

LC/MS による水道水中の PFOS 及び PFOA の分析

Analysis of PFOS and PFOA in Tap Water by LC/MS

有機フッ素化合物(PFCs)の一種であるペルフルオロオクタンスルホン酸(PFOS)及びペルフルオロオクタン酸(PFOA)は、「残留性有機汚染物質に関するストックホルム条約(POPs 条約)」の規制対象となっています。国内では、厚生労働省生活衛生局水道課長通知(薬生水発 0330 第 1 号～第 4 号)により、2020 年 4 月から、PFOS 及び PFOA の水道水質規制における位置付けが、要検討項目から水質管理目標設定項目に引き上げられました。水質中の目標値は、2 物質の総量で 50 ng/L と定められています。水質管理目標設定項目の検査方法(目標 31)として、固相カラムを用いた 1000 倍濃縮前処理と逆相クロマトグラフィーによる LC/MS 測定を組み合わせる方法が規定されています。本報では、この検査方法に準拠して、濃縮前処理と分離を行った例を紹介します。

分析条件を表 1 に示します。分析カラムには、炭素導用量が多く、構造異性体に対して分離選択性が高い TSKgel ODS-100Z 3µm を使用しました。標準試料(濃度 5 µg/L)のクロマトグラムを図 1 に示します。この濃度は、1000 倍濃縮を行った場合の目標値(50 ng/L)の 1/10 に相当します。今回、直鎖 71 %、分岐鎖 29 %の混合物質を PFOS 標準物質として用い、これらが良好に分離されていることを確認しました。また、PFOA の分岐鎖は、10.2 分付近に溶出します。図 2 に、直鎖 PFOS 0.71~14.2 µg/L、直鎖 PFOA 1~20 µg/L の濃度範囲における濃度とピーク面積との関係を示します。検査方法では、検量線は、直鎖成分のピーク面積のみを用いて作成することが規定されており、いずれも、良好な直線関係が得られました。実際の検量線は、サロゲートを内標物質とした内部標準法が多用されます。

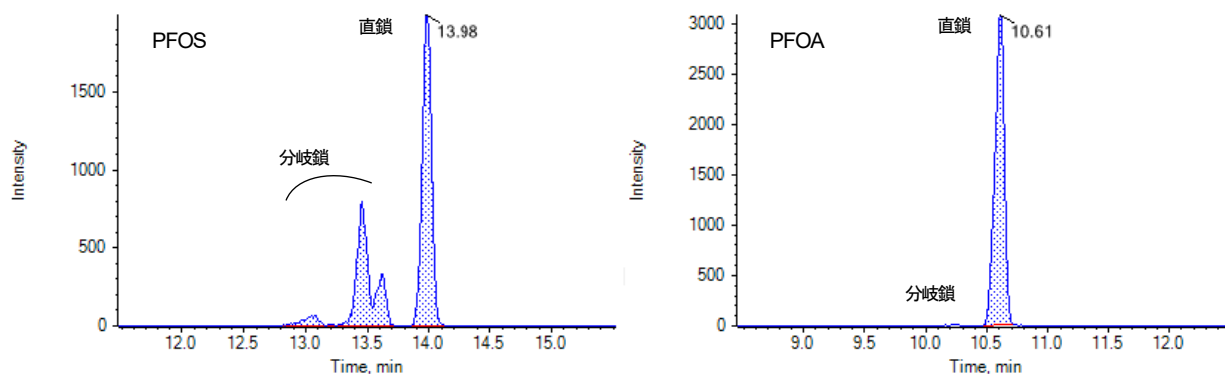


図 1 PFOS 及び PFOA(標準試料: 5 µg/L)のクロマトグラム

表 1 分析条件

Column : TSKgel ODS-100Z 3µm (2.0 mmI.D. × 15 cm, 3 µm)	
Eluent : A; 10 mmol/L ammonium acetate	
B; acetonitrile	
Gradient : B conc.(0-1 min) 25 % →(26-30 min) 100 % →(30.1-38 min) 25 %	
Flow rate : 0.2 mL/min	Column temp. : 40 °C
Injection vol. : 5 µL	
Instrument : TripleTOF® 5600+ (SCIEX)	
Ionization : ESI	Polarity : Negative
m/z : PFOS ; 499>80	PFOA ; 413>169

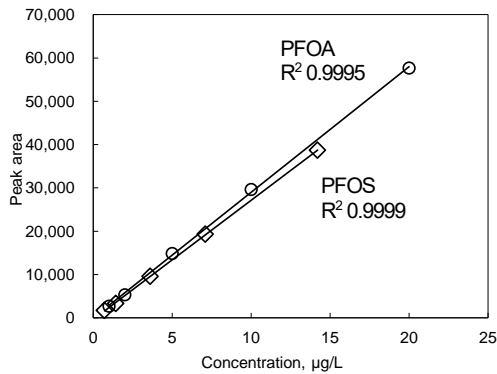


図2 濃度とピーク面積との関係

弱陰イオン交換固相カラム Oasis WAX 150 mg (Waters)

コンディショニング: 0.1% アンモニア水・メタノール 4 mL
 メタノール 4 mL
 水 4 mL

負荷: 水試料 500 mL

洗浄: 水 4 mL

乾燥: 窒素パージ

溶出: 0.1% アンモニア水・メタノール 5 mL

濃縮(窒素パージ、0.5 mL 以下)

定容(メタノールで0.5 mL に定容)

分析

図3 水試料の前処理手順

表2 水道水添加試料の分析結果

分析種	水道水中の濃度 (ng/L)	10 ng/L 添加	
		回収率 (%)	RSD (% , n=5)
PFOS	2.8	110	4.8
PFOA	1.9	103	4.0

図3 に、検査方法(目標 31)に記載された前処理の手順を示します。このフローに従って、水道水 500 mL の 1000 倍濃縮前処理を行いました。図4 に、水道水及び水道水添加試料(10 ng/L 添加)のクロマトグラムを示します。PFOS の回収率 110 %、PFOA の回収率 103 %となり、RSD (n=5) 5 %以下の結果が得られました(表2)。

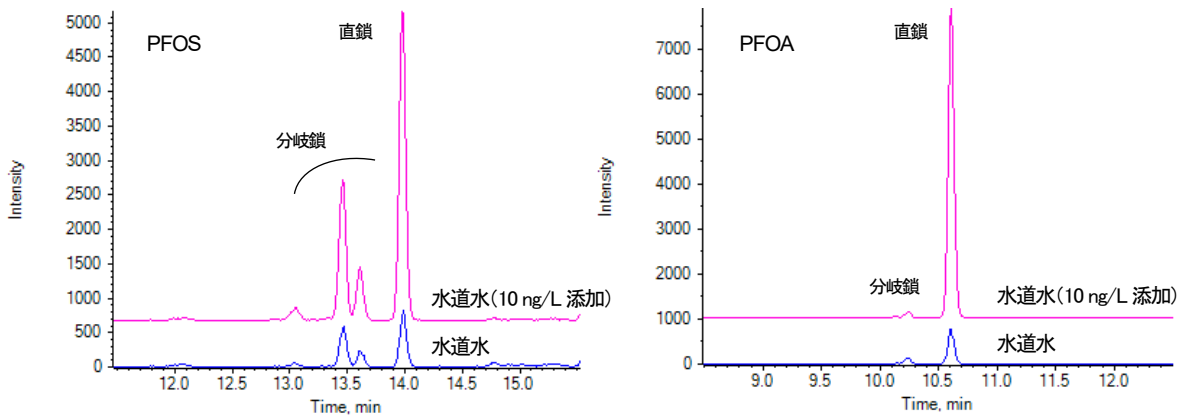


図4 水道水及び水道水添加試料のクロマトグラム

品番	品名	粒子径	カラムサイズ
0022732	TSKgel ODS-100Z 3µm	3 µm	2.0 mm I.D. × 15 cm



※ "TSKgel"は日本における東ソー株式会社の登録商標です。
 ※ "TripleTOF"は AB Sciex Pte. Ltd. の登録商標です。
 ※ 掲載のデータ等はその数値を保証するものではありません。お客様の使用環境・条件・判断基準に合わせてご確認ください。