



中华人民共和国国家标准

GB/T 14204—93

水质 烷基汞的测定 气相色谱法

Water quality—Determination
of alkylmercury—Gas chromatography

1993-02-23发布

1993-12-01实施

国家环境保护局发布
国家技术监督局

中华人民共和国国家标准

水质 烷基汞的测定 气相色谱法

GB/T 14204—93

Water quality—Determination
of alkylmercury—Gas chromatography

1 主题内容和适用范围

本标准规定了测定水中烷基汞(甲基汞,乙基汞)的气相色谱法。

本标准适用于地面水及污水中烷基汞的测定。

本方法用巯基棉富集水中的烷基汞,用盐酸氯化钠溶液解析,然后用甲苯萃取,用带电子捕获检测器的气相色谱仪测定,实际达到的最低检出浓度随仪器灵敏度和水样基体效应而变化,当水样取 1 L 时,甲基汞通常检测到 10 ng/L,乙基汞检测到 20 ng/L。

样品中含硫有机物(硫醇,硫醚,噻酚等)均可被富集萃取,在分析过程中积存在色谱柱内,使色谱柱分离效率下降,干扰烷基汞的测定。定期往色谱柱内注入二氯化汞苯饱和溶液,可以去除这些干扰,恢复色谱柱分离效率。

2 试剂和材料

2.1 载气

氮气:99.999%。经脱氧过滤器,氧含量<1 mg/m³。

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 CH₃HgCl(简称 MMC)。

2.2.2 氯化乙基汞 C₂H₅HgCl(简称 EMC)。

2.2.3 甲苯(或苯):经色谱测定(按照本方法色谱条件)无干扰峰。

2.2.4 盐酸溶液:c(HCl)=2 mol/L。用甲苯(苯)萃取处理以排除干扰物。

2.2.5 硫酸(H₂SO₄):优级纯,ρ=1.84 g/mL。

2.2.6 乙酸酐:分析纯。

2.2.7 乙酸:分析纯。

2.2.8 硫代乙醇酸:化学纯。

2.2.9 脱脂棉。

2.2.10 氯化钠(NaCl):分析纯。

2.2.11 硫酸铜:分析纯。

2.2.12 硫酸铜溶液:w(CuSO₄)=25 g/100 mL。CuSO₄ · 5H₂O 50 g 溶于 200 mL 无汞蒸馏水(2.2.14)。

2.2.13 无水硫酸钠(Na₂SO₄):分析纯,使用前在 300℃ 马福炉中处理 4 h。

2.2.14 无汞蒸馏水:二次蒸馏水或电渗析去离子水,也可将蒸馏水加盐酸(2.2.4)酸化至 pH=3,然后过巯基棉纤维管(3.3.8.2)去除汞。