

GC-MS/MS 法测定生活饮用水中 2-甲基异茨醇和土臭素含量

GCMSMS-026

摘要：本文建立了三重四极杆气质联用仪 GC-MS/MS 法测定生活饮用水中 2-甲基异茨醇和土臭素含量的分析方法。该方法在 1~100 $\mu\text{g/L}$ 的浓度范围内，各组分的线性相关系数大于 0.9996，对 10 $\mu\text{g/L}$ 的标准溶液连续 10 针进样，峰面积的 RSD% 小于 1.74%。在 10 ng/L 加标浓度下，加标回收率大于 70%，2-甲基异茨醇和土臭素最低检出限分别为 0.48 ng/L 和 0.07 ng/L 。

关键词：GC-MS/MS 饮用水 2-甲基异茨醇 土臭素

目前，水体的恶臭气味污染已经成为了公共水资源的难题之一。2-甲基异茨醇(2-methylisoborneo, 2-MIB)和土臭素(Geosmin, GSM 或 GEO)皆为藻类的分泌物，是土臭物质的主要代表，是造成水源水及饮用水具有土味和霉味的主要原因。所以，开展水体中 2-甲基异茨醇和土臭素的检测方法研究具有重要意义。

通常，水体中的 2-甲基异茨醇和土臭素的含量比较低，一般在 ng/L 级别。我国《生活饮用水卫生标准》

(GB 5749-2006) 已将 2-甲基异茨醇和土臭素列入附录 A，限量值均为 10 ng/L 。因此，使用高灵敏度的检测仪器成为土臭类物质定量检测的关键。

本文采用灵敏度和准确度更高的串联质谱技术，采用多反应监测(MRM)模式进行数据采集，能够有效降低基质干扰，提高方法灵敏度和检测结果可靠性。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

三重四极杆气质联用仪 GCMS-TQ8030

1.2 分析条件

色谱柱：InertCap Pure WAX, 30 m \times 0.25 mm \times 0.25 μm

进样口温度：250 $^{\circ}\text{C}$

进样方式：不分流进样

柱温程序：50 $^{\circ}\text{C}$ (2 min)_10 $^{\circ}\text{C}/\text{min}$ _150 $^{\circ}\text{C}$ _

20 $^{\circ}\text{C}/\text{min}$ _240 $^{\circ}\text{C}$ (5 min)

恒线速度：36.3 cm/sec

进样量：1 μL

离子化方式：EI

离子源温度：200 $^{\circ}\text{C}$

色谱-质谱接口温度：230 $^{\circ}\text{C}$

溶剂延迟时间：5 min

采集方式：MRM，特征离子见表 1

1.3 样品制备

样品前处理见图 1 所示。

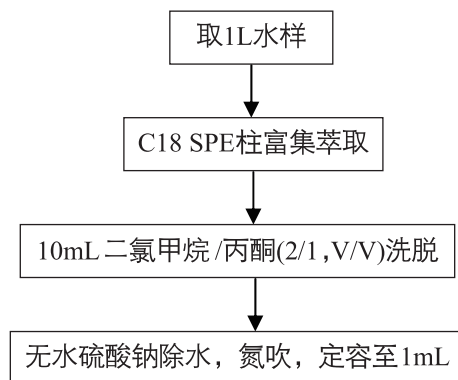


图 1. 样品前处理流程图

结果讨论

2.1 色谱图

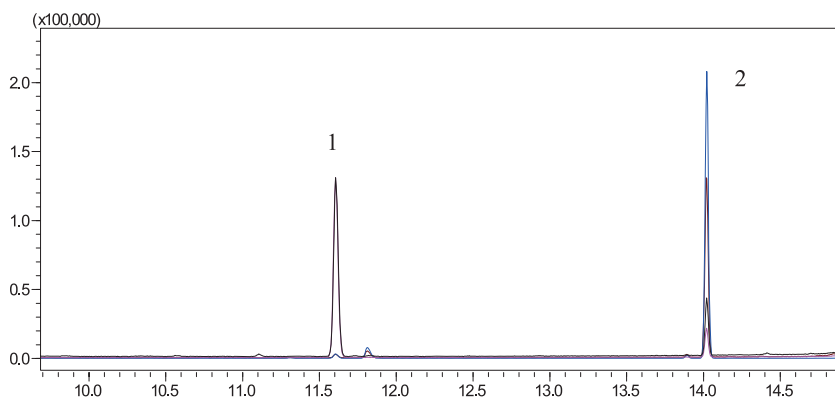


图 2. 标准品溶液(100µg/L)的MRM谱图

表 1 组分名称、保留时间及特征离子

No.	保留时间	中文名称	英文名称	CAS#	定量离子(CE)	定性离子(CE)
1	11.605	2-甲基异茨醇	2-methylisoborneol	2371-42-8	95>67(12)	95>55(17)
2	14.020	土臭素	Geosmin	19700-21-1	112>97(11)	112>69(18)

2.2 线性范围及检出限

用丙酮配制成浓度为 1、5、10、20、50、100 µg/L 的 2-甲基异茨醇和土臭素混合标准溶液。以 MRM 方式进行采集。标准曲线如图 3 所示。以 1 µg/L 标样为基础，以 3 倍信噪比计算各组分最低检出限，结果见表 2。

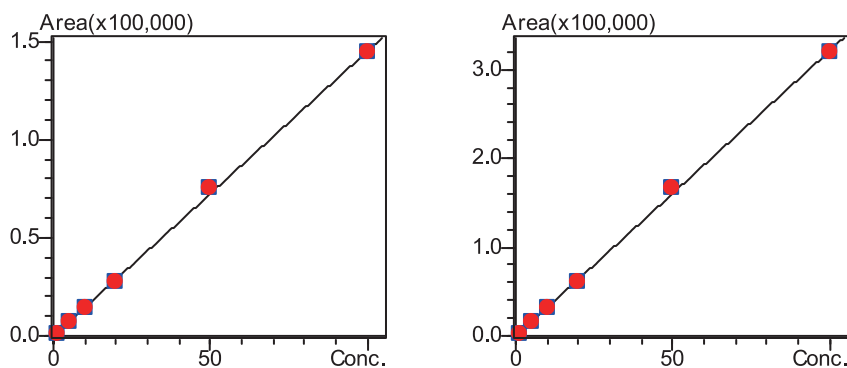


图 3. 各组分标准曲线

表 2. 各物质标准曲线相关系数及最低检出限

No.	化合物名称	相关系数	检出限 (ng/L)
1	2-甲基异茨醇	0.9997	0.48
2	土臭素	0.9996	0.07

2.3 重现性测试

10 µg/L 混合标准溶液重复进样 10 针，各组分峰面积见表 3，结果表明重现性良好。

表 3. 重现性测试

化合物名称	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	RSD%
2-甲基异茨醇	14151	14495	14537	14388	14034	13824	14007	14248	13873	14205	1.74
土臭素	31209	31359	31043	31076	31203	31336	31464	31265	30943	31040	0.53

2.4 回收率测试

取 1 L 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 10 ng/L，进行加标回收实验。水样和水样加标样品测试结果如表 3 所示。

表 4.样品加标回收率

No.	化合物名称	水样空白(ng/L)	水样加标(ng/L)	回收率 (%)
1	2-甲基异茨醇	N.D	7.25	72.5
2	土臭素	N.D	7.34	73.4

■ 结论

采用岛津公司三重四极杆气质联用仪 GCMS-TQ8030 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，重现性好，在 1~100 $\mu\text{g/L}$ 的浓度范围内标准曲线性相关系数大于 0.9996。2- 甲基异茨醇和土臭素最低检出限分别为 0.48 ng/L 和 0.07 ng/L。采用串联质谱 MRM 模式进行分析，能够有效降低基质干扰，提高方法灵敏度和检测结果可靠性。本方法可用于生活饮用水中 2- 甲基异茨醇和土臭素的检测。