

SN

中华人民共和国出入境检验检疫行业标准

SN/T 2392—2009

进出口化工产品中全氟辛烷磺酸的测定 液相色谱-质谱/质谱法

Determination of perfluorooctane sulfonic acid (PFOS) in
chemical products for import and export—LC-MS/MS

2009-09-02 发布

2010-03-16 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

本标准的附录 A、附录 B 和附录 C 为资料性附录。

本标准由国家认证认可监督管理委员会提出并归口。

本标准负责起草单位：中华人民共和国吉林出入境检验检疫局。

本标准主要起草人：卢利军、周晓、张代辉、韩大川、李爱军、芦春梅、荣会。

本标准系首次发布的出入境检验检疫行业标准。

进出口化工产品中全氟辛烷磺酸的测定

液相色谱-质谱/质谱法

1 范围

本标准规定了进出口化工产品中全氟辛烷磺酸(PFOS)的液相色谱-质谱/质谱检测方法。
本标准适用于胶粘剂、润滑油、石蜡和溶剂性涂料中 PFOS 的测定和确证。

2 规范性引用文件

下列文件中的条款通过本标准的引用而成为本标准的条款。凡是注日期的引用文件,其随后所有的修改单(不包括勘误的内容)或修订版均不适用于本标准,然而,鼓励根据本标准达成协议的各方研究是否可使用这些文件的最新版本。凡是不注日期的引用文件,其最新版本适用于本标准。

GB/T 6682 分析实验室用水规格和试验方法

3 原理

石蜡样品采用快速溶剂提取仪经甲醇提取,液体样品、油状液体样品采用液液分配经甲醇提取,油状液体样品再经 C_{18} 固相萃取柱净化,样液经浓缩定容后,供液相色谱-质谱/质谱仪测定和确证,外标法定量。

4 试剂和材料

除另有规定外,所用试剂均为分析纯,水为 GB/T 6682 规定的一级水。

- 4.1 甲醇:色谱纯。
- 4.2 甲酸:色谱纯。
- 4.3 硅藻土:80目~120目。
- 4.4 PFOS 标准品(perfluorooctane sulfonic acid, $C_8H_{17}F_{17}O_3S$, 1,1,2,2,3,3,4,4,5,5,6,6,7,7,8,8,8-十七氟辛烷-1-磺酸, CAS No. 1763-23-1):纯度大于或等于 97%。
- 4.5 标准储备溶液:准确称取适量的 PFOS 标准品,用甲醇配制成 1.0 mg/mL 的标准储备液,在 $0\text{ }^{\circ}\text{C}\sim 4\text{ }^{\circ}\text{C}$ 冰箱中保存。
- 4.6 标准工作溶液:根据需要用甲醇稀释配制适当浓度的标准工作液,现用现配。
- 4.7 固相萃取柱:BOND ODS- C_{18} , 1.0 g, 6 mL,或相当者。
- 4.8 微孔滤膜:有机系, $0.20\text{ }\mu\text{m}$ 。

5 仪器与设备

- 5.1 液相色谱-串联四极杆质谱仪:配有电喷雾离子源(ESI)。
- 5.2 快速溶剂萃取仪。
- 5.3 振荡器。
- 5.4 超声波发生器。
- 5.5 分析天平:感量为 0.000 1 g, 0.01 g。
- 5.6 旋转蒸发器。
- 5.7 离心机:4 000 r/min。