



中华人民共和国国家标准

GB/T 17132—1997

环境 甲基汞的测定 气相色谱法

Environment—Determination of methylmercury
—Gas chromatography

1997-07-30 发布

1998-05-01 实施

国家环境保护局 发布

环境 甲基汞的测定 气相色谱法

Environment—Determination of methylmercury—Gas chromatography

1 适用范围

本标准适用于地面水、生活饮用水、生活污水、工业废水、沉积物、鱼体及人发和人尿中甲基汞含量的测定。

本方法采用巯基纱布和巯基棉二次富集的前处理方法,用气相色谱仪(电子捕获检测器)测定水、沉积物和尿中甲基汞;采用盐酸溶液浸提的前处理方法,用气相色谱仪(电子捕获检测器)测定鱼肉和人发组织中甲基汞。

本方法最低检出浓度随仪器灵敏度及样品基体不同而各异。水、沉积物和尿通常可检出浓度分别为 0.01 ng/L、0.02 μg/kg 和 2 ng/L;鱼肉和人发通常可检出浓度分别为 0.1 μg/kg 和 1 μg/kg。

2 试剂和材料

2.1 载气

氮气:纯度 99.995%。

2.2 配制标准样品和试样预处理时使用的试剂和材料

2.2.1 氯化甲基汞(CH_3HgCl):分析纯。

2.2.2 苯(C_6H_6),优级纯。色谱图上无干扰峰出现,否则应做提纯处理。

2.2.3 硫代乙醇酸(HSCH_2COOH):分析纯。

2.2.4 乙酐(CH_3CO)₂O:分析纯。

2.2.5 36%乙酸(CH_3COOH):分析纯。

2.2.6 硫酸(H_2SO_4): $\rho=1.84\text{ g/mL}$,分析纯。

2.2.7 氯化钠(NaCl):优级纯。

2.2.8 盐酸(HCl): $\rho=1.19\text{ g/mL}$,优级纯。

2.2.9 蒸馏水:不得含干扰甲基汞测定的物质。

2.2.10 盐酸溶液(2 mol/L):量取盐酸 167 mL,用蒸馏水(2.2.9)稀释至 1 L。用 50 mL 苯萃取二次以排除干扰物质。

2.2.11 氢氧化钠溶液(6 mol/L):称取 240 g 氢氧化钠(分析纯),溶于适量蒸馏水中,搅拌。冷却后用蒸馏水稀释至 1 L。

2.2.12 硫酸铜溶液:称取 1.56 g 硫酸铜($\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ 分析纯),溶于 100 mL 蒸馏水中。此溶液浓度为 0.01 g/mL。

2.2.13 定性滤纸和玻璃棉:经盐酸溶液(2.2.10)浸泡处理。

2.2.14 脱脂纱布和脱脂棉(医用)。

2.2.15 巯基纱布和巯基棉的制备:在广口试剂瓶中依次加入 100 mL 硫代乙醇酸、70 mL 乙酐、32 mL 36%乙酸和 0.2 mL 硫酸混匀。冷却至室温后,加入 50 g 脱脂纱布或 30 g 脱脂棉。浸饱完全,加盖密闭,在 37~39℃烘箱中恒温 48~72 h。用蒸馏水(2.2.9)洗至中性,挤尽水分,置 36~38℃烘箱中烘

干。密封于棕色瓶中,避光贮存备用。

制备的巯基纱布或巯基棉必须进行回收率测定,测定方法见附录 A。

2.2.16 氯化甲基汞标准溶液

2.2.16.1 氯化甲基汞标准苯溶液

a) 标准贮备液:称取 0.116 4 g 氯化甲基汞溶于苯中,在 100 mL 容量瓶中定容至刻度。此溶液每毫升含 1 000 μg 甲基汞。于 2~5℃ 冰箱中可储存一年。

b) 中间溶液:用移液管量取标准贮备液 a) 5 mL,移入 100 mL 容量瓶中,用苯稀释至刻度。此溶液每毫升含 50 μg 甲基汞。于 2~5℃ 冰箱中可储存六个月。

c) 标准工作液:可根据检测器灵敏度及线性要求和待测试样中甲基汞浓度,用苯稀释中间溶液 b),配制所需浓度的标准工作液。

2.2.16.2 氯化甲基汞标准水溶液

a) 标准贮备液:称取 0.116 4 g 氯化甲基汞,用少量无水乙醇(约 5 mL)溶解。用蒸馏水在容量瓶中定容至 100 mL。此水溶液每毫升含 1 000 μg 甲基汞。于 2~5℃ 冰箱中可贮存一个月。

b) 标准工作液:根据实验要求,用蒸馏水稀释标准贮备液 a),配制成所需浓度的标准工作液。临用时配制(此溶液的使用见附录 A)。

2.2.17 硫酸银(Ag_2SO_4)饱和溶液:1 g Ag_2SO_4 (分析纯)加在 100 mL 蒸馏水中。

2.2.18 二氯化汞饱和苯溶液(色谱柱处理液):0.1 g 二氯化汞(HgCl_2 ,分析纯)加入 100 mL 苯中。

2.3 制备色谱柱时使用的试剂和材料

2.3.1 色谱柱的填充物参考 3.2 的有关内容。

2.3.2 涂渍固定液所需溶剂:丙酮($\text{C}_3\text{H}_6\text{O}$)(分析纯)。

3 仪器和设备

3.1 气相色谱仪:带电子捕获检测器(ECD)的气相色谱仪。

3.1.1 汽化室:全玻璃系统汽化室。

3.1.2 进样器:5 μL 、10 μL 微量进样器。

3.2 色谱柱

3.2.1 色谱柱类型及特征:硬质玻璃填充柱,长 1~2 m,内径 4 mm。

3.2.2 载体

3.2.2.1 名称:Chromosorb W AW DMCS。

3.2.2.2 粒度:80~100 目。

3.2.3 固定液

3.2.3.1 名称及化学性质:丁二酸二乙二醇酯(DEGS),最高使用温度 200℃,或聚乙二醇 20 000(PEG-20 M),最高使用温度 250℃。

3.2.3.2 液相载荷量:DEGS 为 5%;PEG-20 M 为 5%。

3.2.3.3 固定相制作:根据担体的重量称取一定量固定液,溶解在规定的溶剂中。待全部溶解后倒入担体,使担体刚好浸没在溶液中。让溶剂均匀挥发,待溶剂全部挥发后,即完成涂渍。

3.2.4 色谱柱的填充方法:用硅烷化玻璃棉塞住色谱柱一端。接缓冲瓶和真空泵。柱的另一端通过软管接漏斗。将固定相慢慢通过漏斗装入色谱柱内。在填装固定相的同时开启真空泵,并轻轻敲击色谱柱,使固定相填充紧密、均匀。填装完毕后,用硅烷化玻璃棉塞住色谱柱另一端。

3.2.5 色谱柱效能下降的处理:见附录 B。

3.3 检测器:电子捕获检测器。用 ^{63}Ni 放射源。

3.4 记录仪:与仪器相匹配的记录仪。

3.5 数据处理系统:与仪器相匹配的积分仪。