

オンライン濃縮分析システム EQuan を用いた環境水中の有機フッ素化合物の分析

サーモフィッシャーサイエンティフィック（株）

○橋本 和明, 齊藤 香織, 山岸 陽子, 金井 みち子

Analysis of PFCs in environmental water using EQuan, by Kazuaki Hashimoto, Kaori Saito, Yoko Yamagushi, Michiko Kanai (Thermo Fisher Scientific K.K.)

1.はじめに

PFOA (perfluorooctanoic acid) に代表される有機フッ素化合物は、コーティング剤、界面活性剤、難燃剤等として、さまざまな分野で利用されている。一方で、元来自然界には存在しないこれら化合物は、その難分解性ゆえに、人や動物の体内への残留ならびに環境中における汚染が危惧されている。現在これらの化合物の測定には、固相抽出-LC/MS が多く採用されているが、固相抽出による前処理は濃縮に時間がかかる上、人の手を介するため、操作ミスやハンドリングの違いによりデータのばらつきが生じる可能性がある。そこで試料の前処理から分析までを自動化し、分析時間を短縮することのできるオンライン濃縮分析システム EQuan (図1) を用いて、環境水中の有機フッ素化合物の分析について検討したので、報告する。

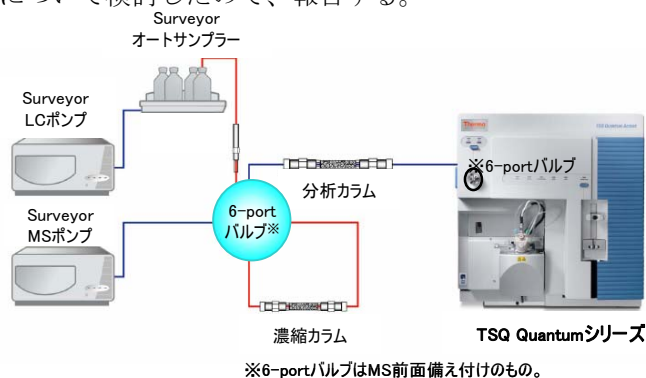


図1: EQuan システム構成

2.実験方法

【測定対象化合物】

PFHxA (perfluorohexanoic acid),

PFHpA (perfluoroheptanoic acid),

PFOA (perfluorooctanoic acid),

PFDA (perfluorodecanoic acid)

【測定条件】

HPLC: Surveyor MS pump/LC pump

カラム: HyPURITY C18 2.1x150 mm, 5 μ (分析用)

Hypersil GOLD 2.1x2 mm, 12 μ (濃縮用)

移動相: 酢酸アンモニウム-メタノール系

※濃縮カラムで濃縮後、6-port バルブを切り替えて、分析カラムで分析。

MS: TSQ Quantum Access

イオン化法: ESI-negative

分析モード: SRM (Selected reaction monitoring)

【測定手順】

1. 対象化合物の標準品を蒸留水にて適宜希釈を行い、0.1-500 ppt の範囲で検量線を作成した。また、50 ppt 試料を用いて、再現性試験も行った。

2. 0.45 μ m のフィルターを通した河川水に、50 ppt になるよう標準品を添加した試料を用いて添加回収試験を行った。

3.実験結果

標準試料 10 ppt の SRM クロマトグラムを図2に示した。すべての化合物で感度良く分析が可能であった。

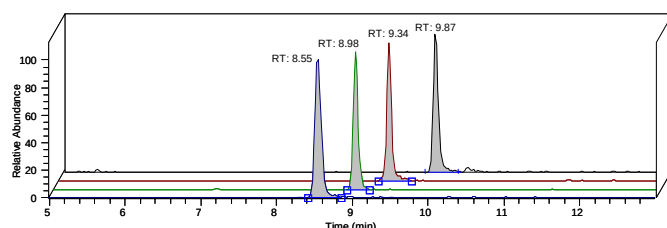


図2: 標準試料 10 ppt の SRM クロマトグラム

リテンションタイム順に、PFHxA(RT:8.55)、PFHpA(RT:8.98)、PFOA(RT:9.34)、PFDA(RT:9.87)

標準試料では、すべての化合物について直線性の良好な検量線が得られた。50 ppt での再現性についても、CV 1%程度以下と非常に良好であった。

実試料の分析では回収率が 60-100% と概ね良好な結果が得られた。

4.結果と考察

実試料として河川水を用いた今回の有機フッ素化合物の分析について、オンライン濃縮分析システム EQuan を用いて測定した結果、再現性、回収率とも概ね良好であった。EQuan を用いることで、前処理から分析までを自動化し、分析時間の短縮が可能となった。