



# GCMS/SPME法分析水中有机胺类化合物

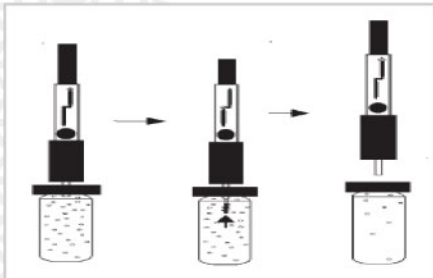
## No.GCMS-008

**摘要：**分析挥发性/半挥发性有机污染物、香精/香料成分和许多其它样品时，通常采用液液萃取、固相萃取、吹扫/捕集、顶空或其它方法对目标化合物进行浓缩富集。这些方法具有非常耗时、需要各种装置以及使用大量有毒有害溶剂等缺点。固相微萃取技术（SPME）是一种操作简单、省时、高灵敏度、无溶剂消耗的前处理技术，直接以顶空或浸渍方式从样品中萃取目标化合物再进样到GC、GCMS或HPLC进行分析。

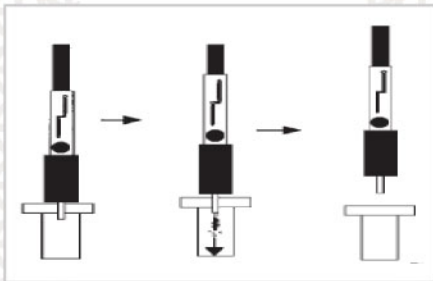
**关键词：**GCMS 固相微萃取 水 有机胺

### 原理

SPME进样针由支架（Holder）和纤维头（Fiber）组成，纤维头是一根涂覆了一定厚度的色谱固定液膜或吸附剂的熔融石英纤维，套于不锈钢针管中并可在针管内伸缩。选择不同种类的固定液/吸附剂纤维头，可以在样品溶液或样品上方空间中选择性吸附目标化合物，吸附一定时间后将吸附有分析物的SPME纤维头放入GC或GCMS进样口，通过加热将分析物从纤维头上解吸下来随载气进入分析柱进行分离分析。其操作主要分萃取和解吸两步。



样品萃取



样品解吸

### 仪器

AOC-5000自动进样器进行自动固相微萃取，GCMS-QP2010气质联用仪

### 分析条件

AOC-5000条件：

纤维头：PDMS/DVB，65 μm

萃取温度：50℃

萃取方式：顶空，快速搅拌

萃取时间：5 min

解吸时间：0.5 min（250℃）

GCMS-QP2010条件：

色谱柱：Rtx-1 30m\*0.25mmid\*0.25um

柱温：50℃(2min)10℃/min150℃

柱流量：1 mL/min

进样口温度：250℃

进样方式：分流（20:1）

接口温度：250℃

离子源温度：200℃

质量数范围：35 ~ 150

采集方式：SCAN

样品：二乙胺、三乙胺水溶液

0.1~10 μg/mL，NaCl饱和，pH 9

## 实验结果

1、按上述条件分析所得质谱：

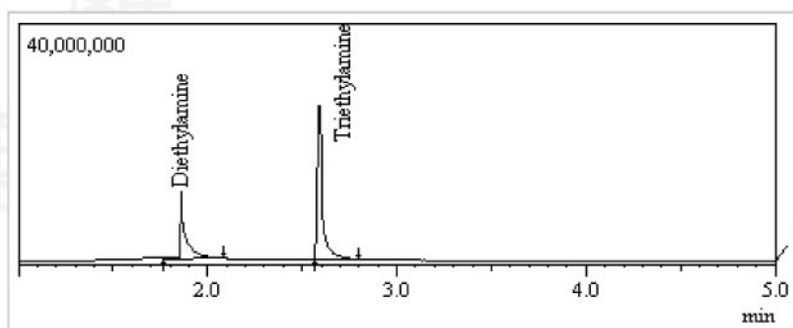


图1 总离子流图

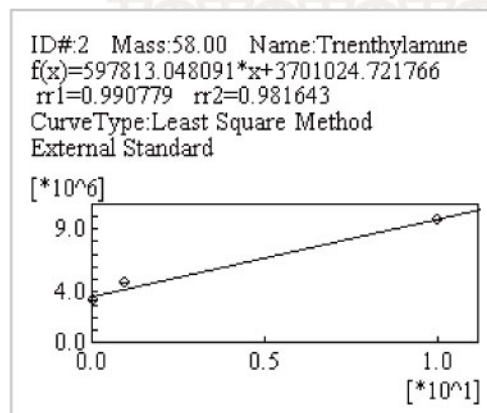
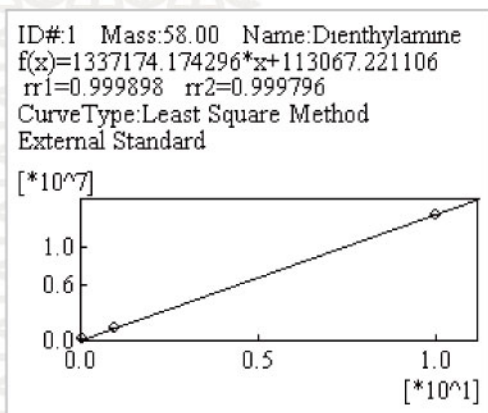
2、以58质量数为定量离子，1.0 μg/mL溶液平行分析3次，所得结果如下：

[MS] ID1 Compound Name:Diethylamine		
Title	Ret. Time	Area
amines -repeat-001.QGD	1.961	992123
amines -repeat-002.QGD	1.962	899238
amines -repeat-003.QGD	1.966	916708
Average	1.963	936023
%RSD	0.13	5.27

[MS] ID2 Compound Name:Triethylamine		
Title	Ret. Time	Area
amines -repeat-001.QGD	2.595	6307759
amines -repeat-002.QGD	2.594	6340617
amines -repeat-003.QGD	2.595	5980644
Average	2.595	6209673
%RSD	0.02	3.21

二乙胺和三乙胺峰面积的RSD分别为5.27%和3.21%。

3、以0.1, 1.0, 10 μg/mL三组浓度标准溶液所作标准曲线如下：



## 结论

SPME是一种快速、简单、经济、无毒的样品富集技术。利用AOC-5000的自动固相微萃取功能可以很好地控制样品萃取/解吸等步操作恒定，从而保证定量测定结果的重现性。在本实验中，测定水中微量有机胺化合物的RSD小于10%。同时，在所测试的0.1~10 μg/mL的浓度范围内具有较好的线性。