

使用 Agilent InfinityLab Pro iQ Plus 质谱检测器分析 PFAS 化合物



作者

Olivier Chevallier
安捷伦科技有限公司

摘要

本应用简报介绍了使用配备 Agilent OpenLab CDS 2.8 软件的 Agilent InfinityLab Pro iQ Plus LC/MS 系统分析 26 种全氟和多氟烷基化合物 (PFAS) 标准品的方法。研究结果表明，该方法具有良好的线性，所有分析物的 R^2 均 ≥ 0.99 ，灵敏度可达 0.1 ng/mL，定量限 (LOQ) 下的相对标准偏差 (RSD) $< 10\%$ 。

前言

全氟和多氟烷基化合物 (PFAS) 是一类持久性有害化学物质，在全球范围内广泛存在^[1]。无论是评估新型处理技术对 PFAS 的去除效果、追踪污染修复进展，还是识别新型污染物，相关应用都离不开先进的分析工具。虽然三重四极杆质谱仪能够为大多数 PFAS 应用提供所需的灵敏度和特异性，但它们的维护成本高昂，且通常需要更大的实验室空间。

体积小巧且经济高效的 Agilent InfinityLab Pro iQ Plus 单四极杆 LC/MS 系统为特定应用场景提供了简化的解决方案，适用于无需遵循法规方法和/或预期浓度超过亚 ppb 水平的情况。例如，研发污染修复新技术的科研单位，或需要监测 PFAS 排放的生产企业，如电子和半导体制造厂。此外，该系统对实验室条件要求较低，即使针对质谱的配套设施有限，也能轻松部署。该系统配合 Agilent OpenLab CDS，为数据采集和分析提供了一站式解决方案。

本研究通过对标准品溶液进行重复进样，评估了 InfinityLab Pro iQ Plus 在 PFAS 分析中的性能。

实验部分

仪器配置

本实验采用以下仪器配置：

- Agilent Pro iQ Plus LC/MS 系统 (G6170A)
- Agilent 1290 Infinity II 生物二元泵 (G7120A)
- Agilent 1290 Infinity II 生物 Multisampler (G7167B)
- Agilent 1290 Infinity II 生物柱温箱 (G7116B)

标准品和溶液

本研究使用 LC/MS 级溶剂和分析试剂。PFAS 标准品购自 Wellington Laboratories (表 1)。校准曲线使用的标准溶液采用甲醇:水 1:1 溶液配制，通过连续稀释配制 9 个校准浓度 (0.1–100 ng/mL)。

表 1. 本研究中分析的 PFAS 列表

分析物	CAS 号
9CI-PF3ONS	756426-58-1
PFDA	335-76-2
PFPeS	2706-91-4
PFHxA	355-46-4
PFHpS	375-92-8
PFOS	1763-23-1
PFNS	98789-57-2
PFDS	335-77-3
HFPO-DA (Gen X)	62037-80-3
ADONA	958445-44-8
PFTDA	72629-94-8
PFHpA	375-85-9
PFTeDA	376-06-7
11CI-PF3OUdS	763051-92-9
FBSA	30334-69-1
PFHxA	307-24-4
PFBS	375-73-5
FOSA	754-91-6
NMeFOSAA	2355-31-9
NEtFOSAA	2991-50-6
PFUdA	2058-94-8
FHxSA	41997-13-1
PFDoA	307-55-1
PFOA	335-67-1
PFNA	375-95-1
PFPeA	2706-90-3

LC/MS 分析

使用 C18 反相色谱法 (Agilent ZORBAX RRHD Eclipse Plus C18 色谱柱，部件号 959758-302) 和 UHPLC 保护柱 (Agilent ZORBAX RRHD Eclipse Plus C18 保护柱，部件号 821725-901) 在 Agilent 1290 Infinity II 液相色谱仪上分析样品。液相色谱系统配备一根延迟柱 (Agilent InfinityLab PFC 延迟柱，部件号 5062-8100)，并与配备安捷伦喷射流离子源 (AJS) 的 Agilent InfinityLab Pro iQ Plus 单四极杆质谱仪联用。为了实现更出色的定量分析，在负离子扫描模式下采集数据，同时采集每个分析物相应的选择离子监测 (SIM) 数据。使用 OpenLab CDS 2.8 采集并分析数据。离子源参数、SIM 参数和 HPLC 参数分别如表 2、表 3 和表 4 所示。

表 2. 本研究中使用的 Agilent Pro iQ Plus (G6170A) 的离子源参数

参数	设定值
MS	6170A
离子源	AJS ESI
干燥气流量	10.0 L/min
气体温度	120 °C
雾化器压力	25 psi
毛细管电压	2500 V
鞘气温度	290 °C
鞘气流量	12 mL/min
喷嘴电压	0 V
模式	负离子
扫描	<i>m/z</i> 100–800
扫描时间	50 ms
碎裂电压	125 V
增益因子	5

AJS = 安捷伦喷射流离子源, ESI = 电喷雾离子源

表 3. 本研究中使用的 SIM 参数

化合物名称	质量 (<i>m/z</i>)	驻留时间 (ms)
PFTeDA	713	5
PFTrDA	663	5
11Cl-PF30UDs	630.9	5
PFDoA	613	5
PFDS	598.9	5
N-EtFOSAA	584	5
N-MeFOSAA	570	5
PFUdA	563	5
PFNS	548.9	5
9Cl-PF30NS	530.9	5
PFDA	513	5
PFOS	498.9	5
FOSA	498	5
PFNA	463	5
PFHpS	448.9	5
PFOA	412.9	5
PFHxS	398.9	5
FHxSA	398	5
ADONA	377	5
PFHpA	363	5
PFPeS	349	5
PFHxA	313	5
PFBS	299	5
FBSA	298	5
HFPO-DA	285	5
PFPeA	263	5

表 4. 本研究中使用的 HPLC 参数

参数	设定值	
分析柱	Agilent ZORBAX RRHD Eclipse Plus C18, 2.1 × 100 mm, 1.8 μm (部件号 959758-902)	
保护柱	Agilent ZORBAX RRHD Eclipse Plus C18 色谱柱, 2.1 × 5 mm, 1.8 μm (部件号 821725-901)	
延迟柱	Agilent InfinityLab PFC 延迟柱, 4.6 × 30 mm (部件号 5062-8100)	
进样器温度	6 °C	
流动相 A	5 mM 乙酸铵水溶液	
流动相 B	甲醇	
流速	0.4 mL/min	
进样量	5 μL	
进样针清洗	标准清洗, 6 秒, 水:异丙醇 (1:4)	
柱温	45 °C	
后运行时间	2.5 min	
梯度程序	时间 (min)	%B
	0	15
	1.0	15
	5.5	70
	7.0	80
	12.0	100
	14.4	100
	14.5	15

结果与讨论

反相 C18 色谱柱在 14.5 分钟的梯度内实现了良好的色谱分离 (图 1)。

校准曲线显示出良好的线性, 精度在 82%–114% 之间, 定量限 (LOQ) 下的峰面积相对标准偏差 (RSD) 小于 10% (表 5)。所有分析物的 LOQs 范围均介于 0.1–0.5 ng/mL 之间, 大多数在 0.2 ng/mL 以下。OpenLab 数据分析 (DA) 模块中的积分优化器向导简化了数据处理方法的开发。该软件通过分步工作流程帮助用户优化各分析物的检测和积分设置 (图 2)。

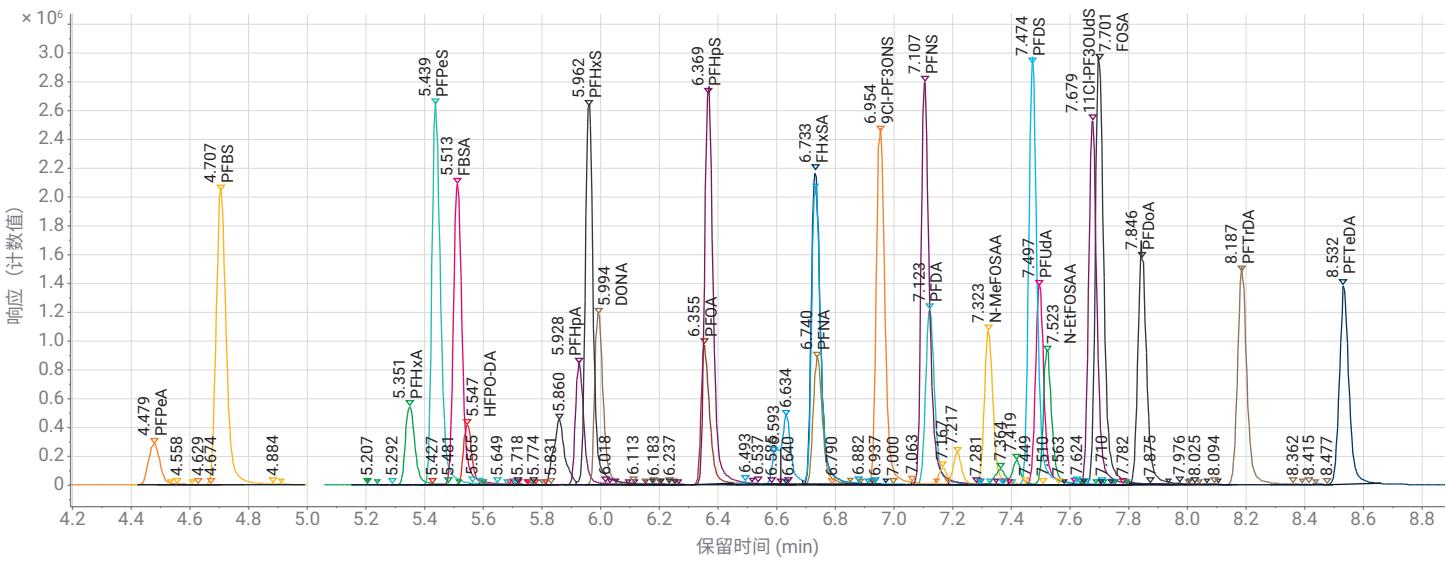


图 1. 通过 SIM 采集获得的 26 种 PFAS 分析物的色谱图，浓度为 50 ng/mL

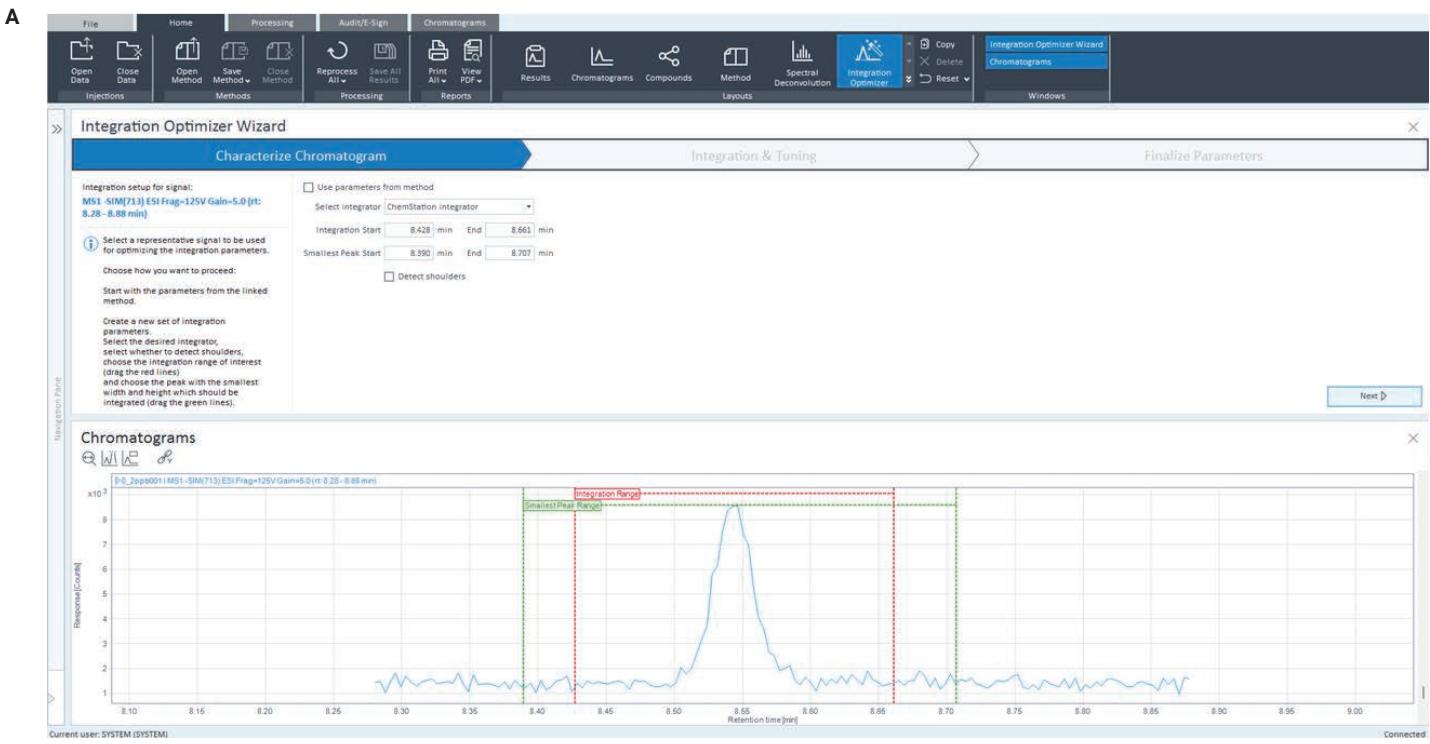


图 2. PFTeDA 积分优化器向导工作流程示例。第一步 (A) 确定积分范围和最小峰范围。第二步 (B) 调整积分设置。最后是参数设置汇总 (C)。（图接下页）

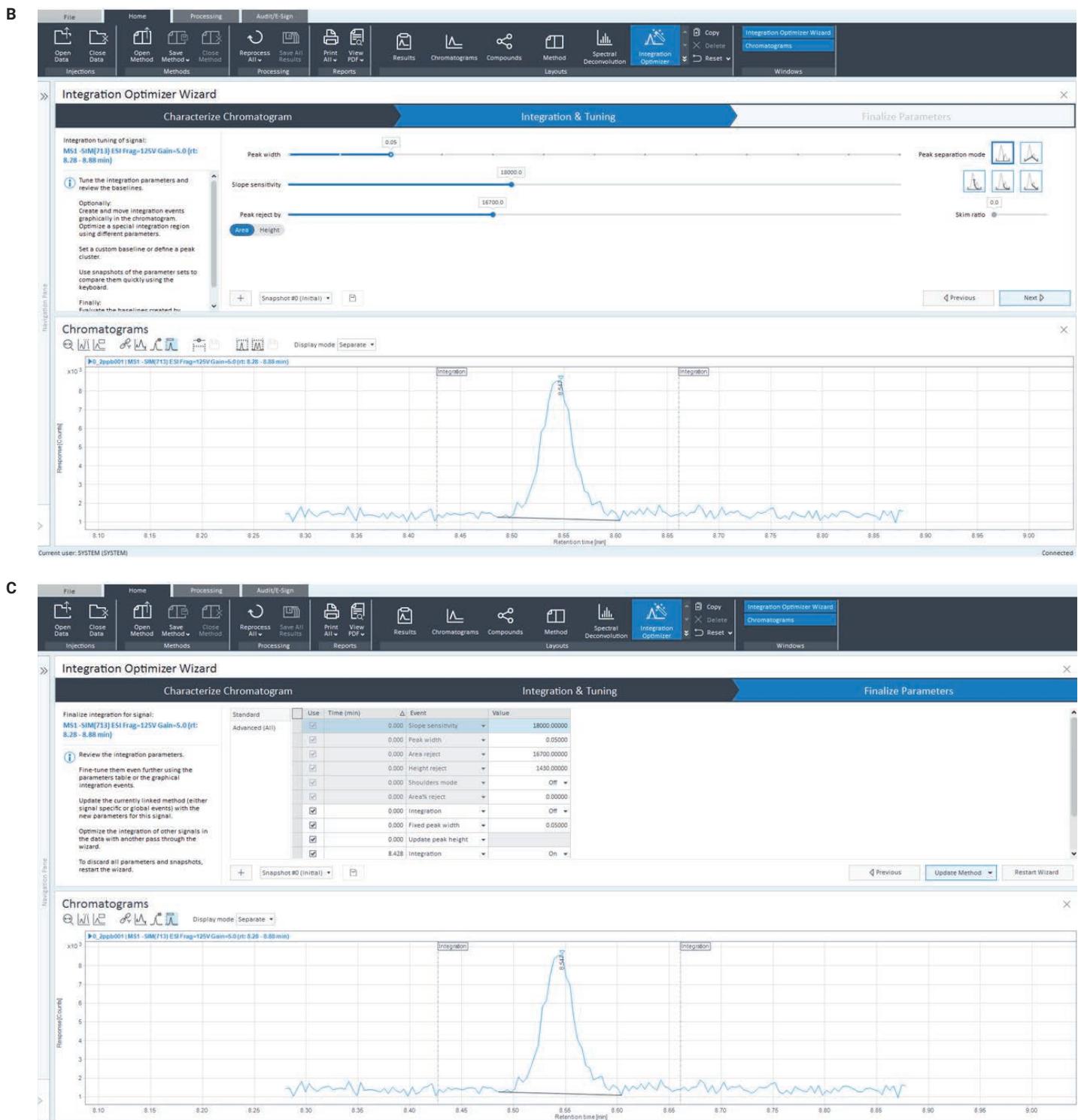


图2. (接上页) PFTeDA 积分优化器向导工作流程示例。第一步 (A) 确定积分范围和最小峰范围。第二步 (B) 调整积分设置。最后是参数设置汇总 (C)

表 5. 检测的 26 种 PFAS 的校准曲线 ($n = 4$)

化合物名称	线性范围 (ng/mL)	R ²	准确度 (%)	LOQ %RSD
PFTeDA	0.2–50	0.998	88–114	9.0
PFTrDA	0.2–50	0.999	86–115	4.0
11Cl-PF3OUdS	0.2–50	0.999	89–113	5.1
PFDoA	0.2–50	0.998	87–117	1.6
PFDS	0.1–20	0.995	89–111	7.4
N-EtFOSAA	0.1–20	0.996	92–107	0.9
N-MeFOSAA	0.1–50	0.999	84–108	2.9
PFUdA	0.1–20	0.993	86–112	5.0
PFNS	0.1–20	0.992	85–113	1.1
9Cl-PF3ONS	0.1–50	0.998	85–112	3.9
PFDA	0.1–20	0.992	81–114	5.9
PFOS	0.1–20	0.991	82–115	3.2
FOSA	0.2–20	0.995	90–109	2.9
PFNA	0.2–20	0.992	89–114	1.7
PFHpS	0.2–20	0.992	88–112	3.1
PFOA	0.2–20	0.992	83–113	7.3
PFHxS	0.2–50	0.996	81–115	2.9
FHxSA	0.2–50	0.991	85–115	2.5
ADONA	0.2–50	0.998	88–113	4.7
PFHpA	0.2–20	0.996	89–111	3.7
PFPeS	0.2–50	0.998	82–113	5.4
PFHxA	0.2–50	0.996	84–117	4.2
PFBS	0.2–50	0.998	90–112	2.8
FBSA	0.2–50	0.999	90–111	3.7
HFPO-DA	0.5–50	0.999	93–107	2.2
PFPeA	0.2–50	0.999	89–110	7.4

在 OpenLab CDS 2.8 中执行数据分析可以及时处理结果并轻松实现结果可视化。用户可以使用模板库中的模板生成报告，也可根据需求完全自定义。生成的报告可以导出为多种常见数据格式（图 3）。

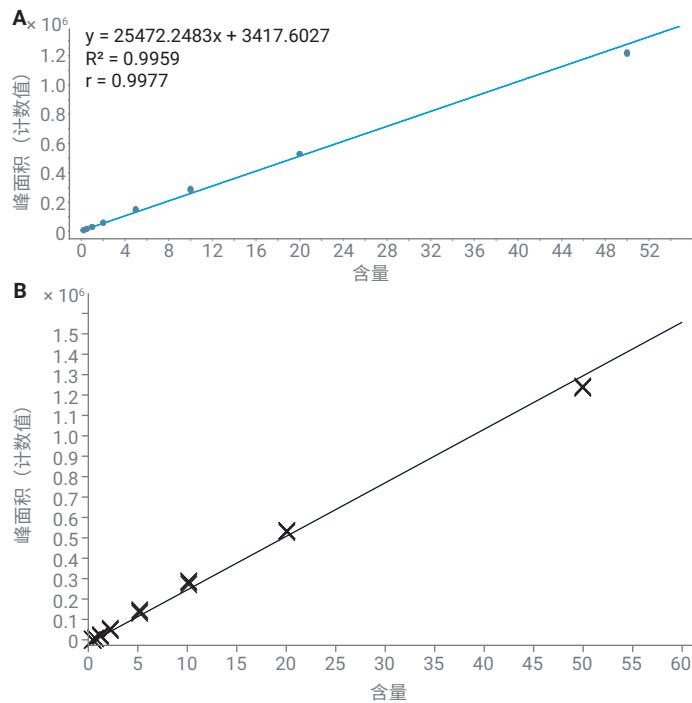


图 3. (A) OpenLab CDS 采集软件和 (B) OpenLab 报告中的校准曲线

快速扫描速率与 SIM 采集相结合，即使在 LOQ 水平也能为所有分析物收集足够的数据点（图 4），同时仍然能够同步采集 MS 扫描数据。这种策略可为降解研究提供额外的质谱信息。

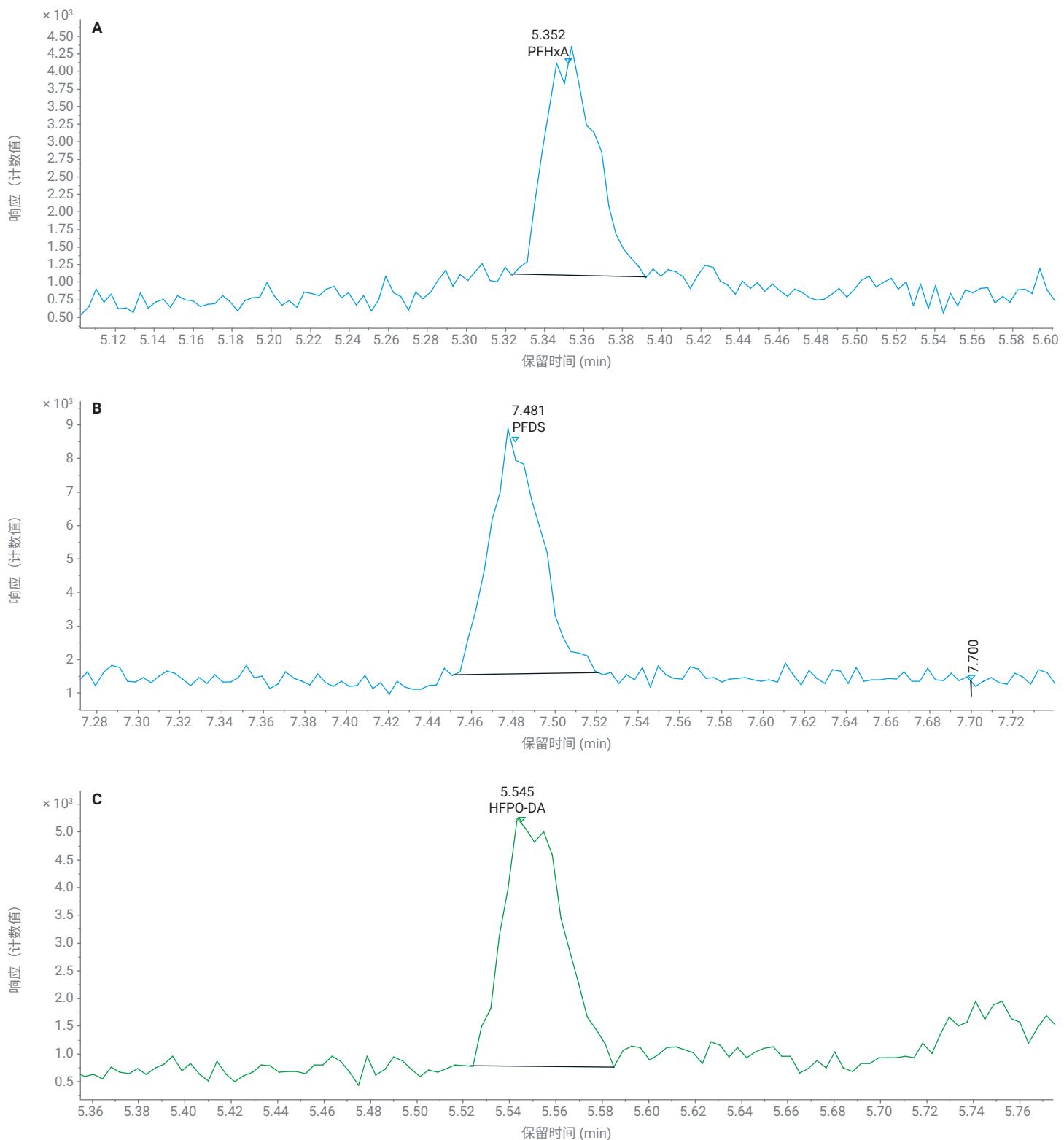


图 4. (A) PFHxA (0.2 ng/mL)、(B) PFDS (0.1 ng/mL) 和 (C) HFPO-DA (0.5 ng/mL) 在 LOQ 下的色谱图

结论

本研究采用 SIM 采集与集成的数据分析解决方案，为亚 ppb 级 PFAS 定量提供了一种实用方法。Agilent InfinityLab Pro iQ Plus LC/MS 系统采用单位质量检测器，展现出了卓越的灵敏度以及良好的线性和重现性。Agilent OpenLab CDS 2.8 提供了从数据采集到最终报告的一站式工作流程，使用户可以轻松、顺畅地交付分析结果。

参考文献

1. Evich, M. G.; et al. Per- and Polyfluoroalkyl Substances in the Environment. *Science* **2022**, 375(6580). <https://doi.org/10.1126/science.abg9065>.

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-006229

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, 2025
2025 年 5 月 19 日, 中国出版
5994-8355ZHCN

