

固体サンプル中のペルフルオロアルキル化合物 およびポリフルオロアルキル化合物 (PFAS) の分析

EPA ドラフトメソッド 1633 に準拠した Agilent Bond Elut
PFAS WAX SPE カートリッジおよび Agilent Carbon S の使用

著者

Matthew Giardina and
Meg Juck
Agilent Technologies, Inc.

概要

このアプリケーションノートでは、米国環境保護庁 (US EPA) ドラフトメソッド 1633 (2022 年 12 月)¹ で指定されているプロトコルに従った、固体マトリックス中のペルフルオロアルキル化合物とポリフルオロアルキル化合物 (PFAS) の抽出およびマトリックススクリーンアップにおける Agilent PFAS Bond Elut WAX と Agilent Carbon S の評価を紹介します。この調査で得られた結果は、ドラフトメソッドで単一ラボにおけるバリデーション試験で報告された結果と同等でした。固体マトリックスから抽出された非標識 PFAS と内部標準の全体の平均回収率真度は、ドラフトメソッドで $94 \pm 4\%$ に対して今回の調査では $98 \pm 2\%$ でした (95% 信頼度、64 回測定)。全体精度もほぼ同じでした。両方のデータセットとも、測定精度は良好で 20% 未満でした。ドラフトメソッドでは全体の平均 RSD は $3.9 \pm 0.6\%$ で、今回の調査では全体の平均 RSD は $3.8 \pm 0.6\%$ でした (95% 信頼度、64 回測定)。

はじめに

US EPA ドラフトメソッド 1633 (2022 年 12 月) は、水性サンプル (非飲用水)、固体サンプル (土壌、バイオソリッド、堆積物)、および組織サンプル中の PFAS の抽出および定量の手順を強化するために開発されました。¹ 主として、このメソッドではグラファイトカーボンブラック (GCB) によるマトリックス除去に加えポリマ系弱アニオン交換 (WAX) 固相抽出 (SPE) を利用して、ターゲット化合物の選択的抽出を実現しています。ターゲット化合物は同位体標識された標準とともに抽出された後、液体クロマトグラフィー / タンデム四重極 (LC/TQ) 質量分析計で分離および検出されます。現在まで、ドラフトメソッドには、9 つの化合物クラスにわたる合計 40 種類のターゲット PFAS に対する単一ラボでの試験を基にした、固体サンプルのバリデーション結果が含まれています。

ドラフトメソッドには、最適なデータ信頼度を確保するための厳格な品質管理手順が含まれています。その要求事項はドラフトメソッドのセクション 9 に示されており、内訳は精度、真度、およびメソッド検出限界の最初の実証 (セクション 9.2)、抽出された内部標準および抽出されていない内部標準の回収率 (セクション 9.3、9.4)、メソッドブランク分析 (セクション 9.5)、機器のキャリブレーション検証およびメンテナンス (セクション 9.6)、ラボでの繰り返し分析 (セクション 9.7)、必要な場合のフィールドレプリケートの分析 (セクション 9.8)、必要な場合のマトリックススパイクの分析 (セクション 9.9) です。¹

このアプリケーションノートでは、Bond Elut PFAS WAX SPE カートリッジ、GCB の代わりとなる Carbon S、Agilent Infinity II 1290 LC および Agilent 6470B トリプル四重極 LC/MS を使用し、ドラフトメソッド品質管理プロトコルに従って固体マトリックスの抽出および分析手順の性能を検証しました。これらの結果を、US EPA ドラフトメソッド 1633 の単一ラボにおけるバリデーション試験と比較しました。

実験方法

材料および試薬

非標識 PFAS 標準および同位体標識された類似体はキットとして Wellington Laboratories, Inc. (ゲルフ、オンタリオ州、カナダ) から購入しました。HPLC グレードのメタノール (MeOH) は、Honeywell (マスキーゴン、ミシガン州、米国) から購入しました。試薬グレードの酢酸、酢酸アンモニウム、ギ酸、水酸化アンモニウムは、Sigma-Aldrich (セントルイス、ミズーリ州、米国) から入手しました。超純水は、Millipore Sigma (パーリントン、マサチューセッツ州、米国) の Milli-Q Integral 3 精製システムを使用して調製しました。オタワ砂 (20 ~ 30 メッシュ) は、Spectrum Chemicals and Laboratory Products (ニューブランズウィック、ニュージャージー州、米国) から購入し試薬砂として使用しました。表土は、地域の家庭園芸用品店 (ウィルミントン、デラウェア州、米国) で購入しました。

溶液および標準試料

標準前処理およびサンプル抽出に必要なすべての溶液は、ドラフトメソッド¹に記載されたプロトコルに従いました。表 1 に、非標識 PFAS、抽出された内部標準 (EIS)、および抽出されていない内部標準 (NIS) の公称のキャリブレーション濃度レベルを示します。

表 1. キャリブレーションレベル濃度

化合物	レベル濃度 (ng/mL)						
	1	2	3	4	5	6	7
非標識 PFAS							
PFHxA, PFHpA, PFOA, PFNA, PFDA, PFUnA, PFDoA, PFTrDA, PFTeDA, PFBS, PFPeS, PFHxS, PFHpS, PFOS, PFNS, PFDS, PFDoS, PFOSA, NMeFOSA, NEtFOSA, NMeFOSAA, NEtFOSSA	0.1	0.2	0.52	1.2	2.4	5.2	12
PFPeA, PFMPA, NFDHA, PFMBa, PFEESA	0.2	0.4	1.0	2.4	4.8	10.4	24
PFBA, 4:2FTS, 6:2FTS, 8:2FTS, HFPO-DA, ADONA, 9Cl-PF3ONS, 11Cl-PF3OUdS, 3:3FTCA	0.4	0.8	2.1	4.8	9.6	21	48
NMeFOSE, NEtFOSE	1	2	5.2	12	24	52	120
5:3FTCA, 7:3FTCA	2	4	10.4	24	48	104	240
EIS							
¹³ C ₂ -PFDoA, ¹³ C ₂ -PFTeDA, ¹³ C ₆ -PFDA, ¹³ C ₇ -PFUnA, ¹³ C ₉ -PFNA	1	1	1	1	1	1	1
¹³ C ₃ -PFBS, ¹³ C ₃ -PFHxS, ¹³ C ₄ -PFHpA, ¹³ C ₅ -PFHxA, ¹³ C ₈ -PFOA, ¹³ C ₈ -PFOS, ¹³ C ₈ -PFOSA, D ₃ -NMeFOSA, D ₅ -NEtFOSA	2	2	2	2	2	2	2
¹³ C ₂ -4:2FTS, ¹³ C ₂ -6:2FTS, ¹³ C ₂ -8:2FTS, ¹³ C ₅ -PFPeA, D ₃ -NMeFOSAA, D ₅ -NEtFOSAA	4	4	4	4	4	4	4
¹³ C ₃ -HFPO-DA, ¹³ C ₄ -PFBA	8	8	8	8	8	8	8
D ₇ -MeFOSE, D ₉ -EtFOSE	20	20	20	20	20	20	20
NIS							
¹³ C ₅ -PFNA, ¹³ C ₂ -PFDA	1	1	1	1	1	1	1
¹³ C ₂ -PFHxA, ¹³ C ₄ -PFOA, ¹⁸ O ₂ -PFHxS, ¹³ C ₄ -PFOS	2	2	2	2	2	2	2

抽出性能評価には、低および中レベルのマトリックススパイクを使用しました。低レベルのスパイクを使用して、試薬砂中でメソッド検出限界 (MDL) を求めました。中レベルのスパイクを使用して、試薬砂中および表土マトリックス中で回収率の精度および真度を測定しました。表 2 に、5 g サンプルを基にした、低および中レベルのスパイク中の非標識 PFAS の最終濃度を示します。キャリブレーション標準中の濃度 (表 1) に適合させるために、EIS および NIS のスパイク濃度を選択しました。

表 2. 非標識 PFAS の低および中レベルのスパイク濃度

化合物	スパイク濃度 (ng/g)	
	低レベル	中レベル
PFHxA, PFHpA, PFOA, PFNA, PFDA, PFUnA, PFDoA, PFTrDA, PFTeDA, PFBS, PFPeS, PFHxS, PFHpS, PFOS, PFNS, PFDS, PFDoS, PFOSA, NMeFOSA, NEtFOSA, NMeFOSAA, NEtFOSSA	0.2	2
PFPeA, PFMPA, NFDHA, PFMBa, PFEESA	0.4	4
PFBA, 4:2FTS, 6:2FTS, 8:2FTS, HFPO-DA, ADONA, 9Cl-PF3ONS, 11Cl-PF3OUdS, 3:3FTCA	0.8	8
NMeFOSE, NEtFOSE	2	20
5:3FTCA, 7:3FTCA	4	40

実験装置と材料

サンプル分析には、Agilent 1290 Infinity II ハイスピードポンプ (G7120A)、Agilent 1290 Infinity II マルチサンプラ (G7167B)、および Agilent 1290 Infinity II マルチカラムサーモスタット (G7167B) で構成される Agilent 1290 Infinity II LC システムを使用しました。この LC システムを PFAS 分析用にするために、Agilent InfinityLab PFC フリー HPLC 変換キット (部品番号 5004-0006) を使用しました。この LC システムを、Agilent Jet Stream エレクトロスプレーイオンソースを備えた Agilent 6470B トリプル四重極 LC/MS システムに接続して使用しました。データの取り込みと解析には、Agilent MassHunter ワークステーションソフトウェアを使用しました。MRM 設定を最適化するために、Agilent PFAS MRM データベース (G1736AA) を使用しました。最適化された機器条件は、以前に公開されたアプリケーションノートに記載されています。²

表 3 に、PFAS の抽出と分析に使用した、PFAS に適した消耗品を示します。消耗品はドラフトメソッドで指定されているとおりに使用しました。¹

表 3. PFAS に適した消耗品

アジレントの消耗品	部品番号
Bond Elut PFAS WAX 150 mg, 6 mL	5610-2152
Carbon S SPE バルク溶液, 25 g ボトル	5610-2093
遠心分離チューブおよびキャップ, 50 mL	5610-2049
遠心分離チューブおよびキャップ, 15 mL	5610-2039
Bond Elut 空 SPE カートリッジ, 60 mL	12131012
Bond Elut アダプタキャップ, 1, 3, 6 mL Bond Elut カートリッジ	12131001
ガラスウール, シラン処理, 50 g, ガスクロマトグラフ用	8500-1572
Captiva ディスポーザブルシリンジ, 5 mL	9301-6476
Captiva プレミアムシリンジフィルタ, ポリプロピレンハウジング, ナイロンメンブレン, 直径 25 mm, ボアサイズ 0.2 μm	5190-5092
Vac Elut SPS 24 マニホールド, 10 × 75 mm 試験管用コレクションラック付き	12234003
12 または 15 mL コニカルチューブ用コレクションラックおよびファンネルセット, Vac Elut SPS 24 マニホールド用	12234027
Vac Elut 20 マニホールドロングバルブストップコップ	12234520
2 mL ポリプロピレンスクリュースタイルバイアル	5191-8150
9 mm スクリュースタイルキャップ, ポリプロピレン/シリコンスクリュースタイルセプタム付き	5191-8151
InfinityLab PFC ディレイカラム, 4.6 × 30 mm	5062-8100
ZORBAX RRHD Eclipse Plus C18 カラム, 2.1 × 100 mm, 1.8 μm	959758-902
InfinityLab PFC-フリー HPLC 変換キット	5004-0006

キャリブレーションと定量

定量のために安定同位体希釈手法を使用し、EIS のレスポンスと濃度に対して相対的に非標識 PFAS のレスポンスと濃度を測定しました。NIS のレスポンスと濃度に対して相対的に EIS のレスポンスと濃度が測定されます。各レスポンスカーブは、 $1/x$ の重み付き二次最小二乗回帰モデルを使用した 4:2FTS, 6:2FTS, 8:2FTS 以外のすべての化合物に対して、 $1/x$ の重み付き線形最小二乗回帰モデルを使用し原点 (0,0) を含めて適合させました。塩として供給された PFAS 標準は、酸濃度に補正されました。

サンプル前処理

サンプル前処理は、図 1 に示されているように、いくつか変更がありますが、固体マトリックス用のドラフトメソッド¹で指定されている抽出方法に厳密に従っています。表土サンプルでは、パーセント含水量が約 37 % と測定され、このため、乾燥重量で 5 g サンプルとなるように 8 g のサンプルサイズを使用しました。

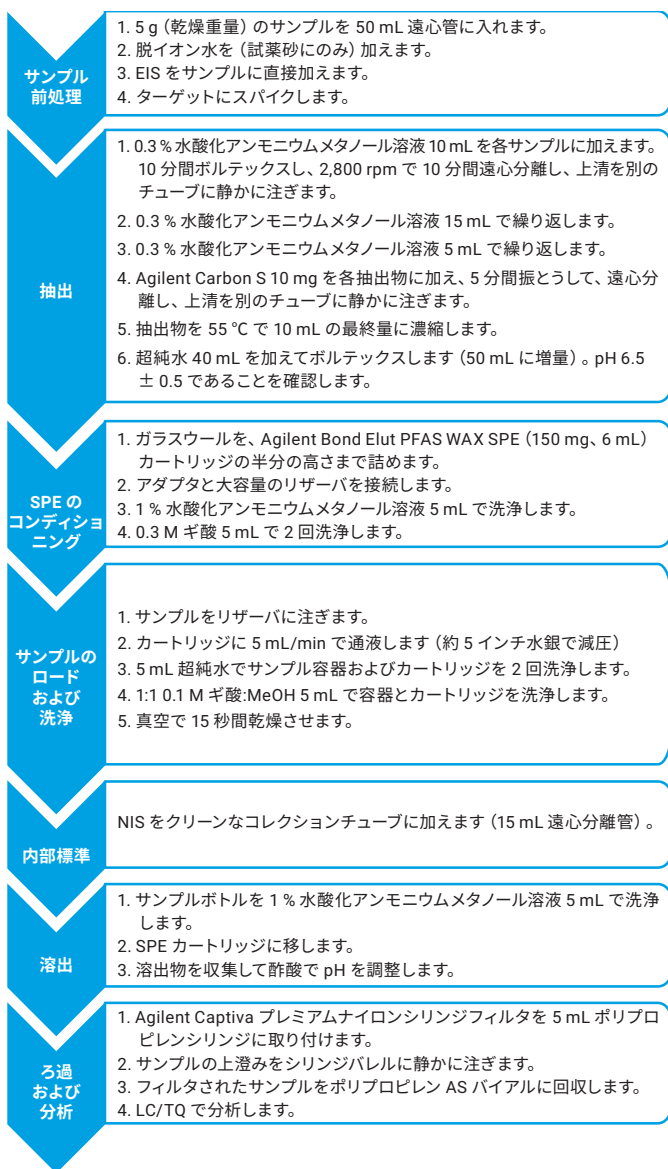


図 1. サンプル前処理手順

結果と考察

最初の精度と回収率

メソッドバリデーションでの最初のステップでは、ドラフトメソッドのセクション 9.2 に記載されているように、中レベルの濃度の 4 つのレプリケート試薬砂スパイクに対して、最初の精度と回収率 (IPR) を示しました。¹ 図 2 に、今回の調査で実施した抽出での非標識 PFAS および EIS の平均回収率の真度、およびドラフトメソッドの表 5 から引用した固体マトリックスの IPR の平均真度を示します。ドラフトメソッドの表 5 には平均回収率はありますが、平均回収率は高い回収率と低い回収率を足し合わせて 2 で割ることによって、IPR の回収率範囲から逆算できます。ドラフトメソッドでは許容可能限度は確立されていませんが、回収率の結果は非常に類似しています。大半の回収率はドラフトメソッドの範囲内に含まれていますが、標識化されたスルホンアミドエタノール (D₇-MeFOSE、D₉-EtFOSE) で最大の差が生じ、今回の調査で測定された回収率は明らかに上回っていることが示されました。ドラフトメソッドでは総平均回収率の信頼区間は 94 ± 4 % でしたが、今回の調査では総平均回収率の信頼区間は 98 ± 2 % でした (95 % 信頼度、64 回測定)。

精度の結果は、同じ中レベルの 4 つのレプリケート試薬砂スパイクの抽出データから計算しました。図 3 に、今回の調査で実施した抽出、およびドラフトメソッド表 5 に記載された固体マトリックスの IPR 結果での精度をパーセント相対標準偏差 (RSD) で示します。¹ ドラフトメソッドで許容可能限度はまだ確立されていませんが、図 3 には 20 % RSD 限度を示しています。他の一般的な PFAS 環境メソッドでは、20 % 限度未満の RSD は通常、十分に高精度であると判断されます。^{3, 4, 5} 両方のデータセットとも、測定精度は十分に 20 % スレッショールド未満でした。ドラフトメソッドでは総平均 RSD は 3.9 ± 0.6 % で、今回の調査では総平均 RSD は 3.8 ± 0.6 % でした (95 % 信頼度、64 回測定)。

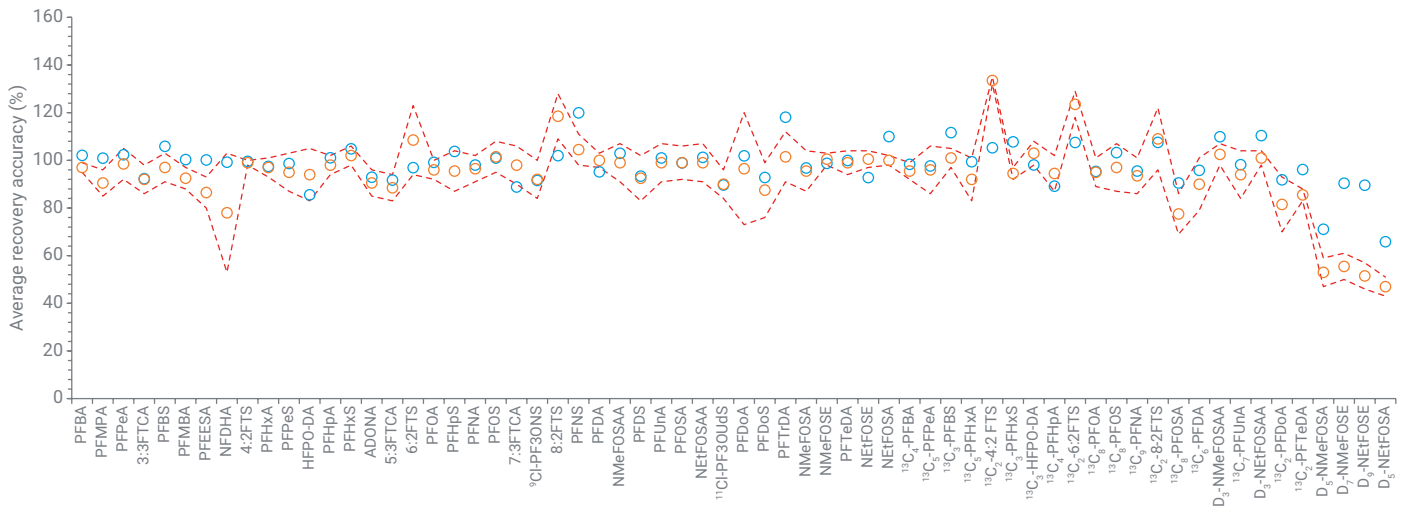


図 2. 今回の調査で測定した試薬砂スパイクの平均 IPR の真度 (青色の円) および発表されているドラフトメソッドの結果 (橙色の円)。赤色の破線は、ドラフトメソッドで発表された IPR の回収率の範囲を示しています。

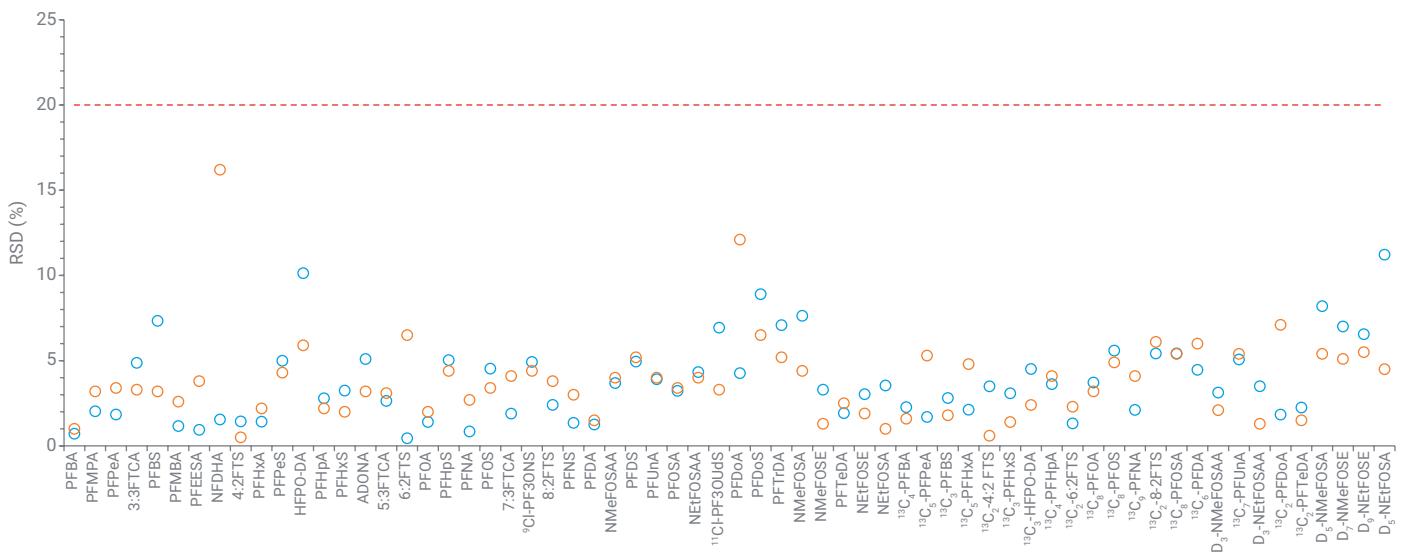


図 3. 試薬砂スパイクの相対標準偏差度 (青色の円) および発表されているドラフトメソッドの結果 (橙色の円)。赤色の破線は、20% の精度スレッショールドを示しています。

メソッド検出下限

ドラフトメソッド¹ セクション 9.2.2 によると、各ラボでは、40 CFR パート 136、付録 B に記載されている手順に従って各非標識 PFAS の MDL を 99 % 信頼度で確立させることも必要です。表 4 に、今回の調査で実施した 7 つのレプリケート試薬砂のスパイク抽出、およびドラフトメソッドの表 6 の固体マトリックスで発表された結果の MDL を示します。2 つの調査で得られた結果は類似しています。図 4 に、発表済みメソッドに記載された MDL と今回の調査で測定した MDL の差をプロットしています。図 4 では、今回の調査で測定した MDL がドラフトメソッドの MDL よりも小さい化合物は縦軸でプラス側、大きい化合物は縦軸でマイナス側に表示されています。興味深いことに、PFBA を除くと直鎖のアルキルスルホン酸類とアルキルカルボン酸類の 2 つのデータセット間では最小の差が生じ、一方、フルオロテロマースルホン酸類、フルオロテロマーカルボン酸類、エーテルスルホン酸類、およびスルホンアミドエタノール類では差がより大きくなっています。このことは、代表的なアルキルカルボン酸類およびアルキルスルホン酸類ではメソッド最適化範囲がより広く、複雑なアルキル部位および官能基のある PFAS では最適化範囲がより狭いことを示している可能性があります。

表 4. メソッド検出下限

化合物	測定した MDL (ng/g)	ドラフトメソッドの MDL (ng/g)	化合物	測定した MDL (ng/g)	ドラフトメソッドの MDL (ng/g)
PFBA	0.102	0.401	PFOS	0.043	0.067
PFMPA	0.035	0.033	7:3FTCA	0.110	0.308
PFPeA	0.026	0.021	9Cl-PF3ONS	0.107	0.038
3:3FTCA	0.154	0.060	8:2FTS	0.079	0.225
PFBS	0.031	0.014	PFNS	0.043	0.046
PFMBA	0.021	0.029	PFDA	0.023	0.031
PFEESA	0.028	0.018	NMeFOSAA	0.052	0.030
NFDHA	0.036	0.084	PFDS	0.059	0.040
4:2FTS	0.031	0.282	PFUnA	0.006	0.033
PFHxA	0.022	0.020	PFOSA	0.029	0.068
PFPeS	0.075	0.015	NEtFOSAA	0.043	0.044
HFPO-DA	0.120	0.136	¹¹ Cl-PF3OUds	0.172	0.071
PFHpA	0.025	0.029	PFDoA	0.027	0.059
PFHxS	0.059	0.018	PFDoS	0.038	0.038
ADONA	0.139	0.057	PFTeDA	0.029	0.038
5:3FTCA	0.195	0.363	NMeFOSA	0.080	0.049
6:2FTS	0.193 [†]	0.116	NMeFOSE	0.109	0.203
PFOA	0.016	0.037	PFTeDA	0.025	0.032
PFHpS	0.042	0.057	NEtFOSE	0.172	0.247
PFNA	0.077	0.086	NEtFOSA	0.056	0.038

* 5 つのレプリケートスパイク済み試薬砂抽出に基づく結果

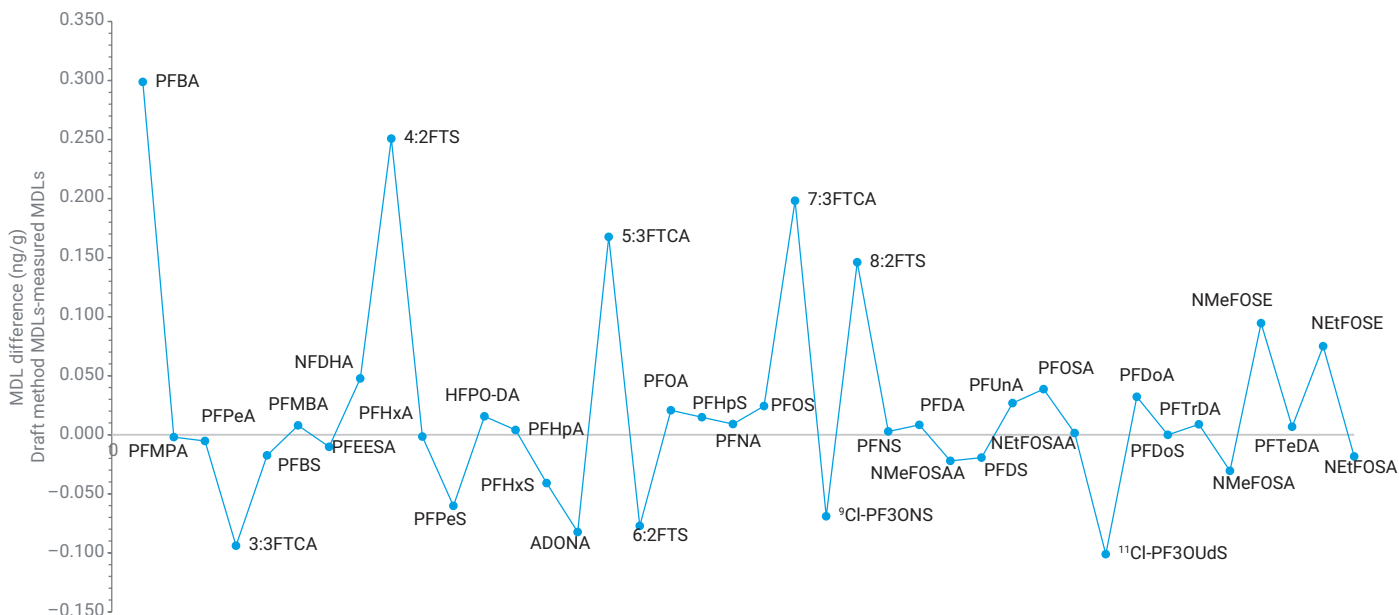


図 4. 今回の調査での MDL と発表済みのドラフトメソッドの MDL を算出して得た差

内部標準の回収率

EIS および NIS の回収率の計算は、ドラフトメソッドのセクション 9.3 で指定されているように分析したすべてのサンプルに対して必要です。EIS の回収率はサンプルマトリックス中でメソッド性能を評価するために使用されます。図 5 に、4 つの表土抽出からの EIS の回収率をプロットしています。EIS 回収率の許容範囲は確立されていませんが、図 5 にはドラフトメソッドの表 9 に記載された最大および最小の EIS 回収率が含まれています。大半の化合物で、表土抽出での EIS 回収率はドラフトメソッド¹の

表 9 に記載された最大および最小の回収率の間に入っています。参考として、EPA メソッド 533 では、同位体希釈類似体の回収率が 50 ~ 200 % 内にあれば許容可能と判断されます。² 表土中の EIS 回収率はこの限度内に入っており、最小回収率は ¹³C₅-PFPeA の 71.3 %、最大回収率は ¹³C₂-8:2FTS の 163.9 % です。すべての抽出物の平均 EIS 回収率は 101 ± 4 % です (95 % 信頼度、96 回測定)。

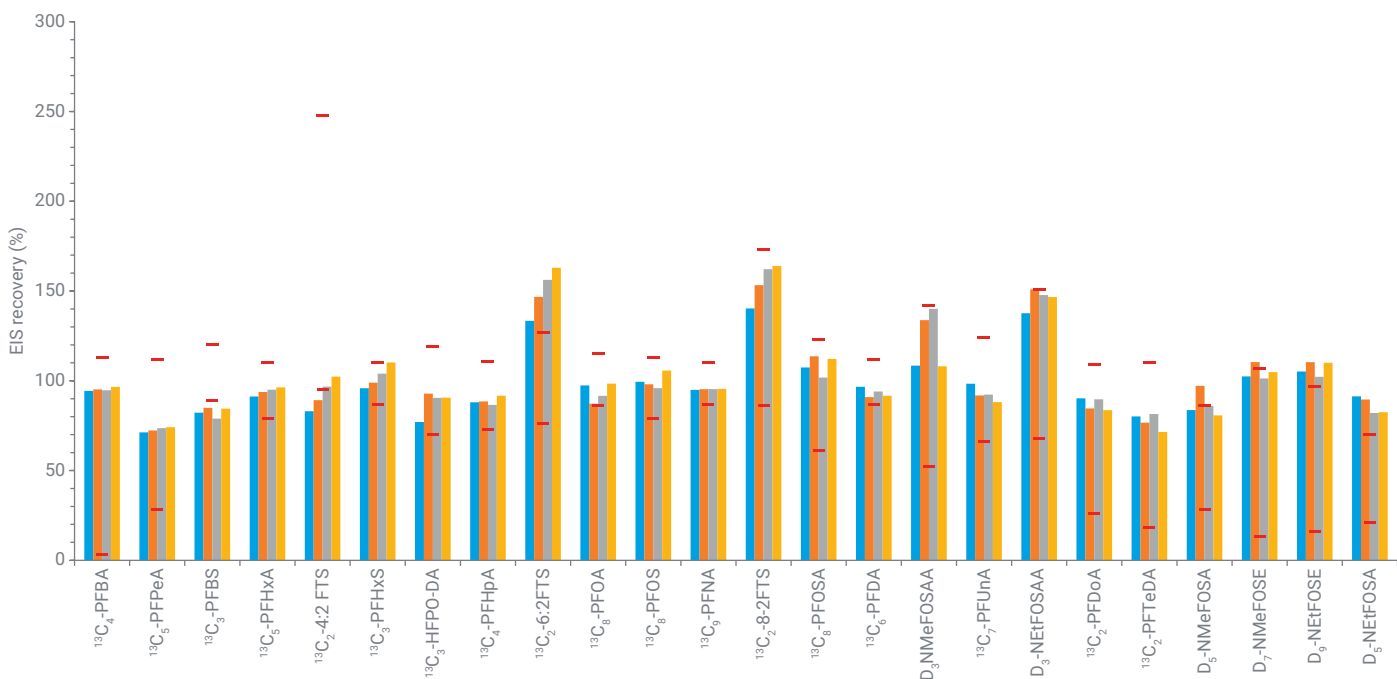


図 5. 4 つのレプリケート表土スパイクの EIS 抽出回収率 (青色、橙色、灰色、黄色のバー)。赤色のハッシュマークは、ドラフトメソッドの表 8A に記載されている EIS の回収率結果を示しています。

メソッドでは、NIS 回収率の計算も必要とされます。¹ これらの化合物を分析直前の最終抽出物に添加するため、主な目的はサンプル分析中のデータ品質の確保です。図 6 に、中レベルの 4 つの表土スパイクレプリケートの平均 NIS 回収率を示します。この図には、ドラフトメソッドの表 10 の予備的な回収率限度が含まれています。今回の調査で測定された NIS 回収率は 87 ~ 104 % の範囲で、ドラフトメソッドの表 10 の 86 ~ 94 %

の範囲の上限よりも大きい値です。今回の調査で測定されたより高い回収率は、より少ない最終抽出量での結果の可能性がります。今回の調査で、5 mL の抽出物で回収された平均量は約 4.5 mL でした。他の一般的な PFAS 環境メソッドでは、抽出されていない内部標準で 50 ~ 150 % の間の回収率は通常、許容可能と判断されます。^{3, 4} すべての NIS 回収率はこの範囲に収まっています。

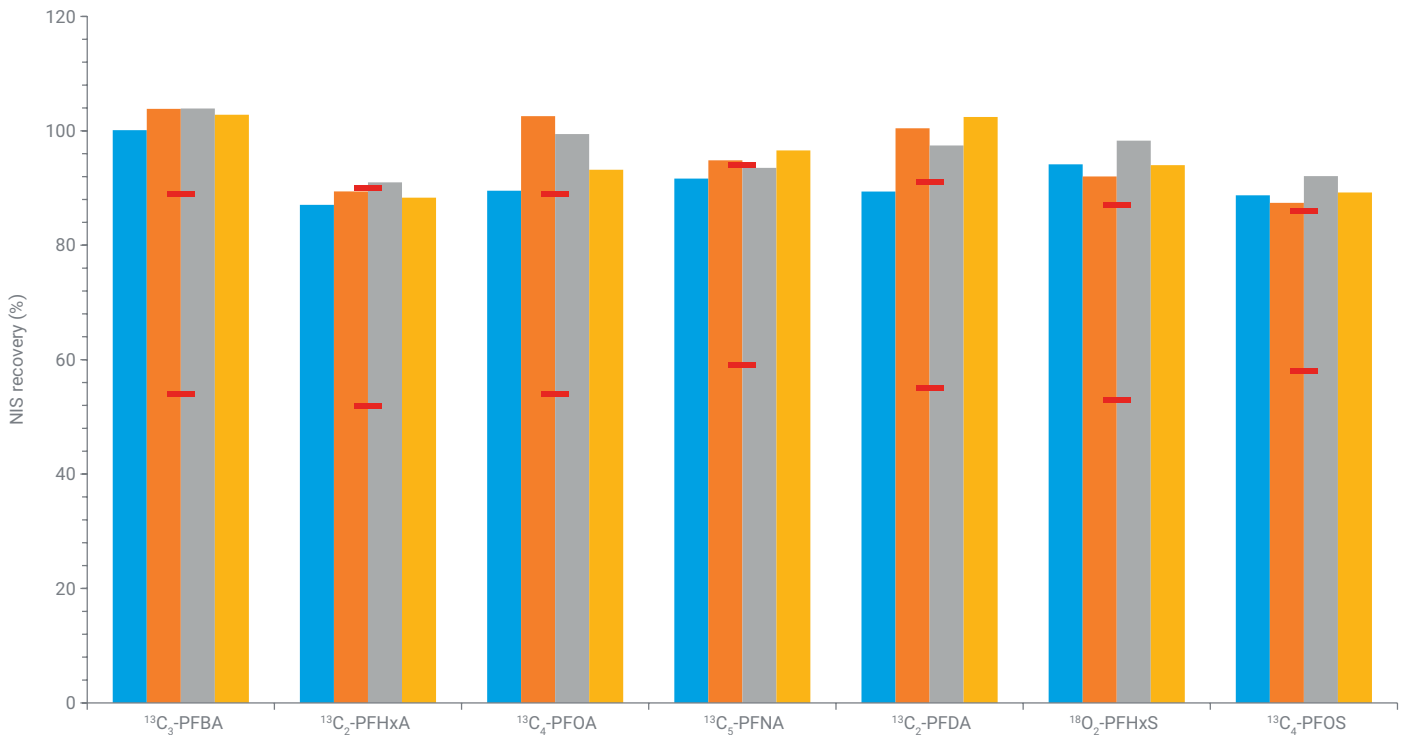


図 6. 4 つの表土スパイクの NIS 回収率の真度（青色、橙色、灰色、黄色のバー）。赤色のハッシュマークは、ドラフトメソッドの表 10 に記載されている EIS の回収率限度を示しています。

メソッドブランク

各サンプルバッチに対してメソッドブランクの分析が必要です。ブランク濃度が、ドラフトメソッド¹のセクション 9.5.2 に記載されている要求事項を超える場合は、補正処置を講じる必要があります。図 7 に、ブランク試薬抽出の結果を示します。図 7 には、今回の調査で最小レベルのキャリブレーション標準として定義された定量の最小レベル (ML) が含まれて

います。すべての化合物で、ブランク PFAS レベルが十分に ML 未満です。ブランクでの濃度測定値がゼロでないものの大半は、MRM ウィンドウ内でのノイズ積算の結果でした。これらの化合物では、ブランクでの濃度測定値は平均で ML の 16 分の 1 です。

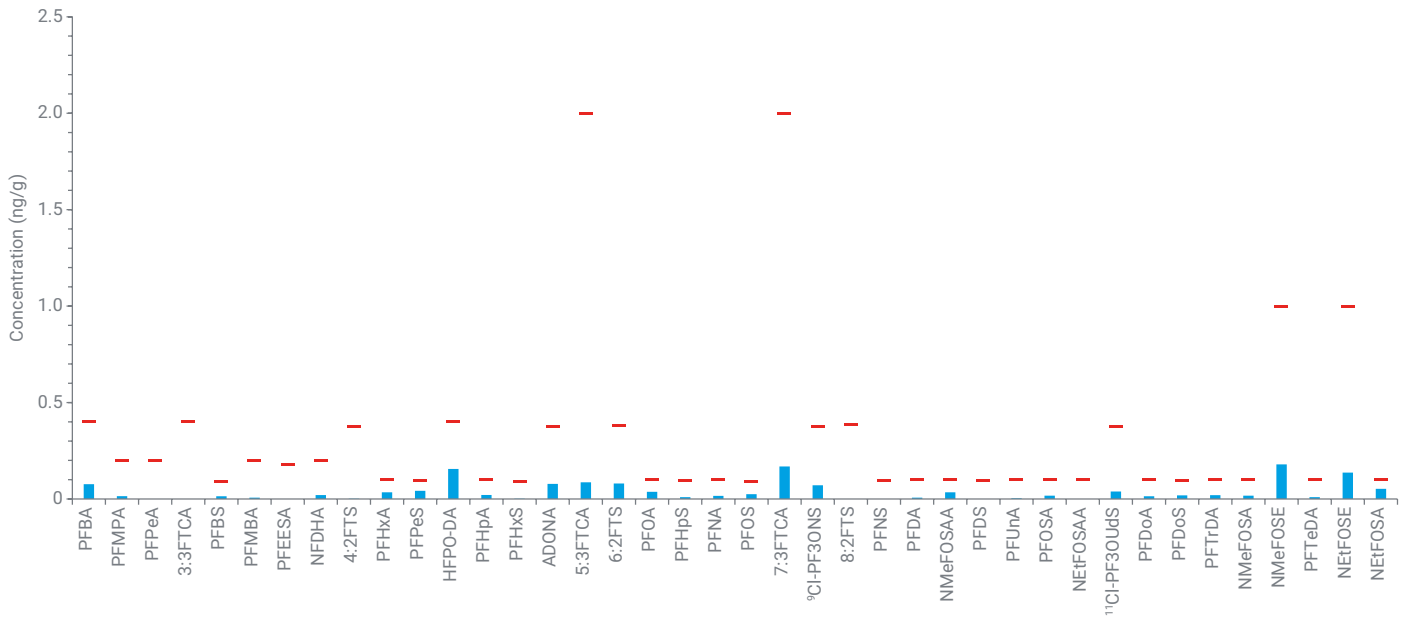


図 7. 試薬砂のメソッドブランク測定 (青色のバー)。赤色のハッシュマークは、最小レベルのキャリブレーション標準で測定した ML を示しています。

表土の分析

ドラフトメソッド¹のセクション 9.8 の記載に従って、レプリケート表土サンプルを分析してサンプリング技法の精度を決定しました。結果を表 5 に示します。6:2FTS、PFOA、PFNA、PFOS の 4 つの化合物が、ML よりも高い濃度でした。パーセント値での差の範囲は、PFNA の 9.5 % から PFOS の 19.6 % までです。ばらつきの最大の原因は、サンプルの不均一性およびサンプル質量の相違に起因します。表土には除去が困難な小枝や小石の破片が含まれ、サンプル質量はおおよそで、回収率は公称 5 g の乾燥質量にスケールリングされます。

表 5. 表土抽出結果

化合物	最初のレプリケート (ng/g)	2 つ目のレプリケート (ng/g)	化合物	最初のレプリケート (ng/g)	2 つ目のレプリケート (ng/g)
PFBA	< ML	< ML	PFOS	0.395	0.325
PFMPA	< ML	< ML	7:3FTCA	< ML	< ML
PFPeA	< ML	< ML	9Cl-PF3ONS	< ML	< ML
3:3FTCA	< ML	< ML	8:2FTS	< ML	< ML
PFBS	< ML	< ML	PFNS	< ML	< ML
PFMBA	< ML	< ML	PFDA	< ML	< ML
PFEESA	< ML	< ML	NMeFOSAA	< ML	< ML
NFDHA	< ML	< ML	PFDS	< ML	< ML
4:2FTS	< ML	< ML	PFUnA	< ML	< ML
PFHxA	< ML	< ML	PFOSA	< ML	< ML
PFPeS	< ML	< ML	NEtFOSAA	< ML	< ML
HFPO-DA	< ML	< ML	11Cl-PF3OUdS	< ML	< ML
PFHpA	< ML	< ML	PFDoA	< ML	< ML
PFHxS	< ML	< ML	PFDoS	< ML	< ML
ADONA	< ML	< ML	PFTrDA	< ML	< ML
5:3FTCA	< ML	< ML	NMeFOSA	< ML	< ML
6:2FTS	0.914	0.802	NMeFOSE	< ML	< ML
PFOA	0.227	0.203	PFTeDA	< ML	< ML
PFHpS	< ML	< ML	NEtFOSE	< ML	< ML
PFNA	0.235	0.214	NEtFOSA	< ML	< ML

マトリックススパイク

マトリックススパイクは、ドラフトメソッド¹のセクション 9.9 に記載されているようにマトリックス効果の追加的な評価として使用できます。つまり、¹³C₃-PFHxS で定量される PFPeS のような同位体類似体のない非標識 PFAS のマトリックス効果を評価するために使用できます。マトリックススパイクは DoD/DoE QSM 5.4⁵ の表 B-24 に指定されているように必要となります。同じ表土スパイクを調製して中レベル濃度の非標識 PFAS で抽出しました。図 8 に、スパイクし表土から抽出した 40 種類のターゲット化合物のパーセント回収率をプロットしました。ML よりも大きく測定された 4 つのターゲット化合物の濃度はスパイクされた濃度から引かれず。両方のサンプルスパイクに対して、回収率は 79.0 ~ 109.6 % の範囲となり、平均回収率が 97 ± 1 % (95 % 信頼度、80 回測定) で、マトリックス中で優れたメソッド性能を示しました。

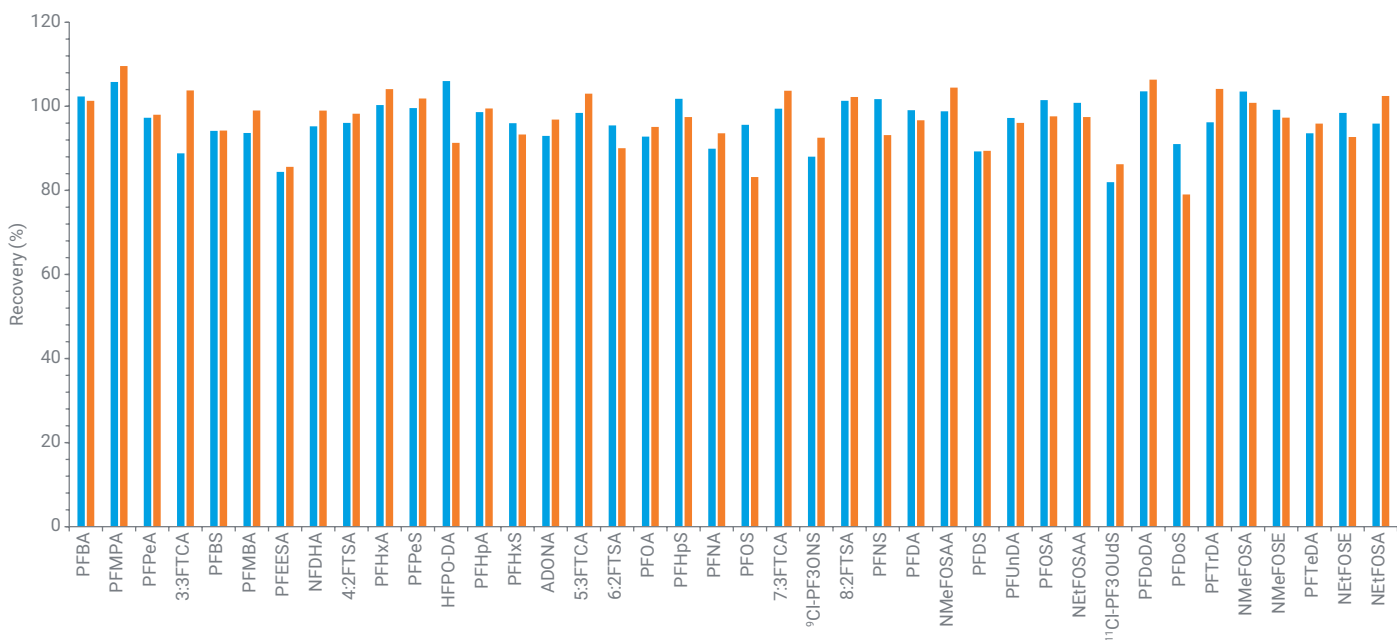


図 8. 中レベルスパイク濃度でのマトリックススパイク (青色) とマトリックススパイク複製 (橙色) の回収率

結論

このアプリケーションノートの結果は、Agilent Bond Elut PFAS WAX SPE および Agilent Carbon S の使用により、US EPA ドラフトメソッド 1633 の固体マトリクスでの単一ラボにおけるバリデーション試験に匹敵する結果が得られることを示しています。

参考文献

1. 3rd Draft Method 1633: Analysis of Per- and Polyfluoroalkyl Substances (PFAS) in Aqueous, Solid, Biosolids, and Tissue Samples by LC-MS/MS. United States Environmental Protection Agency, December **2022**.

ホームページ

www.agilent.com/chem/jp

カスタムコンタクトセンター

0120-477-111

email_japan@agilent.com

本製品は一般的な実験用途での使用を想定しており、医薬品医療機器等法に基づく登録を行っていません。本文書に記載の情報、説明、製品仕様等は予告なしに変更されることがあります。

DE59054271

アジレント・テクノロジー株式会社

© Agilent Technologies, Inc. 2023

Printed in Japan, January 20, 2023

5994-5667JAJP

- Giardina, M. Determination of Per- and Polyfluoroalkyl Substances in Drinking Water Using Agilent Bond Elut PFAS WAX SPE and LC/MS/MS. Agilent Technologies application note, publication number 5994-4960EN, **2022**.
- 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. United States Environmental Protection Agency, **2019**.
- Method 537.1: Determination of Per- and Polyfluoroalkyl Substances in Drinking Water by Solid Phase Extraction and Liquid Chromatography/Tandem Mass Spectrometry (LC/MS/MS) United States Environmental Protection Agency, **2018**.
- Quality Systems Manual for Environmental Laboratories Version 5.4, United States Department of Defense and Department of Energy Consolidated, **2021**.