

# 气相色谱质谱联用法测定环境水样中四乙基铅

GCMS-129

**摘要:** 本文建立了气相色谱质谱联用仪检测环境水样中四乙基铅含量的测定方法,方法重复性好,检测线性范围宽,定量准确。

**关键词:** 气相色谱质谱联用仪 环境水样 四乙基铅

四乙基铅是一种剧烈的神经毒物,由于具有较强的脂溶性和挥发性,遇水或受热分解放出有毒的腐蚀性气体。环境中的四乙基铅,经光和热的作用,逐步降解为三乙基铅,再进一步降解为无机铅。四乙基铅的中毒症状与无机铅有所不同,以中枢神经系统的症状表现最为强烈。中毒初期症状有睡眠障碍、全身无力、情绪不稳、植物神经功能紊乱等,往往有血压、体温、脉率降低现象。严重者发生中毒性脑病,出现谵妄、精神异常、昏迷、抽搐等,吸入高浓度者可立即死亡。

我国在《地表水环境质量标准》中明确规定了饮用水源地水质中的四乙基铅限制为 0.1  $\mu\text{g}/\text{L}$ 。因此,对于四乙基铅的分析成为各环境监测部门一项必须完成的工作。根据标准要求,四乙基铅的分析推荐采用《生活饮用水水质卫生规范》中的双硫脲比色法测定,但该方法需使用高挥发性的纯溴和剧毒试剂氰化钾,操作繁琐且对环境污染严重,无法满足实际检测要求。

本文参照《集中式生活饮用水地表水源地特定项目分析方法》,通过液液萃取,利用岛津公司 GCMS-QP2010 Ultra 气相色谱质谱联用仪对环境水样中的四乙基铅进行分析,检测线性范围宽,线性关系及重复性良好,定量准确。

## 实验部分

### 1.1 仪器

岛津 GCMS-QP2010 Ultra 气相色谱质谱联用仪

### 1.2 分析条件

色谱柱: Rtx-5MS 30 m  $\times$  0.25 mm  $\times$  0.25  $\mu\text{m}$

进样口温度: 260 $^{\circ}\text{C}$

色谱柱温度: 50 $^{\circ}\text{C}$  (2 min)\_15 $^{\circ}\text{C}/\text{min}$ \_230 $^{\circ}\text{C}$  (1 min)  
\_30 $^{\circ}\text{C}/\text{min}$ \_280 $^{\circ}\text{C}$  (5 min)

载气: 氦气

恒线速度控制

线速度: 44.4 cm/sec

进样方式: 不分流进样

进样量: 1  $\mu\text{L}$

离子源温度: 200 $^{\circ}\text{C}$

色谱质谱接口温度: 280 $^{\circ}\text{C}$

采集方式: SIM 选择离子模式

定量离子 (m/z): 295; 定性离子 (m/z): 294、  
237、236

## 样品前处理

准确量取 200 mL 水样,加入 NaCl 20 g,溶解后再加入 50 mL 正己烷,充分振荡,静置分层,取正己烷层,经无水硫酸钠脱水,浓缩,定容至 1 mL,取 1  $\mu\text{L}$  进行 GCMS 分析。

## 结果与讨论

### 3.1 四乙基铅标准溶液总离子流图

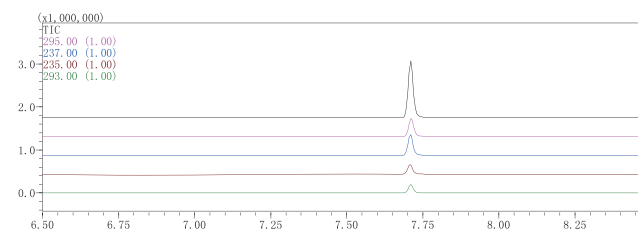


图 1 四乙基铅标准溶液总离子流图

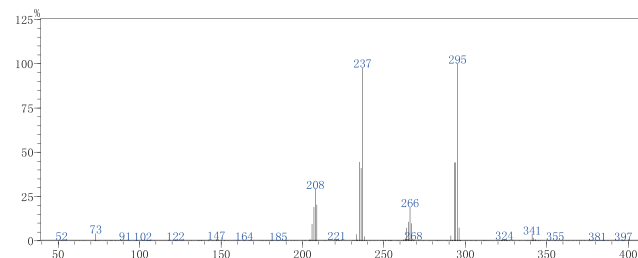


图 2 四乙基铅质谱图

### 3.2 标准曲线

精密量取不同体积的四乙基铅标准溶液,用正己烷稀释,配制浓度分别为 0.01、0.03、0.05、0.1、0.3 mg/L 系列的四乙基铅标准工作液,以 SIM 方式采集,得到四乙基铅标准曲线如图 3 所示,线性关系为 0.9995。实际样品则按照前述方法处理,浓缩 200 倍后计算水样中的浓度。

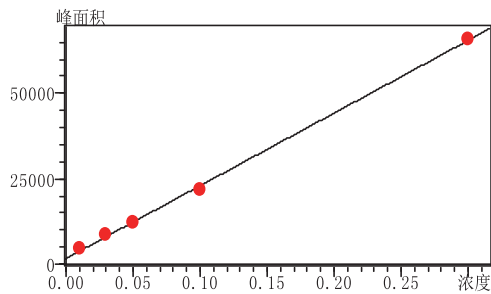


图3 四乙基铅标准曲线

## 结果与讨论

### 3.3 仪器精密度测试

取浓度为 0.01 mg/L 的四乙基铅标准工作液连续测定 5 次，考察仪器精密度。结果见表 1。

### 3.4 回收率测试

分别取自来水、地表水 1 和地表水 2 各 200 mL，将四乙基铅标准溶液添加于三种水样中，添加浓度为 0.05  $\mu\text{g/L}$ ，按上述方法进行分析，考察方法回收率。

三种水样均未检测出四乙基铅，回收率测定结果见表 2。加标水样中四乙基铅的回收率均在 90% 以上，完全满足检测的要求。

### 3.5 检测限

以 3 倍信噪比计算四乙基铅检测限为 0.06  $\mu\text{g/L}$ ，完全满足水质标准中规定四乙基铅检测下限 0.1  $\mu\text{g/L}$  的要求。

表 1 四乙基铅精密度测试结果

No.	峰面积	保留时间 (min)
1	4399	7.711
2	4401	7.710
3	4397	7.710
4	4297	7.710
5	4334	7.711
平均值	4378	7.710
RSD (%)	1.59	0.01

表 2 回收率测定结果

样品名称	空白值 ( $\mu\text{g/L}$ )	测定值 ( $\mu\text{g/L}$ )	回收率 (%)
自来水	-	10.30	103.0
地表水 1	-	9.16	91.6
地表水 2	-	9.45	94.5

## 结论

建立了气相色谱质谱联用仪检测环境水样中四乙基铅含量的测定方法。方法检测线性范围宽、重复性好，定量准确，四乙基铅检测限为 0.06  $\mu\text{g/L}$ ，完全满足水质标准中规定四乙基铅检测下限 0.1  $\mu\text{g/L}$  的要求。