

Agilent 7010B GC/TQ による フッ素テロマーアルコール類の定量分析



著者

笠松 隆志

アジレント・テクノロジー
株式会社

要旨

Agilent 7010B トリプル四重極 GC/MS (GC/TQ) の MRM モード分析によるフッ素テロマーアルコール類の分析を検討したところ、検出下限 0.2 ~ 0.5 ppb 程度の定量分析が可能でした。

はじめに

ペルフルオロオクタノ酸 (PFOA)、ペルフルオロオクタンスルホン酸 (PFOS) は POPs 条約 (残留性有機汚染物質に関するストックホルム条約) で規制されています。このような PFOA、PFAS に代表される PFAS (パー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) 類の規制は今後も進むと予想されます[1]。最近の研究では、PFOA や PFOS などの前駆物質となりうる揮発性や準揮発性のある PFAS が、PFOA や PFOS などの拡散に寄与している可能性を示唆しています[2]。このような揮発性や準揮発性のある中性 PFAS は GC/MS で分析可能です。中性 PFAS のうち、フッ素テトラメーアルコール (FTOHs) や N-メチルペルフルオロオクタンスルホンアミド (N-MeFOSA)、N-エチルペルフルオロオクタンスルホンアミド (N-EtFOSA)、N-メチルペルフルオロオクタンスルホンアミドエタノール (N-MeFOSE)、N-エチルペルフルオロオクタンスルホンアミドエタノール (N-EtFOSE) の分析について、GC/TQ の MRM モードを使用して検討を行いました。

実験

4:2、6:2、8:2、10:2 FTOH、N-MeFOSA、N-MeFOSE、N-EtFOSA、N-EtFOSE の 0.05、0.1、0.2、0.5、1、2、5、10、20 ppb メタノール溶液を調製して Agilent 7010B GC/TQ の MRM モードで測定を行い検量線を作成して検討を行いました。

測定条件[3]

装置：Agilent 8890B/7010B GC/TQ

GC 条件

カラム：DB-Wax UI 0.25 mm×30 m、0.25 μm
(P/N 122-7032UI)

注入口温度：250 °C

注入モード：パルスドスプリットレス (30 psi、0.75 min)

キャリア流量：ヘリウム 1.2 mL/min

オープン：80 °C (2.5 min) -20 °C/min-240 °C (1 min)

トランスファーライン温度：230 °C

コリジョンガス流量：窒素 1.5 mL/min

クエンチガス流量：ヘリウム 2.25 mL/min

注入量：2 μL

MS 条件

イオン化法：電子イオン化 (70 eV)

イオン源温度：200 °C

四重極温度：150 °C

取り込み条件：表 1 を参照してください

表 1. 対象化合物の MRM 条件

化合物	トランジション 1	トランジション 2
4:2FTOH	244.1→196.1 (0V)	244.1→127.1 (8V)
6:2FTOH	344.0→127.1 (4V)	296.1→127.1 (4V)
8:2FTOH	396.1→127.1 (12V)	444.1→127.1 (4V)
10:2FTOH	505.0→69.0 (60V)	496.1→127.2 (10V)
N-EtFOSA	448.1→69.1 (60V)	512.0→448.0 (10V)
N-MeFOSA	430.2→111.0 (30V)	448.2→69.1 (60V)
N-MeFOSE	526.1→69.0 (60V)	526.1→462.0 (17V)
N-EtFOSE	540.1→69.0 (60V)	540.1→448.0 (20V)

結果

図 1 に各成分の MRM クロマトグラムを示します。ここでは 0.2 ppb (10:2 FTOH のみ 0.5 ppb) のクロマトグラムを示してありますが、10:2 FTOH は 0.2ppb 程度、そのほかの成分は 0.05 ~ 0.1 ppb 程度まで検出できることが分かりました。

0.05 (一部 0.1) ~ 20 ppb の検量線は r^2 で 0.995 ~ 0.999 とおおむね良好でした (図 2)。

0.5 ppb の 8 回測定による再現性は表 2 に示されるように良好な結果が得られました。

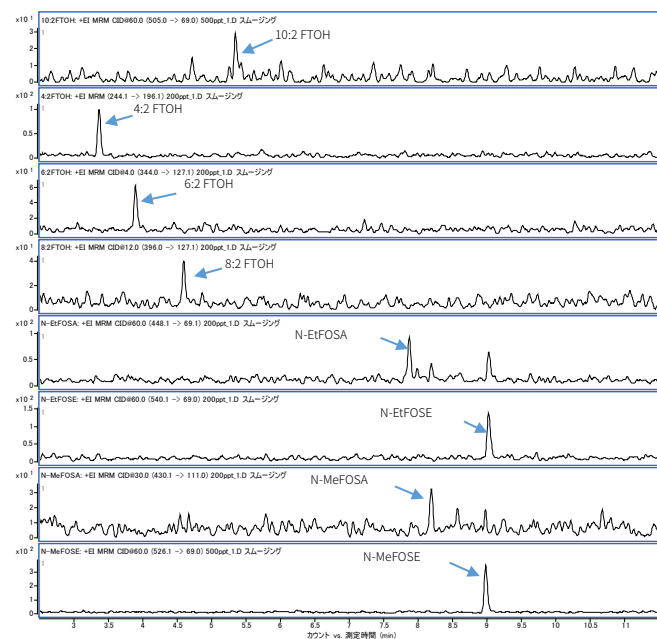


図 1. 各成分の MRM クロマトグラム
(10:2 FTOH は 0.5 ppb、その他は 0.2 ppb)

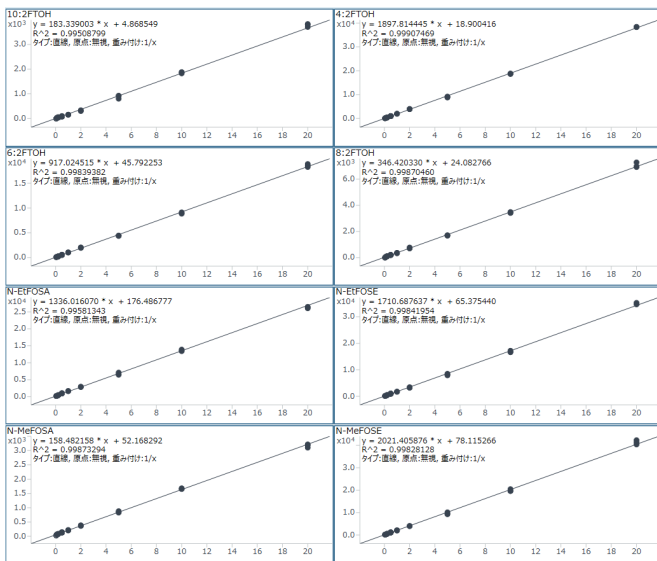


図 2. 各成分の検量線

(10:2 FTOH、N-MeFOSA は 0.1 - 20 ppb、その他は 0.05 - 20 ppb)

表 2. 各化合物の測定再現性 (濃度 0.5 ppb)

化合物	8 回測定的面積の平均値	RSD%
4:2FTOH	1013	3.0
6:2FTOH	542	5.3
8:2FTOH	201	2.7
10:2FTOH	87	4.5
N-EtFOSA	1002	3.0
N-MeFOSA	136	3.2
N-MeFOSE	1157	2.7
N-EtFOSE	994	3.6

結論

Agilent 7010B GC/TQ の MRM モードで PFOS や PFOA の前駆物質と考えられるフッ素テロマーアルコール類の分析を行った結果、検出下限は 0.1 ~ 0.2 ppb 程度、0.2 ~ 0.5 ppb 程度の定量下限で分析を行うことが可能であることが示されました。

参考文献

- [1] Agilent Technologies, Inc., <https://www.chromatographyonline.com/view/guide-to-targeted-quantification-screening-of-pfas-compounds-in-environmental-matrices>
- [2] 東條俊樹, https://www.city.osaka.lg.jp/kenko/cmsfiles/contents/0000489/489968/2019_23_27.pdf
- [3] アジレント・テクノロジー株式会社 アプリケーションノート GCMS-2012010G-001

WEB サイトは 2022 年 1 月 31 日の確認情報です。

ホームページ

www.agilent.com/chem/jp

カスタムコンタクトセンタ

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おりません。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。

DE07681547

アジレント・テクノロジー株式会社

© Agilent Technologies, Inc. 2022

Printed in Japan, February 7, 2022

5994-4722JAJP