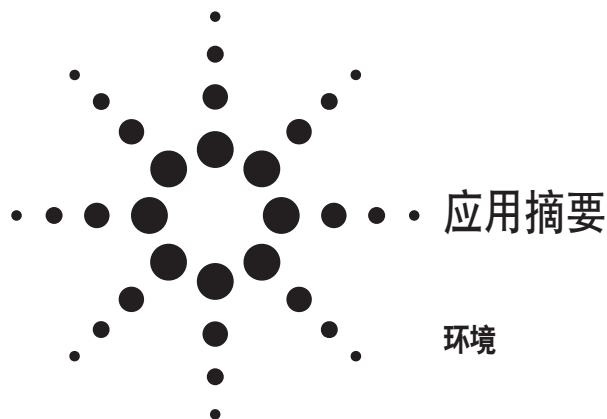


LC/MS/MS法定量分析全氟辛酸



作者

Sheher Mohsin
安捷伦科技公司，
10 N. Martingale Rd., Suite 550
Schaumburg, IL 60173-2292
USA

Michael Zumwalt
安捷伦科技公司，
9780 S Meridian Blvd., MS 1-1E
Englewood, CO 80112-5910
USA

摘要

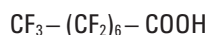
建立了用Agilent 6410三重串联四极杆质谱仪(QQQ)分析全氟辛酸(PFOA)的方法。在一根快速分离高通量C18柱（粒径1.8 μm）上，用含有10 mM醋酸铵的水和甲醇为流动相，进行简单的等度洗脱，PFOA的保留时间仅为2.3分钟。在从9 fg/μL到150 pg/μL 4个数量级的范围内呈良好的线性，9 fg/μL浓度水平上的峰面积重现性好，RSD为5.5%，该浓度下的平均信噪比(S/N)为7.2。相当于检测地表水提取物所需要的灵敏度。

引言

全氟辛酸(PFOA)是合成的化学物质，不是天然存在的。各公司使用PFOA制造含氟聚合物，这些聚合物是极具应用价值的物质，具有阻燃、抗油、防污、防油脂等特点。毒理学研究表明，接触PFOA可引发生殖/发育毒性、肝损伤，并可能致癌。PFOA在环境中长期存在，已经发现在环境和普通美国人群的血液中都有低水平含量的PFOA。EPA近期研究表明，需要加强测试和监测PFOA的量。欧盟要求饮用水中PFOA < 100 ppt。

在本研究中，测定了浓度范围从9 fg/μL到150 pg/μL的PFOA标准溶液，校正曲线的线性相关系数为 $R^2 > 0.997$ 。到1,500 pg/μL浓度水平时不再呈线性。9 fg/μL浓度连续进样6次测定重复性。最低浓度下根据所测的峰面积计算得到的RSD为5.5%。进样体积为10 μL，因此这一最低浓度的进样量仅为90 fg。

PFOA的结构式如下所示：



该分子为羧酸，电喷雾电离(ESI)负离子模式应有较高的灵敏度。



Agilent Technologies

实验部分

样品制备

PFOA母液浓度为1,500 ng/ μ L。用甲醇稀释成0.009、0.015、0.15、0.45、0.75、1.5、15.0、150和1,500 pg/ μ L一系列浓度。

LC/MS 方法

LC条件

Agilent 1100 系列二元泵、脱气机、多孔板进样器和柱温箱。

色谱柱: Agilent ZORBAX Eclipse Plus RRHT C18,
2.1 mm $\times$ 100 mm, 1.8 μ m (部件号 959764-902)

柱温: 40 $^{\circ}$ C

流动相: A = 10 mM 醋酸铵水溶液,
B = 10 mM 醋酸铵溶于80:20甲醇/水

流速: 0.3 mL/min

进样量: 10 μ L

等度: 85% B

停止时间: 3 分钟

针头清洗: 75:25 甲醇/水; 冲洗10 秒

MS条件

离子化模式: Agilent G1948B离子源, ESI负离子模式

雾化器: 35 psig

干燥气流速: 10 L/min

干燥气温度: 300 $^{\circ}$ C

V_{cap} : 4,000 V

分辨率 (FWHM): Q1 = 0.7 amu; Q2 = 0.7 amu

MRM transition: m/z 413.0 > 369.0

碰撞诱导解离电压: 67 V

碰撞能量: 3 V

驻留时间: 200 msec

结果与讨论

图1是校正曲线。最低测定浓度(9 fg/ μ L)重复进样9次。15 fg/ μ L浓度也重复进样9次。如图2所示, 浓度为9 fg/ μ L时, 峰面积重复性为5.5% RSD。定义1到1.5分钟内为噪音, 该浓度下的信噪比为7.2。

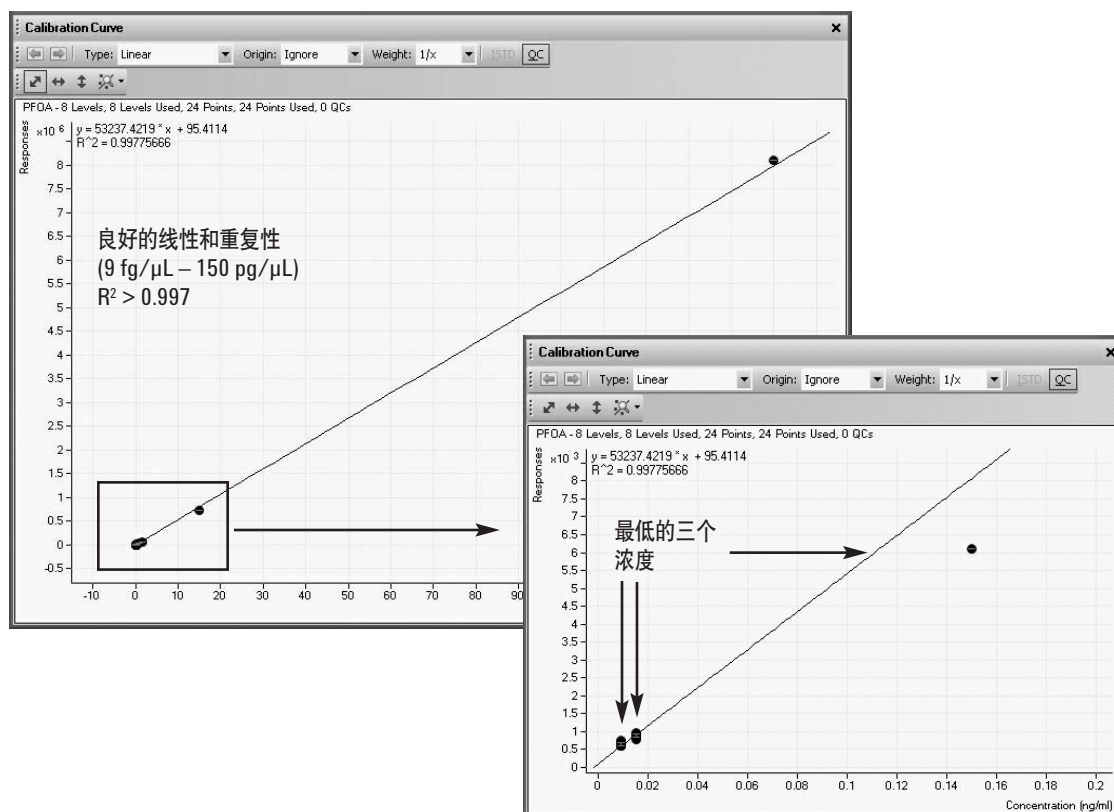


图 1. PFOA的校正曲线。在最低的三个浓度重复进样, 分别是9 fg/ μ L和15 fg/ μ L各9次, 150 fg/ μ L一次进样

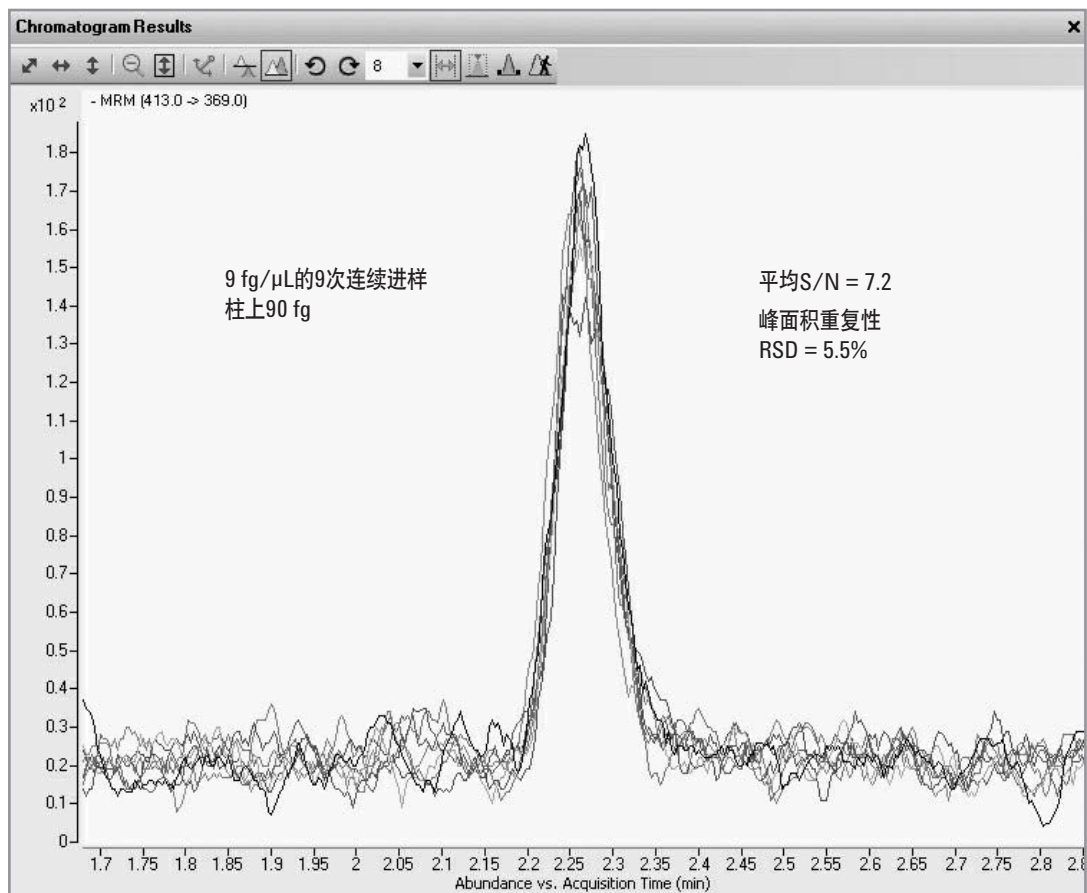


图2. 在最低测定浓度下具有良好的灵敏度和重复性

将1,500 pg/μL浓度添加到校正曲线中，就会看到图3中的结果，需要对数据进行2次曲线拟合。但可以看出，其相关系数良好 $R^2 > 0.99999$ 。

结论

全氟辛酸化合物对负离子电喷雾电离模式非常敏感。标准液在9 fg/μL到150 pg/μL范围内显示了非常好的线性，相当于柱上进样量在90 fg到1.5 ng之间。在9 fg/μL测定的最低浓度下峰面积的重复性为5.5% RSD，这个浓度下连续进样的平均信噪比为7.2。可以看出1,500 pg/μL，或柱上15 ng时出现信号饱和。由于饮用水是比较干净的基质，预计测定实际样品时也能达到类似的灵敏度。

更多信息

如需了解本公司产品和服务的更多信息，请访问本公司网站 www.agilent.com/chem/cn。

如果需要进一步了解本应用简报中的信息，请与安捷伦科技公司的 Michael Zumwalt 联系。

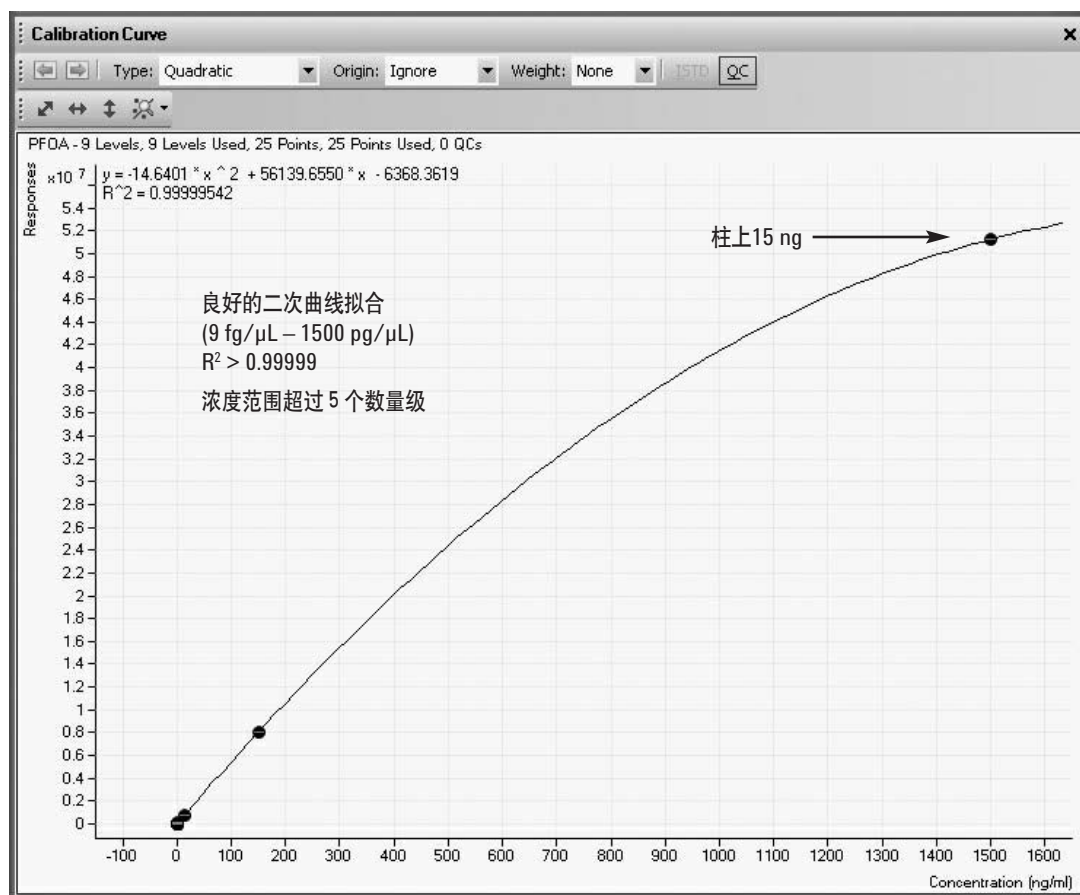


图3. 增加到1500 pg/μL 浓度水平（或柱上15 ng）时出现饱和

安捷伦对本材料中的错误，以及与设备、性能或本品的使用相关的意外伤害或由此造成的损坏不承担任何责任。

本文中的信息，说明和指标，如有变更，恕不另行通知。

© 安捷伦科技有限公司，2007

2007 年 4 月中国印刷
 5989-6577CHCN



Agilent Technologies