

Application News

高速液体クロマトグラフ質量分析計 LCMS™-8060NX

ASTM D8421-22に基づくトリプル四重極型 LC/MS/MSを用いた工場排水中のPFAS分析

岩佐 奈実¹、William Lipps²、Yusuke Mizuno²
1 島津製作所、2 Shimadzu Scientific Instruments

ユーザーベネフィット

- ◆ ASTM D8421-22を参考に、LCMS-8060NXを用いて44種の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（PFAS）と24種のサロゲート化合物を一斉に測定することが可能です。
- ◆ 条件の最適化により、炭素鎖の短いPFASについても良好なピーク形状・分析精度で測定可能です。
- ◆ ASTM D8421-22は抽出方法が簡便であり、工場排水サンプルに含まれるPFASについて良好な回収率で定量できます。

■はじめに

PFASとは有機フッ素化合物の総称で、PFASに該当する化合物は炭素鎖の長さや官能基の違いなどにより数千種類以上であるとされています。耐熱性や撥水性などの優れた化学的性質を有するため、広範な消費生活用製品や産業用途に使用されていますが、非常に安定性が高く環境中に残存しやすいことから、環境汚染物質のひとつとして世界的に規制化が進み、近年分析需要が高まっています。

米国試験材料協会（American Society for Testing and Materials: ASTM）の規格D8421-22¹⁾は、LC/MS/MS法による非飲料水試料中のPFAS分析法です。この方法では、水試料に対してメタノールを1対1になるように添加・混合し、LC/MS/MSで測定する方法です。測定対象化合物として短鎖から長鎖のPFASが定められており、炭素鎖長の異なる化合物の一斉分析を実現するには分析条件の工夫が必要です。

本稿では、LCMS-8060NX (図1) を用いて、ASTM D8421-22に記載されているすべての化合物の一斉分析メソッドの検討と、工場排水中のPFAS分析を行った結果をご紹介します。

■分析条件

HPLCおよびMSの分析条件を表1に示します。

測定対象化合物はASTMD8421-22に記載のすべての化合物としました。本稿で検討した測定対象化合物と定量範囲を表2に示します。

表1 分析条件

[HPLC conditions] Nexera™ X3	
Analytical Column	: Shim-pack™ GIST-HP C18 (100 mm x 3.0 mm I.D., 3 μm) (Shimadzu GLC, P/N: 227-30040-04)
Delay column	: Shim-pack Scepter™ C18-120 (100 mm x 2.1 mm I.D., 3 μm) (Shimadzu GLC, P/N: 227-31014-05)
Mobile Phases	: A) 2 mmol/L Ammonium Acetate in H ₂ O/ Acetonitrile = 95/5 B) Acetonitrile
Gradient Program	: B conc. 10% (0 min) ⇒ 22% (2.3-3.0 min) ⇒ 45% (6.0 min) ⇒ 80% (13.0 min) ⇒ 95% (14.0-16 min) ⇒ 10% (16.01-20.0 min)
Flow Rate	: 0.6 mL/min
Column Temp.	: 40 °C
Injection Volume	: 25 μL
Multiple draw injection program	: Co-injection 25 μL Sample → 25 μL 0.1% Acetic acid in H ₂ O
[MS conditions] LCMS-8060NX	
Ionization	: ESI (Negative mode)
Interface Temp.	: 170 °C
Interface Voltage	: -0.5 kV
Focus Voltage	: -2 kV
ESI Probe Position	: +3 mm
Nebulizing Gas Flow	: 3 L/min
Drying Gas Flow	: 5 L/min
Heating Gas Flow	: 15 L/min
DL Temp.	: 200 °C
Heat Block Temp.	: 300 °C



図1 LCMS™-8060NX

■標準試料の調製

標準溶液の調製は、EPA Method 1633でも使用可能なWellington Laboratories社の混合標準液6種（PFAC-MXF, PFAC-MXG, PFAC-MXH, PFAC-MXI, PFAC-MXJ, MPFAC-HIF-ES）と単品の標準液4種（FHUEA, FOUEA, HQ-115, PFPrA）を用いて、表2に示した検量線範囲になるように希釈調製を行いました。

個々の標準溶液を50:50 (vol:vol) メタノール/水になるように調製し、ボルテックスを行い、終濃度0.1 %となるように酢酸を加え混合しました。調製した標準試料の最終濃度を表3に示します。

今回使用した混合標準液は、化合物ごとに濃度が一律ではないため、15個の標準溶液を調製しました。そして、化合物に応じて6から10個の検量点を選択し、検量線を作成しました。

標準溶液はポリプロピレン(PP) 容器に保存しました。分析に先立ち、標準溶液を十分に混合し、次いで2 mLのポリプロピレン製のLCバイアル（Shimadzu GLC, P/N: GLC-IVS-100）に移し、24時間以内に測定しました。試料または標準溶液をLCバイアルに入れておくと、一部のPFASがバイアル中で沈殿や吸着することがあるため、均一な状態で測定することが推奨されます。

■サンプルの準備

15 mLのポリプロピレンバイアルに、5 mLの水試料にサロゲート混合溶液を添加した後、メタノール5 mLを加え、約2分間ボルテックスで混和しました。混合した後、酢酸を加えてpH~4に調整しました。上清をPFASを含まないことを事前に確認したバイアル（Shimadzu GLC, P/N: GLC-IVS-100）に移しました。

検量線から得られた定量値を2倍することで、水試料中の最終濃度を算出しました。

表2 測定化合物リスト

化合物名	略称	CAS番号	定量範囲 (ng/L)
Perfluorotetradecanoic acid	PFTreA	376-06-7	10-400
Perfluorotridecanoic acid	PFTriA	72629-94-8	10-400
Perfluorododecanoic acid	PFDoA	307-55-1	10-400
Perfluoroundecanoic acid	PFUnA	2058-94-8	10-400
Perfluorodecanoic acid	PFDA	335-76-2	10-400
Perfluorononanoic acid	PFNA	375-95-1	10-400
Perfluorooctanoic acid	PFOA	335-67-1	10-400
Perfluoroheptanoic acid	PFHpA	375-85-9	10-400
Perfluorohexanoic acid	PFHxA	307-24-4	10-400
Perfluoropentanoic acid	PFPeA	2706-90-3	50-1000
Perfluorobutanoic acid	PFBA	375-22-4	50-1000
Perfluorodecanesulfonic acid	PFDS	335-77-3	10-400
Perfluorononanesulfonic acid	PFNS	68259-12-1	10-400
Perfluorooctanesulfonic acid	PFOS	1763-23-1	10-400
Perfluoroheptanesulfonic acid	PFHpS	375-92-8	10-400
Perfluorohexanesulfonic acid	PFHxS	355-46-4	10-400
Perfluoropentanesulfonic acid	PFPeS	2706-91-4	10-400
Perfluorobutanesulfonic acid	PFBS	375-73-5	10-400
Perfluorooctanesulfonamide	PFOSA	754-91-6	10-400
8:2 Fluorotelomer sulfonic acid	8:2 FTS	39108-34-4	10-400
6:2 Fluorotelomer sulfonic acid	6:2 FTS	27619-97-2	10-400
4:2 Fluorotelomer sulfonic acid	4:2 FTS	757124-72-4	10-400
N-Ethylperfluorooctanesulfonamidoacetic acid	NEtFOSAA	2991-50-6	10-400
N-Methylperfluorooctanesulfonamidoacetic acid	NMeFOSAA	2355-31-9	10-400
Perfluorododecanesulfonic acid	PFDoS	79780-39-5	10-400
N-Methylperfluorooctanesulfonamide	NMeFOSA	31506-32-8	10-400
N-Ethylperfluorooctanesulfonamide	NEtFOSA	4151-50-2	10-400
N-Methylperfluorooctanesulfonamidoethanol	NMeFOSE	24448-09-7	10-400
N-Ethylperfluorooctanesulfonamidoethanol	NEtFOSE	1691-99-2	10-400
Hexafluoropropylene oxide dimer acid	HFPO-DA	13252-13-6	10-400
4,8-dioxa-3H-perfluorononanoic acid	ADONA	919005-14-4	10-400
9-chlorohexadecafluoro-3-oxanonane-1-sulfonic acid	9Cl-PF3ONS	756426-58-1	10-400
11-chloroeicosafluoro-3-oxaundecane-1-sulfonic acid	11Cl-PF3OUdS	763051-92-9	10-400
Pentafluoropropanoic acid	PFPrA	422-64-0	50-1000
Perfluoro-3,6-dioxahexanoic acid	NFDHA	151772-58-6	10-400
Perfluoro(2-ethoxyethane) sulfonic acid	PFEESA	113507-82-7	10-400
Perfluoro-3-methoxypropanoic acid	PFMPA	377-73-1	10-400
Perfluoro-4-methoxybutanoic acid	PFMBA	863090-89-5	10-400
2H,2H,3H,3H-Perfluorohexanoic Acid	3:3 FTCA	356-02-05	10-400
2H,2H,3H,3H-Perfluorooctanoic Acid	5:3 FTCA	914637-49-3	10-400
2H,2H,3H,3H-Perfluorodecanoic acid	7:3 FTCA	812-70-4	10-400
2H-perfluoro-2-octenoic acid	FHUEA	70887-88-6	10-400
2H-perfluoro-2-decenoic acid	FOUEA	70887-84-2	10-400
Lithium Bis(trifluoromethane)sulfonimide*	HQ-115	90076-65-6	10-400
Surrogates			
Perfluoro-n-[¹³ C ₄] butanoic acid	MPFBA	NA	10-400
Perfluoro-n-[¹³ C ₅] pentanoic acid	M5PFPeA	NA	10-400
Perfluoro-n-[1,2,3,4,6- ¹³ C ₅] hexanoic acid	M5PFHxA	NA	10-400
Perfluoro-n-[1,2,3,4- ¹³ C ₄] heptanoic acid	M4PFHpA	NA	10-400
Perfluoro-n-[¹³ C ₈] octanoic acid	M8PFOA	NA	10-400
Perfluoro-n-[¹³ C ₉] nonanoic acid	M9PFNA	NA	10-400
Perfluoro-n-[1,2,3,4,5,6- ¹³ C ₆] decanoic acid	M6PFDA	NA	10-400
Perfluoro-n-[1,2,3,4,5,6,7- ¹³ C ₇] undecanoic acid	M7PFUnA	NA	10-400
Perfluoro-n-[1,2- ¹³ C ₂] dodecanoic acid	MPFD ₂ A	NA	10-400
Perfluoro-n-[1,2- ¹³ C ₂] tetradecanoic acid	M2PFTreA	NA	10-400
Perfluoro-1-[¹³ C ₈] octanesulfonamide	M8FOSA	NA	10-400
N-methyl-d ₃ -perfluoro-1-octanesulfonamidoacetic acid	D3-N-MeFOSAA	NA	10-400
N-ethyl-d ₅ -perfluoro-1-octanesulfonamidoacetic acid	D5-N-EtFOSAA	NA	10-400
N-methyl-d ₃ -perfluoro-1-octanesulfonamide	d-N-MeFOSA	NA	10-400
N-ethyl-d ₅ -perfluoro-1-octanesulfonamide	d-N-EtFOSA	NA	10-400
2-(N-methyl-d ₃ -perfluoro-1-octanesulfonamido) ethan-d ₄ -ol	d7-N-MeFOSE	NA	10-400
2-(N-ethyl-d ₅ -perfluoro-1-octanesulfonamido) ethan-d ₄ -ol	D9-N-EtFOSE	NA	10-400
2,3,3,3-Tetrafluoro-2-(1,1,2,2,3,3,3-heptafluoropropoxy- ¹³ C ₃ -propanoic acid	MHFPO-DA	NA	10-400
1H,1H,2H,2H-perfluoro-1-[1,2- ¹³ C ₂] hexane sulfonate	M4:2FTS	NA	10-400
1H,1H,2H,2H-perfluoro-1-[1,2- ¹³ C ₂] octane sulfonate	M6:2FTS	NA	10-400
1H,1H,2H,2H-perfluoro-1-[1,2- ¹³ C ₂] decane sulfonate	M8:2FTS	NA	10-400
Perfluoro-1-[¹³ C ₈] octanesulfonate	M8PFOS	NA	10-400
Perfluoro-1-[2,3,4- ¹³ C ₃] butanesulfonate	MPFBS	NA	10-400
Perfluoro-1-[1,2,3- ¹³ C ₃] hexanesulfonate	M3PFHxS	NA	10-400

* 赤色で記した化合物はEPA draft method 1633の標準試料には含まれていない化合物です。

表3 検量線試料の濃度 (CS: Calibration Standard)

	化合物名	CS1	CS2	CS3	CS4	CS5	CS6	CS7	CS8	CS9	CS10	CS11	CS12	CS13	CS14	CS15
Analyte	All analytes unless otherwise noted	1	2.5	5	10	25	40	60	80	100	150	200	250	375	500	800
	PFPeA	2	5	10	20	50	80	120	160	200	300	400	500	750	1000	1600
	PFBA, 4:2 FTS, 6:2 FTS, 8:2 FTS	4	10	20	40	100	160	240	320	400	600	800	1000	1500	2000	3200
	PFPrA, 5:3 FTCA, 7:3 FTCA	5	12.5	25	50	125	200	300	400	500	750	1000	1250	1875	2500	4000
	NMeFOSE, NEtFOSE	10	25	50	100	250	400	600	800	1000	1500	2000	2500	3750	5000	8000
Surrogate	¹³ C9-PFNA, ¹³ C6-PFDA, ¹³ C7-PFUnA, ¹³ C2-PFDoA, ¹³ C2-PFTreA	0.25	0.625	1.25	2.5	6.25	10	15	20	25	37.5	50	62.5	93.75	125	200
	¹³ C5-PFHxA, ¹³ C4-PFHpA, ¹³ C8-PFOA, ¹³ C8-PFOA, D3-NMeFOA, D5-NEtFOA, ¹³ C8-PFOS, ¹³ C3-PFBS, ¹³ C3-PFHxS	0.5	1.25	2.5	5	12.5	20	30	40	50	75	100	125	187.5	250	400
	¹³ C5-PFPeA, ¹³ C2-4:2FTS, ¹³ C2-6:2FTS, ¹³ C2-8:2FTS, D3-NMeFOA, D5-NEtFOA	1	2.5	5	10	25	40	60	80	100	150	200	250	375	500	800
	¹³ C4-PFBA, ¹³ C3-HFPO-DA	2	5	10	20	50	80	120	160	200	300	400	500	750	1000	1600
	D7-NMeFOSE, D9-NEtFOSE	5	12.5	25	50	125	200	300	400	500	750	1000	1250	1875	2500	4000

■ 分析条件の最適化

本アプリケーションニュースでは、パーフルオロプロピオン酸 (PFPrA) やパーフルオロブタン酸 (PFBA) といった、炭素鎖が短く、保持時間の早い化合物のピーク形状の改善に取り組みました。逆相クロマトグラフィーで一般的に使用されるODSカラムでは、炭素鎖の短い化合物のカラム保持が弱いので、条件によっては良好なピーク形状を得るのが困難です。そのため、注入方法、カラム、および流量の評価を行いました。

25 μLの試料に25 μLの0.1%酢酸を試薬水と共注入することで、PFPrA, PFBA, PFMPAのピーク形状が有意に改善しました(図2)。また、カラム長さを長く、内径を太くすることで、軸方向の拡散によりカラム出口におけるシンメトリーが向上し、ピーク形状が改善されました(図3)。さらに、移動相由来の夾雑成分とよりよく分離することができるディレイカラムを採用し、グラジエントプログラムの最適化を行いました(図4および図5)。

クロマトグラフィーおよび質量分析計の条件を最適化した後、検量線試料(表3)を調製し、その後の分析に用いました。定量イオン、確認イオン及びコリジョンエネルギーを含む化合物パラメータをLabSolutions™ソフトウェアを用いて最適化を行いました。少なくとも2つのMRMトランジション(使用可能な場合)を使用しました。

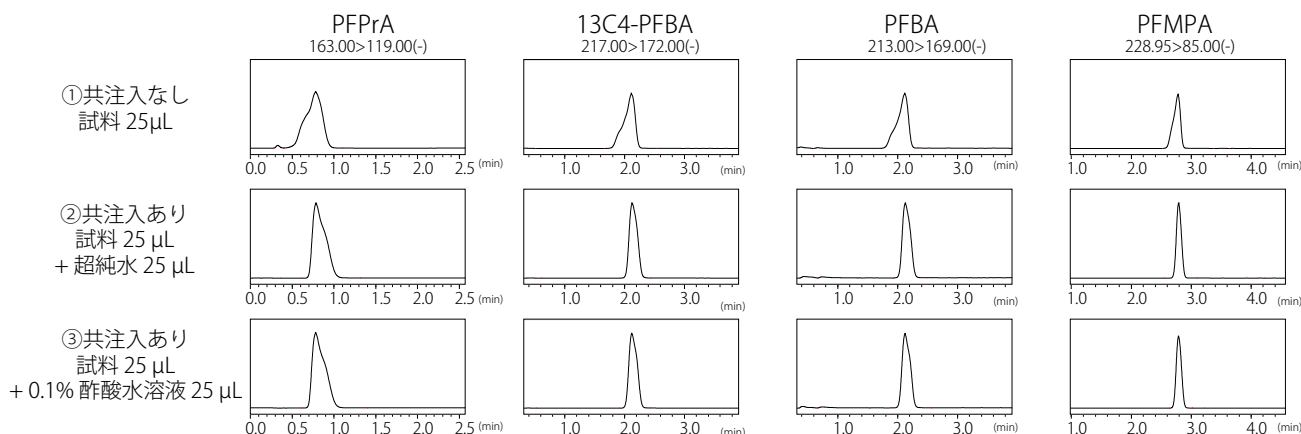


図2 ピーク形状改善のための試料注入方法の最適化

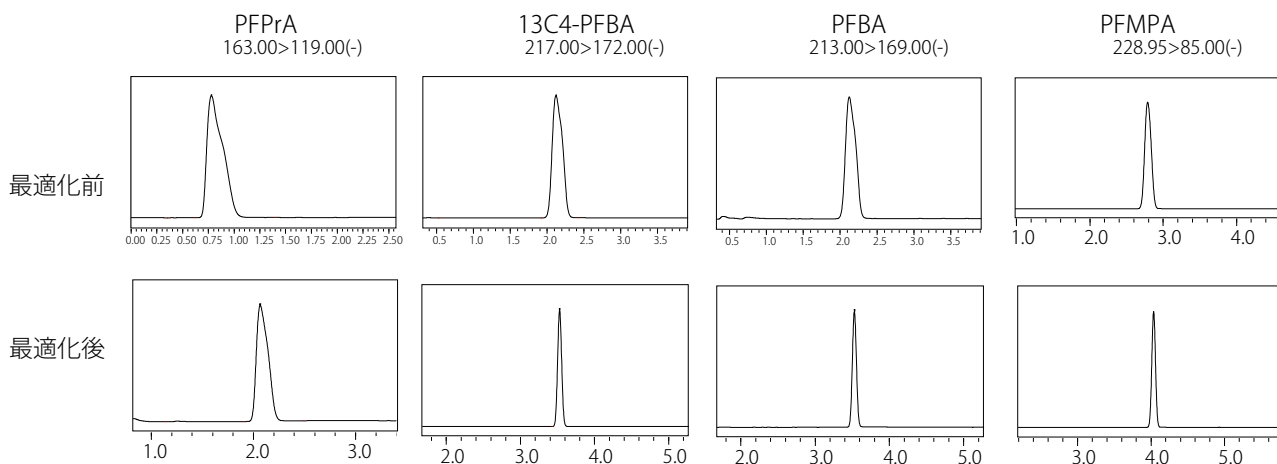


図3 共注入を適用した最終カラムおよび流量のクロマトグラム例

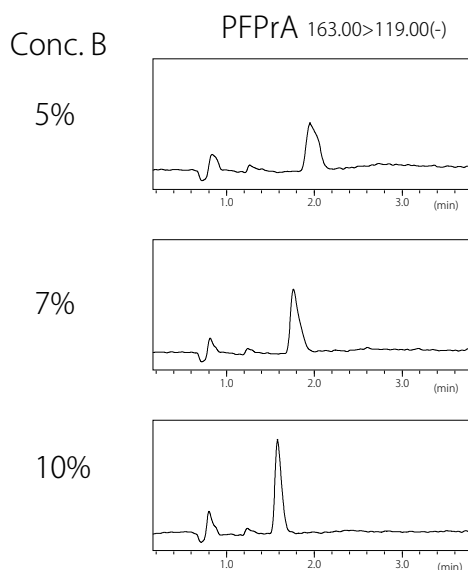


図4 グラジエントプログラムの違いによるPFPrAのピーク形状の比較

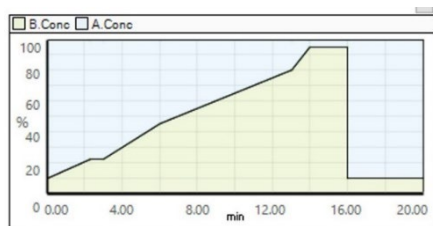


図5 最終的なグラジエントプログラム

■ 標準試料における直線性の確認

LabSolutions Insight™のデータ処理ソフトウェアを用いて、データ解析を実施しました。検量線の寄与率 R^2 、定量および確認イオンのMRMトランジション(利用可能な場合)、および保持時間を表4に示します。PFOAおよびPFOSの検量線と中間濃度におけるクロマトグラムを図6および図7に示します。また、初めの溶出成分であるPFPrAおよび最後の溶出成分であるNfFOSEの検量線および中間濃度におけるクロマトグラムを図8および図9に示します。

ほとんどの化合物において良好な結果を得ることができました。

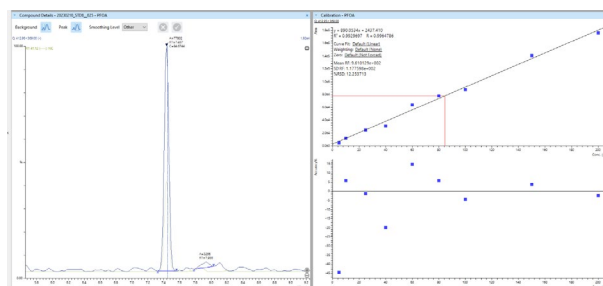


図6 PFOAの検量線および中間点クロマトグラム

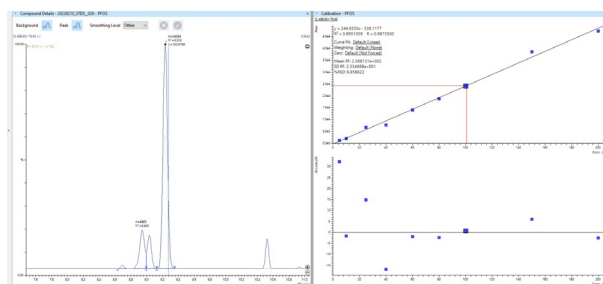


図7 PFOSの検量線および中間点クロマトグラム

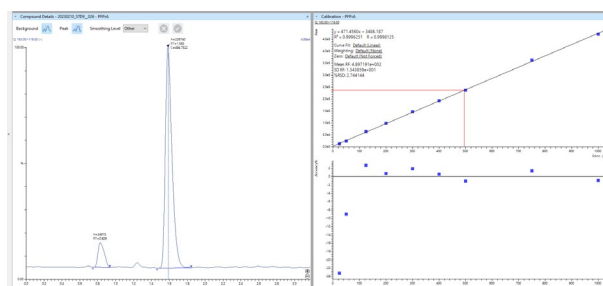


図8 PFPrAの検量線および中間点クロマトグラム

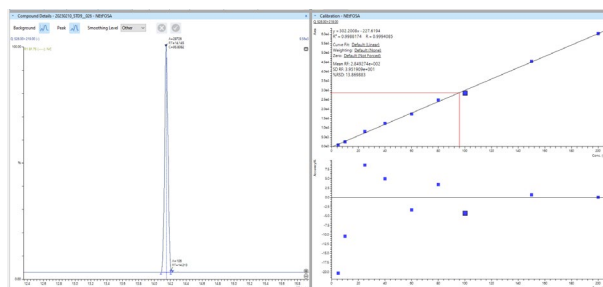


図9 NfFOSEの検量線および中間点クロマトグラム

表 4 検量線の測定結果

化合物名	定量イオン	確認イオン	保持時間 (min)	寄与率 r^2
PFTreA	712.95>668.95	712.95>169.00	11.756	0.9962
PFTriA	662.95>618.95	662.95>169.00	11.026	0.9978
PFDaA	612.95>568.95	612.95>319.00	10.286	0.9987
PFUnA	562.95>518.95	562.95>269.00	9.543	0.9991
PFDA	512.95>468.95	512.95>219.00	8.813	0.9967
PFNA	462.95>418.95	462.95>219.00	8.11	0.9921
PFOA	412.95>369.00	412.95>169.00	7.451	0.9929
PFHpA	362.95>319.00	362.95>169.00	6.807	0.9989
PFHxA	312.95>269.00	312.95>119.00	6.028	0.9976
PFPeA	263.00>219.00	263.00>69.00	4.728	0.9996
PFBA	213.00>169.00	----	3.026	0.9985
PFDS	598.90>79.95	598.90>98.95	10.785	0.9971
PFNS	548.95>79.95	548.95>98.95	10.033	0.9975
PFOS	498.95>79.95	498.95>98.95	9.275	0.9951
PFHpS	448.95>79.95	448.95>98.95	8.522	0.9951
PFHxS	398.95>79.95	398.95>98.95	7.783	0.9917
PFPeS	348.95>79.95	348.95>98.95	7.059	0.9917
PFBS	298.95>79.95	298.95>98.95	6.17	0.999
PFOSA	497.95>77.95	497.95>477.95	11.075	0.9979
8:2FTS	526.95>506.95	526.95>80.90	8.426	0.9976
6:2FTS	426.95>406.95	426.95>80.90	7.148	0.996
4:2FTS	326.95>306.95	326.95>80.90	5.678	0.997
NEtFOSAA	584.00>418.95	584.00>526.00	9.01	0.995
NMeFOSAA	569.95>418.95	569.95>482.95	8.703	0.9929
PFDoS	698.90>79.95	698.90>98.95	12.228	0.9959
NMeFOSA	511.95>219.00	511.95>169.00	13.556	0.9956
NEtFOSA	526.00>219.00	526.00>169.00	14.149	0.9988
NMeFOSE	616.00>59.00	----	13.246	0.9996
NEtFOSE	630.00>59.00	----	13.853	0.9998
HFPO-DA	285.00>169.00	285.00>185.00	6.365	0.9971
ADONA	376.95>251.00	376.95>85.00	7.064	0.998
9Cl-PF3ONS	530.90>350.95	532.90>352.95	9.809	0.9994
11Cl-PF3OUdS	630.90>450.95	632.90>452.95	11.308	0.9994
PFPrA	163.00>119.00	----	1.589	0.9996
NFDHA	294.95>201.00	294.95>85.00	5.937	0.9953
PFEESA	314.95>135.00	314.95>82.95	6.628	0.9978
PFMPA	228.95>85.00	----	3.656	0.9981
PFMBA	278.95>85.00	----	5.279	0.9979
3:3 FTCA	241.00>177.00	241.00>117.00	3.804	0.9717
5:3 FTCA	341.00>237.00	341.00>217.00	6.375	0.9945
7:3 FTCA	441.00>317.00	441.00>337.00	7.752	0.9964
FHUEA	357.00>293.00	----	6.472	0.9962
FOUEA	456.95>393.00	----	7.704	0.9973
HQ-115	279.90>146.95	279.90>210.90	7.259	0.9988
Surrogates				
13C4-PFBA Surr	217.00>172.00	----	3.023	0.9982
13C5-PFPeA Surr	268.00>223.00	----	4.726	0.9976
13C5-PFHxA Surr	318.00>273.00	318.00>120.00	6.026	0.9972
13C4-PFHpA Surr	367.00>322.00	----	6.806	0.9994
13C8-PFOA Surr	421.00>376.00	----	7.45	0.9959
13C9-PFNA Surr	472.00>427.00	----	8.108	0.9947
13C6-PFDA Surr	519.00>474.00	----	8.81	0.9989
13C7-PFUnA Surr	570.00>525.00	----	9.541	0.9979
13C2-PFDaA Surr	614.95>569.95	----	10.285	0.9968
13C2-PFTreA Surr	714.95>669.95	----	11.755	0.9952
13C8-PFOSA Surr	505.95>77.95	----	11.077	0.9983
D3-NMeFOSAA Surr	573.00>418.95	----	8.697	0.9933
D5-NEtFOSAA Surr	589.00>418.95	----	9	0.9976
D3-NMeFOSA Surr	515.00>219.00	515.00>168.90	13.548	0.9993
D5-NEtFOSA Surr	531.00>219.00	531.00>168.90	14.131	0.9983
D7-NMeFOSE Surr	623.05>59.00	----	13.206	0.9957
D9-NEtFOSE Surr	639.10>59.00	----	13.807	0.9994
13C3-HFPO-DA Surr	287.00>169.00	284.90>185.00	6.363	0.9921
13C2-4:2FTS Surr	329.00>308.95	329.00>80.90	5.678	0.9943
13C2-6:2FTS Surr	428.95>408.95	428.95>80.90	7.147	0.9903
13C2-8:2FTS Surr	528.95>508.95	528.95>80.90	8.425	0.9956
13C8-PFOS Surr	506.95>79.95	506.95>98.95	9.274	0.9966
13C3-PFBS Surr	301.95>79.95	301.95>98.95	6.17	0.9953
13C3-PFHxS Surr	401.95>79.95	401.95>98.95	7.782	0.9921

■ 添加回収率と再現性結果

超純水および工場排水を用いた添加回収率および再現性結果を表5に示します。表5に記載の濃度になるようにそれぞれの試料に添加しました。添加回収率は、添加していない試料中から検出されたPFASを差し引いて計算しました。

ほとんどの化合物において、添加回収率は70 -130%であり、併行精度%RSD<30%と良好な結果が得られました。

表5 超純水および工場排水中の添加回収率と再現性

化合物名	添加濃度 (ppt)	超純水 添加回収率 (%)	超純水 %RSD (n=4)	工場排水 添加回収率 (%)	工場排水 %RSD (n=4)
PFTreA	160	110	3.76	119	2.71
PFTriA	160	109	2.08	79.9	4.82
PFDoA	160	104	4.33	107	4.6
PFUnA	160	113	5.53	105	2.49
PFDA	160	113	2.67	102	4.5
PFNA	160	113	6.71	107	2.34
PFOA	160	111	7.52	112	5.7
PFHpA	160	116	4.13	108	4.46
PFHxA	160	114	6.83	115	3.41
PFPeA	320	106	4.37	108	2.47
PFBA	640	107	0.55	108	2.06
PFDS	160	112	8.89	112	3.73
PFNS	160	113	3.72	116	5.58
PFOS	160	110	3.83	122	4.02
PFHpS	160	115	6.09	102	6.91
PFHxS	160	113	5.93	113	13.15
PFPeS	160	124	4.94	119	9.49
PFBS	160	109	4.59	114	5.12
PFOSA	160	101	2.44	100	4.59
8:2FTS	640	113	6.24	103	4.97
6:2FTS	640	119	3.2	107	3.3
4:2FTS	640	121	0.7	100	2.47
NtFOSAA	160	113	7.5	89.4	10.15
NMeFOSAA	160	111	13.35	88	7.42
PFDoS	160	106	5.23	108	9.31
NMeFOSA	160	102	3.68	91.5	5.59
NtFOSA	160	100	0.73	90.5	3.33
NMeFOSE	1600	97.2	0.34	93.6	0.94
NtFOSE	1600	96.8	0.9	93.5	1.39
HFPO-DA	160	109	2.35	112	9.66
ADONA	160	110	1.01	104	4.22
9Cl-PF3ONS	160	111	2.01	111	1.92
11Cl-PF3OUdS	160	112	3.59	111	2.78
PFPrA	800	108	1.8	105	0.77
NFDHA	160	107	9.13	110	4.16
PFEESA	160	112	4.71	115	4.45
PFMPA	160	106	2.37	102	5.83
PFMBA	160	113	7.07	115	2.55
3:3 FTCA	160	87.1	20.57	94.8	14.52
5:3 FTCA	800	95.7	6.91	90.4	4.22
7:3 FTCA	800	92.5	2.56	88.8	2.73
FHUEA	160	99.1	3.91	95.3	2.16
FOUEA	160	102	4.2	97.2	3.5
HO-115	160	112	2.56	111	0.78
Surrogates					
13C4-PFBA_Surr	320	102	1.7	96.4	2.88
13C5-PFPeA_Surr	160	108	6.03	96.4	3.36
13C5-PFHxA_Surr	80	110	3.7	101	5.35
13C4-PFHpA_Surr	80	104	6.43	105	5.99
13C8-PFOA_Surr	80	107	11.32	100	10.19
13C9-PFNA_Surr	40	98.2	13.76	92.2	17.29
13C6-PFDA_Surr	40	106	5.74	96.5	8.59
13C7-PFUnA_Surr	40	98.6	6.01	90.8	6.68
13C2-PFDoA_Surr	40	96.1	4.31	94.9	5.43
13C2-PFTreA_Surr	40	98.9	10.44	119	9.46
13C8-PFOSA_Surr	80	92.2	2.22	91.4	6.54
D3-NMeFOSAA_Surr	160	98.4	3.95	90.6	6.56
D5-NtFOSAA_Surr	160	95	3.55	81.3	3.26
D3-NMeFOSA_Surr	80	89.3	12.1	82.6	8.57
D5-NtFOSA_Surr	80	90.5	8.83	84.2	8.94
D7-NMeFOSE_Surr	800	88.8	0.49	85.4	1.68
D9-NtFOSE_Surr	800	89.6	0.97	85.9	1.49
13C3-HFPO-DA_Surr	320	103	3.19	101	8.25
13C2-4:2FTS_Surr	160	116	3.15	96.2	6.88
13C2-6:2FTS_Surr	160	119	2.25	97.3	5.65
13C2-8:2FTS_Surr	160	104	0.73	97.4	7.53
13C8-PFOS_Surr	80	103	9.45	105	9.61
13C3-PFBS_Surr	80	121	5.06	94	6.33
13C3-PFHxS_Surr	80	116	9.99	108	6.65

■まとめ

本アプリケーションニュースでは、ASTM D8421-22を参考に、LCMS-8060NXを用いて非飲用水中の44のPFASと24のサロゲート化合物を測定しました。

クロマトグラフィー条件の最適化を実施した結果、PFPrAやPFBAのような溶出の早い化合物についても、良好なピーク形状で測定できる条件を構築しました。

標準試料を測定した結果、最小報告限界は10 ng/Lであり、ほとんどの化合物の分析範囲は10–400 ng/Lとなり、ASTMD8421-22を満たす結果が得られました。さらに、工業排水をサンプルとして添加回収試験を実施した結果、良好な結果が得ることができました。

<参考文献>

- 1) ASTM Test Method D8421 Determination of Per- and Polyfluoroalkyl Substances (PFAS) in Aqueous Matrices by Co-solvation followed by Liquid Chromatography Tandem Mass Spectrometry (LC/MS/MS)

LCMS、Nexera、Shim-pack、Shim-pack Scepter、LabSolutions、およびLabSolutions Insightは、株式会社島津製作所またはその関係会社の日本およびその他の国における商標です。

株式会社 島津製作所 分析計測事業部
<https://www.an.shimadzu.co.jp/>

02-SSI-LCMS-150-JP 初版発行：2024年 3月

島津コールセンター ☎ 0120-131691

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。
本文中に記載されている会社名、製品名、サービスマークおよびロゴは、各社の商標および登録商標です。
本文中では「TM」、「®」を明記していない場合があります。

▶ アンケート

関連製品 一部の製品は新しいモデルにアップデートされている場合があります。



▶ LCMS-8060NX

トリプル四重極質量分析計

関連分野

▶ 環境

▶ 水

▶ 価格お問い合わせ

▶ 製品お問い合わせ

▶ 技術お問い合わせ

▶ その他お問い合わせ