),混匀,此液为分析空白液。

5.1.5.2.3 分别取 2.0 mL 样品消化液(见 5.1.5.3.1)和分析空白液(见 5.1.5.3.2)于氯化物发生器中,测定空白荧光强度(I_0)和样品消化液的荧光强度(I_s)。以($I_s - I_0$)值,由标准曲线查得汞量(ng),或用线性回归方程计算得出汞量(ng)。

5.1.6 记录和计算

将样品测定数据记表 A.2 中,按式(2)计算海水中汞的含量:

$$c = \frac{m}{V} \times k \quad (2)$$

式中:

c ——水样中汞的浓度,单位为微克每升($\mu\text{g/L}$);

m ——水样中汞含量,单位为纳克(ng);

k ——样品消化后体积校正系数为 1.09;

V ——进样体积,单位为毫升(mL)。

5.1.7 精密度和准确度

浓度为 1.00 $\mu\text{g/L}$ 时,重复性相对标准偏差 2.5%;再现性相对标准偏差 10.2%;相对误差 6.5%。

5.1.8 注意事项

本方法执行中应注意以下事项:

- 除非另有说明,本方法所用试剂均为分析纯,水为无汞纯水或等效纯水。
- 测试使用的所有器皿必须在硝酸溶液(1+3)中浸泡 24 h 后,再用去离子水冲洗干净方可使用;
- 测试过程中切勿使器皿受汞的沾污。
- 盐酸羟胺的含汞量差别较大,使用前应进行试剂空白测试,以免因空白值过大,造成过大的测定误差。
- 由于影响汞测定的因素较多,如载气流量、汞灯电流、负高压等,因此,每次测定均应测定标准系列。

5.2 冷原子吸收分光光度法

5.2.1 范围和应用领域

适用于大洋、近岸及河口区海水中汞的测定。

5.2.2 方法原理

水样经硫酸-过硫酸钾消化,在还原剂氯化亚锡的作用下,汞离子被还原为金属汞,采用气-液平衡开路吸气系统,在 253.7 nm 波长测定汞原子特征吸收值。

5.2.3 试剂及其配制

5.2.3.1 过硫酸钾($\text{K}_2\text{S}_2\text{O}_8$)

5.2.3.2 无水氯化钙(CaCl_2):用于装填干燥管。

5.2.3.3 低汞海水:表层海水经滤纸过滤,汞含量应低于 0.005 $\mu\text{g/L}$ 。

5.2.3.4 硝酸溶液(1+19):将 50 mL 硝酸($\rho=1.42 \text{ g/mL}$)缓慢地加到 1 000 mL 水中。

5.2.3.5 硫酸溶液(1+1):将 500 mL 硫酸($\rho=1.84 \text{ g/mL}$)缓慢地加到 500 mL 水中。

5.2.3.6 硫酸溶液(0.5 mol/L):在搅拌下将 28 mL 硫酸($\rho=1.84 \text{ g/mL}$)缓慢地加到水中,并稀释至 1 L。

5.2.3.7 盐酸溶液(1+1):将盐酸($\rho=1.19 \text{ g/mL}$)用等体积水稀释。

5.2.3.8 盐酸羟胺溶液(100 g/L):称取 25 g 盐酸羟胺($\text{NH}_2\text{OH} \cdot \text{HCl}$)溶于水,并稀释至 250 mL。

5.2.3.9 氯化亚锡溶液:称取 100 g 氯化亚锡(SnCl_2)于烧杯中,加入 500 mL 盐酸溶液(见 5.2.3.7),加热至氯化亚锡完全溶解,冷却后盛于试剂瓶中。临用时加等体积水稀释。汞杂质高时,通入氮气除

汞,直至汞含量检不出。

5.2.3.10 汞标准贮备溶液(1.00 mg/mL·Hg):称取0.1354 g 氯化汞(HgCl_2),预先在硫酸干燥器中干燥)于10 mL 烧杯中,用硝酸溶液(见5.2.3.4)溶解,全量移入100 mL 量瓶中,加硝酸溶液(见5.2.3.4)稀释至刻度,混匀。盛于棕色硼硅玻璃试剂瓶中,此溶液可保存期为一年。

5.2.3.11 汞标准中间溶液(10.0 $\mu\text{g/mL}$):移取1.00 mL 汞标准贮备溶液(见5.2.3.10)于100 mL 量瓶中,加硝酸溶液(见5.2.3.4)稀释至标线,混匀。此溶液可保存期一星期。

5.2.3.12 汞标准使用溶液(0.100 $\mu\text{g/mL}$):移取1.00 mL 汞标准中间溶液(见5.2.3.11)于100 mL 量瓶中,加硫酸溶液(见5.2.3.6)稀释至标线,混匀。此溶液当日配制。

5.2.4 仪器及设备

仪器和设备如下:

——测汞装置见图1。

——汞蒸气发生瓶:用250 mL 锥形玻璃洗瓶改制而成,截制洗瓶通气管下端,恰使管端刚离开待测的液面;

——量瓶:容量100 mL;

——刻度吸管:容量0.2 mL、0.5 mL、1 mL、2 mL、5 mL;

——移液吸管:容量1 mL;

——试剂瓶:容量250 mL、500 mL、1 000 mL、250 mL;

——一般实验室常备仪器和设备。

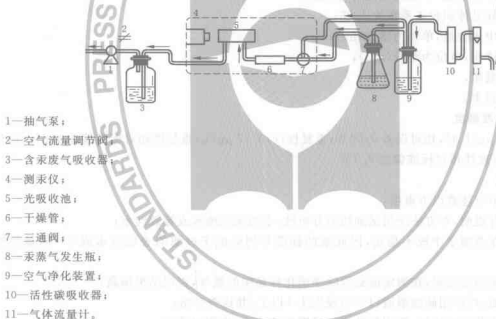


图1 冷原子吸收测汞装置

5.2.5 分析步骤

5.2.5.1 绘制标准曲线

5.2.5.1.1 取6个汞蒸气发生瓶,分别加入100 mL 低汞海水(见5.2.3.3),2.5 mL 硫酸溶液(见5.2.3.5),摇匀,用0.2 mL 刻度吸管分别移入0 mL、0.010 mL、0.020 mL、0.040 mL、0.060 mL、0.080 mL 汞标准使用液(见5.2.3.12),混匀。

5.2.5.1.2 将测汞系统上的三通开关(7)转至调零档,以1 L/min~1.5 L/min 流量的空气通过光吸收池。

5.2.5.1.3 将汞蒸气发生瓶依次连接于测汞系统中,加入2.0 mL 氯化亚锡溶液(见5.2.3.9),塞紧瓶

塞,剧烈振荡 1 min。

5.2.5.1.4 调节测定仪零点,把三通开关转至测定档,测其吸光值 A_1 。

5.2.5.1.5 将数据记入表 A.3 中,吸光值 A_1-A_0 (标准空白)为纵坐标,相应的汞量(μg)为横坐标,绘制标准曲线。

5.2.5.2 水样测定

5.2.5.2.1 量取 100 mL 水样于 250 mL 锥形瓶中,加 2.5 mL 硫酸溶液(见 5.2.3.5),0.25 g 过硫酸钾(见 5.2.3.1)放置在常温下消化 15 h 以上,或加热煮沸 1 min 后冷却至室温(采样时也可先按计量加入上述两种消化剂)。滴加 2.0 mL 盐酸羟胺溶液(见 5.2.3.8)。

5.2.5.2.2 将水样转移入汞蒸气发生瓶(注意赶尽氯气!)其余按照 5.2.5.1.2~5.2.5.1.4 步骤测定其吸光值 A_w 。

5.2.5.2.3 量取 100 mL 无汞纯水,按以上步骤测定分析空白值 A_0 。

5.2.6 记录和计算

将样品测定数据记入表 A.4 中,由 $(\bar{A}_w - \bar{A}_0)/A$ 值查标准曲线得汞量 m ,或用线性回归计算 m 值: $m = \frac{A-a}{b}$,按式(3)计算水样中汞浓度。

$$c_{\text{Hg}} = \frac{k \cdot m}{V} \times 1\,000 \quad (3)$$

式中:

c_{Hg} ——水样中汞浓度,单位为微克每升($\mu\text{g/L}$);

k ——测定样品体积校正系数为 1.05;

m ——水样中汞含量,单位为微克(μg);

V ——水样体积,单位为毫升(mL);

a ——曲线截距;

b ——曲线斜率。

5.2.7 精密度和准确度

浓度为 $1.25 \mu\text{g/L}$ 时,相对误差 0.50%;重复性(r) $0.17 \mu\text{g/L}$;重复性相对标准偏差 4.8%;再现性(R) $0.37 \mu\text{g/L}$;再现性相对标准偏差 9.3%。

5.2.8 注意事项

本方法执行中应注意以下事项:

——除非另有说明,本方法所用试剂均为分析纯,水为无汞纯水或等效纯水;

——汞离子在蒸馏水中极不稳定,因此汞的标准系列应配于过滤的表层海水或 2% 的氯化钠溶液中;

——氯气影响测定结果,在测定前必须除净消化样品中的氯气,否则结果偏高;

——所用器皿,均须用硝酸溶液(1+3)浸泡 1 d 以上,并检查合格;

——用过的汞蒸气发生瓶,须用酸性高锰酸钾溶液洗涤,再用水洗净。

5.3 金捕集冷原子吸收光度法

5.3.1 适用范围和应用领域

适用于大洋水、近岸海水、地面水痕量汞的测定。

5.3.2 方法原理

样品经硫酸-过硫酸钾消化,有机汞转化为无机汞,在还原剂氯化亚锡的作用下,汞离子还原为金属汞,汞蒸气被载气带入金捕集器与金丝生成金汞齐。加热金丝,释放汞蒸气,由载气导入测汞仪吸收池中。在 253.7 nm 波长,测定汞原子特征吸光值。

5.3.3 试剂及其配制

5.3.3.1 汞标准溶液

5.3.3.1.1 汞标准储备溶液(1.00 mg/mL-Hg):准确称取0.1354 g 氯化汞(HgCl_2 , 优级纯, 预先在硫酸干燥器中干燥)于10 mL 烧杯中, 用硝酸溶液(见5.3.3.2)溶解, 全量移入100 mL 棕色量瓶中, 加入1.00 mL 重铬酸钾溶液(见5.3.3.10), 用硝酸溶液(见5.3.3.2)稀释至标线, 混匀, 冰箱保存。

5.3.3.1.2 汞标准中间溶液(10.0 $\mu\text{g/mL}$):量取1.00 mL 汞标准储备溶液(见5.3.3.1.1)于100 mL 量瓶中[瓶内预先加入约50 mL 硝酸溶液(见5.3.3.2)], 加入1.0 mL 重铬酸钾溶液(见5.3.3.10), 用硝酸溶液(见5.3.3.2)稀释至标线, 混匀, 冰箱保存。

5.3.3.1.3 汞标准使用溶液(0.100 $\mu\text{g/mL}$):量取1.00 mL 汞标准中间溶液(见5.3.3.1.2)于100 mL 量瓶中[瓶内预先加入约50 mL 硝酸溶液(见5.3.3.2)], 加入1.0 mL 重铬酸钾溶液(见5.3.3.10), 用硝酸溶液(见5.3.3.2)稀释至标线, 混匀, 冰箱保存。此溶液可使用二个月。

5.3.3.2 硝酸溶液(1+19):量取50 mL 硝酸(HNO_3 , $\rho=1.42 \text{ g/mL}$, 优级纯)加到950 mL 去离子水中, 混匀。

5.3.3.3 硫酸(H_2SO_4): $\rho=1.84 \text{ g/mL}$, 工艺超纯。

5.3.3.4 过硫酸钾溶液(50 g/L):称取5.0 g 过硫酸钾($\text{K}_2\text{S}_2\text{O}_8$, 优级纯), 溶于水并稀释至100 mL, 贮存于试剂瓶中。

5.3.3.5 盐酸羟胺溶液(100 g/L):称取25.0 g 盐酸羟胺($\text{NH}_2\text{OH} \cdot \text{HCl}$)溶于水并稀释至250 mL, 贮存于试剂瓶中。

5.3.3.6 氯化亚锡溶液(100 g/L):称取10.0 g 氯化亚锡($\text{SnCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$, 优级纯), 加于90 mL 盐酸溶液(5.3.3.7)中, 加热溶解, 加盐酸溶液(5.3.3.7)稀释至100 mL。贮存于试剂瓶中。临有现配。

5.3.3.7 盐酸溶液(1+1):量取50 mL 盐酸(HCl , $\rho=1.19 \text{ g/mL}$, 优级纯)缓慢加入50 mL 水中。

5.3.3.8 无水氯化钙(CaCl_2)。

5.3.3.9 活性炭:Ⅲ型颗粒。

5.3.3.10 重铬酸钾溶液(0.5 g/L):称取0.5 g 重铬酸钾($\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$), 溶于水, 并稀释至1 L。

5.3.4 仪器及设备

仪器和设备如下:

——金捕集冷原子吸收测汞装置见图2;

——稳压器:1 kVA;

——气体压缩机;

——记录仪;

——空气净化装置:使用带有气体进、出口的体积为500 mL 左右的硬质玻璃瓶二个, 一个装无水氯化钙(见5.3.3.8), 另一个装活性炭(见5.3.3.9)。压缩空气从下口进入, 通过固体试剂, 由上口排出。空气先进入装有无水氯化钙的瓶以除去空气中的水分, 再进入有活性炭的瓶以除去汞;

——金捕集器:一支长150 mm, 内径5 mm~8 mm 的石英管, 在通仪器一端1/3处, 管壁有一凹陷, 以阻挡金丝移动。石英管内装2 g 金丝(纯度99.99%, $\phi 0.2 \text{ mm}$)。管外用电热丝均匀缠绕数十圈。其电流为6 A;

——金捕集加热系统:2 kVA 调压变压器一台, 开关一个。调压变压器输入220 V, 输出40 V 左右。

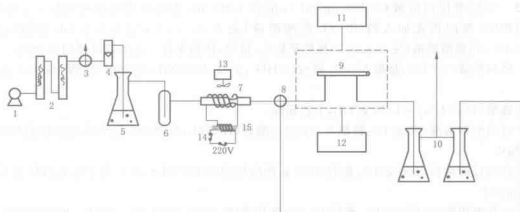
——转子流量计:量程300 mL/min~3 000 mL/min;

——电吹风;

——反应瓶:由250 mL 玻璃洗瓶改装。

——定量吸液管:容量2 mL;

- 量瓶:容量 100 mL;
- 试剂瓶:容量 250 mL,500 mL;
- 量筒:容量 5 mL,50 mL,100 mL,250 mL,500 mL;
- 玻璃三通阀;
- 缓冲瓶;
- 玻璃磨口样品瓶:容量 250 mL,500 mL;
- 微量进样器:容量 100 μ L;
- 一般实验室常备仪器和设备。



- 1——空气压缩机;
- 2——气体净化装置;
- 3——气体流量调节三通阀;
- 4——转子流量计;
- 5——反应瓶;
- 6——缓冲瓶;
- 7——金捕集器;
- 8——汞蒸气导入三通阀;
- 9——测汞仪吸收池;
- 10——尾气吸收瓶;
- 11——记录仪;
- 12——交流稳压器;
- 13——电吹风;
- 14——金捕集器加热开关;
- 15——调压变压器。

图2 金捕集冷原子吸收测汞装置

5.3.5 分析步骤

5.3.5.1 样品制备

现场取样后,注入样品瓶中,立即进行样品消化。每 100 mL 水样加入 2.5 mL 硫酸(见 5.3.3.3)和 5.0 mL 过硫酸钾溶液(见 5.3.3.4),混匀。并将样品瓶用塑料袋包装好运回实验室,放置,冷消化 15 h 以上。此为样品消化液 D。

5.3.5.2 样品测定

5.3.5.2.1 移取 107.5 mL 消化液 D 于反应瓶中。

5.3.5.2.2 将载气接至反应瓶进气端,另一端放空,提起载气进气端至液面上方。通入载气半分钟,排除瓶内气相部分中的酸气。