

# SPME 结合 GCMS 测定生活饮用水中 2-甲基异茨醇和土臭素含量

GCMS-429

**摘要：**本文参考 GB/T 32470-2016 《生活饮用水臭味 土臭素和 2-甲基异茨醇检验方法》建立了顶空固相微萃取结合 GCMS 测定饮用水中的 2-甲基异茨醇 (2-MIB) 和土臭素 (GSM) 的分析方法。2-MIB 和 GSM 两种物质在 5~500 ng/L 的浓度范围，其相关系数均大于 0.999，在 50 ng/L 的加标水平下，其两种物质的回收率在 110~112% 之间。结果表明，该方法操作简单、灵敏度高，可用于饮用水中 2-MIB 和 GSM 含量的测定。

**关键词：**气相色谱质谱联用仪 SPME 生活饮用水 土臭素 2-甲基异茨醇

2-甲基异茨醇 (2-methylisoborneo, 2-MIB) 和土臭素 (Geosmin, GSM) 是由地表水中蓝绿藻和放线菌产生的一种天然萜烯醇化合物，是目前已经确认的造成饮用水具有土霉味的主要物质。尽管水中的 2-MIB 和 GSM 的含量极低，但人的嗅觉对此极为敏感，痕量的这些物质便能使人觉察到令人厌恶的土霉味，从而引起居民用水恐慌。

有研究报道，人类对 2-MIB 和 GSM 的嗅阈值分别为 10 和 30 ng/L。我国 GB 5749 《生活饮用水卫生

标准》修订中已将 2-甲基异茨醇和土臭素列入水质非常规项目，限量值均为 10 ng/L。因此，建立饮用水中痕量的 2-MIB 和 GSM 的分析方法尤为重要。

本文参考 GB/T 32470-2016 《生活饮用水臭味 土臭素和 2-甲基异茨醇检验方法》利用的岛津 AOC-6000 自动进样器顶空固相微萃取进样方式结合 GCMS-QP2020 NX 仪器建立了分析生活饮用中 2-MIB 和 GSM 的分析方法，可为生活饮用水中 2-甲基异茨醇和土臭素的检测提供了一种简单、快速、可靠的分析方法。

## ■ 实验部分

### 1.1 仪器

气相色谱质谱联用仪 GCMS-QP2020 NX  
三合一自动进样器 AOC-6000

### 1.2 分析条件

#### 1.2.1 AOC-6000 分析条件

SPME 纤维：60  $\mu$ m Carboxen/PDMS/DVB  
老化温度：260 $^{\circ}$ C  
样品平衡温度：60 $^{\circ}$ C

样品平衡时间：5 min  
萃取时间：40 min  
解吸时间：2 min

#### 1.2.2 GCMS 条件

色谱柱：SH-Rxi-5 ms, 30 m  $\times$  0.25 mm  $\times$  0.25  $\mu$ m

柱温程序：60 $^{\circ}$ C (2 min)\_30 $^{\circ}$ C /min\_120 $^{\circ}$ C \_10 $^{\circ}$ C /min\_250 $^{\circ}$ C (5 min)

进样口温度：250 $^{\circ}$ C

离子源温度：200 $^{\circ}$ C

进样方式：不分流进样

色谱 - 质谱接口温度：250 $^{\circ}$ C

线速度：39.2 cm/sec

采集方式：SIM，化合物信息见表 1。

## ■ 样品前处理

取水样经 0.45  $\mu\text{m}$  滤膜过滤后待用。20 mL 顶空瓶中加入 4 g NaCl 后，取 10 mL 水样至顶空瓶中，加入 10  $\mu\text{L}$  内标溶液（浓度为 40  $\mu\text{g/L}$ ），压盖后分析。

## ■ 结果与讨论

### 3.1 标准溶液色谱图

标准溶液色谱图如图 1 所示，2- 甲基异茨醇和土臭素质量色谱图见图 2。

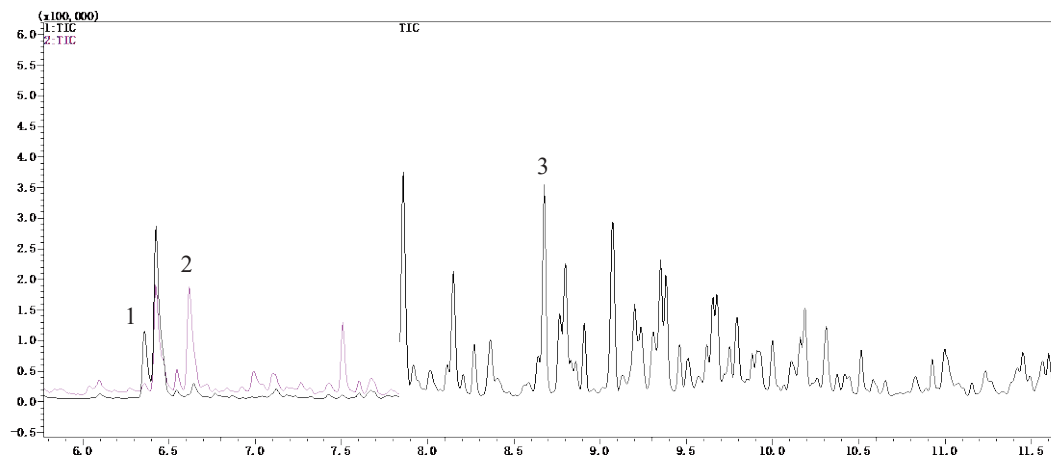
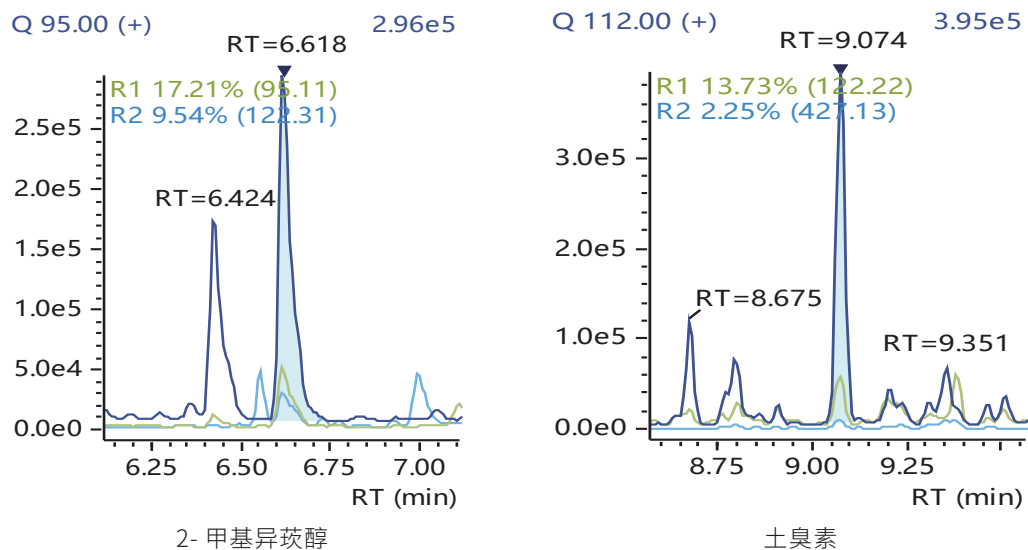


图 1 2- 甲基异茨醇、土臭素及内标物标准色谱图（浓度 25 ng/L）

表 1 化合物信息

No.	化合物名称	英文名称	CAS 号	保留时间 (min)	定量离子 (m/z)	定性离子 (m/z)
1	2- 异丁基 -3- 甲基吡嗪	2-Isobuty-3-Methylpyrazine	13925-06-5	6.360	124	94、151
2	2- 甲基异茨醇	2-methylisoborneo	2371-42-8	6.618	95	107、135
3	土臭素	geosmin	19700-21-1	9.071	112	125



2- 甲基异茨醇

土臭素

图 2 2- 甲基异茨醇、土臭素质量色谱图（浓度 25 ng/L）

### 3.2 标准曲线和检出限

用空白水配制成浓度为 5、10、25、50、100、250、500 ng/L 的 2- 甲基异茨醇和土臭素混合标准溶液，以 SIM 方式进行采集。以浓度比作为横坐标，面积比作为纵坐标，建立标准曲线。标准曲线见图 3 所示。同时按照 3 S/N（峰到峰计算方式）进行计算各物质的检出限，其检出限见表 2 所示。

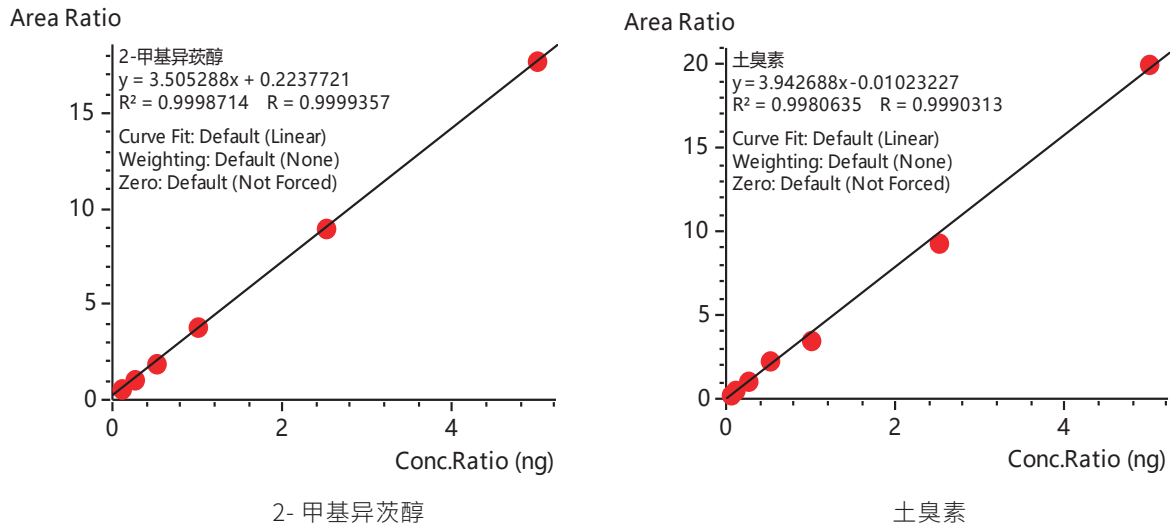


图 3 2- 甲基异茨醇和土臭素标准曲线

表 2 标准曲线信息及检出限

No.	化合物名称	相关系数	检出限 (ng/L)
1	2- 甲基异茨醇	0.9999	0.89
2	土臭素	0.9990	0.88

### 3.3 样品及回收率测试

取 10 mL 水样，加入 2- 甲基异茨醇和土臭素混合标准溶液，加标浓度为 50 ng/L，平行进行 3 次，进行加标回收率测试。水样和水样加标样品测试结果如表 3 所示。

表 3 样品加标回收率

No.	化合物名称	水样空白 (ng/L)	回收率 (%)	重复性 RSD (%)
1	2- 甲基异茨醇	N.D.	110	1.62
2	土臭素	N.D.	112	1.58

注：N.D. 表示未检出。

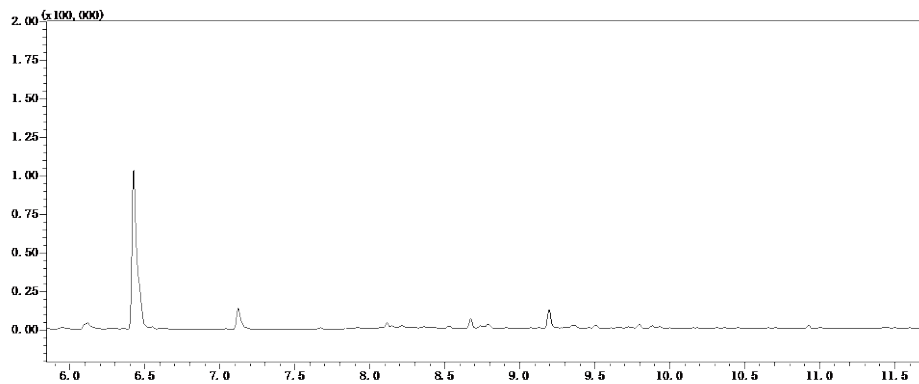


图 4 水样色谱图

## ■ 结论

采用岛津公司 AOC-6000 的顶空固相微萃取进样技术结合气相色谱质谱联用仪 GCMS-QP2020 NX 对生活饮用水中 2- 甲基异茨醇和土臭素进行分析。该方法操作简单，在 5~500 ng/L 的浓度范围内，2- 甲基异茨醇和土臭素标准曲线性相关系数大于 0.999，2- 甲基异茨醇和土臭素最低检出限分别为 0.89 ng/L 和 0.88 ng/L。本方法方便简单且灵敏度高，可用于生活饮用水中 2- 甲基异茨醇和土臭素两种臭味物质的检测。

岛津应用云

