

应用纪要

根据EPA方法533利用Oasis WAX从饮用水中萃取全氟烷基和多氟烷基化合物(PFAS)

Kari L. Organtini, Beatriz Renner, Mary E. Lame, Keil Brinster, Kenneth J. Rosnack

Waters Corporation



这是一份应用简报，不包含详细的实验部分。

摘要

本应用简报展示了以PFAS分析专用Waters Oasis WAX小柱作为EPA方法533中所述方法的等效SPE色谱柱，从饮用水样品中萃取PFAS。

优势

展示了根据EPA方法533使用Oasis WAX小柱从饮用水中萃取PFAS。

简介

目前，美国许多水质检测实验室都在使用EPA 537.1方法分析饮用水中的全氟烷基和多氟烷基化合物(PFAS)。2019年，EPA发布了该方法的姊妹篇EPA 533，用于饮用水分析。这种新方法纳入了短链和新型PFAS化合物，将饮用水中的目标分析物扩展至25种。为高效且准确地回收这一扩展列表中的PFAS，EPA 533方法还更新了所需的固相萃取(SPE)色谱柱和萃取方案。指定的小柱必须包含500 mg pKa > 8的混合模式聚合物吸附剂，确保在萃取过程中始终带正电荷。

Oasis WAX小柱（包含pKa约为10的混合模式吸附剂，部件号：186009568）直接等效于EPA方法533中规定的色谱柱，并满足所有必要的分析要求。

结果与讨论

本文按照EPA方法533的要求对饮用水中的25种PFAS进行了评估。样品萃取前的采集和保存步骤均遵循EPA方法533中的要求。使用6 cc, 500 mg Oasis WAX SPE小柱进行固相萃取。用PFAS方法包（部件号：176004549）调节ACQUITY UPLC I-Class PLUS系统（配备流通针），然后与Xevo TQ-S micro串联四极杆质谱仪联用，对方法中指定的25种PFAS化合物进行分析。LC和MS方法条件（包括多重反应监测(MRM)通道）可参见之前的研究（沃特世公司应用纪要，720006471ZH）。

EPA方法533的质量控制标准之一是必须证明重复萃取的准确度，即平均回收率在70~130%的范围内。图1展示了化合物浓度为2 ng/L和12 ng/L时，所有25种PFAS的平均回收率。使用Oasis WAX小柱和EPA方法533中所述的样品前处理和萃取方法，回收率可轻松符合要求。

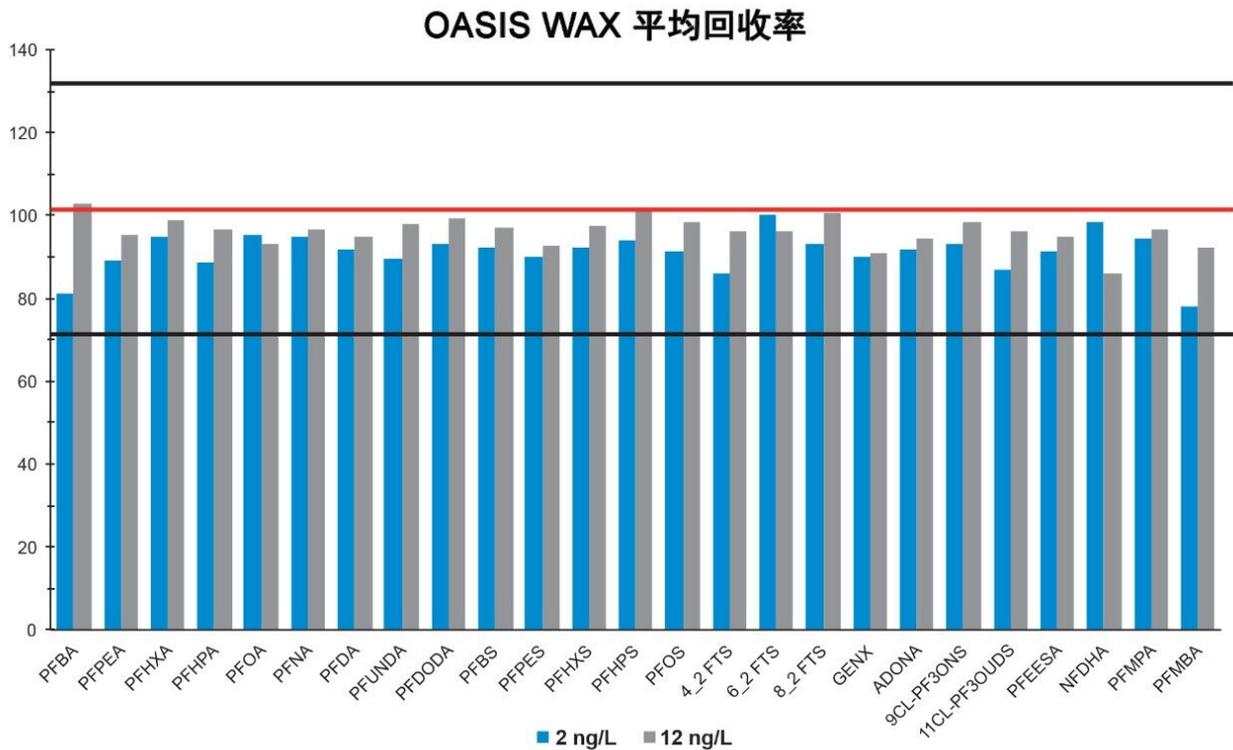


图1.使用Oasis WAX小柱和EPA 533方法萃取样品后，饮用水中的PFAS回收率。所有化合物的回收率均处于方法回收率指南要求的70~130%范围内。

除准确度以外，还必须证明饮用水萃取的精密度。精密度以重复样品萃取所得到的相对标准偏差百分比(% RSD)值来衡量。EPA 533要求所有%RSD必须小于20%。图2展示了四次重复萃取加标浓度为2 ng/L和12 ng/L的饮用水时，每种化合物的%RSD。除12 ng/L加标浓度重复测定中的6:2 FTS外，所有PFAS的%RSD值均远低于要求值20%。实际上，大多数RSD均为5%或更低，表明方法非常稳定耐用。6:2 FTS的%RSD较高，是因为在常用实验室设备和备件中，该化合物是众所周知的污染物。

饮用水中的%RSD (n=4)

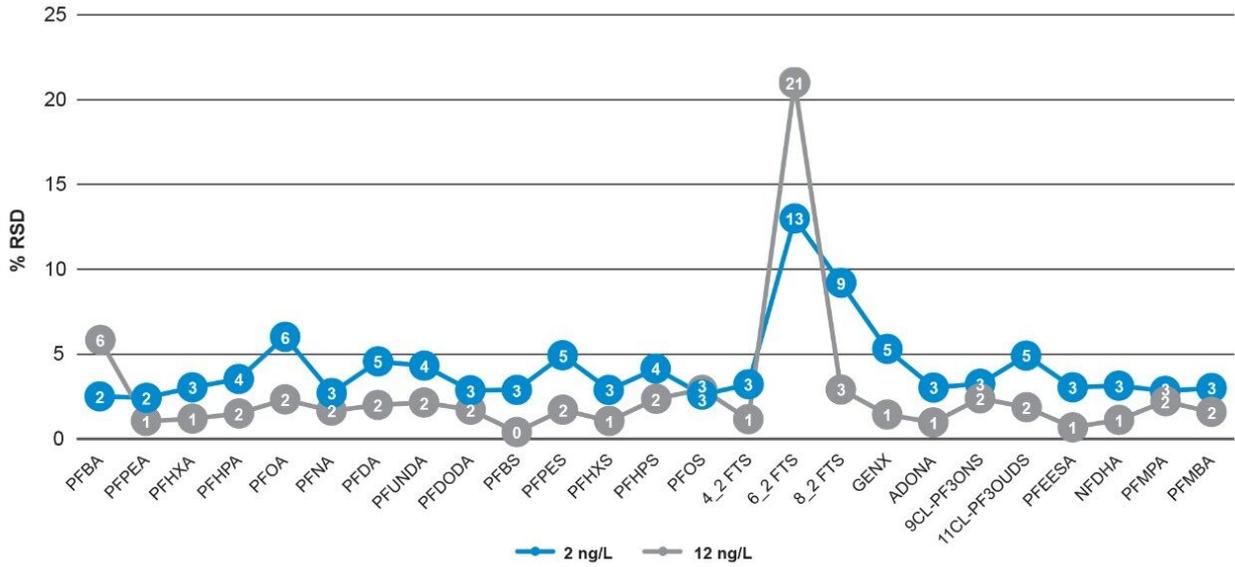


图2.分别以2 ng/L和12 ng/L PFAS加标饮用水，然后用Oasis WAX小柱进行SPE萃取，经过四次重复测定得到的回收率%RSD值。

使用Oasis WAX小柱评估该方法的定量性能后，利用饮用水样品对完整的EPA 533方法进行评估（重复分析三次），测定样品中所含PFAS的浓度。该方法提供了25种目标PFAS，在饮用水样品中检出了其中9种，平均浓度为0.48~5.28 ng/L（图3）。PFHpA、PFHxS、PFOS和PFMBA的检出浓度低于1 ng/L。PFBA、PFPeA、PFHxA、PFOA和PFBS的检出浓度高于1 ng/L。饮用水样品中，25种目标PFAS的总浓度为19.6 ng/L，低于目前EPA的建议限值70 ng/L。

化合物	饮用水 (ng/L)
PFBA	4.60
PFPeA	2.24
PFHxA	1.92
PFHpA	0.68
PFOA	5.28
PFNA	ND
PFDA	ND
PFUnDA	ND
PFDoDA	ND
PFBS	2.92
PFPeS	ND
PFHxS	0.60
PFHpS	ND
PFOS	0.92
4:2 FTS	ND
6:2 FTS	ND
8:2 FTS	ND
GenX	ND
ADONA	ND
9ClPF3ONS	ND
11ClPF3OUdS	ND
PFEESA	ND
NFDHA	ND
PFMPA	ND
PFMBA	0.48

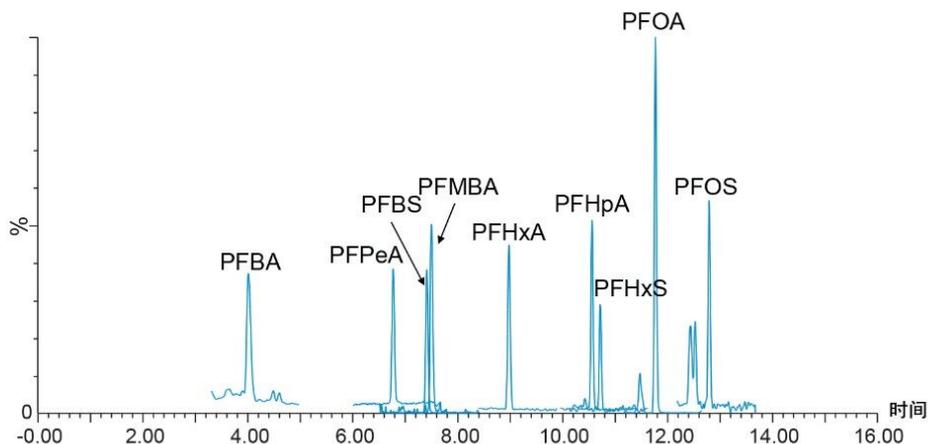


图3. 饮用水中检出的PFAS。系统：经PFAS方法包调节的ACQUITY UPLC I-Class PLUS，与Xevo TQ-S micro质谱仪联用。色谱柱：ACQUITY BEH C₁₈色谱柱(2.1 × 100 mm, 1.7 μm)，柱温35°C。流动相A：含2 mM醋酸铵的95:5水:甲醇。流动相B：含2 mM醋酸铵的甲醇。流速：0~14 min时为0.3 mL/min，14~17 min时为0.4 mL/min，17~22 min时为0.3 mL/min。梯度：初始为100% A，在1 min内逐渐降至80% A，在5 min内逐渐降至55% A，在7 min内逐渐降至为20% A，在1 min内逐渐降至5% A，保持3 min，在1 min内重新增至100% A，保持4 min（总运行时间为22 min）。

结论

Oasis WAX小柱与EPA 533方法规定的色谱柱在化学组成和所需性能方面相当。研究确定，准确度（以回收率百分比表示）处于要求的范围内。2 ng/L样品的回收率介于80~100%之间，12 ng/L样品的回收率在90~103%的范围内。精密度（以重复萃取所得的%RSD来衡量）也处于要求的范围内，除众所周知的实验室污染物(6:2 FTS)外，所有其他分析物的RSD均低于10%。使用Oasis WAX小柱进行饮用水分析时，在样品中检出9种PFAS，浓度范围为0.5~5.3 ng/L。总体而言，使用Oasis WAX小柱进行样品前处理，并结合ACQUITY UPLC I-Class PLUS系统与Xevo TQ-S micro质谱仪，提供了一种系统解决方案，可满足甚至超越EPA方法533中规定的法规要求。

特色产品

ACQUITY UPLC I-Class PLUS系统 <<https://www.waters.com/134613317>>

Xevo TQ-S micro三重四极杆质谱仪 <<https://www.waters.com/134798856>>

720006808ZH, 2020年3月

©2019 Waters Corporation. All Rights Reserved.