

# 吹扫捕集/气相色谱-质谱法测定水中痕量全氟碘烷类化合物

朱帅\*, 贾静, 饶竹

(国家地质实验测试中心, 国土资源部生态地球化学重点实验室, 北京 100037)

**摘要:** 利用吹扫捕集/气相色谱-质谱联用技术, 建立了一种同时测定水中9种全氟碘烷类化合物的新方法, 并对捕集管的型号、吹扫温度、吹扫时间、解吸时间及盐效应等样品吹扫条件进行了优化。在最佳实验条件下, 9种全氟碘烷类化合物在 $0.1 \sim 100 \mu\text{g} \cdot \text{L}^{-1}$ 范围内线性关系良好, 相关系数( $r^2$ )不小于0.996, 方法检出限为 $5.6 \sim 15 \text{ ng} \cdot \text{L}^{-1}$ , 定量下限为 $17 \sim 36 \text{ ng} \cdot \text{L}^{-1}$ 。在高、中、低3个加标水平下, 9种全氟碘烷类化合物的回收率为75.7%~118%, 相对标准偏差为2.2%~8.3%。将建立的方法用于某典型污染区域环境水样的分析, 检出9种全氟碘烷类化合物, 质量浓度为 $21.3 \sim 469 \text{ ng} \cdot \text{L}^{-1}$ 。

**关键词:** 全氟碘烷类化合物; 吹扫捕集; 气相色谱-质谱(GC-MS); 水

**中图分类号:** O657.63; N945.11 **文献标识码:** A **文章编号:** 1004-4957(2018)11-1359-06

## Determination on Trace of Polyfluorinated Iodine Alkanes in Water Using Purge and Trap/Gas Chromatography - Mass Spectrometry

ZHU Shuai\*, JIA Jing, RAO Zhu

(Key Laboratory of Ecological Geochemistry, Ministry of Land and Resources, National Research Center for Geoanalysis, Beijing 100037, China)

**Abstract:** A novel gas chromatography - mass spectrometric (GC - MS) method coupled with purge and trap was developed for the simultaneous determination of nine neutral volatile polyfluorinated iodine alkanes (PFIs) in water samples. Several P&T parameters such as type of traps, purge time, purge temperature, desorbing time and ionic strength were optimized. Under the optimal conditions, the calibration curves for the nine PFIs showed good linear relationships ( $r^2 \geq 0.996$ ) in the concentration range of  $0.1 \sim 100 \mu\text{g} \cdot \text{L}^{-1}$ . The limits of detection (LOD) ranged from  $5.6 \text{ ng} \cdot \text{L}^{-1}$  to  $15 \text{ ng} \cdot \text{L}^{-1}$ , and the limits of quantitation were from  $17 \text{ ng} \cdot \text{L}^{-1}$  to  $36 \text{ ng} \cdot \text{L}^{-1}$ . The spiked recoveries for the analytes in water samples were in the range of 75.7% - 118% with relative standard deviations (RSDs,  $n = 7$ ) of 2.2% - 8.3%. The method was applied in the detection of volatile PFIs in water samples from the vicinity of a fluorochemical manufacturing plant, and nine PFIs were detected, with concentrations of  $21.3 \sim 469 \text{ ng} \cdot \text{L}^{-1}$ .

**Key words:** polyfluorinated iodine alkanes; purge and trap; gas chromatography - mass spectrometry (GC - MS); water

全氟磺酸类化合物 (Perfluoroalkylsulfonates, PFASs) 和全氟羧酸类化合物 (Perfluoroalkylcarboxylates, PFCAs) 等全氟化合物在环境中很难降解, 且广泛存在于大气<sup>[1]</sup>、土壤<sup>[2-3]</sup>、水体<sup>[4-5]</sup>等多种环境介质以及人体乳汁<sup>[6]</sup>和血液<sup>[7]</sup>等样品中。全氟化合物的环境污染问题引起了国际社会的广泛关注, 目前对具有 POPs (持久性有机污染物) 特性的全氟类化合物的研究主要集中于 PFASs 和 PFCAs 的前驱体类化合物及其环境和生物代谢产物方面。全氟碘烷类化合物 (Polyfluorinated iodine alkanes, PFIs) 是氟工业中调聚氟化法生产全氟磺酸、全氟羧酸、全氟醇等的重要原材料<sup>[8]</sup>。这些原材料及产品残留的 PFIs 在运输和使用过程中可释放到环境, 并在大气中被氧化为持久的 PFASs<sup>[9]</sup>。此外, 来自工厂直接排放

收稿日期: 2018-05-14; 修回日期: 2018-08-13

基金项目: 国家自然科学基金(21607033); 中国地质科学院基本科研业务费专项经费(CSJ201603)

\* 通讯作者: 朱帅, 硕士, 助理研究员, 研究方向: 持久性有机污染物的分析方法与环境行为研究, E-mail: zhu1513121515@126.com

废水中的 PFIs 也可能是土壤、沉积物和水体中 PFSA 的潜在来源<sup>[10]</sup>。全氟碘烷的高产量及其环境释放已引起广泛关注,研究表明,某些 PFIs 具有雌激素效应<sup>[11-13]</sup>,因此对于 PFIs 痕量分析方法的开发和环境行为研究具有重要的环境学意义。

由于 PFIs 具有较高挥发性和长距离迁移能力<sup>[14]</sup>,其物理化学特征决定了传统分析全氟类化合物的前处理方法(如:液液萃取、固相萃取<sup>[15]</sup>等)不适于环境介质中 PFIs 的提取富集。固相微萃取技术(SPME)具有操作简便、无需溶剂、萃取速度快等优点<sup>[16]</sup>,在环境样品中 PFIs 的检测方面得到较为广泛的应用。Bach 等<sup>[10]</sup>建立了 HS-SPME/GC-MS 测定水和沉积物中 2 种 PFIs 的方法,检出限分别为  $100 \text{ ng} \cdot \text{L}^{-1}$  和  $2 \text{ ng} \cdot \text{g}^{-1}$ ,但该方法老化过程较长,SPME 萃取头的寿命较短,成本较高。Ruan 等<sup>[14]</sup>利用热脱附(TD)与气相色谱-高分辨率质谱(GC-HRMS)联用,建立了山东省某典型污染区域大气样品中 11 种 PFIs 的测定方法,检出限为  $0.04 \sim 1.2 \text{ pg} \cdot \text{L}^{-1}$ 。Dimzon 等<sup>[17]</sup>将改进的 HLB<sup>TM</sup>固相萃取(SPE)与 GC-MS 联用测定了荷兰和德国不同工业和城市污水处理厂空气和废水中的全氟-1-碘己烷(PFHxI)、全氟碘代辛烷(PFOI)和全氟碘代癸烷(PFDeI),空气中检出限为  $1 \text{ ng} \cdot \text{m}^{-3}$ ,污水中检出限为  $10 \text{ ng} \cdot \text{L}^{-1}$ ,但该方法需多步操作,样品前处理时间较长。

吹扫捕集法是目前应用广泛的痕量挥发性有机物富集方法,无需有机溶剂,绿色环保,克服了液-液萃取和固相萃取操作时间长、有机溶剂用量大、耗费人力财力的缺点,具有操作简单方便、灵敏度高、捕集管使用寿命长、可用于大批量样品检测等优点。目前关于利用吹扫捕集测定水体中全氟碘烷类化合物的方法尚未见报道,本实验将吹扫捕集技术与气相色谱-质谱相结合用于环境水样中 PFIs 的痕量分析,可为 PFIs 在不同环境介质中迁移转化规律的环境行为研究提供支持。

## 1 实验部分

### 1.1 仪器与试剂

Agilent 7890B-5977A 型气相色谱-质谱联用仪(美国 Agilent 公司),Tekmar 3100 型吹扫-捕集浓缩器(美国 Teledyne Tekmar 公司)。

9 种全氟碘烷标准品:全氟-1-碘己烷(PFHxI)、全氟碘代癸烷(PFDeI)、1H, 1H, 2H, 2H-全氟碘代辛烷(PFOHI)、1H, 1H, 2H, 2H-十七氟-1-碘癸烷(PFDeHI)和 1, 8-二碘代全氟辛烷(PFODiI)购于 Aldrich 公司;全氟碘代辛烷(PFOI)和 1H, 1H, 2H, 2H-全氟碘己烷(PFHxHI)购于 Fluka 公司;1, 4-二碘八氟丁烷(PFBuDiI)、十二氟-1, 6-二碘己烷(PFHxDiI)购于 Alfa Aesar 公司。实验所用溶剂均为 HPLC 级,甲醇为色谱纯,购于 Dima Technology Inc。实验用水为 Milli-Q 超纯水;NaCl 为分析纯,使用前经  $105 \text{ }^{\circ}\text{C}$  烘干;标准储备液的制备:将标准样品溶于甲醇中配制成  $100 \text{ mg} \cdot \text{L}^{-1}$  的标准溶液。

全氟碘烷标准溶液的制备:使用微量进样器精确量取一定量的 9 种全氟碘烷标准溶液( $100 \text{ mg} \cdot \text{L}^{-1}$ ),用空白水样定容,配制成 PFHxI、PFOI、PFHxHI、PFOHI、PHBuDiI、PFHxDiI 和 PFODiI 的质量浓度为  $5 \text{ } \mu\text{g} \cdot \text{L}^{-1}$ ,PFDeI 和 PFDeHI 的质量浓度为  $10 \text{ } \mu\text{g} \cdot \text{L}^{-1}$  的标准储备液。

### 1.2 实验方法

1.2.1 吹扫-捕集条件 捕集管为 Vocarb3000;吹扫气为高纯氮气(纯度  $>99.999\%$ );吹扫时间为  $25 \text{ min}$ ,温度为  $30 \text{ }^{\circ}\text{C}$ ,吹扫流速为  $40 \text{ mL} \cdot \text{min}^{-1}$ ;热解吸温度为  $240 \text{ }^{\circ}\text{C}$ ,解吸流速为  $300 \text{ mL} \cdot \text{min}^{-1}$ ,解吸时间为  $2 \text{ min}$ ;解吸后捕集阱于  $250 \text{ }^{\circ}\text{C}$  焙烤  $6 \text{ min}$ 。

1.2.2 气相色谱条件 DM-5MS 毛细管柱( $30 \text{ m} \times 0.25 \text{ mm} \times 0.25 \text{ } \mu\text{m}$ ,美国 Agilent 公司);程序升温:起始温度为  $60 \text{ }^{\circ}\text{C}$ ,保持  $2 \text{ min}$ ,以  $10 \text{ }^{\circ}\text{C} \cdot \text{min}^{-1}$  升至  $240 \text{ }^{\circ}\text{C}$ ,保持  $2 \text{ min}$ ;进样口温度为  $280 \text{ }^{\circ}\text{C}$ ,分流进样,分流比为  $10:1$ ;载气为高纯氮气,流速为  $1 \text{ mL} \cdot \text{min}^{-1}$ 。

1.2.3 质谱条件 电离方式为电子轰击(EI),  $70 \text{ eV}$ ;质谱扫描范围为  $50 \sim 700 \text{ amu}$ ;传输线温度为  $280 \text{ }^{\circ}\text{C}$ ,离子源温度为  $230 \text{ }^{\circ}\text{C}$ ,四极杆温度为  $150 \text{ }^{\circ}\text{C}$ 。采用单离子检测模式(SIM),9 种化合物的保留时间和特征离子如表 1 所示。

## 2 结果与讨论

### 2.1 色谱-质谱条件的优化

2.1.1 升温程序的优化 程序升温用以改善样品的分离度,本实验根据 9 种全氟碘烷类化合物的性质,

将升温程序设定为起始温度为 60 °C, 保持 2 min, 以 10 °C · min<sup>-1</sup> 升至 300 °C, 保持 2 min。在此升温程序下, PFODiI 出峰最晚(出峰时间约 17 min), 出峰温度约为 210 °C。为保证目标物出峰完全并缩短分析时间, 将升温程序设为起始温度为 60 °C, 保持 2 min, 以 10 °C · min<sup>-1</sup> 升至 240 °C, 保持 2 min。在此升温程序下, 9 种目标化合物的总离子流图见图 1。如图所示, 9 种全氟碘烷类化合物可实现基线分离, 且所用分析时间较短。

**2.1.2 进样口温度的优化** 进样口温度直接影响全氟碘烷类化合物的热稳定性和热解吸效率。因此, 实验考察了 9 种全氟碘烷类化合物在进样口温度分别为 150、200、240、280 °C 时的热稳定性, 重复进样 7 次。结果显示, 当进样口温度分别为 240 °C 和 280 °C 时未发生明显降解, 而当进样口温度为 150 °C 和 200 °C 时, 全氟碘烷类化合物由于未充分气化而使得平均回收率为 65%~85%, 为保证目标物在进样口全部气化且不发生降解, 本实验将进样口温度设为 280 °C。

## 2.2 吹扫捕集条件的优化

**2.2.1 捕集管的选择** 常用的捕集管填充材料有硅胶、Tenax 和碳分子筛等。结合全氟碘烷类化合物的挥发性和极性, 以“1.1”方法配制的标准储备液为样品, 在“1.2”实验条件下, 考察了 1#(Tenax)、9#(Tenax/硅胶)、10#(Tenax/硅胶/碳分子筛)和 Vocarb3000(碳分子筛) 4 种捕集管对 9 种全氟碘烷类化合物的富集特性, 每个捕集管测定 7 个平行样(图 2)。由图可见, 9 种化合物在 Vocarb3000 捕集管上的富集效果最优, 平均回收率接近 100%, 因此实验选择 Vocarb3000 捕集管。

**2.2.2 吹扫温度的选择** 适当的吹扫温度能促进待测物向捕集管中的迁移, 从而实现待测物在捕集管上的快速分配动力学平衡; 但过高的温度易引起待测物在捕集管上的解吸附, 从而影响捕集管对待测物的吸附效率。将“1.1”中配制的标准储备液分别在 20、30、40、50、60 °C 吹扫温度下测定 7 个平行样, 结果显示, 当吹扫温度由 20 °C 升至 40 °C 时, 9 种目标物的平均回收率缓慢增加。说明升高吹扫温度可促进 PFIs 从水中解离。而当温度由 40 °C 升至 60 °C 时, 目标物的平均回收率逐渐降低, 说明过高的温度可能导致待测物在纤维涂层上解吸附, 降低了碳分子筛对 PFIs 的吸附效果。故本实验选择 40 °C 为最佳吹扫温度。

**2.2.3 吹扫时间的选择** 吹扫时间是待测物在捕集管中吸附和动力学分析的关键因素。本研究采用“1.1”中配制的标准储备液, 考察了不同吹扫时间(5、10、15、20、25、30 min)对目标物提取效果的影响, 测定 7 个平行样。结果表明, 9 种目标物的平均回收率随着吹扫时间的增加而增大, 但吹扫时间超过 25 min 后, 9 种目标物的平均回收率几乎不再增加, 各 PFIs 能够在捕集管上实现萃取平衡。因此选择最佳吹扫时间为 25 min。

**2.2.4 解吸温度的选择** 解吸温度会影响全氟碘烷类化合物的热稳定性和热解吸效率。因此, 本实验采用“1.1”中配制的标准储备液考察了不同解吸温度(150、200、220、240、250 °C)对待测物解吸效果的影响, 测定 7 个平行样。结果显示, 当解吸温度由 150 °C 升至 240 °C 时, 9 种全氟碘烷类化合物的平均回收率逐渐升高, 温度继续上升至 250 °C 时, 平均回收率无明显变化。因此, 本实验的解吸温度设为 240 °C。

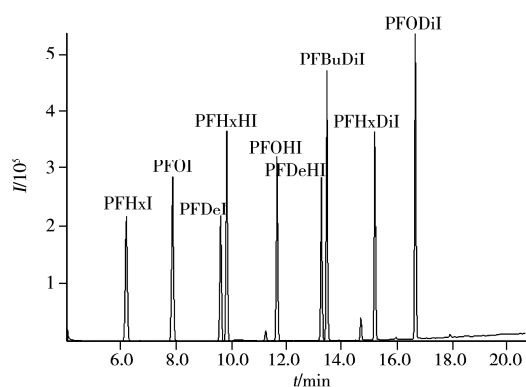


图 1 PFIs 的总离子流图

Fig. 1 TIC chromatogram of PFIs  
concentrations of PFDeI and PFDeHI were 50  $\mu\text{g} \cdot \text{L}^{-1}$ ,  
other PFIs were 30  $\mu\text{g} \cdot \text{L}^{-1}$

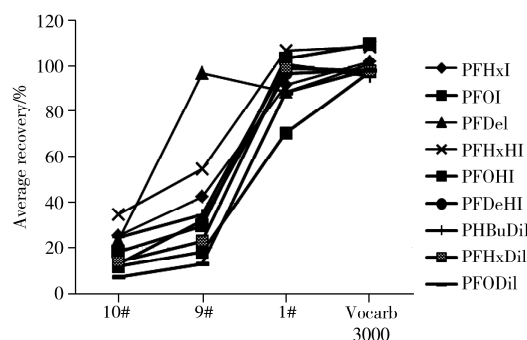


图 2 捕集管对提取效率的影响

Fig. 2 Effect of traps on the extraction efficiency

**2.2.5 解吸时间的选择** 考察了解吸时间(0.5、1、2、3、4 min)的影响,加标浓度同“1.1”所述,在各解吸时间下平均测定 7 个平行样。结果表明,解吸时间从 0.5 min 增至 2 min,解吸时间越长脱附越完全;而解吸时间大于 2 min 后,平均回收率逐渐降低。为得到良好的峰形和较优的回收率,将解吸时间设为 2 min。

**2.2.6 盐效应的影响** 溶液盐度是吹扫捕集技术在污染物分析中的关键因素。溶液盐度反映了溶液的离子强度并影响待测物在溶液中的溶解度,从而改变待测物在捕集管上的吸附平衡。考察了溶液中 NaCl 浓度对 9 种 PFIs 回收率的影响,在 40 mL 样品瓶中加入“1.1”中配制的标准储备液,分别加入 0、2、5、10、15 mg · L<sup>-1</sup> 的 NaCl 以提高溶液离子强度,测定 7 个平行样。结果表明随着溶液离子强度的增加,PFIs 的平均回收率呈下降趋势,说明 PFIs 在溶液中的溶解度逐渐降低,不利于在捕集管中富集。因此,本实验选择不加盐。

## 2.3 方法评价

**2.3.1 线性关系与检出限** 吸取 9 种 PFIs 标准储备液(100 mg · L<sup>-1</sup>),用纯水定容,配制成混合标准工作液,其质量浓度分别为 0.1、1、5、15、30、50、100 μg · L<sup>-1</sup>。按照“1.2”仪器参数分别测定 9 种 PFIs,以峰面积(*y*)对质量浓度(*x*, μg/L)进行线性回归。9 种全氟碘烷化合物的保留时间、特征离子、线性方程、相关系数(*r*<sup>2</sup>)、检出限及定量下限见表 1。9 种 PFIs 在 0.1~100 μg · L<sup>-1</sup> 范围内呈良好的线性关系,相关系数(*r*<sup>2</sup>)不小于 0.996,检出限(LOD, *S/N* = 3)为 5.6~15 ng · L<sup>-1</sup>,定量下限(LOQ, *S/N* = 10)为 17~36 ng · L<sup>-1</sup>。

表 1 9 种化合物的保留时间、特征离子、线性方程、相关系数(*r*<sup>2</sup>)、检出限及定量下限

Table 1 Retention times, selected ions, calibration curves, correlation coefficients(*r*<sup>2</sup>), limits of detection(LODs) and limits of quantitation(LOQs) of 9 PFIs

Compound	Retention time (min)	Selected ion ( <i>m/z</i> )	Standard curve	<i>r</i> <sup>2</sup>	LOD (ng · L <sup>-1</sup> )	LOQ (ng · L <sup>-1</sup> )
PFHxI	6.339	319 <sup>*</sup> , 446, 119	<i>y</i> = 420 864 <i>x</i> - 974 249	0.999	13	35
PFOI	7.983	419 <sup>*</sup> , 546, 131	<i>y</i> = 373 499 <i>x</i> + 309 663	0.999	5.9	20
PFDeI	9.688	131 <sup>*</sup> , 519, 431	<i>y</i> = 114 510 <i>x</i> - 6 344	0.996	12	33
PFHxHI	9.907	374 <sup>*</sup> , 227, 141	<i>y</i> = 165 660 <i>x</i> + 78 574	0.999	7.8	25
PFOHI	11.709	474 <sup>*</sup> , 327, 141	<i>y</i> = 309 914 <i>x</i> - 585 484	0.999	15	36
PFDeHI	13.304	427 <sup>*</sup> , 574, 141	<i>y</i> = 136 340 <i>x</i> + 73 229	0.999	9.6	32
PHBuDiI	13.499	327 <sup>*</sup> , 454, 177	<i>y</i> = 402 077 <i>x</i> + 30 548	0.999	5.6	17
PFHxDiI	15.228	427 <sup>*</sup> , 177, 554	<i>y</i> = 251 765 <i>x</i> - 377 940	0.998	11	32
PFODiI	16.689	527 <sup>*</sup> , 177, 381	<i>y</i> = 248 051 <i>x</i> + 18 824	0.999	6.3	22

\* quantitative ion

**2.3.2 回收率与相对标准偏差** 在空白水样中分别加入一定量的混合标准溶液振荡摇匀,做基质加标实验,加标水平分别为 0.1、5、50 μg · L<sup>-1</sup>,平行测定 7 次。9 种 PFIs 的回收率为 75.7%~118%,相对标准偏差(RSD)为 2.2%~8.3%(表 2),均符合检测要求。此外,高链长全氟碘烷同系物的回收率呈上升趋势,这是由于当全氟碘烷类化合物同系物的链长增加时,其疏水性相应增加,在水中的溶解度降低,因而更易从水中被吹扫而在捕集管中捕集浓缩。

表 2 9 种化合物的回收率及相对标准偏差(*n* = 7)

Table 2 Recoveries and relative standard deviations(RSDs) of 9 PFIs(*n* = 7)

Compound	Spiked 0.1 μg · L <sup>-1</sup>		Spiked 5 μg · L <sup>-1</sup>		Spiked 50 μg · L <sup>-1</sup>	
	Average recovery(%)	RSD(%)	Average recovery(%)	RSD(%)	Average recovery(%)	RSD(%)
PFHxI	75.7	7.8	82.4	5.0	84.3	2.4
PFOI	90.6	8.0	97.4	4.9	99.3	4.7
PFDeI	97.8	7.6	112	4.8	118	5.7
PFHxHI	87.1	8.3	89.7	3.3	85.6	3.6
PFOHI	89.4	7.4	88.4	5.0	90.2	2.4
PFDeHI	103	6.0	104	3.0	102	3.6
PHBuDiI	80.8	7.0	92.3	4.0	89.5	3.8
PFHxDiI	89.2	8.2	96.7	4.9	102	2.2
PFODiI	98.6	7.4	105	4.0	104	3.0

**2.3.3 方法对比** 将本方法与文献方法的检测结果进行比较, 结果见表 3。由表可知, 本方法测定的化合物种类较多, 回收率与固相微萃取及固相萃取法相当, 检出限与固相萃取法相当, 比固相微萃取法约低 1 个数量级。吹扫捕集克服了固相微萃取法和固相萃取法存在的易交叉污染、成本高、操作时间长等缺点, 且无需有机溶剂, 不造成二次污染, 全自动运行, 大大节省了人力和时间。

表 3 与文献中其它分析方法的比较

Table 3 Performance comparison with other methods in the references

PFIs compounds	Sample	Analytical method	Recovery (%)	LOD ( $\text{ng} \cdot \text{L}^{-1}$ )	Reference
PFHxI, PFOI	tap water, surface water	(HS) - SPME/GC - MS	76 ~ 116	100	[10]
PFHxI, PFOI	waste water	HLB <sup>TM</sup> PE/GC - MS	86 ~ 100	10	[17]
9 PFIs	waste water, drink water	P&T/GC - MS	75.7 ~ 118	5.6 ~ 15	This method

## 2.4 方法的应用

于 2017 年 12 月, 分别采集辽宁省某氟化工厂污水处理设施入口水样(Waste water 1)、污水处理设施出口水样(Waste water 2)和饮用水水样(Drink water), 加盖密封冷藏保存于冰箱(约 4 °C)中。在优化条件下测定, 水体中 9 种全氟碘烷类化合物的检测结果列于表 4。由表 4 可知, 9 种 PFIs 在未经污水处理设备净化的水样中均有检出, PFOI 的浓度远高于其它全氟单碘烷类化合物, 说明采样区域的污水中全氟单碘烷类化合物以 PFOI 为主, 且 PFOI 可能是全氟单碘烷工艺生产过程中的主要同系物。经污水处理设备净化的水样中全氟单碘烷类化合物的浓度显著降低, 且 PFHxHI、PHBuDiI、PFHxDiI 和 PFODiI 未检出, 可见污水处理设备的净化效果良好。在当地饮用水的水样中, 9 种 PFIs 均未检出, 说明未受到氟化工厂的污染。污水处理设备出入口水样中 9 种 PFIs 的色谱图见图 3。

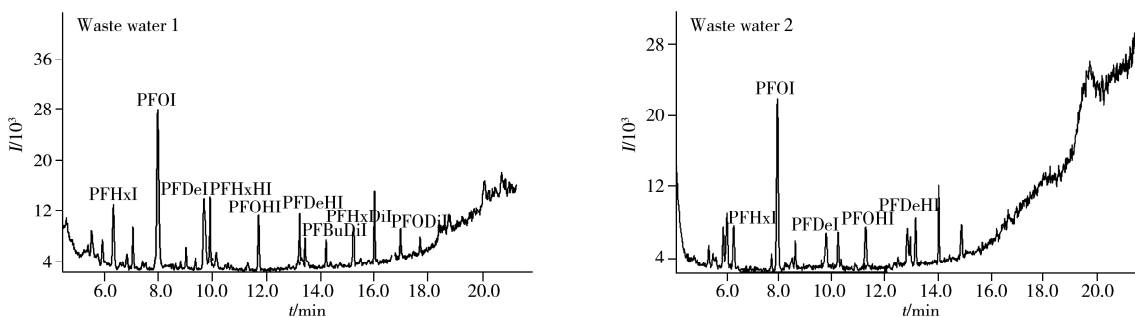


图 3 实际水样中 9 种 PFIs 的色谱图

Fig. 3 TIC chromatograms of nine PFIs in waters

表 4 水中 9 种全氟碘烷类化合物的含量

Table 4 Concentrations of nine polyfluorinated iodine alkanes in water

Samples	PFHxI	PFOI	PFDeI	PFHxHI	PFOHI	PFDeHI	PHBuDiI	PFHxDiI	PFODiI
Waste water 1	73.4	469	109	63.7	97.8	126	21.3	59.4	26.7
Waste water 2	40.9	96	38.9	- *	36.7	56.9	-	-	-
Drink water	-	-	-	-	-	-	-	-	-

\* no detected

## 3 结 论

本实验首次建立了吹扫捕集与气相色谱-质谱联用对水中 9 种 PFIs 进行定量的分析方法, 方法具有较高的准确性和重现性。9 种 PFIs 的检出限为 5.6 ~ 15  $\text{ng} \cdot \text{L}^{-1}$ , 回收率为 75.7% ~ 118%, RSD 为 2.2% ~ 8.3%。对 9 种 PFIs 在典型氟工业污染水域环境介质中的分布进行初步研究, 为全氟碘烷类化合物的环境行为提供了有效的技术支持。

### 参考文献:

- [1] Yao Y M, Zhao Y Y, Sun H W, Chang S, Zhu L Y, Alder A C, Kannan K. *Environ. Sci. Technol.*, **2018**, 52(5): 3156 - 3166.
- [2] Zhao S Y, Zhu L Y, Liu L, Liu Z T, Zhang Y H. *Environ. Pollut.*, **2013**, 179: 45 - 52.

- [3] Jin H B, Zhang Y F, Zhu L Y, Martin J W. *Environ. Sci. Technol.*, **2015**, 49(8): 4946–4954.
- [4] McCleaf P, Englund S, Östlund A, Lindegren K, Wiberg K, Ahrens L. *Water Res.*, **2017**, 120: 77–87.
- [5] Gebbink W A, van Asseldonk L, van Leeuwen S P J. *Environ. Sci. Technol.*, **2017**, 51(19): 11057–11065.
- [6] Lee S, Kim S, Park J, Kim H J, Choi G, Choi S, Kim S, Kim S Y, Kim S, Choi K, Moon H B. *Sci. Total Environ.*, **2018**, 612: 286–292.
- [7] Poothong S, Thomsen C, Padilla – Sanchez J A, Papadopoulou E, Haug L S. *Environ. Sci. Technol.*, **2017**, 51(22): 13388–13396.
- [8] Young C J, Hurley M D, Wallington T J, Mabury S A. *J. Phys. Chem. A*, **2008**, 112(51): 13542–13548.
- [9] Dinglasan M J A, Ye Y, Edwards E A, Mabury S A. *Environ. Sci. Technol.*, **2004**, 38(10): 2857–2864.
- [10] Bach C, Boiteux V, Hemard J, Colin A, Rosin C, Munoz J F, Dauchy X. *J. Chromatogr. A*, **2016**, 1448: 98–106.
- [11] Wang C, Wang T, Liu W, Ruan T, Zhou Q F, Liu J Y, Zhang A Q, Zhao B, Jiang G B. *Environ. Health Perspect.*, **2012**, 120(1): 119–125.
- [12] Song W T, Liu Q S, Sun Z D, Yang X X, Zhou Q F, Jiang G B. *Environ. Pollut.*, **2018**, 239: 300–307.
- [13] Wang C, Ruan T, Liu J, He B, Zhou Q F, Jiang G B. *Chem. Res. Toxicol.*, **2015**, 28(5): 848–854.
- [14] Ruan T, Wang Y W, Wang T, Zhang Q H, Ding L, Liu J, Wang C, Qu G B, Jiang G B. *Environ. Sci. Technol.*, **2010**, 44(15): 5755–5761.
- [15] Chu S G, Wang J, Leong G, Woodward L A, Letcher R J, Li Q X. *Chemosphere*, **2015**, 138: 60–66.
- [16] Li J X, Sun M Y, Hu X Y, Wu X Q, Chang Q Y, Fan C L. *J. Instrum. Anal.* (李建勋, 孙梦园, 胡雪艳, 吴兴强, 常巧英, 范春林. 分析测试学报), **2017**, 36(11): 1339–1345.
- [17] Dimzon I K, Westerveld J, Gremmel C, Frömel T, Knepper T P, de Voogt P. *Anal. Bioanal. Chem.*, **2017**, 409(5): 1395–1404.

## 工信部发布 215 项机械、石化、建材等行业标准公示

10月25日,工业和信息化部科技司发布215项机械、航空、船舶、化工、石化、冶金、建材、有色行业标准报批公示,为以上215项行业标准批准发布之前,进一步听取社会各界意见;公示截止日期为2018年11月25日。公示的215项标准分别为:19项航空行业标准,19项船舶行业标准,4项化工行业标准,117项机械行业标准,9项石化行业标准,14项冶金行业标准,31项建材行业标准,2项有色行业标准。

117项机械行业标准中,包含加工中心、磨床、轴套等机械设备和部件的精度检验、技术条件、可靠性试验、性能试验等各项参数及其试验方法。

4项化工行业标准分别为:热塑性聚氨酯(TPU)颗粒料、聚对苯二甲酸丁二酯(PBT)树脂、家用和类似用途电气装置用阻燃聚碳酸酯专用料、木质素磺酸盐系水煤浆分散剂的要求、试验方法和检验规则等。

9项石化行业标准中,《塑料热塑性聚酯中锑含量的测定》规定了采取电感耦合等离子体发射光谱法和石墨炉原子吸收分光光度法测定热塑性聚酯产品中的总锑含量;《合成橡胶胶乳机械稳定性的测定 第1部分:高速法》规定了测定合成橡胶胶乳高速机械稳定性的一种方法。

31项建材行业标准中,包含氧化铝陶瓷、彩色氧化锆陶瓷、水溶性聚乙烯醇建筑胶粘剂等24项材料的技术要求、试验方法、检验规则等方面内容。此外,《陶瓷砖硬度试验方法》规定了陶瓷砖压痕硬度和维氏硬度试验法的术语和定义、试验原理、试验环境、仪器设备、试样、试验过程、结果计算和试验报告;《非氧化物精细陶瓷抗氧化性测试方法》规定了非氧化物精细陶瓷抗氧化性试验方法的术语和定义、试验设备、试样、实验步骤、计算和试验报告。

(信息来源:仪器信息网)