

吹扫捕集 - 气相色谱 / 质谱联用法测定水中臭味物质

吕建霞 梁立娜
赛默飞世尔科技（中国）有限公司

引言

近年来，国内外水体臭味问题频发，越来越影响到饮用水和水产品的质量，进而影响水生生物以及人体健康。其中最常见两种臭味物质是 2- 甲基异茨醇 (MIB) 和土臭素 (GSM)，其嗅阈值分别为 5 ng/L~ 10 ng/L 和 1 ng/L~ 10 ng/L。我国生活饮用水卫生标准 (GB5749- 2006) 对 2- 甲基异茨醇和土臭素 (二甲基萘烷醇) 的限值均为 10 ng/L。虽然已有这两种物质的卫生标准，但是还未有它们的国家标准检测方法。因此，建立痕量典型臭味物质的快速、高灵敏度及可靠的分析方法对我国预警异味水质突发事件以及进一步探讨臭味化合物对人体产生的不良健康效应显得特别有意义。

目前国内外对臭味物质的分析测定方法的研究主要集中在仪器分析法，即水样经前处理后，GC/MS 进行定性和定量检测。其中对样品的前处理方法的研究主要集中在闭环捕集 (CLSA)、液液萃取 (LLE)、固相萃取 (SPE) 技术和固相微萃取 (SPME)、液相微萃取 (LLME)、超声辅助乳化微提取技术 (USAEME)、搅拌棒吸附萃取 (SBSE) 技术等。但上述方法各有缺点，如：操作复杂，样品需要量大，耗费有机溶剂，灵敏度低等。而吹扫捕集技术也是样品前处理常见方法之一，被列为美国 EPA 的标准分析方法。吹扫捕集方法具有省时省力，萃取效率高，可以浓缩更多的被测物，可实现无溶剂化，取样量少，受基质干扰小，容易实现在线检测等优点。因此，本文通过优化分析测定条件，建立起高效、稳定的水中典型臭味物质 MIB 和 GSM 的 PT-GC/MS 分析方法，并在实际水体中成功地得到应用。

实验部分

主要仪器设备与试剂

仪器：气相色谱 / 质谱联用仪 Trace 1310+ISQ, ThermoFisher; 吹扫捕集, Tekmar。

吹扫捕集条件

5mL 水样中加入 3g 氯化钠，室温下氮气吹扫 13 min，200℃脱附 0.5 min，240℃烘烤 10 min，吹扫流量为 40 mL/min，捕集管 Trap-10。

GC/MS 分析条件

仪器参数设置见表 1。

仪器型号及配置	Trace 1300 + ISQ
	分流不分流进样口
色谱柱类型尺寸、S/N 号及柱温	MS 检测器
	TG-5MS 60m × 0.25mm × 0.25um
	柱温：60℃ (1min)-20℃ /min-280℃ (2min)
检测器类型、工作参数	MS 选择离子监测模式
	2- 甲基异茨醇：95,107,108
	土臭素：112,111,125
	传输线温度 280℃
进样口工作参数	离子源温度 220℃
	温度 250℃，分流比 10:1
载气类型及流速	载气：恒流 He 1ml/min
	真空补偿 on

结果与讨论

标准样品的色谱图和线性

标准溶液用纯净水配制成 500 ng/L 的水溶液，经吹扫捕集处理后进样得到色谱图如图 1 所示。

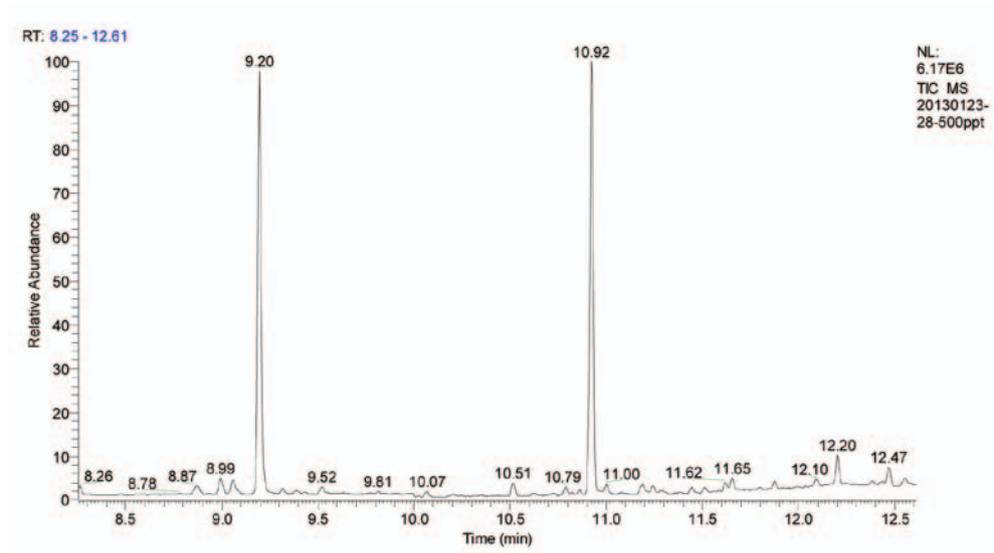


图 1. 土臭素和 2-甲基异茨醇水溶液经吹扫捕集处理得到的色谱图

用标准样品配制成浓度分别为 10 ng/L, 50 ng/L, 100 ng/mL, 300 ng/L, 500 ng/L, 700 ng/L 的系列标准工作液，按上述条件进行吹扫捕集，气相色谱质谱联用仪测定，以标准物质的浓度为横坐标，以各标准物质的峰面积为纵坐标，绘制标准曲线，得到 2-甲基异茨醇和土臭素的标准工作曲线如图 2。

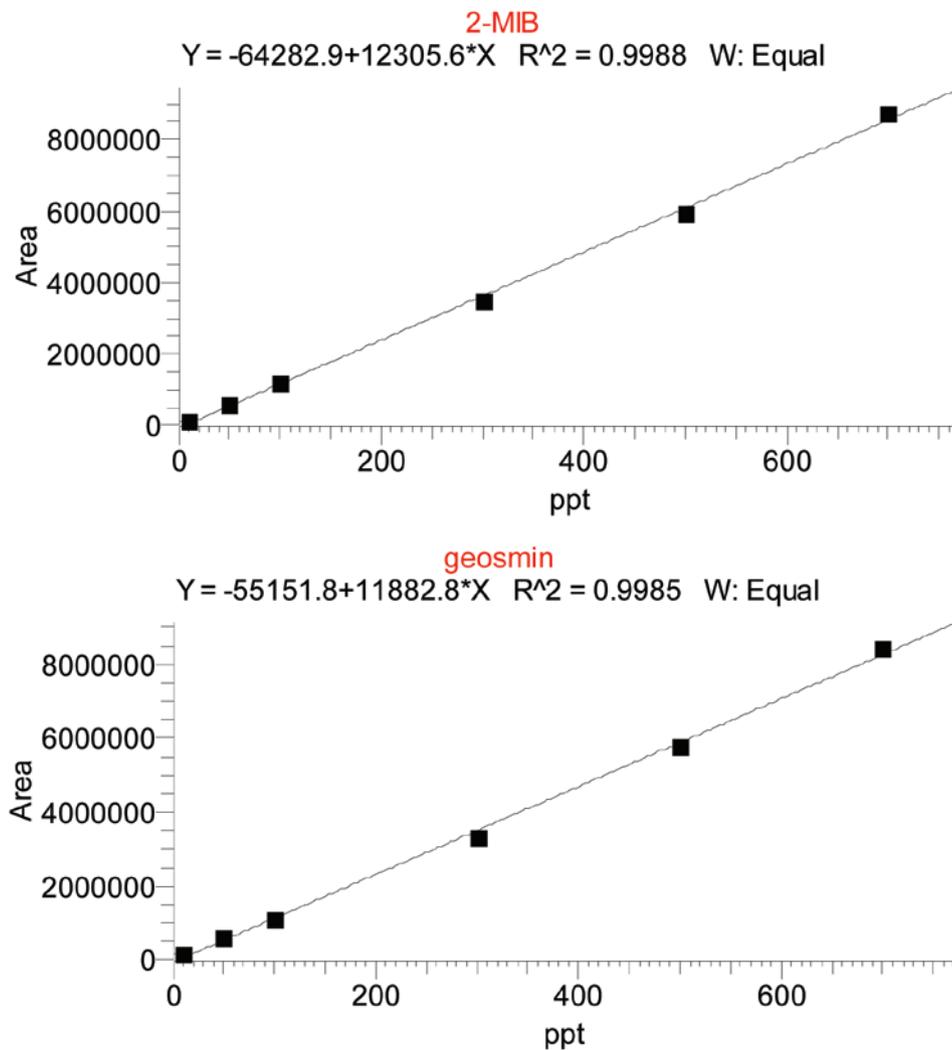


图 2. 2-甲基异茨醇和土臭素的标准曲线

方法的精密度和回收率

对 2-甲基异茨醇和土臭素的 10 ng/L, 20 ng/L, 50 ng/L 三个水平加标样品分别进行了 3 次测定, 平均回收率和相对标准偏差列于表 2 中。样品在 10 ng/L 水平的加标色谱图

见图 3。选择 10 ng/L 的加标样品色谱图, 以噪声的 3 倍计算, 本方法中 2-甲基异茨醇和土臭素的检测限分别为 3.0 ng/L 和 1.0 ng/L。

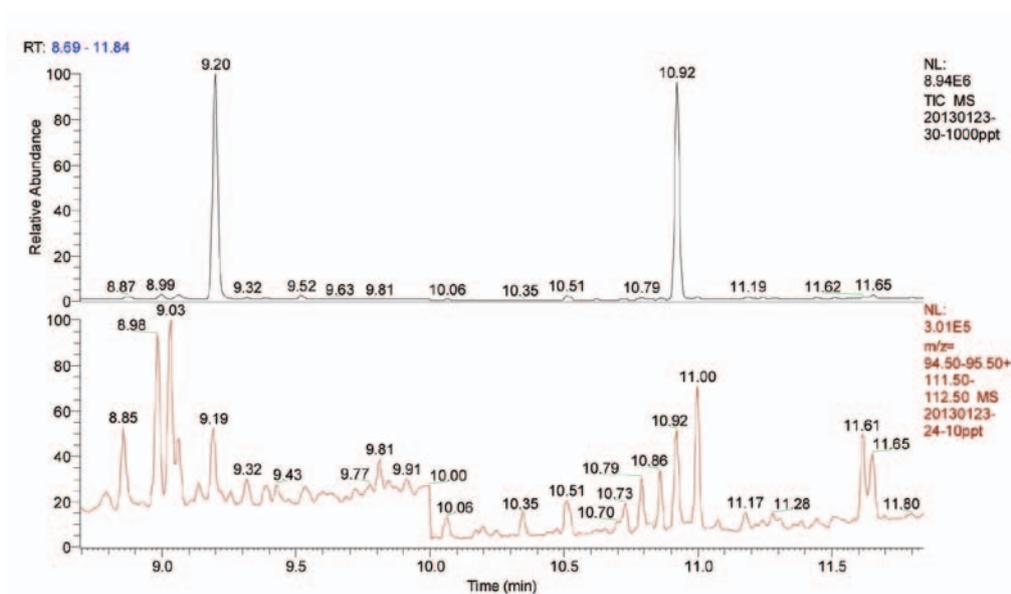


图 3. 标准品、样品加标的谱图对比

表 2. 实际水样中 2-甲基异茨醇和土臭素加标回收情况 (ng/L)

名称	检测限	回收率				RSD (n=3)	
		20 ng/L	50 ng/L	10ng/L	20 ng/L	50 ng/L	10ng/L
2-甲基异茨醇	3.0	113.0%	106.8%	108.2%	4.57%	3.88%	5.13%
土臭素	1.0	109.0%	96.00%	100.8%	3.69%	5.23%	4.82%

结论

本研究建立了吹扫捕集-气相色谱质谱联用测定水体中的 2-甲基异茨醇和土臭素的分析方法。本方法有以下优点: 1. 能同时将两种被测物吹扫出来, 吹扫效率高, 浓缩量大, 灵敏度高, 定量快速稳定; 2. 不需使用有机溶剂, 减少环

境污染, 保护操作人员安全; 3. 取样量少, 受基体干扰小, 容易实现在线监测。本方法不仅操作简单, 而且快速准确, 精密度高, 满足《生活饮用水卫生标准》(GB5749-2006) 中对饮用水和水源水的卫生检测要求。

www.thermoScientific.com

©2013 Thermo Fisher Scientific Inc. All rights reserved. ISO is a trademark of the International Standards Organization. All other trademarks are the property of Thermo Fisher Scientific Inc. and its subsidiaries. This information is presented as an example of the capabilities of Thermo Fisher Scientific Inc. products. It is not intended to encourage use of these products in any manners that might infringe the intellectual property rights of others. Specifications, terms and pricing are subject to change. Not all products are available in all countries. Please consult your local sales representative for details.



Thermo Fisher
Scientific, Austin, TX
USA is ISO 9001:2008 Certified.

上海
上海浦东
新金桥路 27 号 6 号楼

北京
北京东城区安定门东大街 28 号
雍和大厦西楼 F 楼 7 层

广州
广州市东风中路 410-412 号
时代地产中心 3001-04 室

服务热线
800 810 5118
400 650 5118

成都
成都市武侯区临江西路 1 号
锦江国际大厦 1406

沈阳
沈阳市沈河区惠工街 10 号
卓越大厦 3109 室

西安
西安市高新区科技路 38 号
林凯国际大厦 1006-08 单元

AN_C_GCMS-6

ThermoFisher
SCIENTIFIC