Per- és polifluoralkil anyagok (PFAS) monitorozása magyarországi felszíni vizekben LC-MS/MS módszerrel

Monitoring of Per- and Polyfluoroalkyl Substances (PFAS) in Hungarian Surface Waters Using LC-MS/MS

BAKÓ Máté[1], SZABÓ István[2], SÖRÖS Csilla[1]

[1]Magyar Agrár- és Élettudományi Egyetem, Élelmiszertudományi és Technológiai Intézet, Élelmiszerkémiai és Analitikai Tanszék, Villányi út 29–43., 1118 Budapest
[2]Magyar Agrár- és Élettudományi Egyetem, Akvakultúra és Környezetbiztonsági Intézet, Környezeti Toxikológiai Tanszék, Páter Károly utca 1., 2100 Gödöllő

ABSTRACT

The aim of the research was the comprehensive investigation of the broad-spectrum PFAS contamination in Hungarian surface waters (Lake Balaton, Danube, Tisza), for which we developed and validated a methodology suitable for the simultaneous determination of 36 different ultrashort-, short-, and long-chain compounds. During sample preparation, we applied a single, unified weak anion exchange solid-phase extraction (WAX-SPE), which enabled the extraction of both traditional and highly polar, ultrashort-chain PFAS. The analytical determination was carried out using two different chromatographic methods: a C18 stationary phase RP-LC-MS/MS technique was used for the separation of short- and long-chain substances, while a HILIC-MS/MS method was applied for the ultrashort-chain compounds. Quantification was based on the isotope dilution technique, which, coupled with strict background contamination control, ensured the compensation of matrix effects and extraction losses, taking into account the relevant SANTE and US EPA guidelines. The reliability of the developed strategy, combining a single sample preparation step with two complementary LC-MS/MS chromatographic mechanisms, was also successfully confirmed by an international interlaboratory comparison conducted jointly with researchers from the Helmholtz Centre for Environmental Research (UFZ) in Germany.

Keywords: PFAS, surface waters, RP-LC-MS/MS, HILIC-MS/MS, WAX-SPE sample preparation method, isotope dilution technique, international interlaboratory comparison

ÖSSZEFOGLALÓ

A kutatás célja a magyarországi felszíni vizek (Balaton, Duna, Tisza) széles spektrumú PFAS-szennyezettségének átfogó vizsgálata volt, melyhez 36 különböző, ultrarövid-, rövid- és hosszú szénláncú PFA-vegyület együttes meghatározására alkalmas módszertant dolgoztunk ki és validáltuk. A mintaelőkészítés során egyetlen, egységes gyenge anioncserélő szilárd fázisú extrakciót (WAX-SPE) alkalmaztunk, amely egyaránt lehetővé tette a hagyományos, valamint a nagy polaritású, ultrarövid szénláncú PFAS-ok kinyerését is. Az analitikai meghatározást két különböző kromatográfiás módszer alapján végeztük el: a rövid- és hosszú szénláncú anyagok elválasztására C18 állófázisú RP-LC-MS/MS technikát, míg az ultrarövid szénláncú vegyületekhez HILIC-MS/MS módszert használtunk. A kvantifikálás izotóphígításos technika elvén történt, amely a szigorú háttérszennyezés-kontrollal együtt biztosította a mátrixhatások és extrakciós veszteségek kompenzálását, figyelembe véve a vonatkozó SANTE és US EPA irányelveket. A kidolgozott, egy mintaelőkészítést és két komplementer LC-MS/MS kromatográfiás mechanizmust ötvöző stratégia megbízhatóságát a németországi Helmholtz Centre for Environmental Research (UFZ) kutatóival közösen végzett nemzetközi laboratóriumközi összemérés is sikeresen igazolta.

Kulcsszavak: PFAS, felszíni vizek, RP-LC-MS/MS, HILIC-MS/MS, WAX-SPE mintaelőkészítési módszer, izotóphígításos technika, nemzetközi laboratóriumközötti összemérés