

LCMS-8065XE 测定环境水中 30 种 PFAS 长期稳定性考察

LCMSMS-1108

摘要：使用岛津 LCMS-8065XE 三重四极杆液质联用系统，结合 PFAS 专用管路升级组件，针对全氟羧酸类、磺酸类及磺酰胺类等 30 种典型 PFAS 开展连续 20 天、累计超 1200 针的地下水基质加标样品测试。加标浓度分别为 100、200 和 1000 ng/L，每个浓度 400 针峰面积 RSD：100 ng/L 基质加标样品在 6.03%-17.05% 之间，200 ng/L 基质加标样品在 6.16%-14.26% 之间，1000 ng/L 基质加标样品在 4.83%-9.38% 之间；批内（10 针）峰面积 RSD：100 ng/L 基质加标样品在 1.09%-25.98% 之间；200 ng/L 基质加标样品在 1.20%-17.90% 之间；1000 ng/L 基质加标样品在 0.52%-14.18% 之间；日内（20 针）峰面积 RSD：100 ng/L 基质加标样品在 2.18%-22.78% 之间；200 ng/L 基质加标样品在 1.74%-15.04% 之间；1000 ng/L 基质加标样品在 1.06%-13.79% 之间；日间（40 针）峰面积 RSD：100 ng/L 基质加标样品在 2.87%-23.25% 之间；200 ng/L 基质加标样品在 2.05%-14.35% 之间；1000 ng/L 基质加标样品在 1.37%-12.06% 之间。

关键词：环境水 基质加标 LCMS-8065XE 长期稳定性

技术特点：

❖ 连续 20 天，1200 余针基质加标样品，不同浓度水平下峰面积稳定，长期稳定性优异。

全氟及多氟烷基物质（PFAS）因其极强的化学稳定性、环境持久性及潜在的生物毒性，已被全球多国列为重点管控的新污染物。环境水体（如地下水、地表水）中 PFAS 的痕量检测对分析仪器的灵敏度、抗基质干扰能力及长期运行稳定性提出了极高要求。高通量常态化监测场景下，环境复杂水样中的基质杂质易持续富集于色谱管路、色谱柱及质谱离子源内部，逐步造成目标物保留时间漂移、检测灵敏度衰减、定量重复性劣化等问题，大幅降低 PFAS 定量检测结果的准确度与可信度。为此，系统评价液质联用系统在

大批量样品长周期连续分析情况下的抗基质污染能力与长期运行稳定性非常有必要。

本文基于岛津 LCMS-8065XE 三重四极杆液质联用系统，结合 PFAS 专用管路升级组件，针对 30 种典型 PFAS 开展连续 20 天、累计超 1200 针的地下水基质加标样品测试。通过系统考察不同浓度水平下的批内、日内、日间精密度及长期信号重现性，全面验证该仪器在环境水 PFAS 日常监测中的长期稳定性与抗污染性能，旨在为实验室高通量、长周期 PFAS 分析提供可靠的方法学依据与数据支撑。

■ 实验部分

1.1 仪器

本实验使用超高效液相色谱系统 - 三重四极杆质谱仪 LCMS-8065XE，具体配置如下：

系统控制器：CBM-40

输液泵：LC-40DXS × 2

自动进样器：SIL-40CXS

柱温箱：CTO-40C

色谱工作站：LabSolutions Ver.5.135，

质谱仪：LCMS-8065XE

LabSolutions Insight Ver.5.0

1.2 分析条件

液相色谱条件

色 谱 柱：Shim-pack Scepter C18-120(100 mm×2.1 mm, 1.9 μm)
PN: 227-31012-05, 岛津（上海）实验器材有限公司（SGLC）

延 迟 柱：Shim-pack Scepter C18-120(100 mm×2.1 mm, 1.9 μm)
PN: 227-31012-05, 岛津（上海）实验器材有限公司（SGLC）

特 殊 管 路：PFAS 检测管路升级组件（P/N:SFA-00020-01, 岛津）

流 动 相：A 相 -2 mM 乙酸铵水溶液；B 相 - 乙腈

流 速：0.2 mL/min

柱 温：45°C

进 样 体 积：1 μL

洗 脱 方 式：梯度洗脱，B 相初始浓度为 15%，时间程序见表 1

表 1 梯度洗脱时间程序

时间 (min)	流量 (mL/min)	泵 A 浓度 (%)	泵 B 浓度 (%)
2.00	0.2	65	35
12.00	0.2	10	90
15.00	0.2	10	90
15.10	0.2	85	15
20.00	0.2	85	15

质谱条件

离 子 源：XE-ESI(-) 加热模块温度：250°C

雾化气流速：1.1 L/min D L 温 度：200°C

加热气流速：17.0 L/min 接 口 温 度：250°C

干燥气流速 3.0 L/min 水 平 位 置：+1 mm

扫 描 模 式 多反应监测 (MRM) MRM 参 数：见表 2

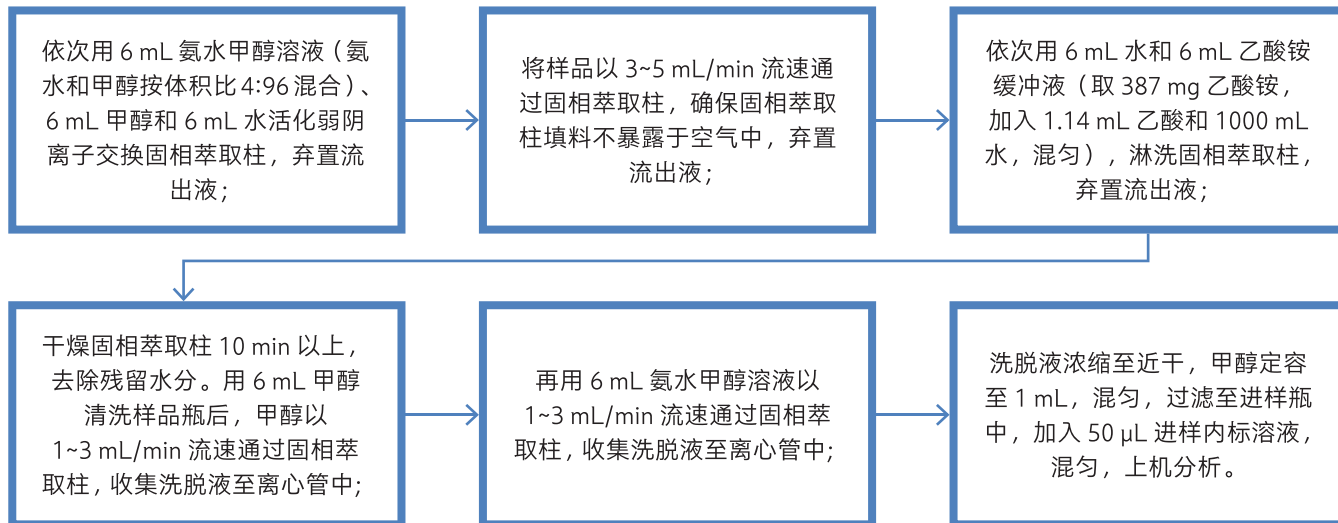
表 2 30 种 PFAS 化合物信息和 MRM 参数

序号	中文名称	简称	CAS 号	定量离子对	定性离子对
1	全氟丁酸	PFBA	375-22-4	213.00>169.00	
2	全氟戊酸	PFPeA	2706-90-3	263.00>219.00	263.00>69.00
3	全氟己酸	PFHxA	307-24-4	313.00>269.00	313.00>119.00
4	全氟庚酸	PFHpA	375-85-9	363.00>319.00	363.00>169.00
5	全氟辛酸	PFOA	335-67-1	413.00>369.00	413.00>169.00
6	全氟壬酸	PFNA	375-95-1	463.00>419.00	463.00>219.00
7	全氟癸酸	PFDA	335-76-2	513.00>469.00	513.00>219.00

8	全氟十一酸	PFUnDA	2058-94-8	563.00>519.00	563.00>269.00
9	全氟十二酸	PFD _o A	307-55-1	613.00>569.00	613.00>269.00
10	全氟十三酸	PFT _r DA	72629-94-8	663.00>619.00	663.00>269.00
11	全氟十四酸	PFT _e DA	376-06-7	713.00>669.00	713.00>369.00
12	全氟丁烷磺酸	PFBS	375-73-5	299.00>80.00	299.00>99.00
13	全氟戊烷磺酸	PFPeS	2706-91-4	349.00>80.00	349.00>99.00
14	全氟己烷磺酸	PFH _x S	355-46-4	399.00>80.00	399.00>99.00
15	全氟庚烷磺酸	PFHpS	375-92-8	449.00>80.00	449.00>99.00
16	全氟壬烷磺酸	PFNS	68259-12-1	549.00>80.00	549.00>99.00
17	全氟癸烷磺酸	PFDS	335-77-3	599.00>80.00	599.00>99.00
18	全氟十二烷磺酸	PFD _o s	79780-39-5	699.00>80.00	699.00>99.00
19	全氟辛烷磺酰胺	PFOSA	754-91-6	498.00>78.00	498.00>169.00
20	N-甲基全氟辛烷磺酰胺	NMeFOSA	31506-32-8	512.00>219.00	512.00>169.00
21	N-乙基全氟辛基磺酰胺	NEtFOSA	4151-50-2	526.00>169.00	526.00>219.00
22	N-乙基全氟辛基磺酰胺乙醇	NEtFOSE	1691-99-2	630.10>59.20	570.20>135.90
23	全氟-2-丙氧基丙酸	HFPO-DA	13252-13-6	285.00>169.00	329.00>285.00
24	4,8-二氧杂-3H-全氟壬酸	ADONA	919005-14-4	377.00>251.00	377.00>85.00
25	9-氯-全氟-3-氧杂壬烷-1-磺酸	9Cl-PF ₃ ONS	73606-19-6	531.00>351.00	531.00>83.00
26	11-氯-3-氧杂全氟十一烷磺酸	11Cl-PF ₃ OUdS	763051-92-9	631.00>451.00	631.00>83.00
27	全氟(2-乙氧基乙烷)磺酸	PFEESA	113507-82-7	315.00>135.00	315.00>69.00
28	全氟-3-甲氧基丙酸	PFMPA	377-73-1	229.00>85.00	229.00>185.00
29	全氟-4-甲氧基丁酸	PFMBA	863090-89-5	279.00>85.00	279.00>235.00
30	全氟-3,6-二氧庚酸	NFDHA	151772-58-6	201.00>85.00	295.00>201.00

1.3 空白基质样品前处理

取地下水 0.5 L，添加 50 μL 提取内标溶液，混匀，过滤后用乙酸或氨水调节 pH 值至 6 ~ 8，然后按照以下流程处理得到空白基质样品：



1.4 基质加标样品和质控样品配制

将 1.3 制备的空白基质样品经甲醇 10 倍稀释后，分别配制加标浓度为 100、200 和 1000 ng/L 的基质加标溶液。

用甲醇分别配制加标浓度为 100、200 和 1000 ng/L 的质控样品溶液。

1.5 长期稳定性考察实验方案

连续监测 20 天，每天提交 2 个批处理表循环运行；单日运行序列：溶剂空白 → 基质空白 → 100 ppt QC×1 → 100 ppt 加标×10 → 200 ppt QC×1 → 200 ppt 加标×10 → 1000 ppt QC×1 → 1000 ppt 加标×10（每日循环 2 次），累计完成 1200 余针基质加标样品分析，全程监控峰面积响应变化。

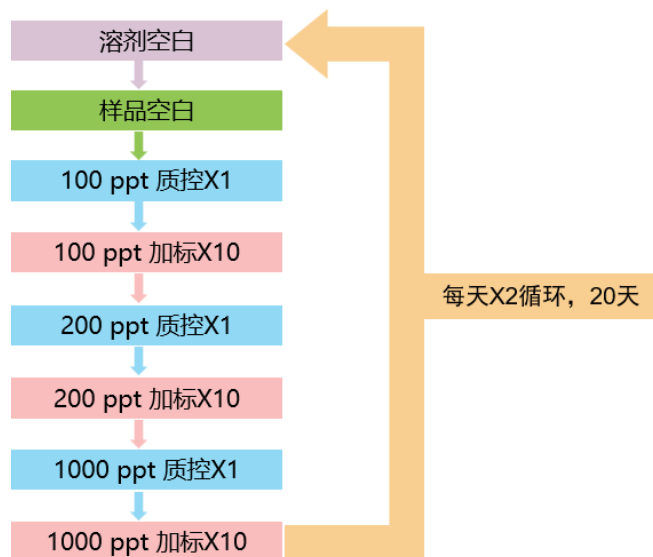


图 1 长期稳定性试验批处理分析流程

■ 结果与讨论

2.1 长期稳定性整体表现

30 种 PFAS 包含全氟羧酸类、磺酸类及磺酰胺类等，连续监测 20 天，累计完成 1200 余针基质加标样品的分析，LCMS-8065XE 三重四极杆液质联用系统具备良好的抗基质污染性能与长期信号稳定性。统计 20 天，100、200 和 1000 ng/L 基质加标样品，每个浓度水平 400 针的峰面积相对标准偏差 RSD：100 ng/L 加标样品在 6.03%-17.05% 之间，200 ng/L 加标样品在 6.16%-14.26% 之间，1000 ng/L 加标样品在 4.83%-9.38% 之间，结果如表 3 及图 2：

表 3 30 种 PFAS 每个浓度水平 400 针的峰面积相对标准偏差 %RSD

序号	简称	100 ng/L %RSD(n=400)	200ng/L %RSD(n=400)	1000 ng/L %RSD(n=400)
1	PFBA	6.03	6.76	5.74
2	PFPeA	7.48	6.92	5.80
3	PFHxA	7.66	6.17	4.98
4	PFHpA	9.70	7.37	4.83
5	PFOA	7.84	7.37	5.35
6	PFNA	11.27	8.84	6.65
7	PFDA	12.85	9.48	6.98
8	PFUdA	12.7	8.88	7.30
9	PFDoA	12.74	8.02	5.48
10	PFTTrDA	9.91	7.46	5.13
11	PFTeDA	11.36	7.76	5.37
12	PFBS	8.42	7.24	6.17
13	PFPeS	14.44	10.94	7.11
14	PFHxS	14.96	11.00	7.20
15	PFHpS	16.44	12.77	7.23
16	PFNS	14.69	10.27	5.96
17	PFDS	16.14	11.61	6.35
18	PFDos	12.63	9.03	5.26
19	PFOSA	11.66	8.10	7.26
20	NMeFOSA	13.78	11.37	8.40
21	NEtFOSA	13.77	10.69	7.80
22	N-EtFOSE	17.05	14.26	9.38
23	HFPO-DA	12.70	11.03	7.57
24	ADONA	6.23	6.32	5.25
25	9CI-PF3ONS	9.00	6.93	5.87

26	11CI-PF3OUdS	9.30	6.91	6.12
27	PFEESA	7.33	6.65	5.37
28	PFMPA	7.25	6.16	5.57
29	PFMBA	9.81	7.73	5.96
30	NFDHA	8.35	6.68	5.48

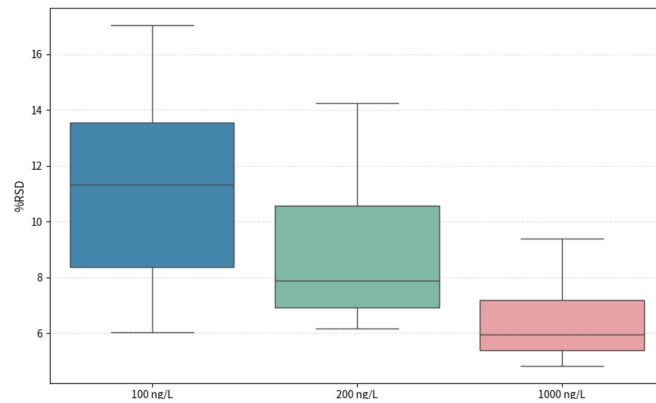


图 2 不同浓度加标样品 30 种 PFAS %RSD(n=400) 分布箱线图

2.2 批内精密度

30 种 PFAS 批内 (10 针) 峰面积 RSD : 100 ng/L 基质加标样品在 1.09%-25.98% 之间, 200 ng/L 基质加标样品在 1.20%-17.90% 之间, 1000 ng/L 基质加标样品在 0.52%-14.18% 之间, 结果图 3:

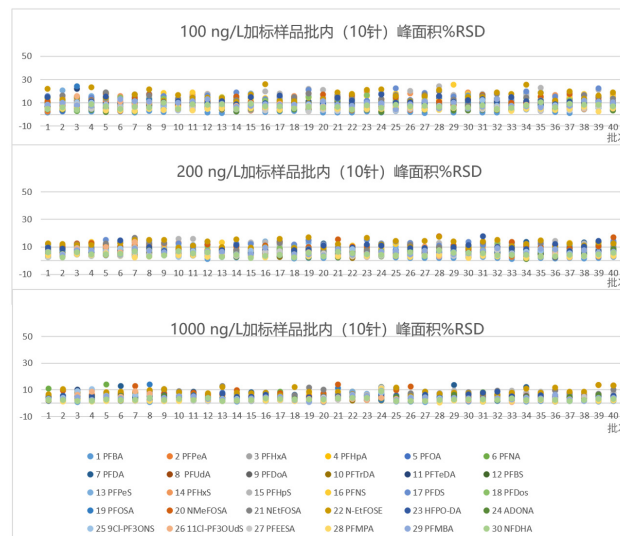
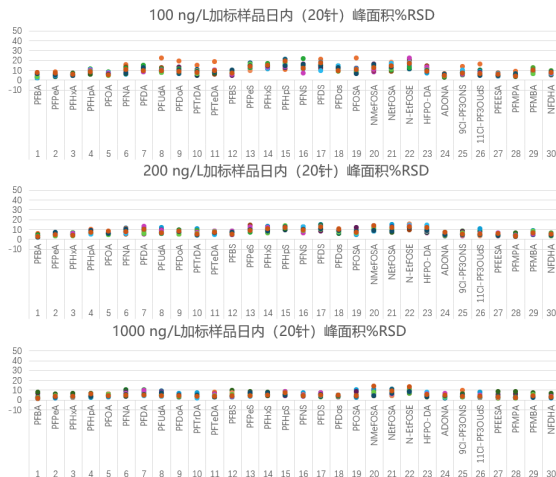


图 3 30 种 PFAS 每个浓度批内 (10 针) 峰面积 %RSD

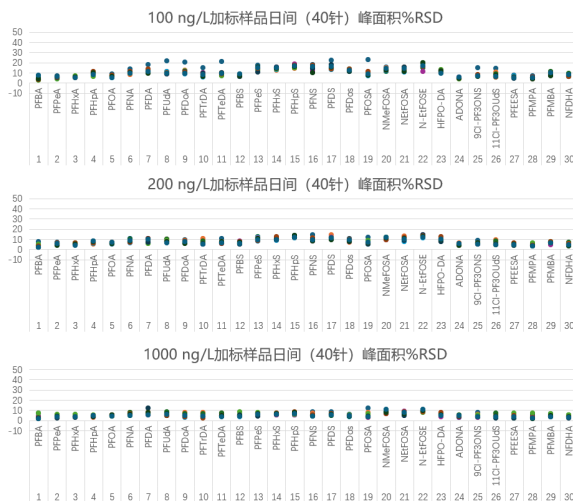
2.3 日内精密度

30 种 PFAS 日内 (每个浓度 20 针) 峰面积 RSD : 100 ng/L 基质加标样品在 2.18%-22.78% 之间; 200 ng/L 基质加标样品在 1.74%-15.04% 之间; 1000 ng/L 基质加标样品在 1.06%-13.79% 之间, 结果图 4:



2.4 日间精密度

30 种 PFAS 日间（每个浓度 40 针）峰面积 RSD：100 ng/L 基质加标样品在 2.87%-23.25% 之间；200 ng/L 基质加标样品在 2.05%-14.35% 之间；1000 ng/L 基质加标样品在 1.37%-12.06% 之间，结果图 5：



结论

本文使用岛津 LCMS-8065XE 三重四极杆液质联用系统，结合 PFAS 专用管路升级组件，针对 30 种典型 PFAS 开展连续 20 天、累计超 1200 针的地下水基质加标样品测试。通过系统考察不同浓度水平下的批内、日内、日间精密度及长期信号重现性，全面验证该仪器在环境水 PFAS 日常监测中的长期稳定性与抗污染性能，不同浓度水平下峰面积稳定，长期稳定性优异。

岛津应用云

