

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. 本研究分析中的 PFAS 列表

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

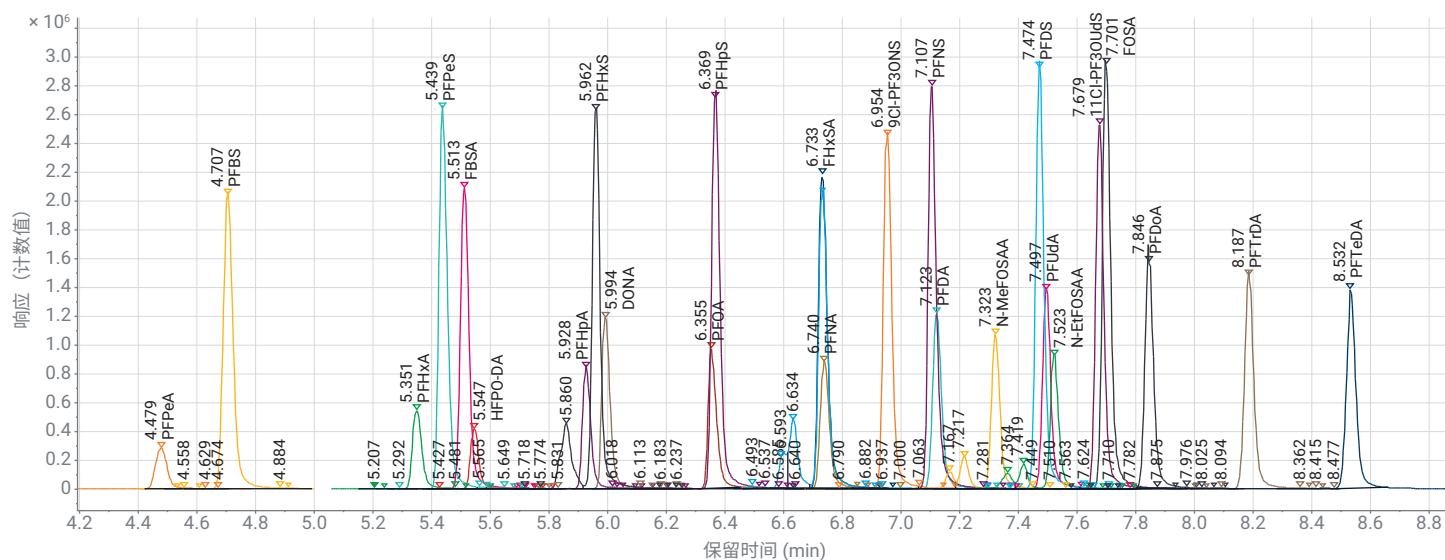


图 1. 通过 SIM 采集获得的 26 种 PFAS 分析物的色谱图，浓度为 50 ng/mL

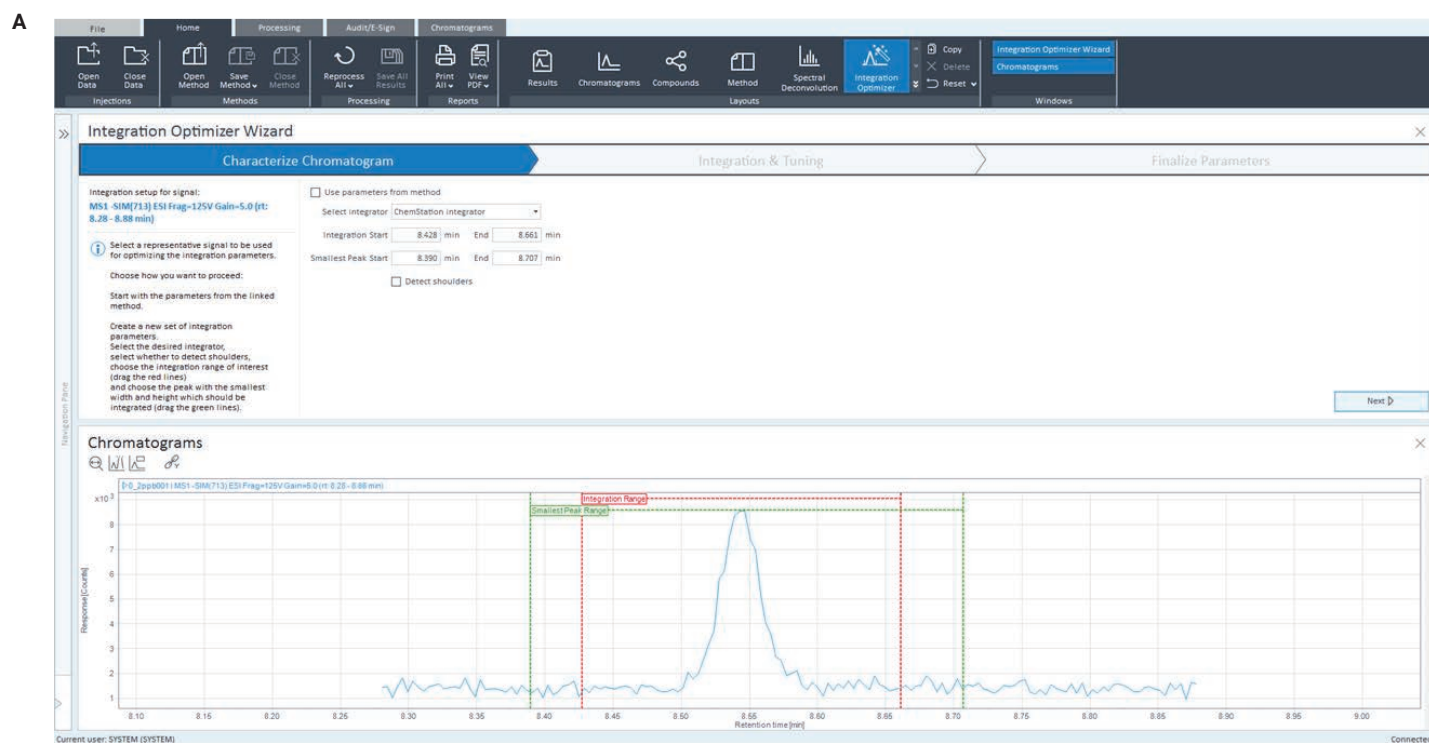


图 2. PFTeDA 积分优化器向导工作流程示例。第一步 (A) 确定积分范围和最小峰范围。第二步 (B) 调整积分设置。最后是参数设置汇总 (C)。(图接下页)

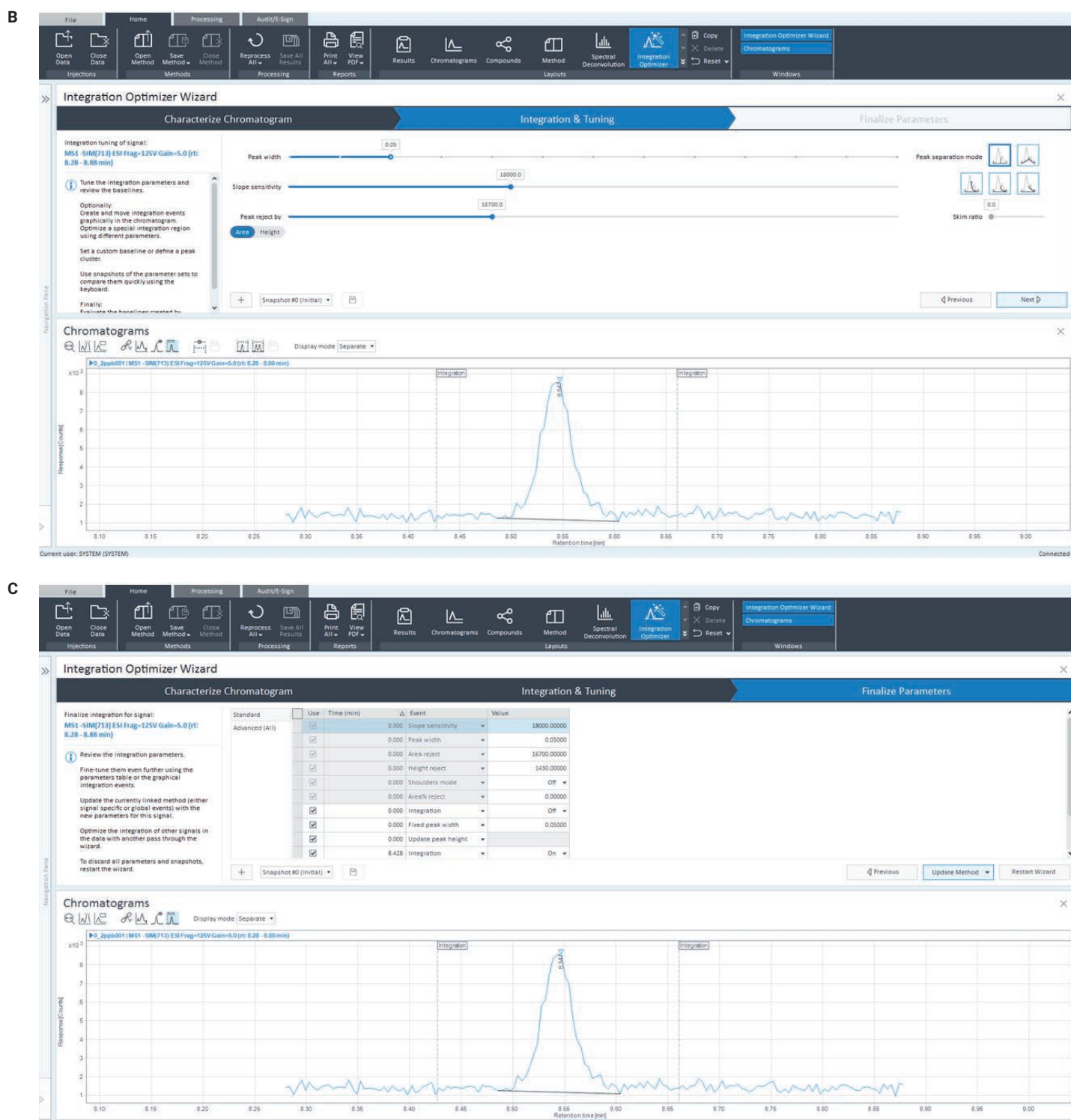


图2. (接上页) PFTeDA 积分优化器向导工作流程示例。第一步 (A) 确定积分范围和最小峰范围。第二步 (B) 调整积分设置。最后是参数设置汇总 (C)

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
PFTTrDA	0.2-50	0.999	86-115	4.0
11Cl-PF3OUdS	0.2-50	0.999	89-113	5.1
PFD _o A	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）。

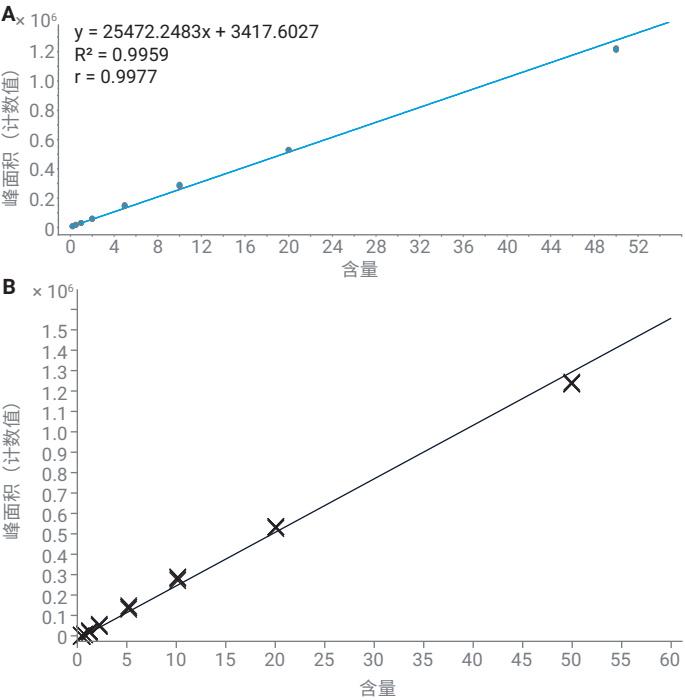


图 3. (A) OpenLab CDS 采集软件和 (B) OpenLab 报告中的校准曲线

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。

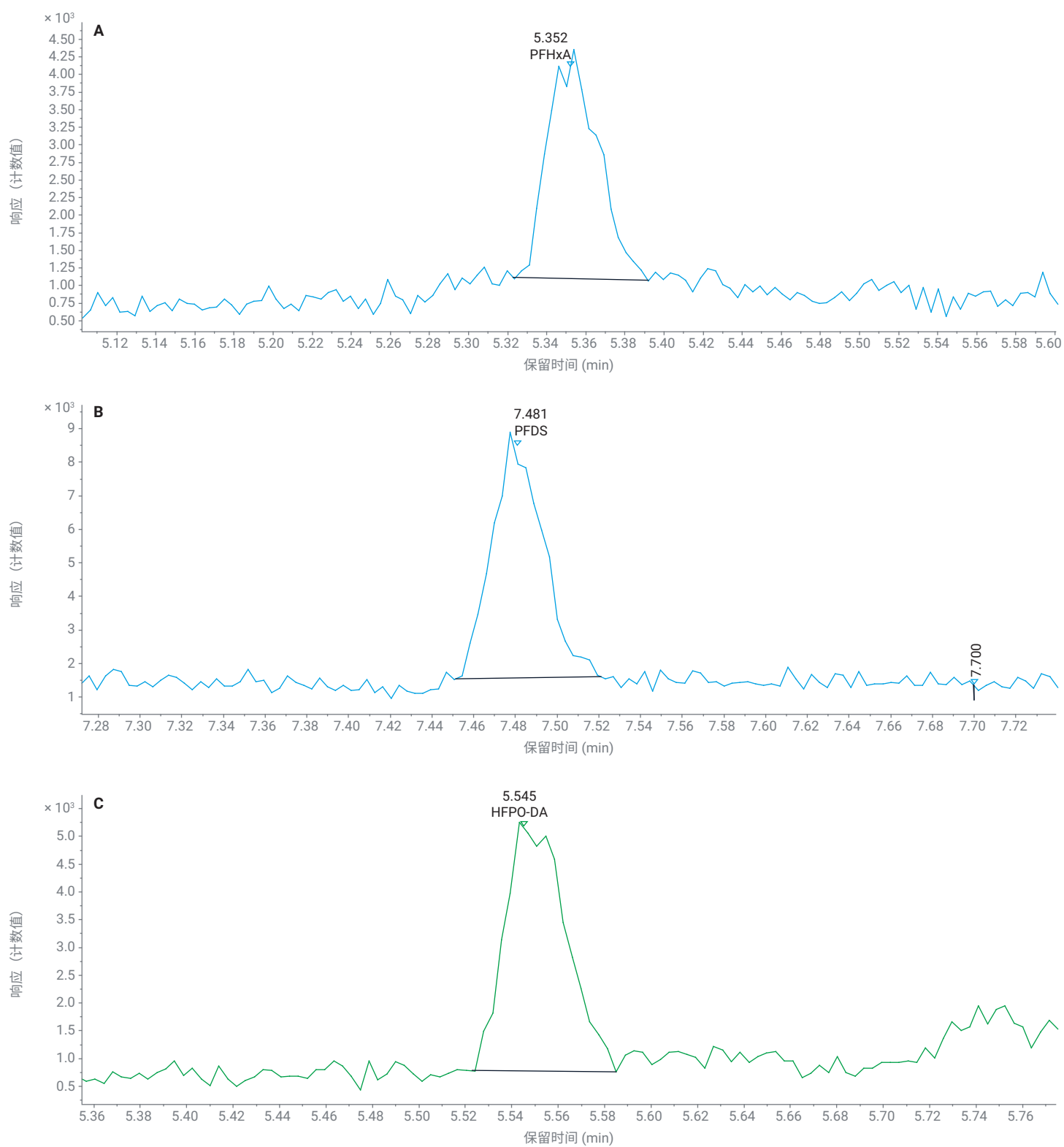


图 4. (A) PFHxA (0.2 ng/mL)、(B) PFDS (0.1 ng/mL) 和 (C) HFPO-DA (0.5 ng/mL) 在 LOQ 下的色谱图

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