

液体クロマトグラフ質量分析計を用いた PFAS 分析

キーワード：PFAS、液体クロマトグラフ質量分析計、固相抽出

概要

PFAS（パーフルオロ／ポリフルオロアルキル化合物の総称）は、撥水性・撥油性や熱的安定性が高く、幅広い用途で使用されてきました。一方で、非常に安定で分解されにくいことや、生体への蓄積・毒性、水などの環境中への拡散が懸念されることから、世界各国で監視・規制が強化されています。このような背景から、水試料を中心とした PFAS 分析法が開発されています。

水環境中の PFAS は、ng/L オーダーという極めて低い濃度域で規制値が設定されています。このため、固相抽出による PFAS の濃縮と、液体クロマトグラフ質量分析計 (LC-MS) による高感度分析を組み合わせた手法が広く用いられています。本テクニカルシートでは、炭素数 4～18 の幅広い鎖長の PFAS を検出対象とした分析事例を紹介します。

固相抽出カートリッジを用いた前処理

超純水に PFAS 標準物質を添加して調製した試料水を、固相抽出カートリッジに通液して濃縮操作を行いました。このカートリッジは、弱イオン交換・逆相の両特性を有しており、溶媒の組成および pH により PFAS の吸着・溶出を制御できます。

合わせて、試料水が入っていた空容器にメタノールを入れ、容器内に残存した PFAS を回収しました。このメタノール液をカラムに通液・回収し、続いて 0.1 % アンモニア含有メタノールを作用させることで、PFAS を溶出・回収しました。得られた回収液を窒素気流下で濃縮し、メタノールで 1 mL に定容して測定試料としました。

液体クロマトグラフ質量分析計による分析

LC-MS は、高速液体クロマトグラフ (HPLC) と質量分析計 (MS) を連結した装置です。本装置では、LC に注入した試料成分をカラムで分離し、MS で各成分をイオン化・検出できます。MS を用いることで低濃度の成分でも検出でき、さらに成分の質量電荷比 (m/z) や分離時間の差といった情報に基づいて、化合物の特定をすることが可能です。

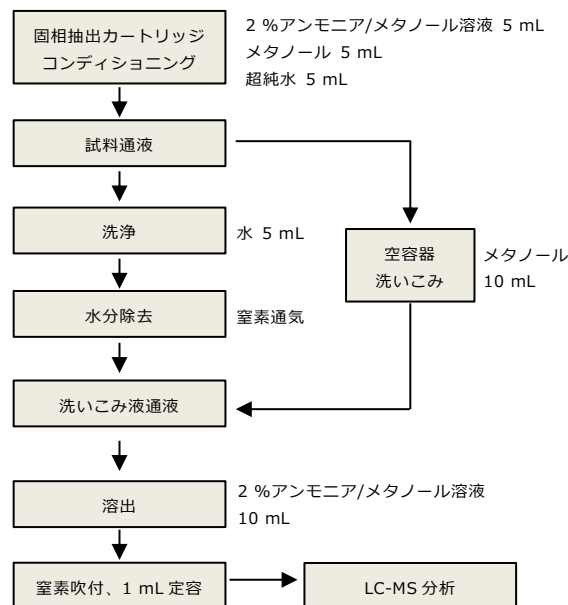


図 1 固相抽出の操作フロー

分析例 1 PFOA、PFOS、PFHxS の添加回収

PFOS、PFOA、PFHxS は、化審法で第一種特定化学物質に指定されている PFAS です^(注 1)。これらについて、各成分 1 ng/L を含む水試料 200 mL から回収試験を行った結果を表 1 に、LC-MS 分析で得られた各成分のクロマトグラムを図 2 に示します。

表 1 各 PFAS の添加回収率、相対標準偏差 (RSD) およびサロゲート回収率

化合物名	添加回収率 [%]	RSD [%]	サロゲート回収率 [%]
PFOS	90	8.6	91
PFOA	109	5.8	114
PFHxS	109	6.0	110

各成分の添加回収率は 90～109 %、RSD は 8.6 % 以下でした。また、分析の各過程で各成分がどれだけ失われたかを評価するために試料に添加する物質 (サロゲート) として、¹³C 標識された PFAS を試料に添加しました。その回収率は 91～114 % の範囲内であり、良好な値が得られました。

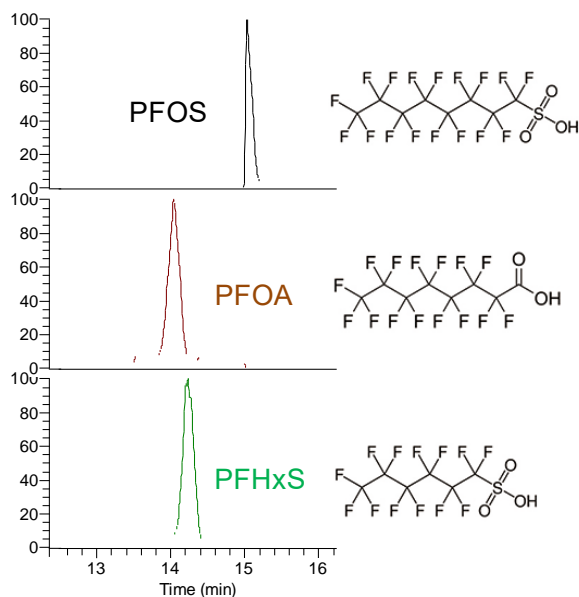


図 2 PFOS、PFOA、PFHxS のクロマトグラム
(右図は各成分の構造式)

分析例 2 PFAS(炭素数 4~18)の添加回収

炭素数 4~18 の様々な鎖長の PFAS 成分について、添加回収試験を行いました。各成分 2 ng/L を含む水試料 200 mL を固相抽出処理し、各成分の分離条件を検討したところ、複数種の PFAS を良好な回収率で一斉検出することができました。その結果の一部を表 2 に示します。

表 2 各 PFAS の添加回収率および RSD

化合物名	回収率 [%]	RSD [%]
PFBA	97.6	7.7
PFPeA	79.1	14.5
PFHxA	77.4	4.7
PFBS	88.4	10.8
DONA	84.3	13.9
6:2 FTSA	129.3	10.1
PFNA	84.6	1.50
PFHpS	117.5	2.2
8:2 FTSA	118.3	1.9
PFDA	80.1	4.4
N-EtFOSAA	75.1	6.6
PFUnDA	90.6	2.3
9Cl-PF3ONS	116.0	0.8
PFDoDA	74.0	4.5
PFDS	97.0	3.9
PFTTrDA	89.2	0.8
PFTeDA	92.8	3.1
PFHxDA	108.9	3.4
8:2 diPAP	126.0	11.4
PFOcDA	102.9	0.6

※ テクニカルシートの内容の一部または全部を転載する場合には、前もって大阪技術研に連絡の上、了解を得てください。

発行日 2026年5月1日

作成者 応用材料化学研究部 環境化学・バイオ研究室 柿倉 泰明

まとめ

今後、PFAS に関する規制は強化されることが見込まれています。水試料中の微量 PFAS は、本テクニカルシートで紹介したように、固相抽出と LC-MS を組み合わせることで濃縮・検出することが可能です。今回紹介した技術は、環境水中の PFAS 分析や、PFAS 吸着除去剤の評価などに適用できると考えられます。

試験条件

・LC-MS 分析

HPLC: UltiMate3000 (Thermo Fisher Scientific 社)

MS: Q-Exactive (Thermo Fisher Scientific 社)

カラム: Acuity UPLC® HSS T3 (1.8 μm, 2.1×100 mm) (Waters 社)

温度: 40 °C

流量: 0.2 mL/min

注入量: 10 μL

溶離液: A) 10 mM 酢酸アンモニウム水溶液

B) アセトニトリル

グラジエント: 5 %B (0 min)→5 %B (1 min)→50 %B (1.5 min)→75 %B (13 min)→90 %B (13.5 min) →90 %B (20 min) →5 %B (20.1 min) →5 %B (30 min)

MS Mode: Selected Ion Monitoring (SIM)

MS 極性: negative

・PFAS 標準物質

分析例 1: 3 種有機ふっ素化合物混合標準液、3 種有機ふっ素化合物混合内部標準液(富士フイルム和光純薬社)

分析例 2: ISO 21675:2019 Native Stock Solution (ウエリントン ラボラトリーズ ジャパン社)

・固相抽出カートリッジ

分析例 1: Oasis WAX for PFAS Analysis 6 cc Vac Cartridge, 150mg Sorbent per Cartridge, 30μm Particle Size (Waters 社)

分析例 2: InertSep WAX FF, 60mg/3mL (ジーエルサイエンス社)

注 1: 本シート作成時点(2026年3月)での規制。

関連テクニカルシート

No.14008 液体クロマトグラフ質量分析システム

なお、本テクニカルシートの内容の一部は、「公益財団法人サロン・ド・K 2024 年度研究助成金」の助成を受けて実施したものです。