

# 離乳食中の 30 種類のペルフルオロアルキル化合物およびポリフルオロアルキル化合物の測定

## Captiva EMR PFAS Food I パススルークリーンアップと LC/MS/MS 検出を使用

### 著者

Limian Zhao,  
Matthew Giardina, and  
Emily Parry  
Agilent Technologies, Inc.

### 概要

このアプリケーションノートでは、離乳食中のペルフルオロアルキルおよびポリフルオロアルキル化合物 (PFAS) の多成分残留分析メソッドの開発とバリデーションについて説明します。このメソッドでは、QuEChERS 抽出の後に、Agilent Captiva EMR PFAS Food I カートリッジによる EMR ミックスモードパススルークリーンアップと、LC/MS/MS 検出を使用しています。このメソッドの特長は、簡素で効率的なサンプル前処理、高感度な LC/MS/MS 検出、適切な標準検量線を用いた信頼性の高い定量です。新しい Captiva EMR PFAS Food I カートリッジは、植物由来の生鮮食品と加工食品に含まれる PFAS の分析専用開発および最適化されています。このメソッドの適合性、感度、真度、精度などについて、AOAC 標準メソッド性能要件 (SMR) に基づいてバリデーションしました。このメソッドが、離乳食に含まれる 4 種類の主要な PFAS ターゲット (ペルフルオロオクタンスルホン酸 (PFOS)、ペルフルオロオクタ酸 (PFOA)、ペルフルオロノナン酸 (PFNA)、ペルフルオロヘキサンスルホン酸 (PFHxS)) とその他の 26 種類の PFAS ターゲットに必要な定量下限 (LOQ)、回収率、再現性を満たしていることを証明しました。

## はじめに

ここ数年で、食品中の PFAS 残留物の測定に対する関心は高まっており、より多くの注目を集めるようになってきました。2023 年 4 月に、欧州委員会は鶏卵、魚、魚介類、肉、内臓に含まれる 4 種類の主要な PFAS 化合物 (PFOS、PFOA、PFNA、PFHxS) に関する規制を施行しました。<sup>1</sup> 2023 年 11 月には AOAC が、農産物、飲料、乳製品、鶏卵、魚介類、肉製品、飼料に含まれる 30 種類の PFAS の分析について、SMPR 2023.003 をリリースしました。<sup>2</sup>

食品分析では、効率的な PFAS 抽出とマトリックス共溶出物除去のためのサンプル前処理メソッドが、メソッド全体で重要な役割を果たします。食品マトリックスは多種多様で複雑なため、サンプル前処理メソッドでは、サンプル抽出とマトリックスクリーンアップの効率性だけでなく、メソッド全体のシンプルさ、サンプル処理の効率性、さまざまなマトリックスへの対応が求められます。水、土壌、その他のマトリックスなどの環境サンプルにおける PFAS 分析には、弱アニオン交換 (WAX) 充填剤ベースの固相抽出 (SPE) メソッドが広く使用されてきました。<sup>3,4</sup> ただし SPE メソッドは、複雑な固体食品マトリックスのサンプル前処理には適していません。食品サンプルはカートリッジにロードする前に抽出する必要がありますためです。また、一般的な SPE 手順にはコンディショニング、平衡化、ローディング、洗浄、溶出が含まれており、多くの時間と溶媒が必要です。

食品サンプル中の PFAS の前処理には、QuEChERS 抽出の後に一般的な分散 SPE (dSPE) クリーンアップが使用されてきました。<sup>5</sup> ただし、dSPE クリーンアップでは多くの食品マトリックスで効率的なマトリックス除去ができず、食品の低い LOQ 要件に対応できません。このため、dSPE クリーンアップの後に、さらに WAX SPE クリーンアップが追加されています。<sup>5</sup> 結果としてこのメソッドには時間と手間がかかり、サンプル処理の生産性に大きな影響が出ることになります。また、この dSPE サンプルクリーンアップでは、PFAS ターゲットが失われます。

Agilent Captiva EMR PFAS Food カートリッジは、食品中の PFAS の分析専用開発および最適化されています。多種多様な食品マトリックスに対応するため、2 種類のカートリッジ (I および II) が設計されました。この研究の目的は、離乳食に含まれる 30 種類の PFAS を測定するための完全なワークフローを開発してバリデーションすることです。このワークフローでは、QuEChERS 抽出の後に、Captiva EMR PFAS Food I カートリッジによる EMR ミックスモードパススルークリーンアップと Agilent 6495D LC/MS/MS による検出を使用します。

## 実験方法

### 材料および試薬

非標識 PFAS と同位体標識された内部標準 (ISTD) 一次標準原液は、Wellington Laboratories (オンタリオ州、カナダ) から購入しました。メタノール (MeOH)、アセトニトリル (ACN)、イソプロピルアルコール (IPA) は、VWR (ラドナー、ペンシルベニア州、米国) から購入しました。酢酸と酢酸アンモニウムは、MilliporeSigma (バーリントン、マサチューセッツ州、米国) から購入しました。

### 溶液および標準

28 種類の PFAS ターゲット用にそれぞれ、非標識 PFAS 一次溶液を MeOH で 200、20、2 ng/mL の濃度に希釈して、3 種類の非標識 PFAS スパイク溶液 (I、II、III) を前処理しました。ただし、例外があります。その他の 28 種類のターゲットに対して、PFBA では 10 倍、PFPeA では 5 倍の濃度を使用します。

ISTD スパイク溶液は、ISTD 一次溶液を MeOH で 100 ng/mL の濃度に希釈して用意しました。

非標識 PFAS スパイク溶液と ISTD スパイク溶液を使用して、非標識 PFAS ターゲットの添加用標準の濃度が 10、20、50、100、200、500、1,000、2,000、5,000 ng/L、ISTD の濃度が 1,000 ng/L になるように、MeOH で前処理しました。これらは、マトリックスのプレスバイクQCサンプルにも使用しました。すべての標準を 4 °C で保管し、2 週間以内に使用しました。

1 % 酢酸を含む ACN 抽出溶媒は、10 mL の氷酢酸を 990 mL の ACN に加えて用意し、室温で保存しました。LC 移動相 A は 5 mM の NH<sub>4</sub>OAc 水溶液、移動相 B は MeOH です。

### 実験装置および材料

この研究では、1290 Infinity II ハイスピードポンプ (G7120A)、1290 Infinity II マルチサンブラ (G7167B)、1290 Infinity II マルチカラムサーモスタット (G7116A) で構成される Agilent 1290 Infinity II LC システムを使用しました。この LC システムを、Agilent Jet Stream iFunnel エレクトロスプレーイオン源を搭載した Agilent 6495D LC/TQ に連結しました。データの取り込みと解析には、Agilent MassHunter Workstation ソフトウェアを使用しました。

### サンプル前処理に使用したその他の機器は以下のとおりです。

- Centra CL3R 遠心機 (Thermo IEC、マサチューセッツ州、米国)
- ジェノグラインダー (メアチエン、ニュージャージー州、米国)
- Multi Reax 試験管シェーカー (Heidolph、シュヴァーバハ、ドイツ)
- ピペットとリピーター (Eppendorf、ニューヨーク州、米国)
- Agilent 加圧式マニホール SPE カートリッジ 48 本用 (PPM-48、部品番号 5191-4101)
- CentriVap および CentriVap コールドトラップ (Labconco、ミズーリ州、米国)
- 超音波洗浄器 (VWR、ペンシルバニア州、米国)

1290 Infinity II LC システムの変更には、Agilent InfinityLab PFC ディレイカラム、4.6 × 30 mm (部品番号 5062-8100) を含む Agilent InfinityLab PFC フリー HPLC 変換キット (部品番号 5004-0006) を使用しました。クロマトグラフィーによる分離には、Agilent ZORBAX RRHD Eclipse Plus C18 カラム、95 Å、2.1 × 100 mm、1.8 μm (部品番号 959758-902) と Agilent ZORBAX RRHD Eclipse Plus C18 カラム、2.1 mm、1.8 μm、圧力上限 1200 bar、UHPLC ガード (部品番号 821725-901) を使用しました。

### その他に、次のようなアジレントの消耗品を使用しました。

- Agilent Bond Elut QuEChERS EN 抽出キット、EN 15662 メソッド、バッファ塩、セラミックホモジナイザ (部品番号 5982-5650CH)
- Captiva EMR PFAS Food I カートリッジ、6 mL カートリッジ、340 mg (部品番号 5610-2230)
- ポリプロピレン (PP) スナップキャップおよびバイアル、1 mL (部品番号 5182-0567 および 5182-0542)
- PP スクリューキャップ型バイアルおよびキャップ、2 mL (部品番号 5191-8150 および 5191-8151)
- チューブおよびキャップ、50 mL、50 個 (部品番号 5610-2049)
- チューブおよびキャップ、15 mL、100 個 (部品番号 5610-2039)

研究で使用した消耗品はすべて、許容可能な PFAS 清浄度についてテストおよび検証済みです。

### LC/MS/MS 機器の条件

LC/MS/MS の設定については、アジレント・テクノロジーのアプリケーションノート 5994-7366JAJP をご覧ください。<sup>6</sup>

### サンプル前処理

離乳食は地元の食料品店から購入しました。離乳食には、複数種類の果物と野菜 (リンゴ、サツマイモ、ニンジン、バナナ、ピーズ、カボチャ、ブルーベリー、ナシ、ブラックベリー、キウイ、ケール、ハウレン草、マンゴー、チア、モモなど) が含まれています。マトリックスサンプリングの一貫性を確保するため、複数の袋の離乳食を、ポリプロピレン製のボトル内で十分に事前混合しました。

離乳食サンプルの前処理では、抽出用に 10 g のサンプルを使用しました。非標識 PFAS スパイク溶液と ISTD スパイク溶液を QC サンプルに適切に添加し、ISTD スパイク溶液のみをマトリックスブランクに添加しました。スパイク後に、サンプルを 10 ~ 15 秒間ボルテックスしました。これで、図 1 のサンプル処理手順を進める準備ができました。

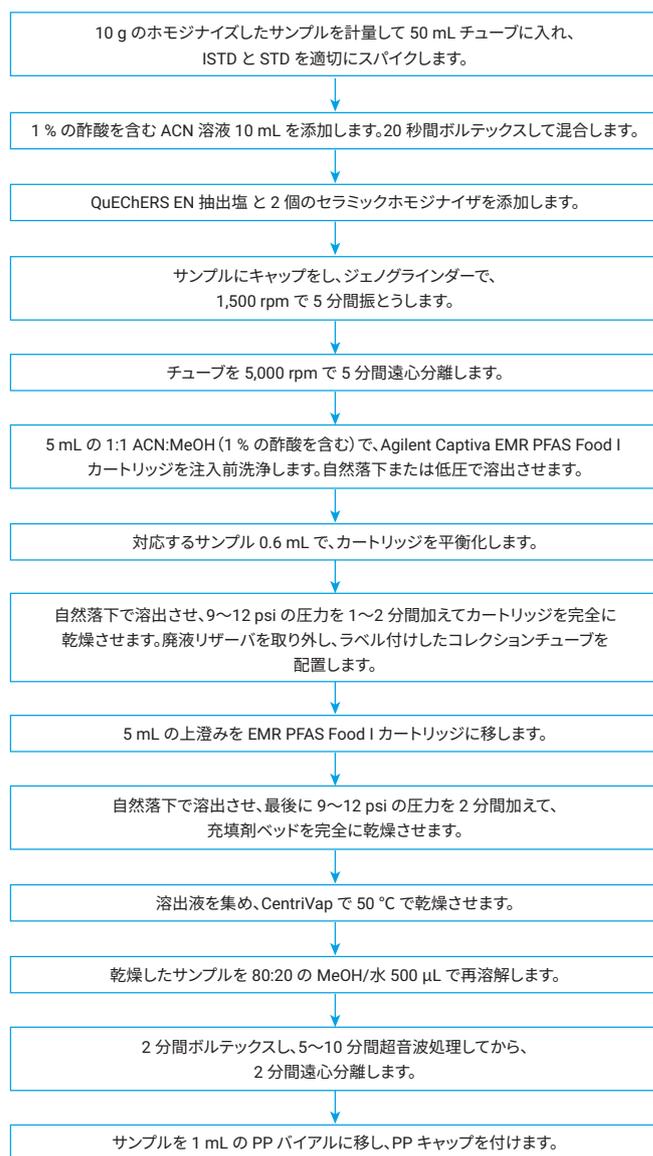


図 1. LC/MS/MS による離乳食での PFAS 分析のサンプル前処理手順

## メソッド性能の評価

Captiva EMR PFAS Food I カートリッジを用いた EMR ミックスモードパススルークリーンアップで、カートリッジによるサンプルクリーンアップ中のマトリックス除去、ターゲット回収率、再現性について評価しました。次に、メソッド全体をバリデーションしました。これにはキャリブレーションの調査、メソッド LOQ の測定、回収率、精度が含まれます。食品中のターゲット LOQ はさまざまであり、PFOA、PFOS、PFNA、PFHxS の LOQ 要件が非常に低いため<sup>1</sup>、7 段階のプレスパイクした QC レベルサンプルを、レベルごとに 4～5 回レプリケートして前処理しました。さらに、マトリックスコントロールサンプル中のターゲットの定量のために、マトリックスブランクを 5～7 回レプリケートして前処理しました。これは真度評価のために重要です。一部の PFAS では、マトリックスからの影響が不可避であるためです。離乳食では、プレスパイクした QC サンプルの PFAS スパイクレベルは 28 種類の PFAS で 0.001、0.002、0.004、0.01、0.02、0.1、0.2 µg/kg で、PFBA の濃度はこの 10 倍、PFPeA の濃度は 5 倍です。すべてのプレスパイクした QC サンプルとマトリックスブランクの ISTD スパイクレベルは、0.1 µg/kg です。

## 結果と考察

### EMR ミックスモードパススルークリーンアップ

Captiva EMR PFAS Food カートリッジでは、従来の QuEChERS 抽出後に、ミックスモードメカニズムによってマトリックスを総体的に除去できます。パススルークリーンアップは、炭水化物、有機酸、色素、脂肪や脂質、その他の疎水性/親水性マトリックス共溶出物などのマトリックス干渉を除去するための、シンプルで効率的な手順です。Captiva EMR PFAS Food I カートリッジにはシンプルな構造の少量の充填剤が含まれており、植物由来の生鮮食品や加工食品（果物、野菜、離乳食、ジュースなど）の分析に推奨されます。Captiva EMR PFAS Food II カートリッジにはより複雑な構造の多量の充填剤が含まれており、動物由来の生鮮食品や加工食品（牛乳、鶏卵、肉、魚、乳児用調製粉乳など）、植物由来の一部の食品（穀類、豆类由来の飼料と食品など）、油の分析に推奨されます。

EMR ミックスモードパススルークリーンアップは、QuEChERS 抽出後に使用される従来の dSPE クリーンアップと比べて、PFAS の回収率と再現性が大幅に改善されています。離乳食の QuEChERS 抽出後の未処理抽出液で、Captiva EMR PFAS Food カートリッジパススルークリーンアップを使用した後の PFAS 回収率を評価し、一般的な dSPE クリーンアップと比較しました。図 2 に、離乳食抽出液中の各ターゲットの平均回収率に基づく比較結果を示します。この結果を見ると、Captiva EMR PFAS Food I カートリッジによる EMR ミックスモードパススルークリーンアップを使用した場合、dSPE クリーンアップと比べて回収率が大幅に向上していることがわかります。

また、GC/MS フルスキャンと LC/Q-TOF トータルイオンクロマトグラム (TIC) スキャンを使用して、サンプルクリーンアップ中のマトリックス除去も評価しました。図 3 にそのクロマトグラムの比較を示します。この結果から、EMR ミックスモードパススルークリーンアップを使用するとマトリックス除去が大幅に改善されることがわかります。

EMR ミックスモードパススルークリーンアップの重要な特長として、PFAS ターゲット回収率とマトリックス除去の改善のほかに、サンプル回収量の向上が挙げられます。サンプル回収量は通常、他の一般的な食品安全性分析（農薬や動物用医薬品の分析）では問題になりません。ただし、食品中の PFAS の分析では必要な LOQ が低～中 ppt レベルであるため、重要となる可能性があります。超低 LOQ では、メソッド感度を上げるために、後濃縮ステップを使用する必要があります。乾燥と再溶解ステップを用いるサンプルクリーンアップの後には、5～10 倍の後濃縮係数を適用することが一般的です。この結果、高い濃度係数と一貫した再溶解を実現するには、サンプル量が重要となります。通常、dSPE クリーンアップのサンプル回収量は約 50 % です。つまり、5 mL のサンプル抽出液をクリーニングすると、サンプル量が約 2.5 mL になってしまうということです。一方、EMR ミックスモードクリーンアップのサンプル回収量は 90 % を超えます。5 mL のサンプル抽出液をクリーニングした場合のサンプル量は、約 4.5 mL になるということです。このように大量のサンプルを確保できるため、後濃縮が容易になり、サンプル再溶解の一貫性を確保できます。

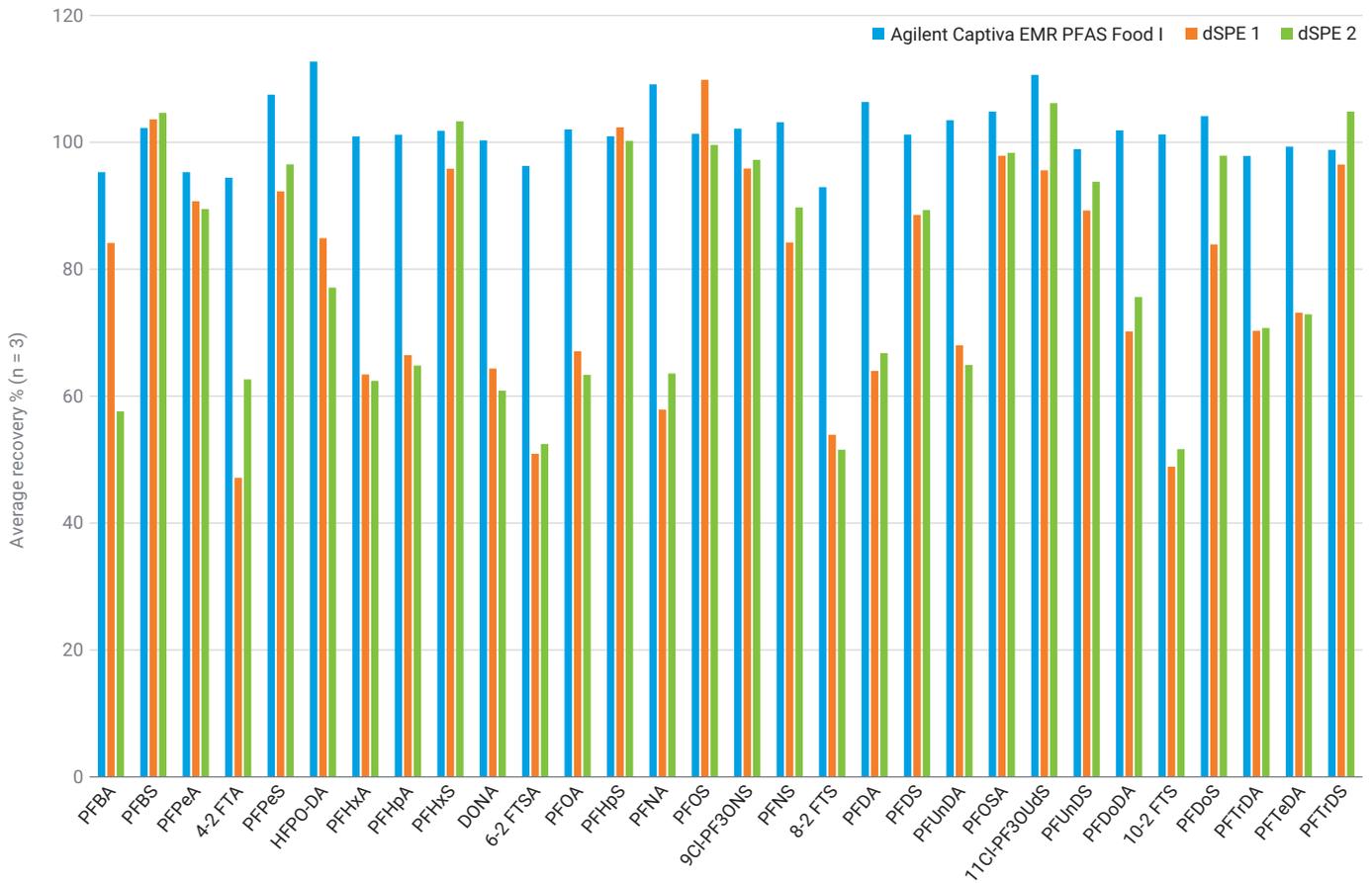


図2. 離乳食での、Agilent Captiva EMR PFAS Food I カートリッジによる EMR ミックスモードパススルークリーニングまたは従来の dSPE クリーニングを用いた、QuEChERS 抽出後の PFAS 回収率

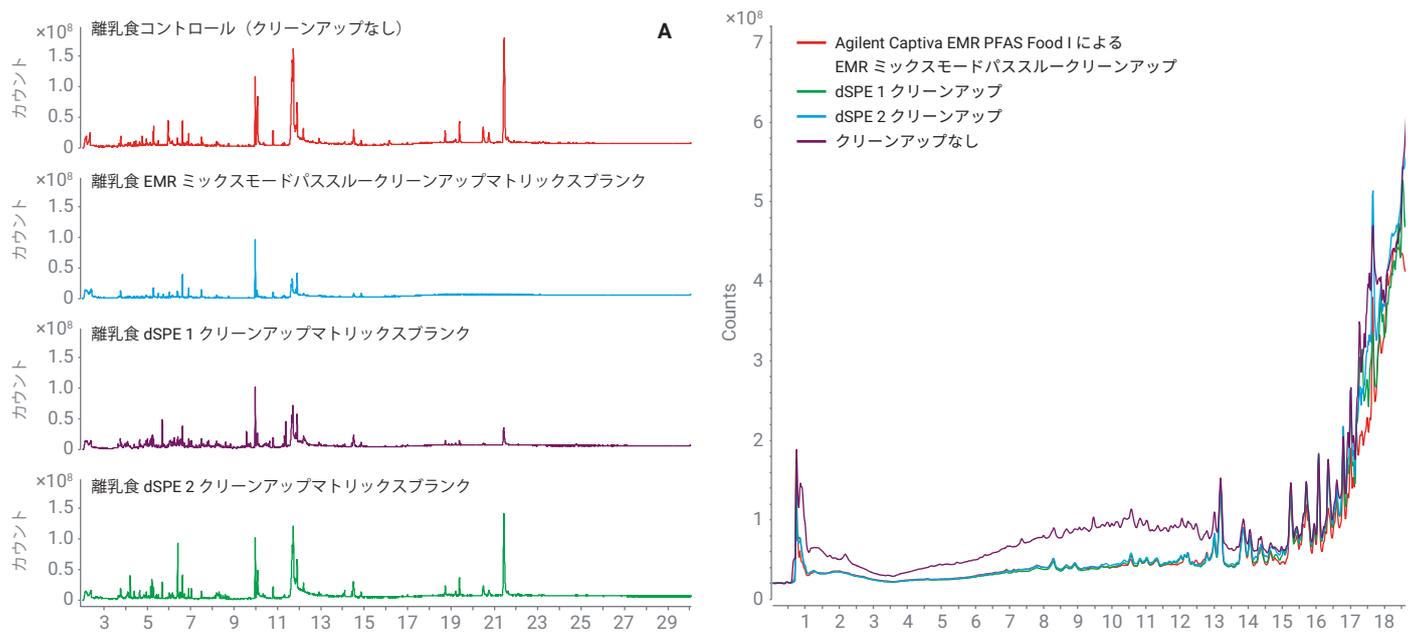


図3. 離乳食のマトリクス除去についての、Agilent Captiva EMR PFAS Food I カートリッジによる EMR ミックスモードパススルークリーニングと従来の dSPE クリーニングの比較。(A) は GC/MS フルスキャン、(B) は LC/Q-TOF TIC + スキャンを使用

## サンプル前処理手順

EMR ミックスモードパススルークリーンアップを使用すると、サンプル前処理手順全体のステップが減って手順が簡素化されるため、時間、手間、消耗品を節約できます。新たに開発されたメソッドには、QuEChERS 抽出と EMR パススルークリーンアップという 2 つの主要プロセスが含まれます。いっぽう従来のメソッドには、QuEChERS 抽出、dSPE クリーンアップ、WAX SPE 抽出という 3 つの主要プロセスが含まれます。<sup>5</sup>

図 4 に、2 つのサンプル前処理メソッドの比較を示します。従来のメソッドで使用される WAX SPE ステップは、dSPE クリーンアップ後のサンプル抽出液をさらにクリーンアップするために追加されました。<sup>5</sup> ただし、SPE メソッドを前のサンプル抽出と dSPE クリーンアップのステップと一緒に導入することは困難です。未処理の有機 (ACN) 抽出液は、カートリッジにロードする前に、90 % の水を含む溶液に希釈する必要があります。このためには乾燥させて水比率の高い溶液で再溶解するか、水で直接希釈する必要があります。サンプルロード量が大量になります。この結果、単なるサンプルロードステップに多くの時間と手間がかかることになります。コンディショニング、平衡化、ローディング、洗浄、溶解を含む一

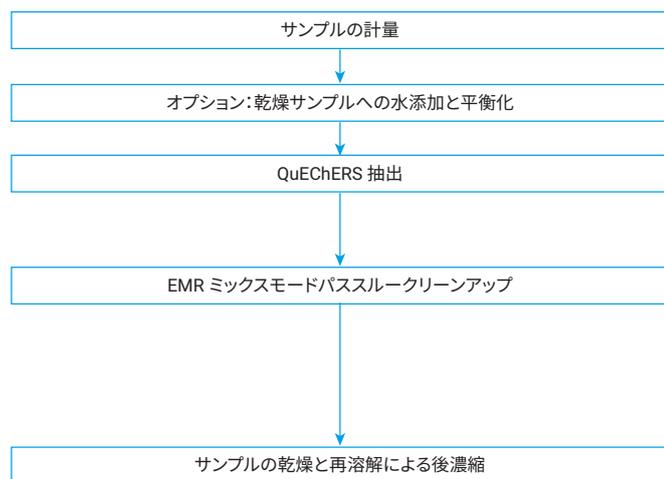
般的な SPE 手順でも、作業時間と溶媒使用量が増えます。前処理用のサンプル定量が同じである場合、従来のメソッドでの所要時間は新しいメソッドの最大 3 倍です。また、新しいメソッドでは従来のメソッドより使用する溶媒と消耗品の量が低減します。つまり新しいメソッドを使用すれば、このようなメリットによりラボ全体の生産性が向上します。

(WAX SPE ステップを省略できる) 植物由来のシンプルな生鮮食品サンプルであっても、EMR ミックスモードパススルークリーンアップを使用すれば、従来の dSPE クリーンアップより手順が簡素化されます。キャップの開閉、サンプルの移動、遠心分離などのいくつかのステップを省略できるためです。これらのメリットにより、全体的な生産性も向上します。

## 全体的なメソッドバリデーション

AOAC SMPR ガイダンスに従い、離乳食中の 30 種類の PFAS ターゲットを測定するための新しいメソッドをバリデーションしました。メソッドは、PFAS ターゲットの LOQ 要件を満たす必要がありました。具体的には、主要な PFAS ターゲットで  $\leq 0.01 \mu\text{g}/\text{kg}$ 、PFBA と PFPeA で  $\leq 1 \mu\text{g}/\text{kg}$ 、その他の PFAS ターゲットで  $\leq 0.1 \mu\text{g}/\text{kg}$  です。

### A QuEChERS 抽出 + EMR ミックスモードパススルークリーンアップ



### B QuEChERS 抽出 + dSPE クリーンアップ + WAX SPE 抽出

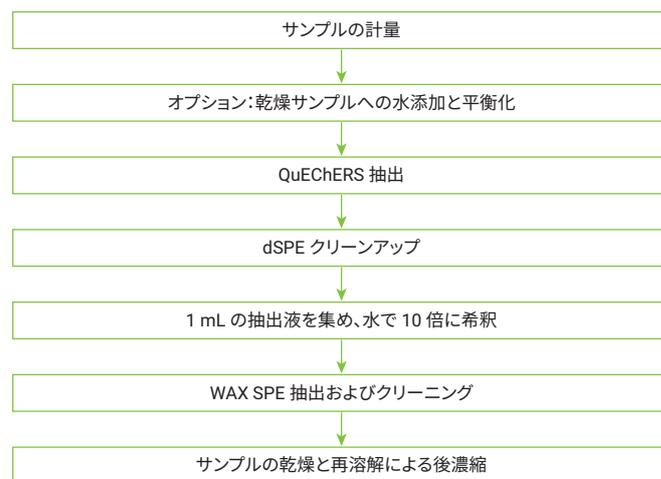


図 4. 食品分析における PFAS のサンプル前処理メソッド手順の比較。(A) は新しいメソッド、(B) は従来のメソッドを使用

### メソッドの LOQ とバリデーションレベル

この研究の評価対象の離乳食マトリックスではすべて、マトリックスブランクで正の検出がありました。さまざまな離乳食をスクリーニングし、PFAS バックグラウンドが最も低いものをメソッドバリデーションのコントロールとして使用しました。ただし、それでもマトリックスバックグラウンド補正が必要であり、ターゲット回収率のメソッドバリデーションで使用しました。マトリックスブランクは 5～7 回レプリケートして前処理しました。メソッドのレポート対象最小 LOQ は、式 1 により、マトリックスブランク検出に基づいて算出しました。

#### 式 1.

$$LOQ_{cal} = 10 \times SD_{MBs}$$

各項の説明：

- $LOQ_{cal}$  は、メソッドのレポート対象最小 LOQ です。
- $SD_{MBs}$  は、マトリックスブランク (MBs) の 5～7 回のレプリケートから検出されたターゲットの標準偏差 (SD) です。

次に、バリデーション済み QC の最小スパイクレベル (レポート対象の最小 LOQ 以上) に基づいて、メソッドの LOQ を決定しました。表 1 に、離乳食中の各ターゲットの、レポート対象最小算出 LOQ とバリデーション済みメソッドの LOQ を示します。表 1 には、バリデーション用の中レベルと高レベルも含まれています。

主要な PFAS ターゲットでは、バリデーション済みメソッドの LOQ が、離乳食に必要な LOQ 以下となりました。また、PFNA、PFOS、PFHxS のバリデーション済み LOQ も EU の LOQ 規制に適合しました。具体的には、PFOA と PFNA で 0.001 µg/kg、PFOS で 0.002 µg/kg、PFHxS で 0.004 µg/kg です。マトリックスブランクでは、PFBA と PFBS の両方が検出され、離乳食ではこれら 2 種類のターゲットのバリデーション済み LOQ が高くなっています。PFOA では正のマトリックス検出の影響も見られるため、LOQ の 0.001 µg/kg レベルでのバリデーションは失敗しました。図 5 に、離乳食中の主要ターゲットの、マトリックスブランクとバリデーション済みメソッドの LOQ のクロマトグラムを示します。

表 1. 離乳食中の 30 種類の PFAS ターゲットのバリデーションの、メソッドのレポート対象最小算出 LOQ ( $LOQ_{cal}$ )、バリデーション済み LOQ ( $LOQ_{val}$ )、および中レベルと高レベル

| ターゲット        | $LOQ_{cal}$<br>(µg/kg) | $LOQ_{val}$<br>(µg/kg) | 中レベル $_{val}$<br>(µg/kg) | 高レベル $_{val}$<br>(µg/kg) |
|--------------|------------------------|------------------------|--------------------------|--------------------------|
| PFBA         | 0.783                  | 1                      | 2                        | —                        |
| PFPeA        | 0.007                  | 0.01                   | 0.1                      | 1                        |
| PFBS         | 0.038                  | 0.1                    | 0.2                      | —                        |
| 4:2 FTS      | 0.002                  | 0.01                   | 0.02                     | 0.2                      |
| PFPeS        | 0.003                  | 0.004                  | 0.01                     | 0.2                      |
| PFHxA        | NA                     | 0.002                  | 0.01                     | 0.2                      |
| HFPO-DA      | NA                     | 0.001                  | 0.01                     | 0.2                      |
| PFHpA        | 0.002                  | 0.001                  | 0.01                     | 0.2                      |
| PFHxS*       | 0.001                  | 0.002                  | 0.01                     | 0.2                      |
| DONA         | NA                     | 0.001                  | 0.01                     | 0.2                      |
| 6:2 FTS      | 0.001                  | 0.001                  | 0.01                     | 0.2                      |
| PFOA*        | 0.002                  | 0.002                  | 0.01                     | 0.2                      |
| PFHpS        | NA                     | 0.004                  | 0.01                     | 0.2                      |
| PFNA*        | 0.001                  | 0.001                  | 0.01                     | 0.2                      |
| PFOS*        | 0.001                  | 0.001                  | 0.01                     | 0.2                      |
| 9Cl-PF30NS   | NA                     | 0.002                  | 0.01                     | 0.2                      |
| 8:2 FTS      | NA                     | 0.001                  | 0.01                     | 0.2                      |
| PFNS         | 0.001                  | 0.001                  | 0.01                     | 0.2                      |
| PFDA         | 0.001                  | 0.001                  | 0.01                     | 0.2                      |
| PFDS         | NA                     | 0.01                   | 0.02                     | 0.2                      |
| PFUnDA       | 0.001                  | 0.002                  | 0.01                     | 0.2                      |
| PFOSA        | 0.001                  | 0.01                   | 0.02                     | 0.2                      |
| 11Cl-PF30UdS | NA                     | 0.002                  | 0.01                     | 0.2                      |
| PFUnDS       | 0.002                  | 0.01                   | 0.1                      | 0.2                      |
| PFDoDA       | 0.002                  | 0.004                  | 0.01                     | 0.2                      |
| 10:2 FTS     | NA                     | 0.002                  | 0.01                     | 0.2                      |
| PFDoS        | NA                     | 0.01                   | 0.02                     | 0.2                      |
| PFTTrDA      | NA                     | 0.002                  | 0.01                     | 0.2                      |
| PFTTrDS      | NA                     | 0.02                   | 0.1                      | 0.2                      |
| PFTTeDA      | 0.003                  | 0.01                   | 0.02                     | 0.2                      |

\* 主要な PFAS ターゲット

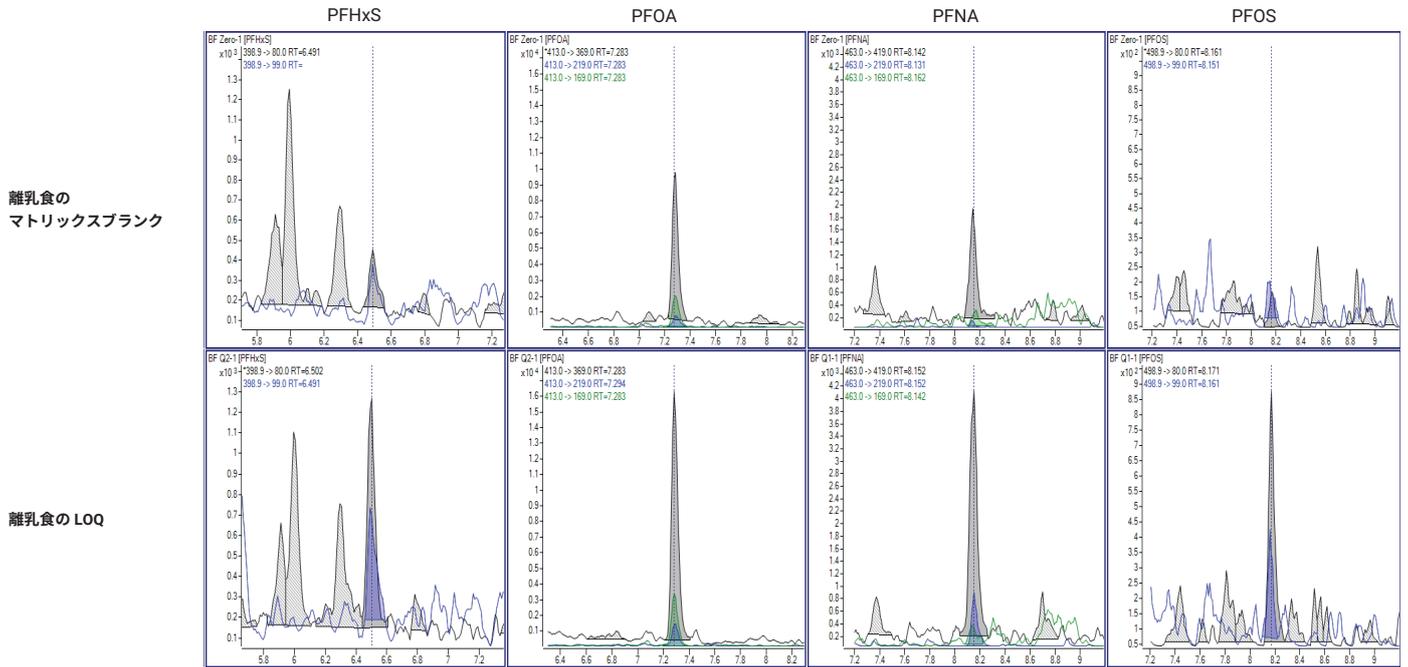


図 5. 離乳食のマトリクスブランクと LOQ の、主要な PFAS ターゲット (PFHxS (0.002 µg/kg)、PFOA (0.002 µg/kg)、PFNA (0.001 µg/kg)、PFOS (0.001 µg/kg)) のクロマトグラム

### メソッドキャリブレーション

18 種類の PFAS の同位体標識 ISTD を使用すると、同じ標準検量線を別の食品マトリクスサンプルの PFAS 定量に使用できます。このため、食品マトリクスごとのマトリクス適合検量線が不要です。これでサンプル試験の生産性を大幅に上げ、時間とコストを節約し、サンプル分析の一貫性を改善できます。

検量線の範囲は、食品マトリクスに必要な LOQ、サンプル前処理で導入された濃度係数、機器のメソッド感度に基づいて決定しました。離乳食では必要な LOQ レベルが低いため、10 ~ 5,000 ng/L のキャリブレーション設定範囲 (PFBA (10 倍の濃度) と PFPeA (5 倍の濃度) を除く) を使用しました。この結果、30 種類の PFAS ターゲットすべてで、500 倍の検量線ダイナミックレンジと相関係数  $R^2 > 0.99$  が確認されました。図 6 に、ダイナミックレンジで確立した主要な PFAS ターゲット (PFHxS、PFOA、PFNA、PFOS) の検量線を示します。

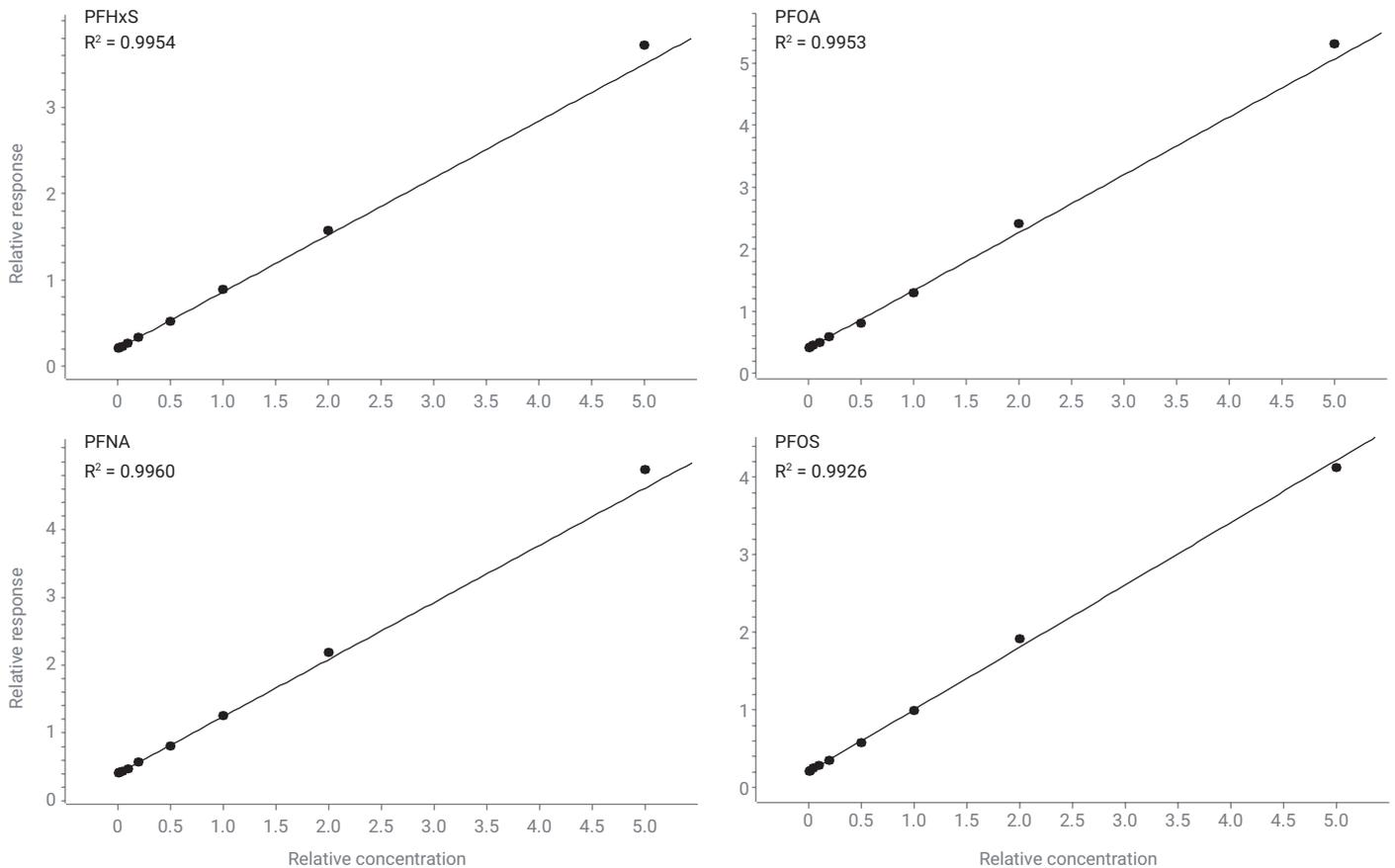


図 6. MeOH でのダイナミックレンジ 10 ~ 5,000 ng/L の主要な PFAS ターゲットの検量線

### メソッドの真度と精度

メソッドの回収率と再現性をバリデーションしました。食品中の主要な PFAS ターゲット (PFBA と PFPeA) とその他の PFAS ターゲットの LOQ 要件はさまざまであるため、7 種類のプレスパイク QC レベルを設計しました。メソッドの再現性評価のため、QC レベルごとに 4 ~ 5 回複製して前処理しました。離乳食の許容基準は、回収率が 65 ~ 135 %、RSD が  $\leq 25$  % です。<sup>2</sup> 3 つのレベル (LOQ、中、高) のプレスパイクした QC を、メソッドバリデーションのレポート対象としました。表 1 に、各成分の詳細な濃度を示します。2 つの例外があります。PFBA と PFBS では、サンプルマトリックスコントロールにおいて発生する正の検出が大きいため、2 つのレベルのみがレポート対象となりました。

図 7 に、離乳食での PFAS 分析のメソッドバリデーションの回収率と再現性 (RSD) のまとめを示します。全体的に、試験対象の食品マトリックス中の 30 種類のターゲットすべてにおいて、メソッドの回収率と再現性の結果は許容基準を満たし、許容可能でした。対応する同位体標識 ISTD ありのターゲットは、対応する標識 ISTD なしのターゲットより、優れた定量結果を示しました。



図 7. 離乳食での PFAS 分析のメソッドバリデーションの回収率と再現性 (RSD%) のまとめ

## 結論

離乳食中の 30 種類の PFAS ターゲット用に、QuEChERS 抽出の後に Agilent Captiva EMR PFAS Food I カートリッジによる EMR ミックスモードパススルークリーンアップと LC/MS/MS 検出を使用する、シンプルで迅速かつ信頼性の高いメソッドを開発してバリデーションしました。この新しいクリーンアップメソッドでは、従来の dSPE クリーンアップと比べて、マトリックス除去、PFAS 回収率、サンプル回収量が大幅に改善されました。また、シンプルなサンプルクリーンアップメソッドにより、時間と手間を節約できるので、ラボ全体の生産性が向上します。許容性能を用いて、メソッド全体が AOAC SMPR 2023.003 に記載されている要件を満たすことを証明しました。

ホームページ

[www.agilent.com/chem/jp](http://www.agilent.com/chem/jp)

カスタムコンタクトセンター

0120-477-111

[email\\_japan@agilent.com](mailto:email_japan@agilent.com)

本製品は一般的な実験用途での使用を想定しており、医薬品医療機器等法に基づく登録を行っておりません。本文書に記載の情報、説明、製品仕様等は予告なしに変更されることがあります。

DE04458173

アジレント・テクノロジー株式会社

© Agilent Technologies, Inc. 2024

Printed in Japan, June 7, 2024

5994-7367JAJP

## 参考文献

1. EUR-Lex (2023) Consolidated text: Commission Regulation (EU) 2023/915 of 25 April 2023 on Maximum Levels for Certain Contaminants in Food and Repealing Regulation (EC) No 1881/2006.
2. AOAC (2023) Standard Method Performance Requirements (SMPRs) for Per- and Polyfluoroalkyl Substances (PFAS) in Produce, Beverages, Dairy Products, Eggs, Seafood, Meat Products, and Feed (AOAC SMPR 2023.003).
3. EPA Method 533: Determination of Per- and Polyfluoroalkyl Substances in Drinking Water by Isotope Dilution Anion Exchange Solid Phase Extraction and Liquid Chromatography/Tandem Mass Spectrometry (EPA 533:2019).
4. EPA Method 1633: Analysis of Per- and Polyfluoroalkyl Substances (PFAS) in Aqueous, Solid, Biosolids, and Tissue Samples by LC-MS/MS (EPA 1633:2024).
5. Genualdì, S.; Young, W.; Peprah E.; *et al.* Analyte and Matrix Method Extension of Per- and Polyfluoroalkyl Substances in Food and Feed, *Anal. and Bioanal. Chem.* **2024**, *416*, 627–633. doi: 10.1007/s00216-023-04833-1.
6. 乳児用調製粉乳、牛乳、鶏卵中の 30 種類のペルフルオロアルキル化合物およびポリフルオロアルキル化合物の測定, *Agilent Technologies*, publication number 5994-7366JAJP.