应用简报

环境

Agilent

Trusted Answers

室内空气中氟调聚醇及全氟和多氟烷基化合物的分析

使用无制冷剂热脱附 GC/TQ

作者

Jackie A. Whitecavage，
Kurt Thaxton 和
Robert Collins
GERSTEL, Inc.
Linthicum, MD, USA

Tarun Anumol
安捷伦科技有限公司

摘要

使用 Agilent 8890 GC 与 Agilent 7000E GC/TQ 的联用系统分析了室内空气样品中的氟调聚醇 (FTOH)。GERSTEL TD Core System 能够对环境空气进行热脱附 (TD) 进样，而 GC/TQ 系统则为这些复杂样品提供了高选择性。四种目标 FTOH 化合物均获得了良好的回收率 (87.5%–115.4%) 和重现性，相对标准偏差 (RSD) 在 4.20%–10.2% 之间。室内空气样品采集自不同的地点。每个样品中至少检测到一种 FTOH 化合物。这表明室内空气中普遍存在 FTOH 化合物，需要如本研究中的分析方法来应对长期暴露于低浓度 FTOH 可能带来的公共健康问题。

前言

FTOHs 是一类全氟和多氟烷基化合物 (PFAS)。FTOH 化合物常用作其他 PFAS 化合物的前体，例如全氟羧酸 (PFCA)，包括全氟辛酸 (PFOA) 和全氟己酸 (PFHxA)。由于 FTOH 化合物具有防水、防油的特点，也常作为各种工业应用的原材料。

随着空气中的 PFAS 受到越来越多的关注，分析化学领域针对 PFAS 的空气质量监测也快速发展。现有的方法，例如美国国家环境保护局 (EPA) 的其他检测方法 50 (OTM-50) 常用于检测固定污染源空气排放中的挥发性含氟化合物和短链 PFAS 化合物[1]。由于许多家用产品和消费品中都会使用 PFAS，监测室内空气中的 PFAS 很可能成为未来的重点关注领域。

环境和室内空气中挥发性 PFAS 的浓度可能很低，因此需要采集大量空气来进行分析。热脱附技术是一种理想的大体积采样技术，它将空气吸入填充有吸附剂的吸附管中，然后使用 GC/MS 进行分析。然而，采样过程中大量的基质也会被吸入吸附管中，这可能引起残留问题并干扰分析物的信号。使用 GC/TQ 可以在很大程度上消除这些干扰和背景噪音，同时提高检测的特异性。降低噪音还可以降低检出限，这在测定空气中的低浓度 PFAS 时至关重要。

本应用简报介绍了一种用于测定室内空气样品中 FTOH 的热脱附 GC/TQ 方法。通过成功分析多个实际的室内空气样品，证明了该分析方法的有效性。

实验部分

仪器

采用 Agilent 8890 GC 与 Agilent 7000E GC/TQ 的联用系统分析了室内空气中的 FTOH。该系统配备用于 TD 进样的 GERSTEL TD Core System，该热脱附系统针对环境空气分析进行了优化。GC 和 MS 方法参数详见表 1 至表 3。

表 1. 用于分析室内空气中 FTOH 的 Agilent 8890 GC 方法参数

参数	设定值
分析柱	Agilent J&W CP-Select 624 CB 气相色谱柱，60 m × 0.25 mm, 1.40 µm（部件号 CP7413） 注：使用 Agilent J&W DB-624 气相色谱柱时，这些分析物可以获得同样的分离效果。
CIS 进样口模式	溶剂放空 (50 mL/min)，分流 20:1
CIS 温度	10 °C (0.2 min)，以 12 °C/s 升至 280 °C (3 min)
柱温箱温度	50 °C (1 min)，以 15 °C/min 升至 280 °C (2 min)
载气	氦气，恒流模式，1 mL/min
MS 传输线温度	280 °C
运行时间	18 分钟

表 2. 用于分析室内空气中 FTOH 的 Agilent 7000E GC/TQ 离子源方法参数

参数	设定值
离子源温度	280 °C
四极杆温度	150 °C
离子化	电子电离 (EI) 模式
EMV 模式	增益因子
增益因子	10
溶剂延迟	1 min
扫描类型	MRM
数据采集速率	3 次循环/s

表 3. 用于分析室内空气中的 FTOH 的 Agilent 7000E GC/TQ 多反应监测 (MRM) 采集方法参数

化合物	时间段 (min)	驻留时间 (ms)	定量离子		定性离子 1		定性离子 2	
			(*m/z*)	CE (eV)	(*m/z*)	CE (eV)	(*m/z*)	CE (eV)
4:2 FTOH	3.0	50	244 → 127	10	95 → 69	15	127 → 77	15
6:2 FTOH	10.5	50	344 → 127	10	95 → 69	15	127 → 77	15
8:2 FTOH	11.6	25	444 → 127	10	95 → 69	15	127 → 77	15
10:2 FTOH	12.5	25	544 → 127	10	95 → 69	15	127 → 77	15
10:2 FTOH [M + 4]	12.5	25	129 → 79	20	515 → 96	15	548 → 129	5

标准品

4:2 FTOH、6:2 FTOH、8:2 FTOH 和 10:2 FTOH 来自 AccuStandard (New Haven, CT)。10:2 FTOH [M + 4] 购自 Wellington Laboratories (Guelph, ON, Canada)。

TD 吸附管标样配制

使用 10 µL 注射器将 3 µL 校准标样和内标加入到已老化的 TD 吸附管中。使干燥氮气以 40 mL/min 的流速通过吸附管，持续 3 分钟。

样品前处理

使用 10 µL 注射器将 3 µL 内标加入到已老化的 TD 吸附管中。将经过老化的 PFAS 专用 TD 3.5+ 吸附管连接到可调的低流量三位管支架上，该支架连接到 SKC Pocket Pump TOUCH 采样泵。使空气以 40 mL/min 的流速通过 TD 3.5+ 吸附管进行采样，持续 24 小时。

样品引入

在不分流模式下，以 50 mL/min 的氦气流量，在 300 °C 下对样品解吸 3 分钟。分析物通过 GERSTEL Cooled Injection System CIS 4，在 10 °C 下被捕集到填充了 Tenax TA 的进样口衬管上。解吸完成后，将进样口快速升至 280 °C 并持续 3 分钟，在分流 (10:1) 模式下将分析物转移到色谱柱中。

结果与讨论

使用 FTOH 标准品得到四种目标化合物的校准数据，分析物的浓度在 0.075–15 ng/管之间。为了简化处理，仪器检出限取最低校准浓度的十分之一。校准结果如表 4 所示。

表 4. 四种目标 FTOH 化合物的校准曲线统计分析数据（n = 7；N = 21；范围 = 0.075–15 ng/管）

化合物	校准		仪器检出限 (ng/管)
	相对响应因子	相对标准偏差	
4:2 FTOH	0.0497	8.40	0.02
6:2 FTOH	0.0057	7.18	0.02
8:2 FTOH	0.0731	10.1	0.01
10:2 FTOH	0.0698	9.06	0.02

此外，还评估了这四种目标 FTOH 化合物的回收率。在三个不同的加标水平（0.075、0.75 和 7.5 ng/管）下评估了回收率。平均回收率在 87.5%–115.4% 之间，RSDs 在 4.20%–10.2% 之间。详细结果如表 5 所示。

表 5. 四种目标 FTOH 化合物的回收率统计分析数据（每个加标水平 n = 3）

ng/管	回收率							
	4:2		6:2		8:2		10:2	
	平均值	RSD	平均值	RSD	平均值	RSD	平均值	RSD
0.075	87.5	7.92	101.6	4.20	101.5	6.81	95.3	6.69
0.75	102.1	6.48	108.1	8.24	99.9	5.04	98.9	7.73
7.5	104.9	5.91	115.4	10.2	93.8	9.44	100.3	8.91

为了证明该分析方法在实际中的应用，我们分别在一栋商业办公楼和一处私人住宅的多个地点采集了室内空气样品。色谱图示例见图 1，所有分析结果如表 6 所示。

表 6. 空气中检测到的 FTOH 化合物及其在空气中的浓度

地点	6:2		10:2	
	ng/m^3	RSD	ng/m^3	RSD
客厅	16.1	8.5	3.06	11.4
餐厅	12.0	14.7	7.34	16.7
主实验室	16.5	1.62	3.19	4.20
旧办公室	9.42	8.69	9.57	3.58
仓库	4.56	12.2	未检出	未检出
培训室	3.47	9.71	未检出	未检出

最上方的色谱图为总离子流色谱图，图中存在许多峰且没有清晰的 FTOH 峰，因为这是在扫描模式下采集的数据。然后使用多反应监测 (MRM) 模式分析了同一样品，结果表明 GC/TQ 对于此类分析具有出色的性能。使用 MRM 模式，目标 FTOH 峰清晰可见且易于定量（中间和最下方的色谱图），由于消除了背景噪音，灵敏度提升了几个数量级。对于大体积空气采样，即使进行采样的室内环境相对干净，分析这些样品时也经常会产生复杂的色谱图，例如本研究中的空气样品。GC/TQ 的 MRM 采集模式具有高选择性，大大提高了分析灵敏度和重现性。

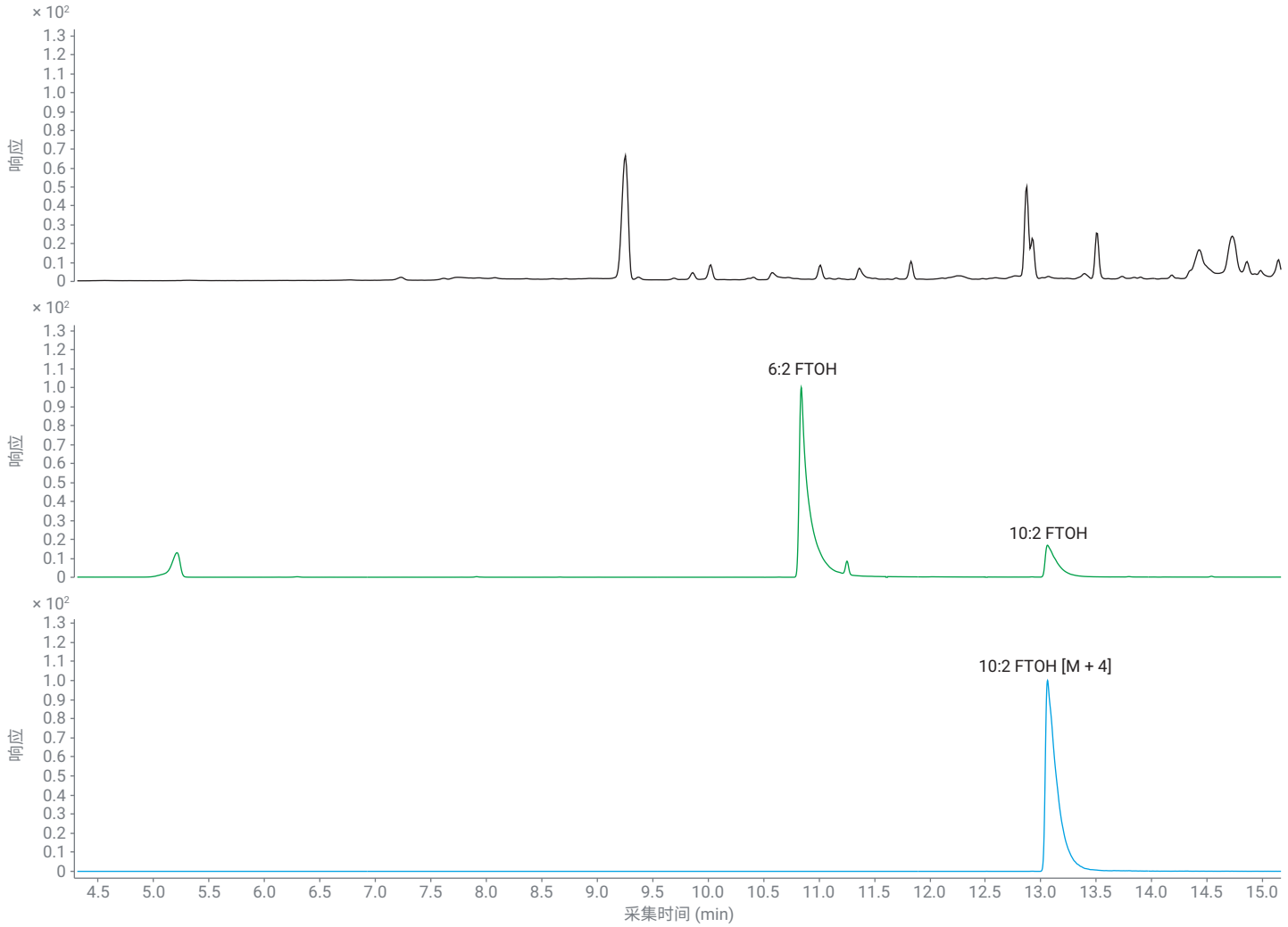


图 1. 旧办公室空气样品的色谱图

每个样品中至少检测到一种 FTOH 目标化合物。在所有采样地点均检测到了 FTOH 6:2，其在空气中的浓度范围为 3.47–16.5 ng/m^3。此外，在六个采样地点中，有四个地点检测到了 FTOH 10:2，其在空气中的浓度范围为 3.58–16.7 ng/m^3，未检测到的两个地点为仓库和培训室。

尽管浓度较低，但每个样品中都检测到了 FTOH 化合物，这不仅凸显了其带来的潜在公共健康风险，也对分析化学领域的检测技术提出了更高的要求。即使这些化合物在室内环境中的浓度较低，但如果长期暴露在这些化合物下，仍然可能对健康产生不良影响。此外，如 EPA OTM-50 中所述，在分析过程中必须考虑 PFAS 相关分析物的源和汇并将其去除，以确保准确定量[1]。

结论

本研究证明了 Agilent 8890 GC 与 Agilent 7000E GC/TQ 的联用系统可用于分析室内空气样品中的 FTOH 化合物。GC/TQ 系统配备了 GERSTEL TD Core System，可以对环境空气样品进行热脱附进样。这种高选择性 GC/TQ 分析方法具有良好的重现性、回收率和灵敏度。在分析实际的室内空气样品时，所有样品中都检测到了 FTOH 化合物，证明了开发如本文所述的分析方法的必要性。

参考文献

1. Other Test Method 50 (OTM-50) Sampling and Analysis of Volatile Fluorinated Compounds from Stationary Sources Using Passivated Stainless-Steel Canisters. United States Environmental Protection Agency. https://www.epa.gov/system/files/documents/2024-01/otm-50-release-1_0.pdf (accessed 2024-07-16)

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

DE-000088

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 8 月 20 日，中国出版
5994-7706ZHCN

Agilent
Trusted Answers