

### 利用 LCMS™-8060RX 在土壤中评价 PFAS 分析方法的耐用性

01-00851-cn

Yui Higashi 和 Nami Iwasa

#### 特点描述

- ◆ LCMS RX 系列搭载 CoreSpray 技术，提升了稳定性和耐用性，在土壤基质中对低浓度 PFAS 进行连续 500 次测定时，展现出卓越的峰面积重复性。
- ◆ 每 20 份土壤样品检测的质控样品也显示，所有 PFAS 的回收率良好，保持在 80% 至 120% 之间。

#### ■ 引言

全氟烷基和多氟烷基物质 (PFAS) 在多个领域和行业得到了广泛的应用。但由于其高度稳定且难以降解的结构，这些物质易在环境中累积，由此引发了其对人类会造成影响的担忧。因此，美国环境保护署 (EPA) 和欧洲化学品管理局 (ECHA) 近期加强了对 PFAS 的监管。研究表明，PFAS 会通过饮用水在人体内蓄积，并通过水源和土壤在牲畜、农产品及海产品中富集，可能对健康造成潜在的不利影响。<sup>1)</sup> 这就要求我们不仅需要针对水体，还需针对土壤等基质相对复杂的样品，建立高度准确且可靠方法来检测其中的 PFAS。

本文展示了一项稳健性研究，该研究在土壤基质中添加了 30 种 PFAS (表 1)，并采用 LCMS-8060RX 对土壤基质中的这些 PFAS 进行了连续 500 次测定。LCMS-8060RX 得出的良好的结果，为土壤基质样品中低浓度 PFAS 的测定提供了稳健的分析平台。

表 1 目标化合物清单

化合物	类型	化合物	类型
PFBA	目标物	13C4-PFBA	ISTD
PFPeA	目标物	13C5-PFPeA	ISTD
PFBS	目标物	13C3-PFBS	ISTD
PFHxA	目标物	13C5-PFHxA	ISTD
HFPO-DA	目标物	13C3-HFPO-DA	ISTD
PFHpA	目标物	13C4-PFHpA	ISTD
DONA	目标物	13C2-6:2FTSA	ISTD
6:2FTSA	目标物	13C8-PFOA	ISTD
PFOA	目标物	13C3-PFHxS	ISTD
PFHxS	目标物	13C2-8:2 FTUCA	ISTD
8:2 FTUCA	目标物	13C9-PFNA	ISTD
PFNA	目标物	13C2-8:2FTSA	ISTD
PFHpS	目标物	D3-NMeFOSAA	ISTD
8:2FTSA	目标物	13C6-PFDA	ISTD
NMeFOSAA	目标物	D5-NEtFOSAA	ISTD
PFDA	目标物	13C8-PFOS	ISTD
NEtFOSAA	目标物	13C7-PFUnA	ISTD
PFOS	目标物	13C2-PFDoA	ISTD
PFUnA	目标物	13C8-FOSA	ISTD
9Cl-PF3ONS	目标物	13C2-PFTeDA	ISTD
PFDoA	目标物	D3-NMeFOSA	ISTD
FOSA	目标物	13C4-8:2 diPAP	ISTD
PFDS	目标物	13C2-PFHxDA	ISTD
PFTrDA	目标物	D5-NEtFOSA	ISTD
PFTeDA	目标物		
NMeFOSA	目标物		
8:2 diPAP	目标物		
PFHxDA	目标物		
NEtFOSA	目标物		
PFOcDA	目标物		

#### ■ LCMS-8060RX

本稳健性研究中使用的仪器为 LCMS-8060RX 三重四极杆质谱仪 (图 1)。LCMS-TQ RX 系列继承了前代机型的 UF 技术，保持原有的高灵敏度和高速度，现搭载 CoreSpray 技术，可提升雾化流路的均匀性和测量稳定性。



图 1 LCMS™-8060RX

#### ■ 分析条件

所用的 HPLC 和 MS 条件如表 2 所示。测定 PFAS 时需谨慎操作，因为其可能从分析系统和流动相中析出。在混合器和自动进样器之间安装延迟柱，将系统产生的 PFAS 污染降至最低。用于 PFOS 和 PFOA 分析的试剂被用作流动相。

表 2 分析条件

UHPLC (Nexera™-X3 系统)	
分析柱:	Shim-pack Scepter™ C18-120 (100 mm × 2.1 mm I.D., 1.9 μm, 货号: 227-31012-05)
溶剂延迟柱:	PFAS 延迟柱 (GL Science, 货号 5020-90005)
流动相 A:	2 mM 乙酸铵试剂水溶液
流动相 B:	甲醇
梯度程序:	B 1%–50% (2.0 min)–100% (11.0–15.0 min)–1% (15.1–20.0 min)
流速:	0.3 mL/min
柱温:	40°C
进样量:	5 μL
运行时间:	20 min
MS (LCMS-8060RX)	
离子化:	ESI (负离子模式)
模式:	MRM
雾化气:	3 L/min
干燥气流量:	5 L/min
加热气流量:	15 L/min
DL 温度:	200°C
加热模块温度:	300°C
接口温度:	250°C
喷雾针位置:	+3 mm
MRM 通道:	见表 3

## ■ 标准品分析

标准曲线的浓度范围为 0.01 µg/L 至 10 µg/L。每个浓度测量三次。图 2 所示为 PFOA 和 PFOS 的标准曲线，图 3 则为 0.05 µg/L 浓度下目标化合物的 MRM 色谱图。所有化合物均在 12 分钟左右完成分离，峰形良好。各目标化合物的定量离子、定量范围及相关系数 (R) 见表 3。在 0.01 µg/L 至 10 µg/L 的定量范围内，几乎所有化合物的相关系数 (R) 均大于 0.996，准确度介于 70% 至 130% 之间。重复性良好，所有浓度的 %RSD 均低于 20。

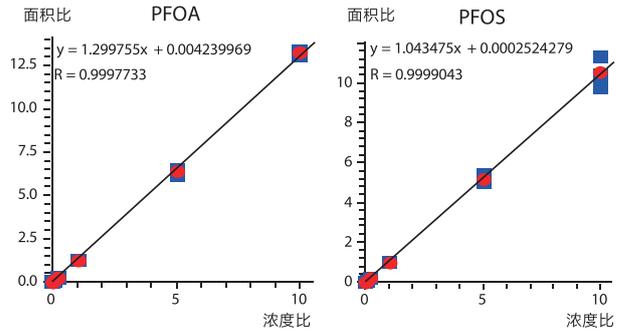


图 2 PFOA 和 PFOS 的标准曲线

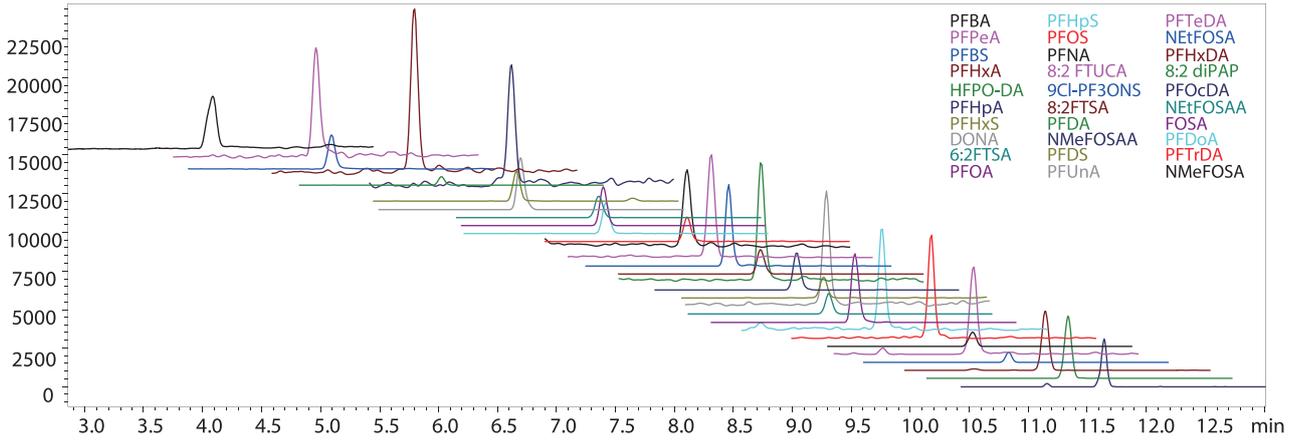


图 3 0.05 µg/L 的 MRM 色谱图

表 3 各目标化合物的定量离子、定量范围及相关系数 (R)

#	化合物	m/z	定量范围 (µg/L)	相关系数 R
1	PFBA	213.00 > 169.00	0.01-10	0.99942
2	PFPeA	263.00 > 219.00	0.01-10	0.99947
3	PFBS	298.95 > 79.95	0.01-10	0.99951
4	PFHxA	312.95 > 269.00	0.01-10	0.99972
5	HFPO-DA	285.00 > 169.00	0.01-10	0.99997
6	PFHpA	362.95 > 319.00	0.01-10	0.99963
7	DONA	376.95 > 251.00	0.01-10	0.99961
8	6:2FTSA	426.95 > 406.95	0.05-5	0.99663
9	PFOA	412.95 > 369.00	0.01-10	0.99978
10	PFHxS	398.95 > 79.95	0.01-10	0.99949
11	8:2 FTUCA	456.95 > 393.00	0.01-10	0.99922
12	PFNA	462.95 > 418.95	0.01-10	0.99922
13	PFHpS	448.95 > 79.95	0.01-10	0.99950
14	8:2FTSA	526.95 > 506.95	0.01-5	0.99815
15	NMeFOSAA	569.95 > 418.95	0.01-10	0.99992
16	PFDA	512.95 > 468.95	0.01-10	0.99914
17	NEtFOSAA	584.00 > 418.95	0.01-10	0.99908
18	PFOS	498.95 > 79.95	0.01-10	0.99991
19	PFUnA	562.95 > 518.95	0.01-10	0.99923
20	9Cl-PF3ONS	530.90 > 350.95	0.01-10	0.99938
21	PFDoA	612.95 > 568.95	0.01-10	0.99993
22	FOSA	497.95 > 77.95	0.01-10	0.99951
23	PFDS	598.90 > 79.95	0.01-10	0.99984
24	PFTTrDA	662.95 > 618.95	0.01-10	0.99982
25	PFTeDA	712.95 > 668.95	0.01-10	0.99973
26	NMeFOSA	511.95 > 169.00	0.05-10	0.99879
27	8:2 diPAP	989.00 > 97.00	0.01-10	0.99967
28	PFHxDA	813.00 > 768.80	0.01-10	0.99966
29	NEtFOSA	526.00 > 169.00	0.01-10	0.99960
30	PFOcDA	913.00 > 868.65	0.01-10	0.99956

## ■ 基于土壤基质的稳健性评价

采用日本国家农业与食品研究组织发布的土壤制备步骤制备土壤样品。<sup>2)</sup> 待土壤基质制备好之后，加入标准物质，配制成目标化合物浓度为 0.1 μg/L 的土壤样品溶液。所得土壤样品的基质含量至少为 90%。该土壤样品随后被连续分析 500 次。图 4 所示为加标土壤样品中五种主要化合物 (HFPO-DA、PFOA、PFHxS、PFNA 和 PFOS) 的归一化峰面积。图 5 所示为这五种化合物在首次和第 500 次分析中的 MRM 色谱图。

在 500 次分析的开端和结尾均获得了良好的峰形，且土壤基质样品中 PFAS 的峰面积重复性良好。表 4 所示为所有 30 种目标 PFAS 在土壤基质样品中的 %RSD 和检测限 (基于 500 次连续分析)。所有目标化合物的峰面积重复性良好，%RSD 均低于 8.5。每进行 20 次分析后，也对质控样品进行了分析 (n=3)。在连续 500 次分析期间，所有目标化合物的质控样品回收率均保持在 80% 至 120% 之间 (图 6)。

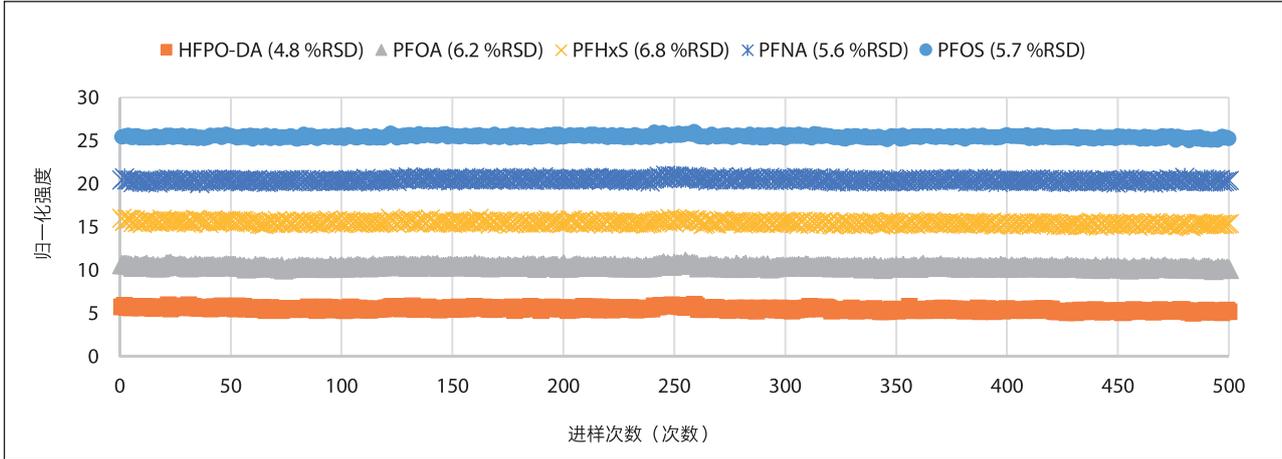


图 4 加标至 0.1 μg/L (溶液浓度) 的土壤样品峰面积重复性 (n=500)

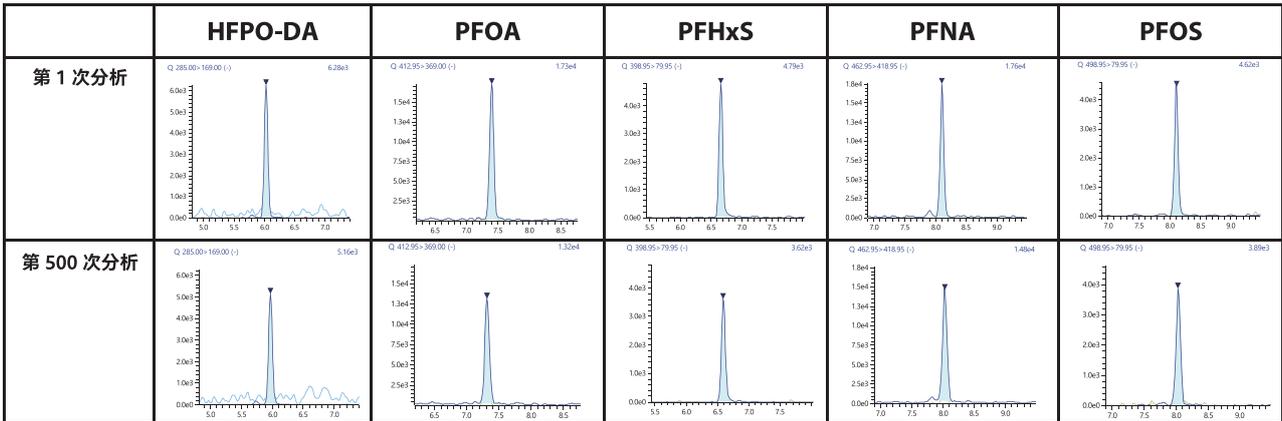


图 5 加标至 0.1 μg/L (溶液浓度) 的土壤样品的第 1 次和第 500 次分析的 MRM 色谱图

表 4 加标至 0.1 μg/L (溶液浓度) 的土壤样品的峰面积 %RSD、检出限及平均回收率

#	化合物	峰面积 %RSD (n = 500)	土壤基质样品中的检测限 (μg/L) (n = 500)	#	化合物	峰面积 %RSD (n = 500)	土壤基质样品中的检测限 (μg/L) (n = 500)
1	PFBA	5.4 %	0.013	16	PFDA	7.0 %	0.016
2	PFPeA	5.2 %	0.012	17	NEtFOSAA	7.0 %	0.016
3	PFBS	5.0 %	0.012	18	PFOS	5.7 %	0.013
4	PFHxA	5.9 %	0.014	19	PFUnA	7.7 %	0.018
5	HFPO-DA	4.8 %	0.011	20	9Cl-PF3ONS	7.0 %	0.016
6	PFHpA	5.0 %	0.012	21	PFDoA	6.4 %	0.015
7	DONA	4.9 %	0.011	22	FOSA	6.9 %	0.016
8	6:2FTSA	6.8 %	0.016	23	PFDS	6.9 %	0.016
9	PFOA	6.2 %	0.014	24	PFTrDA	5.9 %	0.014
10	PFHxS	6.8 %	0.016	25	PFTeDA	5.9 %	0.014
11	8:2 FTUCA	6.0 %	0.014	26	NMeFOSA	6.7 %	0.016
12	PFNA	5.6 %	0.013	27	8:2 diPAP	7.3 %	0.017
13	PFHpS	7.7 %	0.018	28	PFHxDA	5.5 %	0.013
14	8:2FTSA	8.5 %	0.020	29	NEtFOSA	6.3 %	0.015
15	NMeFOSAA	5.7 %	0.013	30	PFOcDA	8.3 %	0.019

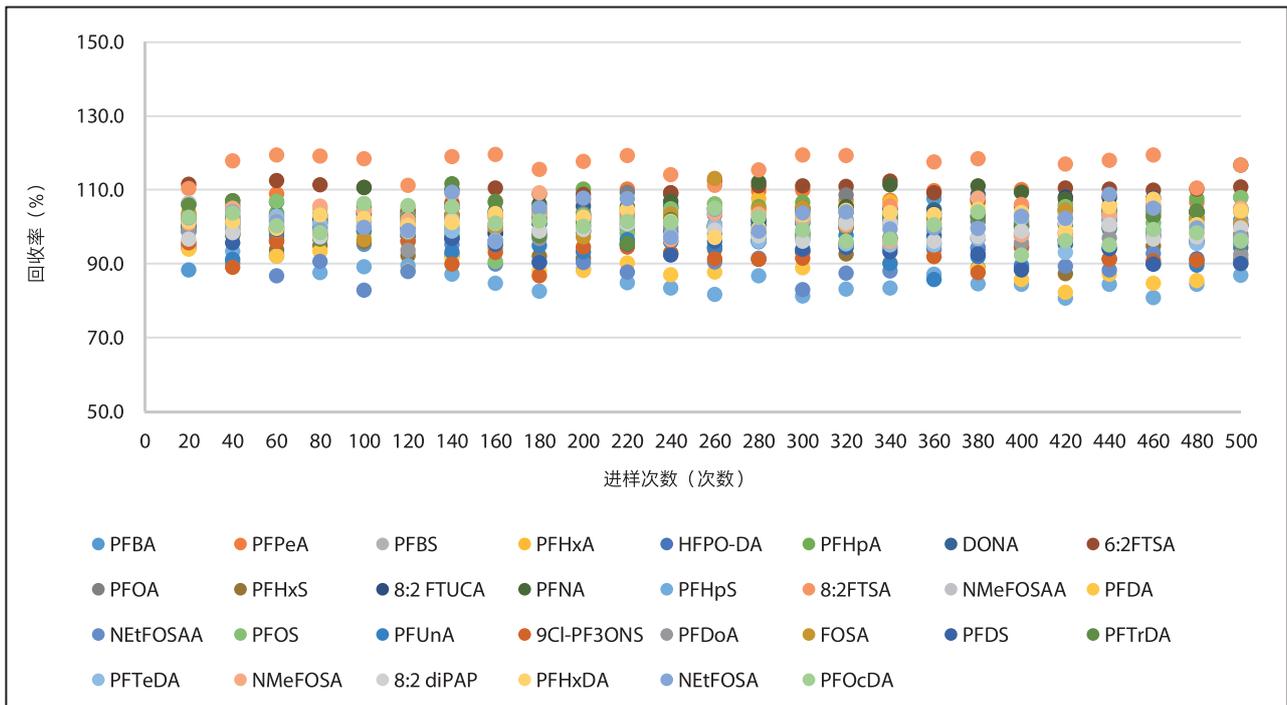


图 6 0.1 µg/L (溶液浓度) QC 样品的平均回收率 (n=3)

## ■ 结论

LCMS-8060RX 对土壤基质样品中添加的 30 种 PFAS 进行了 500 次连续测定。结果表明，峰面积重复性良好，峰形良好，回收率良好。LCMS-8060RX 现已配备 CoreSpray 技术，可提升稳定性和耐用性，即使面对含有大量杂质的样品（如土壤基质样本），也能提供可靠的分析。

## < 参考文献 >

- 关于 PFOA、PFOS 及其他 PFAS 从农业环境（水体、土壤等）向农产品迁移的基础研究  
[https://www.maff.go.jp/j/syouan/seisaku/regulatory\\_science/sh\\_uryo\\_chem.html#pfas](https://www.maff.go.jp/j/syouan/seisaku/regulatory_science/sh_uryo_chem.html#pfas)
- 方法草案 202201 土壤中全氟烷基和多氟烷基物质（PFAS）的测定  
[土壤中全氟和多氟烷基物质（PFAS）的测定 | 农业研究机构](#)

岛津应用云



LCMS、Nexera 和 Shim-pack Scepter 是岛津制作和其附属公司在日本和其他国家的商标。



岛津企业管理（中国）有限公司  
 岛津（香港）有限公司

<http://www.shimadzu.com.cn>

用户服务热线电话： 800-810-0439  
 400-650-0439

免责声明：

\* 本资料未经许可不得擅自修改、转载、销售；  
 \* 本资料中的所有信息仅供参考，不予任何保证。  
 如有变动，恕不另行通知。

第一版发行日：2025 年 4 月

> 请填写调查问卷

**相关产品** 某些产品可能更新为更新的型号。



Ultrafast Track to Your Success  
LCMS-TQ RX Series

> LCMS-TQ RX系列  
三重四极杆LC-MS/MS

三重四极杆LC-MS/MS

## 相关解决方案

> 环境

> PFAS

> 土壤

> 价格咨询

> 产品咨询

> 技术服务/支持咨询

> 其他咨询