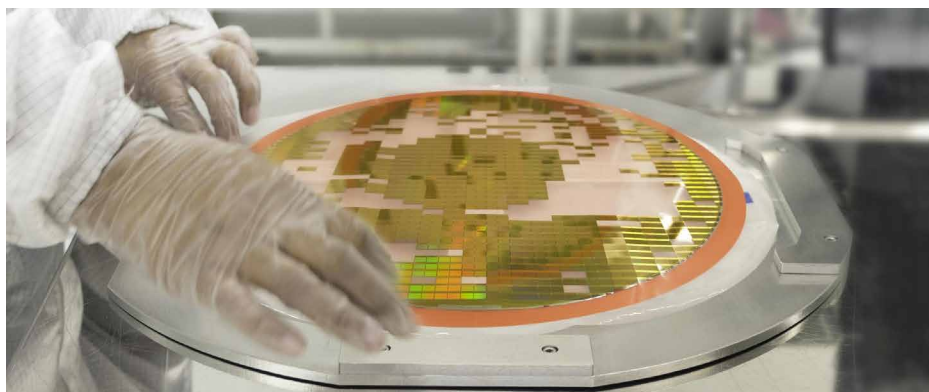


## Agilent 6475 トリプル四重極 LC/MS を用いた半導体潤滑油中の従来の PFAS と新たに懸念される PFAS の定量分析



### 著者

Aimei Zou  
Agilent Technologies, Inc.

### 概要

ペルフルオロポリエーテル (PFPE)、ポリテトラフルオロエチレン (PTFE)、および類似のフッ素ポリマーが主な物質である半導体製造工程では、ペルフルオロアルキル物質およびポリフルオロアルキル物質 (PFAS) 含有の潤滑油が存在することが知られています。潤滑油中の微量の PFAS を正確に定量するための高感度のメソッドは、半導体業界にとって有益です。本研究では、固相抽出 (SPE) と液体クロマトグラフィー /トリプル四重極質量分析 (LC/TQ) をベースにしたワークフローを確立しました。Agilent 1290 Infinity II LC システムと Agilent 6475 LC/TQ を使用して、半導体潤滑油マトリックス中の従来の PFAS と新たに懸念される PFAS を定量分析しました。マルチプルリアクションモニタリング (MRM) を使用した取り込みメソッドは、Agilent PFAS MRM データベースから構築されており、100 種類以上の非標識 PFAS と同位体標識された PFAS に対応しています。抽出メソッドでは、Agilent Bond Elut PFAS WAX SPE カートリッジで潤滑油サンプルを抽出する、弱アニオンイオン交換 (WAX) メソッドを使用しました。メソッド性能を、直線性、感度、回収率、再現性の観点から評価しました。現在 EPA 1633、EPA 533、EPA 537.1、ASTM、ISO 21675、SW-846 8327 で規制されている、PFOA、PFBA、PFPeA、PFHxA、PFHpA、PFDA、PFMPA など、定量下限 (LOQ) を超える 15 種類の PFAS が検出されました。

## はじめに

ここ数十年間、半導体業界は、世界的な技術状況の中で明らかにきわめて重要な役割を果たしてきており、現代世界を形成するイノベーションを推進してきました。しかし、半導体業界は、急速に成長して複雑さが増したことにより、環境の持続可能性と安全性に関する新たな課題に直面しています。そのような課題の1つが、PFAS含有潤滑油など、半導体製造工程で使用されるPFASベースの化学物質や添加物です。<sup>1, 2</sup>潤滑油製造サプライヤーは、PFPEやPTFEなどのPFASは、通常的环境下では比較的低毒性であるか無毒性であると主張しています。<sup>3, 4</sup>こういった物質は、化学物質や添加物の主成分です。世界各国の当局が、合成過程で副産物や汚染物質として生成される従来のPFASが存在する可能性に関して、懐疑的な見方を示しています。半導体業界がこのようなPFASを環境に放出したり排出したりしていることは、その残留性、生体内蓄積性、広範な生態学的影響および人体の健康への影響の可能性から、非常に懸念されています。欧州委員会は、最近発表した「持続可能性のための化学物質戦略」において、最も有害な化学物質の使用を制限する意向を表明しており、PFASは、この意向に基づいて規制の精査の対象となる最初の一連の化学物質です。<sup>5</sup>そのため、多くの潤滑油メーカーは、潤滑油製品中のPFASの品質管理や、潤滑油のPFASを含まない代替剤の開発に取り組んでいます。また、半導体製造は、サプライチェーン全体にわたるさまざまな製品中の微量濃度のPFASの試験に、ますます関心を寄せています。

本研究では、1290 Infinity II LCと6475 LC/TQを用いた包括的なワークフローを開発しました。このワークフローでは、Agilent PFAS MRM データベースに基づいて、潤滑油マトリックス中の100種類以上の非標識PFASおよび同位体標識されたPFASを定量分析します。マトリックスから油分を除去するために有機溶媒抽出を実施し、その後Agilent Bond Elut PFAS WAX SPEカートリッジで固相抽出を実施しました。

## 実験方法

### 材料および試薬

GCグレードのジクロロメタン(DCM)、LC/MSグレードの酢酸アンモニウム、水酸化アンモニウム(28%アンモニア水溶液、 $\geq 99.99\%$ )は、Sigma-Aldrich(セントルイス、ミズーリ州、米国)から購入しました。Optima LC/MSグレードのアセトニトリル(ACN)と2-プロパノールは、Fisher Scientific(ウォルサム、マサチューセッツ州、米国)から入手しました。メタノール(LC/MSグレード)は、アジレントから入手しました。超純水は、Milli Q純水装置で精製しました。

### 標準とキャリブレーション前処理

非標識および同位体標識されたPFAS標準は、個別の原液、溶液混合物、または粉末標準として、Wellington Laboratories Inc.(ゲルフ、オンタリオ州、カナダ)およびToronto Research Chemicals(トロント、オンタリオ州、カナダ)から購入しました。

標準溶液は、PFAS eMethodソリューション(部品番号G5285AA)のワークフローガイドに準拠して前処理しています。標準溶液(キャリブレーションブランクを除く)は、メタノール:水(80:20、v:v)で前処理し、各濃度に一定量のサロゲート混合物と同位体パフォーマンススタンダード(IPS)混合物を添加しました。

### 装置構成

クロマトグラフィーによる分離は、Agilent ZORBAX RRHD Eclipse Plus C18、 $2.1 \times 100$  mm、 $1.8 \mu\text{m}$ カラム(部品番号959-758-902)を使用して実施しました。カラムは、バックグラウンドのPFAS汚染を最小限に抑えるために、Agilentポリフッ素化合物(PFC)フリーHPLC変換キット(部品番号5004-0006)を備えたAgilent 1290 Infinity II LCシステムに取り付けました。このキットには、有機フッ素化合物を含むLCシステムのすべての重要部品の代替品と、移動相からの潜在的なPFAS不純物を遅延させるPFCディレイカラムが含まれています。ワークフローガイドに従い、水(移動相A)およびメタノール(移動相B)中の5 mM酢酸アンモニウムを用いて、 $0.4 \text{ mL/min}$ で12分のグラジエントを実施しました。合計分析時間は約18分(注入から注入まで)でした。

ダイナミックMRM(dMRM)分析を、負イオン化モードで動作するAgilent Jet Stream(AJS)イオン源を備えた6475 LC/TQを使用して実施しました。LC/TQオートチューンを、ユニットモードで実施しました。このアプリケーションノートで使用した取り込みメソッドは、市販のAgilent PFAS MRMデータベース(部品番号G1736AA)に基づいて構築されており、eMethod(部品番号G5285AA)としても使用できます。データ処理は、Agilent MassHunter LC/MS取り込みソフトウェアバージョン12.0と、定量分析ソフトウェアバージョン12.0を使用して実施しました。

## サンプル抽出

本研究に使用した潤滑油サンプルは、半導体製造に特有のもので、このサンプルには、主成分として油およびその他の添加物が含まれており、マトリックス濃度が高いため、PFAS の定量が非常に困難でした。そこで、SPE の前に有機溶媒抽出を実施して、マトリックスから含有油分を除去しました。<sup>6</sup>図 1 に、サンプル前処理の詳細を示します。1 ± 0.1 g のサンプルを 15 mL のポリプロピレン (PP) コニカルチューブ (部品番号 5610-2039) に計量し、規定濃度のサロゲート混合物を添加しました。マトリックススパイク品質管理 (QC) サンプルを前処理するために、低スパイク QC (LSQ) および高スパイク QC (HSQ) を作成する 2 つの異なる濃度において、適切な量の非標識 PFAS 混合溶液を添加しました。マトリックスブランクは、非標識 PFAS 標準を添加せずに前処理しました。次に、3 mL のメタノール:DCM (50:50、v:v) をサンプルチューブに添加し、その後ジェノグラインダーを使用して、1,200 rpm で 10 分間しっかりと振とうしました。その後、サンプルを 4,200 rpm で 10 分間遠心分離して、抽出物を新しい 15 mL PP チューブに移しました。続いて、前述の溶媒抽出を 3 回繰り返して実施し、抽出物を同じ 15 mL PP チューブに添加しました。この混合物を、50 ~ 55 °C のウォーターバスの穏やかな窒素ガス流下で、ほぼ乾燥するまで濃縮して、その後、以降の SPE のために 5 mL の水に再溶解しました。

SPE は、Agilent Bond Elut PFAS WAX、6 mL、500 mg カートリッジ (部品番号 5610-2152) を使用して実施しました。カートリッジは、0.1 % 水酸化アンモニウムを含む 5 mL のメタノール、5 mL のメタノール、および 5 mL の水でプレコンディショニングしました。次に、5 mL のサンプル抽出物を、真空下 (Hg で ≤ 2) において、約 2 ~ 3 mL/min でカートリッジにロードしました。カートリッジを 5 mL の水で洗浄し、高真空下で 2 分間乾燥させました。分析対象物は、2.5 mL のメタノール、続いて 2.5 mL の 0.1 % 水酸化アンモニウムメタノール溶液を使用して、SPE カートリッジから溶出させました。溶出液を、穏やかな窒素流下でほぼ乾燥するまで濃縮した後、同位体パフォーマンススタンダード (IPS) 混合物を添加した 0.5 mL のメタノール:水 (80:20、v:v) に再溶解しました。これらのサンプルを十分にボルテックスして、LC/TQ 分析用オートサンプルバイアル (部品番号 5190-2242) に移しました。これにより、サンプルのプレ濃縮係数は 2 倍になりました。

1. 溶媒抽出	<ul style="list-style-type: none"> <li>- 1 ± 0.1 g の潤滑油サンプルをチューブに計量</li> <li>- 3 mL のメタノール/DCM を添加</li> <li>- ジェノグラインダーで 10 分間振とう</li> <li>- 10 分間遠心分離</li> <li>- 上澄みを新しいサンプルチューブに移動</li> <li>- 上記の溶媒抽出を 3 回繰り返して実施</li> <li>- 抽出物を同じサンプルチューブに添加</li> </ul>
2. 乾燥および再溶解	<ul style="list-style-type: none"> <li>- 穏やかな窒素流下でサンプルチューブを乾燥</li> <li>- 5 mL の水に再溶解して十分に混合</li> </ul>
3. SPE の設定	<ul style="list-style-type: none"> <li>- SPE マニホールドを真空トラップに接続</li> <li>- サンプルチューブをコレクションラックにセット</li> <li>- ストップコック、WAX カートリッジ、アダプタ、サンプルリザーバを組み立て</li> </ul>
4. SPE のコンディショニング	<ul style="list-style-type: none"> <li>- 5 mL の 0.1 % メタノール性水酸化アンモニウム</li> <li>- 5 mL のメタノール</li> <li>- 5 mL の水</li> </ul>
5. サンプルの調製	<ul style="list-style-type: none"> <li>- サンプルをリザーバに注入</li> <li>- 真空とストップコックを調整して、流速を約 2 mL/min に設定</li> </ul>
6. サンプルチューブとリザーバの洗浄	<ul style="list-style-type: none"> <li>- 5 mL の水</li> <li>- カートリッジを真空下で 2 分間乾燥</li> </ul>
7. サンプルの溶出	<ul style="list-style-type: none"> <li>- サンプルチューブとリザーバを 2.5 mL のメタノールで洗浄して、SPE カートリッジに移動</li> <li>- サンプルチューブとリザーバを 2.5 mL の 0.1 % メタノール性水酸化アンモニウムで洗浄して、SPE カートリッジに移動</li> <li>- カートリッジを自然落下で溶出して乾燥</li> </ul>
8. 溶出液の濃縮	<ul style="list-style-type: none"> <li>- 穏やかな窒素流下で溶出液をほぼ乾燥状態まで濃縮</li> </ul>
9. IPS の再溶解と添加	<ul style="list-style-type: none"> <li>- メタノール/水で再溶解して IPS をスパイク</li> <li>- 十分にボルテックス</li> </ul>
10. サンプルの解析	<ul style="list-style-type: none"> <li>- 一定量を LC/TQ 分析用にポリ ALS バイアルに移動</li> <li>- 残留溶液を -20 °C で保管</li> </ul>

図 1. 潤滑油サンプルの抽出方法

## 結果と考察

### キャリブレーション性能

FTSA を除く 71 種類の分析対象物すべてについて、二次回帰を使用した  $1/x$  重み付けによる線形回帰に基づいて、検量線を作成しました。すべてのターゲット化合物について、少なくとも 3 桁の広い分析範囲で、0.995 を超える優れた  $R^2$  値を達成しました。各標準溶液の真度と精度は、それぞれ 70 ~ 130 % および  $\leq 20$  % ( $n = 3$ ) の一般的な許容範囲を満たしていました。

### メソッドの感度

メソッドの感度を、サンプルマトリックス中のターゲット化合物の LOQ に基づいて評価しました。LOQ は、一般ガイダンス文書に記載されているワークフロー全体のメソッドと同等基準を適用して、許容できる回収率と再現性でバリデーションした、試験材料中の分析対象物の最低質量濃度です。<sup>7</sup>各分析対象物の LOQ を表 1 に示します。71 種類の PFAS 分析対象物の LOQ 分布を、図 2 にマッピングしています。全体として、32 種類および 50 種類の化合物において、それぞれ  $LOQ \leq 0.1$  および  $1.0 \mu\text{g}/\text{kg}$  が得られており、6475 LC/TQ を用いて潤滑油サンプル中の PFAS 分析用に開発されたメソッドの感度が優れていることを示しています。さらに、本研究で得られた PFOA、PFOS、PFNA、PFHxS の LOQ は、0.01、0.025、0.01、0.05  $\mu\text{g}/\text{kg}$  であり、類似の市場の一般的な規制要件の約 10 分の 1 となっています。<sup>8</sup>

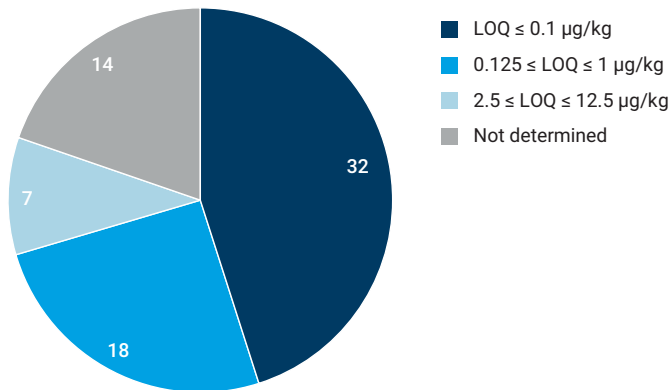


図 2. 潤滑油サンプル中の 71 種類の PFAS 分析対象物の LOQ 分布

### メソッド回収率と精度

本研究では、マトリックススパイク QC 回収率を使用して、メソッドの精度を評価しました。潤滑油サンプルは、サロゲート混合物と分析対象物の混合物を含む PFAS スパイク混合物を添加して、全サンプル前処理手順に従って抽出しました。低スパイク QC (LSQ、濃度範囲 0.05 ~ 12.5  $\mu\text{g}/\text{kg}$ ) および高スパイク QC (HSQ、濃度範囲 0.2 ~ 50  $\mu\text{g}/\text{kg}$ ) の両方に対して、3 回の前処理を実施しました。スパイクされた QC サンプル中の各分析対象物の測定濃度は、スパイクされていない潤滑油サンプルに存在するその天然の濃度を差し引くことによって補正しました。メソッドの回収率を平均回収率 (%) に基づいて計算し、メソッドの精度を回収率の %RSD から評価しました。

すべての分析対象物の回収率の値と %RSD を表 1 に示します。LSQ サンプルでは、71 種類の分析対象物のうち 44 種類が、回収率 70 ~ 130 %、%RSD  $\leq 20$  を満たしました。HSQ サンプルでは、57 種類の化合物がこの条件を満たしており、本研究で PFAS 抽出に使用した Agilent WAX カートリッジの効率と再現性が優れていることが実証されました。さらに 9 種類の化合物の HSQ 回収率は 50 ~ 61 % の範囲内であり、特定の研究目的に応じてユーザーが許容できる範囲でした。PFOA と PFOS は、さまざまな規制ガイドラインで優先度の高い PFAS 測定です。図 3A と 3B は、それぞれ PFOA と PFOS の LSQ の 3 回に分けて前処理したクロマトグラムを重ね合わせて表示したものです。この結果は、各前処理での一貫性を実証しており、複雑で油分の多いマトリックスである潤滑油サンプル中の PFAS 分析用に開発されたワークフローの精度と信頼性が確認されました。

### 潤滑油サンプルの分析結果

潤滑油サンプル中に存在する PFAS の天然の濃度も調査しました。ターゲット化合物の測定濃度の信頼性を確認するために、スパイクされていない潤滑油サンプル (マトリックスブランク) を同じ前処理手順で 3 回抽出し、LC/TQ で分析しました。図 4 は、スパイクされていない潤滑油サンプルで LOQ 濃度を超えると判定された化合物のクロマトグラムを示しています。PFBA、PFBS、PFDA、HFPO-TA、PFOA、PFNA、PFHxA、PFPeA など、約 15 種類の非標識 PFAS が、潤滑油サンプル中に ppb 未満の濃度で存在することが確認されましたが、これらは、EPA 1633、EPA 533、EPA 537.1、ASTM、ISO 21675、SW-846 8327、EU 2022/2388 を含む世界的な規制で懸念されている物質です。LOQ を超えて検出されたこれらの化合物について、スパイク QC 回収率は十分に 70 ~ 130 % の範囲内であり、半導体潤滑油マトリックス中の PFAS 分析用に開発されたメソッドプロトコルの信頼性と精度が確認されました。

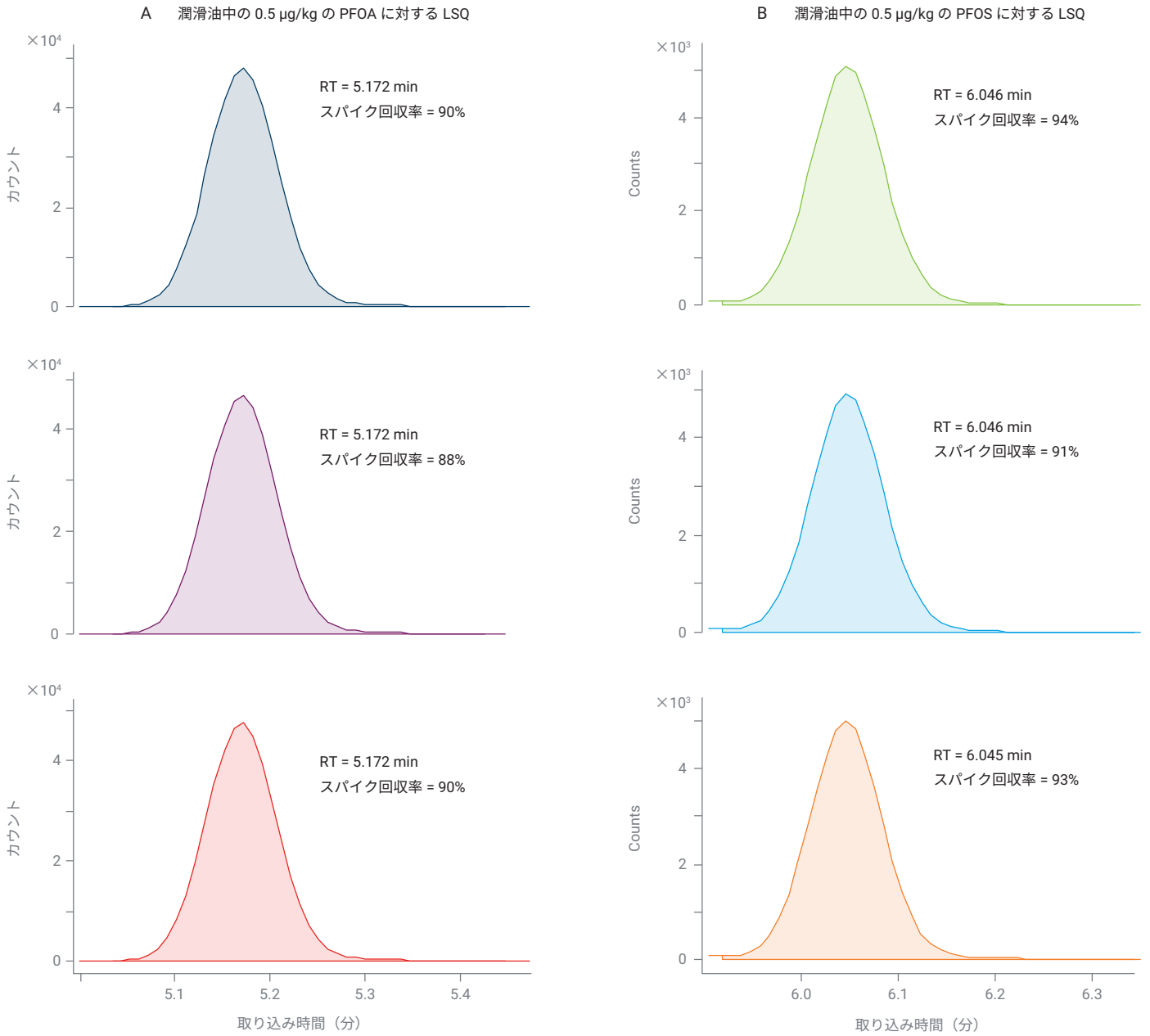


図 3. 0.5  $\mu\text{g}/\text{kg}$  の PFOA (A) と PFOS (B) に対する LSQ の 3 回に分けて前処理したクロマトグラムの重ね表示

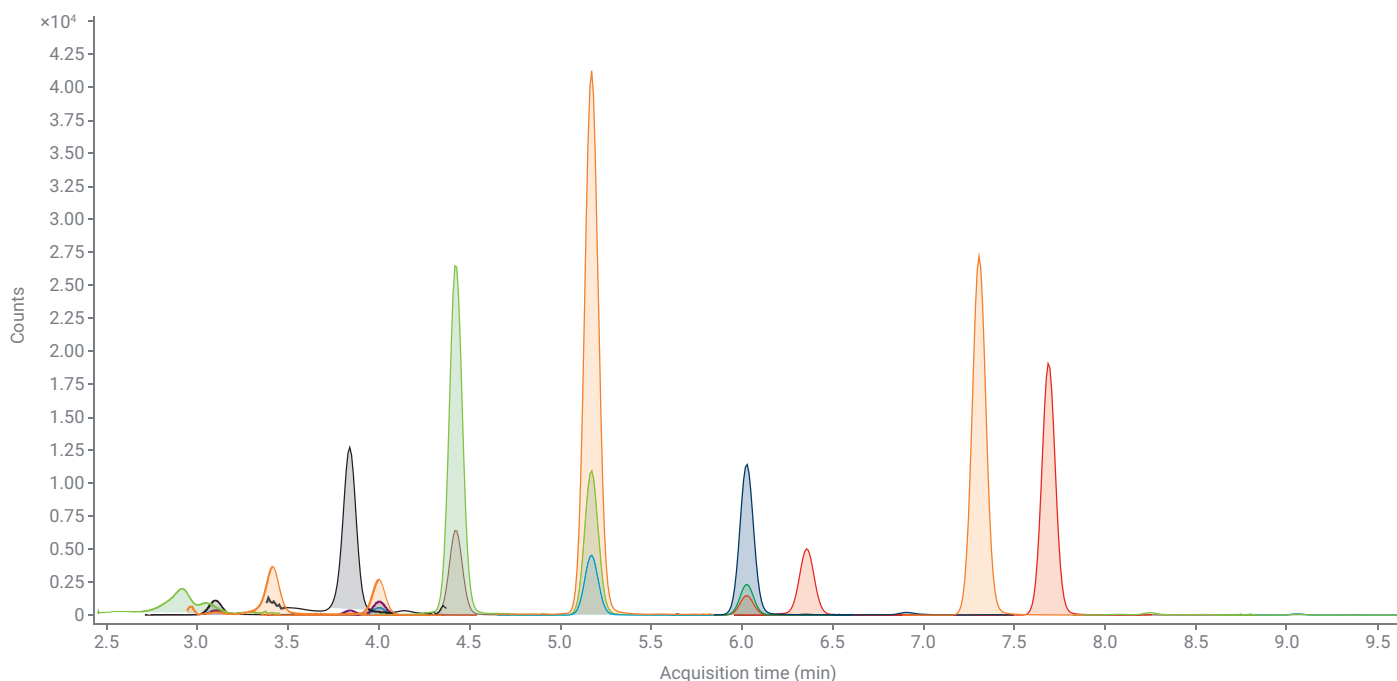


図 4. スパイクされていない潤滑油サンプル抽出物（マトリックスブランク）のMRM クロマトグラム

## 結論

本研究では、Agilent 1290 Infinity II LC と Agilent 6475 LC/TQ システムを組み合わせ使用した、半導体潤滑油中の PFAS 分析のワークフロー性能の例を紹介しました。Agilent PFAS MRM データベースと Agilent eMethod に基づいて、108 種類の PFAS（非標識 PFAS および標識された PFAS を含む）を含む、包括的なターゲットリストを試験しました。

Agilent Bond Elut PFAS WAX カートリッジは、サンプルのクリーンアップおよび潤滑油サンプル中の PFAS 分析対象物の予備濃縮に対して、選択的で効果的な抽出を実現しており、油ベースのマトリックス抽出に

使用される WAX カートリッジの高い能力が実証されました。ワークフローの分析性能、検量線の直線性、LOQ、スパイク QC 回収率、メソッド精度の観点から評価しました。分析対象物の 45 % において、LOQ  $\leq$  0.1  $\mu\text{g}/\text{kg}$  を達成しました。ほとんどの化合物において、スパイク QC 回収率は 70 ~ 130 %、%RSD  $\leq$  20 を満たしており、6475 LC/TQ で開発されたワークフローが、油高含有マトリックス中の PFAS 定量分析に適用できることが確認されました。このワークフローにより、潤滑油サプライヤや半導体メーカーが、潤滑油中の微量濃度の重要な PFAS の日常的なモニタリングを実施するための、すぐに使用可能なプロトコルが実現できます。

表 1. 分析性能の一覧

No.	化合物	PFAS グループ	CAS 番号	サロゲート	LOQ (µg/kg)	LSQ (%)		HSQ (%)	
						回収率	精度 (n = 3)	回収率	精度 (n = 3)
1	PFUnDA	PFCA	2058-94-8	<sup>13</sup> C <sub>7</sub> -PFUnDA	0.025	114	5	95	6
2	PFTrDA	PFCA	72629-94-8	<sup>13</sup> C <sub>2</sub> -PFDoDA	0.025	117	4	102	8
3	PFTDA	PFCA	376-06-7	<sup>13</sup> C <sub>2</sub> -PFTDA	0.025	105	3	98	6
4	PFPeS	PFSA	2706-91-4	<sup>13</sup> C <sub>3</sub> -PFHxS	0.05	106	5	96	7
5	PFPeA	PFCA	2706-90-3	<sup>13</sup> C <sub>5</sub> -PFPeA	0.125	106	6	105	4
6	PFOSA	FASA	754-91-6	<sup>13</sup> C <sub>6</sub> -PFOSA	0.25	62	7	113	10
7	PFOS	PFSA	1763-23-1	<sup>13</sup> C <sub>8</sub> -PFOS	0.025	93	5	94	4
8	PFOPA	PFPA	40143-78-0	Cl-PFOPA	N.D.	58	19	52	20
9	PFODA	PFCA	16517-11-6	<sup>13</sup> C <sub>2</sub> -PFHxDA	0.025	82	6	87	11
10	PFOA	PFCA	335-67-1	<sup>13</sup> C <sub>8</sub> -PFOA	0.01	89	4	93	3
11	PFNS	PFSA	68259-12-1	<sup>13</sup> C <sub>6</sub> -PFOS	0.1	107	6	99	5
12	PFNA	PFCA	375-95-1	<sup>13</sup> C <sub>9</sub> -PFNA	0.01	81	15	108	5
13	PFMPA	PFECA	377-73-1	<sup>13</sup> C <sub>4</sub> -PFBA	0.125	87	13	128	2
14	PFMBA	PFECA	863090-89-5	<sup>13</sup> C <sub>5</sub> -PFPeA	0.05	104	5	90	8
15	PFHxS	PFSA	355-46-4	<sup>13</sup> C <sub>3</sub> -PFHxS	0.05	91	3	74	6
16	PFHxPA	PFPA	40143-76-8	Cl-PFOPA	N.D.	48	22	51	16
17	PFHxDA	PFCA	67905-19-5	<sup>13</sup> C <sub>2</sub> -PFHxDA	0.01	102	1	108	6
18	PFHxA	PFCA	307-24-4	<sup>13</sup> C <sub>5</sub> -PFHxA	0.01	106	9	114	6
19	PFHpS	PFSA	375-92-8	<sup>13</sup> C <sub>8</sub> -PFOS	0.05	112	7	100	3
20	PFHpA	PFCA	375-85-9	<sup>13</sup> C <sub>4</sub> -PFHpA	2.5	15	17	105	3
21	PFEEA	PFESA	113507-82-7	<sup>13</sup> C <sub>3</sub> -PFBS	0.05	98	4	105	7
22	PFDS	PFSA	335-77-3	<sup>13</sup> C <sub>8</sub> -PFOS	0.25	100	8	105	4
23	PFDPa	PFPA	52299-26-0	Cl-PFOPA	N.D.	52	10	50	11
24	PFDoS	PFSA	79780-39-5	<sup>13</sup> C <sub>8</sub> -PFOS	0.25	92	8	92	3
25	PFDoDA	PFCA	307-55-1	<sup>13</sup> C <sub>2</sub> -PFDoDA	0.01	112	4	98	6
26	PFDA	PFCA	335-76-2	<sup>13</sup> C <sub>6</sub> -PFDA	0.01	110	5	96	6
27	PFBS	PFSA	375-73-5	<sup>13</sup> C <sub>3</sub> -PFBS	1	107	3	89	6
28	PFBPA	PFPA	52299-24-8	Cl-PFOPA	2.5	41	16	93	19
29	PFBA	PFCA	375-22-4	<sup>13</sup> C <sub>4</sub> -PFBA	1	111	7	104	1
30	P5MeODIOXOAc	PFECA	1190931-41-9	<sup>13</sup> C <sub>3</sub> -HFPO-DA	0.5	108	12	85	5
31	N-MeFOSAA	FASAA	2355-31-9	<sup>2</sup> H <sub>3</sub> -N-MeFOSAA	0.05	94	5	77	2
32	N-MeFOSA	FASA	31506-32-8	<sup>2</sup> H <sub>3</sub> -N-MeFOSA	N.D.	51	14	50	9
33	NFDHA	PFECA	151772-58-6	<sup>13</sup> C <sub>5</sub> -PFHxA	0.125	70	11	74	11
34	N-EtFOSAA	FASAA	2991-50-6	<sup>2</sup> H <sub>5</sub> -N-EtFOSAA	0.05	92	5	78	7
35	N-EtFOSA	FASA	4151-50-2	<sup>2</sup> H <sub>5</sub> -N-EtFOSA	N.D.	45	23	42	16
36	MeFOSE	FASE	24448-09-7	<sup>2</sup> H <sub>7</sub> -MeFOSE	5	53	42	90	15
37	MeFHxSA	FASA	68259-15-4	<sup>13</sup> C <sub>8</sub> -PFOSA	N.D.	52	16	55	16
38	MeFBSA	FASA	68298-12-4	<sup>13</sup> C <sub>8</sub> -PFOSA	N.D.	41	19	50	11
39	HFPO-TA	PFECA	13252-14-7	<sup>13</sup> C <sub>9</sub> -PFNA	0.1	86	17	83	8
40	HFPO-DA	PFECA	13252-13-6	<sup>13</sup> C <sub>2</sub> -HFPO-DA	1	91	7	110	2
41	FOSAA	FASAA	2806-24-8	<sup>2</sup> H <sub>3</sub> -N-MeFOSAA	1	78	22	105	2
42	FHxSA	FASA	41997-13-1	<sup>13</sup> C <sub>8</sub> -PFOS	N.D.	38	25	45	13
43	FDSA	FASA	NA	<sup>13</sup> C <sub>8</sub> -PFOSA	0.125	97	7	109	6

N.D. : Not determined. 14 種類の化合物の LOQ は、サンプル前処理に関する課題のために決定されませんでした。このような複雑なマトリックスのサンプル前処理の効率をさらに向上させるためには、さらなる研究が必要になります。

No.	化合物	PFAS グループ	CAS 番号	サロゲート	LOQ (µg/kg)	LSQ (%)		HSQ (%)	
						回収率	精度 (n = 3)	回収率	精度 (n = 3)
44	FBSA	FASA	30334-69-1	<sup>13</sup> C <sub>5</sub> -PFHxS	0.5	38	27	94	4
45	EtFOSE	FASE	1691-99-2	<sup>2</sup> H <sub>9</sub> -EtFOSE	N.D.	25	30	35	18
46	DONA	PFECA	919005-14-4	<sup>13</sup> C <sub>4</sub> -PFHpA	0.025	83	8	81	1
47	diSAmPAP	SAmPAP	2965-52-8	( <sup>13</sup> C <sub>2</sub> ) <sub>2</sub> -8:2 diPAP	0.025	71	5	126	3
48	Cl-PFHxPA	PFPA	NA	Cl-PFOPA	N.D.	27	9	34	12
49	9Cl-PF3ONS	PFESA	756426-58-1	<sup>13</sup> C <sub>6</sub> -PFOS	0.25	98	6	96	1
50	8:8 PFPi	PFPiA	40143-79-1	( <sup>13</sup> C <sub>2</sub> ) <sub>2</sub> -6:2 diPAP	0.25	100	6	92	9
51	8:3 FTCA	FTCA	34598-33-9	<sup>13</sup> C <sub>6</sub> -PFDA	N.D.	40	21	61	15
52	8:2 FTUCA	FTUCA	70887-84-2	<sup>13</sup> C <sub>2</sub> -8:2 FTUCA	0.025	51	17	103	6
53	8:2 FTSA	FTSA	39108-34-4	<sup>13</sup> C <sub>2</sub> -8:2 FTSA	0.1	101	5	97	8
54	8:2 FTCA	FTCA	27854-31-5	<sup>13</sup> C <sub>2</sub> -8:2 FTCA	2.5	109	21	106	11
55	8:2 diPAP	diPAP	678-41-1	( <sup>13</sup> C <sub>2</sub> ) <sub>2</sub> -8:2 diPAP	0.1	100	8	102	7
56	7:3 FTCA	FTCA	812-70-4	<sup>13</sup> C <sub>2</sub> -8:2 FTUCA	N.D.	33	16	50	17
57	6:8 PFPi	PFPiA	610800-34-5	( <sup>13</sup> C <sub>2</sub> ) <sub>2</sub> -6:2 diPAP	0.25	97	6	103	9
58	6:6 PFPi	PFPiA	40143-77-9	<sup>13</sup> C <sub>2</sub> -PFDoDA	0.05	102	14	115	13
59	6:2/8:2 diPAP	diPAP	943913-15-3	( <sup>13</sup> C <sub>2</sub> ) <sub>2</sub> -6:2 diPAP	0.1	59	10	77	13
60	6:2 FTUCA	FTUCA	70887-88-6	<sup>13</sup> C <sub>2</sub> -6:2 FTUCA	0.05	98	25	91	7
61	6:2 FTSA	FTSA	27619-97-2	<sup>13</sup> C <sub>2</sub> -6:2 FTSA	0.05	97	5	97	5
62	6:2 FTCA	FTCA	53826-12-3	<sup>13</sup> C <sub>2</sub> -6:2 FTCA	5	48	17	98	14
63	6:2 diPAP	diPAP	57677-95-9	( <sup>13</sup> C <sub>2</sub> ) <sub>2</sub> -6:2 diPAP	0.25	105	4	95	1
64	5:3 FTCA	FTCA	914637-49-3	<sup>13</sup> C <sub>2</sub> -6:2 FTUCA	N.D.	29	26	51	18
65	4-PFecHS	PFSA	646-83-3	<sup>13</sup> C <sub>8</sub> -PFOS	0.025	118	5	88	2
66	4:2 FTSA	FTSA	757124-72-4	<sup>13</sup> C <sub>2</sub> -4:2 FTSA	0.1	104	3	94	1
67	3:3 FTCA	FTCA	356-02-5	<sup>13</sup> C <sub>5</sub> -PFPeA	N.D.	22	17	47	22
68	11Cl-PF3OUdS	PFESA	763051-92-9	<sup>13</sup> C <sub>6</sub> -PFOS	0.05	95	6	94	5
69	10:2 FTUCA	FTUCA	70887-94-4	<sup>13</sup> C <sub>2</sub> -10:2 FTUCA	2.5	27	35	90	10
70	10:2 FTSA	FTSA	120226-60-0	<sup>13</sup> C <sub>2</sub> -8:2 FTSA	0.25	122	6	121	11
71	10:2 FTCA	FTCA	53826-13-4	<sup>13</sup> C <sub>2</sub> -10:2 FTCA	12.5	57	35	105	19

N.D. : Not determined. 14 種類の化合物の LOQ は、サンプル前処理に関する課題のために決定されませんでした。このような複雑なマトリックスのサンプル前処理の効率をさらに向上させるためには、さらなる研究が必要になります。



## 参考文献

1. Gaines, L. G. T. Historical and Current Usage of Per- and Polyfluoroalkyl Substances (PFAS): A Literature Review. *Am. J. Ind. Med.* **2023**, *66*, 353–378.
2. Semiconductor Industry Association (SIA), PFAS-Containing Lubricants Used in Semiconductor Manufacturing. May 18, **2023**.
3. Brunn, H. *et al.*, PFAS: Forever Chemicals—Persistent, Bioaccumulative and Mobile. Reviewing the Status and the Need for Their Phase Out and Remediation of Contaminated Sites. Environmental Sciences Europe, *Environmental Sciences Europe* **2023**, *35(1)*, 20.
4. Henry, B. J. *et al.* A Critical Review of the Application of Polymer of Low Concern and Regulatory Criteria to Fluoropolymers. *Integrated Environmental Assessment and Management* **2018**, *14*, 316–334.
5. European Commission, Chemicals Strategy for Sustainability. October **2020**.
6. Zhu, H. *et al.* A Pilot Study of Per- and Polyfluoroalkyl Substances in Automotive Lubricant Oils from the United States. *Environmental Technology & Innovation* **2020**, *19*, 100943.
7. EURL for Halogenated POPs in Feed and Food: Guidance Document on Analytical Parameters for the Determination of Per- and Polyfluoroalkyl Substances (PFAS) in Food and Feed, version 1.2, May 11, **2022**. [https://eurl-pops.eu/core-workinggroups#\\_pfas](https://eurl-pops.eu/core-workinggroups#_pfas).
8. Amending Regulation (EC) No 1881/2006 as regards maximum levels of perfluoroalkyl substances in certain foodstuffs, *Commission Regulation (EU) 2022/2388*, December 7, **2022**.

ホームページ

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

カスタマ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いません。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。

DE53560983

アジレント・テクノロジー株式会社  
© Agilent Technologies, Inc. 2024  
Printed in Japan, March 26, 2024  
5994-7246JAJP