

关于全氟辛酸方法研制中空白残留问题

一、 依据标准：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》

前处理流程：提取：称取试样 5g(准确至 0.01g)(样品使用前解冻均质),置于 50mL 聚丙烯离心管中,加入内标混合使用溶液 II400 μ L,加水 5mL,漩涡混合 1min,加入 10mL 乙腈(3.2)和 30 μ L 盐酸(3.3),震荡 10min。加入 2g 氯化钠(3.4),再次振摇 10min,以 5000r/min 离心 10min。移取上层乙腈溶液于另一试管中,在 45° C 水浴中氮气吹至约 4mL,待净化。

净化：将上述溶液转移至装有 100mgPSA(3.6)、40mgC18(3.7)和 20mgGCB(3.8)的 15mL 聚丙烯离心管中,振摇 10min,以 5000r/min 离心 10min,移取上清溶液于另一试管中,在 45° C 水浴中氮气吹至干,用 1mL 甲醇(3.1)溶解,吸入 1mL 注射器,经 0.22 μ m 有机滤膜过滤后,待测。

二、空白来源分析：

为研究实验前处理引入全氟辛酸，试验设计如下：

1）模拟浸泡实验，实验将全氟辛酸前处理所涉及的 50mL 聚四氟乙烯离心管，15mL 聚四氟乙烯离心管，一次性滴管，0.22 μ m 有机滤膜，实验用乙腈，实验用水等采用乙腈超声浸泡过夜的方式，探索游离空白实验。

实验结果表明：耗材中浸泡液中未检出全氟辛酸化合物空白残留，证实全氟辛酸的空白引入与这些耗材无关。

2）QuChERS 耗材引入实验：实验依据标准进行操作，实验选用三种来源的耗材，耗材一和耗材二为聚丙烯离心管材质，耗材三为玻璃材质（品牌为华谱）；为验证试验的精

确性，实验加入空白实验，不加任何 QuchERS 耗材进行平行处理。得到以下实验图谱。
如图 1-4 所示。

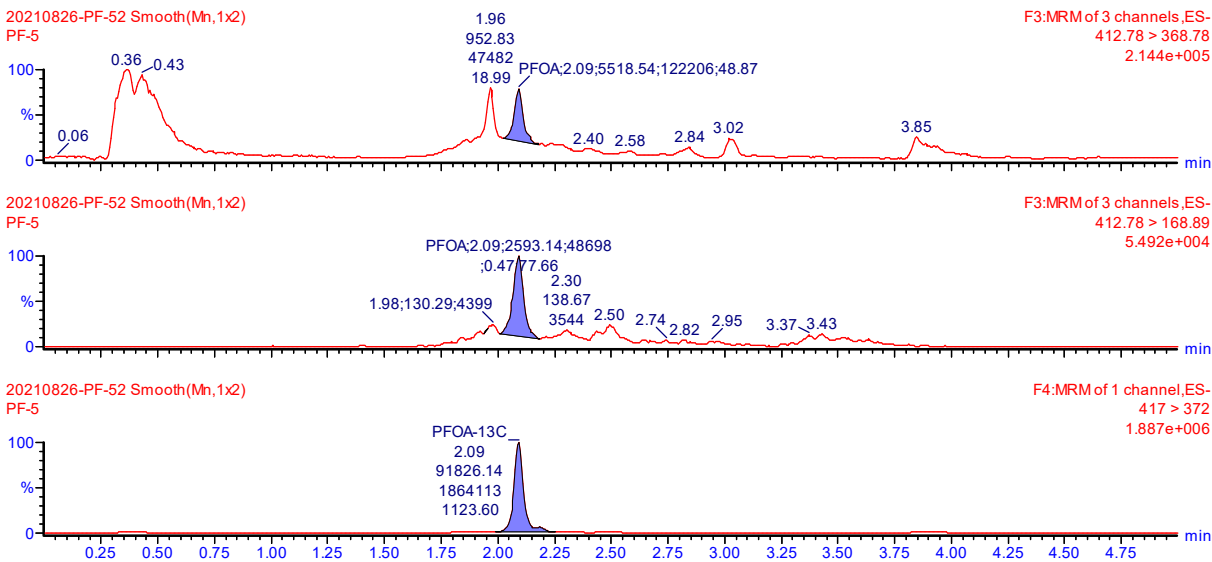


图 1：耗材一（聚丙烯离心管）

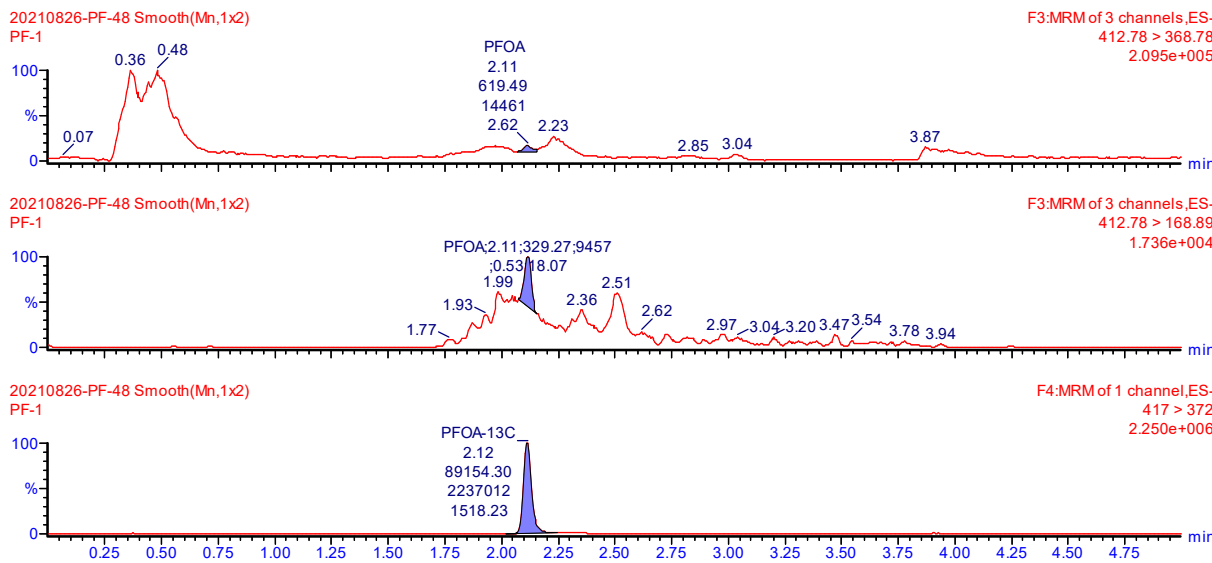


图 2：耗材二（聚丙烯离心管）

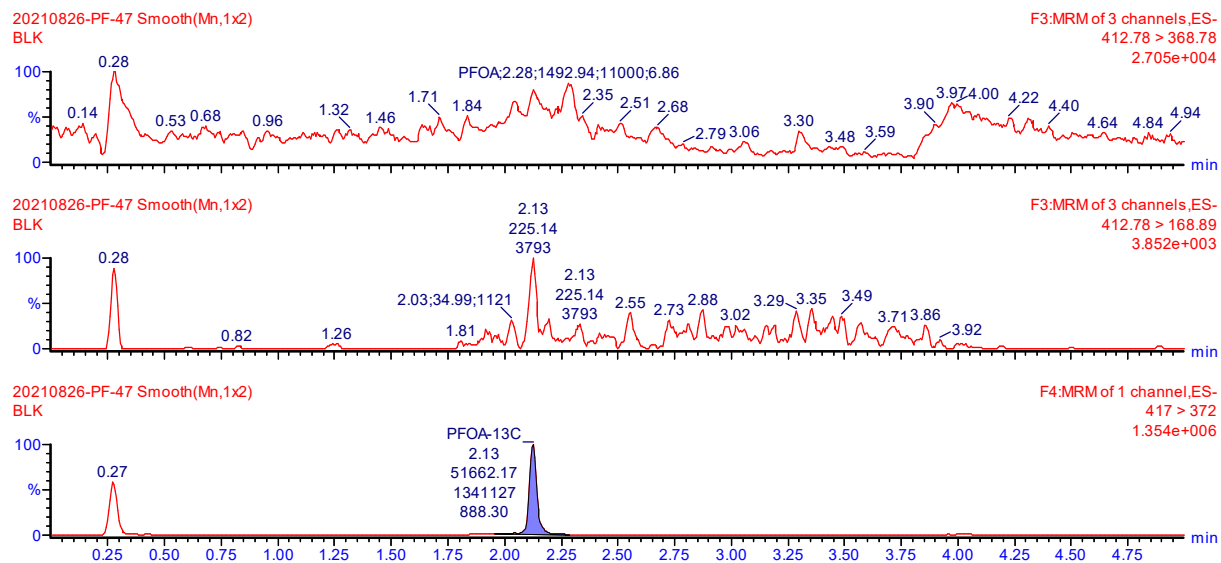


图 3: 玻璃材质 QuchERS 耗材（品牌为华谱）

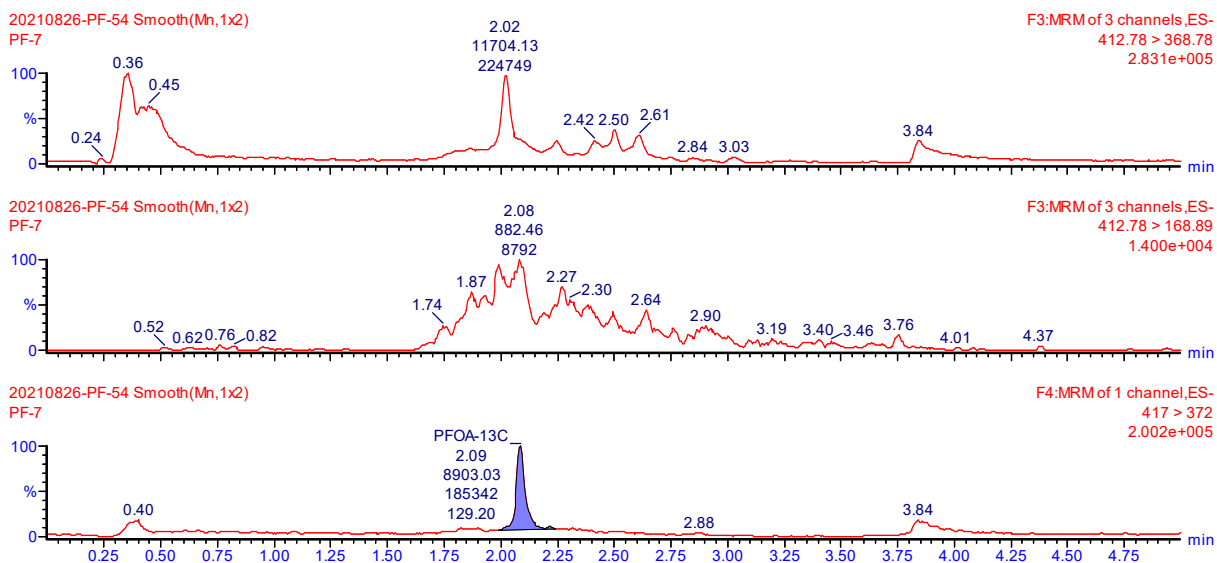


图 4: 过程空白，不加 QuchERS 耗材

QuchERS 耗材引入实验结果表明：聚丙烯离心管装置中两种耗材存在全氟辛酸，依据来源不同，耗材的本底值存在误差；本实验选用的耗材的本底值分别为 $0.004 \mu\text{g/kg}$ 和 $0.01 \mu\text{g/kg}$ 。

玻璃材质的 QuchERS 耗材（品牌为华谱）表现出低全氟辛酸残留的特点，与过程空白相比，其峰形类似，未检出全氟辛酸残留，检出结果低于方法的检出限。

本实验得到以下结论：在前处理其他耗材无全氟辛酸残留的基础上，控制全氟辛酸空白的问题优先选用玻璃材质的 QuchERS 耗材（品牌为立玖）。