



中华人民共和国国家标准

GB/T 24169—2009

GB/T 24169—2009

附录 A (资料性附录)

标准物质高效液相色谱-串联质谱色谱图

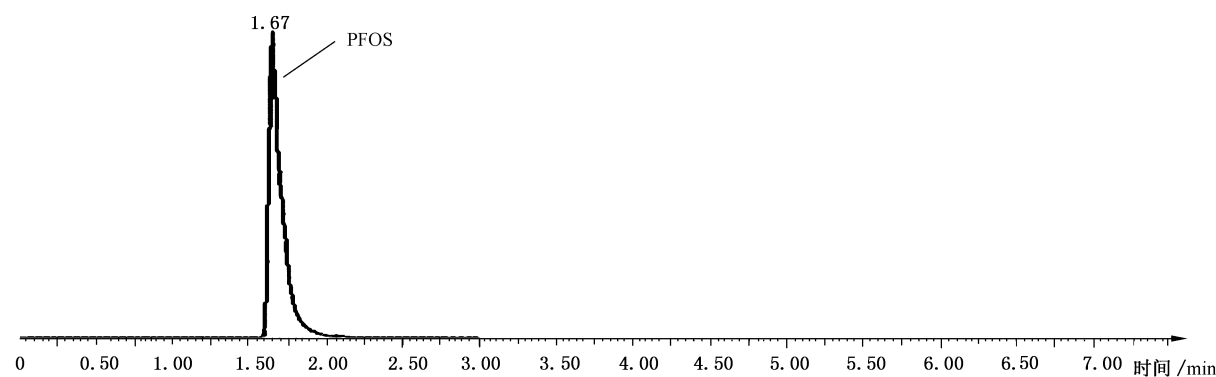
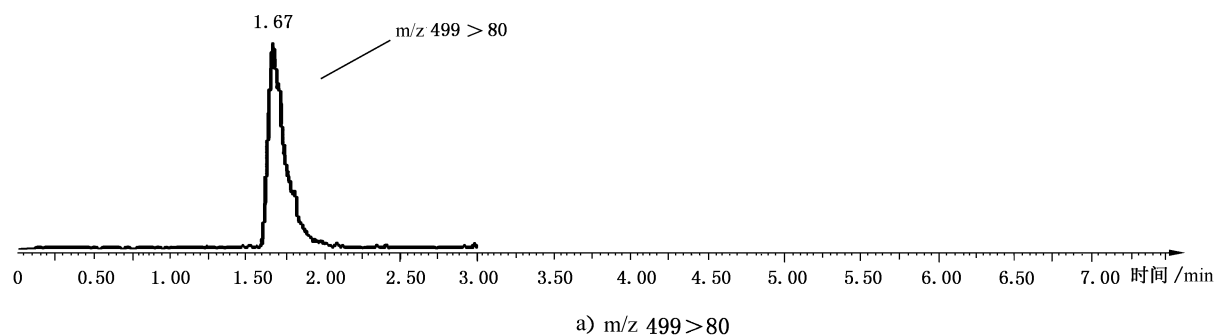
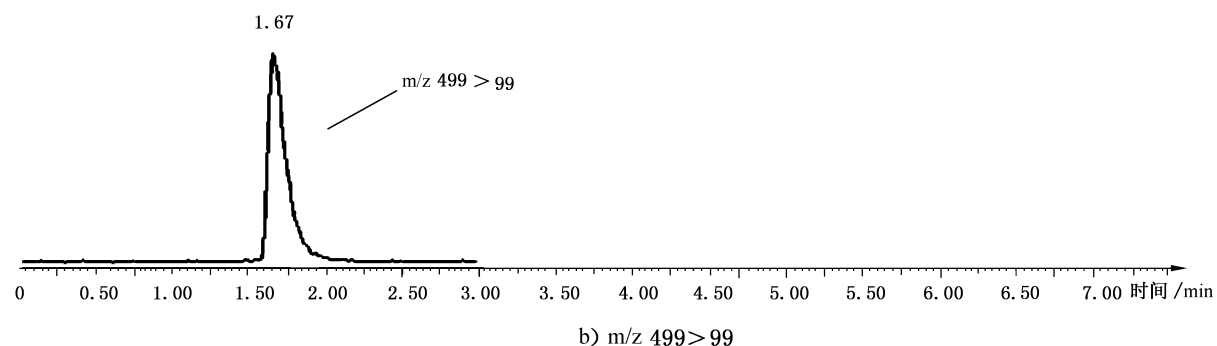


图 A.1 全氟辛烷磺酸标准物质母离子高效液相色谱-串联质谱色谱图
(全氟辛烷磺酸保留时间: 1.67 min)



a) m/z 499 > 80



b) m/z 499 > 99

图 A.2 全氟辛烷磺酸准物质子离子高效液相色谱-串联质谱色谱图
(全氟辛烷磺酸保留时间: 1.67 min)



GB/T 24169-2009

版权专有 侵权必究

*

书号: 155066 · 1-38645

定价: 14.00 元

氟化工产品和消费品中全氟辛烷磺酰基 化合物(PFOS)的测定 高效液相色谱-串联质谱法

Determination of perfluorooctane sulfonates (PFOS) in the fluorine-containing products and consumer products—High performance liquid chromatography-tandem mass spectrometry

2009-06-25 发布

2010-04-01 实施

中华人民共和国国家质量监督检验检疫总局
中国国家标准化管理委员会 发布

方程。标准物质的母离子色谱图参见附录 A 中图 A.1,子离子的色谱图参见附录 A 中图 A.2。

3.5.4 测定步骤

样品待测液中全氟辛烷磺酰基化合物(PFOS)的响应值应在标准工作曲线的线性范围内。超过线性范围则应稀释后再进样测定。

3.5.5 定性判定

按照上述条件测定样品和标准工作溶液,如果样品中的质量色谱峰保留时间与标准工作溶液一致(变化范围在±2.5%之内);样品中目标化合物的两个子离子的相对丰度与质量浓度相当标准溶液的相对丰度一致,相对丰度偏差不得超过表 1 的规定,则可判断样品中存在全氟辛烷磺酰基化合物(PFOS)。

表 1 定性离子相对丰度的最大允许偏差

相对离子丰度	>50%	>20%至 50%	>10%至 20%	≤10%
允许的相对偏差	±20%	±25%	±30%	±50%

3.5.6 空白试验

除不加试样外,均按上述测定条件和步骤进行。

4 结果计算

4.1 氟化工产品结果计算

结果按式(1)计算,计算结果保留两位有效数字。

$$w = \frac{\rho \times V}{m \times 10^6} \times 100 \quad \dots\dots\dots(1)$$

式中:

- w——样品中全氟辛烷磺酰基化合物(PFOS)的含量,用%表示;
- ρ——标准曲线查得的全氟辛烷磺酰基化合物(PFOS)的质量浓度,单位为微克每毫升(μg/mL);
- V——样品稀释后总体积,单位为毫升(mL);
- m——样品质量,单位为克(g)。

4.2 消费品结果计算

结果按式(2)计算,计算结果保留两位有效数字。

$$X = \frac{\rho \times V}{S} \quad \dots\dots\dots(2)$$

式中:

- X——样品中全氟辛烷磺酰基化合物(PFOS)的含量,单位为微克每平方米(μg/m²);
- ρ——标准曲线查得的全氟辛烷磺酰基化合物(PFOS)的浓度,单位为微克每毫升(μg/mL);
- V——样品稀释后总体积,单位为毫升(mL);
- S——样品表面积,单位为平方米(m²)。

5 精密度

按本测定方法所确定的实验条件,在添加质量分数为 0.000 2%~0.01% 时,相对标准偏差小于 10%。不同实验室对不同水平样品的检验结果,室间的相对标准偏差小于 10%。

中华人民共和国
国家标准
氟化工产品和消费品中全氟辛烷磺酰基
化合物(PFOS)的测定
高效液相色谱-串联质谱法
GB/T 24169—2009

*
中国标准出版社出版发行
北京复兴门外三里河北街 16 号
邮政编码:100045
网址 www.spc.net.cn
电话:68523946 68517548
中国标准出版社秦皇岛印刷厂印刷
各地新华书店经销

*
开本 880×1230 1/16 印张 0.5 字数 9 千字
2009 年 9 月第一版 2009 年 9 月第一次印刷
*
书号:155066·1-38645 定价 14.00 元

如有印装差错 由本社发行中心调换
版权专有 侵权必究
举报电话:(010)68533533

质量浓度为 10 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 的标准溶液。

3.3 仪器

3.3.1 高效液相色谱-串联质谱仪,配工作站;

3.3.2 快速溶剂萃取仪:萃取温度:175 $^{\circ}\text{C}$,萃取压力:10.34 MPa(1 500 psi),平衡:7 min,重复 2 次;

3.3.3 旋转蒸发仪;

3.3.4 高速离心机:15 000 r/min 以上。

3.4 样品处理

3.4.1 氟化工产品

3.4.1.1 提取

准确称取 1.000 g 氟化工产品(精确至 1 mg),用水溶解,超声溶解 20 min 后,用水定容至 100 mL,摇匀。取部分溶液转移至离心管中,以 12 000 r/min 高速离心 15 min,上清液做待净化液。

3.4.1.2 净化

准确移取 1 mL 待净化液(3.4.1)转移至固相萃取柱(3.2.4)中。用 10 mL 水淋洗,抽至近干后,用 9 mL 乙腈(3.2.1)洗脱,整个固相萃取过程流速不超过 1 mL/min,保留洗脱液,并用乙腈定容至 10 mL。过微孔滤膜(3.2.5)后,供上机测定。

3.4.2 消费品

将消费品样品切割成方块状数块,样品总表面积 50 cm^2 ,放入快速溶剂萃取池中,在已设定条件下萃取用乙腈(3.2.1)提取,萃取液放置至室温,浓缩至干,用 1 mL 乙腈(3.2.1)定容。过微孔滤膜(3.2.5)后,供上机测定。

3.5 高效液相色谱-串联质谱测定

3.5.1 高效液相色谱参考条件

3.5.1.1 色谱柱:Atlantis T3 C_{18} 或相当色谱柱 2.1 mm \times 150 mm,i. d., 5.0 μm ;

注:[Atlantis T3 C_{18}]是由美国 Waters 公司提供的产品,给出这一信息是为了方便本标准的使用者,并不表示对该产品的认可,如果其他等效产品具有相同的效果则可使用这些等效产品。

3.5.1.2 流动相:乙腈:10 mmol/L 乙酸铵溶液($V:V$)=80:20;

3.5.1.3 流速:0.2 mL/min;

3.5.1.4 柱温:室温;

3.5.1.5 进样量:10 μL 。

3.5.2 串联质谱仪条件参考条件

3.5.2.1 离子源:ESI,离子化方式 ES(-);

3.5.2.2 毛细管电压:3.0 kV;

3.5.2.3 锥孔电压:55.0 V;

3.5.2.4 萃取电压:3.0 V;

3.5.2.5 透镜电压:1.5 V;

3.5.2.6 离子源温度:120 $^{\circ}\text{C}$;

3.5.2.7 脱溶剂气温度:350 $^{\circ}\text{C}$;

3.5.2.8 扫描模式:多反应监测(MRM),母离子 m/z 499,定量离子 m/z 80,定性离子 m/z 90;

3.5.2.9 碰撞能量: m/z 499 $>$ 80 (45 eV), m/z 499 $>$ 99 (38 eV);

3.5.3 标准工作溶液的制备

准确吸取 2 mL 的标准溶液(3.2.7)于 100 mL 容量瓶中,用乙腈(3.2.1)定容,充分摇匀,得 0.2 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 的标准工作溶液。用乙腈(3.2.1)逐级稀释得到质量浓度为 0.1 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 、0.05 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 、0.02 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 、0.01 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 、0.005 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 、0.002 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 的标准工作溶液,按质量浓度由稀至浓顺序依次检测,以定量离子峰面积对质量浓度作图供高效液相色谱-串联质谱测定,做出标准工作曲线回归

前 言

本标准的附录 A 为资料性附录。

本标准由中国石油和化学工业协会提出。

本标准由全国化学标准化技术委员会归口。

本标准起草单位:国家质检总局进出口化学品安全研究中心、中国检验检疫科学研究院。

本标准主要起草人:陈会明、陈伟、陈冬东、李晓娟、于文莲、李淑娟、周新。

本标准系首次发布。