

### 特点描述

- ◆ 可根据 EPA 方法 1621 草案, 使用燃烧装置和 IC 的组合进行 AOF 分析。
- ◆ AOF 分析是筛选 PFAS 的一种简单而有用的技术。
- ◆ CIC 系统实现了从样品燃烧到离子色谱分析的整个过程的自动化。

### ■ 引言

美国环境保护署 (USEPA) 公布了方法 1621 草案, 这是一种通过燃烧离子色谱法 (CIC) 测定水基质中 AOF 的筛选方法。该方法检测溶解在水中的有机氟化合物, 将样品通过颗粒活性炭 (GAC) 柱进行吸附。有机氟化合物的常见来源是 PFAS 和非 PFAS 含氟化合物, 如杀虫剂和药物。

在 CIC 系统中, 样品吸附在活性炭上, AOF 化合物通过燃烧分解。产生的含氟燃烧气体被收集在吸收溶液中, 通过离子色谱进行分析。这种技术的一个优点是与其他分析方法比较, 它提供了 PFAS 总量的信息。

在这篇文章中, 我们介绍了使用 CI 对 AOF 进行了分析。对 EPA 方法 1621 草案中规定的加标化合物全氟己烷磺酸 (PFHxS) 进行了评估, 以确定初始精密度和回收率 (IPR), 并对河水样品进行了分析。

### ■ 实验

岛津 HIC-ESP 离子色谱仪配备 Nittoseiko Analytech Co., Ltd. 的 AQF-2100H 燃烧装置 (图 1)。样品制备和分析过程总结如下。

1. 样品通过 TXA-04 吸收装置。(Nittoseiko Analytech Co., Ltd.)
2. GAC 被转移到陶瓷容器中并燃烧
3. 燃烧产物被吸收溶液捕获
4. 吸收液用离子色谱测定

方法 1621 草案规定, 实验室用水应完全作为样品处理, 包括暴露于所有玻璃器皿、设备、溶剂和试剂, 并应作为方法空白样品进行分析。此外, 必须在每批开始和结束时分析至少两份方法空白样品, 以确保没有污染。

表 1 显示了燃烧和色谱的分析条件。

表 1 AQF-2100H 和 HIC-ESP 的分析条件

|          |   |
|----------|---|
| 系统       | : AQF-2100H   |
| 样品容器     | : 陶瓷  |
| 热解管      | : 陶瓷内管 + 石英外管   |
| 裂解炉入口温度  | : 1000°C  |
| 裂解炉出口温度  | : 1100°C  |
| 氧气流速     | : 400 mL/min  |
| 氩气流速     | : 200 mL/min  |
| 加湿氩气流速   | : 100 mL/min  |
| 吸收溶液     | : 试剂水   |
| 最终吸收溶液体积 | : 10.3 mL   |
| 系统       | : HIC-ESP   |
| 色谱柱      | : Shim-pack™ IC-SA2 <sup>†1</sup><br>(4.0 mm×250 mm I.D., 9 μm)               |
| 流动相      | : 1.8 mmol/L Na <sub>2</sub> CO <sub>3</sub><br>1.7 mmol/L NaHCO <sub>3</sub> |
| 流速       | : 1.0 mL/min  |
| 柱温       | : 30°C  |
| 进样量      | : 50 μL   |
| 抑制装置     | : ICDS™-40A   |
| 检测       | : 电导率   |

\*1 P/N: 228-38983-91



图 1 燃烧离子色谱仪  
Nittoseiko Analytech Co., Ltd. AQF-2100H 燃烧装置 (右) 和岛津 HIC-ESP 离子色谱仪 (左)

## ■ 校准

使用浓度范围为 0.01 mg/L 至 0.5 mg/L 的五种阴离子混合标准溶液制备五点校准曲线，所有成分的相关系数均为 0.999 或更高。图 2 为混合阴离子标准溶液的色谱图。

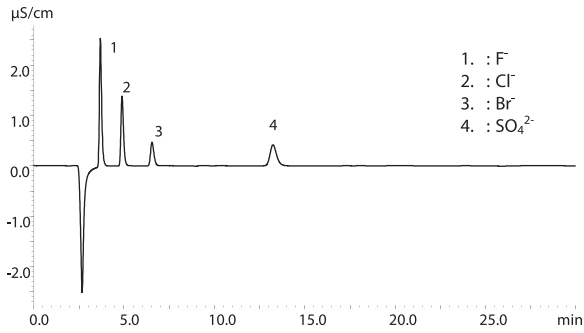


图 2 0.5 mg/L 混合阴离子标准溶液的色谱图

## ■ 河水的分析

提取了 100mL 河水样品，并对其进行了分析测定。结果见表 4。从河水样品中减去两份方法空白样品浓度的平均值 (1.4 µg/L)。图 4 和图 5 为检测到痕量阴离子 (包括氟化物) 的河水样品的色谱图。

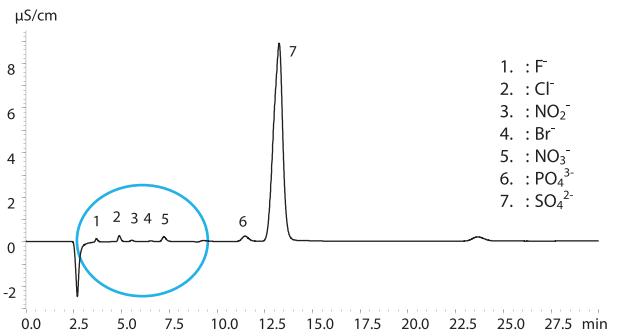


图 4 河水样品的色谱图示例

## ■ 初始精密度和回收率 (IPR)

向 6 份 100 mL 提取水溶液中加入 19.5 µg/L 的 PFHxSNa 溶液 (作为氟离子加标)，并制备 2 份方法空白溶液，使用 CIC 对上述样品进行分析。从六份加标样品中减去两份方法空白样品浓度的平均浓度 (1.6 µg/L) 来计算 IPR。通过计算平均回收率和浓度的相对标准偏差 (RSD) 评估 IPR。图 3 显示了 PFHxS 标准溶液的色谱图，表 3 提供了 IPR 的结果以及 EPA 方法 1621 草案的可接受标准。

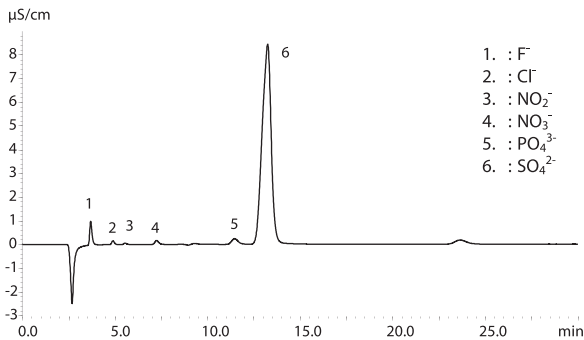


图 3 PFHxS 标准溶液的色谱图

表 3 IPR 结果和可接受标准

|               | 结果   | 标准     |
|---------------|------|--------|
| 平均回收率 (%)     | 93.0 | 70-130 |
| RSD           | 8.30 | < 20   |
| 方法空白样品 (µg/L) | 1.6  | < 3.0  |

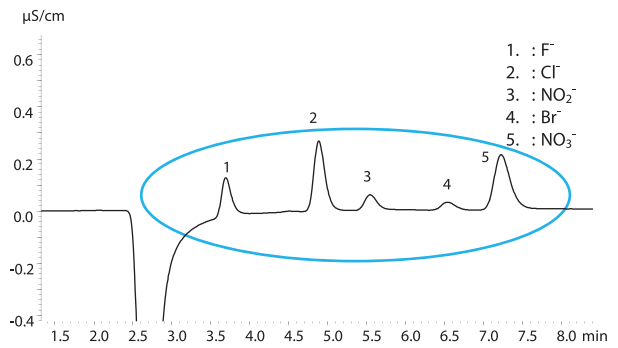


图 5 放大的图 4 色谱图示例

表 4 河水样品结果

|      | 结果 (µg/L) |
|------|-----------|
| 河水样品 | 1.6       |

## ■ 结论

本应用报告展示了使用配备 Nittoseiko Analytech Co., Ltd. AQF-2100H 燃烧装置的岛津 HIC-ESP 离子色谱仪分析 AOF。如 EPA 方法 1621 草案中所述，使用 PFHxS 在 IPR 试验中获得了优异的回收率和精密度。对河水样品的分析表明，可实现 ppb 水平的检测。

< 参考文献 >

- EPA 1621 Screening Method for the Determination of AOF in Aqueous Matrices by CIC

Shim-pack 和 ICDS 是岛津制作所或其附属公司在日本和其他国家的商标。



岛津企业管理 (中国) 有限公司  
岛津 (香港) 有限公司

<http://www.shimadzu.com.cn>

用户服务热线电话: 800-810-0439  
400-650-0439

免责声明:

\* 本资料未经许可不得擅自修改、转载、销售;  
\* 本资料中的所有信息仅供参考, 不予任何保证。  
如有变动, 恕不另行通知。

岛津应用云



第一版发行日: 2024 年 2 月