



食品接触材料及制品中全氟辛烷磺酸和全氟辛酸的分析方法

AF10150

应用及技术服务部

摘要：本实验重现了 GB 31604.35-2016 的前处理方法，采用固相萃取方法结合液相色谱串联质谱（LC-MS/MS）对食品接触材料及制品中全氟辛烷磺酸和全氟辛酸进行了测定。样品经甲醇提取，Cleanert PWAX 小柱净化，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 2.0 $\mu\text{g/kg}$ 时，回收率在 90% ~ 110% 之间，能够满足检测要求。

关键词：全氟辛烷磺酸；全氟辛酸；Cleanert PWAX；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,建立了食品接触材料及制品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



Cleanert PWAX 净化柱：150 mg/6 mL。

样品制备

试样制备

塑料类、硅胶类试样：剪碎至 5 mm × 5 mm 以下，再用液氮冷冻粉碎机研磨成粉末状；树脂类打碎，再用液氮冷冻粉碎机研磨成粉末状；涂层类试样：用小刀刮下，再用液氮冷冻粉碎机研磨成粉末状；纸板盒类、聚乙烯类试样：用剪刀剪成 1 cm × 1 cm 大小。

样品提取

称取 1 g 样品，放入加速溶剂萃取池中，提取溶剂为甲醇，提取溶剂体积为 60% 的样品池体积，萃取温度为 110℃，加热时间 5 min，平衡 5 min，重复 2 次，萃取液放置至室温，氮气吹干至约 0.5 mL，加 10 mL 水，混匀待净化。

样品净化

依次用 4 mL 0.1% 氨化甲醇、4 mL 甲醇、4 mL 水活化平衡 PWAX 固相萃取柱后，将上述溶液转移至固相萃取柱内，加 4 mL 25 mmol/L 乙酸铵缓冲液淋洗，4 mL 0.1% 氨化甲醇洗脱，收集洗脱液于 40℃ 下氮气吹干，用甲醇定容至 1 mL，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 µg/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 µm, 100 Å, 2.1 × 150 mm（用于检测分析）

Venusil XBP C18, 5 µm, 100 Å, 4.6 × 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 µL

梯度洗脱条件(见表1)

表1. 液相色谱梯度洗脱条件

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



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. 全氟辛烷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
全氟辛烷磺酸	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，采用固相萃取方法结合液相色谱串联质谱的方法检测食品接触材料及制品中全氟辛烷磺酸和全氟辛酸，加标回收率在 90% ~ 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. 食品接触材料及制品中全氟辛烷磺酸和全氟辛酸加标回收实验结果(添加水平 2.0 µg/kg)

物质名称	保留时间/min	平均回收率/%	CV/%
全氟辛酸	2.45	108.2	2.0
全氟辛烷磺酸	7.10	91.1	9.2

实验谱图

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

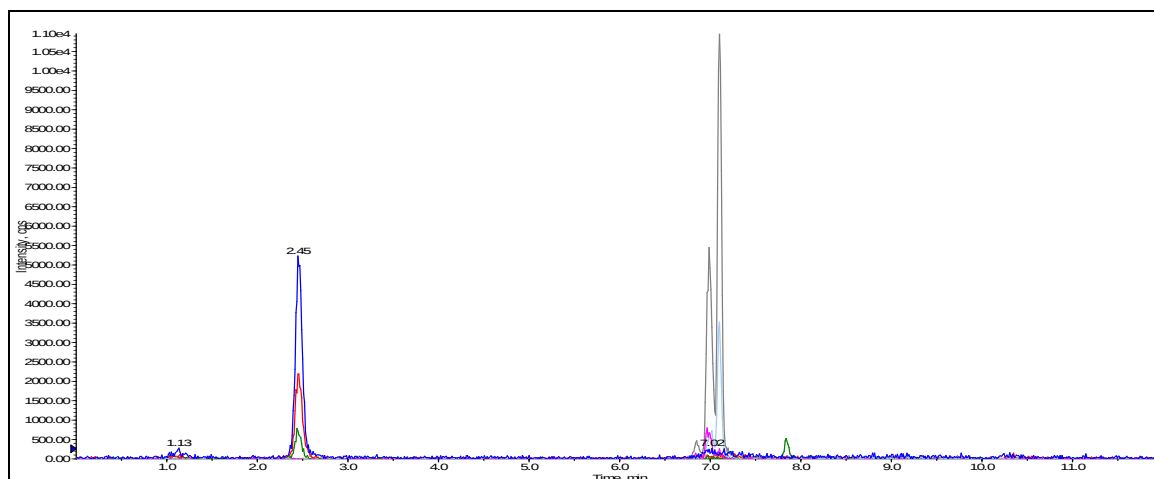


图 1. 0.002 µg/mL 标准溶液 LC-MS/MS 色谱图

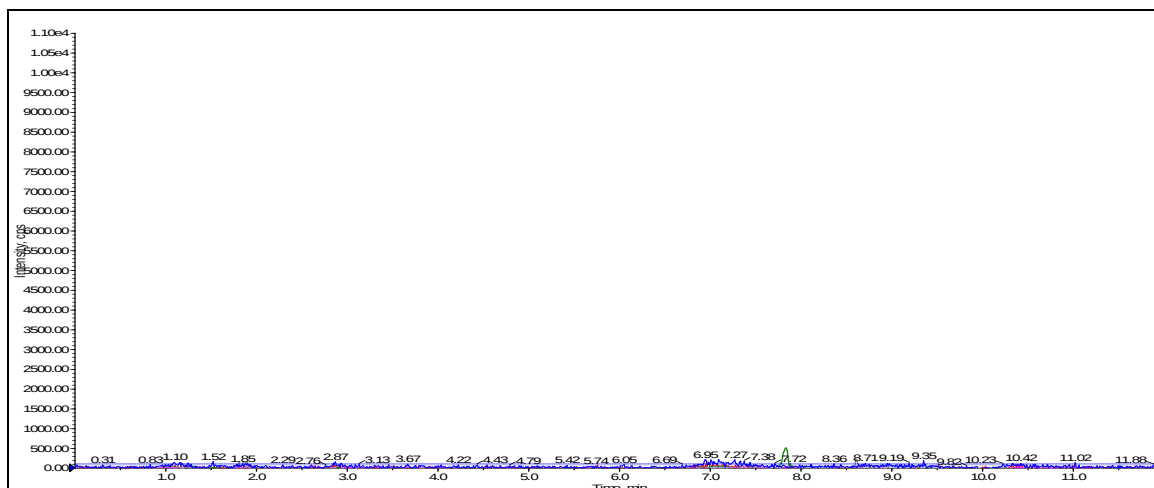


图 2. 小柱空白 LC-MS/MS 色谱图

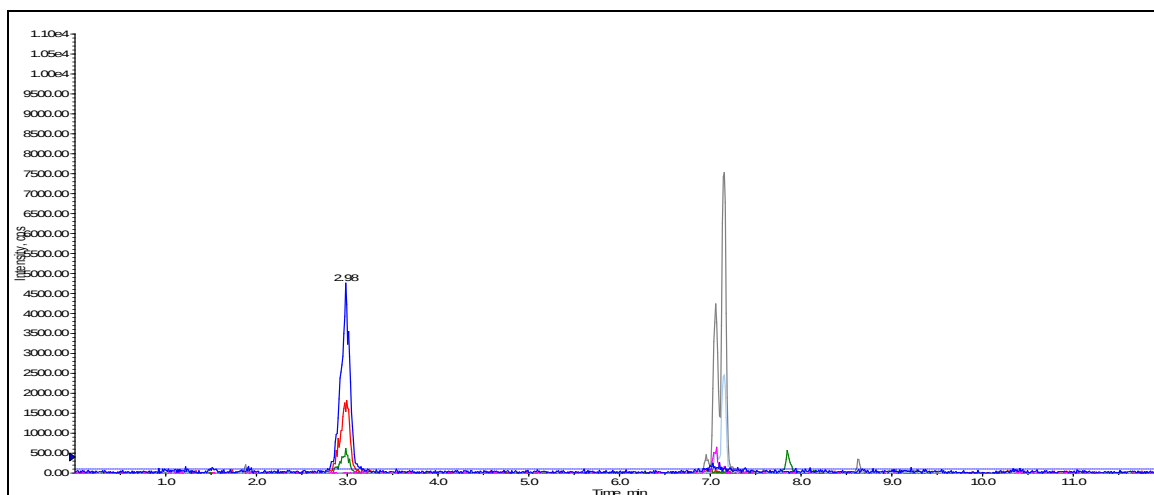


图 4. 标样过柱 LC-MS/MS 色谱图

结论

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



本实验建立了食品接触材料及制品中全氟辛烷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 2.0 µg/kg 的样品，加标回收率在 90% ~ 110% 之间，满足检测要求。说明该方法适用于食品接触材料及制品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
Cleanert PWAX	150 mg/6 mL	30 支/包	WA1506
Venusil MP C18	5 µm, 100 Å, 2.1 × 150 mm	1 支	VA951502-0
Venusil XBP C18	5 µm, 100 Å, 4.6 × 50 mm	1 支	VX950505-0
0.3 mL PP snap 卡口微量 样品瓶	32 × 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