

水质 17种全氟化化合物的测定 高效液相色谱串联质谱法

Water quality – Determination of 17 Perfluoroalkyl Acids – High performance liquid chromatography-tandem mass spectrometry

2021-03-04 发布

2021-04-04 实施

目 次

前言	II
1 范围	1
2 规范性引用文件	1
3 术语和定义	1
4 干扰消除	1
5 试剂和材料	2
6 仪器和设备	4
7 样品制备	4
8 分析步骤	5
9 结果计算与表示	6
10 检出限和定量限	7
11 准确度和精密度	7
12 质量保证和质量控制	7
13 废物处理	8
附录 A（资料性）参考质谱条件	9
附录 B（资料性）目标化合物色谱参考保留时间	12
附录 C（资料性）精密度和准确度验证	14
附录 D（规范性）方法检出限和定量限	15

前 言

本文件按照GB/T 1.1—2020《标准化工作导则 第1部分：标准化文件的结构和起草规则》的规定起草。

本文件由江苏省生态环境厅提出并归口。

本文件起草单位：生态环境部南京环境科学研究所。

本文件主要起草人：孔德洋、张悦清、张爱国、李菊颖、何健、张孝飞、余佳、倪妮、许静、孔祥吉、吴文铸、豆叶枝、曹莉。

水质 17 种全氟化合物的测定 高效液相色谱串联质谱法

1 范围

本文件规定了地表水中17种全氟化合物测定的干扰消除、试剂和材料、仪器和设备、样品制备、分析步骤、结果结算与表示、检出限和定量限、精密度和准确度、质量保证与质量控制、废物处理。

本文件适用于地表水中17种全氟化合物的测定。

2 规范性引用文件

下列文件对于本文件的应用是必不可少的。凡是注日期的引用文件，仅注日期的版本适用于本文件。凡是不注日期的引用文件，其最新版本（包括所有的修改单）适用于本文件。

GB/T 6682 分析实验室用水规格和试验方法

HJ 494 水质 采样技术指导

HJ/T 91 地表水和污水监测技术规范

3 术语和定义

下列术语和定义适用于本文件。

3.1

17 种全氟化合物 17 Perfluoroalkyl Acids (PFAAs)

全氟丁酸 (PFBA)、全氟戊酸 (PFPeA)、全氟己酸 (PFHxA)、全氟庚酸 (PFHpA)、全氟辛酸 (PFOA)、全氟壬酸 (PFNA)、全氟癸酸 (PFDA)、全氟十一酸 (PFUnDA)、全氟十二酸 (PFDoDA)、全氟十三酸 (PFTrDA)、全氟十四酸 (PFTeDA)、全氟十六酸 (PFHxDA)、全氟十八酸 (PFODA)、全氟丁烷磺酸 (PFBS)、全氟己烷磺酸 (PFHxS)、全氟辛烷磺酸 (PFOS)、全氟癸烷磺酸 (PFDS) 共 17 种物质，参见表 1。

4 干扰消除

聚四氟乙烯等含氟塑料可能含有目标化合物，造成干扰。在样品保存和制备过程中，样品瓶、瓶盖、量杯、离心管、滴管等器具应使用聚丙烯塑料材质，不应使用含氟塑料或玻璃材质。液相色谱溶剂管路和固相萃取装置管路可能引入目标化合物，可使用聚丙烯材质或者不锈钢材质管路以消除干扰，也可在仪器中使用捕集柱以避免干扰。

5 试剂和材料

5.1 标准溶液

a) 全氟化合物标准贮备液: $\rho=2000 \mu\text{g/L}$

可直接购买有证标准溶液,或用标准物质和甲醇配制。贮备液使用棕色样品瓶密封保存,4°C存放或参照制造商产品说明。使用时应恢复至室温,并摇匀。

b) 全氟化合物标准使用液: $\rho=200 \mu\text{g/L}$

将全氟化合物标准贮备液(5.1a)按需要用甲醇稀释。标准使用液于4°C避光保存。使用时应恢复至室温,并摇匀。存放期限30天。

c) 内标贮备液: $\rho=2000 \mu\text{g/L}$

内标为同位素标记物 $^{13}\text{C}_4$ PFBA、 $^{13}\text{C}_4$ PFHxA、 $^{13}\text{C}_4$ PFOA、 $^{13}\text{C}_4$ PFNA、 $^{13}\text{C}_4$ PFDA、 $^{13}\text{C}_4$ PFUnDA、 $^{13}\text{C}_2$ PFDODA、 $^{18}\text{O}_2$ PFHxS、 $^{13}\text{C}_4$ PFOS,可直接购买有证标准溶液,或用标准物质和甲醇配制。贮备液使用棕色样品瓶密封保存,4°C存放或参照制造商产品说明。使用时应恢复至室温,并摇匀。

d) 内标使用液: $\rho=200 \mu\text{g/L}$

将内标贮备液(5.1c)按需要用甲醇稀释。内标使用液于4°C避光保存。使用时应恢复至室温,并摇匀。存放期限30天。

表 1 17 种全氟化合物名称和定量内标

名称	英文名称	CAS号	英文缩写	内标
全氟丁酸	Perfluorobutanoic acid	375-22-4	PFBA	$^{13}\text{C}_4$ PFBA
全氟戊酸	Perfluoropentanoic acid	2706-90-3	PFPeA	$^{13}\text{C}_4$ PFBA
全氟己酸	Perfluorohexanoic acid	307-24-4	PFHxA	$^{13}\text{C}_4$ PFHxA
全氟庚酸	Perfluoroheptanoic acid	375-85-9	PFHpA	$^{13}\text{C}_4$ PFHxA
全氟辛酸	Perfluorooctanoic acid	335-67-1	PFOA	$^{13}\text{C}_4$ PFOA
全氟壬酸	Perfluorononanoic acid	375-95-1	PFNA	$^{13}\text{C}_4$ PFNA
全氟癸酸	Perfluorodecanoic acid	335-76-2	PFDA	$^{13}\text{C}_4$ PFDA
全氟十一酸	Perfluoroundecanoic acid	2058-94-8	PFUnDA	$^{13}\text{C}_4$ PFUnDA
全氟十二酸	Perfluorododecanoic acid	307-55-1	PFDODA	$^{13}\text{C}_2$ PFDODA
全氟十三酸	Perfluorotridecanoic acid	72629-94-8	PFTTrDA	$^{13}\text{C}_2$ PFDODA
全氟十四酸	Perfluorotetradecanoic acid	376-06-7	PFTeDA	$^{13}\text{C}_2$ PFDODA
全氟十六酸	Perfluorohexadecanoic acid	67905-19-5	PFHxDA	$^{13}\text{C}_2$ PFDODA
全氟十八酸	Perfluorooctadecanoic acid	16517-11-6	PFODA	$^{13}\text{C}_2$ PFDODA
全氟丁烷磺酸	Perfluorobutane sulfonate	375-73-5	PFBS	$^{18}\text{O}_2$ PFHxS
全氟己烷磺酸	Perfluorohexane sulfonate	355-46-4	PFHxS	$^{18}\text{O}_2$ PFHxS
全氟辛烷磺酸	Perfluorooctane sulfonate	1763-23-1	PFOS	$^{13}\text{C}_4$ PFOS
全氟癸烷磺酸	Perfluorodecane sulfonate	335-77-3	PFDS	$^{13}\text{C}_4$ PFOS

5.2 试剂

- a) 乙腈 (CH₃CN)：色谱纯。
- b) 甲醇 (CH₃OH)：色谱纯。
- c) 乙酸铵 (CH₃COONH₄)：色谱纯。
- d) 甲酸 (HCOOH)：色谱纯。
- e) 氨水：w=25%，优级纯。
- f) 氨水/甲醇溶液：ψ=0.1%。
量取 4 mL 氨水 (5.2e) 加入 1000 mL 甲醇，混匀。
- g) 乙酸铵水溶液：c=25 mmol/L。
称取 1.93 g 乙酸铵 (5.2c)，用纯水 (5.2i) 溶解，定容至 1 L。
- h) 乙酸铵水溶液：c=2 mmol/L。
称取 0.15 g 乙酸铵 (5.2c)，用纯水 (5.2i) 溶解，定容至 1 L。
- i) 纯水：GB/T 6682 中规定的一级水。
- j) 氮气：纯度≥99.99%。

6 仪器和设备

6.1 仪器

高效液相色谱串联三重四极杆质谱仪：配有电喷雾离子源 (ESI)，具备梯度洗脱和多反应监测功能。

6.2 设备

- a) 色谱柱：填料粒径为 1.8 μm、柱长 100 mm、内径 2.1 mm 的 C18 反相色谱柱或其它性能相近的色谱柱。
- b) 固相萃取装置：配有真空系统、缓冲瓶。
- c) 真空冷冻干燥机：真空度 < 5 Pa，冷阱温度 < -50°C。
- d) 氮气吹干仪。
- e) 固相萃取柱：6 mL，150 mg，30 μm 混合型弱阴离子交换反相吸附固相萃取柱，N-乙烯基吡咯烷酮-二乙烯苯共聚物基质-CH₂-哌嗪环填料 (或其它等效填料)，聚丙烯外壳。
- f) 针式过滤器：0.22 μm 孔径尼龙滤膜 (有机系滤膜)，聚丙烯外壳。
- g) 聚丙烯离心管：15 mL。
- h) 一般实验室常用仪器和设备。

7 样品制备

7.1 样品采集和保存

按照 HJ/T 91 和 HJ 494 中相关要求，对地表水样品进行采集、运输和保存。地表水样品采集时使用 1 L 聚丙烯塑料广口瓶密封保存。样品采集时，记录样品编号、来源和采集时状况等信息。样品应尽快运回实验室，4°C 保存，28 天内完成样品分析工作。

7.2 试样的制备

0.2~0.5 L样品中加入50 μL 内标使用液（5.1d）。将固相萃取柱安装在固相萃取装置上，依次加入4 mL 0.1%的氨水/甲醇溶液（5.2f）、4 mL甲醇（5.2b）和4 mL纯水（5.2i），在添加溶剂过程中始终保持柱头湿润。固相萃取柱上部开头连接通用转接头，通过管路在负压下吸收样品，流速控制在约1滴/秒。用4 mL 25 mmol/L乙酸铵水溶液（5.2g）淋洗固相萃取柱。此时17种全氟化合物被固定在固相萃取柱上，此前的样品和淋洗液都弃置。将固相萃取柱用真空冷冻干燥机低温干燥后（也可使用氮气吹干仪、抽真空等其它有效办法），依次用4 mL甲醇（5.2b）和4 mL的氨水/甲醇溶液（5.2f）淋洗，用15 mL聚丙烯离心管收集淋洗液。将收集到的淋洗液在氮气吹干仪上用氮气浓缩，用甲醇（5.2b）定容至1 mL，通过0.22 μm 滤膜后装于1.5 mL棕色进样瓶，4 $^{\circ}\text{C}$ 保存，待测。

7.3 空白试样的制备

用纯水（5.2i）代替样品，按照与试样的制备（7.2）相同步骤进行实验室空白试样的制备。

8 分析步骤

8.1 仪器参考条件

8.1.1 液相色谱参考条件

- a) 流动相 A: 2 mmol/L 乙酸铵水溶液（5.2h）。
- b) 流动相 B: 乙腈（5.2a）。
- c) 梯度洗脱程序参见表 2。
- d) 运行时间: 20 min。
- e) 流速: 0.3 mL/min。
- f) 柱温: 40 $^{\circ}\text{C}$ 。
- g) 进样量: 2 μL （根据不同仪器性能，可在 2~5 μL 范围内调节）

表 2 液相色谱流动相梯度洗脱程序

时间 (min)	流动相 A (%)	流动相 B (%)
0.00	80	20
14.00	10	90
16.00	10	90
16.01	80	20
20.00	80	20

注: 0~14 min 为梯度洗脱过程, 14~16 min 为等度洗脱过程, 16~20 min 为色谱柱重新平衡过程。

8.1.2 质谱参考条件

离子源: 电喷雾离子源 (ESI), 负离子模式。
监测方式: 多反应监测 (MRM)。

由于测试结果受到所用仪器影响，不能给出质谱仪普遍参数。附录 A 提供若干型号质谱参数，以供参考。

8.1.3 仪器调谐

按照仪器使用说明书在规定时间和频次内对液相色谱串联质谱仪进行仪器质量数和灵敏度校正，以确保仪器处于最佳测试状态。

在仪器使用过程中，如发现仪器质量数出现明显偏差或灵敏度大幅下降时，应立即对仪器重新进行质量数和灵敏度校正。

8.2 校准

8.2.1 标准曲线的建立

移取适量的 17 种全氟化合物标准使用液，用甲醇稀释，配制至少 5 个浓度点的标准工作溶液，参考浓度分别为 1、5、10、50、100 $\mu\text{g/L}$ 。移取 1 mL 标准工作溶液于棕色进样瓶中，加入 50 μL 内标使用液，混匀待测。

按照仪器参考条件（8.1），由低浓度到高浓度的顺序依次对标准工作溶液进行测定。以目标化合物与对应内标的浓度比为横坐标，以其对应的峰面积（或峰高）与内标峰面积（或峰高）的比值为纵坐标，建立标准曲线。

8.2.2 标准物质参考谱图

在本文件推荐的液相色谱参考条件（8.1.1）和质谱参考条件（8.1.2 和表 A.1）下，17 种全氟化合物和 9 种内标的色谱图见图 B.1。

8.3 试样测定

按照与标准曲线的建立（8.2.1）相同的仪器条件进行试样（7.2）的测定。试样中目标化合物响应值应在标准曲线的线性范围内，超出线性范围最高点则重新制备样品并测定。重新制备样品时可减少样品量或用纯水稀释样品。

8.4 空白试验测定

按照与试样测定（8.3）相同的仪器条件进行空白试样（7.3）的测定。

9 结果计算与表示

9.1 定性分析

选择 1 个母离子和 2 个子离子，对目标化合物进行监测。在相同实验条件下，试样中目标化合物的保留时间与标准样品中该目标化合物的保留时间的相对偏差的绝对值应小于 2.5%；且对试样中目标化合物定性离子的相对丰度（ K_{sam} ）与浓度接近的标准溶液中对应的定性离子的相对丰度（ K_{std} ）进行比较，偏差不超过表 3 规定范围，则可判定样品中存在对应的目标化合物。

$$K_{sam} = \frac{A_2}{A_1} \times 100\% \quad \dots\dots\dots (1)$$

式中： K_{sam} ——样品中目标化合物定性离子的相对丰度，%；

A_2 ——样品中目标化合物二级质谱定性离子的响应值；

A_1 ——样品中目标化合物二级质谱定量离子的响应值。

$$K_{std} = \frac{A_{std2}}{A_{std1}} \times 100\% \quad \dots\dots\dots (2)$$

式中： K_{std} ——标准样品中目标化合物定性离子的相对丰度比，%；

A_{std2} ——标准样品中目标化合物二级质谱定性离子的响应值；

A_{std1} ——标准样品中目标化合物二级质谱定量离子的响应值。

表 3 定性确证时相对离子丰度比的最大允许偏差

K_{std} %	K_{sam} 允许的偏差 %
$K_{std} > 50$	±20
$20 < K_{std} \leq 50$	±25
$10 < K_{std} \leq 20$	±30
$K_{std} \leq 10$	±50

9.2 定量分析

样品中 17 种全氟化合物的质量浓度，按照公式（3）进行计算：

$$\rho_i = \frac{x_i \times m_{is}}{V_w} \quad \dots\dots\dots (3)$$

式中： ρ_i ——样品中第 i 种全氟化合物的质量浓度；

x_i ——由标准曲线计算所得试样中第 i 种全氟化合物与对应内标的浓度比；

m_{is} ——第 i 种全氟化合物对应内标的添加质量；

V_w ——样品体积。

9.3 结果表示

检测结果表示与检出限一致，实测浓度单位以 ng/L 表示，当测定结果大于等于 100 ng/L 时，数据保留三位有效数字；当结果小于 100 ng/L，数据保留至小数点后一位。

10 检出限和定量限

方法检出限和定量限见附录 D。

11 准确度和精密度

在添加浓度 0.8~100 ng/L 范围内，回收率为 60%~120%，相对标准偏差为 0.8%~20%。

12 质量保证和质量控制

12.1 校准

每批样品应建立标准曲线，相关系数应 ≥ 0.995 ，否则需重新绘制标准曲线。

每 20 个样品或每批次（ ≤ 20 个样品/批）应测定一个工作曲线中间浓度点标准溶液，其

测定结果与该点浓度的相对误差应在 $\pm 20\%$ 之内。

12.2 空白试验

每 20 个样品或每批次 (≤ 20 个样品/批) 至少测定一个实验室空白样, 其测定结果应低于方法检出限。

12.3 平行试验

每 20 个样品或每批次 (≤ 20 个样品/批) 至少测定一个平行样。在重复性条件下获得的两次独立测定结果的绝对差值不大于其算术平均值的 20%。

13 废物处理

实验中产生的废物应集中收集, 分类保存, 并做好相应标识, 委托有资质的单位进行处理。

附录 A
(资料性)
参考质谱条件

17 种全氟化合物在三种不同型号质谱仪上的参考质谱参数分别见表 A.1、表 A.2 和表 A.3。

表 A.1 17 种全氟化合物的质谱参数 (A 型号质谱仪)

序号	目标化合物	母离子 m/z	子离子 m/z	去簇电压 V	碰撞能量 V
1	PFBA	213	169	-40	-13
2	PFPeA	263	219/69	-40	-10/-50
3	PFHxA	313	269/119	-45	-13/-27
4	PFHpA	363	319/169	-30	-14/-24
5	PFOA	413	369/169	-40	-14/-24
6	PFNA	463	419/169	-35	-16/-24
7	PFDA	513	469/219	-40	-18/-26
8	PFUnDA	563	519/319	-70	-16/-28
9	PFDoDA	613	569/169	-70	-18/-36
10	PFTrDA	663	619/169	-65	-20/-38
11	PFTeDA	713	669/169	-85	-20/-38
12	PFHxDA	813	769/169	-90	-18/-30
13	PFODA	913	869/169	-40	-25/-45
14	PFBS	299	80/99	-90	-70/-38
15	PFHxS	399	80/99	-90	-90/-72
16	PFOS	499	80/99	-105	-110/-98
17	PFDS	599	80/99	-120	-124/-110
18	¹³ C ₄ PFBA	217	172	-50	-12
19	¹³ C ₄ PFHxA	315	270	-55	-14
20	¹³ C ₄ PFOA	417	372	-70	-20
21	¹³ C ₄ PFNA	468	423	-70	-22
22	¹³ C ₄ PFDA	515	470	-75	-17
23	¹³ C ₄ PFUnDA	565	520	-60	-15
24	¹³ C ₂ PFDoDA	615	570	-60	-15
25	¹⁸ O ₂ PFHxS	403	103	-90	-75
26	¹³ C ₄ PFOS	503	80	-90	-95
注： 参考质谱参数：负离子模式；气帘气压力35.0 psi；喷雾电压-4500 V；雾化温度550 °C；雾化气压力55 psi；辅助气压力60 psi。					

表 A.2 17 种全氟化合物的质谱参数 (B 型号质谱仪)

序号	目标化合物	母离子 m/z	子离子 m/z	Q1	碰撞能量 V	Q3
1	PFBA	213	169	16	11	17
2	PFPeA	263	219/69	18	8/5	24
3	PFHxA	313	269/119	22	9/20	29/21
4	PFHpA	363	319/169	14	10/17	22/17
5	PFOA	413	369/169	16	11/19	26/30
6	PFNA	463	419/169	18	11/16	30/24
7	PFDA	513	469/219	20	11/19	23/24
8	PFUnDA	563	519/319	22	13/18	38/30
9	PFDoDA	613	569/169	24	13/27	28/30
10	PFTrDA	663	619/169	26	13/27	32/18
11	PFTeDA	713	669/169	20	13/27	34/17
12	PFHxDA	813	769/169	20	14/33	40/17
13	PFODA	913	869/169	22	16/34	32/17
14	PFBS	299	80/99	22	33/28	30/19
15	PFHxS	399	80/99	30	46/24	30/19
16	PFOS	499	80/99	19	54/41	30/19
17	PFDS	599	80/99	20	55/50	30/18
18	¹³ C ₄ PFBA	217	172	26	10	18
19	¹³ C ₄ PFHxA	315	270	24	9	30
20	¹³ C ₄ PFOA	417	372	30	11	26
21	¹³ C ₄ PFNA	468	423	18	11	30
22	¹³ C ₄ PFDA	515	470	20	12	23
23	¹³ C ₄ PFUnDA	565	520	20	13	38
24	¹³ C ₂ PFDoDA	615	570	24	13	28
25	¹⁸ O ₂ PFHxS	403	103	15	35	19
26	¹³ C ₄ PFOS	503	80	36	50	30
注： 参考质谱参数：负离子模式；雾化气流速3 L/min；加热气流速10 L/min；接口温度300°C；DL温度250°C； 加热块温度400°C；干燥气流速10 L/min。						

表 A.3 17种全氟化合物的质谱参数 (C 型号质谱仪)

序号	目标化合物	母离子 m/z	子离子 m/z	锥孔电压 V	碰撞电压 V
1	PFBA	213	169	380	1
2	PFPeA	263	219/69	380	2
3	PFHxA	313	269/119	380	3/15
4	PFHpA	363	319/169	380	4/9
5	PFOA	413	369/169	380	4/9
6	PFNA	463	419/169	380	3/15
7	PFDA	513	469/219	380	3/13
8	PFUnDA	563	519/319	380	5/15
9	PFDoDA	613	569/169	380	5/23
10	PFTrDA	662.9	619/169	380	5/20
11	PFTeDA	713.1	669/169	380	7/20
12	PFHxDA	813	769/169	380	9/18
13	PFOA	913	869/169	380	10/25
14	PFBS	299	80/99	380	32/24
15	PFHxS	399	80/99	380	40/34
16	PFOS	498.9	80/99	380	47/42
17	PFDS	599	80/99	380	65/60
18	¹³ C ₄ PFBA	217	172	380	1
19	¹³ C ₄ PFHxA	315	270	380	3
20	¹³ C ₄ PFOA	417	372	380	4
21	¹³ C ₄ PFNA	468	423	380	3
22	¹³ C ₄ PFDA	515	470	380	3
23	¹³ C ₄ PFUnDA	565	520	380	5
24	¹³ C ₂ PFDoDA	615	570	380	5
25	¹⁸ O ₂ PFHxS	403	103	380	40
26	¹³ C ₄ PFOS	503	80	380	47

注：
参考质谱参数：负离子模式；气源温度290℃；气源流速18 L/min；喷雾器压力35 psi；毛细管电压3500 V；鞘气温度350℃；鞘气流速12 L/min。

附录 B

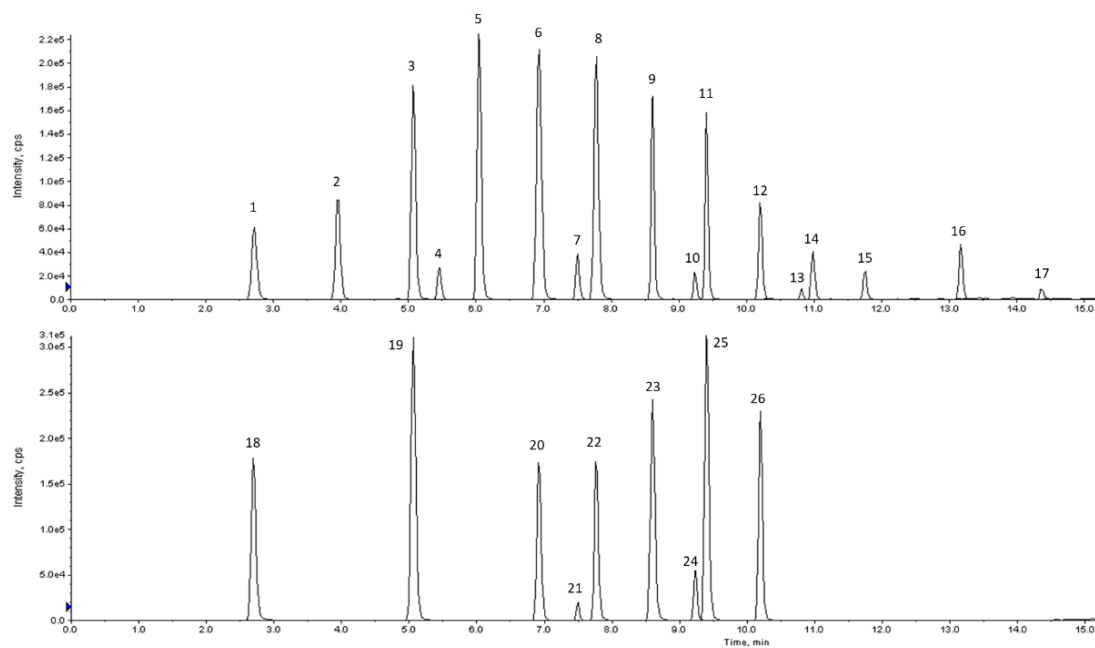
(资料性)

目标化合物色谱参考保留时间

17 种全氟化合物在 8.1.1 色谱条件下的参考保留时间见表 B.1，色谱图见图 B.1。

表 B.1 目标化合物参考保留时间

序号	目标化合物	参考保留时间 min
1	PFBA	2.7
2	PFPeA	3.9
3	PFHxA	5.1
4	PFBS	5.4
5	PFHpA	6.1
6	PFOA	6.9
7	PFHxS	7.5
8	PFNA	7.8
9	PFDA	8.6
10	PFOS	9.2
11	PFUnDA	9.4
12	PFDoDA	10.2
13	PFDS	10.8
14	PFTTrDA	11.0
15	PFTeDA	11.8
16	PFHxDA	13.2
17	PFODA	14.4
18	¹³ C ₄ PFBA	2.7
19	¹³ C ₄ PFHxA	5.1
20	¹³ C ₄ PFOA	6.9
21	¹³ C ₄ PFNA	7.5
22	¹³ C ₄ PFDA	7.8
23	¹³ C ₄ PFUnDA	8.6
24	¹³ C ₂ PFDoDA	9.2
25	¹⁸ O ₂ PFHxS	9.4
26	¹³ C ₄ PFOS	10.2



标引序号说明:

- | | | |
|----------|--|--|
| 1—PFBA; | 10—PFOS; | 19— ¹³ C ₄ PFHxA; |
| 2—PFPeA; | 11—PFUnDA; | 20— ¹³ C ₄ PFOA; |
| 3—PFHxA; | 12—PFDoDA; | 21— ¹⁸ O ₂ PFHxS; |
| 4—PFBS; | 13—PFDS; | 22— ¹³ C ₄ PFNA; |
| 5—PFHpA; | 14—PFTrDA; | 23— ¹³ C ₄ PFDA; |
| 6—PFOA; | 15—PFTeDA; | 24— ¹³ C ₄ PFOS; |
| 7—PFHxS; | 16—PFHxDA; | 25— ¹³ C ₄ PFUnDA; |
| 8—PFNA; | 17—PFODA; | 26— ¹³ C ₂ PFDoDA。 |
| 9—PFDA; | 18— ¹³ C ₄ PFBA; | |

图 B.1 17 种全氟化合物和 9 种内标的色谱图

附 录 C
(资料性)
精密度和准确度验证

六家实验室完成了地表水中 17 种全氟化合物测定的方法验证试验,统计数据见表 C.1。

表 C.1 方法精密度和准确度

序号	目标化合物	相对标准偏差 %	加标回收率 %
1	PFBA	1.10~16.65	72.1~112.2
2	PFPeA	1.39~19.44	67.2~116.3
3	PFHxA	0.98~18.27	68.3~118.5
4	PFHpA	0.91~19.15	68.6~110.0
5	PFOA	1.24~9.35	77.7~103.1
6	PFNA	1.65~17.46	77.5~112.9
7	PFDA	0.88~16.42	75.5~118.8
8	PFUnDA	1.13~15.79	66.8~110.8
9	PFDoDA	1.85~17.34	67.3~111.6
10	PFTTrDA	5.82~16.57	77.3~108.1
11	PFTeDA	1.28~19.36	78.5~105.5
12	PFHxDA	2.64~11.20	65.3~111.2
13	PFODA	3.26~18.86	70.5~115.4
14	PFBS	0.77~16.39	74.8~110.5
15	PFHxS	1.01~15.70	78.9~116.2
16	PFOS	0.87~17.36	68.6~106.7
17	PFDS	0.96~17.90	67.6~118.7

附 录 D
(规范性)
方法检出限和定量限

方法检出限和定量限见表 D.1。

表 D.1 方法检出限和定量限

序号	目标化合物	检出限 ng/L	定量限 ng/L
1	PFBA	0.3	1.0
2	PFPeA	0.2	0.9
3	PFHxA	0.2	0.9
4	PFHpA	0.2	0.9
5	PFOA	0.3	1.0
6	PFNA	0.2	0.8
7	PFDA	0.2	0.9
8	PFUnDA	0.2	1.1
9	PFDoDA	0.2	1.0
10	PFTrDA	0.3	1.4
11	PFTeDA	0.2	1.1
12	PFHxDA	0.3	1.1
13	PFODA	0.2	1.0
14	PFBS	0.3	1.1
15	PFHxS	0.3	1.2
16	PFOS	0.3	1.2
17	PFDS	0.2	1.1