

LC-MS/MS 同时分析 93 种全氟和多氟烷基化合物

LCMSMS-909

摘要：使用岛津三重四极杆液质联用系统，开发了 93 种全氟和多氟烷基化合物（PFASs）的同时检测方法（含 25 个同位素标记的 PFAS 化合物）。68 种 PFASs 涵盖了大部分法规所检测物质（DB32/T 4004、EPA537.1、ASTM7979、ASTM7968 等），同时也包括了一些最新型的潜在 PFAS 污染物。使用该方法，在岛津的 LCMS-8045，LCMS-8050，LCMS-8060，LCMS-8060NX 上，在指定色谱条件下，均可实现样品中 PFASs 的快速筛查和定量。

关键词：全氟和多氟烷基化合物 三重四极杆液质联用 MRM 多反应监测

技术特点：

- ❖ 建立了 93 种 PFASs（68 种目标物，25 种内标）的 LCMSMS 高通量分析方法。
- ❖ 68 种目标物涵盖了大部分法规所检测物质，同时也包括了一些新兴 PFAS 污染物。

全氟和多氟烷基化合物（PFASs）具有表面活性、热稳定性和疏油疏水等特性，在工业和生活领域有着广泛的应用。由于其具有持久性、远距离迁移能力、生物累积能力以及潜在的毒性等，PFASs 特别是全氟辛基磺酸盐（PFOS）和全氟辛酸（PFOA）受到了广泛关注。目前，PFOS 和 PFOA 已被列入斯德哥尔摩公约持久性有机污染物列表中，限制其使用和生产。

与此同时，国家“十四五”规划中明确提出重视新污染物治理，将对以 PFAS 为代表的新污染物进行更加严格的管理。

本研究针对 93 种 PFASs 开发了三重四极杆串接质谱的定量和筛查方法，为科学家以及检测人员快速建立 PFASs 筛查和检测方法提供有力工具。

■ 实验部分

1.1 仪器

本实验使用了岛津公司的超高效液相色谱仪 Nexera LC-40 和高灵敏度质谱仪 LCMS-8060NX 联用系统进行方法开发。具体配置为 LC-40B_{XR} 输液泵（A 泵和 B 泵），DGU-405 在线脱气机，SIL-40C_{XR} 自动进样器，CTO-40S 柱温箱，SCL-40 系统控制器，LCMS-8060NX 三重四级杆质谱仪，LabSolutions LCMS Ver.5.99 SP2 工作站。

1.2 分析条件

液相条件：

分 析 柱：Shim-pack GIST Phenyl-Hexyl, 2.1 mmID×100 mm, 3 μm

延 迟 柱：Shim-pack XR-ODS, 3 mmID×50 mm, 2.2 μm

柱 温：40°C

流 动 相：A 泵 20 mM CH₃COONH₄, 0.1% NH₄OH
B 泵 CH₃CN

流 速：0.4 mL/min

进 样 量：5 μL

梯度洗脱程序见表 1

表 1 梯度洗脱程序

时间	流动相 A(%)	流动相 B(%)
0	90	10
1	90	10
15	20	80
15.1	2	98
17	2	98
17.1	90	10
20	90	10

质谱条件:

离子源: ESI (+)

接口电压: 2.5 kV

雾化气: 氮气 3 L/min

加热气: 空气 10 L/min

干燥气: 氮气 10 L/min

DL 管 温 度: 100℃

接 口 温 度: 300℃

加 热 模 块 温 度: 200℃

扫 描 模 式: 多反应监测 (MRM)

■ 结果与讨论

2.1 方法优化

对流动相和质谱条件不断进行优化, 最终实现了三大类 PFASs (全氟和多氟羧酸类、全氟和多氟磺酸类、全氟磷酸类) 的快速高灵敏度共同分析, LC-MS/MS 分析结果如图 1 所示。

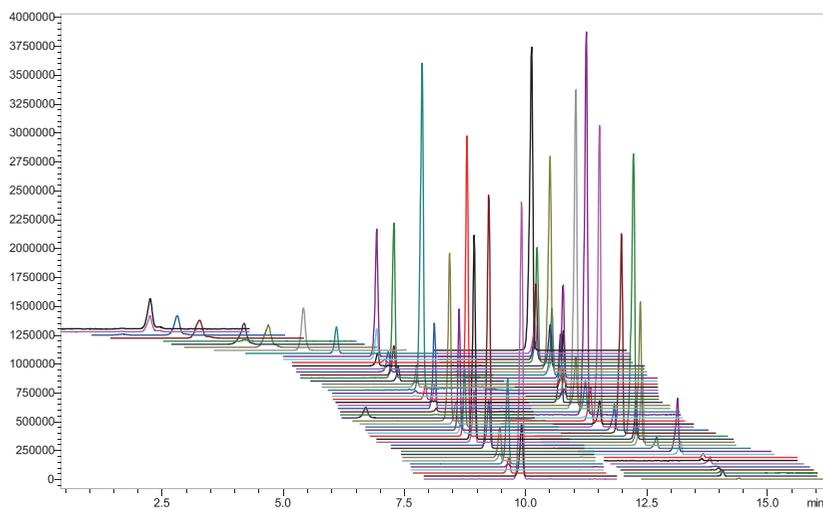
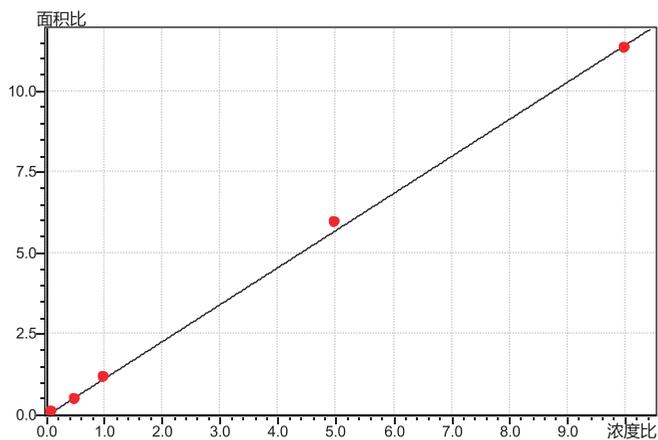


图 1 93 种 PFASs LC-MS/MS 分离色谱图

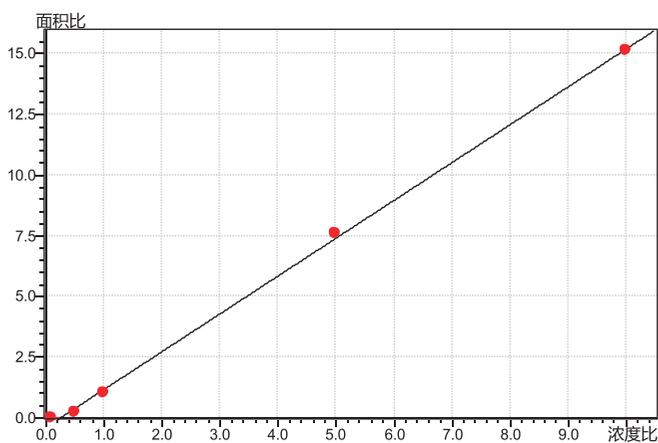
2.2 线性考察

对系列标准溶液进行分析, 如图 2 和表 2 所示, 从短链到长链 PFASs 在该系统上均得到了良好的线性结果。

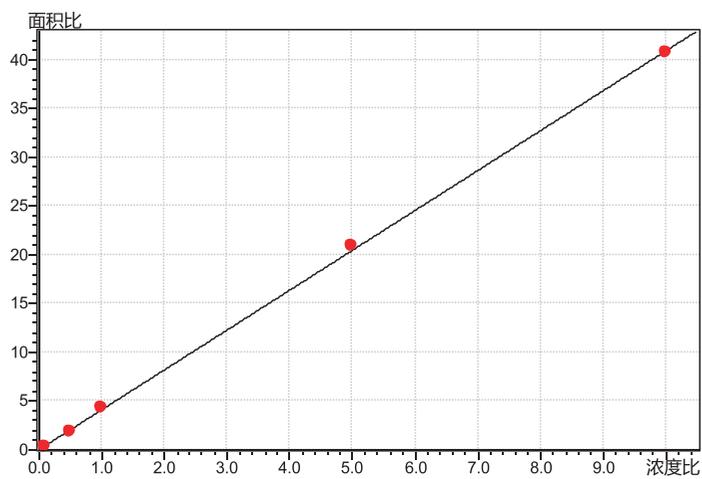
(a) 全氟辛基磺酸盐 (PFOS)



(b) 全氟辛酸 (PFOA)



(c) 4,8 二氧 3H 全氟壬酸钠 (NADONA)



(d) 全氟十八酸 (PFODA)

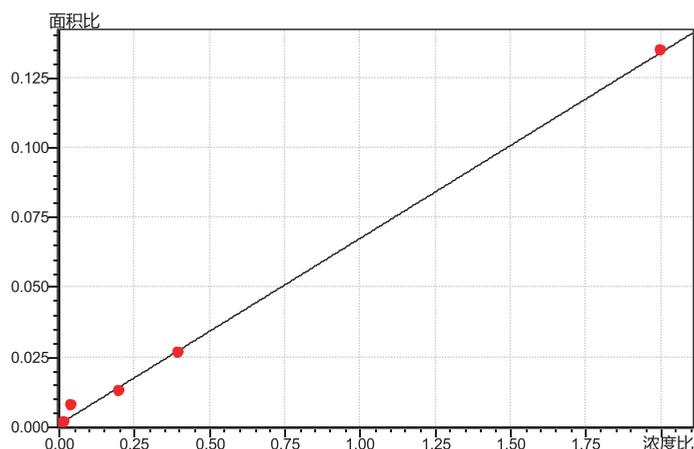


图 2 PFASs 标准曲线 (a) PFOA, (b) PFOS, (c) NADONA, (d) PFODA

表 2 PFASs 标准曲线线性方程和相关系数

化合物名称	线性方程	相关系数 r^2
全氟辛酸 (PFOA)	$Y = (1.14313)X + (-0.0100087)$	0.9992
全氟辛基磺酸盐 (PFOS)	$Y = (1.55696)X + (-0.368636)$	0.9992
4,8 二氧 3H 全氟壬酸钠 (NADONA)	$Y = (4.08825)X + (0.0470356)$	0.9998
全氟十八酸 (PFODA)	$Y = (0.0664369)X + (0.00123144)$	0.9982

结论

本文基于 Nexera LC-40 与 LCMS-8060NX 联用系统，建立了 93 种 PFASs 的液质分析方法。该方法检测灵敏度高，分析时间短，可同时对样本中全氟和多氟羧酸类、全氟和多氟磺酸类以及全氟磷酸类化合物进行同时分析。

岛津应用云

