

# 吹扫捕集 – 气相色谱质谱联用法测定环境水中的甲基汞和乙基汞

## GCMS-165

**摘要：** 本实验采用四丙基硼化钠对环境水中的甲基汞和乙基汞进行衍生化，吹扫捕集 – 气相色谱质谱联用法分析环境水中的甲基汞和乙基汞。方法在 10~200 ng/L 的浓度范围内  $R \geq 0.9995$ ，回收率和重复性结果较好，甲基汞和乙基的检出限分别达 0.69 和 1.96 ng/L (S/N=3)。

**关键词：** 环境水 甲基汞 吹扫捕集 气相色谱质谱联用法

汞及其化合物广泛用于工农业生产。当水体遭受汞污染后，水中悬浮物、泥土颗粒等能吸附无机汞，并在微生物的作用下可转变为甲基汞、乙基汞。甲基汞是环境中汞存在的主要形式，也是最具毒性的存在形式。世界八大公害事件之一的日本水俣病事件就是由甲基汞污染食物链引起的，2 万多人受到危害，病人神经衰弱、痴呆和视力下降，小脑、大脑受损严重。

由于有机汞的毒性较大，在自然界中的浓度较低，

因此，有必要建立一种高灵敏度的检测方法。在现有的有机汞的分析方法中，我们往往通过巯基棉富集、固相微萃取将目标物浓缩，操作较为繁琐。

本文建立了吹扫捕集 – 气相色谱质谱联用法分析环境水中甲基汞和乙基汞的方法。该方法前处理简单，在 10~200 ng/L 的范围内  $R \geq 0.9995$ ，重复性好，甲基汞和乙基的检出限分别达 0.69 和 1.96 ng/L。

## 实验部分

### 1.1 仪器

岛津 GCMS-QP2010 Ultra 气质联用仪，配 O.I. Eclipse 4660 吹扫捕集进样器

### 1.2 GCMS 分析条件

色谱柱：Stabilwax. 30 m × 0.25 mm × 0.25 μm  
进样口温度：220°C  
进样方式，分流比 5:1  
柱温程序：40°C (4 min)\_20°C /min\_ 230°C (6 min)  
载气控制方式：恒线速度，35 cm/s  
离子化方式：EI  
离子源温度：200°C  
接口温度：220°C  
溶剂延迟时间：4.5 min  
采集方式：SIM，特征离子见表 1

### 1.3 吹扫捕集条件

捕集阱：Trap#10 (Tenax, Silica gel, CMS)  
样品温度：45°C  
吹扫流量：40 mL/min  
吹扫时间：12 min  
解析预热温度：190°C  
解析温度：200°C  
解析时间：2 min  
烘焙温度：220°C  
烘焙时间：15 min

### 1.4 样品制备

取 40 mL 水样，加入一定量的四丙基硼化钠进行衍生化，摇匀后直接上机分析。

## 结果讨论

### 2.1 色谱图

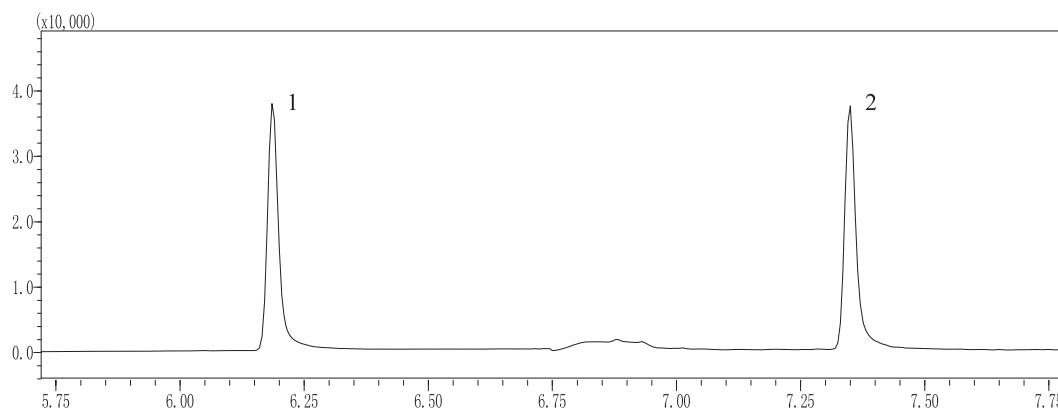


图1 标准溶液的TIC谱图(200 ng/L)

表1 各组分名称、保留时间及特征离子

No.	化合物名称*	CAS号	保留时间(min)	目标离子(m/z)	参考离子(m/z)
1	甲基汞	22967-92-6	6.175	260	258,217
2	乙基汞	21687-36-5	7.333	274	272,231

\* 甲基汞、乙基汞被四丙基硼化钠衍生化为甲基丙基汞和乙基丙基汞

### 2.2 线性范围及检出限

配制浓度分别为 10、20、50、100、200 ng/L 的标准溶液，按照 1.4 的方法进行分析，得到甲基汞和乙基汞的标准曲线。以 3 倍信噪比计算检出限，结果见表 2。

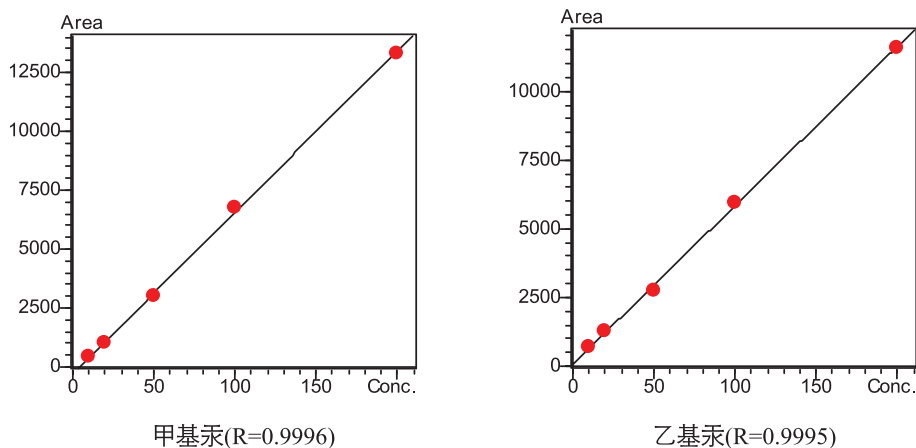


图2 甲基汞和乙基汞的标准曲线

### 2.3 回收率及方法重复性测试

取空白环境水样品，分别添加一定量的甲基汞和乙基汞混合标准溶液，加标浓度 10 ng/L，平行测定 7 份，按照上述步骤进行前处理，计算方法相对标准偏差和回收率，结果见下表 2。

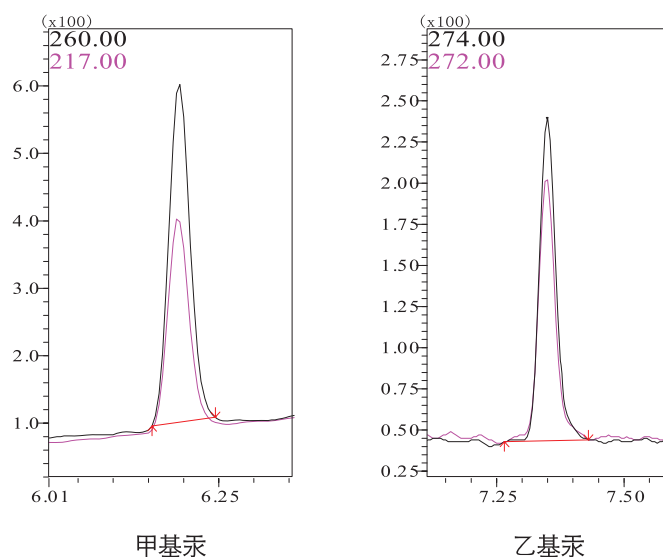


图3 10 ng/L空白水样加标的出峰谱图

表2 甲基汞和乙基汞的回收率、重复性及检出限

No.	化合物名称	平均回收率(%)	RSD(% ,n=7)	检出限 (ng/L)
1	甲基汞	75.9	6.90	0.69
2	乙基汞	63.9	10.71	1.96

## 结论

本文建立了吹扫捕集-气相色谱质谱联用法测定环境水中甲基汞和乙基汞的分析方法。该方法利用吹扫捕集进样器的富集浓缩功能, 10 ng/L 的标准溶液出峰明显, 甲基汞和乙基的检出限分别达 0.69 和 1.96 ng/L。该方法的前处理步骤简单高效, 适合于大批量水样的分析。