液相微萃取-气相色谱/质谱联用测定饮用水及水源水中的土臭素和 2-甲基异冰片

鹿文慧[1,2]　马继平[1]　陈令新[*2]

[1](青岛理工大学环境与市政工程学院，青岛 266033)　[2](中国科学院烟台海岸带可持续发展研究所，烟台 264003)

土臭素（GSM）和 2-甲基异冰片（MIB）是引发水体土霉味的主要物质。液相微萃取以其有机溶剂耗量少、操作简单快速、成本低、不造成二次污染等优点，而被广泛应用。本文比较了两种液相微萃取技术对 GSM 和 MIB 的富集效果，并应用于实际水样的分析。

Thermo Finngan Trace DSQ 2003 气质联用仪；10 μL 气相色谱进样针。GSM、MIB 标准品浓度均为 100 mg/L；甲苯、环己烷、二氯甲烷和甲醇均为色谱纯。

顶空液相微萃取：20 mL 顶空瓶中加入 10 mL 样品溶液和磁力搅拌子，设定搅拌子转速，充分平衡后，用 10 μL 微量进样器吸取 3 μL 有机溶剂，垂直插入顶空瓶上方空气中，小心推出有机溶剂，使其在针尖处形成悬挂液滴，顶空萃取 10 min 后取 1 μL 直接进样。

单滴液相微萃取：与上述方法相似，无需平衡，将吸有 2 μL 有机溶剂的微量进样器垂直插入液面下，设定温度和搅拌子转速，萃取 30 min 后取 1 μL 直接进样。

色谱/质谱条件：进样口温度为 250 ℃，不分流进样；程序升温：初始温度 60 ℃，保留 1 min，以 15 ℃/min 上升到 130 ℃，再以 18 ℃/min 上升到 200 ℃。传输线和离子源温度均为 250 ℃。

通过对两种萃取方式不同条件的考察，得到单滴液相微萃取的最优化条件为：饱和 NaCl 溶液中加入适量标准品，2μL 甲苯在 50 ℃，900 r/min 萃取 30 min。顶空液相微萃取的最优化条件为：饱和 NaCl 溶液中加入适量标准品，1000 r/min 下平衡 30 min，3 μL 环己烷顶空萃取 10 min。通过标准曲线计算回收率得到，顶空液相微萃取的萃取效率高。

GSM 和 MIB 的线性范围均为 5~1000 ng/L, 相关系数分别为 0.9974 和 0.9970，检出限分别为 1.2 和 1.0 ng/L。

应用本法对青岛市中法海润供水公司的进出水、青岛流亭自来水公司的进出水进行检测。除流亭水厂未能检出外，其它水体均不同程度的存在嗅味物质。对黄河水系水和流亭出水进行加标回收（n = 5），回收率95.45%~113.72%，相对标准偏差2.1%~4.3%。

References

1　李林 等. 分析化学, **2005**, 33(8): 1058~1062

2　Shin H S, Ahn H S. *Chromatographia*, **2000**, 59(1): 107~113

本文系中国科学院“百人计划”项目（No. 20090462）、山东省科技攻关计划（No. 2008GG20005005）、山东省教育厅科技计划项目（No. J07WZ05）、青岛理工大学引进人才科研启动基金（No. C2007-008）和山东省教育厅高等学校优秀骨干教师国际合作培养项目资助

* E-mail: lxchen@yic.ac.cn