

SCIEX QTRAP® 4500 システムを用いた PFOS/PFOA の高感度分析

Aita Yuji, Akiyama Aiko, Ogata Yukie
SCIEX Japan (Tokyo)

概要

有機フッ素化合物 (PFAS) は撥水・撥油性に富み、熱・化学的に安定な物質であり、紙のコーティングや食品容器、調理器具のコーティング剤等の幅広い用途で使用されています。PFOSとその塩及び PFOSFは、2009年に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) 附属書 B に、また2019年にはPFOAとその塩及び PFOA 関連物質が同条約の附属書 A (廃絶) に追加することが決定されました。国内ではPFOS及びPFOAについて水質管理目標設定項目に変更されると共に、人の健康の保護に関する要監視項目に追加され、2物質の量の和として0.0005mg/Lが暫定の目標値・指針値に設定されています。

本アプリケーションノートでは、水道水質検査 (原水及び浄水) 及び公共用水域等の水質測定に関連した、有機フッ素化合物 (PFOS や PFOA、またそれらの類縁体) の分析におけるSCIEX QTRAP® 4500 LC-MS/MS システムの感度、精度及び分析のヒントをご紹介します。

装置・分析条件

HPLC 条件	HPLCシステム	SCIEX ExionLC™ AC							
	カラム	Kinetex® Polar C18, 2.6µm, 3.0x50mm (Phenomenex)							
	リテンションギャップカラム	Kinetex® Polar C18, 2.6µm, 3.0x100mm (Phenomenex)							
	移動相	2 mM酢酸アンモニウム及び0.01 %酢酸を含む精製水							
	: A	メタノール							
	: B								
	グラジエント条件								
	Time[min]	0	8.25	11	11.1	15			
	A %	95	2	2	95	95			
	B %	5	98	98	5	5			
流速(µL/min)	600								
カラム温度[℃]	40								
サンプルクーラー[℃]	6								
注入量 µL	20								
MS条件	Mass Spectrometry	SCIEX QTRAP® 4500							
	Ion Source	Turbo V™ Ion Source(ESI)							
	Mode	MRM							
	Polarity	Negative							
	Curtain Gas(CUR) [psi]	30	Temperature(TEM) [℃]				550		
	Collision Gas(CAD)[-]	9	Ion Source Gas1[psi]				70		
	IonSpray Voltage[V]	-2500	Ion Source Gas2[psi]				80		
Monitoring Time[min]	15								

表 1. 測定条件

Compound	Q1	Q3	DP	CE
PFOS	499.0	80.0	-121	-97
PFOA	413.0	369.0	-51	-15

表 2. MRM トランジション

※その他の関連化合物の条件はお問い合わせください。

結果

検量線

PFOS は 1 ng/L-1000 ng/L の範囲で、PFOA は 1 ng/L-200 ng/L の範囲で R=0.999 以上と良好な結果でした。

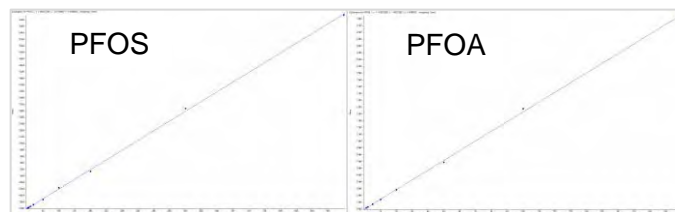


図 1. PFOS 及び PFOA の検量線

再現性

1 ng/L を用いて n=5 の繰り返し測定を行った結果、変動係数 5 %以下と良好な結果でした。

Compound	1 ng/L (n=5)					変動係数 (%)
PFOS	0.871	0.824	0.903	0.841	0.846	3.6
PFOA	1.032	1.117	1.086	1.116	1.163	4.4

表 3. PFOS 及び PFOA の再現性

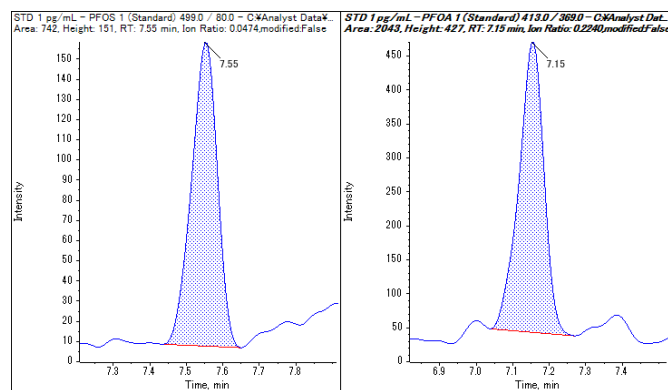


図 2. 1 ng/L の PFOS 及び PFOA クロマトグラム

参考

PFOA などは移動相や配管等の装置本体から溶出し、測定結果に影響を及ぼす場合があります。影響を低減するために、リテンションギャップ法を用いることで、より高感度な分析が可能となります。



図3. 装置構成例

※リテンションギャップカラムの取り付け位置は、グラジエントミキサーとインジェクションポートの間です。取り付ける際は、システムの耐圧値にご注意ください。

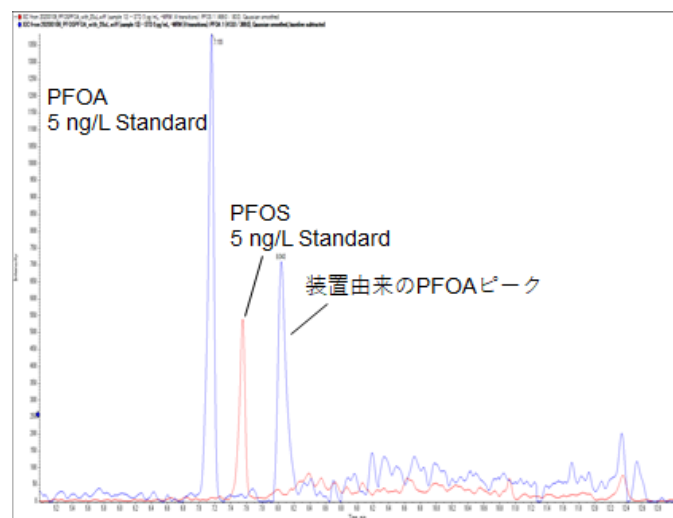


図4. リテンションギャップカラム使用時のクロマトグラム例



図5. Phenomenex社製リテンションギャップカラム

品名	粒子径 (μm)	内径 (mm)	長さ (mm)	製品番号	備考
Kinetex® Polar C18	2.6	3	50	00B-4759-Y0	分析カラム
Kinetex® Polar C18	2.6	3	100	00D-4759-Y0	リテンションギャップカラム

品名	内径 (mm)	長さ (mm)	製品番号	備考
SecurityLINKTM	0.254	150	AJ1-1621	Stainless Steel Double-Sided Fittings, ExionLC AC 用 ※1
SecurityLINKTM	0.125	350	AJ1-1561	Stainless Steel Double-Sided Fittings, ExionLC AC 用 ※2
SecurityLINKTM	0.1	150	AJ1-1421	Stainless Steel Double-Sided Fittings, ExionLC AD 用 ※1
SecurityLINKTM	0.1	600	AJ1-3481	PEEK-Lined Stainless Steel Double-Sided Fittings, ExionLC AD 用 ※2

表4. 使用器材例

※1 ミキサー～リテンションギャップカラム間 ※2 オートサンプラー(インジェクションポート)～分析カラム間

Compound	Q1	Q3	DP	CE	Compound	Q1	Q3	DP	CE
PFOS 1	499	80	-121	-97	PFOA 1	413	369	-51	-18
PFOS 2	499	99	-121	-77	PFOA 2	413	169	-51	-27
13C4_PFOA	503	80	-105	-86	13C2_PFOA	415	370	-55	-15
13C8_PFOA	507	80	-105	-86	13C4_PFOA	417	372	-35	-16
					13C8_PFOA	421	376	-35	-16

表5. 測定条件例



株式会社エービー・サイエックス

本社: 〒140-0001 東京都品川区北品川4-7-35 御殿山トラストタワー21F
TEL: 0120(318)551 FAX: 0120(318)040

大阪: 〒531-0072 大阪府大阪市北区豊崎3-19-3 ピアスタワー 3F

www.sciex.jp Email: jp_sales@sciex.com

本製品は研究用のみ使用できます。診断目的およびその手続き上での使用はできません。

© 2019 AB Sciex. For Research Use Only. The trademarks mentioned herein are the property of AB Sciex Pte. Ltd. or their respective owners. AB SCIEX™ is being used under license.