

食用鱼组织中全氟/多氟烷基化合物 (PFAS) 的分析

PFAS 是 20 世纪 40 年代以来用于工业产品和消费品的一组 5000 多种合成有机氟化学品。PFAS 的商业应用包括化妆品、食品包装、不粘炊具、消防泡沫、电子设备、飞机、车辆和各种纺织品。它们的强碳氟键使其难以被环境降解，从而在长期暴露下分布广泛，且具有持久性和生物累积性。受污染的水和食物（包括海鲜）被认为是人类暴露于 PFAS 的主要途径。

欧盟委员会已确定 [PFAS 在某些食品中的最大允许浓度](#)^[1]，具体见 2023 年 1 月生效的 [法规 \(EC\) 2022/2388](#)^[2]。

法规中特别关注了全氟辛烷磺酸 (PFOS)、全氟辛酸 (PFOA)、全氟壬酸 (PFNA) 和全氟己烷磺酸 (PFHxS) 的限值，这些都属于 PFAS 类型，正在或已经广泛用于商业和工业领域。法规中包括关于鱼肉中这些化学物质中每种的最大允许浓度的信息。用于生产婴幼儿食品的肉肉不得超过 2 mg/kg，而用于成人的肉肉不得超过 8 mg/kg。

虽然 FDA 尚未确定鱼类中 PFAS 的安全浓度，但美国几个州已经根据淡水鱼中的 PFOS 浓度发布了鱼类消费建议^[3]。不过，具体浓度因州而异。

由于存在基质干扰（如脂肪和脂质），鱼类组织提取物的分析具有挑战性。Captiva EMR-Lipid 通过式净化技术可有效去除主要的脂质，而不会造成分析物损失。去除脂质干扰能够大大降低基质对离子化的影响，并提高方法的可靠性和稳定性。安捷伦科学家及其合作者开发了一种稳定的萃取方法，用于在包含 25 种鱼类的大规模研究中使用 Captiva EMR-Lipid（图 1）测定 25 种 PFAS，然后进行 LC/MS/MS 分析（表 1 和表 2）^[4]。

安捷伦 PFAS 分析解决方案助您获得高准确度，其中包括：

1. 我们的 InfinityLab 无 PFC HPLC 转换工具包* 包括确保 1290 Infinity II 仪器和 1290 Infinity II 高速泵不含 PFAS 污染物所需的所有部件：
 - 管线
 - 在线过滤器
 - 瓶头组件
 - 配备 InfinityLab Quick Connect 快速连接液相色谱接头的延迟柱
2. 样品前处理解决方案，包括 Bond Elut PFAS WAX 固相萃取 (SPE) 小柱和 Carbon S 产品
3. PFAS 化学标准品
4. 分析型 HPLC 色谱柱
5. 无 PFAS 的 HPLC 备件和溶剂

* 尽管客户可自行安装工具包，但安捷伦仍会由专业服务人员提供补充安装。如需订购此服务，请检索货号 H5949A。



图 1. 样品前处理工作流程示意图^[4]

表 1. LC 条件^[4]

参数	值																																				
LC	Agilent 1290 Infinity II 液相色谱系统																																				
分析柱	Agilent ZORBAX RRHD Eclipse Plus C18 色谱柱，2.1 × 100 mm，1.8 μ m (货号 959758-902)，配备 Agilent InfinityLab Quick Change 在线过滤器，0.2 μ m (货号 5067-1603)																																				
延迟柱	Agilent ZORBAX Eclipse Plus 95 Å C18 色谱柱，4.6 × 50 mm，3.5 μ m (货号 959943-902)																																				
柱温	50 °C																																				
进样量	20 μ L																																				
流动相	A) 含 20 mmol/L 乙酸铵的 95/5 水/ACN 溶液 B) 含 10 mmol/L 乙酸铵的 95/5 ACN/水溶液																																				
梯度	<table border="1"> <thead> <tr> <th>时间 (min)</th> <th>% A</th> <th>% B</th> <th>流速 (mL/min)</th> </tr> </thead> <tbody> <tr><td>0</td><td>100</td><td>0</td><td>0.300</td></tr> <tr><td>6</td><td>70</td><td>30</td><td>0.300</td></tr> <tr><td>9</td><td>50</td><td>50</td><td>0.300</td></tr> <tr><td>16</td><td>15</td><td>85</td><td>0.300</td></tr> <tr><td>17</td><td>0</td><td>100</td><td>0.300</td></tr> <tr><td>20</td><td>0</td><td>100</td><td>0.300</td></tr> <tr><td>21</td><td>100</td><td>0</td><td>0.300</td></tr> <tr><td>31</td><td>100</td><td>0</td><td>0.300</td></tr> </tbody> </table>	时间 (min)	% A	% B	流速 (mL/min)	0	100	0	0.300	6	70	30	0.300	9	50	50	0.300	16	15	85	0.300	17	0	100	0.300	20	0	100	0.300	21	100	0	0.300	31	100	0	0.300
时间 (min)	% A	% B	流速 (mL/min)																																		
0	100	0	0.300																																		
6	70	30	0.300																																		
9	50	50	0.300																																		
16	15	85	0.300																																		
17	0	100	0.300																																		
20	0	100	0.300																																		
21	100	0	0.300																																		
31	100	0	0.300																																		

表 2. MS 条件^[4]

参数	值
MS	配备安捷伦喷射流 ESI 离子源的 Agilent 6470B 三重四极杆液质联用系统
离子源参数	
极性	负
干燥气	230 °C，4 L/min
鞘气温度	250 °C，12 L/min
雾化器气体	15 psi
毛细管电压	2500 V
喷嘴电压	0 V

使用 LC/MS/MS 进行 PFAS 分析的最佳实践

聚四氟乙烯 (PTFE) 用于所有主要 UHPLC 系统以确保化学惰性，可能是分析期间的主要污染源，可导致高水平的 PFAS 背景，超过监管定量和检出限。

PFAS 污染和背景干扰的常见来源

- HPLC 泵头和密封垫
- 溶剂管路和管线
- 溶剂
- 过滤器
- 样品瓶和瓶盖 (含 PTFE 的隔垫)
- 样品前处理设备中的含氟聚合物管线
- 瓶和瓶盖
- 实验室器皿

减少系统产生的 PFAS 背景信号的步骤^[6]

1. 使用无 PFC LC (5004-0006) 转换工具包替换系统中的 PFC 材料。无 PFC 转换工具包包括：
 - a. InfinityLab PFC 延迟柱，延迟流动相和整个分析运行中的潜在 PFC 杂质。应安装在进样器/自动进样器前的 UHPLC 泵中，且不可用作分离柱
 - b. 无 PFC 瓶头组件 (5004-0004)，包括：PP 溶剂管线；不锈钢溶剂入口过滤器 (01018-60025)；带不锈钢锁定环的 1/8 英寸 PEEK 密封垫圈 (0100-1919)；无 PFC InfinityLab Stay Safe 溶剂瓶安全盖，带 PP 瓶盖垫片和 PP 管线接头
 - c. 泵头转接头组件，不含过滤器 (G1312-60001)
 - d. InfinityLab Quick Change 在线过滤器 (5067-1602)，带 PEEK/不锈钢滤盘 (5067-1613)。使用延迟柱上游的在线过滤器可去除颗粒和沉淀，延长延迟柱寿命
 - e. 无 PFC 多重清洗管线工具包 (5004-0003)，包括：切割成所需长度的 PEEK 管线 (0890-1761)，带不锈钢锁定环的 1/16 英寸 PEEK 密封垫圈 (0100-1690)
 - f. 无 PFC 样品瓶和瓶盖，经检测适合 PFAS 应用：2 mL 聚丙烯样品瓶 (5191-8150) 与配备双层聚丙烯/硅胶隔垫的兼容螺口盖 (5191-8151)，由于能够重新密封，因此允许从单个样品瓶中多次进样。含 PTFE 薄膜隔垫的标准样品瓶盖会增加 PFAS 背景
2. 安装过程中应绕开脱气机和溶剂选择阀。安捷伦建议在必要时使用真空脱气或氦气鼓泡对流动相进行脱气
3. 由于 PFAS 在高浓度进样后可粘附在针和针座上，因此确保使用多次清洗程序，对针和针座进行至少 12-20 秒的清洗循环。如有必要，使用多种清洗溶剂。为检查针或针座中的高 PFAS 污染，请在旁路模式下进样。如果污染消失，则更换针和针座
4. 在过滤溶剂时使用纤维素滤膜，确保使用的溶剂不含 PFAS

轻松挑选和订购信息

要从下表订购商品，请单击“查看我的列表”并将它们添加到您的“收藏产品”中。您的收藏产品列表将被保存，供您将来订购时使用。如果这是您首次使用“收藏产品”，系统会要求您提供电子邮件地址进行账户验证。现有的安捷伦账户持有人可以登录，而新用户则需要注册。该功能仅在启用了电子商务功能的地区有效。您也可以通过常规销售和经销商渠道订购表格中的商品。

使用 Captiva EMR-Lipid 和 LC/MS/MS 分析可食用鱼组织中的全氟和多氟烷基化合物⁴。 [查看我的列表。](#)

产品类别	描述	货号
样品前处理	Captiva EMR-Lipid 小柱	5190-1003
	陶瓷均质子, 50 mL 管, 100/包	5982-9313
	正压 48 孔处理装置 (PPM-48)	5191-4101
	50 mL 离心管和管盖, 25/包	5610-2049
	15 mL 离心管和管盖, 50/包	5610-2039
分析柱	ZORBAX RRHD Eclipse Plus C18 色谱柱, 95 Å, 2.1 × 100 mm, 1.8 µm, 最大耐压 1200 bar, 1/包	959758-902
保护柱	ZORBAX RRHD Eclipse Plus C18, 2.1 × 5 mm, 1.8 µm 保护柱, 3/包	821725-901
配备延迟柱的无 PFC 液相色谱工具包	InfinityLab 无 PFC HPLC 转换工具包	5004-0006
延迟柱	InfinityLab PFC 延迟柱, 4.6 × 30 mm, 1200 bar (可更换)	5062-8100
其他 HPLC 备件	InfinityLab Quick Connect 快速连接组件, 0.12 × 105 mm, 用于 UHPLC 的色谱柱入口连接	5067-5957
	不锈钢溶剂入口过滤器, 12–14 µm (用于密封垫清洗的溶剂入口过滤器)	01018-60025
	InfinityLab Quick Change 在线过滤器组件, 用于 UHPLC*	5067-1603
	InfinityLab Quick Connect 快速连接组件, 0.17 × 105 mm, 用于 HPLC 的色谱柱入口连接	5067-6166
	Quick Turn 毛细管, 0.12 × 280 mm, 用于色谱柱到检测器的连接	5500-1191
	InfinityLab Quick Turn 液相色谱接头 (适用于货号 5067-5957 的接头)	5067-5966
	InfinityLab 溶剂瓶, 透明, 1000 mL, 带盖	9301-6528
	InfinityLab 溶剂瓶, 透明, 125 mL, 带盖	9301-6527
	InfinityLab 溶剂瓶, 透明, 500 mL, 带盖	9301-6523
	InfinityLab Stay Safe 启始工具包, 包括 Stay Safe 溶剂瓶安全盖 (GL45 螺纹, 4 个插口) 和 6 L 废液瓶	5043-1221
InfinityLab Stay Safe 活性炭过滤器, 带时间标签, 用于 6 L 废液瓶	5043-1193	
样品瓶和瓶盖	2 mL 聚丙烯螺口样品瓶, 经认证无 PFC, 100/包	5191-8150
	带聚丙烯/硅橡胶螺纹隔垫的 9 mm 螺口盖, 经认证无 PFC, 100/包	5191-8151
溶剂过滤备件**	InfinityLab 溶剂过滤组件 (包括 250 mL 玻璃漏斗、膜支架玻璃底座、1 L 玻璃烧瓶和铝质装置夹)	5191-6776
	再生纤维素滤膜, 47 mm, 0.20 µm, 100/包	5191-4340
溶剂	InfinityLab LC/MS 级超纯乙腈, 1 L (用于进样针清洗)	5191-4496
	LC/MS 级 MeOH, 1 L (用于有机流动相、SPE 试剂、稀释剂和进样针清洗)	5190-6896
	InfinityLab 超纯 LC/MS 水, 1 L	5191-4498
标准品***	PFC 校准标样 (用于系统性能评估、故障排除和持续的系统评估)	ITA-70

* 推荐用于保护柱和分析柱之间

** 使用本表中未列出的溶剂时，请在分析前使用 InfinityLab 溶剂过滤组件进行过滤

*** 如需了解更多信息，请访问 www.agilent.com/chem/standards

参考文献

1. Food Safety Magazine. 2022. [EU Sets Limits for PFAS in Certain Foods](#)
2. Publications Office (europa.eu). 2022. Regulation (EU) 2022/2388, [Official Journal of the European Union](#)
3. ACS Publications. 2023. [Toxic PFAS found in freshwater fish. Environmental Science & Technology, 101\(3\)](#)
4. Pulster E. L. 和 Giardina M. 2022. 使用 Captiva EMR-Lipid 和 LC/MS/MS 分析可食用鱼组织中的全氟和多氟烷基化合物, 安捷伦科技公司应用简报, 出版号 [5994-5227ZHCN](#)
5. Frontiers. 2022. Assessing per- and polyfluoroalkyl substances (PFAS) in sediments and fishes in a large, urbanized estuary and the potential human health implications. [Frontiers in Marine Science, volume 9, article 1046667.](#)
6. Kamuf M. 等 2021. 使用安捷伦无 PFC HPLC 转换工具包降低 PFAS 背景信号。应用 LC/MS/MS 进行痕量 PFAS 分析的理想解决方案, 安捷伦科技公司应用简报, 出版号 [5994-2291ZHCN](#)

Agilent CrossLab 服务

CrossLab 代表了安捷伦集服务和消耗品于一体的独特解决方案，以支持客户获得工作流程的成功以及更高的生产力和运行效率等重要成果。安捷伦通过 CrossLab 在每一次互动中为您提供深刻见解，助您实现业务目标。CrossLab 提供方法优化、灵活的服务计划以及针对各种技能水平的培训。我们还有许多其他产品和服务来帮助您管理仪器和实验室，确保实现理想性能。

如需了解关于 Agilent CrossLab 的更多信息，以及洞察敏锐、成就超群的示例，请访问 www.agilent.com/crosslab

了解更多信息：

www.agilent.com/chem/bond-elut-pfas-wax

了解有关 PFAS 分析完整工作流程的更多信息：

水样中的 PFAS 检测：

www.agilent.com/chem/pfas-testing-in-water

土壤中的 PFAS 检测：

www.agilent.com/chem/pfas-testing-in-soil

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