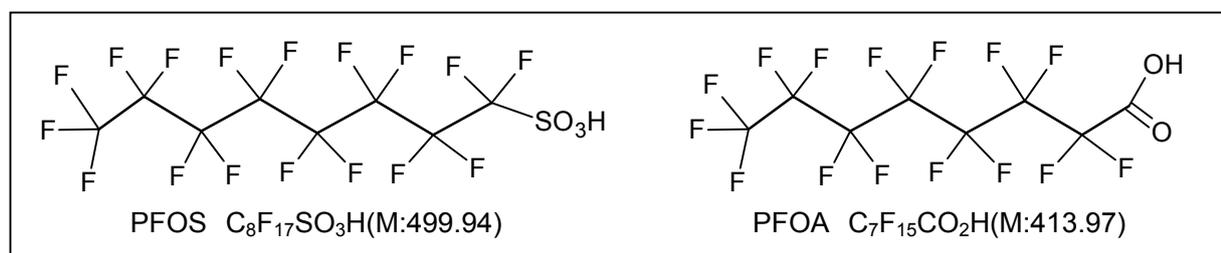


JMS-T100LP Application Data

JMS-T100LP “AccuTOF LC-plus”による PFOS,PFOA の分析

パーフルオロオクタンスルホン酸(PFOS)は撥水、防水などの目的で様々な商品に使われており、安定で分解性が低いことから環境に残留する物質として生態系への影響が懸念されている。近年、EU における PFOS 規制などの国際的な規制強化に伴い、日本においても PFOS についての分析需要が高まっている。また、パーフルオロオクタンスルホン酸(PFOA)など PFOS 類似のパーフルオロ化合物についても同様の対策が必要となる。PFOS,PFOA は一般的に LC/MS での測定が推奨されている。

今回、LC-TOFMS を用いて PFOS,PFOA の分析を行ったのでその結果を紹介する。



【測定条件】

質量分析計

JMS-T100LP “AccuTOF LC-plus”

LC

Agilent

1200

| LC 条件 | | MS 条件 | |
|-------|--|------------|------------|
| カラム | Unison UK-C18 2.0mmI.D. × 50mm, 3 μm (Imtakt) | イオン化法 | ESI- |
| 移動相 | A=10mM 酢酸アンモニウム/水, B=アセトニトリル | 測定範囲 | m/z 10~800 |
| B= | 35%-90%(5min) | ニードル電圧 | 2,000V |
| 送液速度 | 0.20mL/min | 脱溶媒室温度 | 250°C |
| カラム温度 | 40°C | オリフィス 1 電圧 | 30V |
| 試料導入量 | 10 μL | オリフィス 2 電圧 | 3V |
| | | リングレンズ電圧 | 8V |
| | | イオンガイド電圧 | 1500V |

【結果】

Fig.1 はPFOS,PFOAの標準品 5ppbのマスキロマトグラムとマススペクトルである。いずれもESI(-)で[M-H]⁻イオンがベースピークとして検出されている。さらに、PFOS,PFOA の標準品を 0.1,0.5,1.5,10,50ppbに調整し、6 点で検量線の作成を行った。検量線はウインド幅±0.01uの高分解能マスキロマトグラムを用い、そのピーク面積値から作成した。Fig.2 はそれぞれの検量線である。どちらも相関係数は 0.999 以上の良好な直線性が得られた。

また、0.1ppb と 0.5ppb の試料を 5 回連続測定し、ピーク面積値から得られる定量値の再現性から定量下限値、検出下限値を求めた。その結果を Table1 に示す。定量下限値はどちらも 0.07ppb 以下、検出下限値は 0.03ppb 以下、CV 値(%)は 0.1ppb で 6%程度となり、高感度で再現性の高い分析が可能であることが確認された。

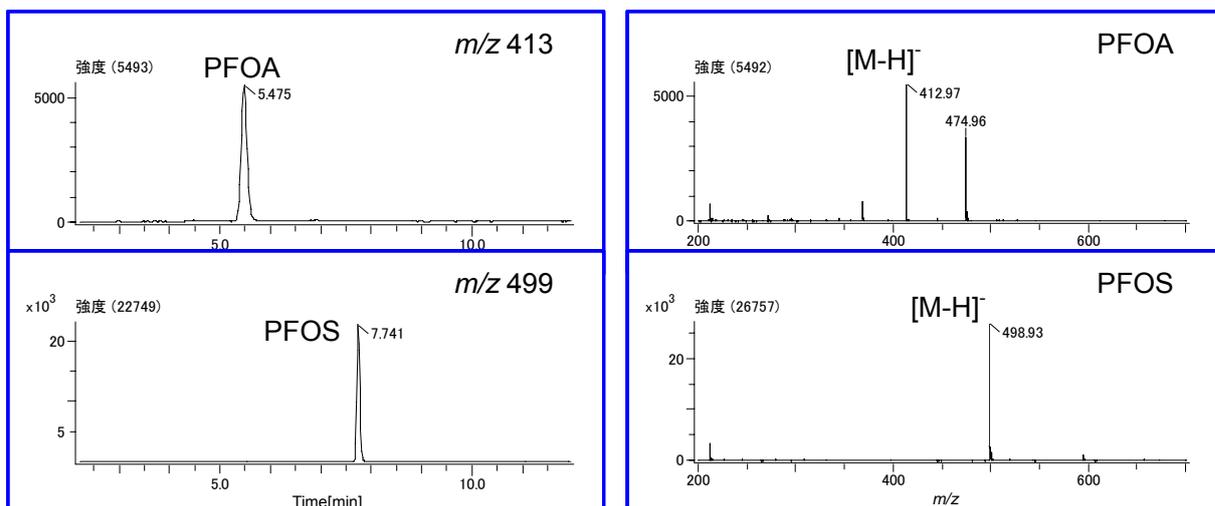


Fig.1 Mass chromatograms(Left) and Mass spectra(Right) of PFOA,PFOS.

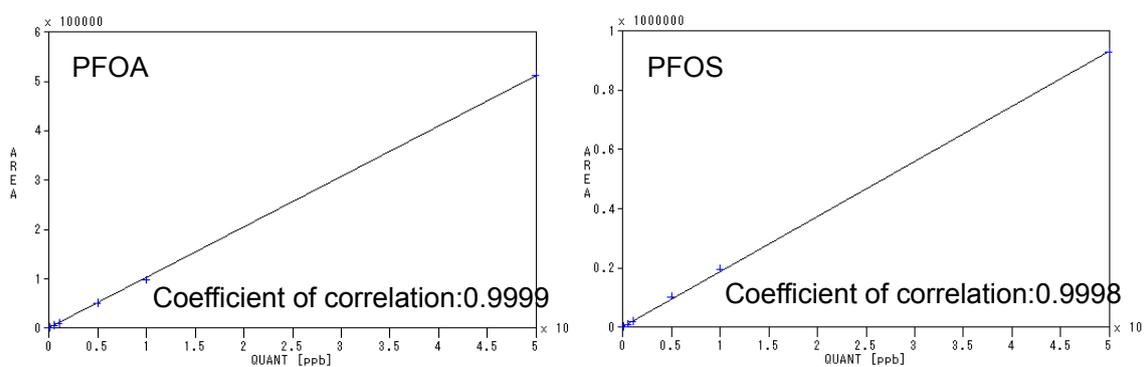


Fig.2 Calibration curves of PFOA,PFOS.

Table1. Results of reproducibility test(n=5).

| | PFOA | | PFOS | |
|----------------------------------|--------|--------|--------|--------|
| | 0.1ppb | 0.5ppb | 0.1ppb | 0.5ppb |
| 1 | 0.106 | 0.480 | 0.100 | 0.512 |
| 2 | 0.111 | 0.468 | 0.109 | 0.519 |
| 3 | 0.100 | 0.471 | 0.118 | 0.507 |
| 4 | 0.102 | 0.467 | 0.105 | 0.510 |
| 5 | 0.117 | 0.465 | 0.110 | 0.504 |
| Average | 0.107 | 0.470 | 0.108 | 0.510 |
| σ | 0.007 | 0.006 | 0.007 | 0.006 |
| CV(%) | 6.443 | 1.253 | 6.140 | 1.114 |
| Detection limit(3σ) | 0.021 | 0.018 | 0.020 | 0.017 |
| Quantitation limit(10σ) | 0.069 | 0.059 | 0.067 | 0.057 |