

固相萃取-液质联用法测定水中的 32 种全氟和多氟烷基化合物 (PFAS)

作者

朱小兰
安捷伦科技（中国）有限公司

前言

由于全氟和多氟烷基化合物 (PFAS) 的广泛使用、环境持久性和生物累积趋势，它们在饮用水中的存在引起全球重点关注^[1]。因此，准确、可靠的分析方法对于促进水基质中多种 PFAS 的筛查和定量至关重要。

本文参照文献^[2]和江苏省地方标准 (DB 32/T 4004-2021)^[3]，使用安捷伦弱阴离子交换柱 (WAX) 的固相萃取 (SPE) 和 LC/MS/MS 建立了一种分析水中 32 种天然和同位素标记 PFAS 的方法。在配备无 PFC HPLC 转换工具包的 Agilent 1290 Infinity II 液相色谱系统上进行化合物分离，然后使用 Agilent 6400 系列三重四极杆液质联用系统进行分析。该方法具有良好的线性、精密度和回收率，能够满足日常监测需要。

全氟和多氟烷基化合物分析

取 200 mL 水样，经过 WAX 固相萃取小柱浓缩富集、洗脱、氮吹定容至 1 mL 后，使用配备 Agilent ZORBAX Eclipse Plus C18 色谱柱的 Agilent 6400 系列液质联用系统对目标物进行快速分析。表 1 所示为 32 种全氟和多氟烷基化合物列表；表 2 列出了实验采用的液相及质谱系统参数；图 1 所示全氟和多氟烷基化合物的叠加谱图。

表 1. 32 种全氟和多氟烷基化合物列表

化合物中文名称	英文名称	CAS	缩写
全氟丁酸	Perfluorobutanoic acid	375-22-4	PFBA
11-氯二十氟-3-氧杂十一烷-1-磺酸	11-Chloroeicosafluoro-3-oxaundecane-1-sulfonic acid	763051-92-9	11Cl-PF30UdS
1H,1H,2H,2H-全氟-1-己烷磺酸	1H.1H.2H.2H-perfluoro-1-hexanesulfonate	757124-72-4	4:2FTS
1H,1H,2H,2H-全氟-1-辛烷磺酸	1H.1H.2H.2H-perfluoro-1-octanesulfonate	27619-97-2	6:2FTS
1H,1H,2H,2H-全氟-1-癸烷磺酸	1H.1H.2H.2H-perfluoro-1-decanesulfonate	39108-34-4	8:2FTS
9-氯-3-氧杂全氟壬烷磺酸	9-Chlorohexadecafluoro-3-oxanonane-1-sulfonic acid	756426-58-1	9Cl-PF3ONS
4,8-二氧-3H-全氟辛酸	4,8-Dioxa-3H-perfluorononanoic acid	919005-14-4	ADONA
全氟-2-丙氧基丙酸	Hexafluoropropylene oxide dimer acid	13252-13-6	HFPO-DA
N-乙基全氟辛烷磺酸氨基乙酸	N-Ethylperfluorooctanesulfonamidoacetic acid	2991-50-6	NEtFOSAA
N-甲基全氟辛烷磺酸氨基乙酸	N-Methylperfluorooctanesulfonamidoacetic acid	2355-31-9	NMeFOSAA
全氟丁烷磺酸	Perfluorobutanesulfonic acid	375-73-5	PFBS
全氟癸酸	Perfluorodecanoic acid	335-76-2	PFDA
全氟十二酸	Perfluorododecanoic acid	307-55-1	PFDoDA
全氟癸烷磺酸	Perfluorodecane sulfonate	335-77-3	PFDS
全氟庚酸	Perfluoroheptanoic acid	375-85-9	PFHpA
全氟庚烷磺酸	perfluoroheptanesulfonic acid	375-85-9	PFHpS
全氟己酸	Perfluorohexanoic acid	307-24-4	PFHxA
全氟十六酸	Perfluorohexadecanoic acid	67905-19-5	PFHxDA
全氟己烷磺酸	Perfluorohexanesulfonic acid	355-46-4	PFHxS
全氟壬酸	Perfluorononanoic acid	375-95-1	PFNA
全氟壬烷磺酸	Perfluorononanesulfonic acid	68259-12-1	PFNS
全氟辛酸	Perfluorooctanoic acid	335-67-1	PFOA
全氟十八酸	Perfluoro octadecanoic acid	16517-11-6	PFODA
全氟辛烷磺酸	Perfluorooctanesulfonic acid	1763-23-1	PFOS
全氟辛基磺酰胺	Perfluorooctanesulfonamide	754-91-6	PFOSA
全氟戊酸	Perfluoropentanoic acid	2706-90-3	PFPeA
全氟戊烷磺酸	Perfluoropentanesulfonic acid	2706-91-4	PFPeS
全氟十四酸	Perfluorotetradecanoic acid	376-06-7	PFTeDA
全氟十三酸	Perfluorotridecanoic acid	72629-94-8	PFTTrDA
全氟十一酸	Perfluoroundecanoic acid	2058-94-8	PFUnDA
全氟丁基磺酰胺	Perfluoro-1-butanesulfonamide	30334-69-1	FBSA
全氟己基磺酰胺	Perfluoro-1-hexanesulfonamide	41997-13-1	FHxSA

表 2. 液相及质谱系统参数

液相系统	Agilent 1290 Infinity II 液相色谱系统
色谱柱	Agilent ZORBAX Eclipse Plus C18
流速	0.3 mL/min
柱温	40 °C
进样量	5 µL
流动相 A	10 mmol 乙酸铵的水溶液
流动相 B	乙腈
洗脱程序	梯度洗脱

质谱系统	带 AJS 离子源的三重四极杆质谱
采集模式	负
鞘气温度	350 °C
鞘气流速	12 L/min
干燥气温度	250 °C
干燥气流速	6 L/min
雾化气压力	35 psi
毛细管电压	2500 V

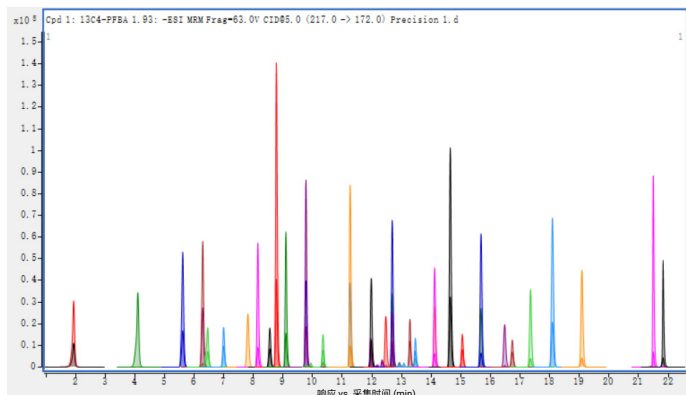


图 1. 全氟和多氟烷基化合物的叠加谱图

本文所述方法线性范围较宽，所考察的 32 种全氟和多氟烷基化合物在 0.02–100 µg/L 的浓度范围内均具有良好的线性相关性，相关系数 R^2 均大于 0.995（个别化合物，如 6:2FTS 的定量上限为 10 µg/L）。向地表水基质中分别以低、中、高三个浓度水平添加 PFAS 标准品，结果除磺酰胺类含氟化合物（FBSA、FHxSA 和 PFOSA）外，其他 29 种 PFAS 化合物的回收率均为 60%–150%，且 $RSD \leq 10\%$ ($n = 6$)，表明该方法具有良好的准确度和精密度，能够满足水中全氟和多氟烷基化合物多残留分析的要求。

参考文献

1. Coggan, L.C. et al. A Single Analytical Method for the Determination of 53 Legacy and Emerging Per- and Polyfluoroalkyl Substances (PFAS) in Aqueous Matrices. *Anal. Bioanal. Chem.* 2019, 411(16): 3507-3520
2. Hunt, K. 等. 根据 EPA 方法草案 1633 分析水样中的全氟和多氟烷基化合物 (PFAS). 安捷伦科技公司应用简报, 出版号 5994-5226ZHCN, 2022
3. DB 32/T 4004-2021 水质 17 种全氟化合物的测定 高效液相色谱串联质谱法

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



微信搜一搜

安捷伦视界

www.agilent.com

DE58777812

安捷伦对本资料可能存在的错误或由于提供、展示或使用本资料所造成的间接损失不承担任何责任。

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(中国)有限公司, 2024
2024年6月21日, 中国出版
5994-7492ZHCN

