

使用Otto SPEcialist从人血清和血浆中半自动提取PFAS

Kari L. Organtini

Waters Corporation

这是一份应用简报，不包含详细的实验部分。

摘要

人类生物监测项目已将全氟和多氟烷基化合物(PFAS)确定为人体内常见的一类持久性环境化合物。这些化合物的样品制备需要采用固相萃取(SPE)技术，并且可以在96孔板中进行。此前，人们曾使用负压SPE萃取装置优化了人血清的提取和SPE净化方案。随着Otto™ SPEcialist正压萃取装置的推出，人们已经将PFAS方法转移到该装置中，并对其用于人血清和血浆时的准确度和重现性进行了评估。在准确度方面，Otto SPEcialist的表现与负压萃取装置类似，有时甚至更胜一筹。在用于对人血清和血浆进行重复提取时，Otto SPEcialist还具有较高的精密度和较低的%RSD值。

优势

- Otto SPEcialist提供了一种半自动正压萃取方法，提高了效率以及结果的重现性和准确度
- Otto SPEcialist的加入可增强和改进用于人体生物监测和暴露研究的全PFAS分析工作流程

简介

大规模的生物监测研究，如CDC的美国国家健康与营养调查(NHANES)¹和欧洲人类生物监测倡议项目(HBM4EU)²已经在人体液中鉴定出许多PFAS化合物。人类接触PFAS的最具代表性的基质是血清或血浆，因为血液来源的基质含有最高浓度的PFAS，因此只需要很小的样本量就能进行灵敏的分析³。

此前，人们曾对96孔板弱阴离子交换法(WAX)进行优化，用于提取人血清中的PFAS⁴。该方法经过优化并使用负压SPE萃取装置运行。作为负压萃取装置的替代方案，正压SPE是一种更有效和可靠的解决方案。

Otto SPEcialist是一种由软件驱动的非自动化正压样品制备设备。正压固相萃取法优于负压法，因为在所有的孔/小柱中施加的压力相等，使得上样和洗脱更加均匀。此外，正压没有最大压力限制，而利用真空的负压会在小柱堵塞时面临严重影响流速的问题。最后，Otto SPEcialist可通过程序设置在提取过程中自动调整压力设置，有助于提高效率 and 重现性。以下研究旨在将之前的萃取方法转移到Otto SPEcialist上，并以人血浆为对象评价该方法。

结果与讨论

使用了沃特世应用纪要720007114ZH中所述的SPE方案和仪器方法评价Otto SPEcialist⁴。除人血清外，还使用Otto SPEcialist对人血浆进行了提取，从而确定血清方法是否也适用于血浆。

人血清(NIST 1957)和人血浆(NIST 1950)的NIST标准参比物质(SRM)用于初步测量方法性能。NIST 1957含有七种未加标PFAS化合物，认定浓度范围为0.172-21.1 µg/kg，而NIST 1950含有六种未加标PFAS化合物，认定浓度范围为0.182-10.43 µg/kg。计算浓度和与NIST认定值相比的偏差百分比如图1所示。在使用Otto提取法时，两种SRM的实验值都提供了精确的计算浓度，血清中的浓度偏差在12%以内，血浆中的浓度偏差在10%以内，而PFDA的偏差高达30%。血清中PFDA的偏差偏高可能是由于该认定值不确定性的容差较低。针对血清SRM，还将Otto SPEcialist的结果与之前使用手动负压萃取装置的结果进行了比较，结果非常相似，甚至偏差略低于手动负压装置的结果。

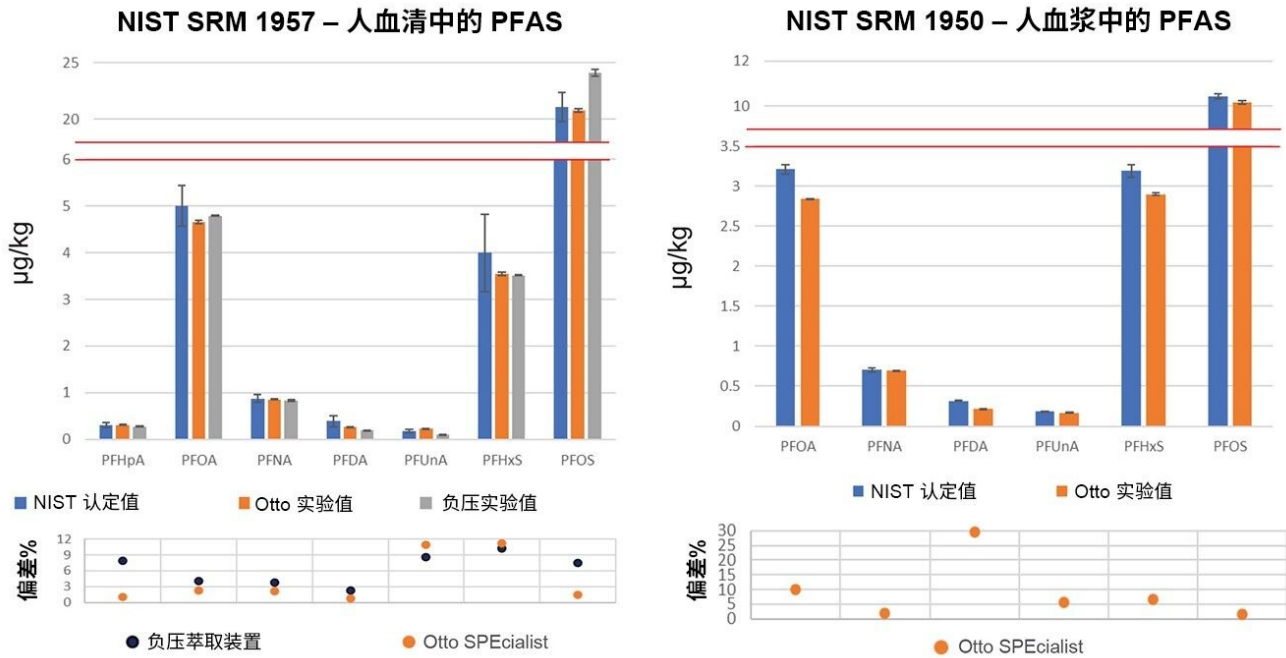


图1.NIST 1957 (左) 和NIST SRM 1950 (右) 标准参比物质的四次重复进样的分析结果。(上图) 在SRM样品中测得的浓度值。(下图) 实测值与NIST认定值之间的偏差百分比计算结果。

为评估更广泛的PFAS，我们还将27种PFAS加标到混合人血清和血浆中进行了另外的实验。每个基质加标浓度为4 µg/kg (相当于SPE后进样浓度为1 ng/mL)，重复进样三次，准确度和精密度详见表1。加标血清实验同时使用手动负压萃取装置和OttoSPEcialist进行提取。总的来说，使用Otto SPEcialist的精密度更好，%RSD值低于10%，但少数边缘化合物的%RSD低于16%。Otto SPEcialist的计算浓度的准确度也很高，除两种化合物外，其他化合物在两种基质中的准确度均大于80%。

化合物	血浆		血清			
	Otto SPECIALIST		Otto SPECIALIST		负压萃取装置	
	准确度 (%)	RSD (%)	准确度 (%)	RSD (%)	准确度 (%)	RSD (%)
PFBA	N/A	N/A	94	12	N/A	N/A
PFPeA	84	1.1	94	1.1	96	4.3
PFHxA	93	1.1	94	1.9	86	3.2
PFHpA	86	2.3	100	0.8	79	12
PFOA	96	1.8	91	0.4	80	8.1
PFNA	96	1.7	97	1.6	95	10
PFDA	97	4.5	100	4.0	88	4.6
PFUnDA	100	3.4	98	5.7	90	7.4
PFDODA	97	6.6	98	0.8	87	3.2
PFTriDA	68	7.0	72	3.9	71	13
PFTreDA	100	3.8	100	5.5	78	2.2
PFBS	98	2.1	99	2.8	86	4.3
PFPeS	95	2.2	100	2.4	88	3.5
PFHxS	95	5.4	84	1.7	98	18
PFHpS	84	5.0	87	3.0	80	4.7
PFOS	95	6.9	81	0.7	90	21
PFNS	96	3.8	91	8.1	95	5.5
PFDS	90	3.2	90	2.0	98	14
GenX	98	1.2	100	6.5	87	4.8
ADONA	85	2.6	83	2.3	98	3.1
9ClIPF3ONS	99	7.9	97	3.2	91	1.6
11ClIPF3OUdS	92	5.3	80	11	93	6.1
4_2 FTS	92	13	98	4.5	96	19
8_2 FTS	78	9.6	84	16	72	19
FOSA	96	3.9	97	4.1	87	2.8
NMeFOSAA	87	9.3	90	9.1	98	23
NEtFOSAA	91	5.4	95	9.0	93	9.4

表1.三份人血清和血浆重复样计算浓度的准确度和%RSD测量值，样品加标 4 µg/kg（孔中进样浓度为1 ng/mL）PFAS，分别使用Otto SPECIALIST和负压萃取装置提取。N/A表示由于背景干扰过高，导致的测量结果不可用。

结论

先前建立的使用负压SPE萃取装置从人血清中提取PFAS的方法已成功转移到了半自动Otto SPECIALIST正压萃取系统上。此外，该方法也适用于从人血浆中提取PFAS。使用两种NIST SRM对该系统进行了评估，结果准确，与NIST认定值基本一致。还通过另外的实验向人血清和血浆样品中加标了一组27种PFAS，并使用Otto SPECIALIST进行提取，得到了准确度和精密度良好的结果。使用Otto SPECIALIST分析人体液中的PFAS可以提高实验室效率，同时保持结果的可信度和高质量。

参考资料

1. Centers for Disease Control and Prevention. National Report on Human Exposure to Environmental Chemicals: Biomonitoring Data Tables for Environmental Chemicals. [于2022年3月30日引用]. 参考网站: https://www.cdc.gov/exposurereport/data_tables.html <
https://www.cdc.gov/exposurereport/data_tables.html>
2. HBM4EU Project. European Human Biomonitoring Dashboard. [于2022年3月30日引用]. 参考网站: <https://www.hbm4eu.eu/what-we-do/european-hbm-platform/eu-hbm-dashboard/> <
<https://www.hbm4eu.eu/what-we-do/european-hbm-platform/eu-hbm-dashboard/>>
3. Vorkamp K, *et al.* Biomarkers, Matrices and Analytical Methods Targeting Human Exposure to Chemicals Selected for a European Human Biomonitoring Initiative. *Environment International*. 146 (2021).
4. Organtini K, Rosnack K, Lame M, Calton L. 提取并分析人血清中PFAS的方法. 2021年7月修订, 沃特世应用纪要, 720007114ZH.

特色产品

[Otto SPEcialist正压萃取装置 </nextgen/en/products/laboratory-automation-and-equipment/otto-specialist-positive-pressure-manifold.html>](https://www.waters.com/nextgen/en/products/laboratory-automation-and-equipment/otto-specialist-positive-pressure-manifold.html)

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

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

[MassLynx MS软件 <https://www.waters.com/513662>](https://www.waters.com/513662)

[TargetLynx <https://www.waters.com/513791>](https://www.waters.com/513791)

720007601ZH, 2022年4月

© 2022 Waters Corporation. All Rights Reserved.

[使用条款](#) [隐私](#) [商标](#) [网站地图](#) [招聘](#) [Cookie](#) [Cookie](#) [设置](#)

沪 ICP 备06003546号-2

京公网安备 31011502007476号