

# 使用单一萃取方法和 Agilent 6495 三重四极杆 LC/MS 系统同时定量分析生物固体中的多类别 PFAS

## 作者

Damien Moodie, Drew Szabo, Bradley O. Clarke  
澳大利亚维多利亚州墨尔本大学  
化学学院新型污染物实验室

Tarun Anumol 和  
Matthew Giardina  
安捷伦科技有限公司

## 摘要

受全氟/多氟烷基化合物 (PFAS) 污染并施用于农业和其他土地的生物固体具有持久性和潜在毒性，在全球许多地方都受到高度关注<sup>[1]</sup>。因此，能够准确、精密地定量分析生物固体基质中痕量 PFAS 的稳定、快速分析技术对于了解其环境归宿以及对生态和公共健康的影响至关重要。本应用简报展示了使用 Agilent 1290 Infinity II 液相色谱仪与 Agilent 6495 三重四极杆 LC/MS 联用系统从生物固体中萃取和定量 9 个亚类的 44 种 PFAS 的简单、稳定流程的适用性。对传统、新型和前体 PFAS 进行了分析。通过分析在南澳大利亚、维多利亚和西澳大利亚的废水处理厂采集的 19 个生物固体样品，确定了方法对实际样品的适用性。安捷伦解决方案为实际生物固体样品提供了良好的回收率和整体适用性。

## 前言

在全球许多地区，人们将经过脱水和稳定处理的排水污泥施用于土地，以利用其类似肥料特性，并避免成本高昂的填埋或焚烧处置。然而，这种通常被称为生物固体的材料可能会受到 PFAS 的污染。PFAS 是人工合成的化合物，广泛用作表面活性剂、阻燃剂、防水剂以及不粘剂和防污剂。这些独特的性质使其能够持久、普遍地存在于环境和动物体内。已有研究表明，碳链长度大于 7 个碳原子的 PFAS 在生物体内累积的风险最高<sup>[1]</sup>。关于美国和德国在土地上施用生物固体改良剂而导致地表水和地下水源饮用水受到 PFAS 污染的报告令人高度关注<sup>[2,3]</sup>。

能够准确、精密地定量分析痕量 PFAS 的稳定、快速分析技术对于了解其环境归宿、生态影响以及对公共健康的影响至关重要。液相色谱与配备电喷雾离子源 (ESI) 的串联四极杆质谱联用系统 (LC/MS/MS) 是 PFAS 定量分析最常用的仪器技术。

本应用简报介绍了使用 Agilent 1290 Infinity II 液相色谱仪与 Agilent 6495 三重四极杆 LC/MS 联用系统从生物固体中萃取和定量 9 个不同亚类的 44 种 PFAS 的简单、稳定流程的适用性。对传统、新型和前体 PFAS 进行了分析。对安捷伦解决方案的回收率及其对实际生物固体样品的适用性进行了评估。Moodie 等人的研究表明，本文所述方法成功应用于分析从澳大利亚 19 个地点采集的 PFAS 生物固体样品，其中涵盖不同的城市、农村和工业废弃物排放和处理技术<sup>[4]</sup>。

## 实验部分

### 样品、试剂和标准品

评估中分析的化合物和使用的定量替代物列于表 1。PFAS 标准品（包括同位素标记的类似物）购自 Wellington Laboratories (Ontario, Canada)。HPLC 级和农药级乙酸购自 Honeywell Burdick & Jackson (Muskegon, MI, USA)。用于萃取和分析的 LC/MS 级甲醇购自 Merck Millipore (Bayswater, Victoria)。陶瓷均质子 (15 mL 试管, 100/包, 部件号 5982-9312)、吸附剂 C18 和 N-丙基乙二胺 (PSA) (2 mL 分散 SPE 试剂盒, 多脂样品, AOAC, 部件号 5982-5122) 来自安捷伦科技公司。

为了确定该方法对实际样品分析的适用性，在南澳大利亚、维多利亚和西澳大利亚的废水处理厂采集了 19 个生物固体样品，以代表一系列处理方法、人口规模和工业影响。

### 样品前处理

将样品均质化、冷冻干燥并细磨处理。在 50 mL 聚丙烯离心管中，向 0.5–1 g 样品中加标 25 ng 同位素标记的 PFAS，然后加入 4.65 mL 10 mmol/L 的 NaOH 甲醇溶液。然后将样品超声处理 30 分钟并振荡 12 小时过夜。用 100  $\mu$ L 冰乙酸中和萃取物，并将其置于冰上冷却。冷却后，加入 100 mg C18 和 50 mg PSA 去除干扰性化合物。将萃取物搅拌约 1 分钟并离心（在 10 °C 下以 10000 rpm 的转速离心 10 分钟）。重复执行上述流程两次。使用 0.45 mm Agilent Captiva 聚醚砜 (PES) 针头过滤器（优级 PES 0.45  $\mu$ m, 25 mm, 100/包, 部件号 5190-5099）将萃取物过滤到带 11 mm 聚丙烯卡口盖（100/包, 部件号 5182-0542）的聚丙烯色谱样品瓶（1 mL, 100/包, 部件号 5182-0567）中。针头过滤器经 LC/MS 级甲醇预冲洗。

分 12 个批次萃取实际生物固体样品，每个批次包含空白样品以及用于回收率测定的加标量为干重 (dw) 2 ng/g 的对照样品（酸洗石英砂基质）。样品进行三次重复分析。

表 1. 使用 Agilent MassHunter 优化的 MRM 参数和定量替代物\* 分析 PFAS 化合物

PFAS 组/类别	化合物	缩写	母离子 (m/z)	子离子 (m/z)	CE (V)	RT (min)	替代物
全氟羧酸 (PFCA)	全氟丁酸	PFBA	213	169	6	2.68	PFBA- <sup>13</sup> C <sub>3</sub>
	全氟戊酸	PFPeA	263	219	6	4.21	PFPeA- <sup>13</sup> C <sub>3</sub>
	全氟己酸	PFHxA	313	269 (119)	6 (22)	4.82	PFHxA- <sup>13</sup> C <sub>2</sub>
	全氟庚酸	PFHpA	363	318.9 (168.9)	6 (18)	5.45	PFOA- <sup>13</sup> C <sub>8</sub>
	全氟辛酸	PFOA	413	368.9 (169)	6 (18)	6.11	PFOA- <sup>13</sup> C <sub>8</sub>
	全氟壬酸	PFNA	463	418.9 (218.9)	10 (18)	6.79	PFDA- <sup>13</sup> C <sub>2</sub>
	全氟癸酸	PFDA	512.9	469 (268.9)	6 (18)	7.44	PFDA- <sup>13</sup> C <sub>2</sub>
	全氟十一烷酸	PFUDA	563	518.9 (268.9)	12 (16)	8.03	PFDA- <sup>13</sup> C <sub>2</sub>
	全氟十二烷酸	PFDoDA	612.9	569 (319)	14 (22)	8.56	PFDoDA- <sup>13</sup> C <sub>2</sub>
	全氟十三烷酸	PFTriDA	663	618.9 (168.9)	14 (34)	9.03	PFTeDA- <sup>13</sup> C <sub>2</sub>
	全氟十四烷酸	PFTeDA	712.9	668.9 (168.9)	10 (38)	9.42	PFTeDA- <sup>13</sup> C <sub>2</sub>
全氟磺酸 (PFSA)	全氟丁烷磺酸	PFBS	299	80 (99)	44 (36)	4.35	PFBS- <sup>13</sup> C <sub>2</sub>
	全氟戊烷磺酸	PFPeS	348.9	80 (99)	40 (36)	4.89	PFHxS- <sup>13</sup> C <sub>3</sub>
	全氟己烷磺酸	PFHxS	399	80 (99, 119)	48 (44, 44)	5.49	PFHxS- <sup>13</sup> C <sub>3</sub>
	全氟庚烷磺酸	PFHpS	449	80 (99)	50 (46)	6.15	PFOS- <sup>13</sup> C <sub>4</sub>
	全氟辛烷磺酸	PFOS	498.9	80 (99)	56 (56)	6.80	PFOS- <sup>13</sup> C <sub>4</sub>
	1-壬烷磺酸	PFNS	548.9	80 (98.9)	76 (48)	7.44	PFOS- <sup>13</sup> C <sub>4</sub>
	全氟癸烷磺酸	PFDS	598.9	80 (98.9)	60 (60)	8.01	PFOS- <sup>13</sup> C <sub>4</sub>
	全氟十二烷磺酸	PFDoDS	698.9	80 (98.9)	64 (60)	8.99	PFTeA- <sup>13</sup> C <sub>2</sub>
全氟磷酸 (PFPA)	全氟己基膦酸	PFHxPA	398.9	79	56	4.22	PFOPA-Cl
全氟烷基膦酸 (PFPIA)	双(全氟己基)膦酸	6:6 PFPIA	700.9	400.9 (63.1)	56 (60)	8.81	PFTeA- <sup>13</sup> C <sub>2</sub>
	全氟己基全氟辛基亚膦酸盐	6:8 PFPIA	800.9	400.9 (501, 63.1)	68 (64, 76)	9.51	8:2 diPAP- <sup>13</sup> C <sub>4</sub>
	双(全氟辛基)膦酸	8:8 PFPIA	900.9	500.9, (63.1)	76 (80)	10.06	8:2 diPAP- <sup>13</sup> C <sub>4</sub>
全氟醚基羧酸/磺酸 (PFEC/SA)	2,2,3-三氟-3-(1,1,2,2,3,3-六氟-3-(三氟甲氧基)丙氧基)丙酸	ADONA	377	250.9 (85)	12 (36)	5.54	PFOA- <sup>13</sup> C <sub>8</sub>
	9-氟十六氟-3-氧杂壬烷-1-磺酸酯	6:2 Cl-PFESA	530.9	350.9 (98.9, 83)	28 (28, 32)	7.19	PFOS- <sup>13</sup> C <sub>4</sub>
	11-氟二十氟-3-氧杂十一烷-1-磺酸酯	8:2 Cl-PFESA	630.9	451 (98.9, 83)	32 (32, 42)	8.33	PFOS- <sup>13</sup> C <sub>4</sub>
全氟辛烷磺-酰胺 (FOSA) -酰胺基乙醇 (FOSE) -酰胺基乙酸 (FOSAA)	全氟辛基磺酰胺	FOSA	497.9	78	38	8.07	PFOS- <sup>13</sup> C <sub>4</sub>
	全氟-N-甲基辛烷磺酰胺	MeFOSA	512	169 (218.9)	28 (28)	9.15	EtFOSA-D <sub>5</sub>
	N-乙基全氟辛基磺酰胺	EtFOSA	526	169 (218.9)	32 (28)	9.52	EtFOSA-D <sub>5</sub>
	2-(N-甲基全氟-1-辛烷磺酰胺)乙醇	MeFOSE	616	59.2	16	9.16	EtFOSE-D <sub>9</sub>
	2-[N-乙基-N-(全氟辛基磺酰基)氨基]乙醇	EtFOSE	630	59.2	44	9.51	EtFOSE-D <sub>9</sub>
	N-[(十七氟辛基)磺酰基]甘氨酸	FOSAA	556	498 (78)	32 (48)	7.35	EtFOSAA-D <sub>5</sub>
	2-(N-甲基全氟辛烷磺酰胺)乙酸	MeFOSAA	570	418.9 (512, 168.9)	20 (20, 32)	7.73	EtFOSAA-D <sub>5</sub>
	2-(N-乙基全氟辛烷磺酰胺)乙酸	EtFOSAA	584	418.9 (526, 168.9)	20 (20, 36)	8.03	EtFOSAA-D <sub>5</sub>
SAmPAP	双(2-全氟辛基磺酰基-N-乙基乙基)膦酸铵盐	diSAmPAP	1203	525.9 (168.9)	48 (72)	10.65	8:2 diPAP- <sup>13</sup> C <sub>4</sub>

PFAS 组/类别	化合物	缩写	母离子 (m/z)	子离子 (m/z)	CE (V)	RT (min)	替代物
氟调聚羧酸 (FTCA)	3:3 氟调羧酸	3:3 FTCA	241	177 (117.1)	4 (36)	4.18	PFPeA- <sup>13</sup> C <sub>3</sub>
	5:3 氟调羧酸	5:3 FTCA	341	237 (217)	12 (28)	5.56	PFOA- <sup>13</sup> C <sub>8</sub>
	7:3 氟调羧酸	7:3 FTCA	441	336.9 (316.9)	8 (24)	6.97	PFOA- <sup>13</sup> C <sub>8</sub>
氟化端粒磺酸 (FTSA)	4:2 氟调磺酸	4:2 FTSA	327	307 (81)*	16 (44)*	4.76	6:2 FTSA- <sup>13</sup> C
	6:2 氟调磺酸	6:2 FTSA	426.9	407 (81, 80)	28 (44, 44)	6.07	6:2 FTSA- <sup>13</sup> C
	8:2 氟调磺酸	8:2 FTSA	526.9	507 (80)	32 (52)	7.41	6:2 FTSA- <sup>13</sup> C
	10:2 氟调磺酸	10:2 FTSA	627	607 (80.1)	36 (56)	8.56	PFOS- <sup>13</sup> C <sub>4</sub>
双取代多氟烷基磷酸酯 (diPAP)	双[2-(全氟己基)乙基]磷酸酯	6:2 diPAP	789	97 (79)			PFTeA- <sup>13</sup> C <sub>2</sub>
	双(3,3,4,4,5,5,6,6,7,7,8,8,9,9,10,10,10-十七氟癸基)	8:2 diPAP	989	(97.1) 79.1			8:2 diPAP- <sup>13</sup> C <sub>4</sub>
	磷酸, 单(3,3,4,4,5,5,6,6,7,7,8,8,9,9,10,10,10-十七氟癸基) 单(3,3,4,4,5,5,6,6,7,7,8,8,8-十三氟辛基)酯	6:2; 8:2 diPAP	889	97 (442.9, 79)	40 (20, 80)	9.95	8:2 diPAP- <sup>13</sup> C <sub>4</sub>

\* 基于 Wang 等人<sup>[5]</sup> 和 Wellington Laboratories<sup>[6]</sup> 的顺序和命名法

## LC/MS/MS 仪器

使用 Agilent 1290 Infinity II 液相色谱仪 (LC) 与 Agilent 6495 三重四极杆 LC/MS 联用系统对 PFAS 进行 LC/MS/MS 分析。

LC 参数列于表 2。1290 Infinity II 液相色谱仪配备 Agilent ZORBAX Eclipse Plus RRHD C18 色谱柱 (3.0 × 50 mm, 1.8 μm) 和 Agilent ZORBAX Eclipse Plus 保护柱。

使用 5 mmol/L 乙酸铵超纯水溶液 (A) 和甲醇 (B)，以 400 μL/min 的流速进行梯度洗脱，其中前 1.5 分钟导入废液瓶。两次进样间的总运行时间约为 15 分钟，与在 27 分钟内测量 46 种 PFAS 的现有方法相比有较大的改进<sup>[7]</sup>。在安捷伦应用简报《使用 Agilent 6495 三重四极杆液质联用系统分析水中的 50 多种传统和新型 PFAS》<sup>[8]</sup> 中介绍了本研究中使用的分析方法。

Agilent ZORBAX Eclipse Plus C18 RRHD 延迟柱 (4.6 × 50 mm, 3.5 mm) 安装在溶剂混合器和进样器模块之间，用于控制系统的背景污染。PEEK 管线和不锈钢溶剂过滤器安装在针头清洗系统中，以取代乙烯-四氟乙烯 (ETFE) 管线和玻璃/聚四氟乙烯

(PTFE) 溶剂过滤器。为减少进样后因吸附导致的污染，针头清洗流程包括用 50/50 超纯水/MeOH 进行 10 秒清洗，然后用 90/10 超纯水/MeOH 进行 10 秒针座反冲。

表 2. Agilent 1290 液相色谱仪参数

参数	值																		
液相色谱系统	1290 Infinity II 液相色谱仪 (部件号)																		
延迟柱	Agilent ZORBAX Eclipse Plus C18 RRHD, 4.6 × 50 mm, 3.5 μm (部件号 959943-902)																		
保护柱	Agilent ZORBAX Eclipse Plus C18, 2.1 × 5 mm, 1.8 μm (部件号 821725-901)																		
分析柱	Agilent ZORBAX Eclipse Plus RRHD C18, 3.0 × 50 mm, 1.8 μm (部件号 959757-902)																		
进样量	2 μL																		
柱温	30 °C																		
流动相	A) 5 mmol/L 乙酸铵超纯水溶液 B) 5 mmol/L 乙酸铵的 LC/MS 级甲醇溶液																		
流速	400 μL/min																		
梯度	<table border="1"> <thead> <tr> <th>时间 (min)</th> <th>%B</th> </tr> </thead> <tbody> <tr><td>0.0</td><td>10</td></tr> <tr><td>0.5</td><td>10</td></tr> <tr><td>2.5</td><td>55</td></tr> <tr><td>9</td><td>90</td></tr> <tr><td>9.5</td><td>100</td></tr> <tr><td>11.5</td><td>100</td></tr> <tr><td>11.6</td><td>10</td></tr> <tr><td>14</td><td>10</td></tr> </tbody> </table>	时间 (min)	%B	0.0	10	0.5	10	2.5	55	9	90	9.5	100	11.5	100	11.6	10	14	10
时间 (min)	%B																		
0.0	10																		
0.5	10																		
2.5	55																		
9	90																		
9.5	100																		
11.5	100																		
11.6	10																		
14	10																		
运行时间	15 min																		

Agilent 6495 三重四极杆液质联用系统参数列于表 3。质谱仪配备电喷雾电离 (ESI) 离子源, 并在负离子和多反应监测 (MRM) 模式下运行。使用 Agilent MassHunter Optimizer 工具优化 MRM 参数 (列于表 1), 以获得出色的响应。

采用 Agilent MassHunter 定量分析软件通过保留时间和两个离子对确定目标分析物。对于每种化合物, 第一个离子对用于定量分析, 第二个离子对用于定性确证。根据 Coggan 等人所述, 通过替代物的同位素稀释进行定量分析<sup>[9]</sup>。

方法报告限 (MRL) 由信噪比 (S/N) 响应 > 10:1 确定, 并由最低校准点 (0.01 ng/mL) 或方法空白中各化合物浓度的三倍 (以较高者为准) 定义。不符合这些标准但存在的样品报告为 < MRL, 并在完成汇总统计时指定为 MRL 的一半。各分析物的检测限 (LOD) 由信噪比 < 3:1 定义, 并在完成表 4 中显示的汇总统计时定义为零。

表 3. 质谱仪参数

参数	值
质谱仪	Agilent 6495 三重四极杆液质联用系统
电离模式	负离子
干燥气温度	250 °C
气体流速	11 L/min
雾化器压力	25 psi
鞘气温度	375 °C
鞘气流速	11 L/min
毛细管电压	2500 V
高压 iFunnel RF 电压	90 V
低压 iFunnel RF 电压	60 V

表 4. 实际生物固体样品中多类别目标 PFAS 的分析统计结果汇总。(“N”为分析的样品数量, “检测”为检测到 PFAS 化合物的样品数量, “%检测”为基于检测到 PFAS 化合物的样品数量检测到的百分比)

PFAS 组/类别	缩写	N	检测	%检测	平均值 (ng/g)	标准偏差	最小值 (ng/g)	中值 (ng/g)	最大值 (ng/g)
全氟羧酸 (PFCA)	PFBA	19	18	95	0.80	1.0	ND	< MRL	3.8
	PFPeA	19	19	100	2.0	2.3	< MRL	1.6	9.6
	PFHxA	19	19	100	2.8	3.7	< MRL	2.1	17
	PFHpA	19	19	100	0.90	1.9	< MRL	< MRL	8.5
	PFOA	19	19	100	8.3	10.4	< MRL	4.9	45
	PFNA	19	18	95	0.90	1.1	ND	0.8	4.9
	PFDA	19	19	100	14	11.2	< MRL	13.2	34
	PFUnDA	19	19	100	0.60	0.8	ND	< MRL	3.0
	PFDODA	19	19	100	5.9	5.4	< MRL	4.0	18
	PFTTrDA	19	18	95	0.50	0.5	ND	0.3	1.8
	PFTeDA	19	19	100	1.2	1.3	< MRL	0.7	4.2
全氟磺酸 (PFSA)	PFBS	19	12	63	2.3	3.7	ND	0.7	15
	PFPeS	19	6	32	0.20	0.6	ND	ND	2.5
	PFHxS	19	11	58	1.8	3.6	ND	< MRL	13
	PFHpS	19	7	37	0.5	1.1	ND	ND	3.9
	PFOS	19	19	100	23	44.2	0.9	7.4	190
	PFNS	18	2	11	< MRL	0.1	ND	ND	0.40
	PFDS	19	4	21	< MRL	0.4	ND	ND	1.5
	PFDoS	18	4	22	0.6	1.4	ND	ND	5.6
全氟烷基膦酸 (PFPIA)	6:6 PFPIA	17	7	41	< MRL	0.4	ND	ND	1.7
	6:8 PFPIA	17	6	35	< MRL	0.4	ND	ND	1.3
	8:8 PFPIA	17	10	59	0.5	0.5	ND	< MRL	1.4
全氟醚基羧酸/磺酸 (PFEC/SA)	ADONA	17	0	0	< MRL	0.0	ND	ND	ND
	6:2 Cl-PFESA	17	0	0	< MRL	0.0	ND	ND	ND
	8:2 Cl-PFESA	17	0	0	< MRL	0.0	ND	ND	ND

## 结果与讨论

### 回收率和典型 LC/MS/MS 性能

如图 1 所示，在 2 ng/g (干重) 下，对照样品中 PFAS 的平均回收率可以接受，范围为 70%–130%，6:8 PFPiA (67%)、8:8 PFPiA (69 %)、FOSAA (44%) 和 3:3 FTCA (172%) 除外。在实际生物固体样品中不常检测到这些化合物。在每种情况下，方法空白返回的值均低于检测限 (< LOD)。

安捷伦应用简报《使用 Agilent 6495 三重四极杆液质联用系统分析水中的 50 多种传统和新型 PFAS》<sup>[8]</sup> 中介绍了使用 1290 Infinity II 液相色谱仪与 6495 三重四极杆 LC/MS 联用系统对 PFAS 进行 LC/MS/MS 分析的典型色谱性能、仪器检测限 (IDL) 和方法检测限 (MDL)。

PFAS 组/类别	缩写	N	检测	%检测	平均值 (ng/g)	标准偏差	最小值 (ng/g)	中值 (ng/g)	最大值 (ng/g)
全氟辛烷磺-酰胺 (FOSA) -酰胺基乙醇 (FOSE) -酰胺基乙酸 (FOSAA)	FOSA	17	7	41	0.5	0.9	ND	ND	3.0
	MeFOSA	17	2	12	< MRL	0.1	ND	ND	0.4
	EtFOSA	17	2	12	< MRL	0.1	ND	ND	0.30
	MeFOSE	17	14	82	3.6	6.7	ND	1.9	29
	EtFOSE	17	5	29	3.8	14	ND	ND	57
	FOSAA	17	10	59	1.2	1.6	ND	0.3	4.6
	MeFOSAA	17	13	76	6.0	14	ND	1.6	56
	EtFOSAA	17	12	71	6.3	13	ND	1.6	50
SAmPAP	diSAmPAP	17	8	47	0.7	2.3	ND	ND	9.5
氟调聚酸 (FTCA)	3:3 FTCA	16	0	0	< MRL	0.0	ND	ND	ND
	5:3 FTCA	17	15	88	16	21	ND	4.6	61
	7:3 FTCA	17	16	94	12	13	ND	6.9	41
氟化端粒磺酸 (FTSA)	4:2 FTSA	16	0	0	< MRL	0.0	ND	ND	ND
	6:2 FTSA	17	6	35	0.4	0.9	ND	ND	3.5
	8:2 FTSA	16	5	31	0.7	1.3	ND	ND	4.0
	10:2 FTSA	17	11	65	0.7	0.7	ND	0.30	1.9
双取代多氟烷基磷酸酯 (diPAP)	6:2 diPAP	17	16	94	47	73	ND	32	190
	8:2 diPAP	17	16	94	67	76	ND	40	240
	6:2、8:2 diPAP	17	16	94	47	73	ND	26	300
$\Sigma_{11}$ PFCA		19	19	100	39	30	2.3	33	123
$\Sigma_8$ PFSA		19	19	100	28	50	0.9	11	220
$\Sigma_3$ PFPiA		17	14	82	0.8	0.8	ND	0.5	2.5
$\Sigma_3$ PFEC/SA		17	0	0	0.0	0.0	ND	0.0	0.0
$\Sigma_8$ FOSA/E/AA		17	15	88	19	44	ND	5.9	200
$\Sigma_1$ SAmPAP		17	8	47	0.6	2.2	ND	0.0	9.5
$\Sigma_3$ FTCA		17	16	94	24	31	ND	5.7	96
$\Sigma_4$ FTSA		17	12	71	1.5	2.0	ND	0.5	6.3
$\Sigma_3$ diPAP		17	16	94	140	190	ND	95	730
$\Sigma_{14}$ PFAS		19	19	100	260	220	4.2	280	910

## 实际生物固体样品的分析

表 4 总结了采集自澳大利亚的 19 个生物固体样品中每种目标 PFAS 的实测浓度、每个 PFAS 类别的总浓度以及总 PFAS 浓度的统计分析。Moodie 等人<sup>[4]</sup>介绍了统计分析方法。

该方法采用单一萃取方案，经证明非常适用于实际样品中 44 种 PFAS 的同时多类别定量分析。在 19 个生物固体样品中检测到可测量浓度下的 9 个类别的所有目标 PFAS。 $\Sigma_{44}$ PFAS 的平均浓度为 260 ng/g (中值为 280 ng/g)，范围为 4.2–910 ng/g。在所有样品中，PFCA 和 PFSA 最为普遍。在 94% 的样品中，diPAP 的浓度通常最高。PFPIA、FOSA、SAmPAP 和 PFEC/SA 很少被检测到，当它们存在时，实测值 < 3 ng/g 时，在  $\Sigma_{44}$ PFAS 中的占比不到 1.5%。

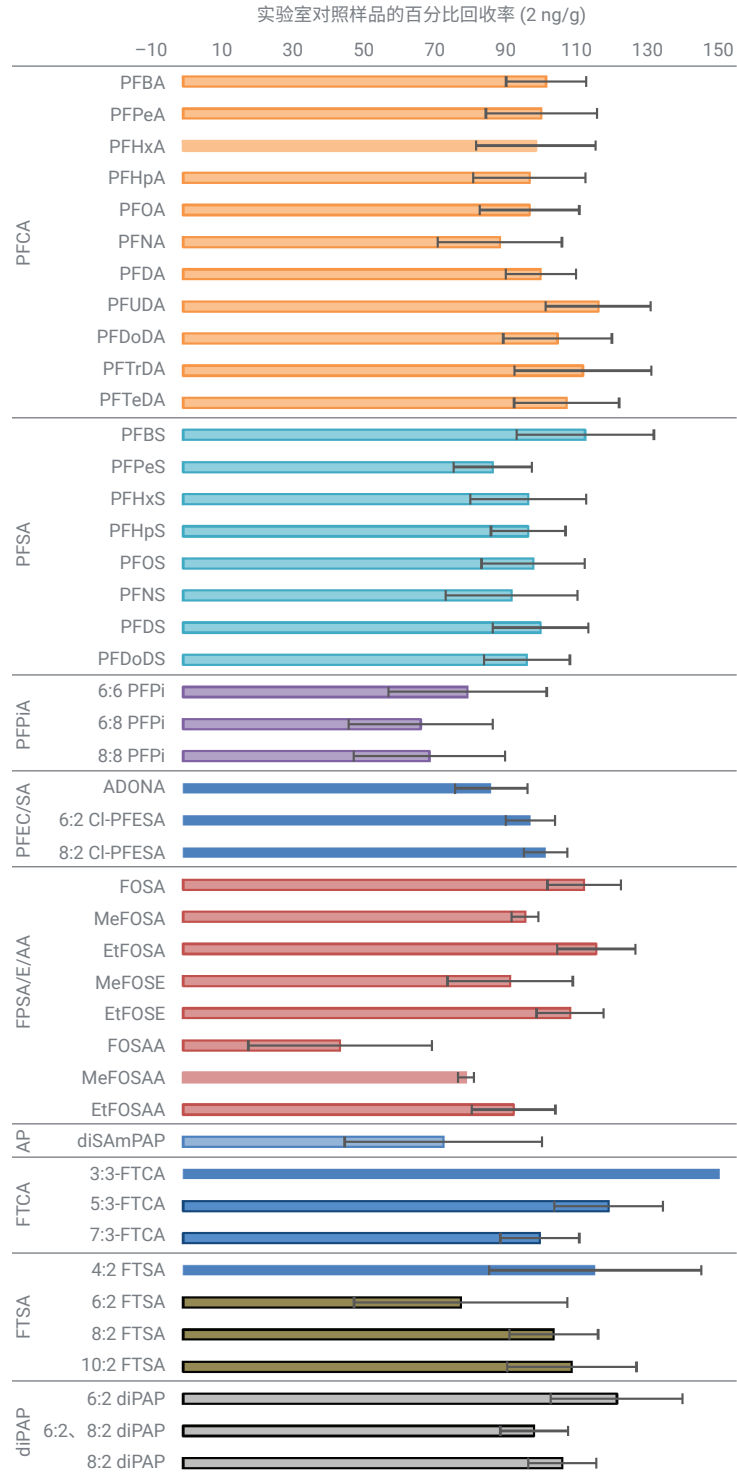


图 1. 加标浓度为 2 ng/g 干重的对照样品的平均百分比回收率和标准偏差 (n = 3)

## 结论

本应用简报介绍了使用 Agilent 1290 Infinity II 液相色谱仪与 Agilent 6495 三重四极杆 LC/MS 联用系统从生物固体中萃取和定量 9 个亚类的 44 种 PFAS 的简单、稳定流程。在 2 ng/g (干重) 下, 该方法为对照样品中的 PFAS 提供了可接受的回收率, 范围为 70%–130%, 6:8 PFPiA (67%)、8:8 PFPiA (69%)、FOSAA (44%) 和 3:3 FTCA (172%) 除外, 在实际生物固体样品中不常检测到这些化合物。此外, 该方法非常适用于实际样品中 PFAS 的同时多类别定量分析。采用单一萃取方案, 在分析的 19 个生物固体样品中检测到可测量浓度下的所有 44 种目标 PFAS。总之, 安捷伦解决方案为实际生物固体样品提供了良好的回收率和整体适用性。

## 参考文献

1. United States Environmental Protection Agency. Research on Per- and Polyfluoroalkyl Substances (PFAS). Retrieved October 11, **2017**. <https://www.epa.gov/chemical-research/research-and-polyfluoroalkyl-substances-pfas>
2. Washington, J. W. *et al.* Concentrations, Distribution, and Persistence of Perfluoroalkylates in Sludge-Applied Soils near Decatur, Alabama, USA *Environ. Sci. Technol.* **2010**, *44*, 22, 8390–8396
3. Yoo, H. *et al.* Quantitative determination of perfluorochemicals and fluorotelomer alcohols in plants from biosolid-amended fields using LC/MS/MS and GC/MS. *Environ. Sci. Technol.* **2011**, *45*, 7985e7990
4. Damien Moodie, D. *et al.* Legacy and emerging per- and polyfluoroalkyl substances (PFASs) in Australian biosolids, *Chemosphere* May **2021**, 270, 129143
5. Wang, Z. *et al.* A never-ending story of per- and polyfluoroalkyl substances (PFASs)? *Environmental Science & Technology* **2017**, *51*, 2508–2518
6. Wellington Laboratories. Reference and Handling Guide: Perfluoroalkyl Compounds. **2018**
7. Houde, M. *et al.* Biomagnification of Perfluoroalkyl Compounds in the Bottlenose Dolphin (*Tursiops truncatus*) Food Web. *Environ. Sci. Technol.* **2006**, *40*(13), 4138–4144
8. Coggan, T. L. *et al.* Analysis of >50 Legacy and Emerging PFAS in Water Using the Agilent 6495B Triple Quadrupole LC/MS (使用 Agilent 6495B 三重四极杆液质联用系统分析水中的 50 多种传统和新型 PFAS), 安捷伦科技公司应用简报, 出版号 5994-0919EN, **2019** 年 5 月
9. Coggan, T. L. *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.* **2019a**. *411*, 3507e3520

查找当地的安捷伦客户中心:

[www.agilent.com/chem/contactus-cn](http://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](mailto:LSCA-China_800@agilent.com)

在线询价:

[www.agilent.com/chem/erfq-cn](http://www.agilent.com/chem/erfq-cn)

[www.agilent.com](http://www.agilent.com)

DE44405.4964467593

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, 2021  
2021 年 8 月 10 日, 中国出版  
5994-3920ZHCN