

Ambiental

Análisis LC-MS/MS de sustancias perfluoroalquiladas y polifluoroalquiladas (PFAS) en muestras de suelo de acuerdo con el método 1633 de la EPA

Con limpieza de extracción en fase sólida semiautomatizada

Autores

Cynthia sombría¹, Kevin McHale², Toby Astill¹ Thermo Fisher Scientific, San José, California Thermo Fisher Scientific, Somerset, Nueva Jersey

Palabras clave

Método 1633 de la EPA, sustancias perfluoroalquiladas y polifluoroalquiladas, PFAS, contaminantes ambientales, extracción en fase sólida, suelo, AutoTrace 280 PFAS, UHPLC binario Vanquish Flex, espectrómetro de masas de triple cuadrupolo TSQ Altis Plus, Chromeleon CDS

Beneficios de la aplicación

- El espectrómetro de masas Thermo Scientific™ TSQ Altis™ Plus representa el triple cuadrupolo más sensible para pruebas de PFAS específicas en múltiples tipos de matrices.
- El instrumento de extracción en fase sólida (SPE) Thermo Scientific™ Dionex™ AutoTrace™ 280 PFAS es compatible con el método de elución SPE especificado en el método 1633 de la EPA y está libre de contaminación para los 40 analitos PFAS especificados.
- Las plantillas del sistema de datos de cromatografía Thermo Scientific™ Chromeleon™ para el método 1633 de la EPA proporcionan una solución flexible e integral para los requisitos de informes de métodos.

Objetivo

Demostrar la medición de 40 sustancias perfluoroalquilo y polifluoroalquilo (PFAS) en muestras de suelo con precisión y exactitud siguiendo el método 1633 de la EPA en el espectrómetro de masas de triple cuadrupolo TSQ Altis Plus

Introducción

Los flujos de trabajo de PFAS se desarrollan continuamente para cumplir con los requisitos de prueba cambiantes para sustancias perfluoroalquilo y polifluoroalquilo (PFAS) en todo el mundo, impulsados por las crecientes preocupaciones de salud relacionadas con estos químicos persistentes en nuestro medio ambiente.

Las organizaciones están desarrollando y publicando requisitos de prueba para estandarizar la aplicación de las pruebas de PFAS, considerando listas de compuestos ampliadas, varias matrices de muestra y límites de detección más bajos. El método 1633 de la EPA es un ejemplo de un método regulatorio que exige determinar los resultados cuantitativos para 40 compuestos de PFAS. Los laboratorios se enfrentan al desafío de cumplir con estos requisitos y, al mismo tiempo, mejorar el rendimiento de las muestras y mantener la calidad de los datos para satisfacer sus necesidades de productividad. Anteriormente, esto era difícil debido a un enfoque fragmentado entre la preparación de muestras, la detección analítica y el procesamiento de datos. Sin embargo, un método holístico de un único proveedor ofrece una solución de flujo de trabajo integral y sin inconvenientes.

Este trabajo describe ese flujo de trabajo aprovechando el instrumento Dionex AutoTrace 280 PFAS SPE para automatizar la etapa de limpieza de extracción en fase sólida (SPE) de la muestra de suelo que se describe en el Método 1633 de la EPA. El flujo de trabajo utiliza el UHPLC binario Thermo Scientific™ Vanquish Flex™, el espectrómetro de masas de triple cuadrupolo TSQ Altis Plus y el sistema de datos de cromatografía Chromeleon para lograr resultados reproducibles y

Cuantificación precisa de muestras para cumplir con los requisitos reglamentarios tanto para muestras sólidas como acuosas. En este trabajo, se analizará en detalle una descripción general del flujo de trabajo LC-MS/MS para la cuantificación de PFAS en muestras sólidas.

Experimental

Productos químicos y consumibles

En la Tabla 1 se puede encontrar una lista de productos sugeridos. Todos los productos son de Thermo Fisher Scientific a menos que se indique lo contrario. Los solventes utilizados fueron todos de grado UHPLC-MS de Thermo Fisher Scientific (ya que contienen las cantidades más bajas de PFAS).

Preparación de muestras

La arena de Ottawa para el estudio inicial del límite de detección del método (MDL) se horneó a 400 °C durante la noche para garantizar una matriz en blanco. Los utensilios de acero inoxidable para pesar las muestras se homearon de manera similar antes de su uso. Los estándares de PFAS se obtuvieron de Wellington Laboratories (Guelph, ON) y se almacenaron a 4 °C hasta su uso. Las ampollas se transfirieron a viales de polipropileno de 1,5 ml para muestreadores automáticos después de abrirlas para usos posteriores.

Tabla 1. Materiales sugeridos para el método 1633 de la EPA

Artículo	Producto	Número de pieza
Columna de retardo de PFAS	Thermo Scientific™Hipersil ORO™, 4,6 × 50 mm, 1,9 µm	25002-054630
Columna analítica	Thermo Scientific™Aclamación™120 C18, 2,1 × 50 mm, 2,2 µm	068981
Columna de guardia*	Thermo Scientific™Aclamación™120 C18, 2,1 × 10 mm, 5 µm	069689
Kit de columna de protección*	Thermo Scientific™Aclamación™Kit de protección (soporte y acoplador) V-2	069707
Circuito de disolvente fuerte	Circuito de disolvente fuerte	6036.22
Productos químicos de fase móvil	Agua, grado UHPLC-MS, 1 L, Thermo Scientific™	W8-1
	Acetonitrilo, grado UHPLC-MS, 1 L, Thermo Scientific™	A956-1
	Acetato de amonio, grado LC-MS, 50 g, Fisher Chemical™	A114-50
Otros reactivos	Ácido acético, grado LC-MS, ampollas de 1 ml, Fisher Chemical™	A113-10X1AMP
	Metanol, grado UHPLC-MS, 1 L, Thermo Scientific™	A458-1
	Hidróxido de amonio, grado ACS Plus, 500 ml, botella de vidrio, Fisher Chemical™	A669-500
Matriz de referencia de sólidos	Ácido fórmico, grado LC-MS, ampollas de 1 ml, Fisher Chemical™	A117-10X1AMP
	Arena de Ottawa, Fisher Chemical™	S23-3
Tubos de centrifuga	Tubos de centrifuga cónicos de PP de 15 ml	05-539-12
	Tubos de centrifuga cónicos de PP de 50 ml	05-539-13
Jeringas	Jeringas Luer-slip, cilindros de PE, émbolos de PP, 5 ml	S7510-5
Filtros	Filtros de jeringa desechables, 22 mm, 0,2 µm, membrana de nailon	CH4513-NN
Cartuchos SPE	GCB/CERA, 50 mg/200 mg/6 ml	CS0-9214
Dionex AutoTrace 280 Viales de recogida de PFAS	Tubos de cultivo de PP de fondo redondo	187261
Viales para muestreadores automáticos	Thermo Scientific™SeguroSTARTI™polipropileno, 1,5 ml, tapa de rosca, nivel 1	6ESV9-1PP
Tapas del muestreador automático	Tapones de polipropileno, 9 mm, rosca de tornillo	C5000-50

*Para laboratorios que procesan muestras de gran volumen y/o altamente matriciales; no se utiliza para este conjunto de datos

Se pesaron porciones de cinco gramos de arena de Ottawa en tubos de centrífuga de 50 ml. Las muestras se fortificaron con PFAS nativos hasta una concentración que coincidía con el segundo nivel de calibración más bajo. Se añadieron 2,5 ml de agua ultrapura a cada muestra para imitar mejor las muestras del mundo real según la sección 11.3.2 del método 1633 de la EPA. Se añadieron 25 µl de MPFAC-HIF-EIS (solución estándar de extracción) a cada muestra y se mezcló con un vórtice durante 10 segundos para distribuir. A continuación, se dejó que las muestras se equilibraran durante 30 minutos.

Una vez finalizado el período de equilibrio, se añadieron 10 ml de hidróxido de amonio al 0,3 % mediante una pipeta de 10 ml a cada muestra. Las muestras se agitaron a mano para dispersarlas, se sonicaron durante 30 minutos para extraerlas y luego se centrifugaron para sedimentar. El sobrenadante de cada muestra se vertió en un nuevo tubo de centrífuga de 50 ml. Se realizó otra ronda de extracción similar con 15 ml de hidróxido de amonio al 0,3 %. La tercera ronda de extracción se realizó con 5 ml de hidróxido de amonio al 0,3 % y solo se agitó brevemente a mano antes de la centrifugación y la transferencia del sobrenadante.

El sobrenadante resultante de las tres rondas de extracción se evaporó a 1,2 L/min con gas nitrógeno a 55 °C hasta que quedaron 10,5 mL de solución total (8 mL de metanol, 2,5 mL de agua añadida). Durante este proceso, las muestras se mezclaron brevemente después de los primeros 25 minutos, así como cada diez minutos a partir de entonces. Se añadió agua ultrapura a cada muestra hasta un volumen final de 40 mL, con el objetivo de obtener una composición final del disolvente de 20 % de metanol. Se comprobó el pH con papel de pH para que estuviera entre 6,0 y 7,0 y se ajustó según fuera necesario.

Método del instrumento Dionex AutoTrace 280 PFAS

Para preparar el instrumento Dionex AutoTrace 280 PFAS, se colocaron las líneas de muestra en una botella de metanol y se ejecutó el script de "enjuague de la ruta de muestra". El sistema se cargó con soluciones recién preparadas de hidróxido de amonio metanólico al 1 % y ácido fórmico 0,3 M. Luego, se insertaron cartuchos GCB/WAX nuevos y se inició el proceso de acondicionamiento. Se colocaron tubos de cultivo de polipropileno de fondo redondo para recolectar el eluyente.

La configuración y el script para el instrumento AutoTrace 280 PFAS se pueden encontrar en las Tablas A1 y A2, respectivamente.

Para realizar la extracción en fase sólida semiautomática, se colocaron líneas de muestra en los tubos de centrífuga de 50 mL que contenían los extractos de muestra y se inició el script. La primera pausa en el script (paso 5) indicó un punto para verificar que las líneas de muestra estuvieran en los tubos de muestra correspondientes. Durante la segunda y tercera pausa, los tubos de centrífuga se enjuagaron con 5 mL de agua reactiva para realizar enjuagues de botellas. La cuarta pausa se utilizó para agregar 5 mL de solución de ácido fórmico/metanol 1:1 al 0,1 % a cada tubo de centrífuga de muestra. Mientras los cartuchos se secaban brevemente, se agregaron 25 µL de MPFAC-HIF-IS (solución estándar interna) a cada tubo de cultivo de polipropileno. Se agregaron 5 mL de hidróxido de amonio metanólico al 1 % a cada tubo para prepararlo para la elución. Una vez que las muestras se eluyeron en los tubos de cultivo de fondo redondo, se agregaron 25 µL de ácido acético concentrado a cada extracto de muestra. Los extractos se filtraron con una jeringa de polipropileno de 5 ml y un filtro de jeringa de nailon antes del análisis por LC-MS/MS. Los filtros y las jeringas se enjuagaron previamente con 5 ml de metanol para eliminar cualquier posible contaminante PFAS. La figura 1 muestra una breve representación del procedimiento completo desde el pesaje de la muestra hasta el análisis.

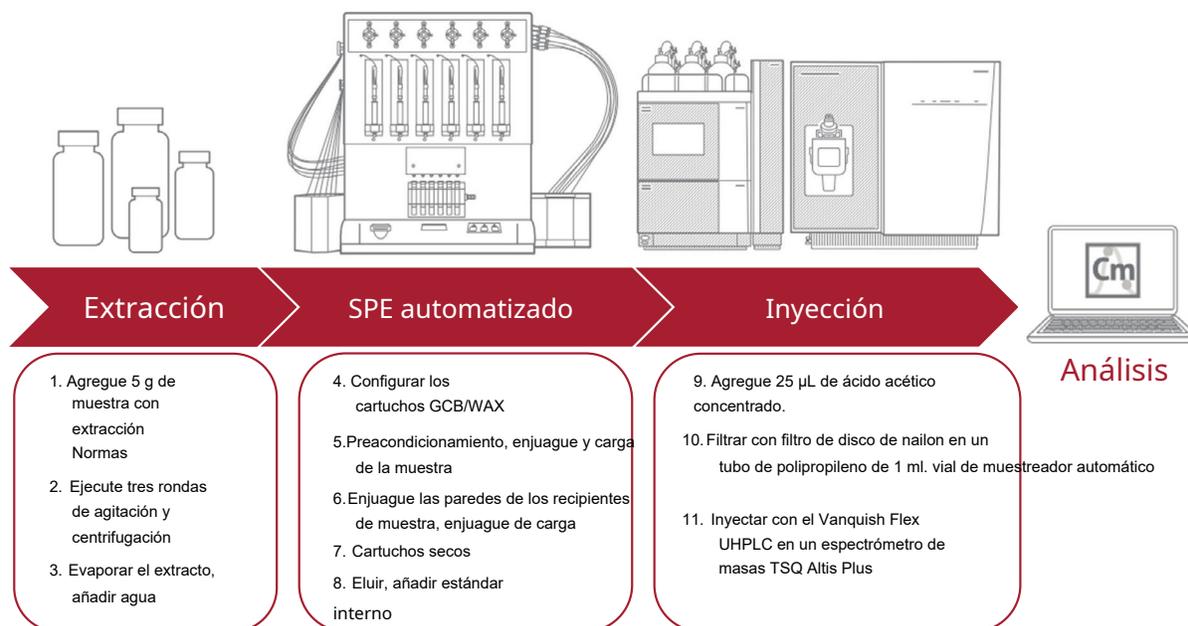


Figura 1. Visualización del procedimiento.

Cromatografía líquida

La configuración del HPLC y los parámetros del método coincidieron con los descritos en una nota de aplicación anterior. Aparte del uso de un Thermo Scientific®Hipersil GOLD™, Columna de retardo de 4,6 × 50 mm, 1,9 µm (N.º de pieza 25002-054630, incluido en el kit de actualización de PFAS), que modificó ligeramente el gradiente y los tiempos de retención. El gradiente actualizado junto con el resto del método de LC se puede encontrar en la Tabla 2.

Tabla 2. Disolventes y aditivos

Parámetro	Valor																		
Columna analítica	Aclamación 120 C18, 2,1 × 50 mm, 2,2 µm (N.º de pieza 068981)																		
Columna de retardo	Hipersil GOLD, 4,6 × 50 mm, 1,9 µm (N.º de pieza 25002-054630)																		
Columna temperatura	40 °C																		
Volumen de inyección	5 µL																		
Muestreador automático temperatura	20 °C																		
Fase móvil	A: H ₂ O + 2% ACN + 2 mM acetato de amonio + 0,1% ácido acético B: ACN + 2% H ₂ O + 2 mM acetato de amonio + 0,1% ácido acético																		
Caudal	0,4 ml/min																		
Gradiente	<table border="1"> <thead> <tr> <th>Tiempo (min)</th> <th>%B</th> </tr> </thead> <tbody> <tr> <td>0.0</td> <td>10</td> </tr> <tr> <td>1.0</td> <td>30</td> </tr> <tr> <td>5.0</td> <td>46</td> </tr> <tr> <td>10.0</td> <td>76</td> </tr> <tr> <td>10.5</td> <td>86</td> </tr> <tr> <td>11.3</td> <td>86</td> </tr> <tr> <td>11.4</td> <td>10</td> </tr> <tr> <td>14.0</td> <td>10</td> </tr> </tbody> </table>	Tiempo (min)	%B	0.0	10	1.0	30	5.0	46	10.0	76	10.5	86	11.3	86	11.4	10	14.0	10
Tiempo (min)	%B																		
0.0	10																		
1.0	30																		
5.0	46																		
10.0	76																		
10.5	86																		
11.3	86																		
11.4	10																		
14.0	10																		

Espectrometría de masas

Los parámetros del espectrómetro de masas utilizados fueron los mismos que los descritos en una nota de aplicación anterior. Aparte de los valores de RF Lens, que son diferentes para el espectrómetro de masas TSQ Altis Plus, la Tabla A3 incluye la tabla SRM completa junto con los nuevos valores de RF Lens para el espectrómetro de masas TSQ Altis Plus.

Análisis de datos

Todos los datos de LC-MS/MS se adquirieron y procesaron utilizando el sistema de datos de cromatografía Chromeleon (CDS), versión 7.2. Se han desarrollado plantillas para permitir que los laboratorios exporten datos para cumplir con los requisitos de informes del método 1633 de la EPA, como %RSE, recuperaciones sustitutivas y MDL, y se incluyen en este flujo de trabajo. La figura 2 muestra un ejemplo de la plantilla de recuperación sustitutiva.

Resultados y discusión

Datos de calibración

Las mismas nueve concentraciones de calibración utilizadas para los experimentos de agua de la nota de aplicación anterior. Se prepararon datos de suelo para este espectrómetro de masas TSQ Altis Plus. Las curvas de calibración para todos los PFAS objetivo se ajustaron utilizando una ponderación de 1/x y no se forzaron a cero. Con base en la revisión de todos los datos de criterios de aceptación, se determinó que ADONA, 4:2 FTS, 8:2 FTS, 5:3 FTCA y 7:3 FTCA se describen mejor mediante una función de calibración cuadrática. El método permite una calibración cuadrática siempre que haya al menos siete niveles de calibración. Todos los demás compuestos se ajustaron mediante una curva de calibración lineal. La mayoría de los ajustes de la curva se pueden describir mediante un %RSE (error estándar relativo) de menos del 10 %, y todos los objetivos de PFAS, incluidos aquellos con ajustes cuadráticos, tienen valores de %RSE inferiores al 20 % (Tabla 3).

Surrogate Recovery Report: M8PFOA							
Sequence Details							
Sequence Name:					Created On:		
Directory:	PFAS_Soil				Created By:	Altis Plus	
Data Vault:	ChromeleonLocal				Updated On:		
No. of Injections:					Updated By:	cynthia.grim	
Calibration Source:							
Injection Name	Analysis_Type	Spike Amount ng/mL MS Quantitation	Rec. Amt. ng/mL MS Quantitation	Recovered % MS Quantitation	Valid Range MS Quantitation	Outside Limit? MS Quantitation	Manually Integrated? MS Quantitation
MDL 2	Minimum Detection Limit (MDL)	2.5	3.00	119.3	70 - 130		
MDL 4	Minimum Detection Limit (MDL)	2.5	2.25	89.3	70 - 130		
MDL 1	Minimum Detection Limit (MDL)	2.4	2.35	96.2	70 - 130		
MDL 5	Minimum Detection Limit (MDL)	2.5	2.14	86.2	70 - 130		
MDL 7	Minimum Detection Limit (MDL)	2.5	2.25	91.0	70 - 130		
MDL 6	Minimum Detection Limit (MDL)	2.5	2.13	85.3	70 - 130		
MDL 3	Minimum Detection Limit (MDL)	2.4	2.20	89.9	70 - 130		
Number of failed tests:						0	
<i>This page is automatically repeated for all surrogates</i>							

Figura 2. Un ejemplo de una página de recuperación sustituta en el editor de plantillas de informes. Estas plantillas se pueden modificar aún más según los requisitos de cada laboratorio.

Tabla 3. Resultados del límite de detección del método inicial

Analito	1 de cal (ng/g)	%RSE	MDL (n=7) (ng/g)	%Exactitud
PFBA	0,20	3%	0,062	95%
PFPeA	0,10	3%	0,016	93%
PFHxA	0,05	3%	0,008	92%
PfhpA	0,05	2%	0,012	94%
PFOA	0,05	5%	0,008	96%
PFNA	0,05	2%	0,007	89%
PFDDPA	0,05	3%	0,007	88%
PFUdA	0,05	3%	0,007	88%
PFDOA	0,05	10%	0,013	88%
PFTTrDA	0,05	6%	0,011	73%
PFTTedA	0,05	11%	0,009	85%
PFBS	0,05	3%	0,012	83%
PFPes	0,05	6%	0,011	95%
PFHxS	0,05	4%	0,013	89%
PfHPS	0,05	5%	0,011	79%
PFOS	0,05	7%	0,034	110%
PFNS	0,05	7%	0,020	104%
PFDS	0,05	3%	0,014	76%
PFDoS	0,05	5%	0,013	80%
4:2 FTS*	0,20	2%	0,046	85%

(*) Denota calibración cuadrática

Los datos de límites de detección de métodos

Los límites de detección del método informados muestran una excelente precisión cuantitativa, ya que todos los compuestos PFAS nativos, excepto cinco, se encuentran dentro del 20 % de la concentración teórica enriquecida. Además, dieciocho compuestos mostraron una precisión dentro del 10 % de la concentración teórica enriquecida. Todos los resultados de MDL para analitos PFAS nativos se enumeran en la Tabla 3.

Analito	1 de cal (ng/g)	%RSE	MDL (n=7) (ng/g)	%Exactitud
6:2 FTS	0,20	18%	0,038	89%
8:2 FTS*	0,20	3%	0,036	91%
PFOSA	0,05	2%	0,015	97%
N-MeFOSA	0,05	6%	0,024	102%
N-EtFOSA	0,05	6%	0,019	100%
N-MeFOSAA	0,05	9%	0,023	84%
N-EtFOSAA	0,05	11%	0,019	98%
N-MeFOSA	0,50	6%	0,116	87%
N-EtFOSE	0,50	4%	0,098	91%
HFPO-DA	0,10	3%	0,024	81%
ADONA*	0,10	3%	0,037	82%
PFMPA	0,10	19,7%	0,022	117%
PFMBA	0,10	4%	0,014	95%
NFDHA	0,10	4%	0,024	98%
9Cl-PF3ONS	0,10	15%	0,044	82%
11Cl-PF3OUdS	0,10	17%	0,050	90%
PFEESA	0,10	4%	0,013	71%
3:3 LCCA	0,25	10%	0,086	96%
5:3 LCCA*	1,25	5%	0,227	74%
7:3 LCCA*	1,25	6%	0,236	86%

Las recuperaciones estándar internas extraídas promedio para las muestras del límite de detección del método para cada compuesto estuvieron dentro de los criterios de aceptación del método que se encuentran en la Tabla 8 del Método EPA. Esta información se visualiza en las Figuras 3 y 4.

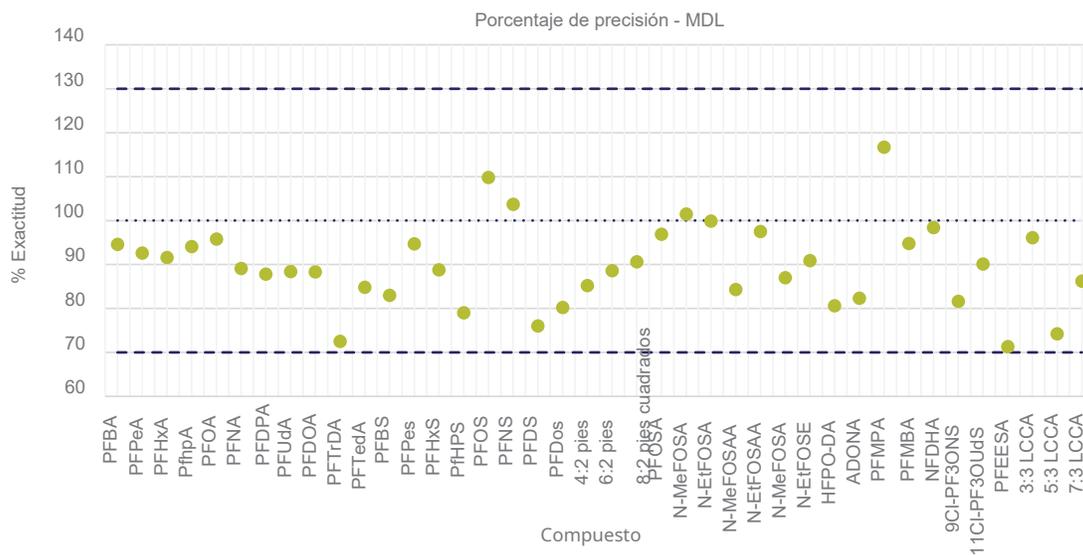


Figura 3. Porcentaje de precisión de los analitos PFAS nativos calculados a partir del conjunto de muestras MDL (n = 7). Las líneas discontinuas delimitadoras marcan una precisión de $\pm 30\%$, mientras que los puntos representan el porcentaje de precisión medio de cada analito nativo.

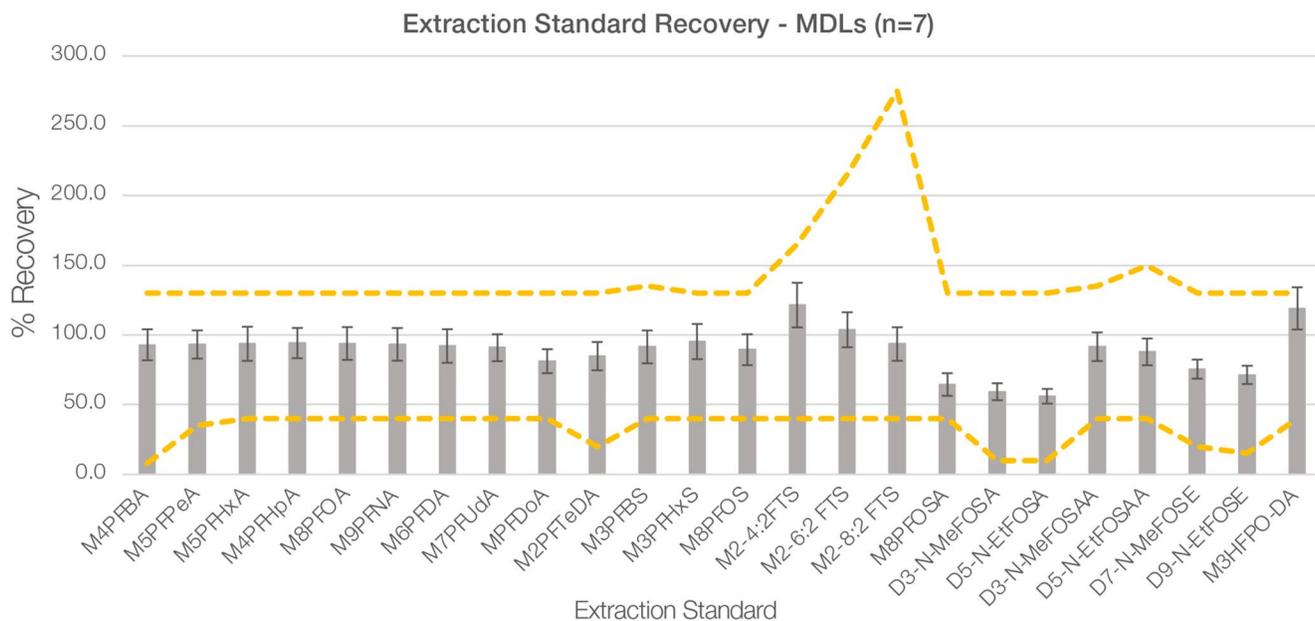


Figura 4. Porcentaje promedio de recuperaciones sustitutivas de PFAS tomadas del conjunto de muestra MDL (n = 7). Las líneas discontinuas delimitadoras marcan los límites de aceptación de recuperación sustituta que se encuentran en la Tabla 8 del Método 1633 de la EPA. Las barras grises representan la recuperación del estándar interno extraído para las muestras MDL; las barras de error significan ± 1 desviación estándar.

Conclusiones

El flujo de trabajo presentado demuestra una excelente precisión y exactitud para el análisis de PFAS en muestras de suelo cuando se aplica el instrumento Dionex AutoTrace 280 PFAS a la limpieza de extractos de suelo de acuerdo con el Método 1633 de la EPA.

- El flujo de trabajo completo en esta nota de aplicación con reactivos, consumibles y procedimientos enumerados garantiza que la contaminación por PFAS en los blancos de métodos de laboratorio cumpla con los criterios del método.
- Los scripts específicos del instrumento Dionex AutoTrace 280 PFAS para la limpieza de extractos están listos para implementarse en cualquier laboratorio analítico.
- El instrumento Dionex AutoTrace 280 PFAS, cuando se combina con el UHPLC Vanquish Flex y el espectrómetro de masas TSQ Altis Plus, aumentará la productividad en el laboratorio al evitar potencialmente errores costosos al utilizar colectores de vacío estándar que requieren la atención constante del operador y el riesgo de poca precisión y exactitud, lo que a menudo resulta en la reextracción de muestras.

Expresiones de gratitud

Agradecemos a nuestros colegas de Thermo Fisher Scientific, Rahmat Ullah y Gopal Bera, por su ayuda en el desarrollo y la programación del script del instrumento Dionex AutoTrace 280 PFAS.

Referencias

1. Método 1633 de la EPA de EE. UU., 4.º, Análisis de sustancias perfluoroalquiladas y polifluoroalquiladas (PFAS) en muestras acuosas, sólidas, biosólidas y de tejidos mediante LC-MS/MS, enero de 2024. <https://www.epa.gov/system/files/documents/2024-01/method-1633-final-for-webposting.pdf>
2. Nota de aplicación 002348 de Thermo Fisher Scientific: Cuantificación de sustancias perfluoroalquiladas y polifluoroalquiladas (PFAS) en muestras acuosas mediante LC-MS/MS siguiendo el Borrador del Método 1633 de la EPA. <https://assets.thermofisher.com/TFS-Assets/CMD/Application-Notes/an-002348-lsms-pfas-epa-method-1633-an002348-na-en.pdf>

Apéndice

Tabla A1. Configuración del instrumento Dionex AutoTrace 280 PFAS

Tasas de flujo Flujo de cond.	
15,0 ml/min	
Flujo de carga	5,0 ml/min
Flujo de enjuague	20,0 ml/min
Flujo de elución	5,0 ml/min
Empuje de aire acondicionado	15,0 ml/min
Impulsión del aire de enjuague	20,0 ml/min
Eluir el empuje del aire	5,0 ml/min
Parámetros SPE	
Retraso de empuje	5 segundos
Factor aire	1.0
Volumen de lavado automático	1,0 ml
Parámetros del instrumento	
Volumen máximo de elución	12,0 ml
Ventilador de escape encendido	Si
Beeper activado	Si
Solvente	
Disolvente 1	1% NH ₄ OH metanólico ₄
Disolvente 2	Ácido fórmico 0,3 M

Tabla A2. Método del instrumento Dionex AutoTrace 280 PFAS para muestras de suelo según el método 1633 de la EPA

#	Paso
1	Procese cuatro muestras utilizando los siguientes pasos del método:
2	Acondicione el cartucho con 10,0 ml de NH ₄ OH metanólico al 1 % en los residuos de disolvente.
3	Acondicione el cartucho con 5,0 ml de NH ₄ OH metanólico al 1 % en los residuos de disolvente.
4	Acondicione el cartucho con 5,0 ml de ácido fórmico 0,3 M en los residuos de disolvente.
5	Pausar y alertar al operador, reanudar cuando se presiona continuar
6	Cargue 50,0 ml de muestra en el cartucho
7	Pausar y alertar al operador, reanudar cuando se presiona continuar
8	Cargue 15,0 ml de muestra en el cartucho.
9	Pausar y alertar al operador, reanudar cuando se presiona continuar
10	Cargue 15,0 ml de muestra en el cartucho.
11	Pausar y alertar al operador, reanudar cuando se presiona continuar
12	Cargue 15,0 ml de muestra en el cartucho.
13	Secar el cartucho con gas durante 0,4 min.
14	Pausar y alertar al operador, reanudar cuando se presiona continuar
15	Enjuague manualmente el recipiente de muestra con 20,0 ml para recolectar
16	Fin

Tenga en cuenta 10 ml de volumen muerto a lo largo de la trayectoria de la muestra (pasos 6 a 15)

Tabla A3 (parte 1). SRM cronometrado en el espectrómetro de masas TSQ Altis Plus

Compuesto	Tiempo de retención (minuto)	Ventana RT (minuto)	Precursor (m/z)	Producto (m/z)	Energía de colisión (V)	Lente RF (V)	Tiempo mínimo de permanencia (EM)
PFBA	2.1	1.5	213	169	9	30	77,9
M3PFBA	2.1	1.5	216	172	9	30	77,9
MPFBA	2.1	1.5	217	172	9	30	77,9
PFMPA	3.1	0,8	229	85	10,5	31	64,8
PFMPA	3.1	0,8	229	185	7	31	64,8
PFPeA	3.6	0,8	263	219	8,5	33	18,3
M5PFPeA	3.6	0,8	268	223	8,5	33	18,3
PFMBA	3.7	0,8	279	85	10,5	38	18,3
PFMBA	3.7	0,8	279	235	7,5	38	18,3
4:2FTS	4	0,8	327	81	28	100	16,5
4:2FTS	4	0,8	327	307	20	100	16,5
M2-4:2FTS	4	0,8	329	81	28	100	16,5
M2-4:2FTS	4	0,8	329	309	20	100	16,5
NFDHA	4.1	0,8	295	85	22	33	16,5
NFDHA	4.1	0,8	295	201	8	33	16,5
PFHxA	4.2	0,8	313	119	19	36	16,5
PFHxA	4.2	0,8	313	269	9	36	16,5
MPFHxA	4.2	0,8	315	119	19	36	16,5
MPFHxA	4.2	0,8	315	270	9	36	16,5
M5PFHxA	4.2	0,8	318	120	19	36	16,5
M5PFHxA	4.2	0,8	318	273	9	36	16,5
PFBS	4.3	0,8	298,9	80	32	111	16,5
PFBS	4.3	0,8	298,9	99	29	111	16,5
M3PFBS	4.3	0,8	302	80	32	111	16,5
M3PFBS	4.3	0,8	302	99	29	111	16,5
HFPO-DA_CO2	4.5	0,8	285	169	7	25	16,5
HFPO-DA_CO2	4.5	0,8	285	185	17	25	16,5
13C3-HFPO-DA	4.5	0,8	287	169	7	35	16,5
13C3-HFPO-DA	4.5	0,8	287	185	17	35	16,5
PFEESA	4.7	0,8	314,9	83	19	60	16,5
PFEESA	4.7	0,8	314,9	135	22	60	16,5
PFHpA	5	0,8	363	169	17	41	19,3
PFHpA	5	0,8	363	319	9,5	41	19,3
M4PFHpA	5	0,8	367	322	9,5	41	19,3
3:3 LCCA	5.2	0,8	241	117	32	35	19,3
3:3 LCCA	5.2	0,8	241	177	7	35	19,3
PFPes	5.2	0,8	348,9	80	35	120	19,3
PFPes	5.2	0,8	348,9	99	32	120	19,3
ADONA	5.3	0,8	377	85	22	46	19,3
ADONA	5.3	0,8	377	251	10	46	19,3
PFHxS	6.1	2	398,9	80	38	124	19,3
PFHxS	6.1	2	398,9	99	34	124	19,3
PFOA	5,85	1.5	413	169	17	46	19,3
PFOA	5,85	1.5	413	369	10	46	19,3

Continúa en la página siguiente

Tabla A3 (parte 2). SRM cronometrado en el espectrómetro de masas TSQ Altis Plus

Compuesto	Tiempo de retención (minuto)	Ventana RT (minuto)	Precursor (m/z)	Producto (m/z)	Energía de colisión (V)	Lente RF (V)	Tiempo mínimo de permanencia (EM)
M4PFOA	5,85	1.5	417	172	17	46	19.3
M8PFOA	5,85	1.5	421	376	10	46	19.3
6:2 pies	5.5	0,8	427	81	30	123	19.3
6:2 pies	5.5	0,8	427	407	22.5	123	19.3
M2-6: 2 pies	5.5	0,8	429	81	30	123	19.3
M2-6: 2 pies	5.5	0,8	429	409	22.5	123	19.3
M3PFHxS	6.1	0,8	402	80	38	124	28.8
M3PFHxS	6.1	0,8	402	99	34	124	28.8
MPFHxS	6.1	0,8	403	84	38	124	28.8
PFNA	6.7	0,8	463	219	17	50	26.8
PFNA	6.7	0,8	463	419	10.5	50	26.8
MPFNA	6.7	0,8	468	423	10.5	50	26.8
M9PFNA	6.7	0,8	472	427	10.5	50	26.8
PfHPS	7.2	0,8	448,9	80	40	129	20.4
PfHPS	7.2	0,8	448,9	99	37	129	20.4
PFOS	7.9	2	498,9	80	46	132	18.2
PFOS	7.9	2	498,9	99	40	132	18.2
8:2 pies	7.3	0,8	527	81	33	137	20.4
8:2 pies	7.3	0,8	527	507	26	137	20.4
M2-8: 2 pies	7.3	0,8	529	81	33	137	20.4
M2-8: 2 pies	7.3	0,8	529	509	26	137	20.4
5:3 LCCA	7.7	0,8	341	217	25	42	20.4
5:3 LCCA	7.7	0,8	341	237	13	42	20.4
PFDPA	7.7	0,8	513	269	17	54	20.4
PFDPA	7.7	0,8	513	469	11	54	20.4
MPFDA	7.7	0,8	515	470	11	54	20.4
M6PFDA	7.7	0,8	519	474	11	54	20.4
MPFOS	7.9	0,8	503	80	46	132	20.4
MPFOS	7.9	0,8	503	99	40	132	20.4
M8PFOS	7.9	0,8	507	80	46	132	20.4
M8PFOS	7.9	0,8	507	99	40	132	20.4
N-MeFOSAA	9	2	570	419	18	93	18.2
N-MeFOSAA	9	2	570	483	16	93	18.2
N-MeFOSAA	9	2	570	512	19	93	18.2
d3-N-MeFOSAA	9	2	573	419	18	93	18.2
PFUdA	8.5	0,8	563	269	18	58	18.2
PFUdA	8.5	0,8	563	519	11	58	18.2
M7PFUdA	8.5	0,8	570	525	11	58	18.2
9CI-PF3ONS	8.6	0,8	530.9	350.9	25	130	18.2
9CI-PF3ONS_37CI	8.6	0,8	532.9	352.9	25	130	18.2
PFNS	8.9	0,8	548,9	80	49	144	18.2
PFNS	8.9	0,8	548,9	99	43	144	18.2
N-EtFOSAA	9.7	2	584	419	20	94	18.2
N-EtFOSAA	9.7	2	584	483	18	94	18.2

Continúa en la página siguiente

Tabla A3 (parte 3). SRM cronometrado en el espectrómetro de masas TSQ Altis Plus

Compuesto	Tiempo de retención (minuto)	Ventana RT (minuto)	Precursor (m/z)	Producto (m/z)	Energía de colisión (V)	Lente RF (V)	Tiempo mínimo de permanencia (EM)
N-EtFOSAA	9.7	2	584	526	20	94	18.2
d5-N-EtFOSAA	9.7	2	589	419	20	94	18.2
PFDOA	9.2	0,8	612.9	169	25	62	18.2
PFDOA	9.2	0,8	612.9	569	11.5	62	18.2
MPFDoA	9.2	0,8	615	570	10.5	62	18.2
7:3 LCCA	9.5	0,8	441	317	20	46	18.2
7:3 LCCA	9.5	0,8	441	337	11	46	18.2
PFDS	9.5	0,8	598,9	80	50	160	18.2
PFDS	9.5	0,8	598,9	99	46	160	18.2
PFTTrDA	9.8	0,8	662.9	169	26	66	18.2
PFTTrDA	9.8	0,8	662.9	618,96	12	66	18.2
11Cl-PF3OUdS	10	0,8	630.9	450,94	27	140	18.2
11Cl-PF3OUdS_37Cl	10	0,8	632.9	452,94	27	140	18.2
FOSA	10.1	0,8	497,9	78	30	132	18.2
FOSA	10.1	0,8	497,9	169	27	132	18.2
FOSA	10.1	0,8	497,9	478	23	132	18.2
M8FOSA	10.1	0,8	506	78	30	132	18.2
NMeFOSE	11	2	616	59	16	65	20.3
d7-NMeFOS	11	2	623	59	16	65	20.3
PFTedA	10.5	0,8	712.9	169	28	71	20.3
PFTedA	10.5	0,8	712.9	668,96	12.5	71	20.3
M2PFTeDA	10.5	0,8	715	670	12.5	71	20.3
NMeFOSA	11.2	2	512	169	26	130	20.3
NMeFOSA	11.2	2	512	219	24	130	20.3
d3-NMeFOSA	11.2	2	515	219	24	130	20.3
NETFOSE	11.5	2	630	59	16	68	23.1
d9-NETFOSE	11.5	2	639	59	16	68	23.1
PFDos	10.9	0,8	698.9	80	53	190	23.1
PFDos	10.9	0,8	698.9	99	48	190	23.1
NETFOSA	11.7	2	526	169	26	138	24.7
NETFOSA	11.7	2	526	219	23	138	24.7
d5-NEtFOSA	11.7	2	531	219	23	138	24.7

Obtenga más información en thermofisher.com/pruebas-pfas

Equipo general de laboratorio, no apto para procedimientos de diagnóstico. © 2024 Thermo Fisher Scientific Inc. Todos los derechos reservados. Todas las marcas comerciales son propiedad de Thermo Fisher Scientific y sus subsidiarias a menos que se especifique lo contrario. Esta información se presenta como un ejemplo de las capacidades de los productos Thermo Fisher Scientific. No tiene como objetivo fomentar el uso de estos productos de ninguna manera que pueda infringir los derechos de propiedad intelectual de terceros. Las especificaciones, los términos y los precios están sujetos a cambios.

No todos los productos están disponibles en todos los países. Consulte a su representante de ventas local para obtener más información. AN00771-ES 0224S