

Agilent 6475 トリプル四重極 LC/MS システムによる 工業排水中のターゲット PFAS の分析



著者

Aimei Zou
Agilent Technologies, Inc.

概要

このアプリケーションノートでは、排水サンプル中の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）の定量分析に関する、工業メーカーの規制要件について説明します。米国環境保護庁（EPA）メソッド 1633 の範囲を超えて、71 種類の非標識 PFAS 化合物と 37 種類の同位体標識された PFAS 化合物で構成される包括的なターゲットリストを徹底的に調査して、水性排水サンプルで分析しました。サンプル抽出は、Agilent Bond Elut PFAS WAX SPE カートリッジを使用して実施しました。PFAS の定量は、Agilent 6475 トリプル四重極質量分析計（LC/TQ）に接続された Agilent 1290 Infinity II 液体クロマトグラフ（LC）システムを使用して実施しました。直線性、感度、真度、精度を含む、分析性能パラメータを検証しました。さらに、排水サンプルの分析結果について詳細に調査しました。

はじめに

PFAS は、用途が広いこと、重要な環境汚染物質として注目されるようになり、安定した炭素-フッ素結合を特徴とするこれらの化合物は、分解プロセスに対して顕著な耐性を示します。この耐性により、環境中に残留して、表流水中に蓄積する可能性があります。工業環境では、PFAS は消火剤の生産、金属めっき、半導体製造などの工程で有用になります。^{1~4}その結果として、工業排水の流れは PFAS の重大な汚染源となり、周囲の生態系に有害な曝露をもたらす可能性があります。⁴欧州連合 (EU) の残留性有機汚染物質 (EU POPs) 規制および化学物質の登録、評価、認可、および制限 (REACH) のもとで、さまざまな PFAS の製造と使用が禁止または制限されています。⁵2024 年 1 月、米国環境保護庁は、排水などの多くのマトリックス中の PFAS の検出と定量のための標準分析プロトコルである、メソッド 1633 を発表しました。⁶

工業排水中の PFAS を正確に定量することは、規制コンプライアンス、環境モニタリング、リスク評価の目的にとって不可欠です。液体クロマトグラフィー/タンデム質量分析 (LC/MS/MS) は、工業排水のような複雑なマトリックス中の PFAS 化合物を正確に同定および定量するための強力な分析技法として登場しました。

このアプリケーションノートでは、工業排水中の新しい PFAS および従来の PFAS を定量するための包括的なアプローチについて説明します。分析には、6475 LC/TQ に接続された 1290 Infinity II LC を使用します。また、分析手法、分析パラメータ、得られた結果についても詳細に説明します。取り込みメソッドは、100 種類以上の非標識 PFAS および同位体標識 PFAS を網羅している Agilent PFAS MRM データベースに基づいています。今回の実験では、EPA メソッド 1633 に基づいたサンプル前処理に対して、Bond Elut PFAS WAX カートリッジを用いた固相抽出 (SPE) を適用しています。このアプリケーションノートは、工業排水中の PFAS 汚染が環境に与える影響を理解して緩和するための継続的な取り組みに貢献することを目的としています。

実験手法

試薬および標準試料

今回の実験では、試薬と溶媒はすべて LC/MS グレードのものを使用しました。超純水は、Milli Q 純水装置 (Merck Millipore、米国) で精製しました。

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. (ケルブ、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、Agilent 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示されている手順に従って前処理しました。

装置構成

Agilent 1290 Infinity II LC システムの使用条件と 6475 LC/TQ の機器パラメータの詳細は、表 1 (Agilent PFAS MRM データベース) に示されています。溶媒および LC 流路からの PFAS 汚染を最小限に抑えるために、標準の LC の代わりに、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) を取り付けました。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、Quantitative Analysis ソフトウェアバージョン 12.0 を使用して実施しました。

表 1. LC 使用条件と MS イオン源パラメータ

Agilent 1290 Infinity II LC の条件																												
分析カラム	Agilent ZORBAX RRHD Eclipse Plus C18, 95 Å, 2.1 × 100 mm, 1.8 µm, 圧力上限 120 MPa (部品番号 959758-902)																											
UHPLC ガード	Agilent ZORBAX RRHD Eclipse Plus C18, 2.1 mm, 1.8 µm, 圧力上限 120 MPa, UHPLC ガード (部品番号 821725-901)																											
カラム温度	55 °C																											
注入量	5 µL																											
オートサンプリング温度	5 °C																											
移動相 A	5 mM 酢酸アンモニウム水溶液																											
移動相 B	メタノール																											
移動相流量	0.4 mL/min																											
グラジエント	<table border="1"> <thead> <tr> <th>時間 (分)</th> <th>%A</th> <th>%B</th> </tr> </thead> <tbody> <tr><td>0.00</td><td>85</td><td>15</td></tr> <tr><td>1.00</td><td>85</td><td>15</td></tr> <tr><td>1.50</td><td>45</td><td>55</td></tr> <tr><td>5.50</td><td>30</td><td>70</td></tr> <tr><td>7.00</td><td>20</td><td>80</td></tr> <tr><td>12.00</td><td>0</td><td>100</td></tr> <tr><td>14.40</td><td>0</td><td>100</td></tr> <tr><td>14.50</td><td>85</td><td>15</td></tr> </tbody> </table>	時間 (分)	%A	%B	0.00	85	15	1.00	85	15	1.50	45	55	5.50	30	70	7.00	20	80	12.00	0	100	14.40	0	100	14.50	85	15
時間 (分)	%A	%B																										
0.00	85	15																										
1.00	85	15																										
1.50	45	55																										
5.50	30	70																										
7.00	20	80																										
12.00	0	100																										
14.40	0	100																										
14.50	85	15																										
ストップタイム	14.5 分																											
ポストタイム	2.5 分																											
ニードル洗浄	マルチウォッシュ																											
洗浄溶媒 1 (S1)	15:85 メタノール:水																											
洗浄溶媒 2 (S2)	1:1 アセトニトリル:2-プロパノール																											
Agilent 6475 MS パラメータ																												
イオン源	Agilent AJS ESI																											
極性	ネガティブ																											
Q1 および Q3 分解能	最小単位																											
サイクル時間	580 ms																											
ガス温度	230 °C																											
ガス流量	6 L/min																											
ネブライザ	20 psi																											
シースガス温度	375 °C																											
シースガス流量	12 L/min																											
キャピラリ (ネガティブ)	2,500 V																											
ノズル電圧	0 V																											

サンプル抽出

この実験で使用した工業排水サンプルは、現地の政府機関から提供されたものを使用しました。図 1 に、EPA 1633 に従ったサンプル前処理の手順を示します。最初に、保存されていない 10 mL の排水サンプルを、15 mL ポリプロピレン (PP) コニカルチューブに採取し、抽出された内部標準 (EIS) としてサロゲートを添加しました。サンプルの pH は、SPE カートリッジをロードする前に、水酸化アンモニウムまたは酢酸で 6 ~ 7 に調整しました。マトリックススパイク品質管理 (QC) サンプルの前処理用として、低スパイク QC (LSQ) および高スパイク QC (HSQ) を作成するために、適量の非標識 PFAS 混合溶液を排水サンプルに添加しました。また、非標識 PFAS 標準を添加していないマトリックスブランクを前処理しました。SPE の設定、カートリッジのコンディショニング、サンプルのロードと溶出、Carbon S クリーンアップ、濃縮、再溶解のステップを含む、全プロセスの詳細を図 1 に示します。

最終のサンプル濃縮係数は 20 倍でした。ここで重要な点は、抽出されていない内部標準 (NIS) は、前処理後の注入前に添加されており、EIS 回収率をサロゲートとしてレポートするために使用されていることです。⁶



図 1. 排水サンプルの抽出方法

結果と考察

初回キャリブレーション性能

分析機器の初回キャリブレーションを確立するために、非標識 PFAS (ターゲット化合物)、サロゲート (EIS)、同位体性能標準 (NIS) が含まれる一連の標準溶液を使用しました。EIS と NIS の濃度を一定に保ちながら、溶液中のターゲット化合物の濃度を、機器の動作範囲を包含するように変化させました。最低 7 種類の連続した標準溶液を使用することに

より、各ターゲット化合物に対して、相対標準誤差 (RSE) $\leq 20\%$ 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%、 $\leq 20\%$ ($n = 3$) という代表的な許容範囲に適合していました。図 2 は、PFPeS、PFHxPA、PFMBA、PFBS という 4 種類の代表的な化合物の初回キャリブレーショングラフを示しています。

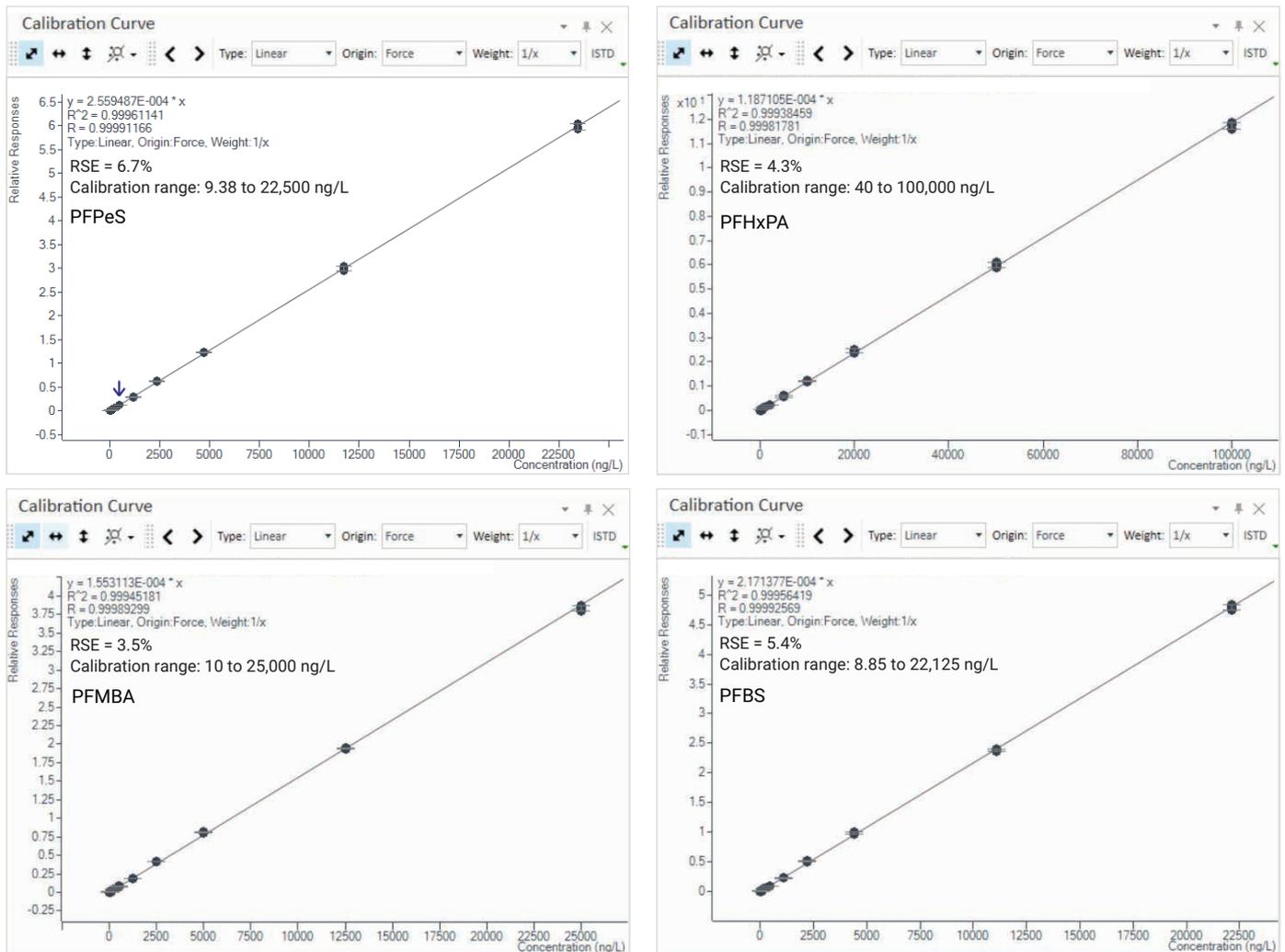


図 2. PFPeS、PFHxPA、PFMBA、PFBS の直線検量線 (濃度ごとに 3 回注入)

メソッドの感度

予備実験では、スパイクされていない工業排水（マトリックスブランク）をスクリーニングして、ポジティブの非標識 PFAS の多くを検出しました。したがって、このマトリックスは、メソッド検出限界（MDL）の評価に使用するのには適していませんでした。⁷ 今回の実験では、メソッドの感度は定量下限（LOQ）に基づいて評価していますが、この値は最低の初回キャリブレーション標準の濃度以上に設定しました。この値は、EPA メソッド 1633 に記載されている性能基準を満たしていました。⁶ すべてのターゲット化合物の LOQ は表 2 に示されており、緑色でハイライト表示された化合物は EPA 1633 に含まれています。表 2 に示すように、今回の実験で得られた LOQ はすべて、EPA 1633 に記載されている水性サンプルの LOQ 値より低いか、または代表的な範囲内でした。これらの結果は、6475 LC/TQ を用いた分析メソッドの感度を実証しています。

メソッドの真度と精度

メソッドの真度と精度は、それぞれ QC 回収率と回収率の %RSD に基づいて評価しました。低スパイク QC（LSQ、濃度範囲 0.0125 ~ 0.125 µg/kg）および高スパイク QC（HSQ、濃度範囲 0.25 ~ 2.5 µg/kg）の 3 回に分けた前処理を、全サンプル抽出方法に従って実施しました。QC 中の各化合物の測定濃度は、スパイクされていない排水サンプル中に存在する天然の濃度を差し引くことにより補正しました。メソッドの回収率は平均回収率に基づいて計算し、メソッドの精度は回収率の %RSD から評価しました。

表 2. 分析結果の概要

No.	化合物	PFAS グループ	CAS 番号	サロゲート	LOQ (ng/L)	EPA 1633 での LOQ の代表的な範囲 (ng/L)	LSQ		HSQ	
							回収率	精度 (n = 3)	回収率	精度 (n = 3)
1	PFUnDA	PFCA	2058-94-8	¹³ C ₇ -PFUnDA	2.5	1 ~ 4	113 %	2 %	86 %	2 %
2	PFTrDA	PFCA	72629-94-8	¹³ C ₂ -PFDoDA	1	1 ~ 4	104 %	3 %	81 %	4 %
3	PFTDA	PFCA	376-06-7	¹³ C ₂ -PFTDA	1	1 ~ 4	103 %	3 %	91 %	7 %
4	PFPeS	PFSA	2706-91-4	¹³ C ₃ -PFHxS	0.938	1 ~ 4	111 %	1 %	90 %	2 %
5	PFPeA	PFCA	2706-90-3	¹³ C ₅ -PFPeA	1	2 ~ 8	108 %	1 %	91 %	1 %
6	PFOSA	FASA	754-91-6	¹³ C ₈ -PFOSA	1	1 ~ 4	128 %	10 %	98 %	6 %
7	PFOS	PFSA	1763-23-1	¹³ C ₈ -PFOS	0.73	1 ~ 4	76 %	1 %	91 %	3 %
8	PFOPA	PFPA	40143-78-0	Cl-PFOPA	10	NA	100 %	3 %	78 %	3 %
9	PFODA	PFCA	16517-11-6	¹³ C ₂ -PFHxDA	1	NA	87 %	4 %	87 %	14 %
10	PFOA	PFCA	335-67-1	¹³ C ₈ -PFOA	1	1 ~ 4	84 %	2 %	99 %	2 %
11	PFNS	PFSA	68259-12-1	¹³ C ₈ -PFOS	2.4	1 ~ 4	111 %	1 %	90 %	3 %
12	PFNA	PFCA	375-95-1	¹³ C ₉ -PFNA	1	1 ~ 4	76 %	2 %	92 %	1 %
13	PFMPA	PFECA	377-73-1	¹³ C ₄ -PFBA	1	4 ~ 16	87 %	1 %	93 %	2 %
14	PFMBA	PFECA	863090-89-5	¹³ C ₅ -PFPeA	1	4 ~ 15	114 %	1 %	110 %	2 %
15	PFHxS	PFSA	355-46-4	¹³ C ₃ -PFHxS	0.74	1 ~ 4	79 %	2 %	84 %	2 %
16	PFHxPA	PFPA	40143-76-8	Cl-PFOPA	4	NA	72 %	2 %	119 %	5 %
17	PFHxDA	PFCA	67905-19-5	¹³ C ₂ -PFHxDA	1	NA	86 %	4 %	84 %	13 %
18	PFHxA	PFCA	307-24-4	¹³ C ₅ -PFHxA	1	1 ~ 4	76 %	1 %	70 %	1 %
19	PFHpS	PFSA	375-92-8	¹³ C ₈ -PFOS	0.952	1 ~ 4	111 %	1 %	89 %	2 %
20	PFHpA	PFCA	375-85-9	¹³ C ₄ -PFHpA	1	1 ~ 4	97 %	1 %	112 %	2 %
21	PFEESA	PFESA	113507-82-7	¹³ C ₃ -PFBS	0.89	2 ~ 8	104 %	1 %	83 %	2 %
22	PFDS	PFSA	335-77-3	¹³ C ₈ -PFOS	0.964	1 ~ 4	108 %	3 %	88 %	4 %
23	PFDPa	PFPA	52299-26-0	Cl-PFOPA	10	NA	85 %	8 %	83 %	2 %
24	PFDoS	PFSA	79780-39-5	¹³ C ₈ -PFOS	2.42	1 ~ 4	91 %	2 %	83 %	6 %
25	PFDoDA	PFCA	307-55-1	¹³ C ₂ -PFDoDA	1	1 ~ 4	108 %	3 %	85 %	2 %

No.	化合物	PFAS グループ	CAS 番号	サロゲート	LO (ng/L)	EPA 1633 での LOQ の代表的な範囲 (ng/L)	LSQ		HSQ	
							回収率	精度 (n = 3)	回収率	精度 (n = 3)
26	PFDA	PFCA	335-76-2	¹³ C ₆ -PFDA	1	1 ~ 4	120 %	2 %	88 %	2 %
27	PFBS	PFSA	375-73-5	¹³ C ₃ -PFBS	0.885	1 ~ 4	116 %	1 %	83 %	2 %
28	PFBPA	PFPA	52299-24-8	Cl-PFOPA	4	NA	91 %	6 %	88 %	8 %
29	PFBA	PFCA	375-22-4	¹³ C ₄ -PFBA	2.5	4 ~ 16	99 %	0 %	92 %	1 %
30	P5MeODIOXOAc	PFECA	1190931-41-9	¹³ C ₃ -HFPO-DA	2.5	NA	128 %	7 %	100 %	3 %
31	N-MeFOSAA	FASAA	2355-31-9	² H ₃ -N-MeFOSAA	0.76	1 ~ 4	81 %	2 %	86 %	4 %
32	N-MeFOSA	FASA	31506-32-8	² H ₃ -N-MeFOSA	1	1 ~ 4	114 %	32 %	88 %	16 %
33	NFDHA	PFECA	151772-58-6	¹³ C ₅ -PFHxA	1	2 ~ 7	115 %	1 %	103 %	2 %
34	N-EtFOSAA	FASAA	2991-50-6	² H ₅ -N-EtFOSAA	0.775	1 ~ 4	82 %	3 %	74 %	5 %
35	N-EtFOSA	FASA	4151-50-2	² H ₅ -N-EtFOSA	1	1 ~ 4	57 %	28 %	99 %	17 %
36	MeFOSE	FASE	24448-09-7	² H ₇ -MeFOSE	4	10 ~ 40	91 %	11 %	80 %	12 %
37	MeFHxSA	FASA	68259-15-4	¹³ C ₈ -PFOSA	2.25	NA	51 %	19 %	58 %	23 %
38	MeFBSA	FASA	68298-12-4	¹³ C ₈ -PFOSA	4	NA	57 %	29 %	51 %	12 %
39	HFPO-TA	PFECA	13252-14-7	¹³ C ₉ -PFNA	0.95	NA	96 %	4 %	82 %	3 %
40	HFPO-DA	PFECA	13252-13-6	¹³ C ₃ -HFPO-DA	1	2 ~ 8	109 %	3 %	87 %	4 %
41	FOSAA	FASAA	2806-24-8	² H ₃ -N-MeFOSAA	1	NA	92 %	10 %	102 %	13 %
42	FHxSA	FASA	41997-13-1	¹³ C ₈ -PFOS	1	NA	54 %	31 %	117 %	6 %
43	FDSA	FASA	NA	¹³ C ₈ -PFOSA	1	NA	116 %	8 %	83 %	11 %
44	FBSA	FASA	30334-69-1	¹³ C ₃ -PFHxS	1	NA	57 %	33 %	113 %	5 %
45	EtFOSE	FASE	1691-99-2	² H ₉ -EtFOSE	4	10 ~ 40	59 %	40 %	94 %	4 %
46	DONA	PFECA	919005-14-4	¹³ C ₄ -PFHpA	0.945	2 ~ 8	97 %	1 %	80 %	1 %
47	diSAmPAP	SAmPAP	2965-52-8	(¹³ C ₂) ₂ -8:2 diPAP	2.45	NA	97 %	5 %	100 %	13 %
48	Cl-PFHxPA	PFPA	NA	Cl-PFOPA	4	NA	74 %	2 %	98 %	6 %
49	9CI-PF3ONS	PFESA	756426-58-1	¹³ C ₈ -PFOS	2.3	4 ~ 15	95 %	2 %	78 %	3 %
50	8:8 PFPI	PFPIA	40143-79-1	(¹³ C ₂) ₂ -6:2 diPAP	2.4	NA	124 %	5 %	110 %	7 %
51	8:3 FTCA	FTCA	34598-33-9	¹³ C ₆ -PFDA	2.5	NA	49 %	17 %	77 %	12 %
52	8:2 FTUCA	FTUCA	70887-84-2	¹³ C ₂ -8:2 FTUCA	1	NA	113 %	14 %	96 %	14 %
53	8:2 FTSA	FTSA	39108-34-4	¹³ C ₂ -8:2 FTSA	0.958	4 ~ 15	107 %	1 %	87 %	2 %
54	8:2 FTCA	FTCA	27854-31-5	¹³ C ₂ -8:2 FTCA	10	NA	108 %	11 %	109 %	12 %
55	8:2 diPAP	diPAP	678-41-1	(¹³ C ₂) ₂ -8:2 diPAP	0.978	NA	89 %	5 %	108 %	13 %
56	7:3 FTCA	FTCA	812-70-4	¹³ C ₂ -8:2 FTUCA	2.5	25 ~ 100	79 %	16 %	85 %	15 %
57	6:8 PFPI	PFPIA	610800-34-5	(¹³ C ₂) ₂ -6:2 diPAP	4.86	NA	66 %	6 %	108 %	3 %
58	6:6 PFPI	PFPIA	40143-77-9	¹³ C ₂ -PFDoDA	0.97	NA	87 %	4 %	99 %	4 %
59	6:2/8:2 diPAP	diPAP	943913-15-3	(¹³ C ₂) ₂ -6:2 diPAP	0.975	NA	115 %	3 %	98 %	9 %
60	6:2 FTUCA	FTUCA	70887-88-6	¹³ C ₂ -6:2 FTUCA	1	NA	125 %	13 %	96 %	12 %
61	6:2 FTSA	FTSA	27619-97-2	¹³ C ₂ -6:2 FTSA	0.948	4 ~ 15	112 %	1 %	87 %	3 %
62	6:2 FTCA	FTCA	53826-12-3	¹³ C ₂ -6:2 FTCA	25	NA	105 %	12 %	112 %	11 %
63	6:2 diPAP	diPAP	57677-95-9	(¹³ C ₂) ₂ -6:2 diPAP	0.97	NA	114 %	3 %	96 %	4 %
64	5:3 FTCA	FTCA	914637-49-3	¹³ C ₂ -6:2 FTUCA	2.5	25 ~ 100	78 %	18 %	88 %	15 %
65	4-PFecHS	PFSA	646-83-3	¹³ C ₈ -PFOS	2.3	NA	105 %	2 %	86 %	2 %
66	4:2 FTSA	FTSA	757124-72-4	¹³ C ₂ -4:2 FTSA	0.934	4 ~ 15	108 %	2 %	86 %	2 %

No.	化合物	PFAS グループ	CAS 番号	サロゲート	LO (ng/L)	EPA 1633 での LOQ の代表的な範囲 (ng/L)	LSQ		HSQ	
							回収率	精度 (n = 3)	回収率	精度 (n = 3)
67	3:3 FTCA	FTCA	356-02-5	¹³ C ₅ -PFPeA	5	5 ~ 20	98 %	12 %	97 %	9 %
68	11Cl-PF3OUdS	PFESA	763051-92-9	¹³ C ₈ -PFOS	0.945	4 ~ 15	90 %	1 %	72 %	3 %
69	10:2 FTUCA	FTUCA	70887-94-4	¹³ C ₂ -10:2 FTUCA	1	NA	122 %	13 %	101 %	8 %
70	10:2 FTSA	FTSA	120226-60-0	¹³ C ₂ -8:2 FTSA	0.964	NA	110 %	2 %	86 %	4 %
71	10:2 FTCA	FTCA	53826-13-4	¹³ C ₂ -10:2 FTCA	50	NA	84 %	7 %	95 %	8 %

NA : N/A

緑色でハイライト表示されたセルは、EPA 1633 に記載されているターゲット化合物です

表 2 に、全ターゲット化合物の回収率値と %RSD を示します。LSQ サンプルでは、71 種類の化合物のうち 70 種類の化合物において、回収率 50 ~ 130 % を満たしました。HSQ サンプルでは、すべてのターゲット化合物がこの条件を満たしており、今回の実験で工業排水サンプルからの PFAS の抽出に使用した WAX カートリッジの優れた効率が実証されました。EPA 1633 で規制されている 40 種類の化合物について、HSQ

の回収率は 70 ~ 110 % に収まっており、精度は ≤ 17 % でした。EPA 1633 に記載されている 40 種類の化合物の回収率と精度分布を図 3 に示します。この結果は、各前処理の再現性が高いことを示しており、工業排水サンプルマトリックス中の PFAS の分析用に開発されたワークフローの正確性と信頼性が確認されました。

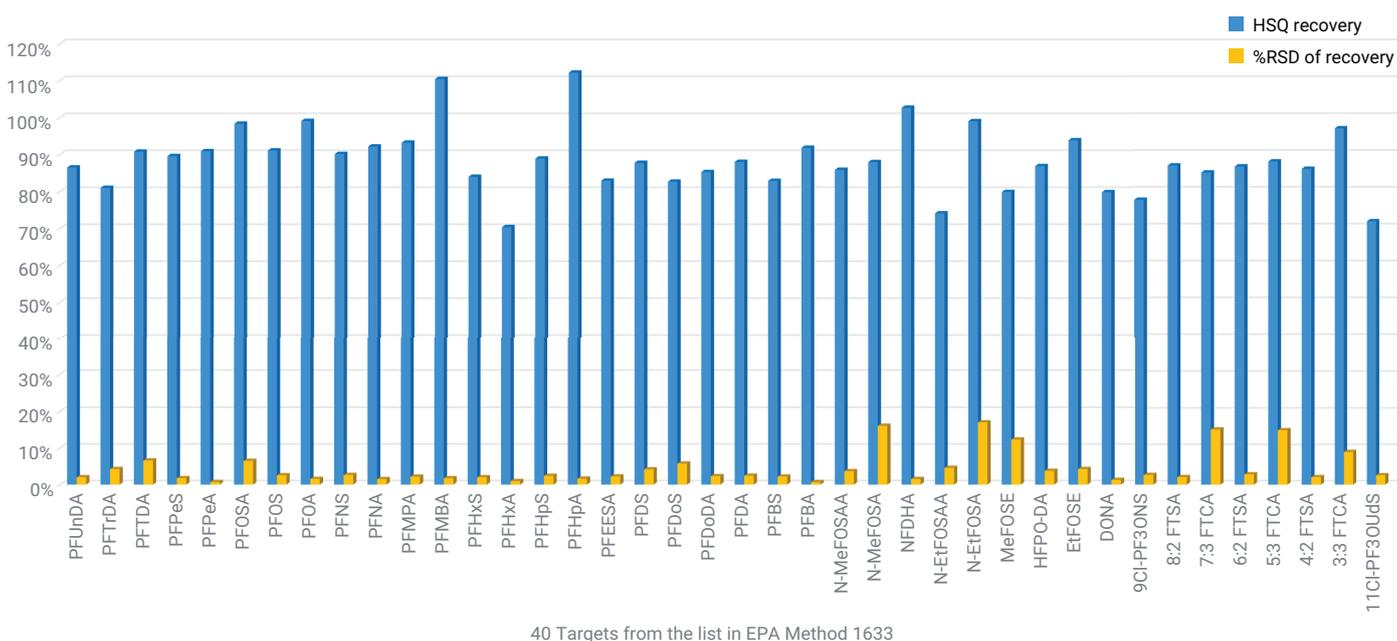


図 3. EPA 1633 に記載されている 40 種類のターゲット化合物の回収率と精度分布

排水分析の結果

工業排水サンプル中に存在する非標識 PFAS の濃度を測定しました。分析結果の信頼性を保証するために、サロゲートを添加して排水サンプルの 2 回に分けた前処理を実施した後、全抽出プロセスと LC/TQ 検出を実施しました。図 4 は、排水サンプルの抽出液中で LOQ レベル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。10 種類を超える非標識 PFAS ターゲット化合物 (HFPO-DA、PFBA、PFBS、

PFDA、PFDoDA、PFHpA、PFMBA、PFNA、PFOA、PFOS、PFPeA、PFUnDA など。これらのほとんどが現在、EPA、POPs、REACH などの規制で禁止または制限されています) が、排水サンプル中で LOQ レベルを超えて検出されました。スパイクされた QC サンプルを用いた、これらのターゲット化合物の回収率の結果は、 $RSD \leq 5\%$ で 76 ~ 120 % でした。回収率および回収率の再現性の値から、工業排水中の PFAS の分析のために新たに開発されたメソッドの信頼性が確認されました。

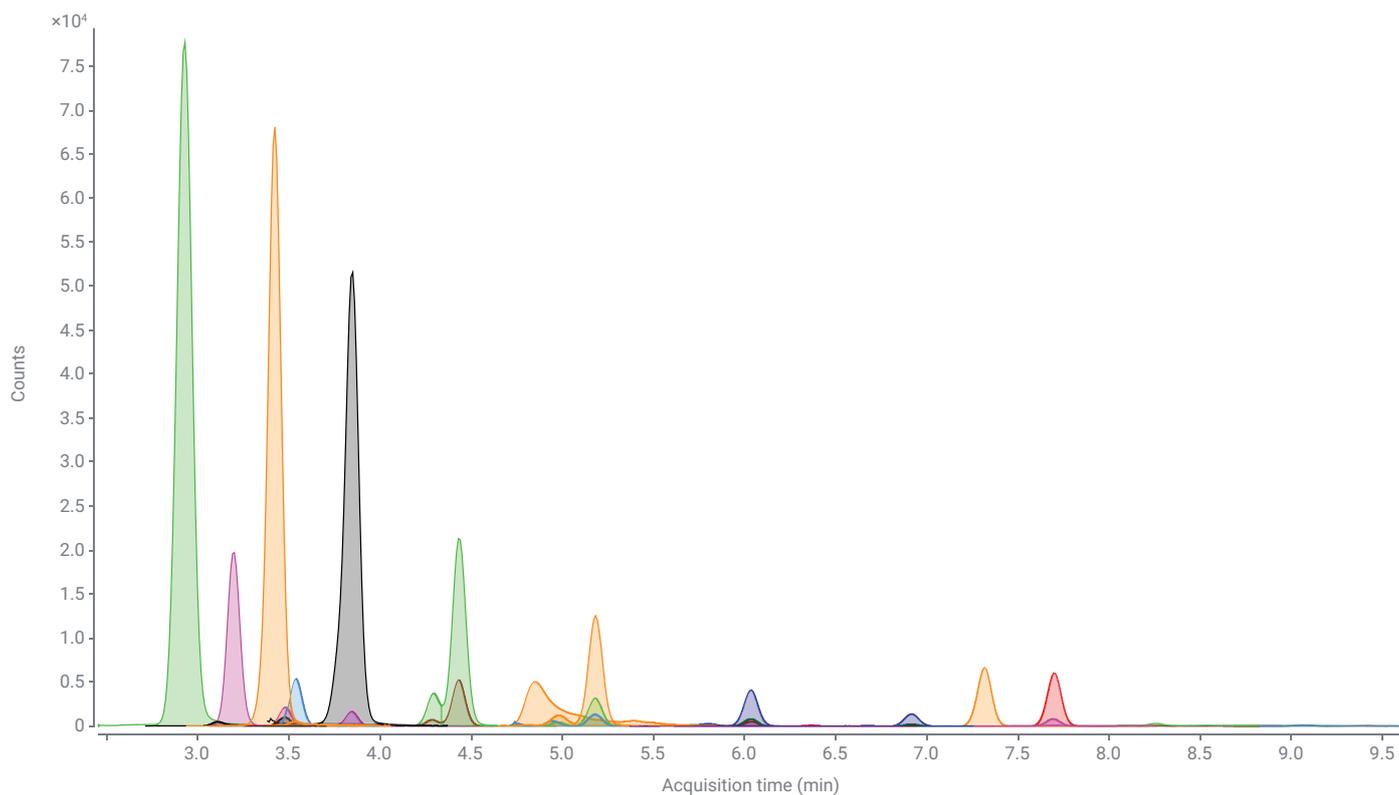


図 4. スパイクされていない排水抽出液 (マトリックスブランク) の MRM クロマトグラム

結論

今回の実験では、Agilent 6475 LC/TQ システムに接続された Agilent 1290 Infinity II LC を使用して、PFAS の重大な汚染源の 1 つである工業排水中の PFAS の定量分析を実施しました。Agilent PFAS MRM データベース (部品番号 G1736AA) および eMethod (部品番号 G5285AA) に基づいて、108 種類の PFAS (非標識および同位体標識を含む) に関する包括的な取り込みメソッドを導入しました。

EPA メソッド 1633 に記載されている EIS と NIS を追加し、Agilent Bond Elut PFAS WAX カートリッジを使用して SPE ベースのサンプル前処理を実施した後、Carbon S クリーンアップを実施しました。ワークフローのキャリブレーション性能、LOQ、スパイク QC 回収率、再現性を評価しました。化合物の 93 % において LOQ \leq 5 ng/L を達成しており、化合物の 99 % において HQC 回収率は %RSD \leq 20 で 50 ~ 130 % を満たしていました。これらの結果は、Agilent 6475 LC/TQ を用いた分析ワークフローの高い選択性と感度を実証しています。このシステムは、環境への排出前に排水中の PFAS の汚染レベルをモニタリング/制御する必要のある工業メーカーに対して、包括的なソリューションを提供します。

謝辞

排水サンプルをご提供いただいた Shane Snyder 教授および Mauricius Marques dos Santos 博士 (南洋環境水処理研究所) に感謝いたします。

参考文献

1. Barisci, S.; Suri, R. Occurrence and Removal of Poly/Perfluoroalkyl Substances (PFAS) in Municipal and Industrial Wastewater Treatment Plants. *Water Science & Technology* **2021**, 84(12), 3442–3468. <https://doi.org/10.2166/wst.2021.484>
2. Jones, C.; Cacuum, E. Water Supply Challenges for the Semiconductor Industry. *Semiconductor-Digest* **2022** October 24.
3. Kunacheva, C.; et al. Mass Flows of Perfluorinated Compounds (PFCs) in Central Wastewater Treatment Plants of Industrial Zones in Thailand. *Chemosphere* **2011**, 83, 737–744.
4. Wang, S.; et al. First Report of a Chinese PFOS Alternative Overlooked for 30 Years: Its Toxicity, Persistence, and Presence in the Environment. *Environmental Science and Technology* **2013**, 47, 10163–10170.
5. OECD, Portal on Per and Poly Fluorinated Chemicals, Country Information.
6. EPA Method 1633: Analysis of Per- and Polyfluoroalkyl Substances (PFAS) in Aqueous, Solid, Biosolids, and Tissue Samples by LC-MS/MS, EPA 821-R-24-001, January **2024**.
7. 40 CFR Appendix B to Part 136 - Definition and Procedure for the Determination of the Method Detection Limit. Revision 2, July 1, **2023**.

ホームページ

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

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。

DE65062394

アジレント・テクノロジー株式会社

© Agilent Technologies, Inc. 2024

Printed in Japan, June 4, 2024

5994-7508JAJP