

饮用水中臭味物质的测定

摘要

本实验参考《GB/T 32470-2016 生活饮用水臭味物质 土臭素和 2-甲基异莰醇检验方法》，通过全自动固相微萃取模式，以顶空式提取的方式对水中的 2 种臭味物质进行了定量分析，通过测定 2 种臭味物质的校准曲线、重复性和加标回收率来表现全自动固相微萃取的萃取性能。

莱伯泰科 Astation 自动多功能样品制备进样平台可将常规液体进样、微凝胶净化、微固相萃取、固相微萃取、吹扫捕集、静态顶空、动态顶空、等功能集于一身，实现从样品制备到进样分析的一体化操作，大大提高了分析效率。

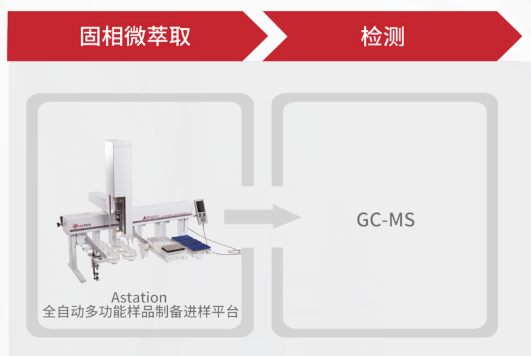
关键词：

生活饮用水；土臭素；2-甲基异莰醇；自动多功能样品制备进样平台；GB/T 32470-2016

1. 仪器设备

Astation 全自动多功能样品制备进样平台，莱伯泰科

气质联用仪：7890B-5977B 气质联用仪，安捷伦



2. 实验过程

2.1 标曲配制

配制 5 种不同浓度的标准混合水溶液，浓度分别为 5ng/L、10ng/L、20ng/L、50ng/L、100ng/L。分别取 10mL 标准混合溶液置于 5 个 20mL 顶空进样瓶中，加入 10 μ L 内标和 2.5g 氯化钠，另取同样一个顶空瓶进行空白实验，将样品瓶置于 Astation 样品盘，待检测。

2.2 样品加标

在 20mL 顶空瓶中，分别加入 10mL 超纯水和自来水，按 1.2.1 的步骤进行处理，加标浓度分别为 5ng/L、10ng/L 和 20ng/L，将样品瓶置于 Astation 样品盘，待检测。

2.3 固相微萃取 SPME Fiber 萃取过程

萃取前孵化时间 2min，孵化温度 60℃；孵化震荡速度 250rpm；萃取头老化温度 270℃，老化时间 5min；萃取时间 30min；解吸时间 5min。

Task	Description
1 Transport	转移样品瓶至孵化炉
2 WaitOverlapped	样品预平衡（无萃取前老化步骤）
3 WaitOverlapped	样品预平衡（含萃取前老化步骤）
4 FiberExposure	开始萃取头老化
5 Wait	等待萃取头老化完成
6 FiberAspiration	萃取头老化结束
7 FiberExposure	开始样品萃取
8 Wait	等待样品萃取完成
9 WaitForStartSignal	等待气质就绪
10 FiberAspiration	样品萃取结束
11 FiberExposure	移动到进样口进行解析
12 Wait	等待解析完成
13 FiberAspiration	解析结束
14 Transport	样品瓶由孵化炉转移至样品盘
15 FiberExposure	开始萃取头老化
16 Wait	等待萃取头老化完成
17 FiberAspiration	萃取头老化结束
18 MoveToHome	机械臂返回初始位
19 WaitOverlapped	等待气质分析结束

图 1 Astation 全自动固相微萃取测定水中臭味物质流程

2.4 GC-MS 测定条件

a) 色谱柱：HP-5ms 30m*0.25mm*0.25μm；

b) 扫描模式：选择离子扫描（SIM）。

土臭素和 2- 甲基异茨醇（含内标）的保留时间、定量及定性离子见表 1。

表 1 土臭素和 2- 甲基异茨醇（含内标）的保留时间、定量及定性离子

序号	化合物名称	保留时间 (min)	定量、定性离子
1	2- 异丁基 - 甲氧基吡嗪 (IS)	10.42	124/94/151
2	2- 甲基异茨醇	10.80	95/107/135
3	土臭素	14.78	112/125

3. 测定结果

3.1 色谱图

图 2 为土臭素和 2- 甲基异茨醇总离子流图，图 3 和图 4 为重叠色谱图。

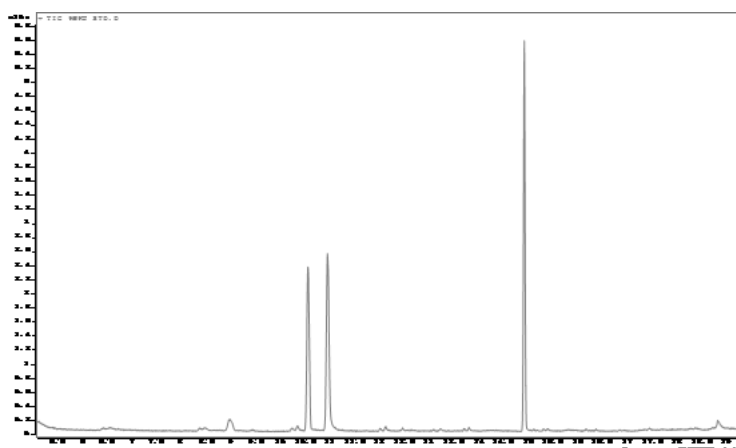


图 2 土臭素和 2- 甲基异茨醇（含内标）总离子流图

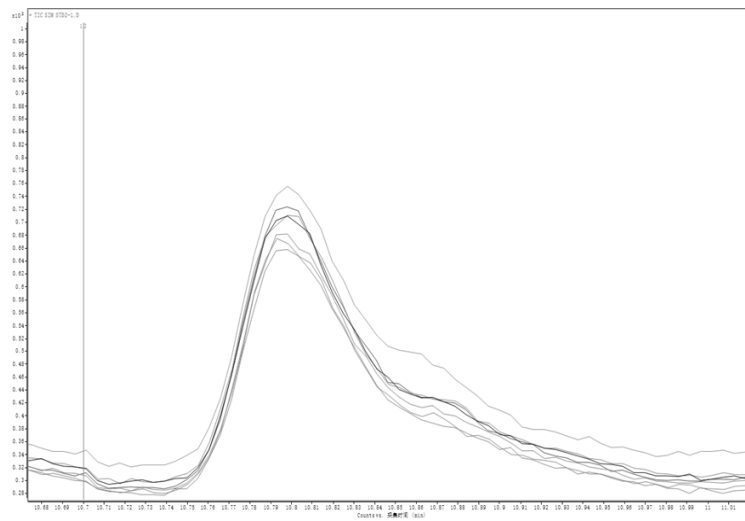


图 3 2- 甲基异苈醇重叠色谱图 (10ng/L)

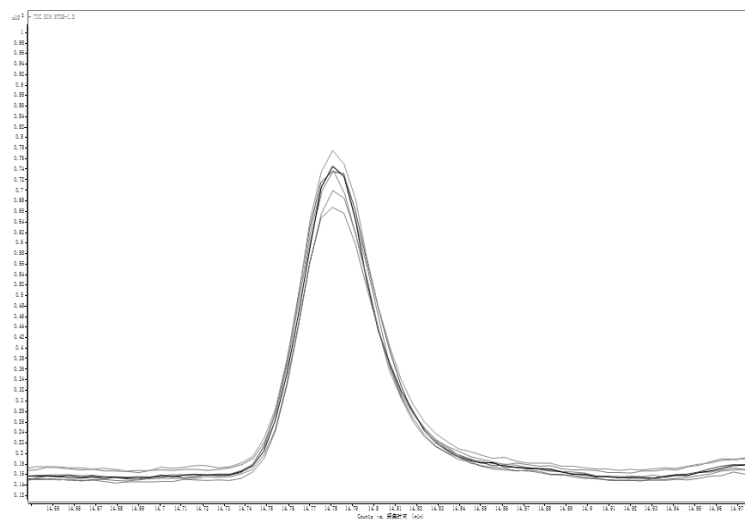


图 4 土臭素重叠色谱图 (10ng/L)

3.2 校准曲线结果

通过 Astation 全自动固相微萃取测定水中不同浓度的土臭素和 2- 甲基异苈醇，经气质分析得到的线性结果见表 2，线性相关系数分别为 0.999 和 0.998，校准曲线见图 5 和图 6。

表 2 土臭素和 2- 甲基异苈醇线性结果

序号	化合物名称	线性方程	线性系数 R ²
1	2- 甲基异苈醇	$y = 3.73 * x + 0.0144$	0.999
2	土臭素	$y = 3.95 * x - 0.0053$	0.998

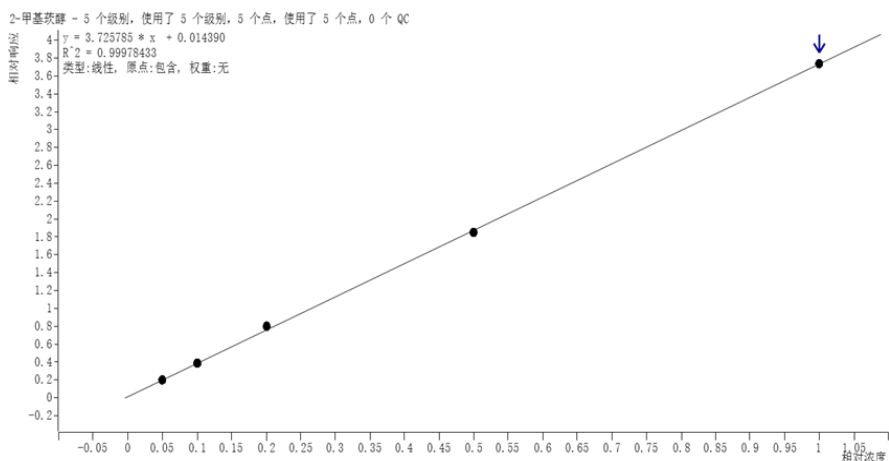


图 5 2- 甲基苄醇标准曲线

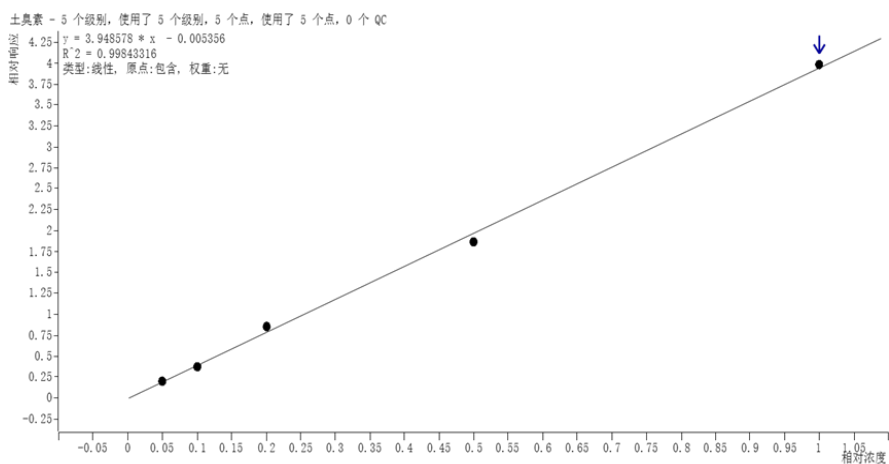


图 6 土臭素标准曲线

3.3 加标回收率

通过 Astation 全自动固相微萃取进行水中土臭素和 2- 甲基苄醇的加标测试, 经气质分析得到的回收率结果见表 3 和表 4。

表 3 土臭素和 2- 甲基苄醇加标回收率结果 (纯水)

序号	化合物名称	加标浓度 ng/L	回收率 (%)						均值 %	RSD %
			1	2	3	4	5	6		
1	2- 甲基苄醇	5	98.4	84.6	106.4	97.8	98.2	113.6	99.8	9.7
		10	106.3	105.3	101.0	103.7	92.4	90.4	99.9	6.8
		20	101.5	103.1	107.6	101.0	101.4	104.5	103.2	2.5
2	土臭素	5	93.6	81.6	92.6	96.0	90.2	107.2	93.5	8.9
		10	101.6	99.9	99.2	103.3	89.1	87.2	96.7	7.0
		20	98.3	98.8	103.0	99.3	104.6	99.0	100.5	2.6

表4 土臭素和2-甲基异莰醇加标回收率结果(自来水)

序号	化合物名称	加标浓度 ng/L	回收率 (%)						均值 %	RSD %
			1	2	3	4	5	6		
1	2-甲基异莰醇	5	78.8	72.2	73.0	73.4	78.4	66.8	73.8	6.0
		10	76.2	72.4	71.2	72.2	71.1	70.7	72.3	2.8
		20	103.5	95.8	94.5	95.9	100.1	97.6	97.9	3.4
2	土臭素	5	97.2	87.0	92.8	91.8	94.4	85.6	91.5	4.8
		10	79.0	90.4	80.9	81.3	86.4	93.2	85.2	6.7
		20	98.9	93.9	102.6	96.5	102.4	96.1	98.4	3.6

4. 结果与讨论

本方法以莱伯泰科全自动多功能样品制备进样平台 Astation 为基础, 通过固相微萃取 SPME Fiber 对水中的土臭素和 2-甲基异莰醇进行定量萃取, 经气质分析得到两种物质的线性数据和加标回收率, 线性系数分别为 0.9997 和 0.9984, 加标回收率结果为纯水中土臭素 (20ng/L) 98.3% ~ 104.6%、2-甲基异莰醇 101.0% ~ 107.6%, RSD 分别为 2.6% 和 2.5%; 自来水中土臭素 (20ng/L) 93.9% ~ 102.6%、2-甲基异莰醇 94.5% ~ 103.5%, RSD 分别为 3.6% 和 3.4%。

低浓度加标重复性测试结果为: 5ng/L 纯水中土臭素和 2-甲基异莰醇 RSD 分别为 8.9% 和 9.7%, 自来水中分别为 4.8% 和 6.0%; 10ng/L 纯水中土臭素和 2-甲基异莰醇 RSD 分别为 7.0% 和 6.8%, 自来水中分别为 6.7% 和 2.8%; 本实验针对 5ng/L 标准混合水溶液进行多次重复测定 (n=7), 计算得到本方法中 2-甲基异莰醇和土臭素的检出限分别为 1.40ng/L 和 1.32ng/L。

5. 方案特点

本实验中采用的固相微萃取方法简便、快速, 可以实现水中有土臭素和 2-甲基异莰醇的萃取及在线分析的全自动操作, 适用于水中痕量臭味物质的检测分析。

参考文献: GB/T 32470-2016 生活饮用水臭味物质 土臭素和 2-甲基异莰醇检验方法

售后服务热线

400-070-8778

北京莱伯泰科仪器股份有限公司
 地址:北京顺义天竺空港工业区B区安庆大街6号
 邮编: 101312
 电话: 010-80486450, 1, 2, 3, 4
 传真: 010-80486354
 www.labtechgroup.com



莱伯泰科公众号