



鸡肉中全氟辛烷磺酸和全氟辛酸的分析方法

AF10149

应用及技术服务部

摘要：本实验重现了 GB 5009.253-2016 的前处理方法，采用 QuEChERS 方法结合液相色谱串联质谱（LC-MS/MS）对鸡肉中全氟辛烷磺酸和全氟辛酸进行了测定。样品经乙腈提取，QuEChERS 填料净化，Venusil MP C18 色谱柱（5 μm ，100 $\text{\AA}$ ；2.1 $\times$ 150 mm）分离，采用 5 mmol/L 乙酸铵水溶液和乙腈为流动相进行洗脱，LC-MS/MS 进行检测，外标法定量。结果表明，当加标量为 0.4 $\mu\text{g/kg}$ 时，回收率在 85% ~ 110% 之间，能够满足检测要求。

关键词：全氟辛烷磺酸；全氟辛酸；QuEChERS；LC-MS/MS；

前言

全氟辛烷磺酸(PFOS)和全氟辛酸(PFOA)是众多全氟化合物的代表性化合物,被广泛应用于灭火剂、杀虫剂、表面活性剂等诸多民用和工业产品生产领域。研究表明,全氟类化合物具有持久性和生物累积性,在生物体内的蓄积水平高于已知的有机氯农药和二噁英等持久性有机污染物的数百倍至数千倍。全氟类化合物还具有生殖毒性、诱变毒性、发育毒性、神经毒性、免疫毒性等多种毒性,是一类具有全身多脏器毒性的环境污染物。

本文通过对国标的重现,建立了鸡肉中全氟辛烷磺酸和全氟辛酸同时测定的分析方法。

实验部分

仪器、试剂与材料

主要仪器设备

AB SCEIX API 4000⁺液相色谱串联质谱仪。

试剂材料

乙腈、甲醇为色谱纯；实验用水为超纯水；

混合标准工作溶液：全氟辛烷磺酸、全氟辛酸，甲醇溶解；

地址：天津经济开发区西区南大街 179 号 邮编：300462

电话：022-25321032 传真：022-25321033

Email: service@agela.com.cn 网址: www.agela.com.cn 客服：400-606-8099



QuEChERS 净化管：MS-9PP0262。

样品制备

样品提取

称取均质好的样品 5 g 置于 50 mL 离心管中，加入 5 mL 水，涡旋 1 min，加入 10 mL 乙腈和 30 μ L 盐酸，振荡 10 min。加入 2 g 氯化钠，再次振摇 10 min，8000 r/min 离心 10 min，移取上层乙腈溶液于另一试管中，在 45℃ 下氮气吹至约 4 mL，待净化。

样品净化

将上述待净化液转移至 QuEChERS 净化管中，振摇 10 min，5000 r/min 离心 10 min，移取上层清液于另一试管中，于 45℃ 下吹干，用甲醇定容至 1 mL，5000 r/min 离心 5 min，取上清液待检测。

注：样品瓶要使用 PP 塑料材质

基质混合标准工作溶液配制

取高浓度全氟化合物混合标准溶液，用空白样品基质溶液稀释成 0.002 μ g/mL 的基质混合标准工作溶液。

实验条件

色谱条件

色谱柱：Venusil MP C18, 5 μ m, 100 Å, 2.1 $\times$ 150 mm（用于检测分析）

Venusil XBP C18, 5 μ m, 100 Å, 4.6 $\times$ 50 mm（为降低高效液相色谱管道中引入的PFOA和PFOS的污染，连接在混合器与进样器之间）

流动相：A相-5 mmol/L乙酸铵水溶液，B相-乙腈

柱温：30℃

进样量：10 μ L

梯度洗脱条件(见表1)

表1. 液相色谱梯度洗脱条件

时间/min	流速/mL/min	A%	B%
0.5	0.3	55	45
3.25	0.3	0	100
5.5	0.3	0	100



6.0	0.3	55	45
12.0	0.3	55	45

质谱条件

离子源：ESI-；电喷雾电压：-4500 V；雾化气压力：55 psi；气帘气压力：25 psi；辅助气压力：50 psi；离子源温度：500℃；采集方式：多反应监测(MRM)。

表2. 全氟辛酸磺酸和全氟辛酸质谱参数

物质名称	Q1	Q3	DP/V	CE/V
全氟辛酸	413.0	<u>168.9</u>	-37	-24.9
		218.7	-37	-25.7
		<u>79.8</u>	-108	-89.9
全氟辛酸磺酸	499.1	98.8	-108	-64.0
		129.6	-108	-64.0

注：“下划线”为定量离子。

结果与讨论

由表 3 可知，采用 QuEChERS 方法结合液相色谱串联质谱的方法检测鸡肉中全氟辛酸磺酸和全氟辛酸，加标回收率在 85%~110%之间，能够满足检测要求。由图可知，用 Venusil MP C18 色谱柱检测全氟化合物，峰形良好，且保留时间稳定。

表 3. 鸡肉中全氟辛酸磺酸和全氟辛酸加标回收实验结果(添加水平 0.4 µg/kg)

物质名称	保留时间/min	平均回收率/%	CV/%
全氟辛酸	2.02	107.0	5.6
全氟辛酸磺酸	5.88	85.5	1.9

实验谱图

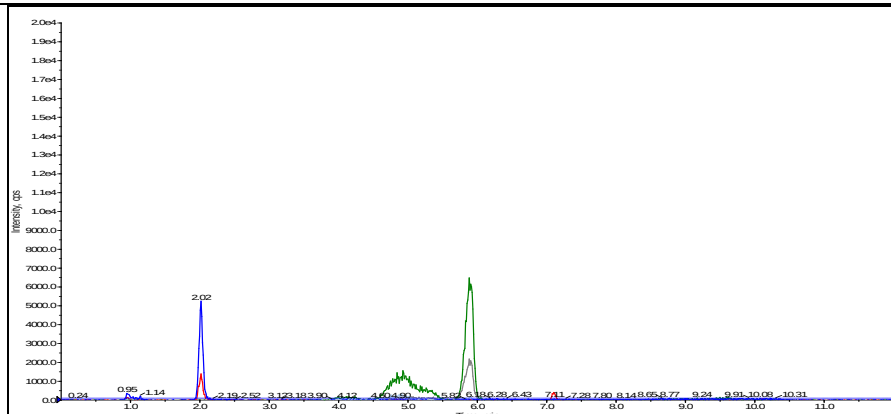


图 1. 0.002 µg/mL 标准溶液 LC-MS/MS 色谱图

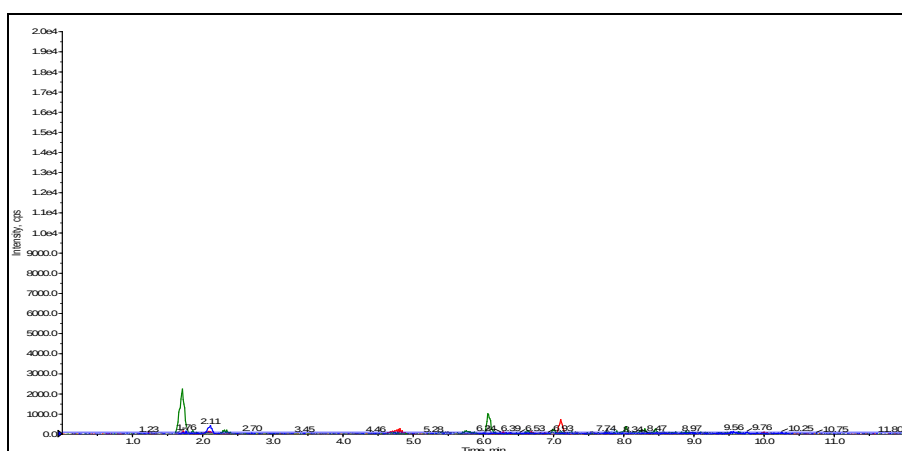


图 2. 鸡肉样品空白 LC-MS/MS 色谱图

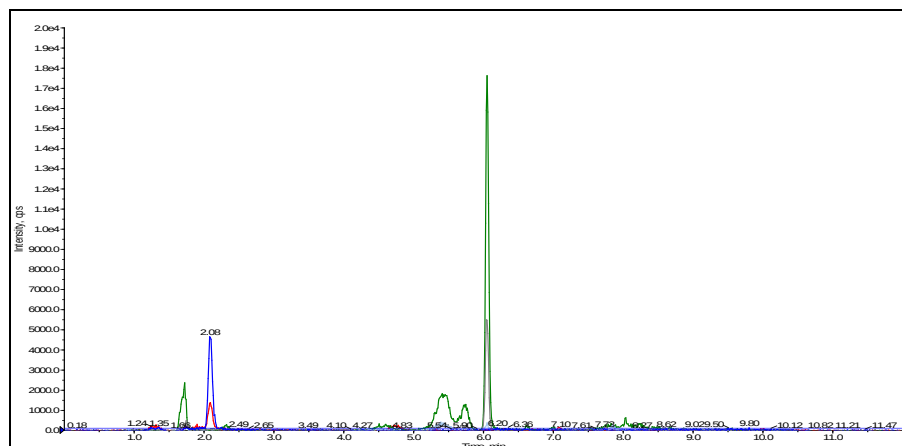


图 3. 0.002 µg/mL 鸡肉基质混合标准溶液 LC-MS/MS 色谱图

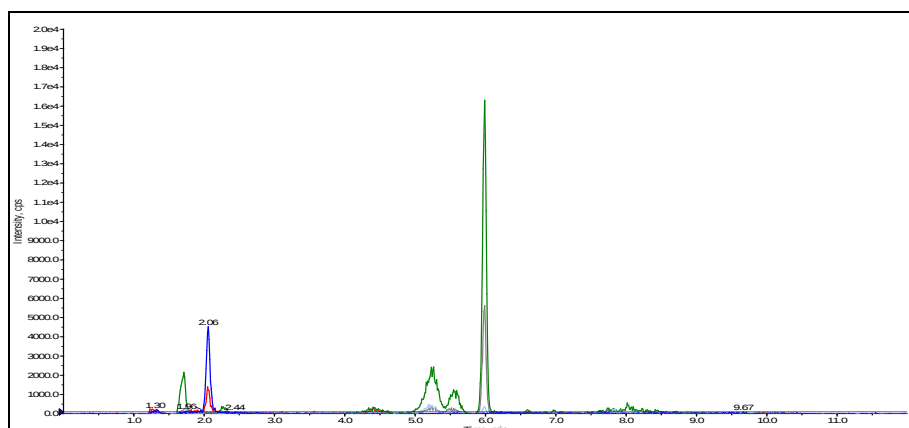


图 4. 0.4 $\mu\text{g/kg}$ 鸡肉基质加标 LC-MS/MS 色谱图

结论

本实验建立了鸡肉中全氟辛酸磺酸和全氟辛酸的前处理方法，并结合 LC-MS/MS 对样品进行了检测。结果表明，对于加标量为 0.4 $\mu\text{g/kg}$ 的鸡肉样品，加标回收率在 85% ~ 110%之间，满足检测要求。说明该方法适用于鸡肉中全氟化合物的同时检测。

附：相关产品

产品名称	规格描述	包装数量	订货号
QuEChERS 净化管	15 mL	50 支/包	MS-9PP0262
Venusil MP C18	5 μm , 100 $\text{\AA}$, 2.1 $\times$ 150 mm	1 支	VA951502-0
Venusil XBP C18	5 μm , 100 $\text{\AA}$, 4.6 $\times$ 50 mm	1 支	VX950505-0
0.3 mL PP snap 卡口微量样品瓶	32 $\times$ 12 mm	100/pk	AV0003-A
15 位氮吹仪	15 位	1 台	NV15-G
样品瓶盖	PE 红色中心孔卡口盖， 红色硅胶/白色 PTFE 隔垫 1.0 mm	100/pk	AV4201-0
一次性注射器	2 mL 无针头	100 支/包	LZSQ-2ML