

使用 Agilent UltiMetal 热脱附管 对挥发性和半挥发性 PFAS 进行 TD-GC/MS/MS 分析

扩展 ASTM D8591-24 的方法

作者

Samuel P. Haddad,
Alan M. Medina-Gonzalez,
Allen K. Vickers, Eric L. Park
安捷伦科技有限公司

摘要

挥发性和半挥发性中性全氟和多氟烷基物质正日益被公认为一类重要的空气污染物，也是人体接触这些物质的重要途径，尤其是在室内环境中。准确测量这些化合物需要采用能够应对化合物挥发性、持久性及对实验室背景污染敏感的采样和分析方法。本研究使用 Agilent UltiMetal PFAS 热脱附管对 ASTM D8591-24 进行评估，使用 Markes TD100-xr 热脱附仪、Agilent 8890 气相色谱系统和 Agilent 7000E 三重四极杆质谱仪进行分析。除 ASTM D8591-24 中规定的四种氟调聚醇以外，该方法还扩展至涵盖氟化丙烯酸酯、全氟烷基磺酰胺和磺酰胺乙醇。使用 Agilent J&W DB-WAX 超高惰性 (UI) 色谱柱实现了色谱分离，且化合物特异性多反应监测离子对能够对部分共洗脱的分析物进行选择定量。在 Agilent UltiMetal PFAS 热脱附管上，管上 5 ng 的氟调聚醇的日间和日内重复性表明相对标准偏差低于 6%。所有目标分析物的五点校准曲线均满足 ASTM 性能标准。管上 250 pg 目标分析物的精密度范围为 3% 至 11%。目标分析物的仪器检出限范围为 13 pg 至 39 pg，表明其适用于痕量分析。这些结果表明，Agilent UltiMetal PFAS 热脱附管与 TD-GC/MS/MS 相结合，为定量分析空气中的挥发性和半挥发性 PFAS 提供了一种可靠且可扩展的方法。

前言

室内环境中使用的材料和消费品会释放出多种挥发性和半挥发性化合物，例如全氟和多氟烷基化合物 (PFAS)。其中，中性 PFAS 是 PFAS 的一个子类，其特征是蒸气压相对较高，主要以气相形式存在^[1-3]，包括氟调聚醇 (FTOHs)、全氟烷基磺酰胺 (FOSAs)、磺酰胺乙醇 (FOSEs) 和氟化丙烯酸酯 (ACR)^[1,3,4]。这些中性 PFAS 化合物通常不会在水性环境介质中解离，因此挥发性更高，大气寿命也更长，某些情况下可长达约 80 天^[1]。

越来越多的证据表明，室内空气是人体暴露于挥发性 PFAS 的重要途径，但此前这一途径一直被忽视，因此科学界和监管机构对挥发性 PFAS 的关注日益增加^[1,3,4-6]。由于人们 90% 以上的时间都在室内度过，吸入已被公认为接触 PFAS 前体的重要途径^[4,7]。研究表明，在空气交换通常比较有限的室内环境中，挥发性 PFAS 的积累水平可能达到或超过室外浓度^[1,8]。受控室内空气研究表明，FTOHs 是家庭、学校和商业场所中含量最丰富的 PFAS，这反映了其在消费品中的广泛使用^[1,3,4]。

室内挥发性 PFAS 的来源众多、分散，并且存在于日常用品中。例如，FTOHs、FOSAs 和 FOSEs 被应用于纺织品、地毯、内饰、纸张和包装、化妆品、炊具涂层、油漆和表面处理^[1,9-11]。这些物品会随着时间的推移，通过挥发、磨损和室内化学反应缓慢释放 PFAS。室内空气研究表明，中性 PFAS 通常占室内环境中 PFAS 总量的 60% 至 78%，其中 6:2、8:2 和 10:2 FTOH 占比最高^[1,3,4,12]。

随着人们对挥发性 PFAS 暴露的日益关注，测量科学也取得了进步。ASTM D8560-24 建立了室内空气中 PFAS 的采样和分析的完整框架。D8560-24 强调了 PFAS 蒸气压的巨大差异，以及将采样介质（如聚氨酯泡沫、活性炭或聚乙烯片）与目标化合物的理化特性相匹配的必要性。这表明没有任何单一采样方法能够捕获所有类别的 PFAS，因此专为气相设计的样品前处理方法对于表征挥发性 PFAS 至关重要^[3]。作为补充，ASTM D8591-24 提供了一种经验证的热脱附 GC/MS/MS 方法，用于定量检测室空气中的 FTOHs，该方法灵敏度高、采用质量选择性离子对，并具有明确的校准程序^[5]。这两项标准共同体现了分析能力的提升，以及对统一且专为 PFAS 设计的空气监测方案的需求。

先前的研究将 Markes TD100-xr 热脱附仪与 Agilent 8890 气相色谱系统和 Agilent 7000E 三重四极杆质谱仪联用，建立并验证了 ASTM D8591-24 中描述的工作流程^[13]。在此基础上，本应用简报评估了新推出的 Agilent UltiMetal 热脱附 (TD) 管的性能，并扩展了 D8591-24 框架内目标分析物的范围。除 D8591-24 中最初规定的四种 FTOH 化合物以外，该方法已扩展至涵盖氟化丙烯酸酯、FOSA 和 FOSE 物质。这些分析物是基于 ASTM D8560-24 中报告的浓度以及近期文献中的研究成果选择的^[1,3,4,14]。此外，本研究还展示了针对扩展分析物列表的低浓度检测能力，凸显了 TD-GC/MS/MS 在痕量分析和常规监测中的适用性。

实验部分

化学品与试剂

目标分析物列于表 1 中。4:2 FTOH、6:2 FTOH、8:2 FTOH 和 10:2 FTOH 以浓度为 500 µg/mL 的单一混合物购自 AccuStandard (New Haven, Connecticut)。MFOET 是 ASTM D8591-24 中规定的回收率检查标准品 (RCS)，并且是 8:2 FTOH [M+4] 的同位素标记版本。MFDET 是 ASTM D8591-24 中规定的内标 (ISTD)，并且是 10:2 FTOH [M+4] 的同位素标记版本。MFOET、MFDET、8:2 ACR、10:2 ACR、MeFOSA、EtFOSA、MeFOSE 和 EtFOSE 以浓度为 50 µg/mL 的单标购自 Wellington Laboratories Inc.(Guelph, Ontario)。甲醇由安捷伦科技公司提供 (部件号 5191-5111)。为建立校准曲线，配制了两种溶液。将 ISTD (MFDET) 加入储备液中，配成 5 µg/mL 的溶液，再稀释至 1 µg/mL (即 1000 pg/µL)。将所有目标分析物和 RCS (MFOET) 添加至 5 µg/mL 的储备液中，然后稀释以创建浓度分别为 2500、1500、1000、500、250、100、50、25 和 10 pg/µL 的各浓度溶液。

表 1. 所有目标分析物的化合物名称、缩写和 CAS 号

化合物	缩写	CAS
1H,1H,2H,2H-全氟-1-己醇	4:2 FTOH	2043-47-2
1H,1H,2H,2H-全氟-1-辛醇	6:2 FTOH	647-42-7
1H,1H,2H,2H-全氟-1-癸醇	8:2 FTOH	678-39-7
1H,1H,2H,2H-全氟-1-十二醇	10:2 FTOH	865-86-1
2-全氟辛基(1,1-2H2,1,2-13C2)乙醇	MFOET	872398-73-7
2-全氟癸基(1,1-2H2,1,2-13C2)乙醇	MFDET	872398-74-8
1H,1H,2H,2H-全氟癸基丙烯酸酯	8:2 ACR	27905-45-9
1H,1H,2H,2H-全氟十二烷基丙烯酸酯	10:2 ACR	17741-60-5
N-甲基全氟-1-辛烷磺酰胺	MeFOSA	31506-32-8
N-乙基全氟-1-辛烷磺酰胺	EtFOSA	4151-50-2
2-(N-甲基全氟-1-辛烷磺酰胺)乙醇	MeFOSE	24448-09-7
2-(N-乙基全氟-1-辛烷磺酰胺)乙醇	EtFOSE	1691-99-2

仪器

使用 Markes TD100-xr 热脱附仪与 Agilent 8890 GC 和 7000E GC/TQ 进行分析。仪器方法参数列于表 2 中。在 Markes TD100-xr 中，使用 Agilent Ultimate Plus 去活熔融石英管线 (0.25 mm；部件号 CP802510) 作为传输线，与安捷伦惰性流路相匹配。在本方法中关闭进样口隔垫吹扫。

此外，建议使用 6 mm 提取透镜 (部件号 G3870-20448) 进行 TD 分析。采用 Agilent J&W DB-WAX UI 色谱柱 (30 m × 0.25 mm, 0.25 µm，部件号 122-7032UI) 进行分析。

表 2. 用于 PFAS 分析的 TD、GC 和 MS 条件

Markes TD100-xr	
流路	200 °C
吸附管	Agilent UltiMetal PFAS TD 管 (部件号 5190-1137)
干气吹扫	50 mL/min 下 1.0 min
管脱附	300 °C，50 mL/min 下 10 min
聚焦冷阱	UNITY-xr PFAS 聚焦冷阱 (部件号 MKI-U-T24PFAS-2S)
捕集阱吹扫	50 mL/min 下 1.0 min
冷阱低温	25 °C
冷阱脱附	300 °C (保持 4 min)
加热速率	最大
出口分流流速	6 mL/min (6:1)
Agilent 8890 气相色谱仪	
载气	氦气
进样口	分流/不分流 (用于 TD)
模式	直接进样
进样口温度	280 °C
隔垫吹扫流量	关闭
柱温箱	初始: 35 °C (保持 2 min) 温阶 1: 以 15 °C/min 升至 215 °C 温阶 2: 以 60 °C/min 升至 250 °C (保持 0.167 min)
色谱柱	Agilent J&W DB-WAX 超高惰性柱, 30 m × 0.25 mm, 0.25 µm
控制模式	恒流, 1.2 mL/min
Agilent 7000E GC/TQ	
离子源	Agilent InertPlus Extractor 离子源
透镜直径	6 mm
传输线温度	260 °C
离子源温度	280 °C
四极杆温度	150 °C
模式	动态 MRM
溶剂延迟	5 min
增益	1
碰撞气体	氮气, 1.5 mL/min
淬灭气体	氦气, 2.5 mL/min
自动扣除基线	是
先进的 SIM/MRM 阈值控制	是
调谐	atunes.eiex.jtune

使用 MassHunter 10.2 中的 Agilent MassHunter Optimizer 软件采集多反应监测 (MRM) 离子对。MRM 定量离子和定性离子列于表 3 中。对于每种目标分析物，至少使用两个定性离子。每种目标分析物均选择丰度最高的离子对作为定量离子，除非 ASTM D8591-24 表 1 中另有规定^[5]。

PFAS 的来源及控制措施

PFAS 在实验室环境中会造成普遍且难以控制的干扰，因为它们广泛存在于常见的实验室材料、消耗品甚至仪器中^[5,13]。目标分析物可能由仪器组件、吸附剂、管线、玻璃器皿、溶剂、移液吸头、实验服和个人防护装备等来源引入，这使得区分真正的样品信号与背景干扰（尤其是在 ASTM D8591-24 等方法中）成为一项重大的分析挑战。相关研究和指导文件强调，必须通过严格的空白分析，确保测试工具和装置不会引入任何可测量的目标分析物。实现这一目标的方式有两种：用甲醇冲洗材料，在与样品相同的热脱附条件下分析冲洗液；或是在每个批次中设置过程空白^[5,15-17]。痕量的背景 PFAS 会导致定量偏差或假阳性结果。实验室通常采用严格的标准操作规程 (SOPs) 和专用或隔离的消耗品以及特定的清洁方案，以降低污染风险。尽管采取了这些控制措施，但由于 PFAS 的持久性、挥发性以及在常规分析工作流程中从聚合物和含氟材料中浸出的倾向，PFAS 干扰仍然是分析不确定度的重要来源。

在本应用简报中，使用甲醇进行清洁、样品稀释、进样针冲洗和样品瓶清洗，以减少背景污染。对甲醇清洗样品的分析证实，进样针和样品瓶未造成可测量的污染。为进一步减少潜在干扰，使用了安捷伦 2 mL 聚丙烯样品瓶（部件号 5191-8121）、250 µL 聚丙烯内插管（部件号 5190-4073）和聚丙烯螺口盖（部件号 5191-8151），这些消耗品均针对 PFAS 分析进行了优化，用于储存校准样品。先前的研究表明，Markes 和安捷伦系统均适用于 FTOH 测量，且未检出 FTOH 目标分析物的背景信号^[13]。与这些研究结果一致，本研究均在每次样品分析前运行仪器空白，即分析不含吸附剂材料的空白管。这些空白实验证实，Markes 和安捷伦仪器均未引入可测量的目标分析物。此外，热脱附管上的 UltiMetal 涂层可钝化活性位点，防止其与目标分析物相互作用或造成目标分析物残留，从而减少潜在的不确定度来源。

校准样品和测试样品的制备

所有校准点和样品均通过使用 Markes CSLR 溶液加样装置（部件号 MKICCSLR）将测试溶液和 ISTD 溶液上样至 Agilent UltiMetal PFAS TD 管（部件号 5190-1137）上来制备。在配备有大容量通用捕集阱 (RMSN-2) 的 Markes TC-20 吸附管老化仪和干气吹扫单元（部件号 G8133A）上，按照 TD 管的老化指南对管进行预老化。所有 CSLR 溶液加样装置前端均配有在线通用捕集阱 (RMSN-2)，以确保使用高纯度氮气。每次溶液上样前，均在 TD-GC/MS/MS 上对样品管进行空白分析，以确保其清洁度。在运行每个校准点或样品之后，都会在 TC-20 上对样品管进行再次老化，以确保其清洁度。

表 3. 目标分析物的 MRM 离子对

目标分析物	保留时间 (min)	定量离子对	碰撞能量	定性离子对 1	碰撞能量	定性离子对 2	碰撞能量	定性离子对 3	碰撞能量	定性离子对 4	碰撞能量
4:2 FTOH	6.581	95.0 → 69.0	15	196.0 → 127.0	5	244.0 → 127.0	10	131.0 → 69.0	25	127.0 → 77.0	15
6:2 FTOH	7.208	95.0 → 69.0	15	127.0 → 77.0	15	131.0 → 69.0	25	344.0 → 127.0	10		
8:2 ACR	7.542	99.0 → 57.0	10	119.0 → 69.0	10	131.0 → 69.0	25	518.0 → 99.0	15	169.0 → 69.0	10
MFOET (RCS)	7.909	129.0 → 79.0	15	96.0 → 69.0	15	181.0 → 131.0	10	415.0 → 96.0	15	448.0 → 129.0	5
8:2 FTOH	7.925	95.0 → 69.0	15	131.0 → 69.0	25	127.0 → 77.0	15	181.0 → 131.0	10	444.0 → 127.0	10
10:2 ACR	8.43	99.0 → 57.0	10	131.0 → 69.0	25	119.0 → 69.0	10	169.0 → 119.0	10	181.0 → 131.0	10
MFDET (ISTD)	8.699	129.0 → 79.0	15	181.0 → 131.0	10	96.0 → 69.0	15	515.0 → 96.0	20	548.0 → 129.0	5
10:2 FTOH	8.713	127.0 → 77.0	15	95.0 → 69.0	15	131.0 → 69.0	25	544.0 → 127.0	10		
EtFOSA	11.763	108.0 → 80.0	5	131.0 → 69.0	25	448.0 → 69.0	35				
MeFOSA	12.151	94.0 → 30.0	15	131.0 → 69.0	25	181.0 → 69.0	10	448.0 → 69.0	25		
MeFOSE	13.202	526.0 → 69.0	45	169.0 → 69.0	10	131.0 → 69.0	25	462.0 → 93.0	25		
EtFOSE	13.259	540.0 → 69.0	45	169.0 → 69.0	10	131.0 → 69.0	25	448.0 → 69.0	45	149.0 → 93.0	15

在校准点或样品上样时，将管放入 CSLR 中，氮气流速为 100 mL/min。然后使用手动气密进样针上样 1 μ L 测试溶液，然后上样 1 μ L ISTD 溶液。针对测试溶液和 ISTD 溶液使用不同的进样针。每次使用后，进样针均用先前分析确认为未检出目标分析物的甲醇进行清洗。进样完成后，将管在 CSLR 上吹扫 3 分钟，以去除大部分甲醇。质谱仪设置溶剂延迟时间，以避免 TD 管中残留的少量甲醇。经 3 分钟吹扫后，将管用压合型 DiffLok 盖（部件号 MKI-MTD-1169）加盖，并放入样品盘中以便立即使用。样品组加样完成后，更换每个 CSLR 的隔垫，并用经确认未检出目标分析物的甲醇清洗隔垫固定部件。

请注意，Markes International 建议用于 PFAS 分析的吹扫时间为 60 分钟。在本研究中，使用 3 min 的吹扫时间未发现任何问题，所有结果均在 3 分钟的吹扫时间下获得。但是，建议所有分析人员根据方法需求来评估吹扫时间。具体而言，如果将当前方法扩展至涵盖用甲醇部分洗脱的全氟羧酸，则必须使用完整的 60 分钟吹扫时间^[18,19]。此外，TD100-xr 冷阱上过量的甲醇积累会损坏冷阱。

结果与讨论

色谱分析

评估了多种色谱柱化学填料，以确定能够充分分离目标分析物的配置。ASTM D8591-24 规定使用经硝基对苯二甲酸改性的聚乙二醇 (PEG) 色谱柱或等效固定相^[5]。与该指定色谱柱化学填料等效的安捷伦产品是 Agilent J&W DBFFAP（部件号 122-3232）。将该色谱柱的性能与 Agilent J&W DBWAX UI 超高惰性色谱柱（部件号 122-7032UI）的性能进行了比较。DB-WAX UI 采用一项新技术，使该 PEG 色谱柱在更广泛的分析物官能团类型上表现出更强的惰性，并在高温分析过程中稳定固定相，从而延长色谱柱的使用寿命。总体色谱分离效果相似，但 DBWAX UI 提供了改善的峰形并减少了拖尾。

在 DB-WAX UI 上观察到所有目标分析物均获得基线分离，但 MFOET 和 MFDET 除外，两者分别与 8:2 FTOH 和 10:2 FTOH 共洗脱；且 MeFOSE 和 EtFOSE 之间的分离结果也除外（图 1）。然而，使用各自特异的 MRM 离子对，可以对共洗脱的目标分析物进行特异性鉴定（图 2）。在本分析中，发现拖尾直接受质谱离子源温度的影响。最初，该方法采用 250 °C 的离子源温度运行，导致 FOSA 和 FOSE 目标分析物出现严重拖尾。当离子源温度升高至 280 °C 时，峰形明显改善。

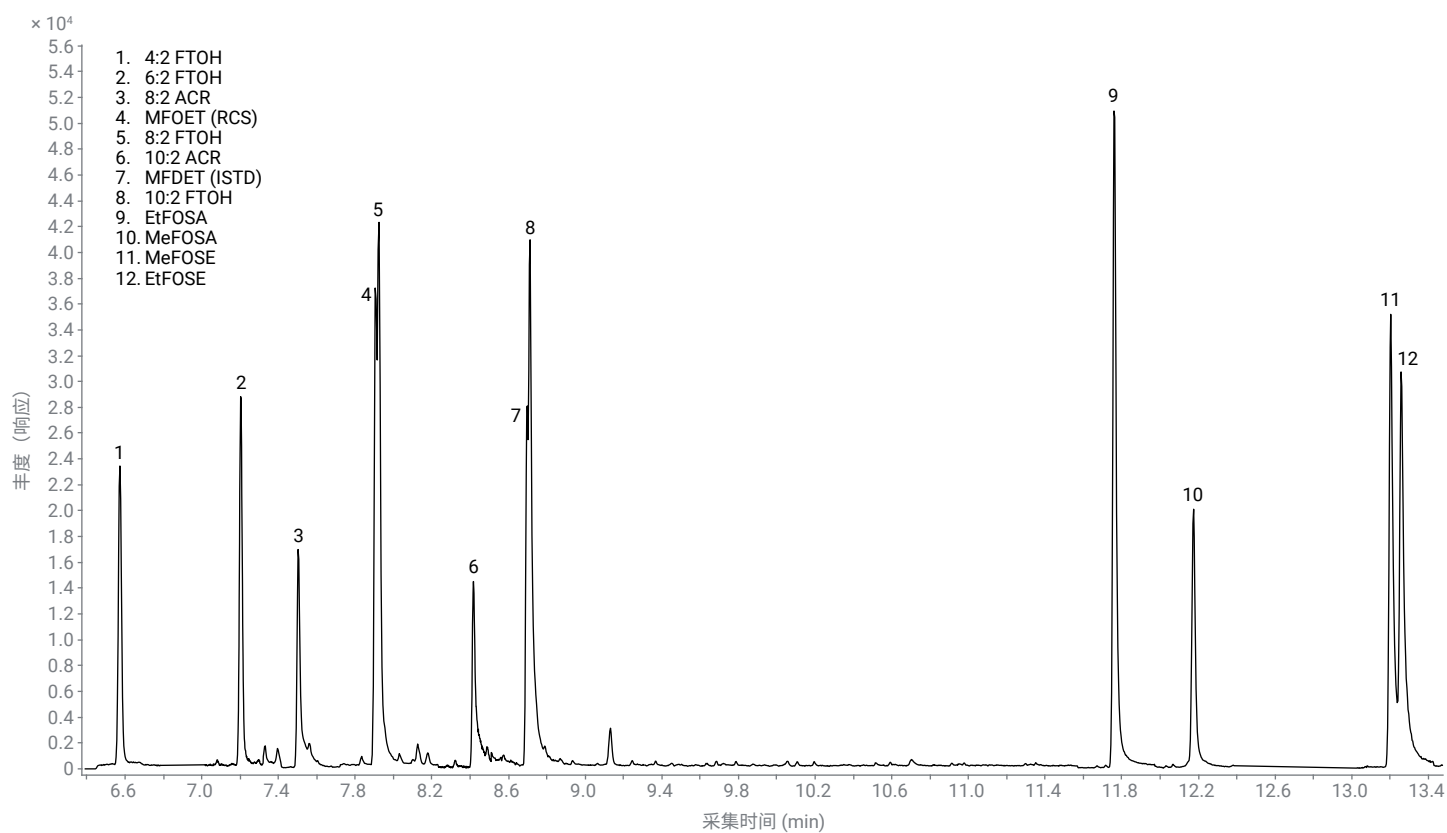


图1. 管上 1000 pg 的目标分析物的色谱图 (TIC)

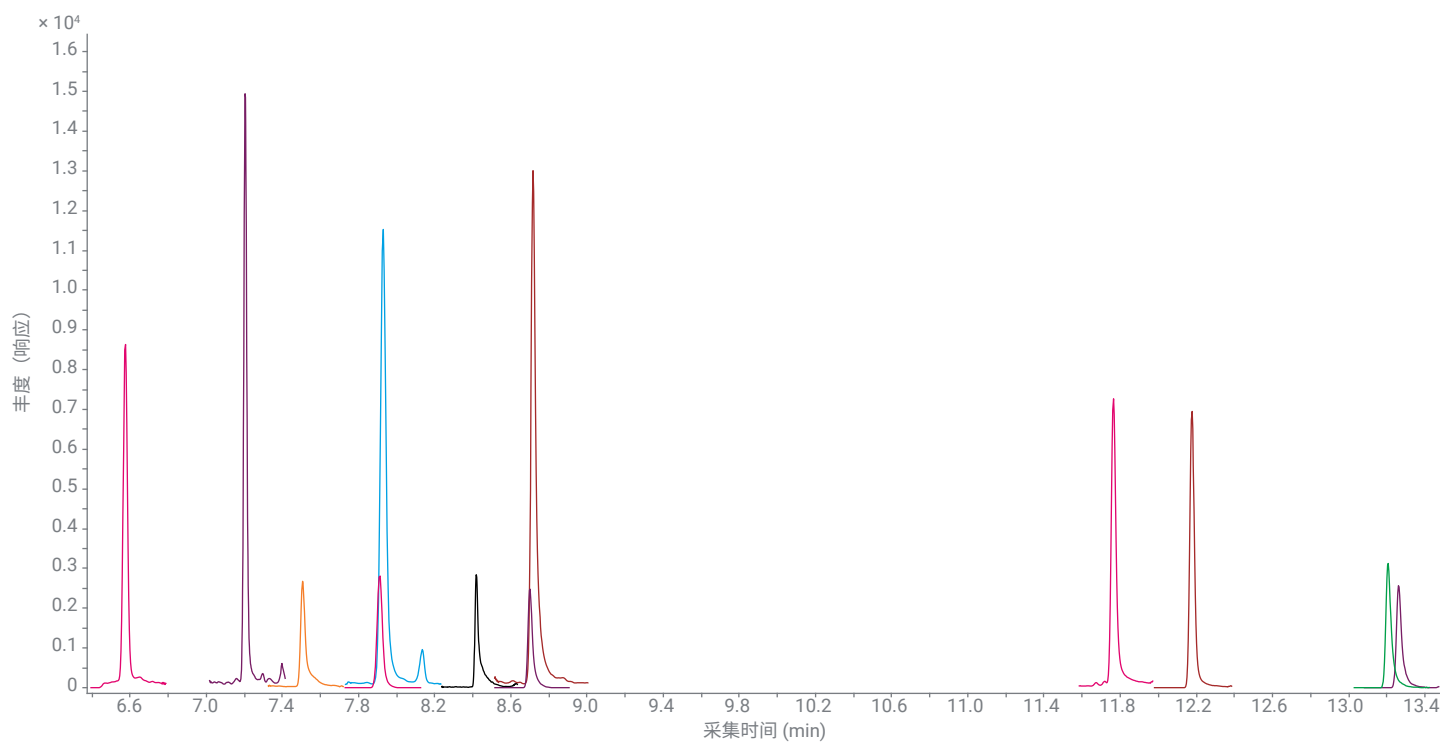


图2. 管上 1000 pg 的目标分析物的定量 MRM 离子对

日间和日内重复性

使用 UltiMetal PFAS TD 管，对 ASTM D8591-24 中列出的 FTOHs 进行了日间和日内重复性的初步评估。在四个不同的日期，各取七根 TD 管，每根加入 1 µL 的 5 ng/µL 标准溶液进行加标。为了直接表征目标分析物和内标本身的重复性，使用原始峰面积响应而非归一化至内标来评估重复分析结果。在第 1 天至第 3 天，将管加标，然后立即分析。在第 4 天，将管加标，用压合型 DiffLok 盖加盖，然后在实验台上放置 72 h 后进行分析。所有 FTOHs 均表现出出色的日间和日内重复性，所有 %RSDs 均小于 6%（表 4）。

表 4. D8591 中列出的目标分析物在管上 5 ng 时的日间和日内 %RSD (n = 7)

目标分析物	日内 %RSD				日间 %RSD
	第 1 天	第 2 天	第 3 天	第 4 天	
4:2 FTOH	2.25	3.58	4.84	3.09	3.74
6:2 FTOH	3.36	4.11	4.78	1.94	3.95
MFOET (RCS)	4.33	4.13	4.90	2.08	4.28
8:2 FTOH	4.29	4.05	5.14	2.02	4.32
MFDET (ISTD)	3.57	3.96	5.66	2.23	4.58
10:2 FTOH	3.25	3.61	5.71	2.68	4.62

ASTM D8591 的扩展

先前的研究证明了使用 ASTM D8591-24 检测氟调聚醇 (FTOHs) 的性能^[13]。ASTM D8591-24 允许将目标分析物列表扩展至方法中规定的四种 FTOHs 之外，前提是满足该标准规定的所有性能指标。本应用简报的目的是证明另外六种分析物，即 8:2 ACR、10:2 ACR、MeFOSA、EtFOSA、MeFOSE 和 EtFOSE，也满足这些标准。ASTM D8591-24 还允许根据研究目的调整校准范围至相关浓度。本研究的重点是实现 PFAS 的灵敏、低浓度检测。

为了评估方法性能，构建了管上 0.1–2.5 ng 范围内的五点校准曲线（图 3）。表 5 汇总了所有 PFAS 目标分析物的方法性能数据，包括：平均响应因子百分比相对标准偏差（平均 RF %RSD）、管上 250 pg 重复样品的 %RSD（精密度）、使用公式 1 计算的仪器检出限 (IDLs)，以及 IDL 重复样品的相应浓度。平均 RF %RSD 值范围为 3.3% 至 8.8%，而目标分析物的精密度值范围为 3% 至 11%。计算出的 IDLs 范围为每管 13–39 pg。总体而言，该方法满足 ASTM D8591-24 规定的性能标准，即平均 RF %RSD 和精密度 %RSD 均应小于 25%^[5]。

公式 1. IDL 计算公式

$$IDL = s \times t(n - 1, 1 - \alpha = 99) = s \times 2.998$$

其中：

t(n - 1, 1 - α) = 自由度为 n - 1，置信水平为 99% 的 t 值

n = 测试次数 (8)

s = 八次测试的标准偏差

表 5. PFAS 目标分析物的平均 RF %RSD、管上 250 pg 时的 %RSD (n = 8)、IDL (n = 8) 以及重复 IDLs 样品的浓度

目标分析物	平均 RF %RSD	%RSD (250 pg)	IDL (pg)	IDL 含量 (pg)
4:2 FTOH	3.3	8.0	19	100
6:2 FTOH	5.3	5.0	21	100
8:2 ACR	4.9	6.1	16	100
MFOET (RCS)	7.4	3.0	24	100
8:2 FTOH	6.1	4.3	21	100
10:2 ACR	3.7	6.0	14	100
10:2 FTOH	3.3	5.0	22	100
EtFOSA	3.8	6.0	13	100
MeFOSA	4.9	6.8	15	100
MeFOSE	8.8	11.0	39	250
EtFOSE	8.2	9.0	32	250

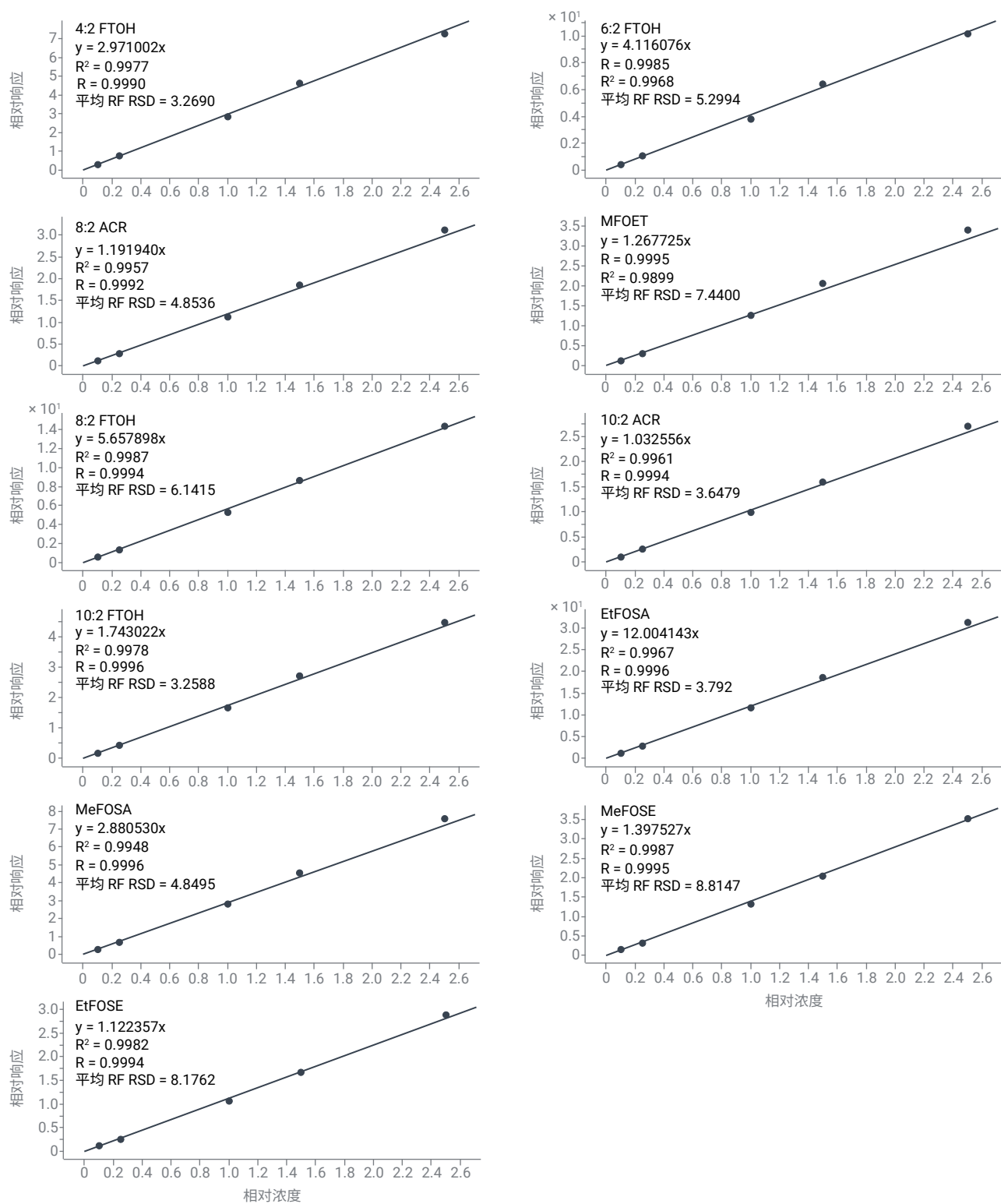


图 3. 所有 PFAS 目标分析物在管上 0.1–2.5 ng 范围内的校准曲线

目标分析物的痕量分析

先前报道的 FTOHs 的预测检出限 (LODs) 在 14–35 pg 之间，而本研究计算出的 IDLs 表明，可检出低至 13 pg 的目标分析物^[13]。因此，对观察到的检出限进行考察具有重要意义。在管上 10、25 和 50 pg 三个浓度水平各进行三次重复分析。将校准曲线扩展至 10 pg，以考察校准曲线的平均响应因子 RSDs。表 6 显示，所有目标分析物的平均 RF %RSD 范围为 7% 至 19.8%，且 R² 均大于 0.999。图 4 和图 5 分别显示了管上 10 pg 和 25 pg 的积分峰。

表 6. PFAS 目标分析物在管上 0.01–2.5 ng 范围内的校准曲线的平均 RF %RSD 和决定系数 (R²)

目标分析物	平均 RF %RSD	R ²
4:2 FTOH	12.5	0.9992
6:2 FTOH	12.7	0.9992
8:2 ACR	19.8	0.9994
MFOET (RCS)	9.8	0.9998
8:2 FTOH	11.8	0.9998
10:2 ACR	19.8	0.9999
10:2 FTOH	9.1	0.9998
EtFOSA	7.1	0.9999
MeFOSA	7.0	0.9999
MeFOSE	15.2	0.9998
EtFOSE	14.6	0.9996

本研究中介绍的仪器配置和方法能够检测和校准低至 10 pg 的目标分析物。然而，是否能在如此低的水平下满足 D8591-24 的标准仍需进一步研究，充分验证该浓度水平下的稳健性和重复性已超出本研究的范围。在低于 100 ng 的水平上的重复性具有重要意义，因为已经证明，随着浓度降低，目标分析物的 %RSD 有所增加^[5]。

流路惰性和表面去活

分析流路的化学惰性在实现挥发性和半挥发性 PFAS 的准确定量方面发挥着关键作用。本研究使用的 Agilent UltiMetal PFAS 热脱附管采用安捷伦的 UltiMetal Plus 去活技术，这是一种专有的化学气相沉积 (CVD) 工艺，应用于不锈钢表面。该处理形成高纯度惰性层，钝化未经处理的不锈钢表面上常见的活性位点，例如金属氧化物位点。已知这些位点会催化降解或吸附极性和反应性分析物（包括醇类、酸类和磺酰胺类），从而导致峰拖尾、回收率降低和背景水平升高。

UltiMetal Plus 涂层可大幅减少化合物与表面的相互作用，从而减少这类影响，改善峰形、增强响应的线性并实现更低的检出限。这些优势对于痕量 PFAS 分析尤为重要，因为分析灵敏度和重现性至关重要。经 UltiMetal Plus 处理的管在所有目标分析物中均表现出色，在仪器空白中未观察到可测量的背景污染。此外，该涂层具有高热稳定性（高达 400 °C）和疏水表面特性，有助于实现一致的分析物回收率并减少残留。这些特性表明，经 UltiMetal Plus 处理的 TD 管适用于对空气中的挥发性 PFAS 进行常规监测^[20]。

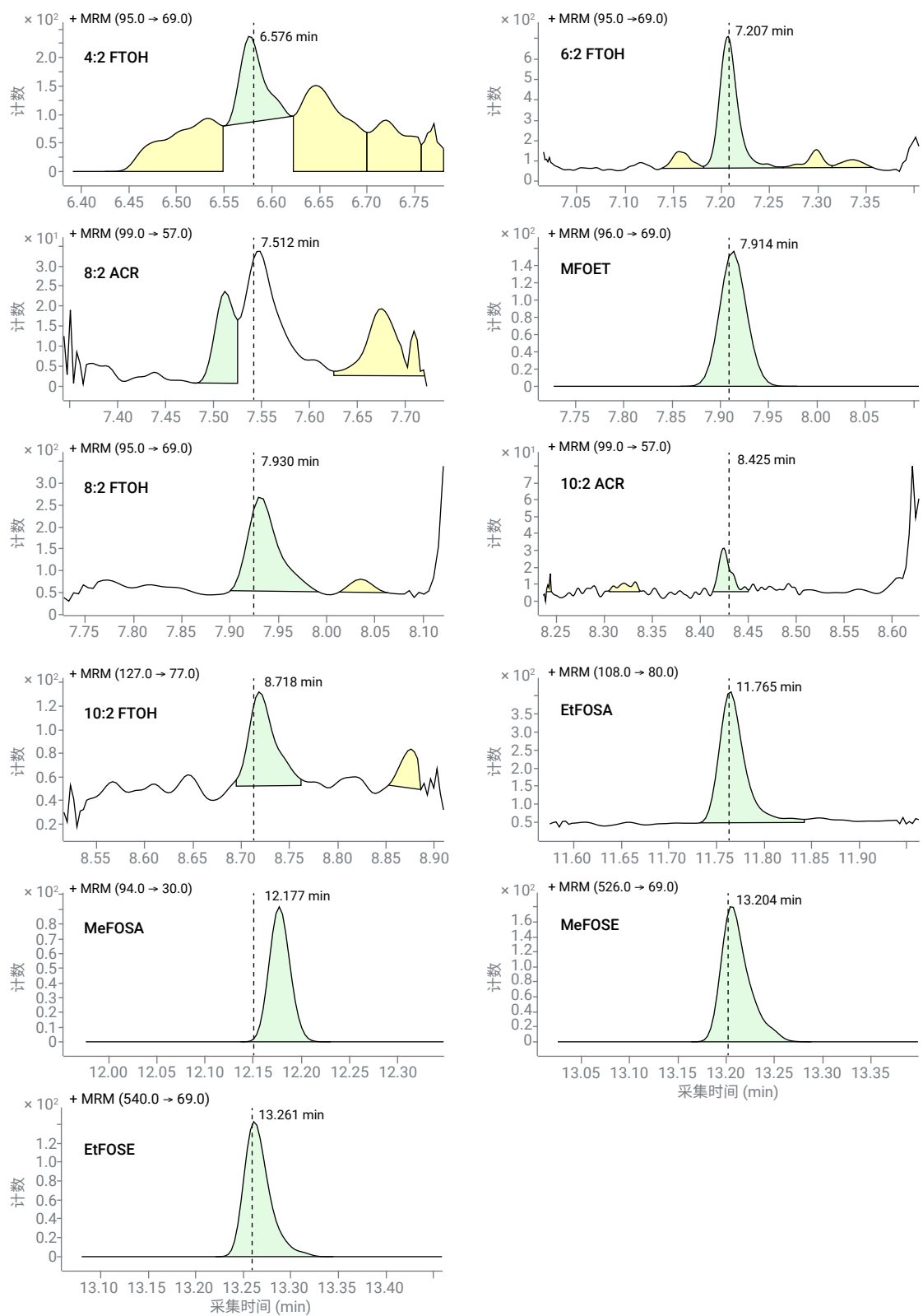


图 4. 管上 10 pg 的 PFAS 目标分析物的定量峰

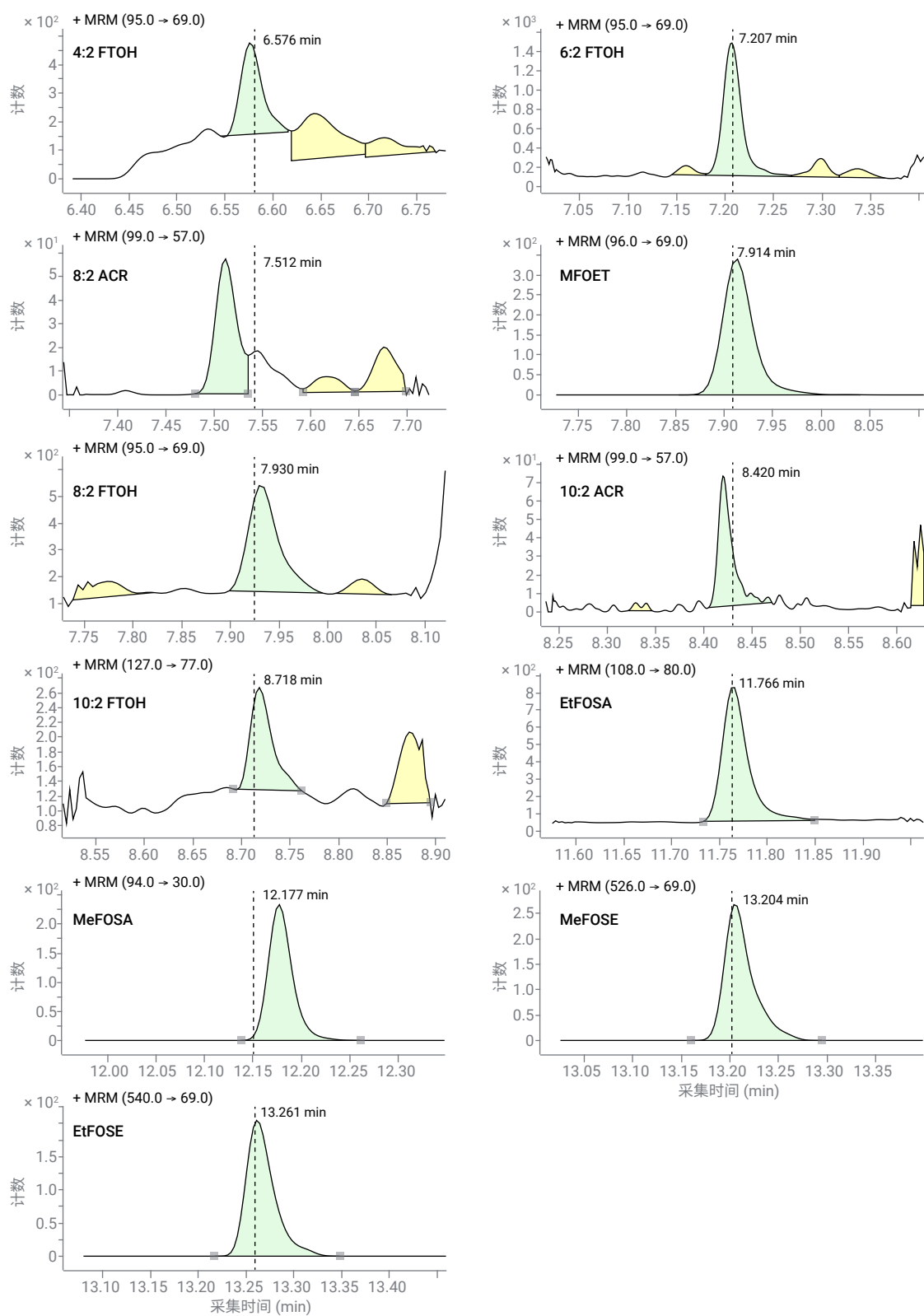


图 5. 管上 25 pg 的 PFAS 目标分析物的定量峰

结论

本研究基于 Agilent UltiMetal PFAS 热脱附管和 ASTM D8591-24 的性能标准,建立了一种可靠且灵敏的方法,可测定空气中低至 100 pg 的挥发性和半挥发性 PFAS。除 ASTM D8591-24 中规定的四种氟调聚醇外,该方法已成功扩展至氟化丙烯酸酯、磺酰胺和磺酰胺乙醇。在 100 pg 至 2500 pg 范围内建立的五点校准曲线满足 ASTM 性能要求,平均响应因子 %RSDs 为 3.3%–8.8%,管上 250 pg 的精密度为 3%–11%。此外,结合使用 UltiMetal PFAS TD 管与严格的污染控制措施,实现了出色的日间和日内重复性(所有 %RSDs 均 < 6%),有效应对了 PFAS 空气分析中的一项关键挑战。

仪器检出限为管上 13–39 pg,且可在 10、25 和 50 pg 水平上实际检出目标分析物,凸显了该 TD-GC/MS/MS 配置在痕量 PFAS 分析中的适用性。然而,各实验室需针对自身特定系统和应用,独立验证其痕量水平的分析性能。总体而言,这些结果表明 TD-GC/MS/MS 是一种稳健且适应性强的分析方法,适用于室内和受控空气环境中挥发性 PFAS 的常规监测和研究。此外,该方法为今后扩展至更广泛的 PFAS 化合物奠定了基础框架。

参考文献

1. Vieira, H. G.; Canela, M. C.; Urban, R. C.; Cabrero, B. S. Current Knowledge about Per- and Polyfluoroalkyl Substances (PFAS) in the Atmosphere: Fate, Analytical Methods and Research Priorities. *Chemosphere* **2025**, 389, 144703. <https://doi.org/10.1016/j.chemosphere.2025.144703>
2. Kim, M.; Li, L. Y.; Grace, J. R.; Yue, C. Selecting Reliable Physicochemical Properties of Perfluoroalkyl and Polyfluoroalkyl Substances (PFASs) Based on Molecular Descriptors. *Environ. Pollut.* **2015**, 196, 462–472. <https://doi.org/10.1016/j.envpol.2014.11.008>
3. ASTM International. ASTM D8560-24: *Standard Guide for Determination of Airborne PFAS in the Indoor Air Environment*; ASTM International: West Conshohocken, PA, 2024. <https://www.astm.org/d8560-24.html>
4. Morales-McDevitt, M. E.; Becanova, J.; Blum, A.; Bruton, T. A.; Vojta, S.; Woodward, M.; Lohmann, R. The Air That We Breathe: Neutral and Volatile PFAS in Indoor Air. *Environ. Sci. Technol. Lett.* **2021**, 8, 844–850. <https://doi.org/10.1021/acs.estlett.1c00481>
5. ASTM International. ASTM D8591-24: *Standard Test Method for Determination of Fluorotelomer Alcohols in Test Chamber Air by Thermal Desorption–Gas Chromatography–Triple Quadrupole Tandem Mass Spectrometry (TDGCMS/MS)*; ASTM International: West Conshohocken, PA, 2025. <https://www.astm.org/d8591-24.html>
6. Sunderland, E. M.; Hu, X. C.; Dassuncao, C.; Tokranov, A. K.; Wagner, C. C.; Allen, J. G. A Review of the Pathways of Human Exposure to Poly- and Perfluoroalkyl Substances (PFASs) and Present Understanding of Health Effects. *J. Expo. Sci. Environ. Epidemiol.* **2019**, 29(2), 131–147. <https://doi.org/10.1038/s41370-018-0094-1>
7. Shoeib, M.; Harner, T.; Wilford, B. H.; Jones, K. C.; Zhu, J. Perfluorinated Sulfonamides in Indoor and Outdoor Air and Indoor Dust: Occurrence, Partitioning, and Human Exposure. *Environ. Sci. Technol.* **2005**, 39(17), 6599–6606. <https://doi.org/10.1021/es048340y>
8. Zhao, Z.; Tang, J.; Mi, L.; Tian, C.; Zhong, G.; Zhang, G.; Wang, S.; Li, Q.; Ebinghaus, R.; Xie, Z.; Sun, H. Perfluoroalkyl and Polyfluoroalkyl Substances in the Lower Atmosphere and Surface Waters of the Chinese Bohai Sea, Yellow Sea, and Yangtze River Estuary. *Sci. Total Environ.* **2017**, 599–600, 114–123. <https://doi.org/10.1016/j.scitotenv.2017.04.147>

9. Nunes, C. R. de O.; Sánchez, B.; Gatts, C. E. N.; de Almeida, C. M. S.; Canela, M. C. Evaluation of Volatile Organic Compounds Coupled to Seasonality Effects in Indoor Air from a Commercial Office in Madrid (Spain) Applying Chemometric Techniques. *Sci. Total Environ.* **2019**, 650, 868–877. <https://doi.org/10.1016/j.scitotenv.2018.09.095>
10. Haines, S. R.; Adams, R. I.; Boor, B. E.; Bruton, T. A.; Downey, J.; Ferro, A. R.; Gall, E.; Green, B. J.; Hegarty, B.; Horner, E.; et al. Ten Questions Concerning the Implications of Carpet on Indoor Chemistry and Microbiology. *Build. Environ.* **2020**, 170, 106589. <https://doi.org/10.1016/j.buildenv.2019.106589>
11. European Environment Agency. *PFAS in Textiles in Europe's Circular Economy*. European Environment Agency: Copenhagen, Denmark, 2024. <https://www.eea.europa.eu/en/analysis/publications/pfas-in-textiles-in-europes-circular-economy>
12. Lin, H.; Taniyasu, S.; Yamazaki, E.; Wu, R.; Lam, P. K. S.; Eun, H.; Yamashita, N. Fluorine Mass Balance Analysis and Per and Polyfluoroalkyl Substances in the Atmosphere. *J. Hazard. Mater.* **2022**, 435, 129025. <https://doi.org/10.1016/j.jhazmat.2022.129025>
13. Markes International. PFAS in Air: Validating ASTM D8591 for the Measurement of Airborne Fluorotelomer Alcohols; Application Note 179; Markes International Ltd.: Llantrisant, U.K., **2026**. <https://markes.com/content-hub/application-notes/application-note-179>
14. Barber, J. L.; Berger, U.; Chaemfa, C.; Huber, S.; Jahnke, A.; Temme, C.; Jones, K. C. Analysis of Per and Polyfluorinated Alkyl Substances in Air Samples from Northwest Europe. *J. Environ. Monit.* **2007**, 9(6), 530–541. <https://doi.org/10.1039/b701417a>
15. Lath, S.; Knight, E. R.; Navarro, D. A.; Kookana, R. S.; McLaughlin, M. J. Sorption of PFOA onto Different Laboratory Materials: Filter Membranes and Centrifuge Tubes. *Chemosphere* **2019**, 222, 671–678
16. U.S. Environmental Protection Agency. Other Test Method 45 (OTM45): Measurement of Selected Per and Polyfluorinated Alkyl Substances from Stationary Sources; Rev. 1; U.S. Environmental Protection Agency, 2025. <https://www.epa.gov/system/files/documents/2025-01/other-test-method-45-rev1-final-1-14-25.pdf>
17. U.S. Environmental Protection Agency. *Other Test Method 50 (OTM50): Sampling and Analysis of Volatile Fluorinated Compounds from Stationary Sources Using Passivated Stainless Steel Canisters*; Rev. 1; U.S. Environmental Protection Agency, 2025. <https://www.epa.gov/system/files/documents/2025-01/otm-50-release-1-r1.pdf>
18. Markes International. Measuring PFAS Pollution in Ambient Air Using TD–GC–MS/MS; Application Note 166; Markes International Ltd., **2022**. <https://markes.com/content-hub/application-notes/application-note-166>
19. Markes International. Analysis of Trace Per and Polyfluorinated Organic Vapours in Air Using CryogenFree Thermal Desorption and Gas Chromatography–Mass Spectrometry; Application Note 158; Markes International Ltd., **2022**. <https://markes.com/content-hub/application-notes/application-note-158>
20. UltiMetal Plus — 用于不锈钢表面去活处理的高级化学材质, 安捷伦科技公司技术概述, 出版号 5991-3357CHCN, **2014**

www.agilent.com

RA260413.687

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, 2026
2026 年 5 月 15 日, 中国出版
5994-9194ZHCN

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

