

Atlantis™ BEH™ C₁₈ AX ミックスモードカラムを使用して、1回の注入で分析できる PFAS の範囲を超短鎖を含むように拡大する

Kari L. Organtini, Kenneth J. Rosnack, Peter Hancock

Waters Corporation

要約

従来の長鎖 PFAS が自主的に製造中止されたため、同様のケミストリーの短鎖および超短鎖の PFAS に置き換えられました。一般的な逆相カラムを使用するクロマトグラフィー分析法では、超短鎖 PFAS は保持されないため、通常、超短鎖 PFAS は定量分析法に含まれません。PFAS 分子のミックスモードのケミストリー（疎水性およびイオン性の両方）は、ミックスモード逆相カラムケミストリーおよび Atlantis Premier BEH C₁₈ AX カラムなどの陰イオン交換カラムケミストリーで保持されると考えられます。TFA、PFPrA、PFPrS は、Atlantis Premier BEH C₁₈ AX カラムで十分に保持され、従来の長鎖 PFAS 化合物と同じ分析法で分析および定量できます。ミックスモードカラムでさまざまな水サンプルを評価したところ、埋立地浸出液サンプルから多量の TFA、PFPrA、PFPrS が検出されました。Atlantis Premier BEH C₁₈ AX カラムの使用により、1回の注入でルーチンに検出および定量できる PFAS の範囲が広がり、炭素鎖長 C2 までの超短鎖 PFAS が含まれるようになりました。

アプリケーションのメリット

- 化合物のミックスモード（疎水性およびイオン性質）での性質を利用することにより、単一の分析法で、C2 ~ C14 の鎖長の PFAS が分析できるように PFAS 化合物の範囲を拡大
- Atlantis Premier BEH C₁₈ AX カラムでの超短鎖 PFAS および短鎖 PFAS のクロマトグラフィー保持とピーク形状の改善により、手動でのピーク波形解析の回数が減少
- レポートの信頼性を評価するために、ERA 廃水マトリックス認定レファレンス物質によって検証済みの、真正マト

はじめに

従来の長鎖 (≥C8) PFAS の環境への影響と健康に対する有害性が認識されたことにより、長鎖を短鎖 (C4 ~ C7) および超短鎖 (≤C3) の PFAS に置き換える製造面でのシフトが生じました¹。当初は、これらの置き換えられた短鎖 PFAS および超短鎖 PFAS には環境や健康への影響が少ないと考えられていましたが、環境中での移動性が非常に大きく、非常に残留性の高い最終生成物に分解されて、依然として重大な健康問題を引き起こすことが示されています²。PFAS 汚染をより広範かつ正確に明らかにするために、公式分析法の適用範囲の拡大が期待されます。そのためにも、超短鎖化合物を簡単かつ正確に定しかし、現行の PFAS 規制および標準分析法の多くには、超短鎖のカテゴリーの PFAS が含まれていません。PFAS に関して現在グローバルに整備されている一般的な分析法および規制のサマリーを、各分析法に含まれている短鎖および超短鎖の PFAS とともに表 1 に示します。このサマリーでは、パーフルオロプロピオン酸 (PFPrA) を含む ASTM 8421 以外では、鎖長 C4 未満の PFAS が分析法に含まれることがほとんどないことが示されています。超短鎖 PFAS は多くの場合ルーチン PFAS 分析法に含まれていませんが、一般的なサンプルに超短鎖 PFAS が含まれていないというわけではありません。例えば、Bjornsdotter らによる 2019 年の試験では、スウェーデンの水サンプル中に、それぞれ 14,000 ng/L および 15,000 ng/L のトリフルオロ酢酸 (TFA) やパーフルオロプロパンスルホン酸 (PFPrS) などの超短鎖 PFAS が同定されています³。さらに、Aro らによる 2021 年の試験の結論として、超短鎖 PFAS がサンプル中の未知の総フッ素含有量の一部を占めることが示されています。この試験では、廃水サンプル中のフッ素含有量の計 10% が同定され、そのうち 4% が超短鎖 PFAS として同定されました⁴。ルーチン定量分析法から超短鎖 PFAS が除外されると、サンプル中に存在する PFAS が大幅に過小評価される可能性があります。

分析法/規制	TFA (C2)	PFPrA (C3)	PFBA (C4)	PFPeA (C5)	PFHxA (C6)	PFHpA (C7)	PFPrS (C3)	PFBS (C4)	PFPeS (C5)	PFHxS (C6)	PFHpS (C7)
EPA 537.1					X	X		X		X	
EPA 533			X	X	X	X		X	X	X	X
EPA 1633			X	X	X	X		X	X	X	X
EU 2020/2184			X	X	X	X		X	X	X	X
EU 2022/2388										X	
ISO 21675			X	X	X	X		X		X	X
ASTM 8421		X	X	X	X	X		X	X	X	X

表 1. 現行の分析法および規制に含まれている超短鎖 PFAS および短鎖 PFAS の概要

PFAS の使用および製造が進んでいるのに対して、超短鎖 PFAS がルーチン PFAS 分析法に含まれていない場合がある

理由の1つは、これらの低分子化合物のクロマトグラフィーが困難であることです。PFAS分析は、逆相カラムを使用して行われるのが最も一般的で、C₁₈ ケミストリーが最も一般的に使用されています。PFAS分子上の疎水性のC-F鎖により、これらの条件下での保持および分離のメカニズムが機能します。ただし、C-Fの鎖長が短くなると、C₁₈ ケミストリーでの疎水性保持能力が低下します。代表的なC₁₈ ベースの分析法では、PFBAがカラムのポイドボリュームのかなり近くに溶出することから、PFBAはかろうじて保持されていることがわかります。ほとんどのPFASには、C-F鎖の疎水性ケミストリーに加えて、負に荷電したイオン性ヘッドグループもあり、これにより得られる2次的な保持メカニズムを利用できる可能性があります。Atlantis Premier BEH C₁₈ AX カラムでは、逆相C₁₈ と陰イオン交換 (AX) の両方の保持ケミストリーが1つのカラムに組み合わせられています。この場合、ミックスモードカラムではPFAS化合物の両方の部分を利用できます。逆相と陰イオン交換の組み合わせはすでに、PFASサンプルの前処理において、弱陰イオン交換 (WAX) ベースのカートリッジの形式で固相抽出 (SPE) を利用する場合に一般的に使用されています。ミックスモードケミストリーのこのアプリケーションでは、陰イオン交換部分が短鎖PFASの保持に重要です。これは、短鎖PFASが長鎖PFASよりも逆相保持メカニズムが弱いからです。

この研究では、ミックスモードケミストリーのカラムであるAtlantis Premier BEH C₁₈ AXカラムを評価して、短鎖および超短鎖のPFASがこのカラムでどの程度保持され、超短鎖から長鎖までのPFASのルーチン分析に使用できるかどうかを判定しました。

実験方法

サンプル前処理

分析した水サンプルは、US EPA Region 5 から提供されました。水サンプルは、埋立地浸出液、金属表面処理廃液、流出下水、流入下水、病院排液、バス洗浄ステーション、発電所、製紙工場、地下水、地表水から収集しました。認定物質を使用して分析法の性能を評価するために、収集した水サンプルとともに、ERAの廃水認定レファレンス物質（[項目番号 404 <https://www.eraqc.com/pfas-in-wastewater-wp-era001663?returnurl=%2fsearch%3fq%3d404>](https://www.eraqc.com/pfas-in-wastewater-wp-era001663?returnurl=%2fsearch%3fq%3d404)）も分析しました。

水サンプルは、ASTM 8421 分析法に従って前処理しました⁵。サブサンプリングによる化合物の損失を避けるため、各水サンプルの全体 (5 mL) を用いました。各サンプルに 160 ng/L の同位体標識サロゲート物質をスパイクしました。次に 5 mL のメタノールを各水サンプルに添加し、ボルテックス混合しました。25 mm、0.2 μm のポリプロピレン製シリンジフィルターを使用して、10 mL のサンプル全体をシリンジろ過しました。ろ過後、酢酸 10 μL を各サンプルに添加しました。pH が 4 を超えるサンプルには、必要に応じてさらに酢酸を添加しました。各サンプルのアリコートポリプロピレン製オートサンプラーバイアルに移し、PFAS キットを取り付けた ACQUITY™ I Class FTN BSM システムに接続した Xevo™ TQ Absolute MS で分析を行いました。

データのレビュー

Atlantis Premier BEH C₁₈ AX カラムを使用して得られたデータを、ASTM 8421 で概説されているデータの質のガイドラインに照らして評価しました。ガイドラインには以下が含まれます。

1. 最低 5 ポイントの直線検量線を使用しなければならない。
2. キャリブレーションスタンダードと QC 注入の逸脱 (%誤差) は、予想濃度の 30% 未満でなければならない。
3. ブランクレスポンスは LLOQ 注入のレスポンスの 50% 未満でなければならない。
4. 内部標準のレスポンスは、バッチのレスポンスの中央値の 30% 以内でなければならない。
5. 内部標準およびネイティブ化合物の保持時間は、予想保持時間の 5% (+/- 3秒) 以内でなければならない。
6. イオン比は平均レファレンスピークの 30% 以内でなければならない。

LC 条件

LC システム:	FTN を搭載した ACQUITY I - Class BSM
バイアル:	700 µL ポリプロピレン製ねじ蓋バイアル (製品番号 : 186005219)
分析カラム:	Atlantis Premier BEH C ₁₈ AX 2.1 × 100 mm、1.7 µm (製品番号: 186009368)
アイソレーターカラム:	Atlantis Premier BEH C ₁₈ AX 2.1 × 50 mm、2.5 µm (製品番号: 186009390)
カラム温度:	35 °C
サンプル温度:	10 °C
注入量:	30 µL
流速:	0.3 mL/分
移動相 A:	2 mM 酢酸アンモニウム水溶液

移動相 B:

0.1% (v/v) 水酸化アンモニウムメタノール溶液

グラジエントテーブル

時間 (分)	%A	%B	曲線
0	99	1	初期条件
2	99	1	6
3	75	25	6
8	50	50	6
15	15	85	6
16	0	100	6
20	0	100	6
20.1	100	0	6
23.5	100	0	6
24	99	1	6

MS 条件

MS システム: Xevo TQ Absolute

イオン化モード: ESI-

キャピラリー電圧: 0.5 kV

イオン源温度: 100 °C

脱溶媒温度: 350 °C

脱溶媒流量: 900 L/時間

コーンガス流量: 150 L/時間

Atlantis™ BEH™ C₁₈ AX ミックスモードカラムを使用して、1 回の注入で分析できる PFAS の範囲を超短鎖を含むように拡大する

MRM メソッド:

MRM メソッドの詳細については、付録を参照してください

データ管理

ソフトウェア:

定量のための waters_connect™

結果および考察

ミックスモードクロマトグラフィーカラムが登場する以前は、主に逆相メカニズム (C₁₈) が PFAS の分析に使用されてきました⁶。図 1 の上のクロマトグラムからわかるように、鎖長が C4 未満のカルボン酸ファミリーの PFAS は、標準の逆相カラムでは十分に保持されません。この例では、TFA (C2) および PFPrA (C3) はカラムのボイド領域 (T₀) 内で溶出しています。これにより、PFPrA で見られるようにピーク形状が歪みますが、同じ領域に溶出する保持されないマトリックス化合物からのマトリックス干渉を受ける可能性も大幅に増大します。逆相メカニズムと陰イオン交換メカニズムの両方を備えたミックスモードの Atlantis Premier BEH C₁₈ AX カラムでは、PFAS の保持モードは C-F 鎖の疎水性のみに留まりません。-CO₂ や -SO₄ などの官能基も保持に関与しているため、C-F 鎖が長鎖の PFAS ほど疎水性を持たない TFA や PFPrA のような超短鎖 PFAS の保持が増大します。図 1 の下のクロマトグラムは、この研究で説明したグラジエントを使用する Atlantis Premier BEH C₁₈ AX カラムでの超短鎖 PFAS の保持が増大していることを示しています。TFA はミックスモードカラムで保持されたものの、共用のラボ (他のアプリケーションで移動相モディファイヤーとして TFA を使用している) で前処理されたサンプル内には、依然として大量の TFA 汚染がありました。このため、サンプルおよび標準試料中の TFA 汚染の管理が困難になります。そこで、このアプリケーションノートで示しているクロマトグラムでは、同位体標識 TFA 類似体を TFA を代表するピークとして使用しています。

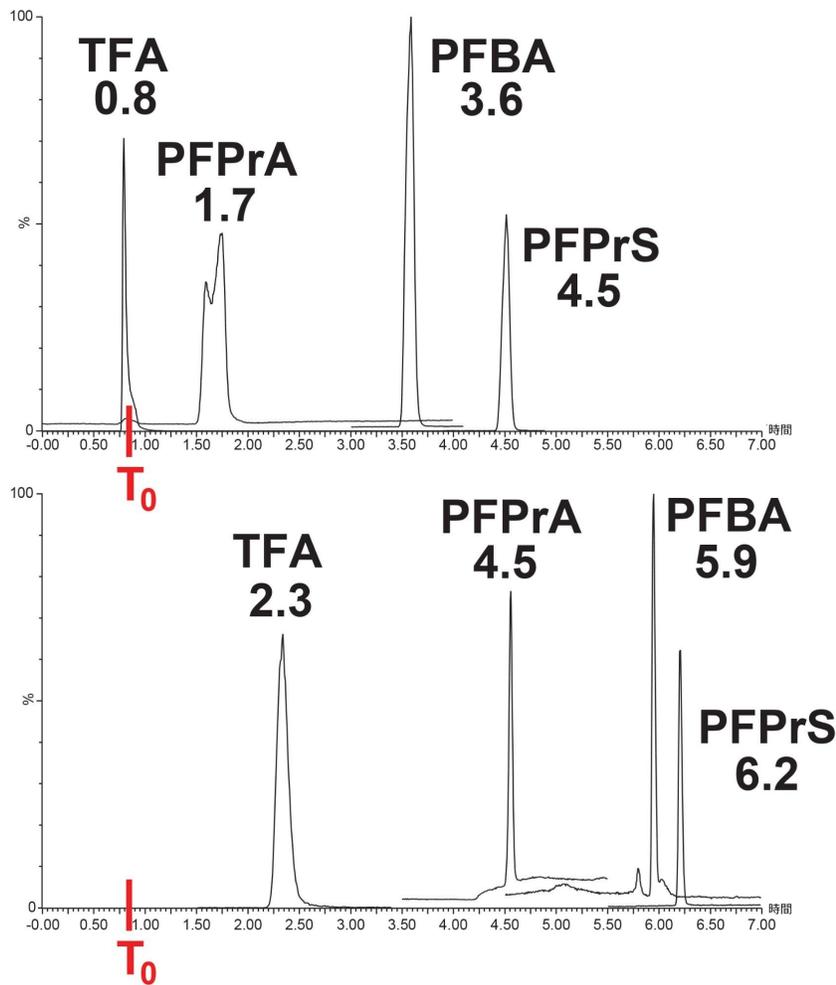


図 1. 逆相のみのカラム（上）およびミックスモード *Atlantis Premier BEH C₁₈* AX カラム（下）での、保持時間をラベル付けした TFA、PFPrA、PFBA、PFPrS の保持の比較。ネイティブの TFA アナログでは汚染の問題があるため、TFA の同位体標識アナログを使用しています。

標準の PFAS グラジエントメソッドでは、グラジエント全体にわたって pH が一貫している添加剤（通常は酢酸アンモニウム）を含む水系移動相および有機移動相を使用します。これは、疎水性または極性のみに基づいて化合物を保持し、グラジエントにわたる有機濃度の増加を利用して化合物を分離する逆相カラムに適しています。Atlantis Premier BEH C₁₈ AX カラムのようなミックスモードカラムの場合は、グラジエントにわたって pH を変化させてカラム上のイオン交換部位を本質的に活性化（保持）および不活性化（溶出）することによって、陰イオン交換の選択性を利用します。したがって、最高の分離能は、グラジエントにわたって有機組成と pH の両方を変化させることで得られます。図

2はその一例で、選択した44種類のPFASの、Atlantis Premier BEH C₁₈ AXカラムでの、通常の酢酸アンモニウム含有のpHが一定の水/メタノールのグラジエントを使用したクロマトグラフィー分離(図2A)と、水酸化アンモニウムを含み、グラジエントにわたってpHが上昇する水/メタノールのグラジエントを使用した分離(図2B)とを比較しています。酢酸アンモニウムのグラジエントでは、44種類のPFASすべてが約3分の範囲内に溶出しています。水酸化アンモニウムを移動相添加剤として利用してpHグラジエントを作成すると、約13分の溶出範囲にわたって分離が向上しています。クロマトグラフィー分離の向上によるメリットには、各MRM機能のデュエルタイムを長くできることによるマススペクトルデータの質の向上、および共溶出するマトリックス化合物によるマトリックス干渉の可能性の低減などがあります。

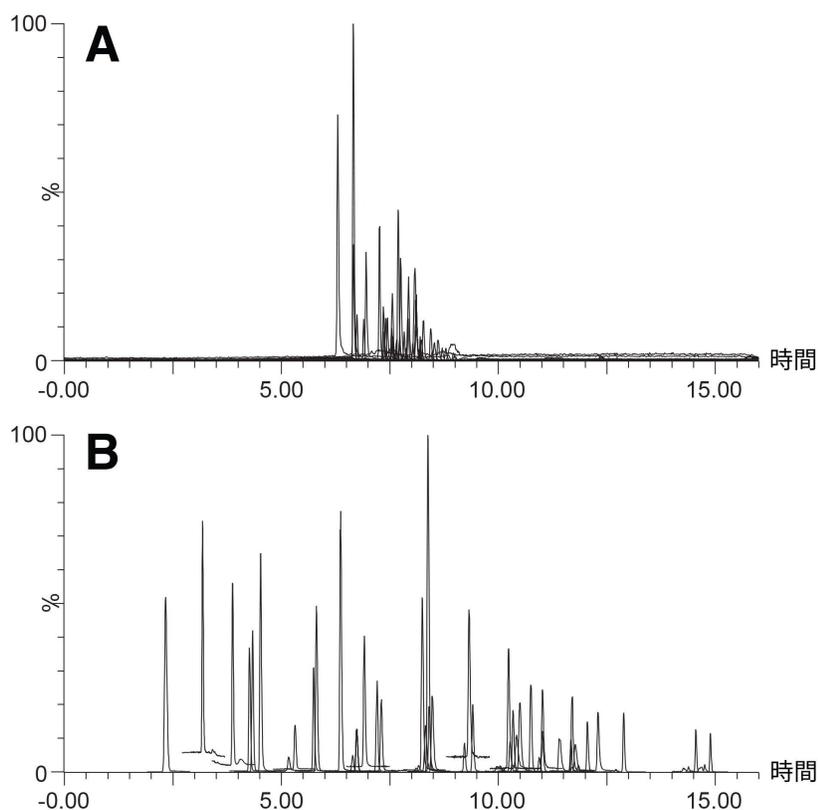


図2. 一定のpHでの標準的な酢酸アンモニウムグラジエント(A)およびpHが変わる水酸化アンモニウムグラジエント(B)を使用した場合のAtlantis Premier BEH C₁₈ AXカラムにおける46種類のPFASの保持の比較

ミックスモードカラムでの最終的なサンプル分析において、ブランクサンプル中に溶媒汚染によって少数のTFA、PFPrA、PFBAが検出されたことを除き、すべてのサンプルでASTM 8421が要求するデータ品質のガイドラインが達成

されてきました。図3の概要は、広範なサンプルの種類の分析において、データ品質のガイドラインが達成されていることを示しています。

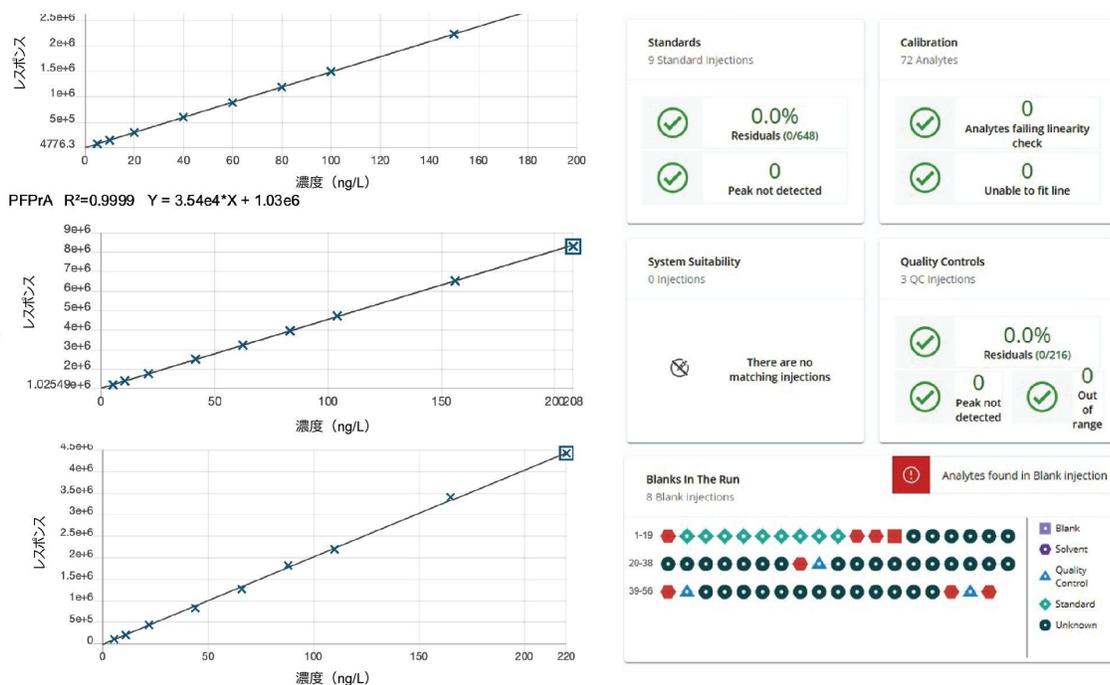


図3. (左) 5 ~ 200 ng/L の範囲にわたる 13C₂-TFA、PFPrA、PFPrS の検量線。TFA については、ネイティブの TFA アナログでは汚染の問題があるため、TFA の同位体標識アナログを使用しています。(右) 残差、キャリブレーション、品質管理、ブランクなどの重要な ASTM データの質のガイドラインを示す、定量のための waters_connect の概要のページ。

サンプルの初回注入において、図4の上のクロマトグラムに示すように、最も早く溶出する化合物において、期待される5%の保持時間の許容範囲内に収まらない重大な保持時間のシフトが発生しました。早く溶出する化合物に保持時間のシフトが観察されたことから、サンプルのpHを試験しました。ASTM 8421分析法で要求されているように、希釈およびろ過後の各サンプルに最初に酢酸を10 μL添加していますが、それでもpH値が高いサンプルがいくつかありました。検量線サンプルの作成に使用した溶液は約pH4でした。分析したサンプルのほとんどは、10 μLの酢酸を添加すると、pH4前後のレベルに収まりました。一方、金属表面処理廃液サンプルはpH5.5、浸出液はpH5付近、製紙排水サンプルはpH4.5でした。図4から、これら3つのサンプルでは、pHに応じて保持が低下していることがわかります。pHが最も高いサンプル(金属表面処理業者からの水)の保持が最も低く(保持時間が最も短く)、次いで埋立地浸出水、製紙工場排水の順になりました。このことを念頭に置いて、各サンプルに追加の酢酸を添加してpHを4に調整し、サンプルを再分析しました。すべてのサンプルを同じ公称pH値に調整したところ、図4の下

から、早く溶出する化合物の保持時間の方がはるかに安定しており、保持時間の許容値 5% 以内に収まっていることがわかります。さらに、グラジエントの残りの部分全体にわたって化合物は安定しており、保持時間の許容値 5% 以内に十分収まっています（図 5）。このことから、ミックスモードカラムに注入する前に最終的なサンプルの pH をモニターすることの重要性が浮き彫りになります。SPE を使用してサンプルを前処理すると、pH 変化を引き起こす可能性のあるマトリックスのほとんどが除去されて最終的なサンプルがより均一になるはずなので、サンプルの pH はそれほど変動しない可能性があります。

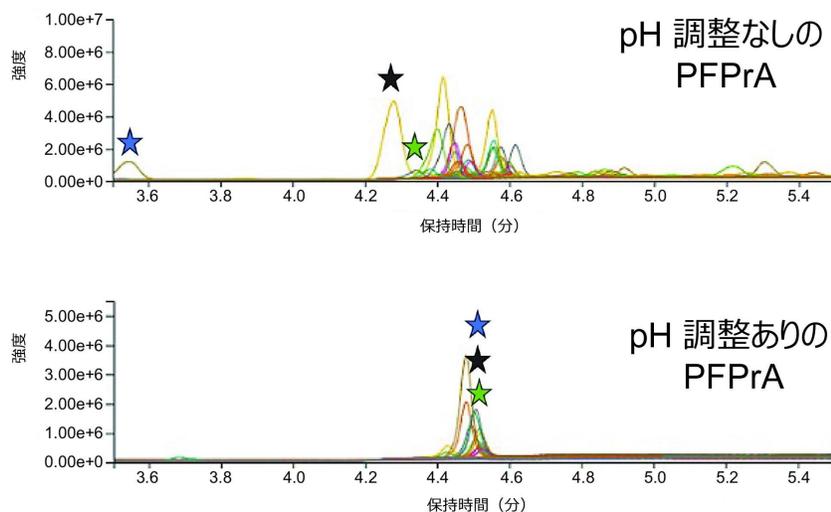


図 4. 追加の pH 調整なし（上）および追加の pH 調整あり（下）での、さまざまな種類のサンプルにおける PFPrA の保持の重ね描き。星印は、金属表面処理廃液（青）、浸出液（黒）、および製紙工場排水サンプル（緑）からのピークを示します。

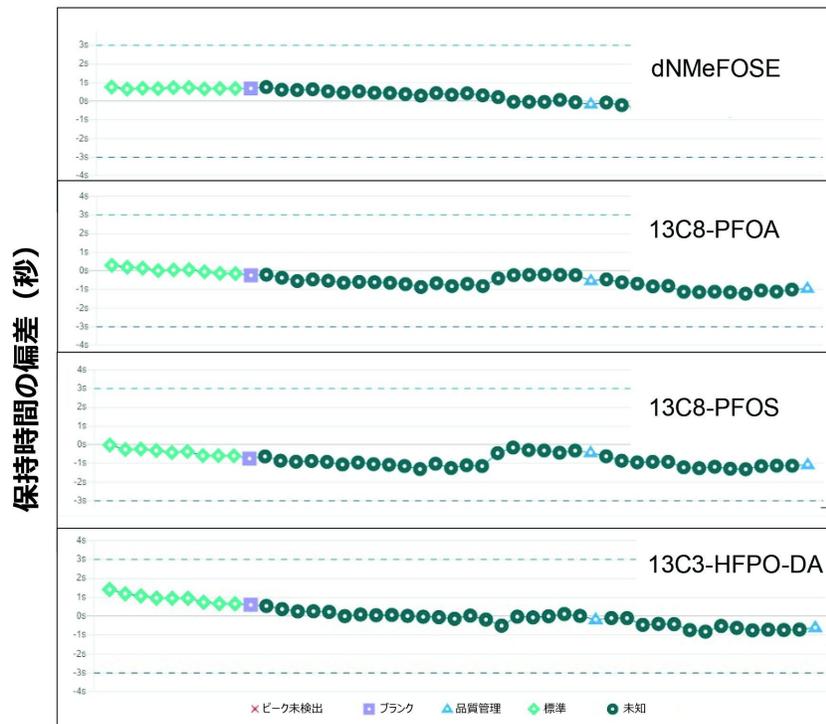


図 5. Atlantis Premier BEH C₁₈ AX カラムでのさまざまなクラスの PFAS の保持時間の安定性

データが ASTM 8421 分析法の品質管理ガイドラインの範囲内に収まることを確認した上で、認定レファレンス物質を水サンプルと同じバッチで分析および定量しました。この分析の結果は図 6 に示しています。またこの図では逆相カラムでの定量結果も比較しています。ミックスモードのデータと逆相のデータは極めて同等であることから、C₁₈ AX カラムを使用した場合に共溶出してイオン化の抑制や増強を引き起こす主要なマトリックス成分がないことがわかります。ほとんどの化合物の定量結果が標準試料の認定範囲内に収まりましたが、一部の化合物では、両方のカラムでわずかに高い定量結果になりました。これは、認定値がサンプルサイズ 500 mL に基づいており、この試験では、採取された水サンプルのサイズを再現するために、サンプルサイズを 5 mL に調整しているという事実で説明できる可能性があります。したがって、この認定範囲は、このような小さいサンプルサイズではそれほど正確でない可能性があります。全体として、廃水 CRM の分析により、ミックスモードのカラムでの分析法は正確であることが示されました。さらに、ミックスモードカラムでの分析は、C₁₈ 逆相のみのカラムと同程度に正確であることがわかりました。

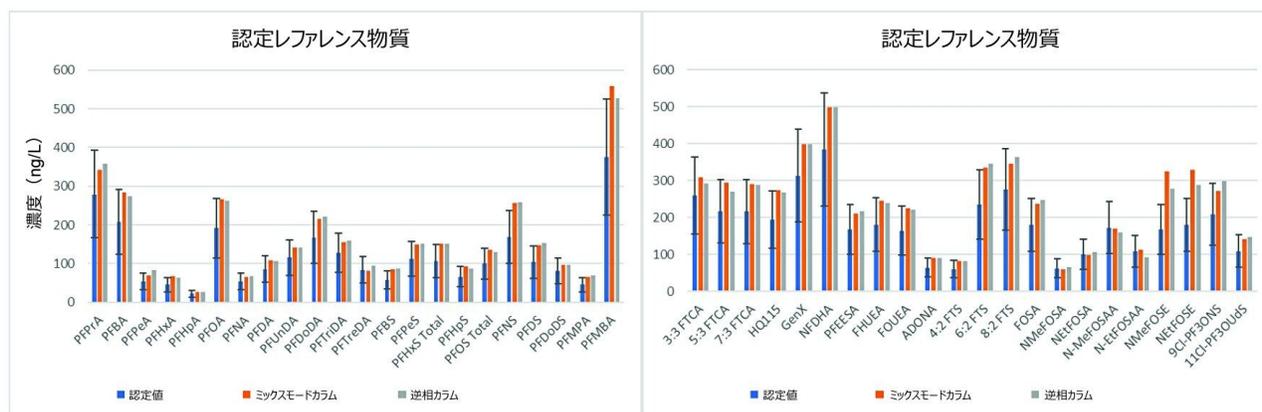


図 6. ERA 認定レファレンス物質に対する分析法の性能について、ミックスモードカラムと逆相カラムの両方で得られた分析結果の比較

Atlantis Premier BEH C₁₈ AX カラムでさまざまなサンプルの種類を分析したところ、埋立地浸出液サンプル中に、有意なレベルの TFA、PFPrA、PFPrS が同定されました。逆相カラム (ACQUITY BEH C₁₈ カラム) を使用した以前のサンプルの分析では、PFPrA のみが含まれており、この物質はカラムでよく保持されませんでした。Atlantis Premier BEH C₁₈ AX カラムのミックスモードケミストリーによって保持が可能になった超短鎖 PFAS が含まれていないことから、このサンプルの分析では、かなりの量の PFAS が欠落していたと思われます。ミックスモードカラムを使用すると、超短鎖 PFAS が含まれるだけでなく、ルーチン検査の分析法で通常ターゲットになる残りの PFAS も、同じカラムで、同じ 1 回の注入で分析できました。表 2 に、逆相カラムとミックスモードカラムの両方を使用して、埋立地浸出液サンプルから同定された各 PFAS の定量値および差 (%) の計算値を示します。同定されたすべての PFAS において、定量結果の両方のセットの間の差 (%) は 15% 以内でした (33% であった PFBA を除く)。PFBA の差 (%) が大きいのは、図 7 に示すように、C₁₈ AX カラムでは分離されているピークが C₁₈ カラムでは共溶出したことにより、埋立地浸出液サンプル中の PFBA が過大評価された結果であると考えられます。C₁₈ AX クロマトグラムの丸で囲んだピークは、逆相クロマトグラムでは PFBA のピークの広がり/わずかなピークのテーリングになったように見えます。

化合物	C ₁₈ AX (ng/L)	逆相 (ng/L)	% 差	化合物	C ₁₈ AX (ng/L)	逆相 (ng/L)	% 差
TFA	7790	-	NA	PFMPA	10.6	9.8	8.2
PFPrA	1063.6	1204	11.7	PFMBA	3	2.8	7.1
PFBA	1904.8	2853.2	33.2	3:3 FTCA	183.8	210	12.5
PFPeA	3150.8	3351.4	6.0	5:3 FTCA	6343.8	6176.2	2.7
PFHxA	5004.4	5002.4	0.0	7:3 FTCA	151.4	147.4	2.7
PFHpA	743.2	682	9.0	GenX	4.2	4	5.0
PFOA	1431	1379	3.8	NFDHA	ND	ND	ND
PFNA	133	129.2	2.9	PFEESA	ND	ND	ND
PFDA	153.4	147.4	4.1	FHUEA	48.8	48.4	0.8
PFUnDA	ND	ND	ND	FOUEA	ND	ND	ND
PFDoDA	ND	ND	ND	ADONA	ND	ND	ND
PFTriDA	ND	ND	ND	4:2 FTS	42.2	40.4	4.5
PFTreDA	ND	ND	ND	6:2 FTS	6829.2	7012.2	2.6
PFPrS	552	-	NA	8:2 FTS	69.2	69.4	0.3
PFBS	4055.8	4293.4	5.5	FOSA	11	10	10.0
PFPeS	348	361	3.6	NMeFOSA	ND	ND	ND
PFHxS	1133.8	1158.4	2.1	NEtFOSA	ND	ND	ND
PFHpS	29.4	32.2	8.7	N-MeFOSAA	254.6	222.4	14.5
PFOS	452.8	454	0.3	N-EtFOSAA	76.4	71.4	7.0
PFNS	ND	ND	ND	NMeFOSE	ND	ND	ND
PFDS	ND	ND	ND	NEtFOSE	ND	ND	ND
PFDoDS	ND	ND	ND	9Cl-PF3ONS	ND	ND	ND
HQ115	689.6	639	7.9	11Cl-PF3OUdS	ND	ND	ND

表 2. Atlantis Premier BEH C₁₈ AX ミックスモードカラムおよび ACQUITY BEH C₁₈ 逆相カラムでの、埋立地浸出液サンプル中の 46 種類の PFAS 化合物の定量（両データセットの間の差（%）を示す）。（ND）未検出、(NA) 該当なし。

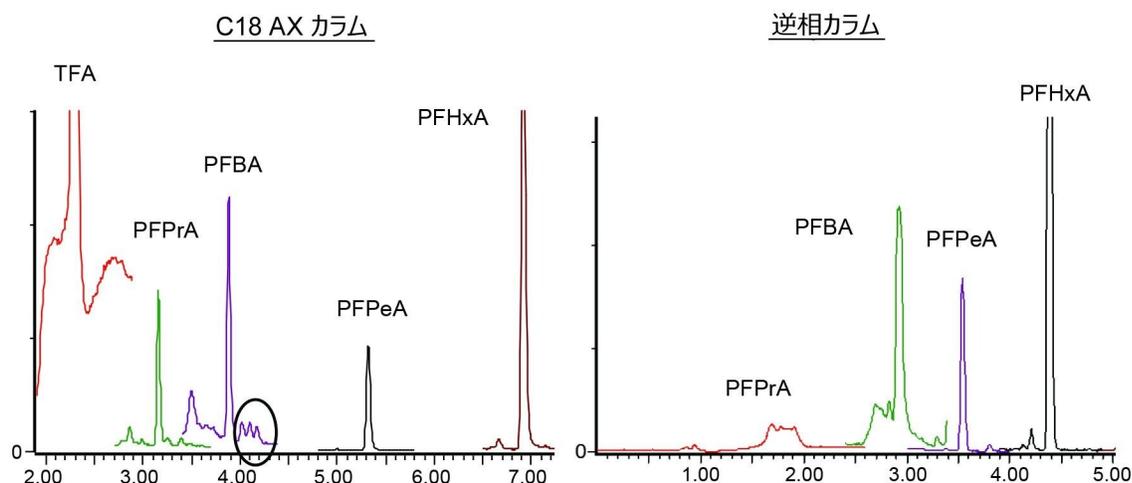


図7. C_{18} AX カラムおよび逆相カラムでの $C_2 \sim C_6$ カルボン酸の溶出を示す、埋立地浸出液サンプルの拡大クロマトグラム。丸で囲んだ共溶出ピークは、逆相カラムでは $PFBA$ の定量値が高くなる原因となり、 C_{18} AX カラムでは分離されています。拡大した結果、 TFA と $PFHxA$ のピークは切り落とされています。

結論

Atlantis Premier BEH C_{18} AX カラムは、PFAS の疎水性およびイオン性を利用して、1 回の注入で TFA や $PFPrA$ のような超短鎖 PFAS を正常に保持できると同時に、他のすべての従来の長鎖 PFAS を分析および定量できる機能があることが示されました。ASTM 8421 データの質ガイドラインに従って、組成がかなり大きく異なるさまざまな水サンプルを定量しました。結果は、ERA 認定廃水レファレンス物質も使用して検証されており、幅広い PFAS 分析に Atlantis Premier BEH C_{18} AX カラムを自信を持って使用できます。Atlantis Premier BEH C_{18} AX カラムを使用することで、現行の LC-MS システムで、超短鎖 PFAS から長鎖 PFAS まで、1 回の注入で分析できる PFAS の範囲を拡張できます。

参考文献

1. M Ateia, A Maroli, N Tharayil, T Karanfil. The Overlooked Short- and Ultrashort-chain Poly- and Perfluorinated Substances: A review. *Chemosphere*. 2019, 220, 866–882.
2. S Brendel, E Fetter, C Staude, L Vierke, A Biegel-Engler. Short-chain perfluoroalkyl acids: environmental

concerns and a regulatory strategy under REACH.*Environ Sci Eur.*2018;30(1):9.

3. MK Bjornsdotter, LWY Yeung, A Karrman, IE Jogsten.Ultra-Short Chain Perfluoroalkyl Acids Including Trifluoromethane Sulfonic Acid in Water Connected to Known and Suspected Point Sources in Sweden. *Environ.Sci.Technol.* 2019, 53, 19, 11093–11101.
4. R Aro, U Eriksson, A Karrman, F Chen, T Wang, LWY Yeung.Fluorine Mass Balance Analysis of Effluent and Sludge from Nordic Countries.*ACS EST Water.*2021, 1, 2087–2096.
5. ASTM D8421-22, Standard Test Method for Determination of Per- and Polyfluoroalkyl Substances (PFAS) in Aqueous Matrices by Co-solvation followed by Liquid Chromatography Tandem Mass Spectrometry (LC/MS/MS), ASTM International, West Conshohocken, PA, 2022, www.astm.org <<http://www.astm.org/>> .
6. K Organtini, K Rosnack, D Stevens, E Ross.Analysis of legacy and Emerging Perfluorinated Alkyl Substances (PFAS) in Environmental Water Samples Using Solid Phase Extraction (SPE) and LC-MS/MS.Waters Application Note. [720006471](https://www.waters.com). January 2019.

付録

化合物	プリカーサー	フラグメント	CV	CE
TFA	112.9	68.9	8	10
PFPrA	162.9	118.9	10	10
PFBA	213.0	169	10	10
PFPeA	262.9	219	10	5
PFHxA	312.9	269	5	10
		119	5	20
PFHpA	362.9	319	15	10
		169	15	15
PFOA	412.9	369	10	10
		169	10	15
PFNA	462.9	419	10	10
		219	10	15
PFDA	512.9	468.9	15	9
		219	15	15
PFUnDA	562.9	518.9	25	10
		269	25	20
PFDoDA	612.9	568.9	30	10
		169	30	25
PFTrIDA	662.9	618.9	5	10
		169	5	30
PFTreDA	712.9	668.9	10	25
		169	10	15
PFPrS	248.9	80.1	15	30
		99.1	15	30
PFBS	298.9	80.1	15	30
		99.1	15	30
PFPeS	348.9	79.9	10	30
		98.9	10	30
PFHxS	398.9	80.1	10	35
		99.1	10	30
PFHpS	448.9	80.1	15	35
		99.1	15	35
PFOS	498.9	80.1	15	40
		99.1	15	40
PFNS	548.9	80.1	20	40
		99.1	20	40
PFDS	598.9	80.1	46	46
		99.1	46	46
PFUnDS	649.1	80	40	55
		99	40	55
PFDoDS	699.1	80	40	55
		99	40	55
PFTrDS	749.1	80	40	55
		99	40	55
GenX (HFPO-DA)	285.0	169	5	7
		GenX	5	35
ADONA	376.9	251	10	10
		377.3	10	25
9Cl-PF3ONS	530.9	350.9	15	25
		82.9	15	25
11Cl-PF3OUdS	630.9	450.9	30	30
		631.2	30	30
HQ-115	279.9	146.9	5	25
		210.9	5	20
4:2 FTS	326.9	306.9	15	15
		327.3	15	35
6:2 FTS	426.9	407	10	20
		427.3	12	32
8:2 FTS	526.9	506.8	15	25
		527.3	15	37
3:3 FTCA	241.0	116.9	5	40
		176.9	5	10
5:3 FTCA	340.9	216.9	5	25
		237	5	10

化合物	プリカーサー	フラグメント	CV	CE
7:3 FTCA	440.9	316.9	10	22
		337	10	17
PFEEESA	314.9	82.9	15	20
		134.9	15	20
NFDHA	295.0	84.9	5	10
		200.9	5	10
FOUEA	456.9	393	20	11
FHUEA	356.9	292.9	20	12
FOSA	497.9	78	40	30
N-MeFOSA	511.9	168.9	40	30
		218.9	40	25
N-EtFOSA	525.9	168.9	5	25
		218.9	5	25
N-MeFOSE	616.0	59	15	15
N-EtFOSE	630.0	59	15	15
N-MeFOSAA	569.9	418.9	35	25
		219.1	35	20
N-EtFOSAA	584.0	418.9	15	20
		525.9	15	20
¹³ C ₂ -TFA	114.9	69.9	8	10
¹³ C ₃ -PFPrA	165.9	120.9	10	10
¹³ C ₃ -PFBA	216.9	172	10	10
¹³ C ₃ -PFPeA	267.9	223	10	5
		272.9	10	5
¹³ C ₃ -PFHxA	317.9	119.9	10	20
		321.9	15	10
¹³ C ₄ -PFHpA	366.9	169	15	15
		375.9	5	15
¹³ C ₆ -PFOA	420.9	172	5	10
		426.9	10	10
¹³ C ₆ -PFNA	471.9	223	10	15
		473.9	5	10
¹³ C ₆ -PFDA	519	219	5	15
		524.9	5	10
¹³ C ₇ -PFUnDA	569.9	274	5	15
		569.9	10	10
¹³ C ₇ -PFDoDA	614.9	169	10	25
		169	25	35
¹³ C ₂ -PFTreDA	714.9	669.9	25	10
		80.1	10	30
¹³ C ₃ -PFBS	301.9	99.1	10	25
		80.1	10	40
¹³ C ₃ -PFHxS	401.9	99.1	10	35
		80.1	15	40
¹³ C ₆ -PFOS	506.9	99.1	15	40
		78.1	35	25
¹³ C ₂ -FOSA	505.9	78.1	35	25
d NMeFOSA	514.9	168.9	40	30
d NEtFOSA	531	168.9	5	25
d7-NMeFOSE	623	58.9	15	15
d9-NEtFOSE	639	58.9	15	15
D ₅ -N-EtFOSAA	589	418.9	30	20
		506.9	30	15
D ₃ -N-MeFOSAA	572.9	418.9	35	20
		482.7	35	15
¹³ C ₂ -4:2 FTS	328.9	308.9	40	15
		81	40	25
¹³ C ₂ -6:2 FTS	428.9	409	10	20
		80.9	10	27
¹³ C ₂ -8:2 FTS	528.9	508.9	10	20
		81	10	35
¹³ C ₃ -GenX	287	169	5	12
		119	5	12

付録表 1 分析に含まれている PFAS の MS 分析法の条件

ソリューション提供製品

ACQUITY UPLC I-Class PLUS システム <<https://www.waters.com/134613317>>

定量のための waters_connect <https://www.waters.com/nextgen/global/products/informatics-and-software/waters_connect-for-quantitation.html>

Xevo TQ Absolute タンデム四重極質量分析計 <<https://www.waters.com/nextgen/global/products/mass-spectrometry-systems/xevo-tq-absolute.html>>

720008034JA、2023 年 8 月



© 2024 Waters Corporation. All Rights Reserved.

[利用規約](#) [プライバシー](#) [商標](#) [キャリア](#) [クッキー](#) [クッキー環境設定](#)