

水中全氟/多氟烷基化合物 (PFAS) 的分析



Agilent Ultivo 三重四极杆 LC/MS 系统



图 1. 集成到 Agilent 1290 Infinity II 液相色谱仪中的 Agilent Ultivo 三重四极杆 LC/MS 系统

前言

全氟/多氟烷基化合物 (PFAS) 具有非常实用的特性，因此广泛应用于制造业和工业领域。它们被用作表面活性剂、阻燃剂、不粘炊具涂层及其他应用。这些物质具有独特的性质，因此在环境中几乎无处不在。

美国国家环境保护局 (USEPA) 规定两种 PFAS（全氟辛酸 (PFOA) 和全氟辛烷磺酸 (PFOS)）的饮用水健康警告值为 70 ng/L。美国的几个州也规定了饮用水中 20-400 ng/L 范围内的 PFAS 的公共健康指导值。

本研究介绍了一种对饮用水中 17 种 PFAS（包括 USEPA 方法 537 中的全部 14 种）进行高灵敏度定量分析的方法。使用 Agilent Ultivo 三重四极杆 LC/MS 系统在单次运行中进行分析。

Ultivo 采用的创新技术有助于减小其总体占用面积，同时保持与许多大型质谱系统相当的性能水平。Ultivo 采用的多项创新不仅最大程度提高了小体积仪器的定量性能，而且增强了仪器可靠性和稳定性，从而提供更长的正常运行时间。此外，Ultivo 减少了用户对系统维护的干预，使非专业质谱用户能够从容应对系统运行和维护。

如需了解更多信息，请访问：

www.agilent.com/chem/Ultivo



Agilent Technologies

实验部分

样品前处理

使用 Agilent SampliQ 弱阴离子交换 (WAX) 柱对水样 (250 mL) 进行萃取。萃取条件类似于 EPA 方法 537 的条件，最终萃取液溶于 96/4 (v/v) 甲醇 (MeOH)/水中。

三重四极杆液质联用系统仪器条件

表 1. Agilent 1290 Infinity II 液相色谱仪参数

参数	值
延迟柱	Agilent ZORBAX Eclipse Plus C18, 4.6 × 50 mm, 3.5 μm
分析柱	Agilent ZORBAX Eclipse Plus C18, 3.0 × 50 mm, 1.8 μm
进样量	5 μL
柱温	50 °C
流速	0.4 mL/min
流动相	A) 5 mM 乙酸铵水溶液 B) 5 mM 乙酸铵的 95% 甲醇溶液
运行时间	19.0 min

表 2. 17 种 PFAS 的 MRM 离子对和 RT

化合物	母离子	子离子 (次要离子对)	RT (min)
PFBA	213	168.9	3.88
PFPeA	263	218.9	6.52
PFBS	289.9	98.9 (80)	7.06
PFHxA	313	268.9 (119)	8.52
PFHpA	362.9	319 (169)	9.90
PFHxS	398.9	99 (80)	10.07
PFOA	413	369 (169)	11.05
PFNA	463	419 (169)	11.95
PFOS	498.9	99 (80)	11.95
PFDA	513	469 (218.7)	12.71
PFUdA	563	519 (218.7)	13.37
N-MeFOSAA	570	482.9 (418.9)	13.04
N-EtFOSAA	584	525.9 (418.9)	13.38
PFDS	598.9	99 (80)	13.32
PFDaA	613	569 (268.9)	13.93
PFTTrDA	663	619 (169)	14.40
PFTeDA	713	669 (169)	14.82

表 3. 液相色谱梯度条件

时间 (min)	%B
0.0	10
0.5	10
2.0	30
14.0	95
14.5	100

表 4. Agilent Ultivo 三重四极杆 LC/MS 系统条件

参数	值
干燥气温度	230 °C
气体流速	5 L/min
鞘气温度	350 °C
鞘气流速	12 L/min
雾化器压力	45 psi
毛细管电压	2500 V
喷嘴电压	0 V
离子化	负离子模式, ESI

结果与讨论

仪器性能

利用 Ultivo LC/TQ 使水中的所有 PFAS 均获得了优异的峰形和灵敏的检测结果。

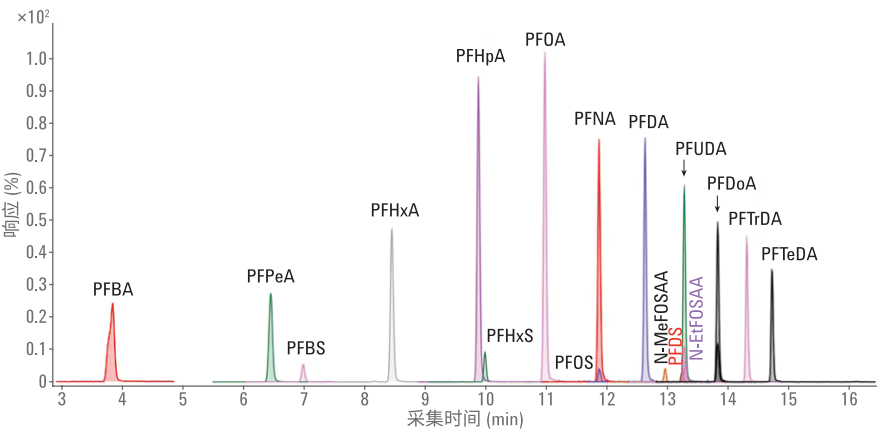


图 2. 利用三重四极杆液质联用系统分析得到的浓度为 1.0 ng/mL 的 17 种 PFAS 的色谱图

线性和灵敏度

碳链长度为 4-14 的所有 17 种 PFAS 获得了线性校准曲线, $R^2 > 0.99$ 。使用浓度分别为 0.1、0.5、1.0、2.5、5.0、10 和 20 ng/mL 的七点校准曲线对所有水样进行定量分析。

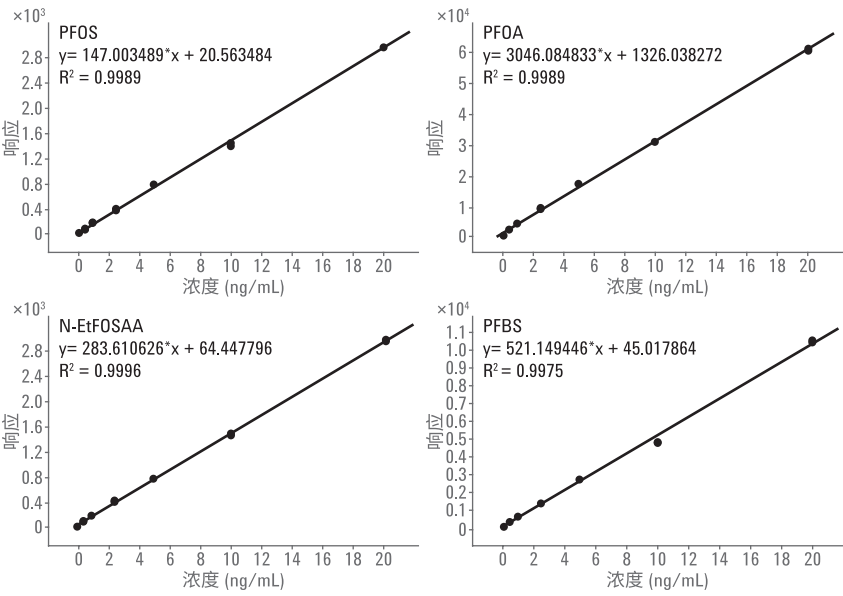


图 3. PFOS、PFOA、N-Et FOSAA 和 PFBS 的校准曲线

精密度

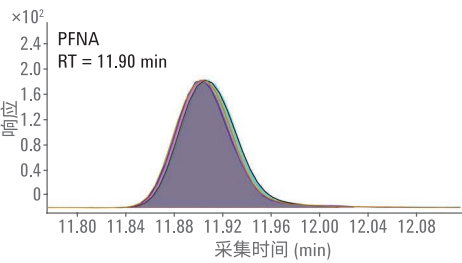


图 4. 将 1 ng/mL 样品重复进样五次得到的 PFNA 峰形和保留时间稳定性

表 5. 水样萃取物中后加标浓度为 1 µg/L 的 17 种 (n = 5) 的精密度 (以 %RSD 表示)

化合物	%RSD	化合物	%RSD
PFBA	0.28	PFOS	5.30
PFPeA	1.69	PFDA	1.62
PFBS	4.49	N-MeFOSAA	1.77
PFHxA	0.51	PFUdA	2.93
PFHpA	3.99	N-EtFOSAA	4.56
PFHxS	4.72	PFDoA	2.43
PFOA	1.39	PFTeDA	4.89
PFNA	0.98	PFTrDA	5.08

1 µg/L 的后加标浓度相当于原始水样中的 4 ng/L

回收率和 %RSD

图 5 示出后加标至饮用水萃取物的 1 µg/L (相当于水中浓度 4 ng/L) 和 5 µg/L (相当于水中浓度 20 ng/L) 的 17 种 PFAS 的回收率。两种加标浓度下的总体回收率处于 70%-125% 之间。加标浓度为 1 µg/L 和 5 µg/L 的所有化合物的相对标准偏差 (RSD) 为 0.3%-10.8%。

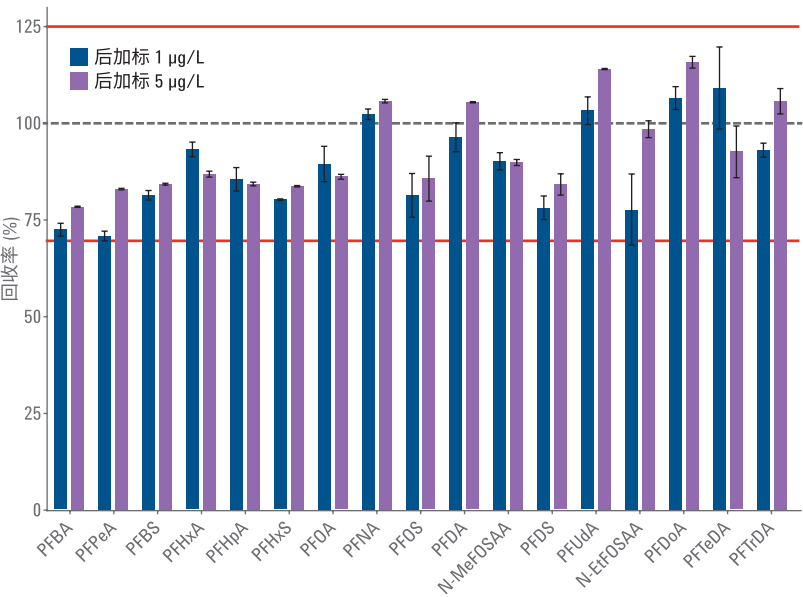


图 5. 对后加标至水样萃取物中的 1 ng/mL 和 5 ng/mL 的 PFAS 评估得到的回收率和 %RSD

分析实际水样

使用本文所述的萃取和分析技术对取自美国西北部的最终饮用水样中的 17 种 PFAS 进行分析。图 6 示出两个样品中存在的 PFOS 和 PFOA 以低 ng/L 级浓度被检出，同时示出了定量离子。Ultivo 能够检测存在的这些低浓度 PFAS，在水样分析中表现出良好的灵敏度和稳定性。

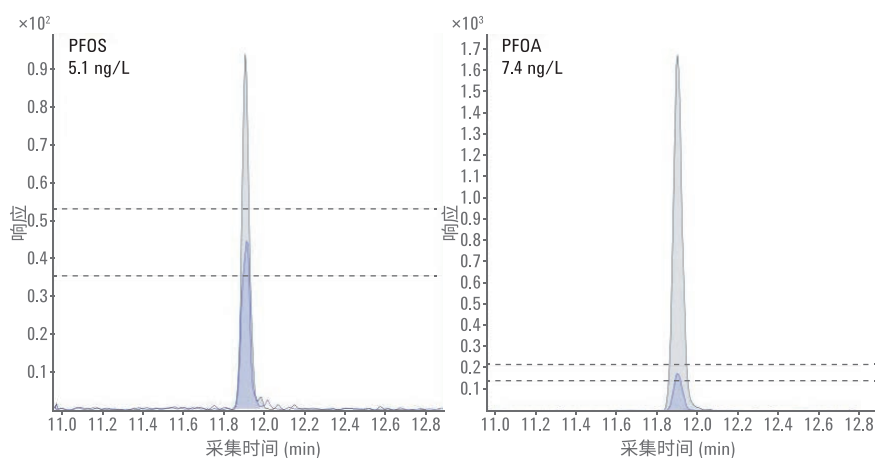


图 6. 使用 Agilent Ultivo LC/TO 在最终饮用水样中检出的低 ng/L 级 PFOS 和 PFOA 的定性离子和定量离子叠加图

结论

Agilent Ultivo 三重四极杆 LC/MS 系统能够对水中的 PFAS 进行灵敏、可靠而稳定的定量分析，包括：

- 以较小的占用面积为 PFAS 分析提供了优异的灵敏度
- 利用创新技术获得良好的回收率和较低的 RSD
- 用于 PFAS 分析的全套工作流程和解决方案包括 Agilent 1290 Infinity II 液相色谱仪、Ultivo 三重四极杆 LC/MS 系统和 Agilent MassHunter 软件

查找当地的安捷伦客户中心：
www.agilent.com/chem/contactus-cn

免费专线：
800-820-3278, 400-820-3278 (手机用户)

联系我们：
LSCA-China_800@agilent.com

在线询价：
www.agilent.com/chem/erfq-cn

www.agilent.com
本资料中的信息、说明和指标如有变更，恕不另行通知。

© 安捷伦科技（中国）有限公司，2017
2017 年 6 月 22 日，中国出版
5991-8156CHCN
修订版 1.0



Agilent Technologies