

SN

中华人民共和国出入境检验检疫行业标准

SN/T 3694.4—2014

进出口工业品中全氟烷基化合物测定
第4部分：石蜡 液相色谱-串联质谱法

Determination of perfluorinated alkyl compounds in industrial products
for import and export—Part 4: Wax—LC-MS/MS method

2014-01-13 发布

2014-08-01 实施

中华人民共和国
国家质量监督检验检疫总局 发布

前 言

SN/T 3694《进出口工业品中全氟烷基化合物测定》共分为 14 部分：

- 第 1 部分：化妆品 液相色谱-串联质谱法；
- 第 2 部分：灭火剂 液相色谱-串联质谱法；
- 第 3 部分：润滑剂 液相色谱-串联质谱法；
- 第 4 部分：石蜡 液相色谱-串联质谱法；
- 第 5 部分：洗涤剂 液相色谱-串联质谱法；
- 第 6 部分：油墨 液相色谱-串联质谱法；
- 第 7 部分：油漆和涂料 液相色谱-串联质谱法；
- 第 8 部分：电子电气产品 液相色谱-串联质谱法；
- 第 9 部分：纺织品 液相色谱-串联质谱法；
- 第 10 部分：胶黏剂 液相色谱-串联质谱法；
- 第 11 部分：皮革 液相色谱-串联质谱法；
- 第 12 部分：上光剂 液相色谱-串联质谱法；
- 第 13 部分：食品接触材料 液相色谱-串联质谱法；
- 第 14 部分：塑料制品 液相色谱-串联质谱法。

本部分是 SN/T 3694 的第 4 部分。

本部分按照 GB/T 1.1—2009 给出的规则起草。

请注意本文件的某些内容可能涉及专利，本文件的发布机构不承担识别这些专利的责任。

本部分由国家认证认可监督管理委员会提出并归口。

本部分起草单位：中华人民共和国吉林出入境检验检疫局、中华人民共和国浙江出入境检验检疫局。

本部分主要起草人：张代辉、蒋永祥、牟峻、陈笑梅、张琼、朱晓雨、卢利军、刘海山。

进出口工业品中全氟烷基化合物测定

第4部分:石蜡 液相色谱-串联质谱法

1 范围

SN/T 3694 的本部分规定了石蜡中全氟烷基化合物的液相色谱-串联质谱测定方法。

本部分适用于石蜡中全氟己酸、全氟辛酸、全氟壬酸、全氟癸酸、全氟十一酸、全氟十二酸、全氟丁烷磺酸、全氟己烷磺酸、全氟辛烷磺酸、全氟癸烷磺酸的测定。

2 规范性引用文件

下列文件对于本文件的应用是必不可少的。凡是注日期的引用文件,仅注日期的版本适用于本文件。凡是不注日期的引用文件,其最新版本(包括所有的修改单)适用于本文件。

GB/T 6682—2008 分析实验室用水规格和试验方法

3 方法提要

样品采用四氢呋喃-水溶液作溶剂提取,提取液经混合型弱阴离子交换固相萃取柱净化后,用液相色谱-串联质谱仪测定,外标法定量。

4 试剂和材料

除另有规定外,所用试剂均为色谱,水为 GB/T 6682—2008 规定的一级水。

- 4.1 甲醇。
- 4.2 四氢呋喃:优级纯。
- 4.3 氨水(含量为 25%,体积分数):优级纯。
- 4.4 醋酸钠:优级纯。
- 4.5 甲酸(含量为 50%,体积分数)。
- 4.6 0.1%甲酸溶液(体积分数):取 0.2 mL 甲酸(4.5),用水稀释并定容至 100 mL。
- 4.7 2%甲酸溶液(体积分数):取 4 mL 甲酸(4.5),用水稀释并定容至 100 mL。
- 4.8 甲醇-0.1%甲酸溶液(7+3,体积比):量取 70 mL 甲醇(4.1),30 mL 的 0.1%甲酸溶液(4.6)。
- 4.9 0.1%氨水甲醇溶液(体积分数):取 0.4 mL 氨水(4.3),用甲醇(4.1)稀释并定容至 100 mL。
- 4.10 醋酸钠溶液:25 mmol/L。取 2.05 g 醋酸钠(4.4),用水溶解并定容至 1 000 mL。
- 4.11 四氢呋喃-水溶液(3+1,体积比):取 75 mL 四氢呋喃,25 mL 水。
- 4.12 全氟己酸、全氟辛酸、全氟壬酸、全氟癸酸、全氟十一酸、全氟十二酸、全氟丁烷磺酸钠、全氟己烷磺酸钠、全氟辛烷磺酸钠、全氟癸烷磺酸钠标准物质:纯度大于或等于 98%。标准物质详细信息见表 A.1。
- 4.13 标准储备溶液:准确称取标准物质(精确至 0.1 mg,以全氟化合物酸根计),用甲醇溶解后定量转移至 100 mL 容量瓶中,甲醇定容,摇匀,分别配制成标准储备溶液。
- 4.14 标准工作溶液:根据需要用空白基质液稀释配制适当浓度的标准工作溶液,现用现配。
- 4.15 混合型弱阴离子交换固相萃取柱:Oasis WAX 3 mL,60 mg 或相当者。使用前依次用 3 mL