

PFAS に係る第一種飲料水規則に対処するためのサンプル前処理および分析ワークフロー

Kari L. Organtini, Kenneth J. Rosnack, Oliver Burt

Waters Corporation

本書はアプリケーションブリーフであり、詳細な実験方法のセクションは含まれていません。

要約

新しく発表された PFAS に係る第一種飲料水規則により、米国で初めて、飲料水中の 6 種類の PFAS 化合物の法的強制力のある濃度レベルが設定されました。個々の化合物の規制レベルは、4 ~ 10 ng/L（または ppt）の範囲です。サンプル前処理からサンプル分析まで対応する Waters™ PFAS ソリューションは、新しい PFAS 規制の実施を容易にし、規制対象の最大汚染レベル 4 ng/L をはるかに下回るレベルに正確に到達できるようにするために提供されています。

アプリケーションのメリット

- Xevo™ TQ-S micro 質量分析計は、EPA 537.1 および EPA 533 メソッドに従う場合、新しい PFAS に係る第一種飲料水規則に適合するのに十分以上の感度を有することが実証済み
- Sep-Pak™ PS2 および PFAS SPE カートリッジ用 Oasis™ WAX はいずれも、飲料水に含まれる規制対象の 6 種の PFAS について優れた回収率を提供
- サンプル前処理および分析にウォーターズのソリューションを使用した完全なワークフローを用いることで、新しい PFAS 飲料水規制に準拠するための正確で信頼性の高い検査を実現

はじめに

米国環境保護庁（EPA）は、2024年4月10日に最初の法的強制力のある飲料水中PFASレベルを最終決定しました¹。PFASに係る第一種飲料水規則（NPDWR）により、公共水供給における6種類のPFASの最大汚染レベル（MCL）が規制されます。規制対象PFASのリストには、PFOA、PFNA、PFBS、PFHxS、PFOS、HFPO-DA（一般的にGenXと呼ばれる）が含まれています。個別のMCL値は、PFOAとPFOSについて4ppt、PFNA、PFHxS、HFPO-DAについて10pptと定められています。さらに、PFBS、PFNA、PFHxS、HFPO-DAが飲料水サンプル中に2種類以上の混合物として存在する場合、この混合物が相加的に健康に及ぼす影響を表すハザード指数も計算し、報告する必要があります。この規制の実施下では、ハザード指数は1を超えることができません。

2027年までに、すべての公共水システムで、これら6種類のPFAS化合物のルーチンモニタリングを実施することが求められています。2024年～2027年の初期モニタリング期間の、年4回または年2回（そのシステムによって水供給を受ける顧客数による）ごとのモニタリングの結果により、2027年以降に必要なモニタリングの頻度が決定されます。現在、PFASに関する飲料水検査には、EPA 537.1およびEPA 533という2つのEPAメソッドが使用できます。これらの分析法のいずれでも、新しく規制対象になった6種類のPFASがカバーされます。サンプル前処理からサンプル分析まで対応するWaters PFASソリューションにより、この新しいPFAS規制の実施が容易になることが示されています。

実験方法

分析法情報

すべてのサンプルは、EPA 537.1およびEPA 533に記載されているプロトコルに従って採取および前処理しました^{2,3}。スパイク済みサンプルには、感度と回収率を最適化するために、最小限のレベルのPFAS汚染を含むように、以前に試験して最小レベルのPFAS汚染しか含まれないことが確認された試薬水を使用しました。最終飲料水サンプルは現地で採取しました。EPA 537.1の場合、Sep-Pak PS2 SPEカートリッジ（製品番号：[WAT200610](#) <<https://www.waters.com/nextgen/global/shop/sample-preparation--filtration/wat200610-sep-pak-ps2-6-cc-cartridge-500-mg-sorbent-per-cartridge-80--m-30.html>>）を使用し、EPA 533の場合、PFAS用Oasis WAX SPEカートリッジ、500 mg、30 μm（製品番号：[186009568](#) <<https://www.waters.com/nextgen/global/shop/sample-preparation--filtration/186009568-oasis-wax-for-pfas-analysis-6-cc-vac-cartridge-500mg-sorbent-per.html>>）を使用しました。

PFAS分析キットが取り付けられ、Xevo TQ-S micro 質量分析計に接続されたACQUITY™ UPLC™ I-Class PLUS FTNで分析を行いました。

結果および考察

NPDWR PFAS 規則で要求されている ppt または ng/L レベルの測定値を実現するには、十分高い感度を持つ質量分析計が必要になります。水質を継続的にモニターするためには、規制レベルを簡単に検出および定量できる必要があるだけでなく、規制濃度を十分下回るレベルを検出および定量できることが必要です。固相抽出（SPE）を使用したサンプル前処理によるサンプル濃縮効果により、分析法の感度がさらに向上します。EPA 537.1 メソッドおよび EPA 533 メソッドのサンプル前処理および分析ではいずれも、250 mL の飲料水サンプルを最終サンプル抽出液量 1.0 mL に濃縮することで、250 倍のサンプル濃縮が得られます。Xevo TQ-S micro 質量分析計を、このサンプル前処理と組み合わせることで、優れた感度が発揮され、6 種類の規制対象 PFAS を ppq レベルまで確実かつ正確に検出することができます。図 1 に、メソッドブランク、低濃度キャリブレーションスタンダード（0.2 ng/L）、サンプル抽出物（0.5 ng/L）、サンプル抽出物（4 ng/L）中の 6 種類の規制対象 PFAS の定量イオンの重ね描きを示しています（報告濃度はサンプルと同等の濃度）。図 1 からわかるように、メソッドブランクには汚染はほぼ見られませんでした。また、ピークは 20 を超える SN 比で容易に検出でき、各濃度でのピークが容易に波形解析できました。

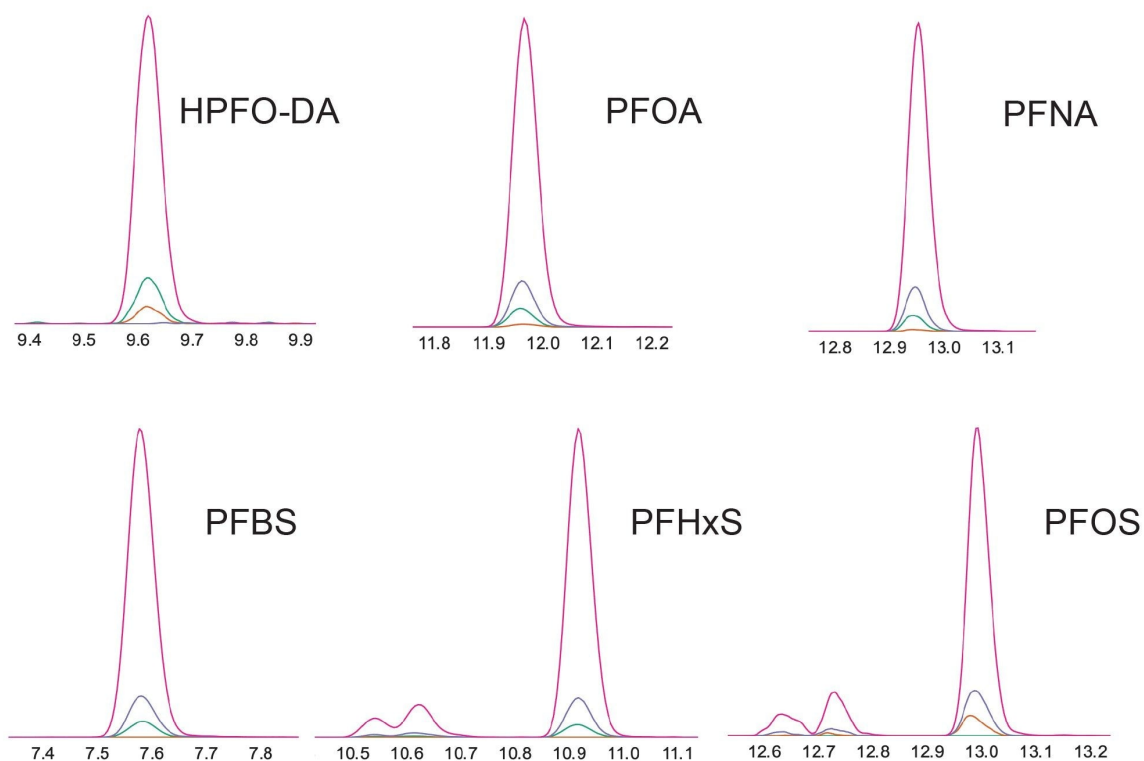


図1. 規制対象の各 PFAS のクロマトグラムを重ね描き。メソッドブランク、0.2 ng/L の標準試料、0.5 ng/L のサンプル抽出物、4 ng/L のサンプル抽出物を示しています。

サンプル前処理メソッドの性能も、ルーチンモニタリングで正確かつ信頼性の高い飲料水の結果を得るために重要です。2種類のEPA飲料水メソッド(537.1および533)では異なるSPEカートリッジおよびプロトコルを使用するため、両方のメソッドで得られた回収率を図2に示します。図2に報告している回収率は、規制レベル(4 ng/L)になるようにスパイクした試薬水からの回収率です。Sep-Pak PS2カートリッジでのEPA 537.1の平均回収率は107%(範囲103~115%)で、PFAS用Oasis WAXカートリッジでのEPA 533の平均回収率は93%(範囲90~95%)でした。いずれのSPEカートリッジも、それぞれのEPA飲料水メソッドの要件の範囲内の性能を容易に発揮しています。

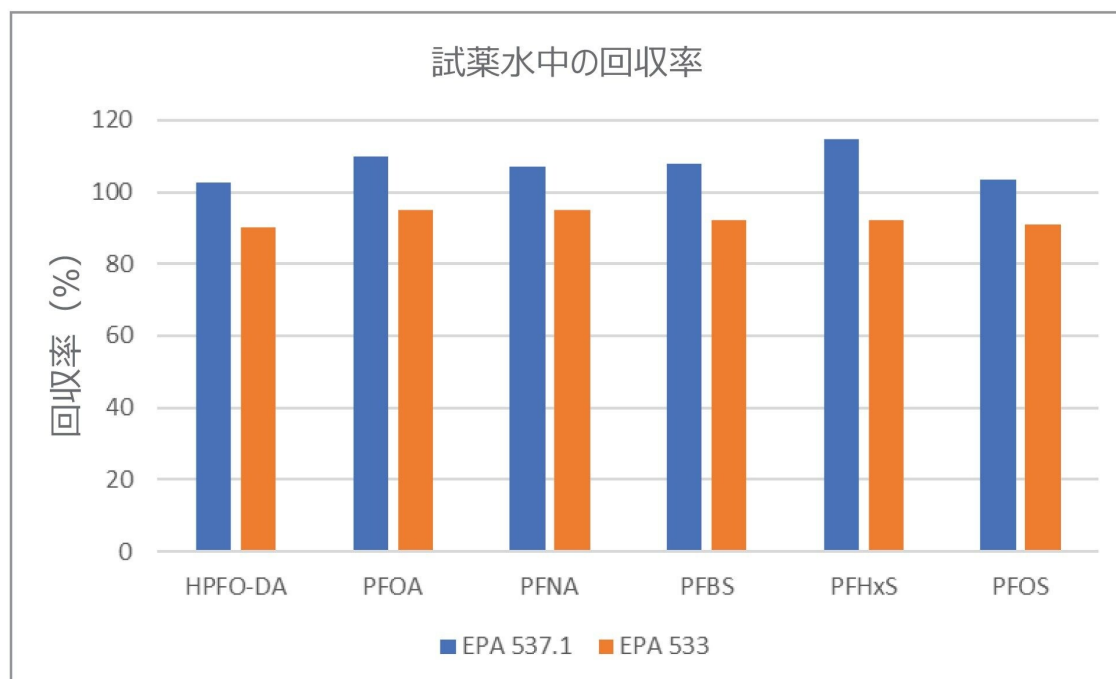


図2. EPA 537.1およびEPA 533の両方のメソッドを実行した後の、試薬水中に4 ng/Lになるようにスパイクした6種類の規制対象PFASの回収率

真正飲料水サンプルを使用してワークフローを実証するため、現地で採取した2点の飲料水サンプルを分析しました。サンプル1はEPA 537.1メソッドに従って、サンプル2はEPA 533メソッドに従って分析しました。個別の規制最大濃度レベル(MCL)およびハザード指数と結果を比較して、表1に報告しています。ハザード指数は、以下の計算式を使用して計算しました。

$$\text{ハザード指数} = (\text{HFPO-DA}_{\text{ppt}})/10_{\text{ppt}} + (\text{PFBS}_{\text{ppt}})/(2000_{\text{ppt}}) + (\text{PFNA}_{\text{ppt}})/10_{\text{ppt}} + (\text{PFHxS}_{\text{ppt}})/10_{\text{ppt}}$$

サンプル1には、PFOA、PFOS、PFBS、PFHxS、PFNAが含まれていることがわかりました。サンプル2には、PFOA、PFOS、PFBS、PFHxSが含まれていることがわかりました。いずれのサンプルのハザード指数も、規制レベル1.0を十分下回っています。サンプル1で検出された個々のPFASはすべて新しい規制限界の範囲内でしたが、サンプル2には、新しい4.0 ng/L MCLを超える定量レベルのPFOSが含まれていました。

| 化合物 | NPDWR MCL ng/L | サンプル 1 ng/L | サンプル 2 ng/L |
|---------|-------------------|----------------|----------------|
| PFOA | 4 | 3.0 | 5.3 |
| PFOS | 4 | 0.53 | 0.92 |
| HFPO-DA | 10 | 0 | 0 |
| PFBS | - | 2.0 | 2.9 |
| PFNA | 10 | 0.39 | 0 |
| PFHxS | 10 | 0.63 | 0.60 |
| ハザード指数 | 1.0 | 0.10 | 0.06 |

表 1. 第一種飲料水規則と比較した、2 点の飲料水サンプル中に検出された、6 種類の規制対象 PFAS のレベルと算出されたハザード指数

結論

新しい PFAS に係る第一種飲料水規則に容易に適合するためのルーチンモニタリング用の完全なワークフローを紹介しました。Sep-Pak PS2 または PFAS 用 Oasis WAX カートリッジを使用して EPA 537.1 または EPA 533 に従って行ったサンプル前処理により、最大の回収率が得られることが実証されました。Xevo TQ-S micro MS に接続した ACQUITY UPLC I-Class PLUS を使用し、PFAS キットを取り付けて汚染を遅延させた分析により、最低の規制 MCL である 4 ng/L をはるかに下回る濃度まで、簡単かつ正確に到達できることが実証されました。ウォーターズのオンサイトでのアプリケーショントレーニングと Waters ERA™ が提供する認定レファレンス物質を組み合わせることで、新しいラボと経験豊富なラボのいずれにおいても、飲料水検査用の PFAS ソリューションが簡単に確立できます。

参考文献

1. Per- and Polyfluoroalkyl Substances (PFAS) Final PFAS National Primary Drinking Water Regulation. *US Environmental Protection Agency*. PFAS <<https://www.epa.gov/sdwa/and-polyfluoroalkyl-substances-pfas>>. Accessed 10 April 2024.

2. Shoemaker J., Dan Tettenhorst. Method 537.1: Determination of Selected Per- and Polyfluorinated Alkyl Substances in Drinking Water by Solid Phase Extraction and Liquid Chromatography/Tandem Mass Spectrometry (LC/MS/MS). *US Environmental Protection Agency*. November 2018.

3. Method 533: Determination of Per- and Polyfluoroalkyl Substances in Drinking Water by Isotope Dilution Anion Exchange Solid Phase Extraction and Liquid Chromatography/Tandem Mass Spectrometry. *US Environmental Protection Agency*. December 2019.

ソリューション提供製品

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

Xevo TQ-S micro タンデム四重極質量分析計 <<https://www.waters.com/134798856>>

PFAS 分析のための Oasis WAX、WAX/GCB、GCB/WAX <

<https://www.waters.com/nextgen/global/products/sample-preparation/oasis-wax-for-pfas-analysis.html>>

720008330JA、2024 年 4 月



© 2024 Waters Corporation. All Rights Reserved.

[利用規約](#) [プライバシーポリシー](#) [商標](#) [キャリア](#) [法的通知](#)および[プライバシー通知](#) [Cookies](#)
[Cookie 環境設定](#)