

CH

固相萃取-液相质谱法检测水样中全氟化合物的含量及应用介绍

1. 概述

全氟化合物作为一种表面活性剂和保护剂，广泛应用于工业生产和日常用品中。同时，全氟化合物是一种具有高毒性、生物累积性和远距离迁移性等的持久性有机污染物。生活污水中的全氟化合物通过污水处理厂排放到环境中，再通过水、土壤、空气等介质进入环境及生物体。因此对生活饮用水中多种全氟化合物的检测，对于保障生活饮用水安全是十分必要的。

本方案在全氟化合物测试时，采用固相萃取法进行前处理，LC-MS/MS 法进行检测。具有操作简单、溶剂消耗少、良好的回收率及减少分析时间等优点。

耗材：Flash HLB 12g

2. 样品前处理方法

(1) 活化：先用 10mL 0.1% 氨水甲醇活化，再用 10mL 甲醇活化，最后用 10mL 纯水活化；

(2) 上样：将水样过柱，控制流速 $\leq 80\text{ml/min}$ 。

(3) 淋洗：加入 10ml 25mmol/L 醋酸铵水溶液 (PH=4.0)，自然滴下，抽干 2min。

(4) 洗脱：加入 10mL 甲醇，自然滴下，然后加入 10ml 0.1% 氨水甲醇，自然滴下。合并收集两次洗脱液。

(5) 氮吹复溶：将收集的洗脱液在 35°C 下氮吹至近干，然后用甲醇复溶至 1ml，涡旋 2min，转移至样品瓶中，上机 LC-MS 检测。

3. 仪器条件

3.1 HPLC 条件

HPLC 色谱柱: C18, 2.1*50mm, 3 μ m

柱温: 30°C

进样体积: 10 μ l

流动相条件: A-5mM 甲酸铵水溶液 B-甲醇

梯度见表 1:

表 1: 梯度条件

Time	Flow (ml/min)	A%	B%
0	0.5	50	50
0.50	0.5	50	50
5.0	0.5	5	95
6.0	0.5	5	95
6.10	0.5	50	50
8.0	0.5	50	50

3.2 MS 条件

电离模式: 电喷雾电离正模式; 检测方式: MRM; 参数见表 2:

表 2: 化合物参数

名称	Q1	Q3
PFOA	413	368.9
PFOS	498.9	79.9
PFDA	512.9	469.0
PFNA	462.9	419
PFHpA	363	319

4.结果分析:

测定了自来水样品中的加标回收率, 按照: 2. 样品前处理方法 进行样品处理, 所得结果如下表 3。

表 3: 自来水加标回收率测试结果

物质名称	加标浓度	平均回收率 (%)	RSD (%)
	ng/ml	(n=5)	(n=5)
PFOA	8	74.9	9.5
	20	79.8	4.6
PFOS	8	80.7	8.8
	20	92.6	4.3
PFDA	8	89.7	8.5
	20	97.1	3.3
PFNA	8	72.8	9.8
	20	89.5	5.5
PFHpA	8	94.4	4.3
	20	114.8	3.0

PFOA、PFOS、PFDA、PFNA 和 PFHpA 的回收率分别为: 74.9%~79.8%, 80.7%~92.6%, 89.7%~97.1%, 72.8%~89.5%和 94.4%~114.8%。同时样品过柱流速为 50ml/min 时, 全氟化合物回收率范围是 79.8~114.8%; 流速为 80ml/min 时, 回收率范围是 72.8%~94.4%。该方法结果稳定, 重复性良好。