

## Agilent InfinityLab Pro iQ Plus 質量検出器での PFAS 化合物の分析



### 著者

Olivier Chevallier  
Agilent Technologies, Inc.

### 概要

このアプリケーションノートでは、Agilent InfinityLab Pro iQ Plus LC/MS システムと Agilent OpenLab CDS 2.8 ソフトウェアを用いた、26 種類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) 標準物質の分析メソッドについて説明します。この研究では良好な直線性が得られ、すべての成分で 0.99 以上の  $R^2$  と、最大 0.1 ng/mL の優れた感度、定量下限 (LOQ) で 10 % 未満の相対標準偏差 (RSD) を示しました。

## はじめに

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) のグループは、世界中の環境で一般的に見られる、有害な残留性の化学物質です。<sup>1</sup> 多くの場合、新しい処理技術による PFAS 除去の評価、修復取り組みの追跡、新しい汚染物質の同定を始めるためのアプリケーションは、高度な分析ツールに依存しています。トリプル四重極質量分析装置は、多くの PFAS アプリケーションに必要な感度と特異性を提供するものの、メンテナンスに高い費用がかかり、大きなラボスペースが必要になることも珍しくありません。

コンパクトでコスト効率に優れた Agilent InfinityLab Pro iQ Plus シングル四重極 LC/MS システムは、規制メソッドの遵守が求められていなかったり、予想濃度が ppb 未満のレベルを超えたりするアプリケーションに対し、効率的な代替手段となります。これは、対応策の調査のための新しい技術を求めている研究機関や、PFAS の排出をモニタリングしているエレクトロニクス/半導体製造現場などの生産施設が該当する可能性があります。さらに、このシステムは、質量分析のためのインフラが限られているラボに実装することで、Agilent OpenLab CDS によるデータ取り込みと分析のための完全統合型ソリューションを提供することも可能です。

このアプリケーションノートでは、標準溶液の繰り返し注入を用いた、PFAS 分析に対する InfinityLab Pro iQ Plus の性能について説明します。

## 実験方法

### 機器構成

この実験は、以下の機器構成を使用して実施しました。

- Agilent Pro iQ Plus LC/MS システム (G6170A)
- Agilent 1290 Infinity II bio バイナリポンプ (G7120A)
- Agilent 1290 Infinity II bio マルチサンプラ (G7167B)
- Agilent 1290 Infinity II bio カラムコンパートメント (G7116B)

### 標準および溶液の調製

この研究のために、LC/MS グレードの溶媒と分析試薬を使用しました。PFAS 標準は Wellington Laboratories から購入しました (表 1)。検量線はメタノール:水 1:1 溶液で作成しました。段階希釈を実行して 9 つのキャリブレーション濃度 (0.1 ~ 100 ng/mL) を調製しました。

表 1. 本アプリケーションノートで分析した PFAS のリスト

分析対象物	CAS No.	分析対象物	CAS No.
9Cl-PF3ONS	756426-58-1	11Cl-PF30UdS	763051-92-9
PFDA	335-76-2	FBSA	30334-69-1
PFPeS	2706-91-4	PFHxA	307-24-4
PFHxS	355-46-4	PFBS	375-73-5
PFHpS	375-92-8	FOSA	754-91-6
PFOS	1763-23-1	NMeFOSAA	2355-31-9
PFNS	98789-57-2	NEtFOSAA	2991-50-6
PFDS	335-77-3	PFUdA	2058-94-8
HFPO-DA (Gen X)	62037-80-3	FHxSA	41997-13-1
ADONA	958445-44-8	PFDoA	307-55-1
PFTTrDA	72629-94-8	PFOA	335-67-1
PFHpA	375-85-9	PFNA	375-95-1
PFTeDA	376-06-7	PFPeA	2706-90-3

### LC/MS 分析

サンプルは、Agilent 1290 Infinity II LC で、C18 逆相クロマトグラフィー (Agilent ZORBAX RRHD Eclipse Plus C18 カラム、部品番号 959758-302)、UHPLC ガードカラム (Agilent ZORBAX RRHD Eclipse Plus C18 ガードカラム、部品番号 821725-901) を組み合わせて分析しました。LC には、ディレイカラム (Agilent InfinityLab PFC ディレイカラム、部品番号 5062-8100) と Agilent InfinityLab Pro iQ Plus シングル四重極質量分析計、Agilent Jet Stream (AJS) ソースを搭載しました。定量を向上させるために、ネガティブスキャンモードで、各成分に対応する選択イオンモニタリング (SIM) によりデータを同時に収集しました。データを取り込み、OpenLab CDS 2.8 を使用して分析しました。ソースパラメータ、SIM パラメータ、HPLC パラメータをそれぞれ表 2、表 3、表 4 に示します。

表 2. 今回の実験で使用した Agilent Pro iQ Plus (G6170A) のためのソースパラメータ

パラメータ	設定値
MS	6170A
イオン源	AJS ESI
乾燥ガス流量	10.0 L/min
ガス温度	120 °C
ネブライザ圧力	25 psi
キャピラリー電圧	2,500 V
シースガス温度	290 °C
シースガス流量	12 mL/min
ノズル電圧	0 V
モード	ネガティブ
スキャン	m/z 100 ~ 800
スキャン時間	50 ms
フラグメンタ	125 V
ゲイン係数	5

AJS = Agilent Jet Stream, ESI = エレクトロスプレーイオン化

表 3. 今回の実験で使用した SIM パラメータ

化合物名	質量 (m/z)	ドウェル (ミリ秒)
PFTeDA	713	5
PFTrDA	663	5
11Cl-PF3OUdS	630.9	5
PFDoA	613	5
PFDS	598.9	5
N-EtFOSAA	584	5
N-MeFOSAA	570	5
PFUdA	563	5
PFNS	548.9	5
9Cl-PF3ONS	530.9	5
PFDA	513	5
PFOS	498.9	5
FOSA	498	5
PFNA	463	5
PFHpS	448.9	5
PFOA	412.9	5
PFHxS	398.9	5
FHxSA	398	5
ADONA	377	5
PFHpA	363	5
PFPeS	349	5
PFHxA	313	5
PFBS	299	5
FBSA	298	5
HFPO-DA	285	5
PFPeA	263	5

表 4. 今回の実験で使用した HPLC パラメータ

パラメータ	設定値
分析カラム	Agilent ZORBAX RRHD Eclipse Plus C18、2.1 × 100 mm、1.8 μm、(部品番号 959758-902)
ガードカラム	Agilent ZORBAX RRHD Eclipse Plus C18 カラム、2.1 × 5 mm、1.8 μm、(部品番号 821725-901)
ディレイカラム	Agilent InfinityLab PFC ディレイカラム、4.6 × 30 mm、(部品番号 5062-8100)
サンブラ温度	6 °C
移動相 A	5 mM 酢酸アンモニウム、水溶液
移動相 B	メタノール
流量	0.4 mL/min
注入量	5 μL
ニードル洗浄	標準洗浄、6 秒、水:イソプロパノール (1:4)
カラム温度	45 °C
ポストタイム	2.5 分
グラジエントプログラム	時間 (分)      %B
	0                    15
	1.0                15
	5.5                70
	7.0                80
	12.0              100
	14.4              100
14.5              15	

## 結果と考察

14.5 分間のグラジエントで、逆相 C18 カラムを使用して良好なクロマトグラフィーによる分離が得られました (図 1)。

検量線は、定量下限で 82 % ~ 114 % の精度と 10 % 未満の面積相対標準偏差 (RSD) により、優れた直線性を示しています (LOQ、表 5)。LOQ はすべての成分で 0.1 ~ 0.5 ng/mL の範囲に収まり、ほとんどの値は 0.2 ng/mL 以下となっています。OpenLab Data Analysis (DA) モジュール内の積分オプティマイザウィザードによって、データ処理メソッド開発を効率的に進めました。このソフトウェアは、多様な成分に対し、個々の検出と積分設定を最適化するための、ステップごとのワークフローを提供します (図 2)。

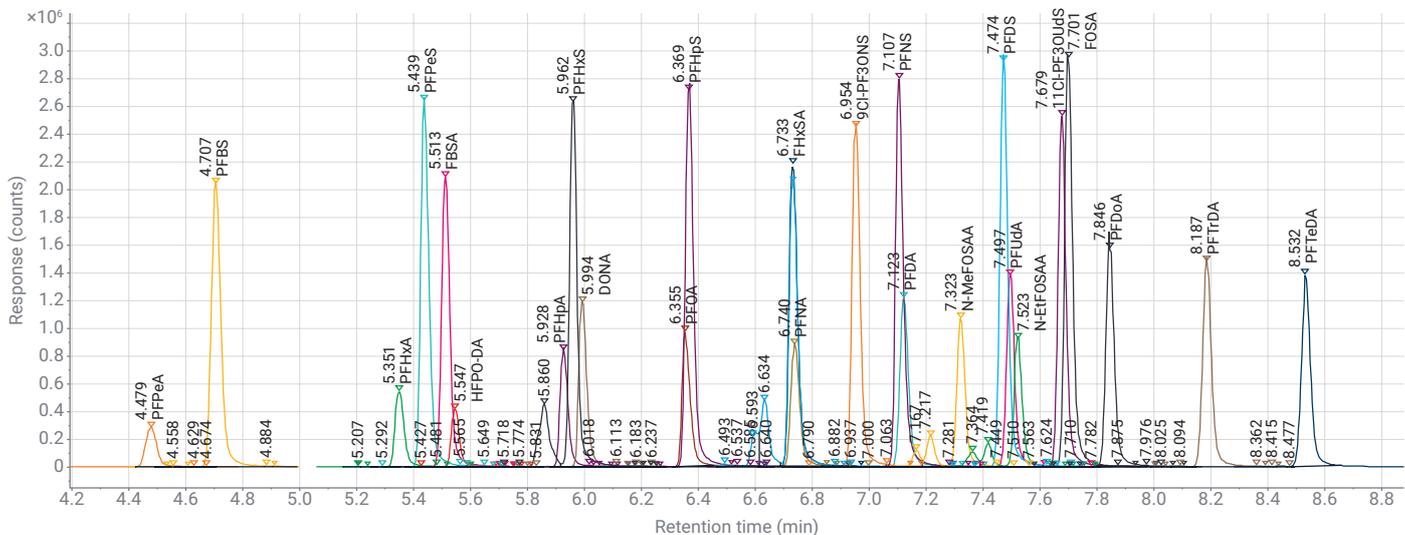


図 1. 50 ng/mL で SIM 取り込みにより得られた 26 種類の PFAS 成分の代表的なクロマトグラム

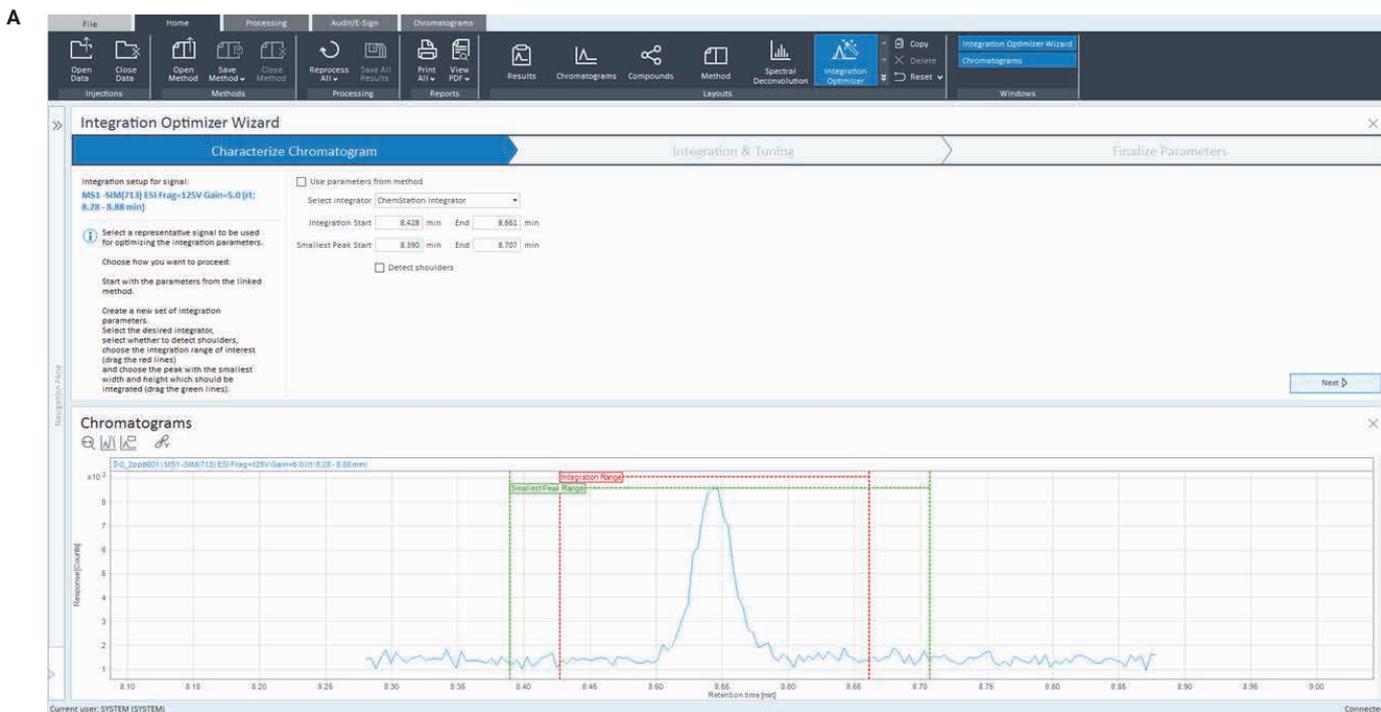


図 2. PFTeDA のための積分最適化ウィザードワークフローの例。最初のステップ (A) は、積分の測定と最小のピーク範囲を示しています。2 番目のステップ (B) は、積分設定の調整を示しています。(C) は設定の概要を示しています。(図は次ページに続く)

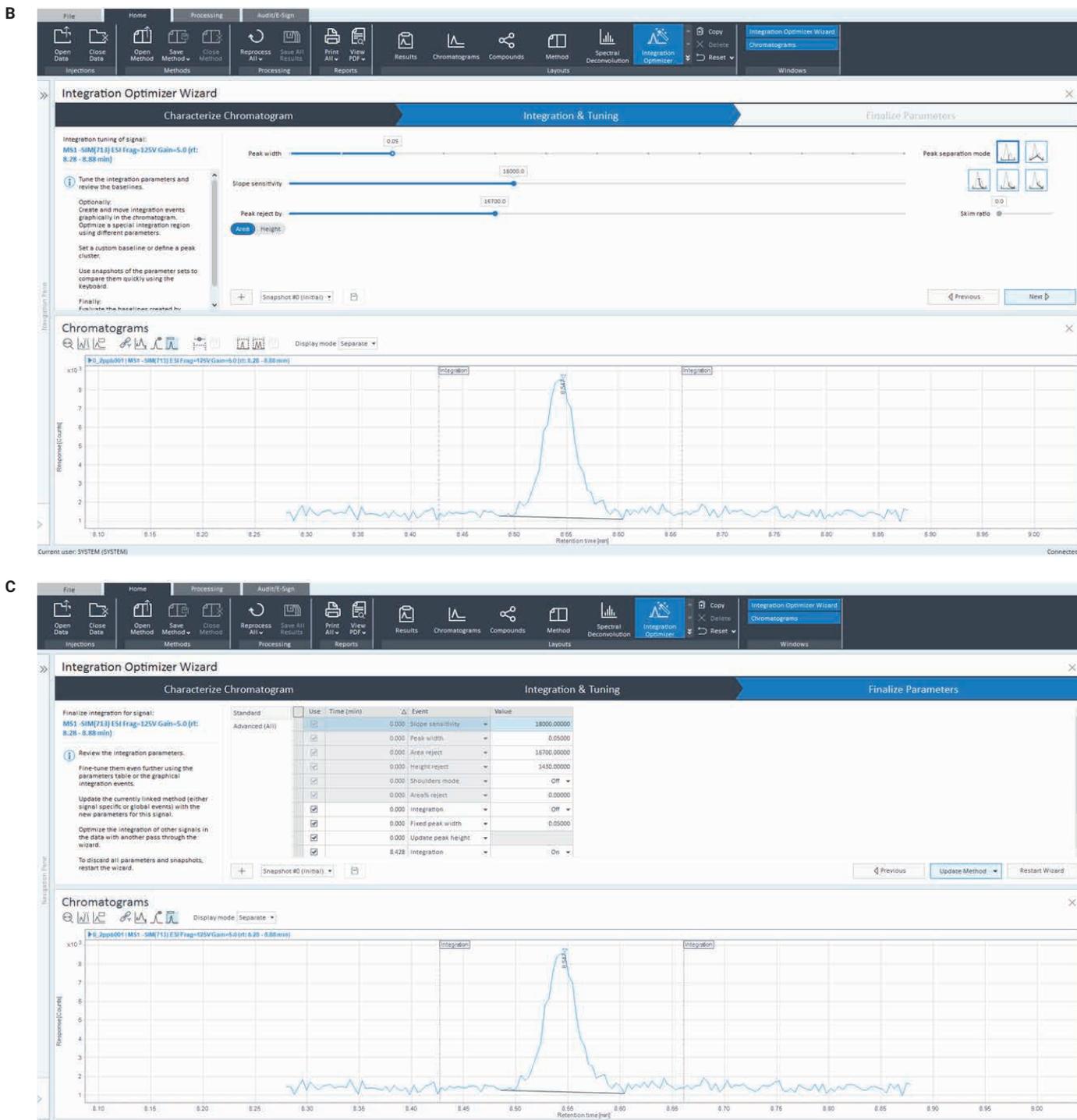


図 2. (前ページからの続き) PFTeDA のための積分最適化ウィザードワークフローの例。最初のステップ (A) は、積分の測定と最小のピーク範囲を示しています。2 番目のステップ (B) は、積分設定の調整を示しています。(C) は設定の概要を示しています。

表 5. 測定された 26 種類の PFAS の検量線 (n = 4)

化合物名	直線範囲 (ng/mL)	R <sup>2</sup>	正確度 (%)	LOQ %RSD
PFTeDA	0.2 ~ 50	0.998	88 ~ 114	9.0
PFTrDA	0.2 ~ 50	0.999	86 ~ 115	4.0
11Cl-PF3OUdS	0.2 ~ 50	0.999	89 ~ 113	5.1
PFDoA	0.2 ~ 50	0.998	87 ~ 117	1.6
PFDS	0.1 ~ 20	0.995	89 ~ 111	7.4
N-EtFOSAA	0.1 ~ 20	0.996	92 ~ 107	0.9
N-MeFOSAA	0.1 ~ 50	0.999	84 ~ 108	2.9
PFUdA	0.1 ~ 20	0.993	86 ~ 112	5.0
PFNS	0.1 ~ 20	0.992	85 ~ 113	1.1
9Cl-PF3ONS	0.1 ~ 50	0.998	85 ~ 112	3.9
PFDA	0.1 ~ 20	0.992	81 ~ 114	5.9
PFOS	0.1 ~ 20	0.991	82 ~ 115	3.2
FOSA	0.2 ~ 20	0.995	90 ~ 109	2.9
PFNA	0.2 ~ 20	0.992	89 ~ 114	1.7
PFHpS	0.2 ~ 20	0.992	88 ~ 112	3.1
PFOA	0.2 ~ 20	0.992	83 ~ 113	7.3
PFHxS	0.2 ~ 50	0.996	81 ~ 115	2.9
FHxSA	0.2 ~ 50	0.991	85 ~ 115	2.5
ADONA	0.2 ~ 50	0.998	88 ~ 113	4.7
PFHpA	0.2 ~ 20	0.996	89 ~ 111	3.7
PFPeS	0.2 ~ 50	0.998	82 ~ 113	5.4
PFHxA	0.2 ~ 50	0.996	84 ~ 117	4.2
PFBS	0.2 ~ 50	0.998	90 ~ 112	2.8
FBSA	0.2 ~ 50	0.999	90 ~ 111	3.7
HFPO-DA	0.5 ~ 50	0.999	93 ~ 107	2.2
PFPeA	0.2 ~ 50	0.999	89 ~ 110	7.4

OpenLab CDS 2.8 でのデータ分析では、結果のタイムリーな処理と容易な視覚化が可能です。テンプレートのライブラリを用いてレポートを生成したり、ユーザーのニーズに合わせてレポートを完全にカスタマイズしたりできます。次にレポートを、多数の一般的なデータフォーマットでエクスポートできます (図 3)。

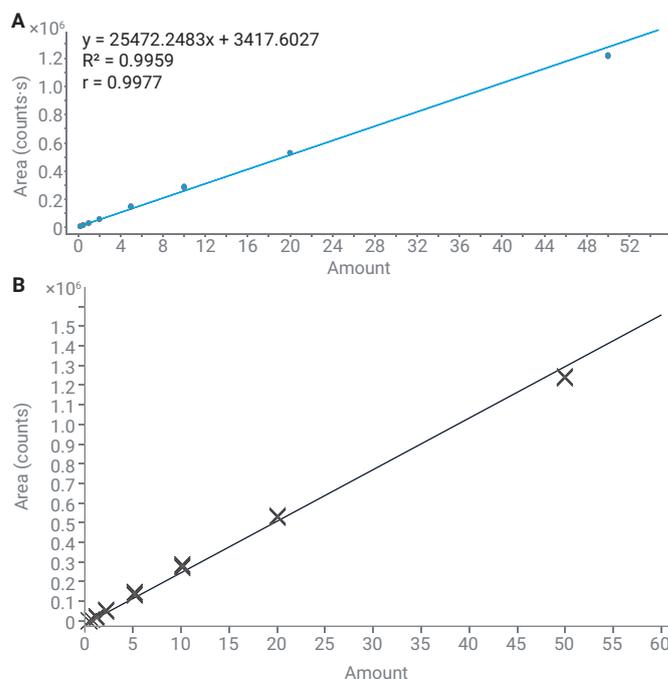


図 3. (A) OpenLab CDS Acquisition ソフトウェア内、および (B) OpenLab レポートからの代表的な検量線

SIM 取り込みによる高速スキャンスピードにより、すべての成分に対し LOQ においても十分なデータポイントを収集でき (図 4)、さらには MS スキャンを同時に取得することができます。この分解研究においては、追加の質量分析情報が得られます。

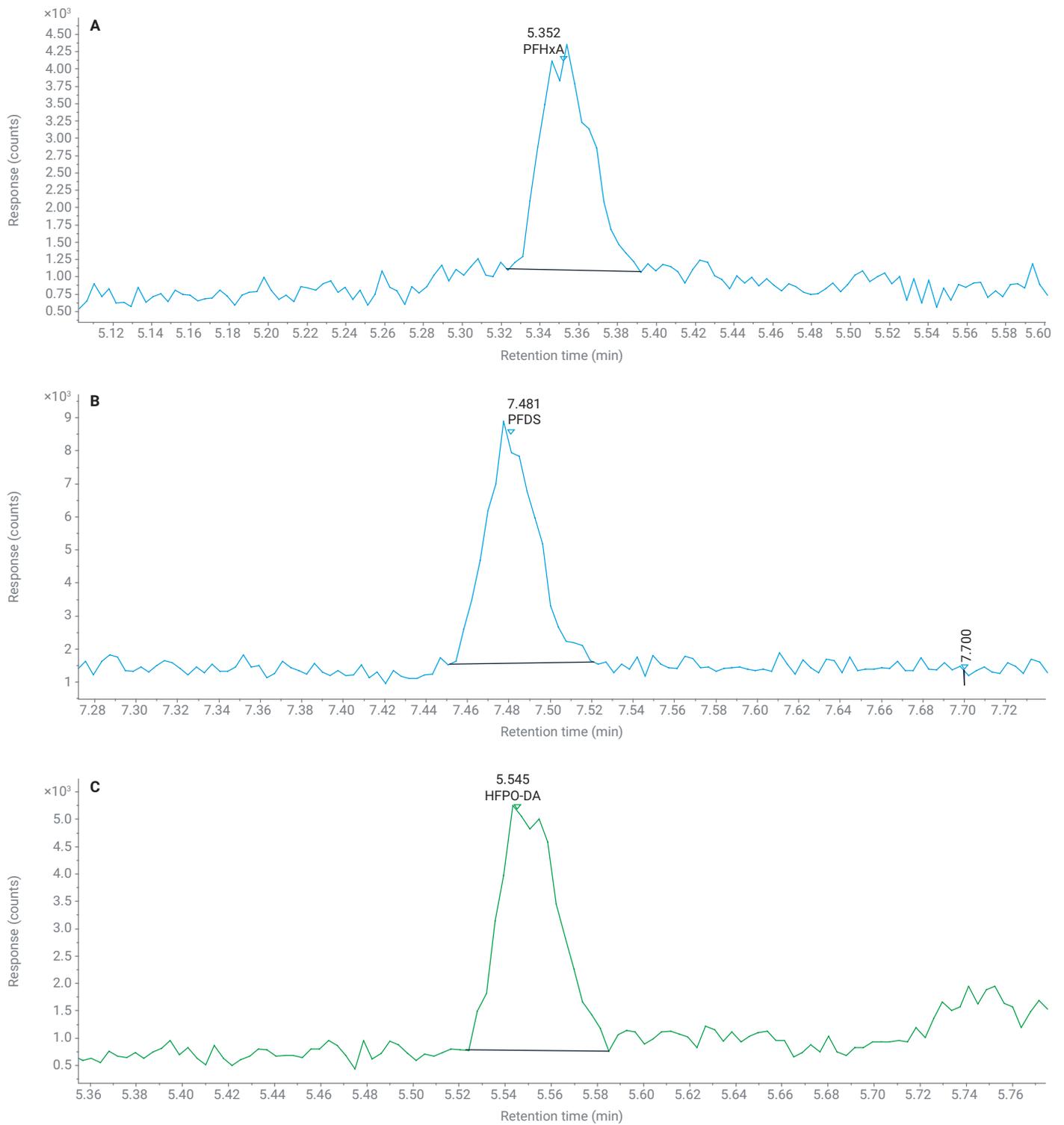


図 4. LOQ における (A) PFHxA (0.2 ng/mL)、(B) PFDS (0.1 ng/mL)、(C) HFPO-DA (0.5 ng/mL) の代表的なクロマトグラム

## 結論

このアプリケーションノートで説明されているメソッドは、SIM 取り込みとデータ分析のための統合型ソリューションを使用して、ppb 未満の PFAS 定量に対する実践的なアプローチを提供します。Agilent InfinityLab Pro iQ Plus LC/MS システムでは、ユニット質量検出器を対象に、優れた感度に加え、優れた直線性と再現性が実証されています。Agilent OpenLab CDS 2.8 によるデータ取り込みから最後のレポート作成までの統合型ワークフローにより、分析結果を円滑に取得することができます。

## 参考文献

1. Evich, M. G.; et al. Per- and Polyfluoroalkyl Substances in the Environment. *Science* **2022**, 375(6580). <https://doi.org/10.1126/science.abg9065>.

ホームページ

[www.agilent.com/chem/jp](http://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](mailto: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。

DE-006229

アジレント・テクノロジー株式会社  
© Agilent Technologies, Inc. 2025  
Printed in Japan, May 19, 2025  
5994-8355JAJP