

岛津 GCMS-TQ8040 结合 Off-Flavor 异味分析系统分析土壤中异味物质

GCMSMS-106

摘要：本文利用岛津 GCMS-TQ8040 三重四极杆气质联用仪和 AOC-6000 多功能自动进样装置结合 SmartDatabase 异味物质数据库建立了土壤中 150 种异味物质分析方法，采用校准用标准样品生成的曲线进行半定量分析，将估算出的浓度与臭气阈值进行比较，筛查 3 种不同区域土壤的异味物质成分。该方法操作简单便捷，分析速度快，适合土壤中异味物质的筛查。

关键词：异味物质 GC-MS/MS 土壤

近年来，我国城市化进程逐步加快，工业化程度也得到了很大的提高，与此同时，城市生活污水也已经成为水环境的主要污染源，这引起了社会公众对于污染治理的关注和关心。而污水转运和处理过程中污染的土壤状况也是值得关注的重大问题，有害物质或者分解产物通过“土壤-植物-人体”或通过“土壤-水-人体”

间接被人体吸收，达到危害人体健康的程度。

本文利用岛津 GCMS-TQ8040 和 AOC-6000 自动进样器，结合岛津特有的 off-flavor 异味分析系统，筛查同一污染区域三个不同采样点的土壤样品中的异味成分。

实验部分

1.1 仪器

GCMS-TQ8040 + AOC-6000

1.2 分析条件

SPME 参数：

SPME 纤维：10 mm FIB-P-30/10 PDMS

老化温度：270°C

老化时间（萃取前）：0 min

平衡温度：80°C

平衡时间：5 min

萃取时间：10 min

进样口温度：250°C

解吸时间：2 min

老化时间（萃取后）：5 min

GC-MS/MS 参数：

色谱柱：InertSil Pure-WAX, Columns, 30 m ×

0.25 mm × 0.25 μm

柱温程序：50°C (5 min)_10°C /min_250°C (10 min)

载气压力：83.5 KPa

进样方式：不分流进样

离子源温度：200°C

接口温度：250°C

检测器电压：调谐电压 +0.3 kv

采集方式：Scan/MRM 同时数据采集

1.3 样品前处理

称取土壤样品各 1.000 g，置于顶空瓶中密封，采用 AOC-6000 固相微萃取 (SPME) 进样，GCMS-TQ8040 检测。

结果讨论

2.1 异味系统方法建立流程

使用方法包中的 TQ_MS_Wax_AART 方法测定正构烷烃样品，用于调整目标组分的保留时间。正构烷烃样品色谱图见图 1。使用方法包中的 TQ_MS_Wax_Correct_MRM 方法测定校正用内标样品，利用此内标样品的数据，在没有目标组分标准品的情况下也可以得到目标组分的半定量浓度。内标样品色谱图见图 2。

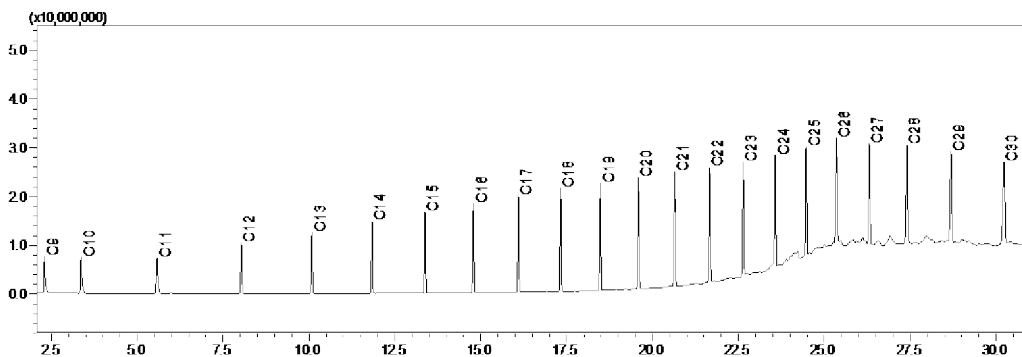


图1 正构烷烃色谱图

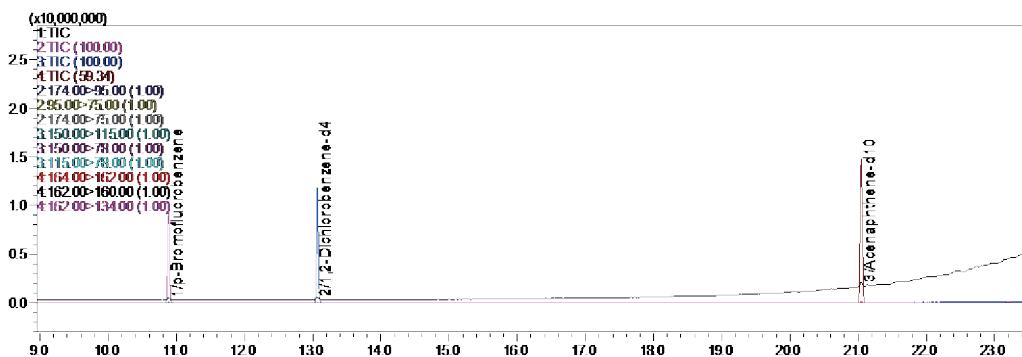


图2 校正内标样品色谱图

然后利用所得数据及 SmartDatabase Off-flavor 数据库建立筛查方法文件。GCMS-TQ8040 可利用该方法对 150 种异味物质进行筛查。图 3 为 SmartDatabase Off-flavor 数据库的创建方法界面和方法创建完成界面。

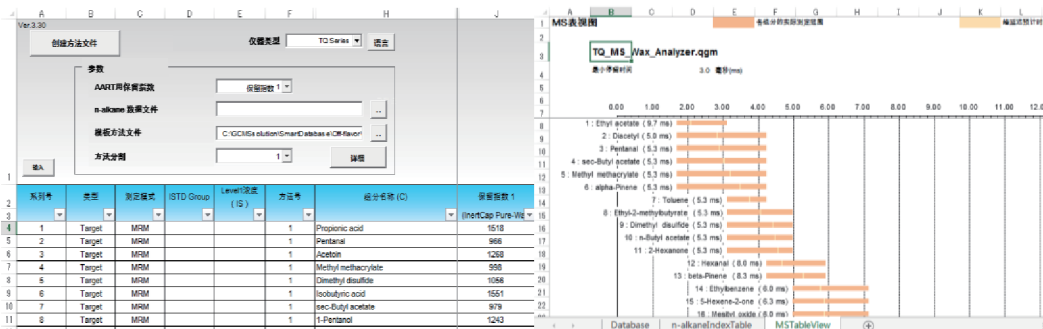


图3 SmartDatabaseOff-flavor数据库界面

2.2 土壤样品测试结果

称取土壤样品置于顶空瓶中 GC-MS/MS 分析, 所得谱图如下图 4~ 图 5 所示, 部分化合物 MRM 见图 10, 检测到的组分结果见表 1~ 表 6 (表中列出估算浓度大于气味阈值的化合物)。

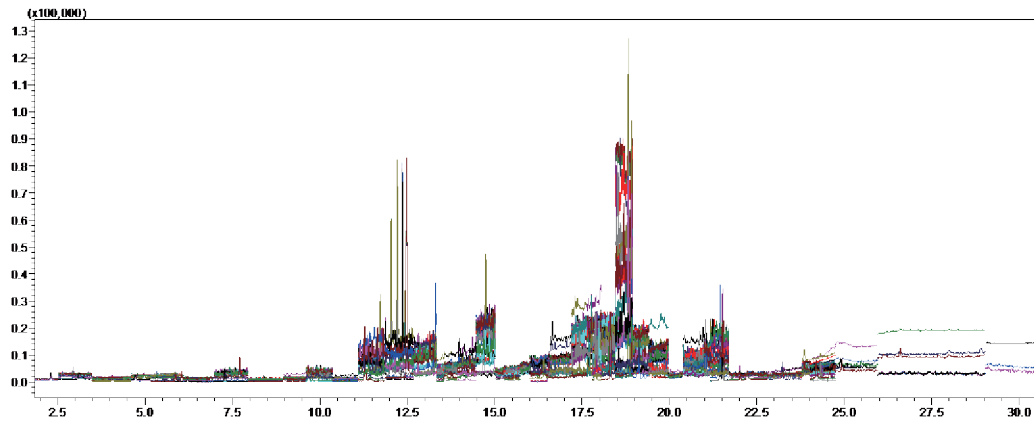


图4 1#样品谱图

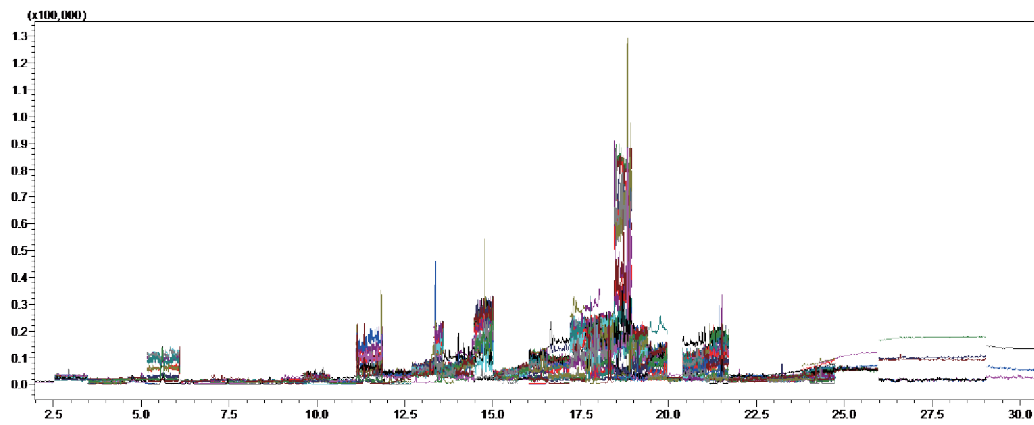


图5 2#样品谱图

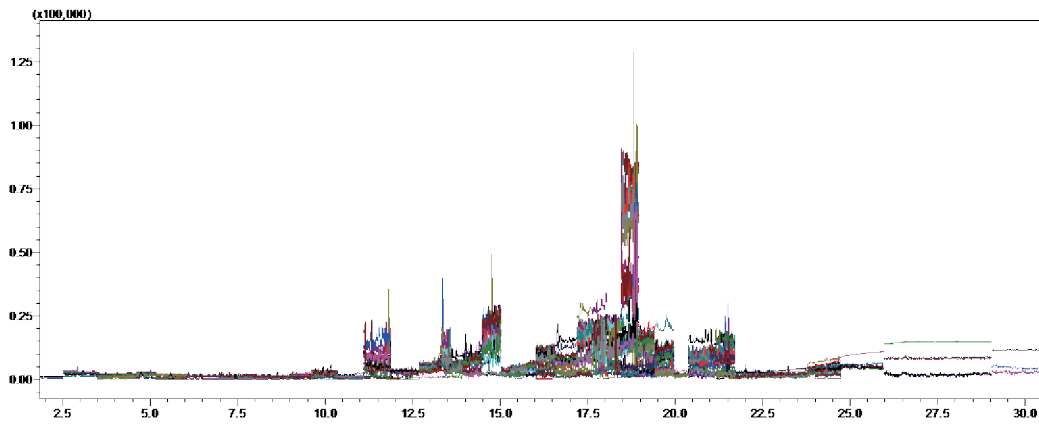
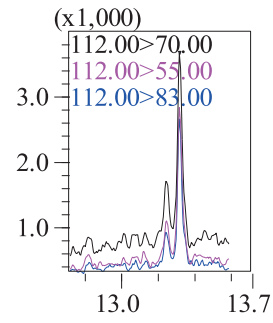
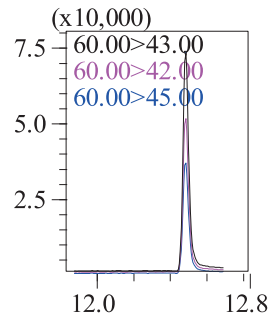
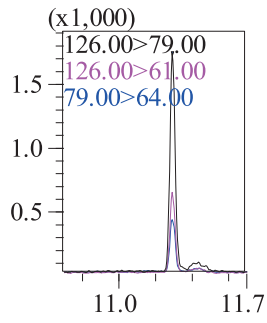
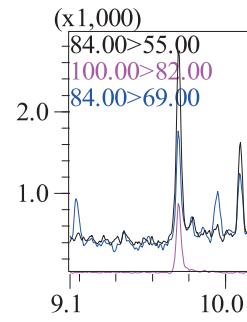
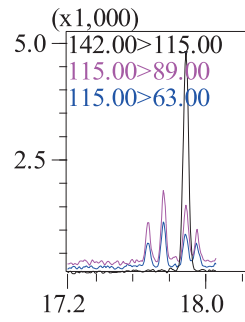
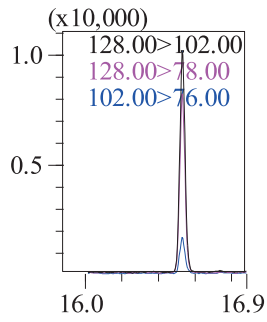


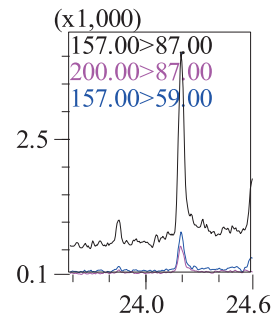
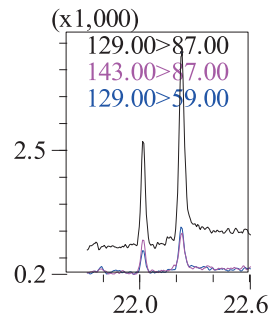
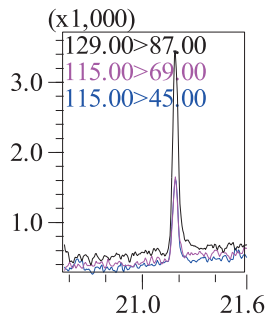
图6 3#样品谱图



Dimethyl trisulfide Acetic acid n-Decanal



Naphthalene 2-Methylnaphthalene Octanal



Pelargonic acid Capric acid Lauric acid

图7 部分筛查异味物质MRM图

表1 1#样品异味数据筛查结果(浓度单位: pg)

No.	英文名称	中文名称	CAS 号	估算浓度	气味阈值	气味特征
1	Dimethyl trisulfide	二甲基三硫化物	3658-80-8	5	0	Sulfur
2	Acetic acid	乙酸	64-19-7	4197	1000	Sour
3	n-Decanal	癸醛	112-31-2	110	1	Orange peel
4	Phenylacetaldehyde	苯乙醛	122-78-1	19	10	Hawthorne
5	Verbenol	马鞭草烯醇	473-67-6	26	10	Sweet, Mint
6	n-Dodecanal	十二烷醛	112-54-9	178	10	Fat, Citrus, Lily
7	Naphthalene	萘	91-20-3	16	10	Tar
8	trans,trans-2,4-Nonadienal	反式-2,4-壬二烯醛	5910-87-2	2	1	Fat, Wax, Fried
9	2-Methylnaphthalene	2-甲基萘	91-57-6	6	1	Sweet, Rancid
10	2-Phenylethanol	2-苯基乙醇	60-12-8	125	100	Rose, Lilac
11	p-Cresol	对甲酚	106-44-5	3	1	Phenol, Medicine
12	m-Cresol	间甲酚	108-39-4	6	0	FecalPlastic, Fecal
13	Pelargonic acid	壬酸	112-05-0	128	100	Green, Fat
14	Capric acid	癸酸	334-48-5	69	10	Fat, Rancid
15	Coumarin	香豆素	202-086-7	1	1	Sweet, Green
16	Lauric acid	月桂酸	143-07-7	269	100	Metal

表2 2#样品异味数据筛查结果(浓度单位: pg)

No.	英文名称	中文名称	CAS 号	估算浓度	气味阈值	气味特征
1	Octanal	辛醛	124-13-0	103	100	Lemon
2	Dimethyl trisulfide	二甲基三硫化物	3658-80-8	5	0	Sulfur
3	n-Decanal	癸醛	112-31-2	128	1	Orange peel
4	2-Methylisoborneol	2-甲基异冰片	2371-42-8	6	0	Earth, Musty
5	Borneol	冰片	507-70-0	5	1	Earth, Musty
6	Naphthalene	萘	91-20-3	21	10	Tar
7	2-Methylnaphthalene	2-甲基萘	91-57-6	8	1	Sweet, Rancid
8	m-Cresol	间甲酚	108-39-4	2	0	FecalPlastic, Fecal
9	Pelargonic acid	壬酸	112-05-0	105	100	Green, Fat
10	Capric acid	癸酸	334-48-5	42	10	Fat, Rancid
11	Lauric acid	月桂酸	143-07-7	157	100	Metal

表3 3#样品异味数据筛查结果(浓度单位: pg)

No.	英文名称	中文名称	CAS 号	估算浓度	气味阈值	气味特征
1	Dimethyl trisulfide	二甲基三硫化物	3658-80-8	6	0	Sulfur
2	Acetic acid	乙酸	64-19-7	1362	1000	Sour
3	n-Decanal	癸醛	112-31-2	112	1	Orange peel
4	2-Methylisoborneol	2-甲基异冰片	2371-42-8	6	0	Earth, Musty
5	Naphthalene	萘	91-20-3	21	10	Tar
6	2-Methylnaphthalene	2-甲基萘	91-57-6	8	1	Sweet, Rancid
7	Pelargonic acid	壬酸	112-05-0	114	100	Green, Fat
8	Capric acid	癸酸	334-48-5	54	10	Fat, Rancid
9	Lauric acid	月桂酸	143-07-7	131	100	Metal

结论

本文利用岛津 GCMS-TQ8040, 结合 AOC-6000 自动 SPME 进样器和 off-flavor 异味分析系统对土壤中异味物质进行测定。通过采集正构烷烃和内标物数据, 利用 Off-flavor 异味分析数据库自动创建 150 种异味物质的检测方法, 在无测定目标组分标准品的情况下, 使用软件自动计算, 得到测定目标组分的半定量结果。该方法操作简单易操作, 且筛查、定量速度快, 适用于土壤中异味物质的筛查。