



中华人民共和国国家标准

GB 5009.253—2016

食品安全国家标准

动物源性食品中全氟辛烷磺酸(PFOS)和 全氟辛酸(PFOA)的测定

2016-08-31 发布

2017-03-01 实施

中华人民共和国
国家卫生和计划生育委员会 发布

食品安全国家标准

动物源性食品中全氟辛烷磺酸(PFOS)和 全氟辛酸(PFOA)的测定

1 范围

本标准规定了动物源性食品中全氟辛烷磺酸(PFOS)和全氟辛酸(PFOA)含量的同位素稀释液相色谱-串联质谱测定方法。

本标准适用于动物源性食品中 PFOS 和 PFOA 含量的测定。

2 原理

试样中 PFOS 和 PFOA 经乙腈提取,通过分散固相萃取净化,用液相色谱-串联质谱仪测定,采用内标法定量。

3 试剂和材料

除非另有说明,所用试剂均为分析纯,水为 GB/T 6682 规定的一级水。

3.1 甲醇(CH_3OH):色谱纯。

3.2 乙腈(CH_3CN):色谱纯。

3.3 盐酸(HCl)。

3.4 氯化钠(NaCl)。

3.5 乙酸铵($\text{CH}_3\text{COONH}_4$):色谱纯。

3.6 N-丙基乙二胺固相吸附剂(PSA):40 μm ~60 μm ,ProElut 填料,或相当者。

3.7 C_{18} 吸附剂:40 μm ~60 μm ,ProElut 填料,或相当者。

3.8 石墨化碳黑吸附剂(GCB):40 μm ~60 μm ,ProElut 填料,或相当者。

3.9 乙酸铵溶液(5 mmol/L):准确称 0.385 5 g(精确至 0.000 1 g)乙酸铵,用水溶解定容至 1 000 mL。

3.10 全氟辛烷磺酸(PFOS)和全氟辛酸(PFOA)标准品溶液:准确称取 PFOA[纯度 $\geq 98\%$,CAS:335-67-1, $\text{CF}_3(\text{CF}_2)_6\text{COOH}$]和 PFOS(纯度 $\geq 99\%$,CAS:1763-23-1, $\text{C}_8\text{HF}_{17}\text{O}_3\text{S}$)各 10.00 mg(精确至 0.000 1 g),用甲醇稀释至 100 mL,配置成浓度均为 100 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 的 PFOA 和 PFOS 标准溶液。-4 $^{\circ}\text{C}$ 环境下保存,有效期为 6 个月。

3.11 PFOA 标准储备溶液:吸取 PFOA 标准品溶液,用甲醇稀释,配制成浓度为 100.0 $\mu\text{g}/\text{L}$ 的 PFOA 标准储备溶液;PFOS 标准储备溶液:吸取 PFOS 标准溶液,用甲醇稀释,配制成浓度为 100.0 $\mu\text{g}/\text{L}$ 的 PFOS 标准储备溶液。均在 -4 $^{\circ}\text{C}$ 环境下保存,有效期为 4 个月。

注:全氟辛烷磺酸(PFOS)在溶液中以全氟辛烷磺酸离子状态存在,样品溶液以及标准溶液以全氟辛烷磺酸定量。

3.12 混合系列标准工作溶液:吸取标准储备溶液,用甲醇稀释,配制成 PFOA 浓度依次为 0.05 $\mu\text{g}/\text{L}$ 、0.1 $\mu\text{g}/\text{L}$ 、0.5 $\mu\text{g}/\text{L}$ 、1.0 $\mu\text{g}/\text{L}$ 、2.0 $\mu\text{g}/\text{L}$ 、10.0 $\mu\text{g}/\text{L}$,PFOS 浓度依次为 0.1 $\mu\text{g}/\text{L}$ 、0.2 $\mu\text{g}/\text{L}$ 、1.0 $\mu\text{g}/\text{L}$ 、10.0 $\mu\text{g}/\text{L}$ 、20.0 $\mu\text{g}/\text{L}$ 、40.0 $\mu\text{g}/\text{L}$ 的混合系列标准工作溶液。-4 $^{\circ}\text{C}$ 环境下保存,有效期为 2 个月。

3.13 $^{13}\text{C}_4$ -PFOA 标准品溶液:通过甲醇稀释配制,稀释至浓度为 50.0 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 的标准品溶液;