

技术交流

固相萃取柱净化-高效液相色谱-串联质谱法测定儿童用
纺织品中11种全氟化合物

张 慧, 马红青

(上海市质量监督检验技术研究院有限公司, 上海 201114)

摘 要: 该研究采用高效液相色谱-串联质谱联用技术, 对儿童用纺织品中11种全氟化合物进行了检测分析。样品经超声提取, 离心过柱后进行上机检测。该方法采用 Proshell 120 EC C18 色谱柱对目标分析物进行分离, 检测过程中运用多反应监测(MRM)模式在负离子条件下进行扫描, 并借助外标法实现准确定量。在此实验条件下, 11种全氟化合物在5~100 $\mu\text{g/L}$ 的浓度区间内呈现出理想的线性响应, 其检出限值处于0.000 1~0.001 5 mg/kg 的范围, 定量限则为0.000 3~0.005 0 mg/kg。此外, 这11种全氟化合物的加标回收率处于82.0%至98.2%之间, 其相对标准偏差则在0.5%到4.2%的区间内。此分析方法具备出色的重现性与检测能力, 能对儿童用纺织品中的11种全氟化合物进行同步测定, 展现出较强的实际应用价值。

关键词: 高效液相色谱-串联质谱法; 全氟化合物; 新污染物; 纺织品

中图分类号: O657.6 **文献标识码:** A **文章编号:** 1009-8143(2026)03-0017-07

Doi: 10.3969/j.issn.1009-8143.2026.03.04

Determination of 11 Perfluorinated Compounds in Children's Textiles by High
Performance Liquid Chromatography-Tandem Mass Spectrometry

Zhang Hui, Ma Hong-qing

(Shanghai Institute of quality Inspection and Technical Research CO., LTD. Shanghai 201114, China)

Abstract: To achieve this analytical objective, an advanced analytical technique involving high-performance liquid chromatography-tandem mass spectrometry (HPLC-MS/MS) was developed in the current study. This method enables the precise quantification of 11 perfluorinated compounds present in children's textiles. To implement the analysis, the samples underwent a series of preparatory steps: ultrasonic extraction was applied to them, followed by centrifugation, and then purification through a column before instrumental detection. The target analytes were separated on a Proshell 120 EC C18 column, scanned in negative ion mode using multiple reaction monitoring (MRM), and quantified by the external standard method. The analytical method demonstrated excellent linear relationships for the 11 perfluorinated compounds within the concentration interval of 5~100 $\mu\text{g/L}$. The minimum detectable limits (LOD) were measured between 0.000 1 and 0.001 5 mg/kg, while the minimum quantifiable limits (LOQ) spanned from 0.000 3 to 0.005 0 mg/kg. Additionally, the recovery rates for these compounds fell within the range of 82.0%~98.2%, with corresponding relative standard deviations (RSD) of 0.5%~4.2%. This approach is characterized by strong reproducibility and high sensitivity, allowing for the concurrent quantification of 11 perfluorinated compounds in children's textiles, thereby demonstrating outstanding practical value.

Key words: High performance liquid chromatography tandem mass spectrometry; Perfluorinated compound; new pollutants; textiles

收稿日期: 2026-04-02

基金项目: 上海市质量监督检验技术研究院科研项目 (No.KY-2024-23-QH)

第一作者简介: 张慧(1990—), 女, 研究生/工程师, 主要从事轻工与化工产品中有害物质分析。Email: zhanghui2@sqi.org.cn

前言

全氟和多氟烷基物质,也被称作 PFAS,指的是一类分子结构中碳氢键上的氢原子被氟原子部分或全部替代的有机化合物^[1-3]。这类化合物由于具备卓越的化学稳定性、抗腐蚀能力以及耐高温性能,在化工、皮革、纺织品、纸张、食品包装等多种日常消费品的制造中得到了广泛应用^[4]。在纺织品应用方面,PFAS之所以能得到青睐,关键在于其卓越的防水与防油性能。这类化合物能在织物表面构建起一道防护屏障,有效阻止液体渗透至纤维内部。不过,PFAS在自然环境中极难降解,已有研究表明这类化合物对人类及其他生物具有较高的毒性风险,并且容易在生物体内发生累积效应^[5-7]。

在全球范围内,针对全氟和多氟烷基物质(PFAS)的管控措施正逐步扩展。欧盟在此领域已率先行动,通过出台法规对全氟辛酸及全氟辛烷磺酸等物质设定了明确的限制条款,并且目前已将管控范围延伸至 PFAS 类别中更多的具体物质^[8-10]。在此背景下,中国同样围绕 PFAS 类物质构建了多维度的环境治理标准体系。2022 年 12 月 29 日,国家生态环境部门正式对外发布《重点管控新污染物清单(2023 年版)》,该文件明确将全氟辛烷磺酸和全氟辛酸纳入重点管控范畴并制定专项规范。

在对全氟及多氟烷基化合物进行分析时,现有检测手段主要涵盖气相色谱与质谱联用技术、液相色谱法以及液相色谱串联质谱技术等多种方式。在这些检测技术中,液相色谱-串联质谱法凭借无需繁琐的衍生化步骤、检测效能优异等特性,逐渐占据主导地位^[14-15]。GB/T 44165.8-2025《消费品中重点化学物质检测方法 第 8 部分:PFOS/PFOA》已于 2025 年 12 月 1 日实施;GB/T 31126.1-2025《纺织品 全氟及多氟化合物的测定 第 1 部分:液相色谱-串联质谱法》将于 2026 年 5 月 1 日实施。早期研究主要集中于新污染物清单中特定全氟化合物(如全氟辛酸和全氟辛烷磺酸)的分析,对于儿童用品中其他类型全氟化合物的检测需求尚未得到充分满足。此外,对于痕量全氟化合物的检测存在一定的难度,本研究基于固相萃取结合高效液相色谱串联质谱开展全氟化合物的痕量检测方法。研究过程中,对样品前处理的固相萃取条件进行了优化,拓展了可检测的化合物种类,为纺织品中 11 种全氟化

合物的痕量分析提供了一种创新性的解决方案。

1 实验部分

1.1 主要仪器与试剂

高效液相色谱二维三重四级杆质谱联用仪:1290 Infinity II-6475 型,安捷伦科技(中国)有限公司。

超声波清洗器:SK8210HP,上海科导超声仪器有限公司。

超纯水机:Milli-Q Reference,默克投资(中国)有限公司。

QuickQuake™ HLB-2 固相萃取小柱(200 mg/6 mL),QuickQuake™ WAX 固相萃取小柱(150 mg/6 mL),上海泰坦科技股份有限公司。

11 种全氟化合物混合标准储备液:编号:82286x,标准值:5 mg/L,相对扩展不确定度:4%($k=2$),坛墨质检科技股份有限公司。

混合标准工作溶液的制备过程如下:精确称取适量的 11 种全氟化合物混合标准储备液,采用甲醇作为溶剂进行梯度稀释,最终获得浓度依次为 5 $\mu\text{g/L}$ 、10 $\mu\text{g/L}$ 、20 $\mu\text{g/L}$ 、50 $\mu\text{g/L}$ 和 100 $\mu\text{g/L}$ 的混合标准溶液。

乙酸铵、甲醇、乙腈、丙酮和乙酸乙酯均为色谱纯,国药集团化学试剂有限公司。

0.22 μm 有机相滤膜,上海泰坦科技股份有限公司。

配置乙酸铵溶液的步骤如下:精确称取 0.385 0 g 乙酸铵固体,加入 1 升超纯水,然后将其放入超声波清洗设备中进行溶解处理。

0.1% 氨水-甲醇:0.1 mL 氨水加入到 99.9 mL 甲醇中。

20 个批次的儿童纺织产品,包括 5 组毛绒玩偶、5 款纺织面料笔袋以及 10 件学生书包。

1.2 实验方法

1.2.1 色谱条件

实验采用 Proshell 120 EC C18 色谱柱(规格为 4.6 mm $\times$ 50 mm,粒径 2.7 μm),色谱柱温度设定为 40 $^{\circ}\text{C}$,载液流速控制在 0.3 mL/min,进样体积为 10 μL 。其中,流动相体系由甲醇(标记为 A 相)和 0.005 mol/L 乙酸铵水溶液(标记为 B 相)组成。为实现目标分离效果,采用梯度淋洗方式进行分析。具体的流动相梯度程序如下:起始阶段(0 至 0.5 min),

流动相 A 的比例维持在 25%;随后的 9.5 min(0.5 至 10.0 min), A 的占比逐步从 25% 提升至 85%;在接下来的 0.5 min(10.0 至 10.5 min), A 的比例进一步增加到 95% 并保持 3.5 min;之后, A 的比例开始下降, 在 0.1 min 内(14.0 至 14.1 min)从 95% 降至 25%, 并维持 2 min 以完成整个洗脱周期。

1.2.2 质谱条件

离子源模式: ESI 负离子模式;多反应监测(MRM)模式;毛细管电压: 2 600 V;干燥器温度: 325℃;干燥器流量: 6 L/min;雾化器压力: 38 psi。表 1 列出了 11 种全氟化合物的相关检测参数, 包括其母离子、子离子、碰撞能量以及破碎电压等信息。

表 1 质谱参数
Tab.1 MS parameters

序号	化合物	母离子/(m/z)	子离子 1/ (m/z, 定量离子)	1 碰撞能量(V)	子离子 2/(m/z)	2 碰撞能量/V	破碎电压/V
1	全氟丁酸(PFBA)	212.9	168.9	8	96.8	8	63
2	全氟戊酸(PFPA)	262.88	219	6	68.8	46	65
3	全氟丁烷磺酸(PFBS)	298.9	79.9	36	98.9	32	138
4	全氟己酸(PFHxA)	313	119	16	268.8	4	65
5	全氟庚酸(PFHpA)	362.9	168.9	16	118.9	20	81
6	全氟己烷磺酸(PFHxS)	398.8	80	44	99	36	150
7	全氟辛酸(PFOA)	412.9	169.1	16	219	12	83
8	全氟庚烷磺酸(PFHpS)	448.8	79.9	52	99	40	150
9	全氟辛烷磺酸(PFOS)	498.8	79.9	52	99	44	150
10	全氟壬酸(PFNA)	462.9	219	16	169	16	83
11	全氟癸酸(PFDA)	512.9	218.9	16	268.9	16	96

1.2.3 前处理方法

选取具有代表性的样品, 将其剪切成大约 5 毫米见方的小块, 随后充分混合均匀。准确称取上述样品 1 g(精确到 0.1 mg), 放入 25 mL 聚丙烯离心管内, 加入 20 mL 甲醇直至试样完全被液体覆盖, 进行涡旋混合, 接着在超声波清洗设备中超声提取 60 min, 之后以每分钟 4 000 转的转速离心 5 min, 移取上清液后再加入 80 mL 超纯水。先用 6 mL 0.1% 氨水-甲醇、8 mL 甲醇、10 mL 超纯水活化 WAX 小柱, 然后将稀释后样品以 4 mL/min 流速过柱。用 6 mL 超纯水和 8 mL 50 mmol/L 乙酸铵水溶液淋洗, 利用真空泵抽取干燥固相萃取柱 2 min。最后用 8 mL 甲醇和 8 mL 0.1% 氨水-甲醇溶液洗脱。随后, 将洗脱液收集在 25 mL 离心管内, 采用氮吹法将其浓缩至近干, 用甲醇复溶至 1 mL 后用于液相色谱-串联质谱仪的检测分析。

实验研究了各种流动相体系对十一种全氟化合物在检测过程中响应效果、信号与噪音比值以及色谱峰形态的作用程度。在实验中, 乙酸铵作为调节流动相酸碱度的关键成分, 有助于增强分析物的离子化效率, 因此在后续的条件优化过程中, 分别考察了 2 mmol/L、5 mmol/L 和 10 mmol/L 乙酸铵溶液, 以及乙腈和甲醇作为流动相的条件下进行选择优化。实验中, 研究人员对不同浓度的乙酸铵溶液(包括 2 mmol/L、5 mmol/L 和 10 mmol/L)以及不同种类的有机溶剂(乙腈和甲醇)作为流动相的条件进行了系统的筛选与优化。研究结果显示, 当采用甲醇作为流动相时, 11 种全氟化合物的分离情况更为理想。研究发现, 在不同浓度的乙酸铵条件下, 全氟化合物的信噪比存在明显差异。当采用甲醇与 2 mmol/L 乙酸铵以及甲醇与 10 mmol/L 乙酸铵作为流动相时, 那些信噪比表现较为突出的分析物数量相对较少; 相比之下, 当采用 5 mmol/L 乙酸铵作为缓冲体系与甲醇搭配时, 那些在信噪比方面表现突出的物质, 其占比达到了 73%。在对各类分析物的响应效果及信号强度进行综合评估后, 确定以甲醇

2 结果与讨论

2.1 色谱条件的优化

与5 mmol/L乙酸铵溶液作为流动相,11种全氟化合物的总离子流图见图1。

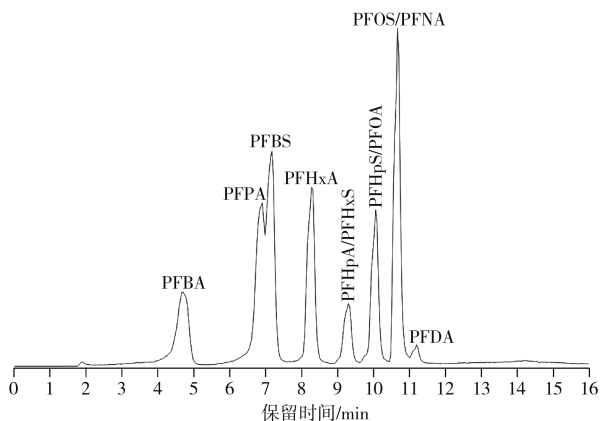


图1 浓度为10 µg/L的标准样品TIC图。

Fig. 1 Total ion chromatogram of PFAS standards (10 µg/L)

2.2 质谱条件的优化

基于全氟化合物的化学特性,分析过程中采用了负离子多重反应监测模式。首先对浓度为10 µg/L的标准溶液执行Scan扫描操作,以获取母离子的质荷比信息。接着,运用SIM模式,对各类全氟化合物的破碎电压进行优化调整;借助子离子扫描技术获取子离子的质荷比信息,其中定量离子选定为响应强度最高的离子。优化后的具体参数详见表1。

2.3 提取条件

2.3.1 提取溶剂的选择

试验选取白色纺织样品(阴性样品)加标(加标浓度为0.05 mg/kg)作为研究对象,采用甲醇、乙腈、丙酮、正己烷、乙酸乙酯五种溶剂进行常温超声提取,在60 min的提取时间条件下,探究不同提取溶剂对11种全氟化合物提取效果的差异。如表2分析试验结果可知,在所选的提取溶剂中,甲醇与乙腈在提取效果上表现更为突出,其对目标物的提取效率相对较高。不过乙腈对PFHxS、PFOA的提取效率相对较低,分别为65%和67%。经过对比分析发现,甲醇在对11种全氟化合物的提取过程中展现出了最佳效果,其提取效率处于领先地位,因此甲醇被确定为最终选定的提取溶剂。

2.3.2 提取温度的选择

试验选用白色纺织样品(阴性样品)加标(加标浓度为0.05 mg/kg)作为研究对象,在实验过程中,采用4份1 g样品,并向每份样品中添加了20 mL甲醇溶剂。由于甲醇的沸点约为64.7℃,为保障实验过程的安全性,萃取温度的考察范围设定为不超

表2 提取溶剂对提取效率的影响

Tab.2 Effects of extraction solvents on extraction efficiency

序号	名称	提取效率/%				
		甲醇	乙腈	丙酮	正己烷	乙酸乙酯
1	PFBA	101	100	100	10	50
2	PFPA	102	101	87	5	30
3	PFBS	98	100	67	2	35
4	PFHxA	100	82	89	3	18
5	PFHpA	103	96	87	17	14
6	PFHxS	85	65	67	10	25
7	PFOA	100	67	35	15	5
8	PFHpS	99	86	86	20	30
9	PFOS	96	100	89	5	30
10	PFNA	103	100	100	11	10
11	PFDA	102	88	102	15	12

过60℃。所以选择了30℃、40℃、50℃和60℃这几个萃取温度,来探究它们对纺织品中11种全氟化合物提取效率所产生的影响。实验结果显示,在不同温度条件下,纺织品中11种全氟化合物的提取效率呈现出差异化的变化趋势。当温度从30℃逐步提升至60℃时,PFBA、PFPA、PFBS、PFHpA、PFHxA、PFHpS、PFNA和PFDA这几种物质的提取效率有较为显著的增长;而PFHxS、PFOA以及PFOS的提取效率则表现为相对缓慢的上升态势。基于上述各物质提取效率随温度变化的趋势差异及实验安全性,本实验最终确定60℃为最适宜的提取温度。

2.3.3 提取时间的选择

试验选用甲醇作为提取溶剂,在60℃的超声条件下,分别考察了20 min、40 min、60 min、80 min和100 min这五种不同提取时长对加标纺织样品中(加标浓度为0.05 mg/kg)全氟化合物提取效果的影响。实验探究了不同提取时长对这11种化合物提取效果的作用情况。实验结果显示,当提取时长从20 min延长至60 min时,这11种化合物的提取效果呈现逐步提升的趋势,并且在60 min时达到了各自的最佳提取效率值。然而,当提取时间超过60 min后,PFBA、PFOA和PFHxS的提取效率仅呈现微弱的上升趋势,而另外几种化合物的提取效率则基本维持稳定状态。综合权衡提取效率与时间消耗,该实验最终确定60 min为最优的提取时长。

2.4 固相萃取柱的选择

选用 HLB 和 WAX 这两种常见的净化萃取小柱,并对它们在特定条件下的表现进行了深入探讨,以确定最理想的样品前处理方案。实验过程中,在 20 mL 白色纺织样品(阴性样品)甲醇溶液里添加 10 μg/L 的标准物质,以此来对比这两种萃取柱对 11 种全氟化合物的富集以及净化能力。

样品经超声离心后用 80 mL 超纯水稀释,对于 HLB 小柱,首先用 8 mL 甲醇、10 mL 超纯水活化平衡 HLB 小柱,然后将稀释后样品以 4 mL/min 流速过柱,用 6 mL 超纯水淋洗。对于 WAX 小柱,用 6 mL 0.1% 氨水-甲醇、8 mL 甲醇、10 mL 超纯水活化 WAX 小柱,然后将稀释后样品以 4 mL/min 流速过柱,用 6 mL 超纯水和 8 mL 50 mmol/L 乙酸铵水溶液淋洗。最后利用真空泵抽取干燥固相萃取柱 2 min,统一用 8 mL 甲醇和 8 mL 0.1% 氨水-甲醇溶液进行洗脱。随后,将洗脱液收集在 25 mL 离心管内,采用氮吹法将其浓缩至近干,用甲醇复溶至 1 mL 后用于液相色谱-串联质谱仪的检测分析。

试验结果如表 3 所示,WAX 萃取柱在目标物提取方面表现出更强的能力,特别是在 PFOS 和 PFHxS 这两种物质的萃取效率上,其数值明显超过了 HLB 柱的萃取水平。WAX 萃取柱主要依靠离子交换和疏水相互作用实现对全氟化合物的高效吸附,进而有效提升萃取过程的净化效果。因此优先选用 WAX 柱对纺织品中的全氟化合物进行富集净化。

表 3 两种萃取柱的回收率

Tab.3 Recoveries of two SPE columns

化合物	回收率/%(WAX 柱)	回收率/%(HLB 柱)
PFBA	80	61
PFPA	82	71
PFBS	89	65
PFHxA	87	72
PFHpA	92	67
PFHxS	96	62
PFOA	92	80
PFHpS	90	75
PFOS	97	60
PFNA	90	79
PFDA	92	81

2.5 线性方程和检出限

制备浓度为 5 μg/L、10 μg/L、20 μg/L、50 μg/L 和 100 μg/L 的标准工作溶液,根据信噪比(S/N)=3 计算检出限,信噪比(S/N)=10 计算定量限。试验数据显示(表 4),在 5~100 μg/L 浓度区间内,11 种全氟化合物呈现出优良的线性特征,其相关系数(R^2)均超过 0.995。同时,该方法的检出限处于 0.000 1~0.001 5 mg/kg 的范围,定量限则为 0.000 3~0.005 0 mg/kg。这些指标意味着该检测方法具备较高的灵敏度,能够满足微量物质分析的需求。

2.6 精密度和回收试验

为验证检测方法的可靠性,对阴性样品进行

表 4 全氟化合物线性方程、检出限和定量限

Tab.4 Linear equation, limit of detection and limit of quantitation of perfluorinated compounds

化合物	线性回归方程	相关系数(r)	检出限/(mg·kg ⁻¹)	定量限/(mg·kg ⁻¹)
PFBA	$y=3\ 353.1x-3\ 974.1$	0.996 7	0.001 5	0.005 0
PFPA	$y=2\ 594.6x-1\ 546.8$	0.999 8	0.000 1	0.000 3
PFBS	$y=1\ 039.2x-3\ 106.8$	0.998 9	0.001 1	0.003 8
PFHxA	$y=3\ 240.1x-4\ 919.1$	0.998 1	0.000 8	0.002 8
PFHpA	$y=816.27x+703.68$	0.999 7	0.000 2	0.000 7
PFHxS	$y=1\ 771x-893$	0.999 6	0.000 5	0.001 7
PFOA	$y=1\ 007.9x+3\ 825.8$	0.998 3	0.000 2	0.000 6
PFHpS	$y=1\ 267x+515.48$	0.999 8	0.000 2	0.000 5
PFOS	$y=1\ 544.7x-116.3$	0.999 5	0.000 1	0.000 3
PFNA	$y=623.89x+2\ 315.3$	0.998 8	0.000 1	0.000 3
PFDA	$y=3\ 536.8x+200$	0.999 5	0.000 2	0.000 6

加标回收实验。实验中,分别向样品添加三种不同浓度的全氟化合物标准溶液,其浓度水平依次为0.01 mg/kg、0.05 mg/kg、0.1 mg/kg,每个浓度梯度平行测定7次。如表5所示,11种全氟化合物的回收率范围为82.0%~98.2%,相对标准偏差在0.5%~4.2%之间。

表5 不同加标水平方法的回收率和精密度

Tab.5 Recoveries and precision of the method at different spiking levels

化合物	添加量/(mg/kg)			回收率/%			RSD/%		
PFBA	0.01	0.05	0.1	84.0	89.2	96.8	3.4	2.6	1.3
PFPA	0.01	0.05	0.1	84.6	89.2	96.6	4.2	2.6	1.2
PFBS	0.01	0.05	0.1	82.6	89.2	95.2	2.8	2.0	0.5
PFHxA	0.01	0.05	0.1	82.8	92.4	96.6	1.3	1.8	0.6
PFHpA	0.01	0.05	0.1	83.6	91.2	97.6	2.3	2.0	0.6
PFHxS	0.01	0.05	0.1	82.0	92.4	94.6	2.4	1.0	0.6
PFOA	0.01	0.05	0.1	85.2	91.2	96.6	2.9	2.0	0.9
PFHpS	0.01	0.05	0.1	86.0	91.2	97.2	3.3	1.2	0.5
PFOS	0.01	0.05	0.1	83.8	92.0	95.0	3.0	1.5	0.7
PFNA	0.01	0.05	0.1	83.2	91.2	98.2	1.6	2.0	0.5
PFDA	0.01	0.05	0.1	85.4	93.2	98.0	3.4	1.9	0.7

2.7 样品分析

采用1.2.3章节介绍的检测方法,对采集到的20件纺织品材质儿童用品开展了全氟化合物含量的检测工作。检测结果显示(表6),在10个被抽检的儿童书包样本中,有2个样本被发现含有PFHxA,其浓度分别为0.012 mg/kg与0.010 mg/kg。其余5批次毛绒玩偶和5批次纺织面料笔袋没有检出。这一情况表明,儿童用纺织品存在一定程度的全氟化合物污染隐患,一些厂家为了书包达到防水效果,添加了含氟整理剂,建议相关监管部门应加大对这类产品的风险监测力度。

表6 样本检测数据

Tab.6 Analytical data of samples

样本编号	检出种类	浓度/(mg/kg)
样本8	PFHxA	0.012
样本10	PFHxA	0.010

3 结论

采用高效液相色谱-串联质谱联用技术,对儿

童用纺织品中含有的11种全氟化合物开展了同步检测分析。实验过程中,重点研究了针对这11种全氟化合物进行检测时所需的色谱操作参数、质谱分析条件以及固相萃取柱的具体型号选择。该方法在检测过程中展现出较宽的线性分布范围,同时具备较低的检出限值,并且在实际应用中能实现良好的加标回收率与测定精密度。该检测方法的建立,不仅为儿童用纺织品中全氟化合物的分析提供了可靠的技术途径,同时也有助于掌握我国儿童用纺织品中此类污染物的污染程度及潜在安全隐患,从而为相关研究提供科学依据。固相萃取结合高效液相色谱串联质谱在痕量全氟化合物检测中具有高灵敏度的优势,然而该方法仍然存在耗材成本高、前处理效率低等挑战。未来需要重点开发新型的吸附材料来提高全氟化合物吸附效率并同时优化前处理技术以降低检测成本。

参考文献

[1] 李正浩. 全氟化合物的污染现状及生态毒性研究进展[J]. 生物化工, 2024, 10(06): 254-256.

[2] 姜忠峰, 梁峰, 刘艳伟, 等. 全氟化合物的危害和治理[J]. 生态经济, 2022, 38(04): 5-8.

[3] 符文卓, 朱泽婷, 屠嘉欣, 等. 我国食品全氟化合物的污染及人群膳食暴露风险评估研究进展[J]. 环境与职业医学, 2025, 42(01): 30-37.

[4] 王春兰, 张海煊, 朱丽, 等. 气相色谱-三重四级杆质谱法同时测定纺织品中11种挥发性全氟化合物前体物[J]. 色谱, 2021, 39(11): 1239-1246.

[5] 江海湛, 许飞燕, 卢亘华, 等. 全氟化合物孕晚期暴露与早产的关联及其影响因素[J]. 环境卫生学杂志, 2025, 15(07): 569-579.

[6] 谷臣琳, 杨京津, 罗宝章, 等. 上海市动物源性食品中全氟化合物污染健康风险评估[J]. 上海预防医学, 2025, 37(07): 556-561.

[7] 宋纪元, 侯松崑, 陈自强, 等. 美国EPA关于PFAS混合物非致癌健康风险评估研究进展[J]. 环境卫生工程, 2025, 33(05): 97-105.

[8] 胡妙婵, 梁花, 刘霞, 等. PFCs监管发展历程及检测方法探讨[J]. 中国纤检, 2024, (11): 68-73.

[9] 苟祎卓, 李家科, 段小龙, 等. 水环境中微塑料和全氟化合物污染现状、环境行为及毒性效应研究进展[J]. 环境污染与防治, 2025, 47(06): 20-28.

[10] 刘浩然, 任文杰, 马文亭, 等. 全氟和多氟烷基物质在全

- 球生物体内的分布特征和污染来源研究进展[J]. 生态毒理学报, 2025, 20(05): 22-38.
- [11] 王亚韡, 张秋瑞, 于南洋, 等. 新污染物[J]. 化学进展, 2024, 36(11): 1607-1784.
- [12] 吉义平, 王伟华, 宋洲, 等. 水体中短中链和新型全氟/多氟烷基化合物分析方法研究及前处理流程优化[J]. 岩矿测试, 2025, 44(04): 598-611.
- [13] 孙雪凤. 基于高效液相色谱-轨道阱高分辨质谱技术的全氟化合物分析及质谱裂解规律研究[J]. 化学研究与应用, 2025, 37(06): 1551-1562.

(上接第11页)

换算系数 2.139 3 的标准不确定度 0.000 2)。合成后 u_{char} 为 0.26 $\mu\text{g/mL}$ (100 $\mu\text{g/mL}$) 和 1.75 $\mu\text{g/mL}$ (500 $\mu\text{g/mL}$)。

2.4.2 均匀性与稳定性不确定度

均匀性不确定度: 由瓶间标准偏差计算, $u_{\text{bb}} = s_{\text{bb}} / n (n=2)$, 得 0.11 $\mu\text{g/mL}$; 稳定性不确定度: 由长期稳定性回归斜率计算, $u_s = s(\beta_1) \times X (X=24 \text{ 个月})$, 得 0.29 $\mu\text{g/mL}$ (100 $\mu\text{g/mL}$)。

2.4.3 合成结果

溶液的 u_{CRM} 为 0.40 $\mu\text{g/mL}$, 扩展不确定度 U 为 1 $\mu\text{g/mL}$ ($k=2$)。

3 结论

本研究研制的 100 $\mu\text{g/mL}$ 二氧化硅溶液标准物质, 以高纯原料经严格工艺配制, 通过 F 检验证实均匀性良好, 24 个月长期稳定性及极端温度短期稳定性考察结果可靠。采用 NIST 标液溯源, 定值准确, 不确定度评定科学合理, 扩展不确定度为 1 $\mu\text{g/mL}$ ($k=2$)。该标准物质可有效满足环境、冶金、建筑等领域二氧化硅检测的量值溯源需求, 为仪器校准、方法验证及质量控制提供可靠保障。

参考文献

- [1] 赵银凤. 焦磷酸法检测粉尘中游离二氧化硅的应用与优

化[J]. 实验室检测, 2025(5): 16-18.

- [2] 袁乐. 粉煤灰二氧化硅含量检测结果的影响因素分析[J]. 江苏建材, 2025(4): 25-27.
- [3] 刘芳美, 李文英, 甘聪, 等. 锂精矿中二氧化硅、三氧化二铝和氟量同时快速检测分析[J]. 黄金, 2025(2): 113-117.
- [4] 中华人民共和国国家质量监督检验检疫总局, 中国国家标准化管理委员会. 锅炉用水和冷却水分析方法 全硅的测定 低含量硅的测定方法: GB/T 12148-2006[S]. 北京: 中国标准出版社, 2006.
- [5] 中华人民共和国国家出入境检验检疫局. 出口中碳鳞片石墨中二氧化硅的测定: SN/T 0770-1999[S]. 北京: 中国标准出版社, 1999.
- [6] 中华人民共和国国家质量监督检验检疫总局, 中国国家标准化管理委员会. 分析实验室用水规格和试验方法: GB/T 6682-2008[S]. 北京: 中国标准出版社, 2008.
- [7] 全国标准物质计量技术委员会. 一级标准物质技术规范: JJF 1006-1994[S]. 北京: 中国标准出版社, 1994.
- [8] 全国标准物质计量技术委员会. 标准物质的定值及均匀性、稳定性评估: JJF 1343-2022[S]. 北京: 中国质检出版社, 2022.
- [9] 中国合格评定国家认可委员会. 标准物质/标准样品生产者能力认可准则: CNAS-CL04[S]. 北京: 中国合格评定国家认可委员会, 2020.
- [10] 金浩, 韩永志. 标准物质及其应用技术[M]. 2版. 北京: 中国计量出版社, 2003.
- [11] 中国实验室国家认可委员会. 化学分析中不确定度的评估指南[M]. 北京: 中国计量出版社, 2002.