

饮用水中 15 种全氟化合物的测定

摘要

本方案参考《EPA 533 DETERMINATION OF PER- AND POLYFLUOROALKYL SUBSTANCES IN DRINKING WATER BY ISOTOPE DILUTION ANION EXCHANGE SOLID PHASE EXTRACTION AND LIQUID CHROMATOGRAPHY/TANDEM MASS SPECTROMETRY》，使用莱伯泰科 SPE1000 全自动固相萃取系统、M64 高通量平行浓缩仪和 4500 液相色谱质谱联用仪，建立了一种生活饮用水中全氟化合物的分析方法。

关键词:

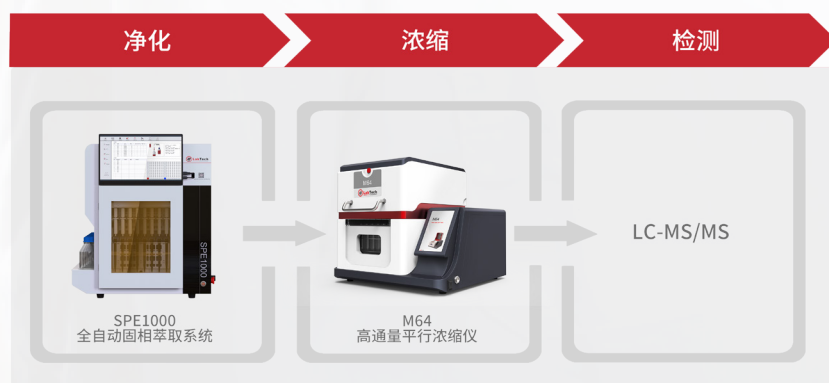
饮用水；全氟烷基磺酸和全氟烷基羧酸；全自动固相萃取系统；高通量平行浓缩仪；EPA 533

1. 仪器设备

SPE 1000 全自动固相萃取系统，莱伯泰科

M64 高通量平行浓缩仪，莱伯泰科

4500 液相色谱 - 串联质谱仪，SCIEX



2. 实验过程

2.1 固相萃取

准确移取 100mL 水样，取弱阴离子交换柱小柱按照表 1 的方法进行净化，收集净化液在 50°C、1psi 条件下浓缩至近干，加入 20uL 内标工作液（100ng/mL）后用甲醇定容待测。

表 1 雌激素的 GPC 净化方法

序号	流程	溶剂名称	体积 /mL	流速 (mL/min)	干燥时间 /s
1	活化	氨水甲醇	5	3	0
2	活化	甲醇	5	3	0
3	活化	水	5	3	0
4	上样	/	100	5	0
5	淋洗	磷酸缓冲液	5	2	0
6	清洗样品瓶	甲醇	3	2	0
7	清洗样品瓶	甲醇	3	2	10
8	洗脱	氨水甲醇	6	2	90

2.2 加标样品制备

准确移取 100mL 水样，加入 20 μ L 全氟化合物标准工作液 (200ng/mL) 然后按照 2.1 的步骤进行加标样品的萃取净化，得到加标样品试样，样品的加标浓度为 40ng/L。

2.3 质谱条件

色谱柱：Shim-pack Velox C18 (2.7 μ m, 2.1*100mm) ；

离子源：电喷雾离子源 (ESI) ；

扫描极性：负离子扫描；

扫描方式：多反应监测 (MRM) 。

3. 实验结果

3.1 色谱图

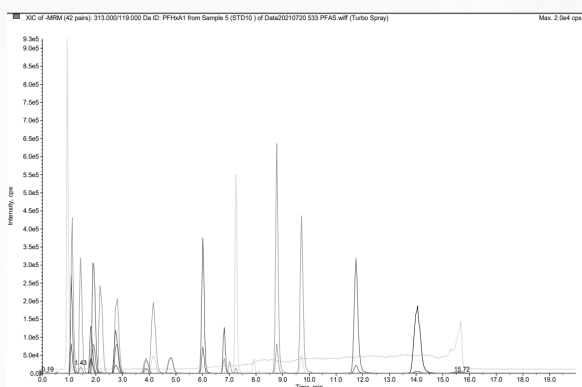


图 1 10ng/mL 标准品总离子流图

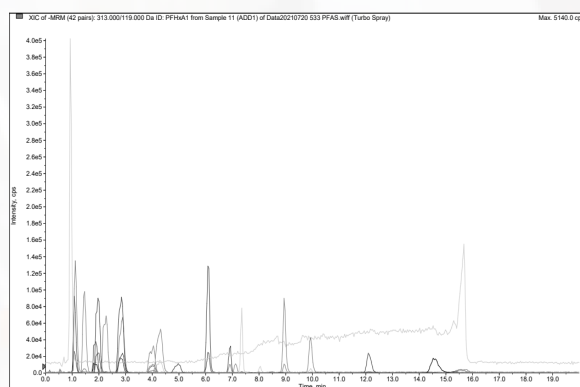


图 2 加标样品总离子流图

3.2 精密度、准确度

本实验中 15 种全氟化合物的标准曲线线性相关系数 r 均大于 0.995，加标回收率为 75.8%~99.2%，RSD 为 2.0%~9.3%，满足标准要求。

4. 结果

本文参考《EPA 533 同位素稀释阴离子交换固相萃取 - 液相色谱 / 串联质谱法测定饮用水中的全氟化合物》提供的方法，使用 SPE 1000 全自动固相萃取系统和 M64 高通量平行浓缩仪，对饮用水中的全氟化合物进行萃取和浓缩，并用液相色谱分离，电喷雾离子源（ESI）电离，多反应监测模式（MRM）检测。方法中测试的全氟化合物的标准曲线线性相关系数 r 大于 0.995，加标回收率为 75.8%~99.2%，RSD 为 2.0%~9.3%，满足标准要求。

5. 方案特点

实验过程中采用的 SPE 1000 全自动固相萃取系统，带有喷淋模块，有效提高目标物回收率，而且 SPE 1000 的样品收集架与 M64 高通量平行浓缩仪可以兼容使用，使样品转移操作更加快速便捷，经超高效液相色谱 - 串联质谱检测，实验结果完全满足标准要求，空白测定未检出全氟化合物，无前处理过程系统污染和交叉污染。因此，这两款仪器非常适用于生活饮用水中全氟化合物的检测。

参考文献：1、EPA 533 DETERMINATION OF PER- AND POLYFLUOROALKYL SUBSTANCES IN DRINKING WATER BY ISOTOPE DILUTION ANION EXCHANGE SOLID PHASE EXTRACTION AND LIQUID CHROMATOGRAPHY/TANDEM MASS SPECTROMETRY

售后服务热线

400-070-8778

北京莱伯泰科仪器股份有限公司
地址:北京顺义天竺空港工业区B区安庆大街6号
邮编: 101312
电话: 010-80486450, 1, 2, 3, 4
传真: 010-80486354
www.labtechgroup.com



莱伯泰科公众号