

LC/MS による水道水中の PFAS の分析

Analysis of Per- and Polyfluoroalkyl Substances in Tap Water by LC/MS

ペルフルオロアルキル化合物及びポリフルオロアルキル化合物(PFAS)は、環境中への残留性が高いことから、国際的にその製造や使用が規制されている物質です。代表的な、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、アルキル鎖長 $C_8$ ですが、最近では、より短鎖のPFASに規制対象が拡大されています。鎖長 $C_6$ のペルフルオロヘキサンスルホン酸(PFHxS)は、国内では、2021年4月、水道水質基準の要検討項目に追加されました。更に、2022年6月、残留性有機汚染物質(POPs)に関するストックホルム条約(POPs条約)の第10回締約国会議(COP10)が開催され、「PFHxSとその塩及びPFHxS関連物質」を同条約の附属書A(廃絶)に追加することが決定されました。本報では、PFOS及びPFOAを分析種とした既報(T/I No.202)の分析条件を用いて、PFHxSとの同時分析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、TSKgel ODS-100Z 3 $\mu$ mを使用しました。標準試料(濃度5 $\mu$ g/L)のクロマトグラムを図1に示します。

直鎖PFOS 0.14~14.2 $\mu$ g/L、直鎖PFOA 0.2~20 $\mu$ g/L、PFHxS 0.17~17.4 $\mu$ g/Lの濃度範囲における検量線を図2に示します。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、良好な直線性が得られました。(実際の検量線は、サロゲートの内標準物質とした内標準法が用いられます。)

図3に、検査方法(目標31)に記載された1000倍濃縮の前処理の手順を示します。この手順に従って、水道水500mL(無添加及び5ng/L添加)の前処理を行いました。図4にクロマトグラムを示します。添加回収率として88~112%が得られ、RSD(n=5)3.0%以下の結果が得られました(表2)。

表1 分析条件

Column : TSKgel ODS-100Z 3 $\mu$ m (2.0 mm I.D. × 15 cm, 3 $\mu$ m)
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 $\mu$ L
Instrument : TripleTOF 5600* (SCIEX)
Ionization : ESI                      Polarity : Negative
m/z : PFOS ; 499 / 80    PFOA ; 413 / 169    PFHxS ; 399 / 80

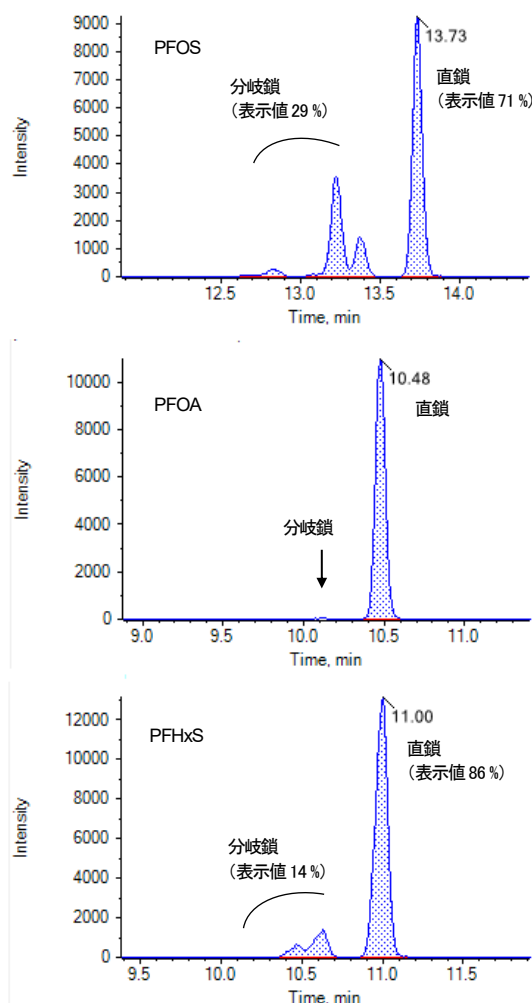


図1 標準試料(5 $\mu$ g/L)のクロマトグラム

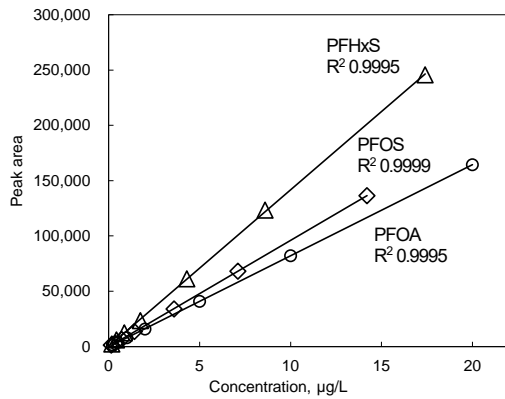


図2 検量線

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

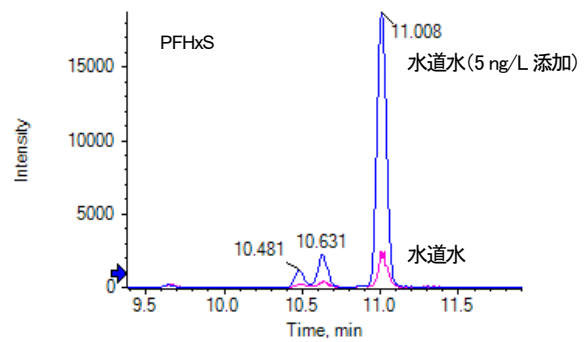
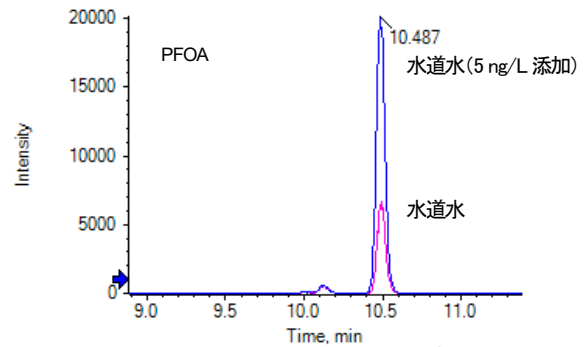
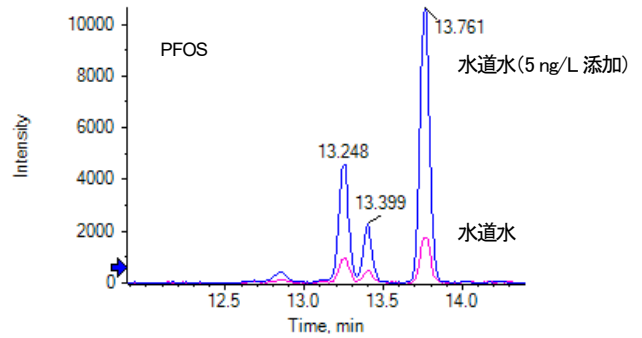


図4 水道水及び水道水添加試料のクロマトグラム

表2 水道水の測定結果と添加回収率

Analytes	Concentration in tap water (ng/L)	Concentration spiked at 5 ng/L	
		Recovery (%)	RSD (% , n=5)
PFOS	1.5	94	2.8
PFOA	3.3	112	3.0
PFHxS	1.0	88	2.4

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。