アプリケーションノート

環境

Agilent Ultivo トリプル四重極 LC/MS を用いた水道水中の PFAS 直接分析

著者

安田 恭子
城代 航
澤田 浩和

アジレント・テクノロジー
株式会社

要旨

令和 2 年 3 月に示された水質管理目標設定項目に新たに目標 31 としてペルフルオロオクタンスルホン酸（PFOS）およびペルフルオロオクタン酸（PFOA）が追加されました。また翌年の令和 3 年 3 月には、ペルフルオロヘキサンスルホン酸（PFHxS）が要検討項目に追加されました。目標値は暫定で PFOS、PFOA の濃度の和が 0.00005 mg/L 以下（50 ng/L）と定められました。尚、PFOS、PFOA それぞれにおいて目標値の 1/10 の濃度である 5 ng/L 以下を定量下限とし、5 ng/L 付近の変動が 20 % 以下となることが規定されています。本報では水道水中の PFOS、PFOA および PFHxS 分析において、LC/MS 法による直接分析を検討しました。その結果、PFOS、PFOA および PFHxS それぞれの濃度において 1 ng/L を検出可能であり、感度・再現性ともに良好な結果が得られました。

測定システム

Agilent 1260 Infinity II LC システム

G7104C フレキシブルポンプ

G7167B マルチサンプラ

G7116B マルチカラムサーモスタット

Agilent Ultivo トリプル四重極 LC/MS

試料調製

標準物質混合溶液は Wellington Laboratories より購入しました。標準品は 1000 ng/L まではメタノールで希釈し、それ以降は超純水で 1、2、5、10、20 および50 ng/L の濃度となるように希釈しました。PFAS のコンタミネーションを防ぐため、バイアルはポリプロピレン製のもの（Agilent、5191-8121）を用いました。同じくキャップもポリプロピレン製のもの（Agilent、5191-8151）を使用しました。

また、測定に使用した移動相はすべて PFAS 分析グレードのものを用いました。

分析条件

分析条件を表 1 に示しました。MS はイオン源に AJS（ESI）を用い、負イオンモードで測定しました。HPLC カラムは内径 2.1 mm、長さ 100 mm の Agilent ZORBAX Eclipse Plus C18 カラムを用いました。ポンプ由来の有機フッ素化合物を捕集する目的で Agilent PFC Delay Column（4.6 × 30 mm）をポンプとオートサンプラーの間に設置しました。定量に使用する MRM トラジションは、通知法の指示に従いました。MRM の情報は表 2 にまとめました。

表 1. 分析条件

パラメータ	値
乾燥ガス	N_2、250 °C、10 L/min
シースガス	N_2、350 °C、10 L/min
極性	負イオンモード
イオンソース	AJS（Agilent Jet Stream、ESI）
ネブライザ	N_2、40 psi
ノズル電圧	0 V
キャピラリ電圧	2500 V
測定モード	ダイナミック MRM
カラム	ZORBAX Eclipse Plus C18 RRHD 2.1 x 100 mm, 1.8 µm（959758-902、Agilent）
ディレイカラム	PFC Delay Column 4.6 × 30 mm（5062-8100、Agilent）
移動相	A：2 mM 酢酸アンモニウム水溶液
	B：アセトニトリル
	30 %B（0 分）––100 %B（10 分）–– 100 %B（15 分）––30 %B（15.1 分）––30 %B（22 分）
流速	0.3 mL/min
カラム温度	40 °C
注入量	20 µL
サンプル希釈溶媒	超純水

表 2. MRM 条件

化合物名	フラグメンタ	定量トランジション	コリジョンエネルギー	確認トランジション	コリジョンエネルギー
PFOS	120	499 -> 80	65	499 -> 99	55
PFOA	80	413 -> 169	15	413 -> 369	6
PFHxS	120	399 -> 80	55	399 -> 99	45

結果

標準品 1 ～ 50 ng/L のクロマトグラムを図 1 に示しました。ブランク測定でピークが観測されなかったことから、システム由来のコンタミネーションは生じていないことが示されました。

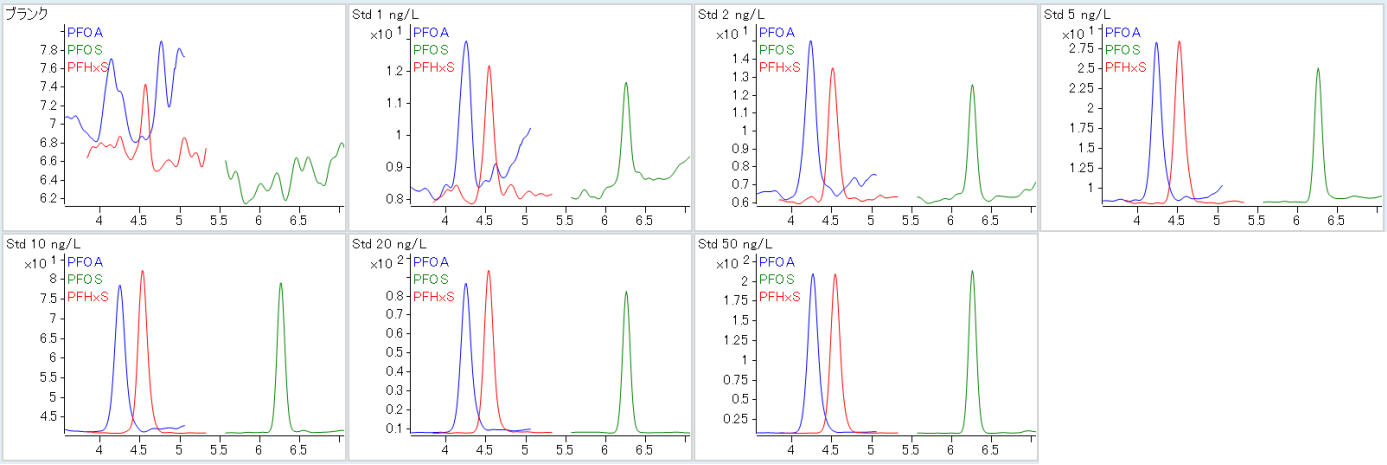

図 1. 標準品およびブランクのクロマトグラム

また標準品 2 ng/L における 5 回の繰り返し精度は、それぞれ面積値 RSDが 7.14% (PFOS)、2.37% (PFOA)、および6.35% (PFHxS) と良好でした。

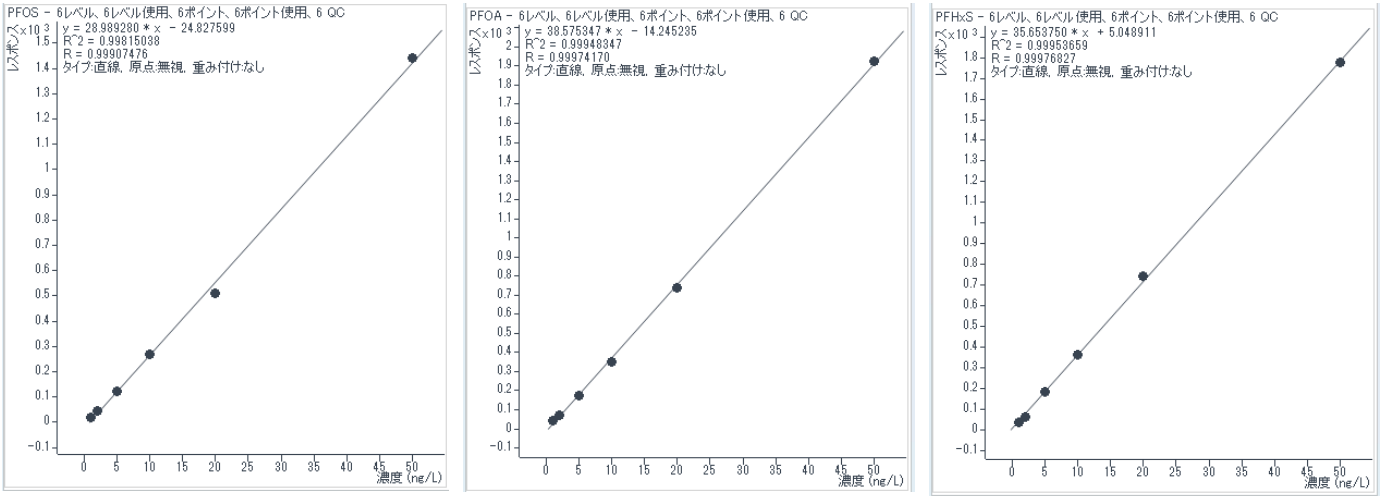

図 2. 1 ～ 50 ng/L の検量線

1 ～ 50 ng/L の検量線を図 2 に示しました。すべての化合物において決定係数 0.999 以上の良好な検量線が取得できました。また各データポイントの真度も 80 ～ 120 % の範囲に収まりました。

最後に水道水への添加回収試験を行いました。添加回収試験は、水道水に PFAS 標準品を 2 ng/L の濃度となるよう添加して行いました。回収率および 5 回繰り返しの再現性を表 3 にまとめました。その結果すべての化合物において回収率が 80 ～ 120 % の範囲におさまることがわかりました。また併行精度も 10 % 以内と良好でした。

表 3. 添加試料評価の結果

化合物名	水道水併行精度 / %	添加試料併行精度 / %	回収率 / %
PFOS	3.86	4.23	80.4
PFOA	5.89	3.35	104.5
PFHxS	4.10	6.57	96.7

まとめ

アジレント Ultivo トリプル四重極 LC/MS を用いて、試料直接導入による簡便かつ高感度な PFOA、PFOA および PFHxS の分析条件を検討しました。その結果、感度、直線性、真度が良好な結果が得られ、本報は直接分析法として有効であることが示されました。

ホームページ
www.agilent.com/chem/jp

カストマコンタクトセンタ
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。

DE22217643

アジレント・テクノロジー株式会社
© Agilent Technologies, Inc. 2024
Printed in Japan, March 4, 2024
5994-7255JAJP

Agilent
Trusted Answers