

根据EPA 1633分析全氟烷基和多氟烷基化合物(PFAS)第2部分：水相基质分析

Kari L. Organtini, Kenneth J. Rosnack, Chelsea Plummer, Peter Hancock, Oliver Burt

Waters Corporation

摘要

在美国，US EPA方法1633已成为分析非饮用水基质、土壤、生物固体和组织中PFAS的基础方法。该方法包括使用弱阴离子交换(WAX)固相萃取(SPE)进行样品前处理和石墨化炭黑(GCB)净化的步骤。本应用纪要是一系列展示执行EPA 1633方法综合解决方案文档中的第二篇。本文的重点是通过Oasis WAX/GCB方法进行PFAS分析，采用ACQUITY™ Premier BSM FTN LC系统与Xevo™ TQ Absolute串联四极杆质谱仪联用的LC-MS/MS方法，对真实水样进行制备和分析。

优势

- 按照EPA 1633规程，展示了分析真实水样中PFAS的端到端工作流程
- 仅使用250 mL水样即可满足EPA 1633的性能标准，减少了样品采集、运输和储存要求，并缩短了样品前处理时间
- PFAS分析采用Oasis WAX/GCB，这是一种双层、双相SPE小柱，可减少分散GCB操作的碎屑，并降低危险性，同时进一步缩短样品前处理时间
- Waters™ ERA认证参比物质轻松通过系统校准，证明工作流程性能良好

简介

US EPA方法1633于2021年8月首次推出，成为分析非饮用水基质、土壤、生物固体和组织中PFAS的基础方法¹。截至撰写本文档时，方法1633正处于第四次起草阶段，最终版本预计将于2023年底发布²。到EPA 1633最终版发布时，方法中包含的每种类型的样品基质都已经过多个实验室的验证。该方法涵盖了40种PFAS，并采用同位素稀释法进行校正和定量。所需的样品前处理因样品类型而略有不同，但所有样品类型均采用WAX小柱进行SPE，并结合GCB净化。EPA 1633是为了支持《清洁水法》(CWA)和国防部(DoD)的监测和修复分析样品而创建的，但由于它涵盖的基质和化合物种类繁多，因此适用性预计也非常广泛。

这是系列应用纪要的第二篇，这一系列应用纪要旨在介绍使用全面的沃特世技术工作流程解决样品前处理、分析和EPA 1633方法性能问题。本应用纪要将重点介绍如何制备真实水样，将ACQUITY Premier BSM FTN UPLC系统与Xevo TQ Absolute质谱仪联用，并使用第1部分中建立的LC-MS/MS方法进行分析³。使用WAX与GCB相结合的样品萃取与纯化工作流程处理地下水、地表水和废水（进水和出水）。

实验

样品前处理

本应用纪要中探讨的样品包括当地采集的地下水和地表水，以及美国中西部一家市政污水处理机构友情提供的进水和出水废水。所有水样均通过简单取样直接收集到250 mL高密度聚丙烯储液瓶中。根据EPA 1633指南和保存时间要求，在样品分析之前冷冻样品。样品瓶在样品前处理前（满瓶）和样品前处理后（空瓶）称量，确定每个样品瓶中收集的准确体积。除真实样品外，还处理了废水中的Waters ERA PFAS（货号404 <<https://www.eraqc.com/pfas-in-wastewater-wp-era001663?returnurl=%2fpfas-products%2f>>）认证参比物质(CRM)。

样品前处理使用Oasis WAX/GCB（一种包含弱阴离子交换(WAX)和石墨化炭黑(GCB)吸附剂的双层双相SPE小柱（P/N: 18601110），用于PFAS分析），而不是在样品前处理中加入分散的GCB。

样品前处理直接改编自EPA 1633方法，详细信息见图1。如前所述，方法进行了两项更改，包括改变样品体积，以及将分散GCB步骤整合到SPE小柱中。考虑到Xevo TQ Absolute质谱仪的灵敏度，本方法中的样品体积从建议的500 mL减少到250 mL。减少样品体积不仅降低了样品的运输和储存成本，还能够SPE小柱上上样一半体积的样品，从而加快样品前处理过程。将GCB和WAX整合到同一个小柱中既方便了操作，减少了使用松散材料引起的复杂情况，还能在不影响方法性能的情况下减少样品前处理步骤。

1.
 - 向250 mL水样品中加标萃取混合内标（来自Wellington的MPFAC-HIF-ES）
 - 检查pH，必要时调整至pH 6左右
2.
 - 用玻璃棉将SPE小柱填充到柱体的一半高度
 - 活化SPE
 - 15 mL含1%(v/v)氢氧化铵的甲醇溶液
 - 5 mL 0.3 M甲酸
3.
 - 以5 mL/min的流速上样
 - 用10 mL试剂用水清洗小柱，务必用此溶液冲洗储液瓶
 - 用5 mL的0.1 M甲酸:甲醇(1:1)清洗，务必用此溶液冲洗储液瓶
 - 干燥小柱15 s
4.
 - 将收集管安装到萃取装置上
 - 用5 mL含1%(v/v)氨水的甲醇溶液冲洗储液瓶。
 - 转移至小柱并洗脱
 - 向每个样品中加入25 μ L乙酸
 - 在每个样品中加标非萃取内标（来自Wellington的 MPFAC-HIF-IS）

图1.所有水样的样品前处理过程的完整方法细节。改编自EPA方法1633。

萃取前，向所有样品中加标5 ng/L（样品浓度当量）的所需萃取内标(EIS)，并在萃取后加标5 ng/L（样品浓度当量）的所需非萃取内标(NIS)。附录表2中列出了各分析物的标准曲线范围，可根据本应用纪要第1部分中采集和展示的数据确定³。所有标准品（混合物）均购自Wellington Laboratories。

液相色谱条件

液相色谱系统:	配备FTN的ACQUITY Premier BSM
样品瓶:	700 μ L聚丙烯螺口带盖瓶(P/N: 186005219)
分析柱:	ACQUITY Premier BEH™ C ₁₈ 2.1 x 50 mm, 1.7 μ m (P/N: 186009452)
隔离柱:	Atlantis™ Premier BEH C ₁₈ AX 2.1 × 50 mm, 5.0 μ m (P/N: 186009407)

柱温:	35 °C
样品温度:	10 °C
PFAS方法包:	PFAS安装套件, 带OASIS WAX 150 mg (P/N: 176004548)
进样体积:	2 µL
流速:	0.3 mL/min
流动相A:	2 mM乙酸铵水溶液
流动相B:	2 mM乙酸铵乙腈溶液

梯度表

时间 (min)	%A	%B	曲线
0	95	5	初始
0.5	75	25	6
3	50	50	6
6.5	15	85	6
7	5	95	6
8.5	5	95	6
9	95	5	6
11	95	5	6

MS条件

质谱系统:	Xevo TQ Absolute
电离模式:	ESI-

毛细管电压:	0.5 kV
离子源温度:	100 °C
脱溶剂气温度:	350 °C
脱溶剂气流速:	900 L/h
锥孔气流速:	150 L/h
MRM方法:	有关完整MRM方法的详细信息, 请参见附录

数据管理

软件: waters_connect™定量分析软件

结果与讨论

水样中的回收率

EPA 1633是一种基于性能的方法, 只要满足方法中列出的全部性能标准就允许修改。本研究中提出的一个主要改进是使用双层双相SPE小柱, 将原本分散的GCB净化步骤整合到WAX SPE小柱中。GCB难以操作和准确测量, 因此使用双层小柱可以省去繁琐的分散步骤。更重要的是, 将GCB净化步骤整合到SPE萃取中, 可以在样品前处理过程中为实验室节省宝贵的时间。此外, 较少的前处理步骤还能够减少引入意外PFAS样品污染的机会。

为证明该方法的等效性, 必须确定的一条重要性能标准是方法1633第四次草案中的萃取内标(EIS)和非萃取内标(NIS)回收率可接受限值(请参见该文档中的表6)¹。表1中列出了双层双相SPE小柱在地下水、地表水(高有机物含量)、进水废水(仅经过沉淀处理)和出水废水(完全处理后的排放水)中对每个EIS和NIS的回收性能。表1中报告的数据为每种基质类型五次重复萃取的平均回收率和%RSD。所有EIS在20个萃取样品中的平均回收率为91.2%, 平均RSD为9.2%。

化合物	地下水		地表水		废水进水		废水出水	
	平均回收率 (%)	%RSD	平均回收率 (%)	%RSD	平均回收率 (%)	%RSD	平均回收率 (%)	%RSD
¹³ C ₄ -PFBA	100.0	2.7	111.9	8.1	85.8	9.2	86.6	13.8
¹³ C ₅ -PFPeA	98.6	4.2	110.1	8.5	101.6	5.7	100.3	15.1
¹³ C ₆ -PFHxA	97.2	3.1	111.2	8.0	111.0	8.4	102.5	14.3
¹³ C ₄ -PFHpA	97.3	4.5	108.8	9.2	111.0	8.5	99.7	14.8
¹³ C ₈ -PFOA	98.8	2.5	110.6	9.0	113.0	13.3	100.7	16.5
¹³ C ₆ -PFNA	96.6	5.2	110.2	11.3	112.0	18.0	101.1	17.5
¹³ C ₆ -PFDA	92.1	2.9	108.1	9.5	103.8	18.1	97.0	17.5
¹³ C ₇ -PFUnDA	88.5	2.9	102.0	4.8	93.0	18.7	91.6	15.0
¹³ C-PFD _o DA	83.1	2.8	89.8	8.5	63.8	18.2	82.5	14.0
¹³ C ₂ -PFTreDA	72.5	5.0	56.7	10.1	32.3	17.6	52.5	13.4
¹³ C ₃ -PFBS	97.8	2.3	110.9	6.5	116.8	12.3	102.6	13.5
¹³ C ₃ -PFHxS	97.0	5.0	113.1	6.9	112.5	8.3	104.8	14.5
¹³ C ₆ -PFOS	93.2	1.8	108.7	7.8	108.5	13.9	97.8	17.3
¹³ C ₂ -4:2 FTS	82.8	6.9	92.1	5.1	179.8	9.1	102.8	21.4
¹³ C ₂ -6:2 FTS	94.1	2.8	95.0	5.0	197.8	11.0	101.9	19.1
¹³ C ₂ -8:2 FTS	91.5	4.2	91.8	7.5	149.7	16.6	90.4	17.9
¹³ C ₆ -FOSA	92.3	3.6	99.4	5.8	101.3	19.8	96.7	18.7
¹³ C ₃ -GenX	98.0	3.5	105.9	6.6	85.2	7.5	98.6	14.8
D ₅ -N-EtFOSAA	91.3	3.4	91.9	6.0	127.0	15.4	93.3	18.3
D ₃ -N-MeFOSAA	89.0	4.8	90.3	5.5	137.4	16.2	91.6	20.3
d ₃ NMeFOSA	63.5	5.9	64.0	13.2	52.8	24.3	82.3	19.2
d ₅ NETFOSA	61.1	7.0	61.9	13.5	38.9	23.8	78.5	19.6
d7-NMeFOSE	70.0	5.7	74.0	11.8	56.9	20.3	74.5	17.7
d9-NETFOSE	67.2	5.9	71.1	12.3	52.9	20.2	71.1	18.3
¹³ C ₃ -PFBA	134.8	20.0	112.2	6.5	89.6	6.6	114.1	7.1
¹³ C ₂ -PFHxA	133.9	19.4	117.4	5.7	120.8	7.2	124.7	5.8
¹³ C ₄ -PFOA	127.9	22.7	116.3	7.8	132.2	8.1	123.5	8.0
¹³ C ₅ -PFNA	133.3	21.3	115.1	9.1	132.8	4.5	122.3	7.5
¹³ C ₂ -PFDA	136.8	20.3	115.8	6.3	155.9	4.0	124.4	7.7
¹⁸ O ₂ -PFHxS	133.6	21.4	115.7	7.4	112.2	7.0	119.8	6.6
¹³ C ₄ -PFOS	132.2	22.7	116.1	6.6	118.9	7.2	121.6	8.2

表1.使用双层双相SPE小柱处理每种水样类型的萃取内标(EIS)和非萃取内标(NIS)的平均回收率(n=5)。

图2中直接比较了所有水样类型的平均回收率与EPA 1633表6（草案4）中允许的回收率。水样中的回收率完全处于每种化合物的回收率可接受限值内，并且在所有情况下均明显高于最低回收率水平。这表明，即使在更复杂的水基质中，使用该小柱的性能也与使用分散GCB相当，且符合预期目标。

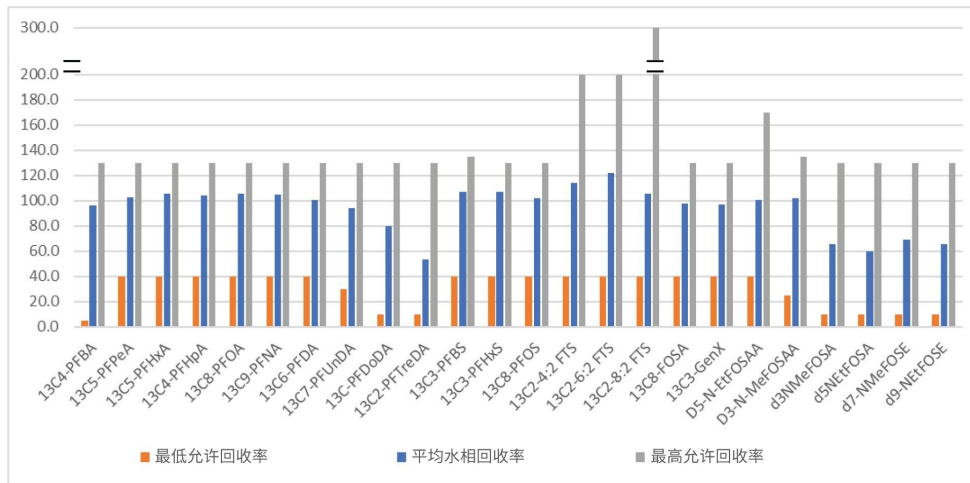


图2.所有四种水样类型中萃取内标(EIS)的平均回收率（蓝色），与EPA 1633方法允许的最低回收率百分比（橙色）和最高回收率百分比（灰色）的比较结果(n=20)。请注意，为了容纳¹³C₂-8:2 FTS的最大回收率值，图中采用了分割坐标轴。

认证参比物质分析

分析准确度对于定量客户样品中的PFAS非常重要。我们使用Waters ERA认证参比物质(CRM)与真实样品一起处理，作为工作流程准确度的基准。废水中的PFAS CRM已认证覆盖所有EPA 1633分析物，提供了一种具有代表性的方法性能参比物质，无需在未知基质样品中标加，这在没有不含PFAS的样品时可能会变得复杂。图3显示了废水CRM三次重复萃取和分析的平均定量结果。红色虚点线和虚划线分别表示CRM的最小和最大认证值范围。蓝色实线表示认证值。灰色实线表示样品分析过程中测得的平均实验定量值。EPA 1633中所有40种目标PFAS的定量结果均在允许的最低和最高浓度范围内，平均正确度为92%，正确度范围为73%~112%。这表明，使用沃特世解决方案进行样品前处理、分析和数据处理工作流程的准确性值得信赖。

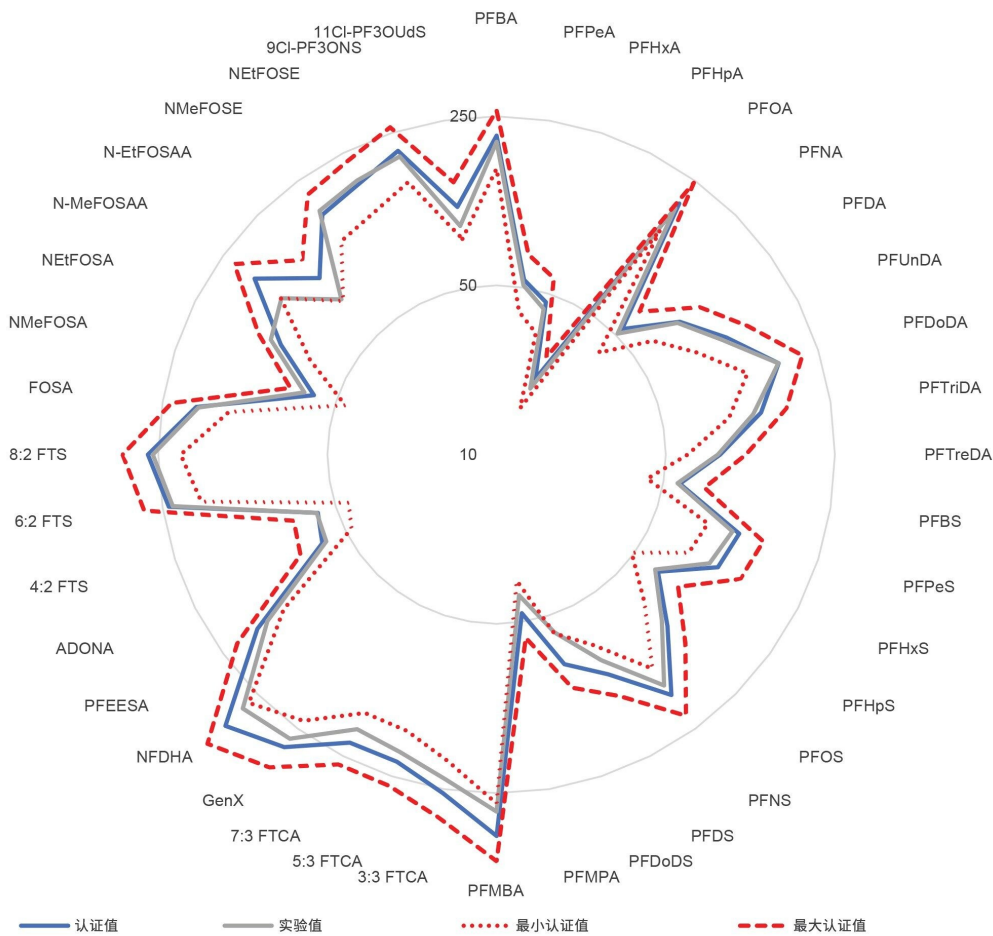


图3. Waters ERA PFAS在废水CRM中所有40种EPA 1633目标分析物的定量值。红线表示CRM认证值的最小（虚点线）和最大（虚划线）认证值范围。蓝线表示认证值。灰色实线表示平均实验定量值($n=3$)。请注意，坐标轴使用对数刻度表示。

真实水样中的PFAS分析

利用提出的工作流程检测和定量地下水、地表水、废水进水和废水出水中的40种目标PFAS分析物。所用的LC梯度方法经过设计，旨在确保潜在的胆酸干扰物与PFOS之间至少有1分钟的分离时间²。由于胆酸的产生是为了帮助消化，因此废水样品中可能存在大量胆酸。图3展示了进水废水和出水废水样品中的胆酸，并成功将它与PFOS的干扰物分离。

所有样品中均检出了PFAS，如表2所示。每种样品均重复萃取五次，并报告了计算的重复样平均浓度以及相关的

%RSD。地下水中检出的PFAS最低，其中有9种PFAS检出超过定量限(LOQ)，浓度范围为0.11~7.03 ng/L。地表水样品中检出的PFAS浓度范围稍大，有12种PFAS的浓度高于定量限，范围在0.17~15.4 ng/L之间。废水样品中检出的PFAS变化幅度和浓度最大。图5展示了进水和出水水样中检测到的PFAS的比较结果。在进水废水中定量检出19种PFAS，而在出水废水中检出16种PFAS，表明该场地的水处理方法有效去除了部分PFAS。然而，在比较浓度时发现，进水和出水中大多数PFAS的定量浓度大致相同。NMeFOSE、3:3 FTCA和7:3 FTCA在处理厂的出水中不存在，而5:3 FTCA显著减少（从进水的88.9 ng/L降至出水的3.9 ng/L）。

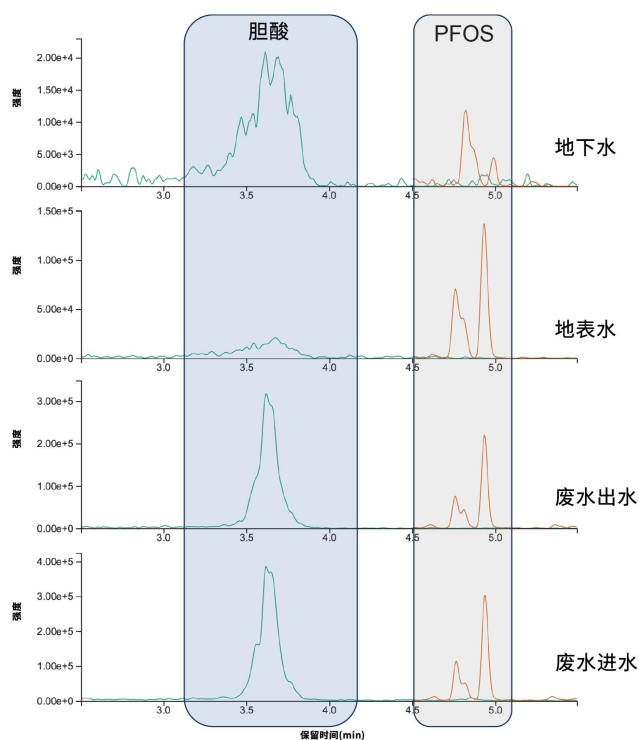


图4.胆酸和PFOS MRM通道的叠加色谱图，表明废水样品中存在大量的胆酸干扰。

分析物名称	地下水		地表水		进水废水		出水废水	
	浓度 (ng/L)	%RSD	浓度 (ng/L)	%RSD	浓度 (ng/L)	%RSD	浓度 (ng/L)	%RSD
PFBA	7.03	3.0	15.36	8.4	21.93	18.3	21.15	7.7
PFPeA	2.47	2.5	4.30	3.7	11.55	15.5	12.12	3.7
PFHxA	1.67	3.0	3.53	2.7	15.98	17.4	23.81	1.7
PFHpA	1.01	8.0	2.12	5.9	3.33	13.4	3.33	1.6
PFOA	0.69	10.0	4.86	6.7	27.02	14.5	14.89	8.5
PFNA	N.D.	-	0.77	15.0	0.91	11.4	1.28	20.2
PFDA	N.D.	-	0.51	32.1	0.95	4.6	2.44	20.7
PFUnDA	N.D.	-	N.D.	-	N.D.	-	N.D.	-
PFDoDA	N.D.	-	N.D.	-	BLoQ	-	N.D.	-
PFTriDA	N.D.	-	N.D.	-	N.D.	-	N.D.	-
PFTreDA	N.D.	-	N.D.	-	N.D.	-	N.D.	-
PFBS	1.05	7.1	2.83	6.0	41.12	12.6	38.16	3.9
PFPeS	0.11	8.7	0.17	11.8	0.39	23.7	0.34	6.2
PFHxS	0.26	10.3	0.86	5.6	4.72	17.7	4.07	3.5
PFHpS	N.D.	-	N.D.	-	N.D.	-	BLoQ	-
PFOS	0.34	16.4	3.40	22.4	8.17	9.4	6.17	19.9
PFNS	N.D.	-	N.D.	-	N.D.	-	N.D.	-
PFDS	N.D.	-	N.D.	-	N.D.	-	N.D.	-
PFDoDS	N.D.	-	N.D.	-	N.D.	-	N.D.	-
GenX	N.D.	-	0.12	8.8	0.65	15.2	0.59	5.4
ADONA	N.D.	-	N.D.	-	N.D.	-	N.D.	-
9ClPF3ONS	N.D.	-	N.D.	-	N.D.	-	N.D.	-
11ClPF3OUdS	N.D.	-	N.D.	-	N.D.	-	N.D.	-
4_2 FTS	N.D.	-	N.D.	-	N.D.	-	N.D.	-
6_2 FTS	N.D.	-	N.D.	-	4.44	16.2	2.91	18.9
8_2 FTS	N.D.	-	N.D.	-	N.D.	-	N.D.	-
FOSA	BLoQ	-	BLoQ	-	BLoQ	-	BLoQ	-
NMeFOSA	N.D.	-	N.D.	-	N.D.	-	N.D.	-
NEtFOSA	N.D.	-	N.D.	-	N.D.	-	N.D.	-
NMeFOSAA	N.D.	-	N.D.	-	1.16	10.7	1.26	28.1
NEtFOSAA	N.D.	-	N.D.	-	0.90	14.6	0.90	27.6
NMeFOSE	N.D.	-	N.D.	-	2.96	9.8	BLoQ	-
NEtFOSE	N.D.	-	N.D.	-	N.D.	-	N.D.	-
3:3 FTCA	N.D.	-	N.D.	-	4.91	21.4	N.D.	-
5:3 FTCA	N.D.	-	N.D.	-	88.91	18.4	3.91	4.3
7:3 FTCA	N.D.	-	N.D.	-	4.66	16.8	N.D.	-
PFMPA	N.D.	-	N.D.	-	N.D.	-	N.D.	-
PFMBA	N.D.	-	N.D.	-	N.D.	-	N.D.	-
PFEESA	N.D.	-	N.D.	-	N.D.	-	N.D.	-
NFDHA	N.D.	-	N.D.	-	N.D.	-	N.D.	-

表2. 每种类型水样中PFAS的检出浓度及相关的%RSD (n=5次重复测定)。(N.D.)未检出。(BLoQ)定量限以下。

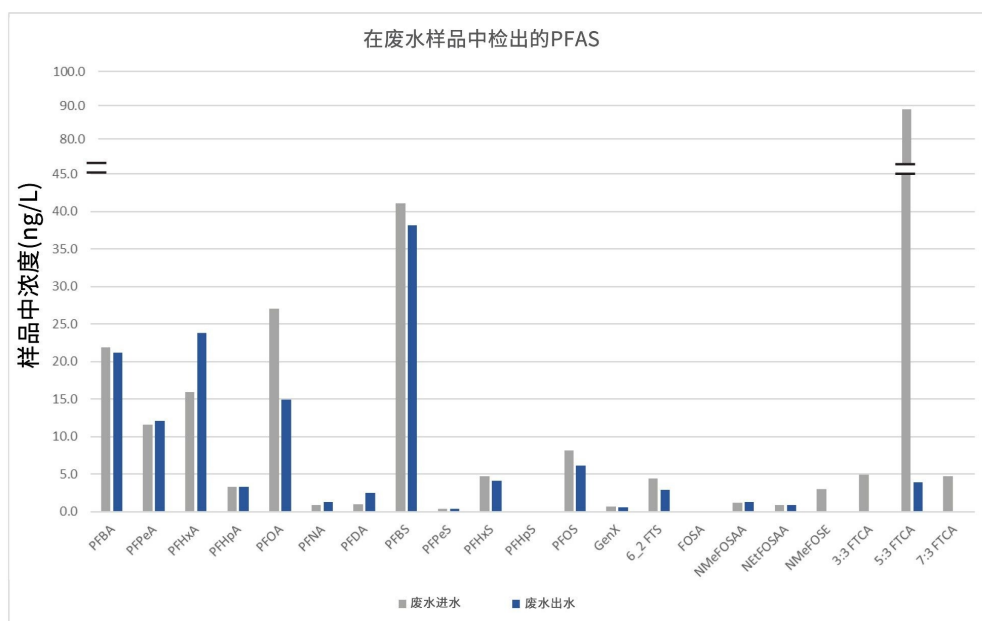


图5.进水废水（灰色）和出水废水（蓝色）中PFAS的定量结果比较。请注意，为了容纳5:3 FTCA的最大浓度值，图中采用了分割坐标轴。

结论

按照EPA 1633规程进行多种水样的样品前处理和分析。采用Oasis WAX/GCB（一种包含WAX和GCB的双层双相SPE小柱，用于PFAS分析）进行样品萃取和净化，取代了使用分散GCB进行的两步萃取和净化过程。这款小柱可提供更出色的用户体验，并缩短样品前处理步骤所用的时间。所有回收率均在可接受的标准范围内，20次萃取（包括地下水、地表水、进水和出水）的平均EIS回收率为91.2%，平均RSD为9.2%。这表明双层双相SPE小柱是适合替代EPA 1633中多步萃取和净化方法的单步方法。此外，使用相同方法处理和分析Waters ERA废水认证参比物质也能够轻松在认证参比物质范围内，表明方法准确度具有较高的可信度。本研究分析了四种不同复杂程度的水样，检测了EPA 1633中包含的40种PFAS，所有样品中均检出了PFAS，浓度范围为0.1~88.9 ng/L的。数据表明，双层双相SPE小柱与LC-MS/MS系统相结合可轻松满足EPA 1633对水样分析的所有要求。

参考资料

1. US Environmental Protection Agency. Analysis of Per- and Polyfluoroalkyl Substances (PFAS) in Aqueous, Solid, Biosolids, and Tissue Samples by LC-MS/MS, Draft 4. July 2023.
2. US Environmental Protection Agency. Clean Water Act Analytical Methods: CWA Analytical Methods for Per- and Polyfluorinated Alkyl Substances (PFAS). <https://www.epa.gov/cwa-methods/cwa-analytical-methods-and-polyfluorinated-alkyl-substances-pfas#draft-method-1633> <<https://www.epa.gov/cwa-methods/cwa-analytical-methods-and-polyfluorinated-alkyl-substances-pfas#draft-method-1633>> , Accessed 17 November 2023.
3. K Organtini, K Rosnack, P Hancock. 根据EPA 1633分析全氟烷基和多氟烷基化合物(PFAS)第1部分：建立和评估方法. 沃特世应用纪要. 720008117ZH. 2023.

附录

化合物	母离子	碎片离子	CV	CE	软传输	内标	内标的类型
PFBA	213.0	169	10	10	否	¹³ C ₃ -PFBA	-
PFPeA	262.9	219	10	5	否	¹³ C ₅ -PFPeA	-
PFHxA	312.9	269	5	10	否	¹³ C ₅ -PFHxA	-
		119	5	20			
PFHpA	362.9	319	15	10	否	¹³ C ₄ -PFHpA	-
		169	15	15			
PFOA	412.9	369	10	10	否	¹³ C ₈ -PFOA	-
		169	10	15			
PFNA	462.9	419	10	10	否	¹³ C ₉ -PFNA	-
		219	10	15			
PFDA	512.9	468.9	15	9	否	¹³ C ₆ -PFDA	-
		219	15	15			
PFUnDA	562.9	518.9	25	10	否	¹³ C ₇ -PFUnDA	-
		269	25	20			
PFDoDA	612.9	568.9	30	10	否	¹³ C-PFDoDA	-
		169	30	25			
PFTriDA	662.9	618.9	5	10	否	¹³ C-PFDoDA + ¹³ C ₂ -PFTreDA	-
		169	5	30			
PFTreDA	712.9	668.9	10	25	否	¹³ C ₂ -PFTreDA	-
		169	10	15			
PFBS	298.9	80.1	15	30	否	¹³ C ₃ -PFBS	-
		99.1	15	30			
PFPeS	348.9	79.9	10	30	否	¹³ C ₅ -PFHxS	-
		98.9	10	30			
PFHxS	398.9	80.1	10	35	否	¹³ C ₅ -PFHxS	-
		99.1	10	30			
PFHpS	448.9	80.1	15	35	否	¹³ C ₈ -PFOS	-
		99.1	15	35			
PFOS	498.9	80.1	15	40	否	¹³ C ₈ -PFOS	-
		99.1	15	40			
PFNS	548.9	80.1	20	40	否	¹³ C ₈ -PFOS	-
		99.1	20	40			
PFDS	598.9	80.1	46	46	否	¹³ C ₈ -PFOS	-
		99.1	46	46			
PFDoDS	699.1	80	40	55	否	¹³ C ₈ -PFOS	-
		99	40	55			
GenX (HFPO-DA)	285.0	169	5	7	是	¹³ C ₃ -HFPO-DA	-
		GenX	5	35			
ADONA	376.9	251	10	10	否	¹³ C ₃ -HFPO-DA	-
		377.3	10	25			
9Cl-PF3ONS	530.9	350.9	15	25	否	¹³ C ₃ -HFPO-DA	-
		82.9	15	25			
11Cl-PF3OUdS	630.9	450.9	30	30	否	¹³ C ₃ -HFPO-DA	-
		631.2	30	30			
4:2 FTS	326.9	306.9	15	15	否	¹³ C ₂ -4:2 FTS	-
		327.3	15	35			
6:2 FTS	426.9	407	10	20	否	¹³ C ₂ -6:2 FTS	-
		427.3	12	32			
8:2 FTS	526.9	506.8	15	25	否	¹³ C ₂ -8:2 FTS	-
		527.3	15	37			
FOSA	497.9	78	40	30	否	¹³ C ₈ -FOSA	-
N-MeFOSA	511.9	168.9	40	30	否	d ₃ NMeFOSA	-
		218.9	40	25			
N-EtFOSA	525.9	168.9	5	25	否	d ₅ NEtFOSA	-
		218.9	5	25			
N-MeFOSAA	569.9	418.9	35	25	否	d ₃ -N-MeFOSAA	-
		219.1	35	20			
N-EtFOSAA	584.0	418.9	15	20	否	d ₅ -N-EtFOSAA	-
		525.9	15	20			
N-MeFOSE	616.0	59	15	15	否	d ₇ -NMeFOSE	-
N-EtFOSE	630.0	59	15	15	否	d ₅ -NEtFOSE	-

化合物	母离子	碎片离子	CV	CE	软传输	内标	内标的类型
3:3 FTCA	241.0	116.9	5	40	否	¹³ C ₅ -PFPeA	-
		176.9	5	10			
5:3 FTCA	340.9	216.9	5	25	否	¹³ C ₆ -PFHxA	-
		237	5	10			
7:3 FTCA	440.9	316.9	10	22	否	¹³ C ₆ -PFHxA	-
		337	10	17			
PFMPA	228.9	84.9	23	10	否	¹³ C ₆ -PFPeA	
PFMBA	278.9	84.9	10	10	否	¹³ C ₅ -PFHxA	
PFEESA	314.9	82.9	15	20	否	¹³ C ₅ -PFHxA	-
		134.9	15	20			
NFDHA	295.0	84.9	5	10	否	¹³ C ₅ -PFHxA	-
		200.9	5	10			
¹³ C ₄ -PFBA	216.8	171.9	10	10	否	¹³ C ₃ -PFBA	萃取内标
¹³ C ₆ -PFPeA	267.9	223	10	5	否	¹³ C ₂ -PFHxA	萃取内标
¹³ C ₅ -PFHxA	317.9	272.9	10	5	否	¹³ C ₂ -PFHxA	萃取内标
		119.9	10	20			
¹³ C ₄ -PFHpA	366.9	321.9	15	10	否	¹³ C ₂ -PFHxA	萃取内标
		169	15	15			
¹³ C ₈ -PFOA	420.9	375.9	5	15	否	¹³ C ₄ -PFOA	萃取内标
		172	5	10			
¹³ C ₉ -PFNA	471.9	426.9	10	10	否	¹³ C ₅ -PFNA	萃取内标
		223	10	15			
¹³ C ₆ -PFDA	519	473.9	5	10	否	¹³ C ₂ -PFDA	萃取内标
		219	5	15			
¹³ C ₇ -PFUnDA	569.9	524.9	5	10	否	¹³ C ₂ -PFDA	萃取内标
		274	5	15			
¹³ C-PFDoDA	614.9	569.9	10	10	否	¹³ C ₂ -PFDA	萃取内标
		169	10	25			
¹³ C ₂ -PFTreDA	714.9	169	25	35	否	¹³ C ₂ -PFDA	萃取内标
		669.9	25	10			
¹³ C ₃ -PFBS	301.9	80.1	10	30	否	18O2-PFHxS	萃取内标
		99.1	10	25			
¹³ C ₃ -PFHxS	401.9	80.1	10	40	否	18O2-PFHxS	萃取内标
		99.1	10	35			
¹³ C ₆ -PFOS	506.9	80.1	15	40	否	¹³ C ₄ -PFOS	萃取内标
		99.1	15	40			
¹³ C ₃ -GenX	287	169	5	12	是	¹³ C ₂ -PFHxA	萃取内标
		119	5	12			
¹³ C ₂ -4:2 FTS	328.9	308.9	40	15	否	18O2-PFHxS	萃取内标
		81	40	25			
¹³ C ₂ -6:2 FTS	428.9	409	10	20	否	18O2-PFHxS	萃取内标
		80.9	10	27			
¹³ C ₂ -8:2 FTS	528.9	508.9	10	20	否	18O2-PFHxS	萃取内标
		81	10	35			
¹³ C ₈ -FOSA	505.9	78.1	35	25	否	¹³ C ₄ -PFOS	萃取内标
d ₃ NMeFOSA	514.9	168.9	40	30	否	¹³ C ₄ -PFOS	萃取内标
d ₅ NEtFOSA	531	168.9	5	25	否	¹³ C ₄ -PFOS	萃取内标
D ₅ -N-EtFOSAA	589	418.9	30	20	否	¹³ C ₄ -PFOS	萃取内标
		506.9	30	15			
D ₃ -N-MeFOSAA	572.9	418.9	35	20	否	¹³ C ₄ -PFOS	萃取内标
		482.7	35	15			
d7-NMeFOSE	623	58.9	15	15	否	¹³ C ₄ -PFOS	萃取内标
d9-NEtFOSE	639	58.9	15	15	否	¹³ C ₄ -PFOS	萃取内标
¹³ C ₃ -PFBA	216	172	10	10	否	-	非萃取内标
¹³ C ₂ -PFHxA	314.9	119.9	10	20	否	-	非萃取内标
		270	10	5			
¹³ C ₄ -PFOA	417	172	10	20	否	-	非萃取内标
¹³ C ₅ -PFNA	468	423	10	10	否	-	非萃取内标
¹³ C ₂ -PFDA	515	470	20	10	否	-	非萃取内标
¹⁸ O ₂ -PFHxS	403	83.9	10	40	否	-	非萃取内标
¹³ C ₄ -PFOS	503	80.2	15	40	否	-	非萃取内标
		99.1	15	40			

附表1.使用Xevo TQ Absolute MS对水样中的EPA 1633化合物进行PFAS分析所用的质谱方法条件。

化合物	标准曲线样品1 (ng/mL)	标准曲线样品2 (ng/mL)	标准曲线样品3 (ng/mL)	标准曲线样品4 (ng/mL)	标准曲线样品5 (ng/mL)	标准曲线样品6 (ng/mL)	标准曲线样品7 (ng/mL)	标准曲线样品8 (ng/mL)
PFBA	0.02	0.04	0.20	0.40	1.00	2.00	4.0	10.0
PFPeA	0.01	0.02	0.10	0.20	0.50	1.00	2.0	5.0
PFHxA	0.005	0.01	0.05	0.10	0.25	0.50	1.0	2.5
PFHpA	0.005	0.01	0.05	0.10	0.25	0.50	1.0	2.5
PFOA	0.005	0.01	0.05	0.10	0.25	0.50	1.0	2.5
PFNA	0.005	0.01	0.05	0.10	0.25	0.50	1.0	2.5
PFDA	0.005	0.01	0.05	0.10	0.25	0.50	1.0	2.5
PFUnDA	0.005	0.01	0.05	0.10	0.25	0.50	1.0	2.5
PFDoDA	0.005	0.01	0.05	0.10	0.25	0.50	1.0	2.5
PFTriDA	0.005	0.01	0.05	0.10	0.25	0.50	1.0	2.5
PFTreDA	0.005	0.01	0.05	0.10	0.25	0.50	1.0	2.5
PFBS	0.005	0.01	0.05	0.10	0.25	0.50	1.0	2.5
PFPeS	0.005	0.01	0.05	0.10	0.25	0.50	1.0	2.5
PFHxS	0.005	0.01	0.05	0.10	0.25	0.50	1.0	2.5
PFHpS	0.005	0.01	0.05	0.10	0.25	0.50	1.0	2.5
PFOS	0.005	0.01	0.05	0.10	0.25	0.50	1.0	2.5
PFNS	0.005	0.01	0.05	0.10	0.25	0.50	1.0	2.5
PFDS	0.005	0.01	0.05	0.10	0.25	0.50	1.0	2.5
PFDoDS	0.005	0.01	0.05	0.10	0.25	0.50	1.0	2.5
GenX	0.01	0.02	0.10	0.20	0.50	1.00	2.0	5.0
ADONA	0.01	0.02	0.10	0.20	0.50	1.00	2.0	5.0
9ClPF3ONS	0.01	0.02	0.10	0.20	0.50	1.00	2.0	5.0
11ClPF3OUdS	0.01	0.02	0.10	0.20	0.50	1.00	2.0	5.0
4_2_FTS	0.02	0.04	0.20	0.40	1.00	2.00	4.0	10.0
6_2_FTS	0.02	0.04	0.20	0.40	1.00	2.00	4.0	10.0
8_2_FTS	0.02	0.04	0.20	0.40	1.00	2.00	4.0	10.0
FOSA	0.005	0.01	0.05	0.10	0.25	0.50	1.0	2.5
NMeFOSA	0.005	0.01	0.05	0.10	0.25	0.50	1.0	2.5
NEFOSA	0.005	0.01	0.05	0.10	0.25	0.50	1.0	2.5
NMeFOSAA	0.005	0.01	0.05	0.10	0.25	0.50	1.0	2.5
NEtFOSAA	0.005	0.01	0.05	0.10	0.25	0.50	1.0	2.5
NMeFOSE	0.05	0.10	0.50	1.00	2.50	5.00	10.0	25.0
NEtFOSE	0.05	0.10	0.50	1.00	2.50	5.00	10.0	25.0
3:3_FTCA	0.02	0.04	0.20	0.40	1.00	2.00	4.0	10.0
5:3_FTCA	0.10	0.20	1.00	2.00	5.00	10.0	20.0	50.0
7:3_FTCA	0.10	0.20	1.00	2.00	5.00	10.0	20.0	50.0
PFMPA	0.01	0.02	0.10	0.20	0.50	1.00	2.0	5.0
PFMBA	0.01	0.02	0.10	0.20	0.50	1.00	2.0	5.0
PFESA	0.01	0.02	0.10	0.20	0.50	1.00	2.0	5.0
NFDHA	0.01	0.02	0.10	0.20	0.50	1.00	2.0	5.0
M4 PFBA	2.0	2.0	2.0	2.0	2.0	2.0	2.0	2.0
M5_PFPeA	1.0	1.0	1.0	1.0	1.0	1.0	1.0	1.0
M5_PFHxA	0.50	0.50	0.50	0.50	0.50	0.50	0.50	0.50
M4_PFHpA	0.50	0.50	0.50	0.50	0.50	0.50	0.50	0.50
M8_PFOA	0.50	0.50	0.50	0.50	0.50	0.50	0.50	0.50
M9_PFNA	0.25	0.25	0.25	0.25	0.25	0.25	0.25	0.25
M6_PFDA	0.25	0.25	0.25	0.25	0.25	0.25	0.25	0.25
M7_PFUnDA	0.25	0.25	0.25	0.25	0.25	0.25	0.25	0.25
M_PFDODA	0.25	0.25	0.25	0.25	0.25	0.25	0.25	0.25
M2_PFTreDA	0.25	0.25	0.25	0.25	0.25	0.25	0.25	0.25
M3_PFBS	0.50	0.50	0.50	0.50	0.50	0.50	0.50	0.50
M3_PFHxS	0.50	0.50	0.50	0.50	0.50	0.50	0.50	0.50
M8_PFOS	0.50	0.50	0.50	0.50	0.50	0.50	0.50	0.50
M2_42FTS	1.0	1.0	1.0	1.0	1.0	1.0	1.0	1.0
M2_62FTS	1.0	1.0	1.0	1.0	1.0	1.0	1.0	1.0
M2_82FTS	1.0	1.0	1.0	1.0	1.0	1.0	1.0	1.0
M8_FOSA	1.0	1.0	1.0	1.0	1.0	1.0	1.0	1.0
M3_GenX	2.0	2.0	2.0	2.0	2.0	2.0	2.0	2.0
D3_NMeFOSAA	1.0	1.0	1.0	1.0	1.0	1.0	1.0	1.0
D5_NEtFOSAA	1.0	1.0	1.0	1.0	1.0	1.0	1.0	1.0
dNMeFOSA	0.50	0.50	0.50	0.50	0.50	0.50	0.50	0.50
dNEtFOSA	0.50	0.50	0.50	0.50	0.50	0.50	0.50	0.50
d7 NMeFOSE	5.0	5.0	5.0	5.0	5.0	5.0	5.0	5.0
d9 NEtFOSE	5.0	5.0	5.0	5.0	5.0	5.0	5.0	5.0
M3 PFBA_NIS	1.0	1.0	1.0	1.0	1.0	1.0	1.0	1.0
M2 PFHxA_NIS	0.50	0.50	0.50	0.50	0.50	0.50	0.50	0.50
M4 PFOA_NIS	0.50	0.50	0.50	0.50	0.50	0.50	0.50	0.50
M5 PFNA_NIS	0.25	0.25	0.25	0.25	0.25	0.25	0.25	0.25
M2 PFDA_NIS	0.25	0.25	0.25	0.25	0.25	0.25	0.25	0.25
18O2 PFHxS_NIS	0.50	0.50	0.50	0.50	0.50	0.50	0.50	0.50
M4 PFOS_NIS	0.50	0.50	0.50	0.50	0.50	0.50	0.50	0.50

附表2.使用Xevo TQ Absolute MS对水样中的EPA 1633化合物进行PFAS分析所用的标准曲线范围

特色产品

ACQUITY Premier系统 <<https://www.waters.com/waters/nav.htm?cid=135077739>>

Xevo TQ Absolute三重四极杆质谱仪 <<https://www.waters.com/waters/nav.htm?cid=135094698>>

waters_connect定量软件平台 <<https://www.waters.com/waters/nav.htm?cid=135091497>>

720008143ZH, 2023年12月



© 2024 Waters Corporation. All Rights Reserved.

[使用条款](#) [隐私策略](#) [商标](#) [招聘](#) [法律和隐私声明](#) [危险化学品生产经营许可证](#) [Cookie Cookie 设置](#)

沪ICP备06003546号-2 京公网安备 31011502007476号