

LC-MSによる有機フッ素化合物(PFOA, PFOS)の分析

Analysis of Perfluorochemicals (PFOA, PFOS) using LC-MS

ペルフルオロオクタン酸 (PFOA) とペルフルオロオクタンスルホン酸 (PFOS) は、直鎖状に並んだ7個と8個の炭素にフッ素原子が結合し、末端にカルボキシル基とスルホン酸基を有した有機フッ素化合物です。これらは親水性官能基および疎水性のアルキル側鎖を有するため、水と油どちらにも溶けやすいという性質を持っています。そのような性質を利用して、PFOA, PFOSやその類縁物質は、界面活性剤、撥水剤、防水剤などで多くの工業製品に使用されてきました。しかし、炭素原子とフッ素原子の結合は非常に強く安定な化合物であることから、近年、

地球全体の規模で人体、野生動物に蓄積、環境中に残留していることが様々な研究でわかってきました。生物学的な毒性はまだ完全には解明されていませんが、新しい残留性有機汚染物質として注目されています。

ここでは、代表的なPFOA とPFOSのLC-MSによる同時分析をご紹介します。Fig.1には、PFOAおよびPFOSの負イオンESIマスペクトルを示します。 m/z 413 および499に各々の脱プロトン分子が観察されます。Fig.2には標準品の全イオンおよびマスキロマトグラムを示します。

M.Kobayashi

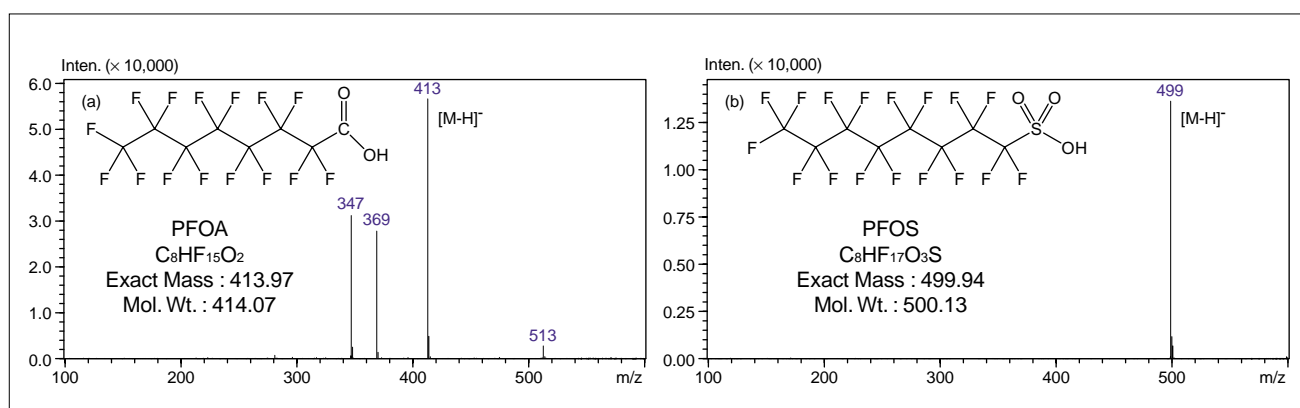


Fig.1 PFOA (a)とPFOS (b)のESIマスペクトル
ESI MS spectrum of PFOA (a) and PFOS (b).

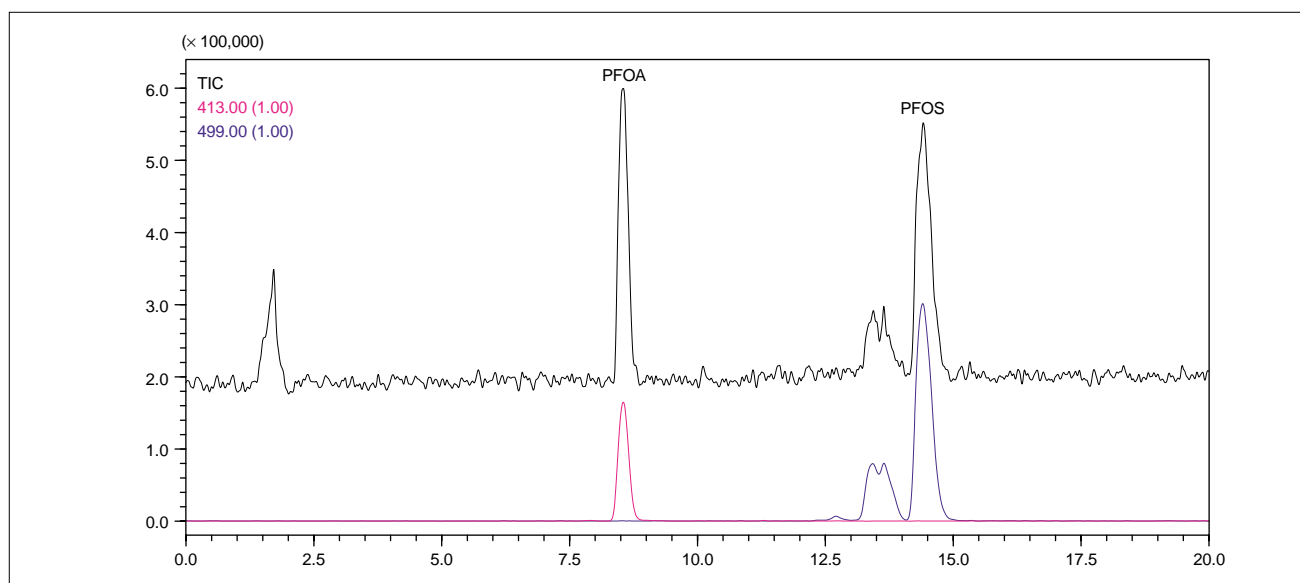


Fig.2 PFOAとPFOSの全イオンとマスキロマトグラム(各 1 mg/L)
Total Ion and Mass Chromatogram of PFOA and PFOS (each 1 mg/L).

Fig.3には6点検量線(0.1~50 µg/L)を示しました。両成分ともこの濃度範囲において相関係数, 決定係数とも0.9999以上と良好な直線性を示しています。さらに良好な再現性(n=5)が得られている事(Table 1, 2)から, LC-MSを用いる事で高感度な定量分析が可能である事が分かります。

なお, PFOA汚染を低減させるよう, 移動相, サンプル

調製に使用する溶媒および使用器具には細心の注意が必要です(市販のLC-MS用溶媒を使用)。また, LCシステムのフッ素樹脂からのPFOA溶出を避けるため, 今回はオンライン脱気装置を使用せず, 移動相はオフラインで脱気したものを使用し, フッ素樹脂製配管をPEEK製配管に交換して分析しました。

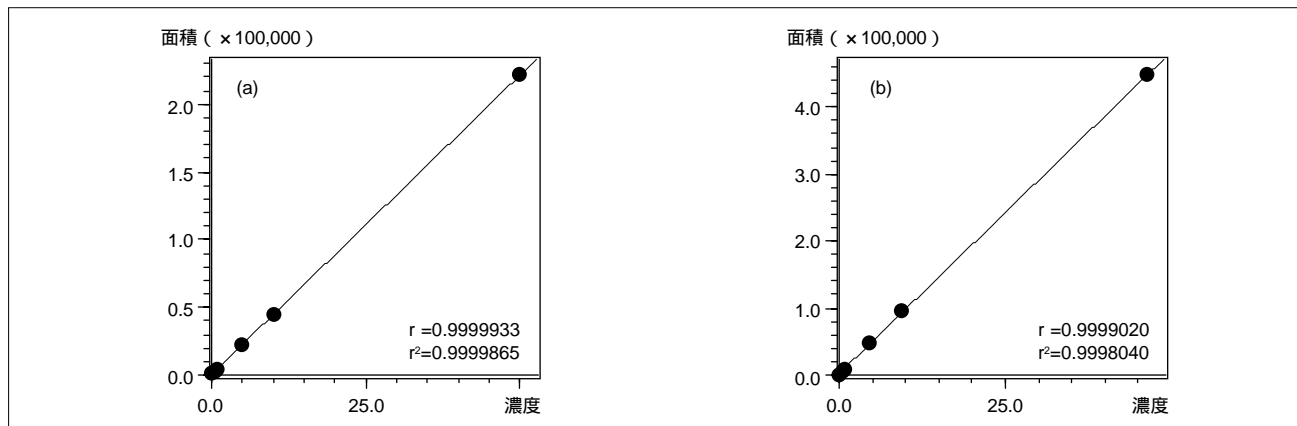


Fig.3 PFOA (a)とPFOS (b)の検量線
Calibration curve of PFOA (a) and PFOS (b).

Table 1 PFOA(*m/z* 413)のピーク面積値再現性
Repeatability of peak area of PFOA (*m/z* 413).

Conc. (µg/L)	1st	2nd	3rd	4th	5th	Average	Standard Deviation	%RSD
0.1	994	669	445	626	814	710	206	29.09
0.5	2544	2544	2671	2356	2581	2539	115	4.52
1	4766	4861	4591	4498	4576	4658	150	3.21
5	23092	23574	22134	22768	22553	22824	545	2.39
10	44902	45143	44960	44871	46270	45229	591	1.31
50	218423	224210	221993	220259	222012	221379	2167	0.98

Table 2 PFOS(*m/z* 499)のピーク面積値再現性
Repeatability of peak area of PFOS (*m/z* 499).

Conc. (µg/L)	1st	2nd	3rd	4th	5th	Average	Standard Deviation	%RSD
0.09	1036	1148	1223	1038	1129	1115	79	7.11
0.47	4921	5288	4856	5286	5580	5186	298	5.74
0.93	9690	9782	10280	10160	9346	9852	376	3.82
4.65	48977	48215	48614	47895	46993	48139	759	1.58
9.29	95648	96583	96178	95826	95206	95888	523	0.55
46.46	451014	445768	450017	445595	446550	447789	2540	0.57

Table 3 LC-MSの分析条件
Analytical conditions for LC-MS

Column	: Shimadzu Shim-pack FC-ODS (2.0 mmI.D. × 150 mmL.)		
Mobile phase A	: 5 mmol/L ammonium acetate - water		
Mobile phase B	: acetonitrile		
Time program	: 35 % B (0 min)→50 % B (7.5 -12 min)→90 % B (20 min)→35 % B (20.01 min) →STOP (30 min)		
Flow rate	: 0.2 mL/min		
Injection volume	: 10 µL	Column temperature	: 40 °C
Probe voltage	: -3.5 kV (ESI-Negative mode)	Block heater temperature	: 200 °C
CDL temperature	: 250 °C		
Nebulizing gas flow	: 1.5 L/min		
CDL voltage	: using default value		
Q-array DC & RF voltages	: using default values		
Drying gas pressure	: 0.1 MPa		
Scan range	: <i>m/z</i> 100-600		
SIM	: <i>m/z</i> 413 for PFOA (Segment 1 : 0-12 min), <i>m/z</i> 499 for PFOS (Segment 2 : 12-30 min)		

初版発行 : 2007年12月

島津製作所 分析計測事業部
応用技術部

島津分析コールセンター

☎0120-131691(携帯電話不可)
●携帯電話専用番号(075)813-1691

本資料は発行時の情報に基づいて作成されており, 予告なく改訂することがあります。改訂版は右に示す島津WEBで閲覧できます。

会員制情報提供サービス「Shim-Solutions Club」にご登録下さい。
<http://solutions.shimadzu.co.jp/>
いろいろな情報提供サービスが受けられます。

3100-12702-660-1K
2007.12