

CH

固相萃取-液相质谱法检测水样中全氟辛烷磺酸盐和全氟辛酸盐的含量及应用介绍

概述

全氟化合物作为一种表面活性剂和保护剂，广泛应用于工业生产和日常用品中。同时，全氟化合物是一种具有高毒性、生物累积性和远距离迁移性等的持久性有机污染物。生活污水中的全氟化合物通过污水处理厂排放到环境中，再通过水、土壤、空气等介质进入环境及生物体。因此对生活饮用水中多种全氟化合物的检测，对于保障生活饮用水安全是十分必要的。

耗材：WAX 固相萃取柱，订货号：CH04-5006，500mg/6ml

2. 实验方案

本方案在全氟化合物测试时，采用固相萃取法进行前处理，LC-MS/MS 法进行检测。具有操作简单、溶剂消耗少、良好的回收率及减少分析时间等优点。

3. 样品前处理方法

(1) 活化：依次用 5mL 0.1% 氨水甲醇、5mL 甲醇、5mL 纯水活化；

(2) 上样：将水样过柱；

(3) 淋洗：加入 5 mL 25mmol/L 醋酸铵水溶液 (PH=4.0)，自然滴下，抽干 2min；

(4) 洗脱：加入 5mL 甲醇，自然滴下，然后加入 5 mL 0.1% 氨水甲醇，自然滴下，合并收集两次洗脱液；

(5) 氮吹复溶：将收集的洗脱液在 35℃ 下氮吹至近干，然后用甲醇复溶至 1 mL，涡旋 2min，转移至样品瓶中，上机 LC-MS 检测。

4. 仪器条件

4.1 HPLC 条件

HPLC 色谱柱：C18，2.1*50mm，3 μ m

柱温：30℃

进样体积：10 μ l

流动相条件：A - 5mM 甲酸铵水溶液 B - 甲醇

梯度见表 1：

表 1: 梯度条件

Time	Flow (ml/min)	A%	B%
0	0.5	50	50
0.50	0.5	50	50
5.0	0.5	5	95
6.0	0.5	5	95
6.10	0.5	50	50
8.0	0.5	50	50

4.2 MS 条件

电离模式: 电喷雾电离正模式; 检测方式: MRM; 参数见表 2:

表 2: 化合物参数

名称	Q1	Q3
PFOA	413	368.9
PFOS	498.9	79.9
PFDA	512.9	469.0
PFNA	462.9	419
PFHpA	363	319

5. 结果与讨论

测定了自来水样品中的加标回收率, 按照: “2. 样品前处理方法” 进行样品处理, 所得结果如下表 3。

表 3: 自来水加标回收率测试结果 (加标浓度: 10ng/ml)

名称	PFOA	PFOS	PFDA	PFNA	PFHpA
平均回收率% (n=5)	77.9	80.7	89.7	75.8	94.4
RSD% (n=5)	4.5	5.8	4.8	3.8	2.3

如表 3 所示, CH的全氟化合物测试回收率范围是 77.9%-94.4%, RSD% \leq 5.8; 具有良好的重复性, 稳定的回收率, 完全适用于水中全氟化合物的测试。

另外, 同时验证了样品过柱时流速为 30ml/min 时, 全氟化合物回收率范围是 75.8~98.8%; 流速为 50ml/min 时, 回收率范围是 72.8%~94.4%。该方法结果稳定, 重复性良好。