

GCMS 法结合吹扫捕集进样测定生活饮用水中 4 种异味物质含量

GCMS-544

摘要： 本文利用岛津 GCMS-QP2020 NX 气质联用仪结合 TEKMAR 吹扫捕集仪，建立了生活饮用水中 4 种异味物质的测定方法。在 5~200 ng/L 浓度范围内，各化合物标准曲线线性良好，相关系数 R 均在 0.9995 以上，检出限在 0.21~2.38 ng/L。取浓度为 10 ng/L 混合标准溶液，连续进样 6 针，各化合物峰面积 RSD 均小于 5%，精密度良好。在 15 ng/L 的实际样品加标水平下，各化合物的回收率在 86.3~101.6% 之间。该方法操作简单，定量数据准确可靠，可应用于生活饮用水中多种异味物质的检测。

关键词： 气质联用仪 吹扫捕集 生活饮用水 2-甲基异莰醇 土臭素

技术特点：

- ❖ 采用吹扫捕集进样方式，无需前处理，简单快捷。
- ❖ 采用 SIM 采集方式，提高了检测灵敏度。

水体异味主要是由于藻类生长、细菌代谢和工业生产过程中产生的异味物质进入水体造成，这类异味物质种类繁多、浓度较低，对水环境和人类健康有着较大的影响。《生活饮用水卫生标准》（GB 5749-2022）中明确规定了饮用水中 2 种异味物质 2-甲基异莰醇（2-MIB）和土臭素（GSM）的限值为 10 ng/L。

2-乙基-4-甲基-1,3-二氧戊环（2-EMD）和 2-乙基-5,5-二甲基-1,3-二氧六环（2-EDD）这两种环状缩醛类的化合物在几次臭味事件中均被检测到。2-EMD 和 2-EDD 是由树脂生产过程中的废水排放或者泄漏所造成，它们的嗅阈值分别为 5 ng/L 和 10 ng/L。

由于这些异味物质在水中含量低，且嗅阈值极

低，因此需要通过样品前处理技术对其进行富集。目前，相关的前处理技术有固相萃取、液液萃取、吹扫捕集和固相微萃取等，其中，固相萃取和液液萃取需要大量的溶剂且耗时、操作繁琐；吹扫捕集和固相微萃取前处理简单方便，无需溶剂提取，且自动化操作，适合高通量的检测。

本文采用岛津气质联用仪 GCMS-QP2020 NX 结合吹扫捕集（P&T）进样技术，建立了测定生活饮用水中 4 种异味物质的分析方法，直接取水样进吹扫捕集仪中，通过高纯氦气将水中的异味物质捕集，用气相色谱质谱联用仪测定，内标法定量。该方法简单方便，灵敏度高，可为水中异味物质的检测提供参考。

■ 实验部分

1.1 仪器

气质联用仪：GCMS-QP2020 NX

TEKMAR Atomx XYZ 吹扫捕集仪（配 25 mL 吹扫管）

1.2 分析条件

吹扫气：高纯氦气

进样体积：25 mL

吹扫温度：20°C

吹扫流速：100 mL/min

吹扫时间：20 min

脱附温度：250°C

脱附时间：2 min

烘烤温度：260°C

烘烤时间：2 min

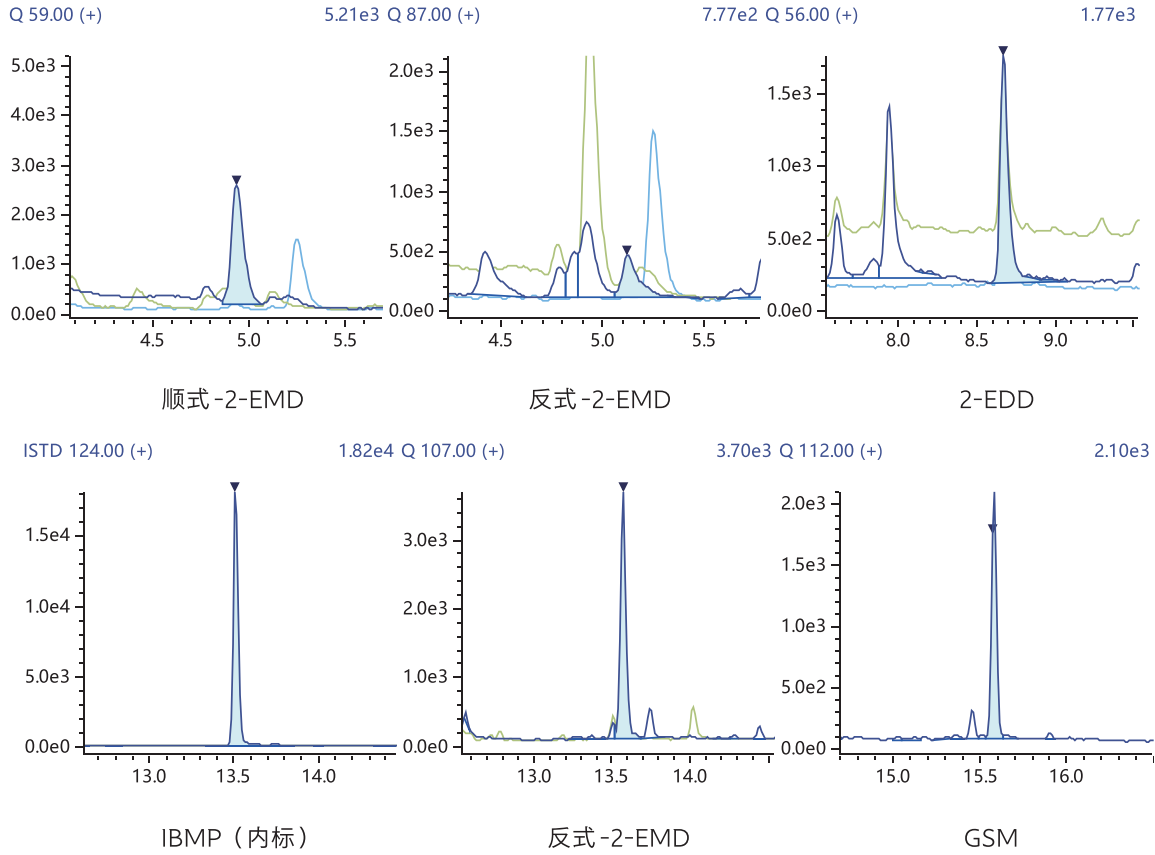
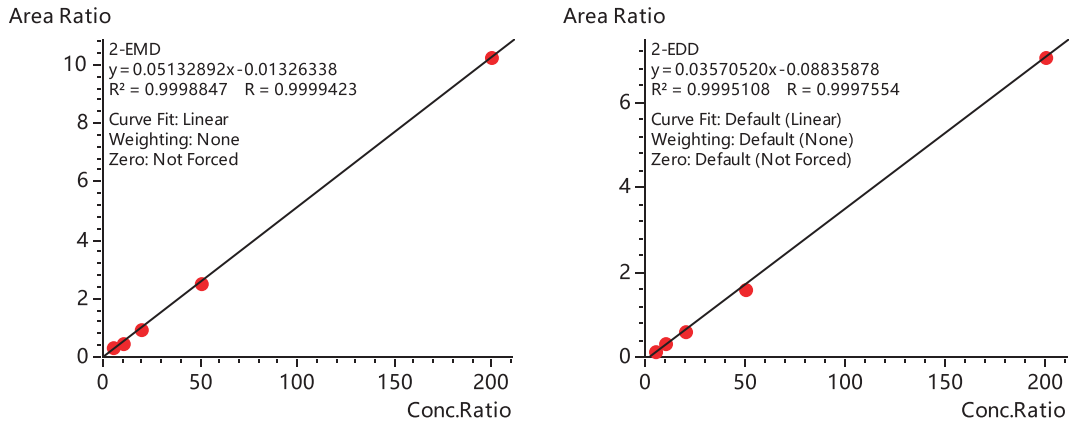


图 2 4 种异味物质及内标物质量色谱图 (浓度 5 ng/L)

2.2 标准曲线和重复性测试

配置目标物浓度为 5、10、20、50 和 200 ng/L 标准系列，内标浓度为 50 ng/L，以浓度比为横坐标，峰面积比为纵坐标进行线性拟合，各化合物标准曲线如下所示。根据 5 ng/L 标样数据，以 3 倍信噪比计算各化合物仪器检出限。各化合物标准曲线相关系数及检出限如下表 2 所示。



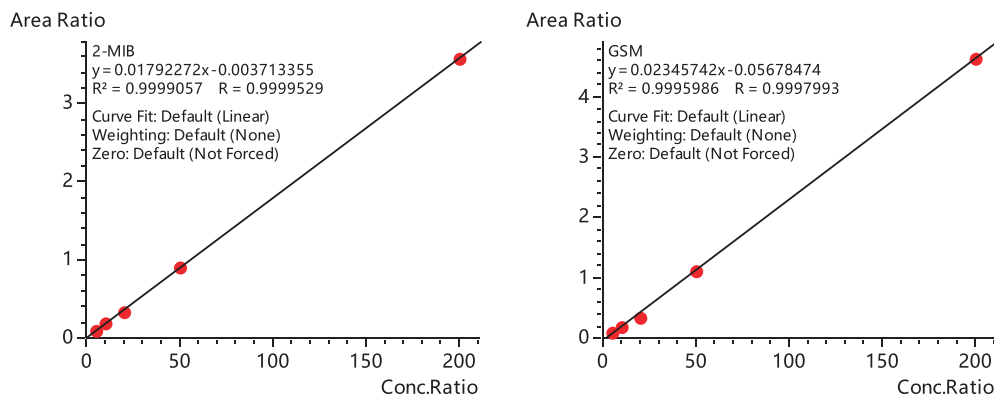


图3 4种异味物质标准曲线

表2 4种异味物质曲线相关系数和仪器检出限

No.	化合物名称	相关系数 R	仪器检出限 (ng/L)
1	2-EMD	0.9999	2.38
2	2-EDD	0.9997	0.30
3	2-MIB	0.9999	1.04
4	GSM	0.9997	0.21

2.3 重复性测试

取浓度为 10 ng/L 的混合标准品溶液，重复进样 6 次，考察仪器重复性，结果见表 3。

表3 重复性测试结果

No.	化合物名称	峰面积						RSD (%)
		1	2	3	4	5	6	
1	2-EMD	33736	32604	31893	33109	32487	33853	2.31
2	2-EDD	23462	22541	22750	23195	21333	21549	3.85
3	2-MIB	12973	13324	12658	13494	13975	12357	4.48
4	GSM	14314	144398	13701	14448	14836	13851	2.92

2.4 实际样品与加标回收率测试

取某地区实际自来水样，按上述方法进行检测，样品中未检出 4 种异味物质。在此水样中添加目标化合物标准溶液，添加浓度为 15 ng/L，平行处理 3 份，实际样品色谱图见图 4，样品加标测定结果及加标回收率结果见表 4。

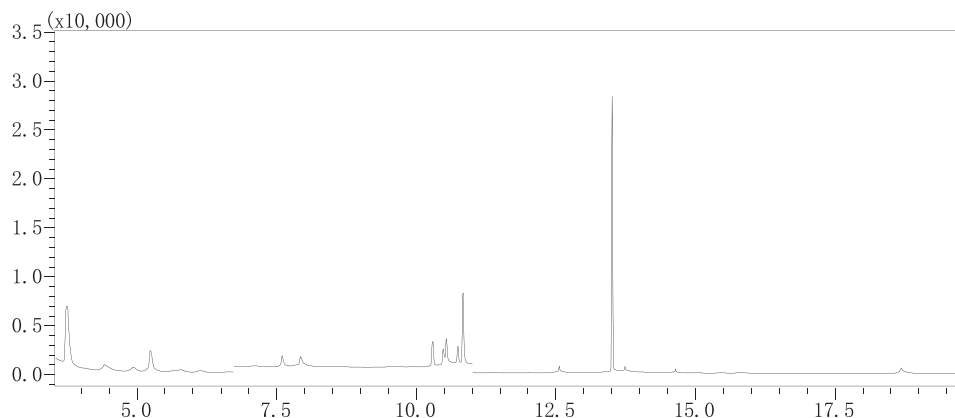


图4 某地区自来水样色谱图

表 4 实际水样测定结果和样品加标回收率结果

No.	化合物名称	样品浓度 (ng/L)	加标样测定浓度 (ng/L)			平均回收率 (%)
			1	2	3	
1	2-EMD	N.D.	12.4	14.3	12.0	86.3
2	2-EDD	N.D.	15.2	15.6	14.9	101.6
3	2-MIB	N.D.	14.0	15.0	15.0	97.7
4	GSM	N.D.	14.2	14.0	15.4	96.9

注: N.D. 表示未检出

■ 结论

本方法采用岛津 GCMS-QP2020 NX 气质联用仪结合 TEKMAR Atomx XYZ 吹扫捕集仪检测生活饮用水中 4 种异味物质, 在 5~200 ng/L 浓度范围内, 各化合物标准曲线线性良好, 相关系数 R 均在 0.9995 以上, 检出限在 0.21~2.38 ng/L。取浓度为 10 ng/L 混合标准溶液, 连续进样 6 针, 各化合物峰面积 RSD 均小于 5%, 精密度良好。在 15 ng/L 的空白样品加标水平下, 各化合物的回收率在 86.3~101.6% 之间。该方法简单方便, 灵敏度高, 能够有效检测水中异味物质的含量。

岛津应用云

