

令和2年2月13日(木)
令和元年度 建築物飲料水水質検査業精度管理講評会

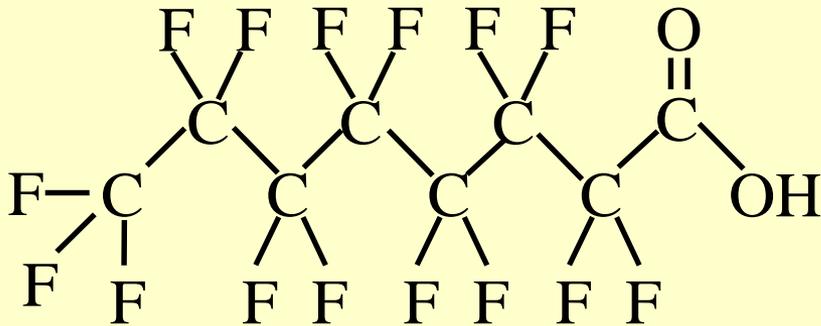
東京都における有機フッ素化合物 (PFCs)の一斉分析法

東京都健康安全研究センター
山崎 貴子

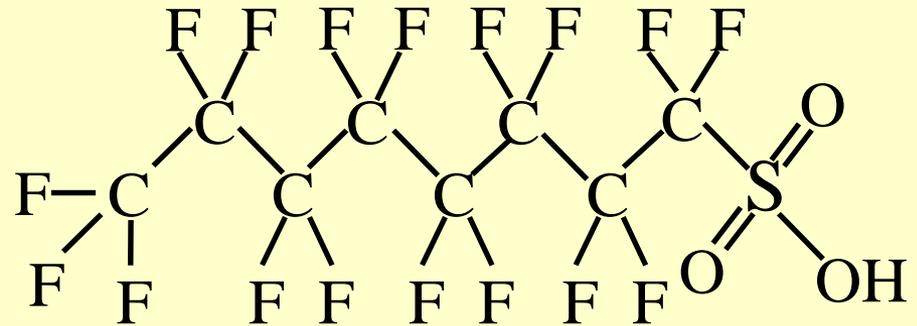
有機フッ素化合物(PFCs)

水や油をはじく、熱に強い、薬品に強い、光を吸収しない等の性質を持つため、撥水剤、表面処理剤、乳化剤、消火剤及びコーティング剤等に用いられている。

PFOA及びPFOSの構造式



パーフルオロオクタン酸(PFOA)



パーフルオロオクタンスルホン酸(PFOS)

当センターにおけるPFCsの測定対象物質

成分名	C数	製品情報
PFBA	4	
PFPeA	5	
PFHxA	6	
PFHpA	7	PFC-MXA in MeOH
PFOA	8	
PFNA	9	
PFDA	10	1.2 mL 各2 µg/mL
PFUdA	11	
PFDoA	12	
PFTTrDA	13	
PFTeDA	14	

成分名	C数	製品情報
PFBS	4	
PFHxS	6	PFS-MXA in MeOH
PFHpS	7	
PFOS	8	1.2 mL
PFDS	10	各2 µg/mL

内部標準物質	製品情報
PFOA- ¹³ C ₂	M2PFOA in MeOH 1.2 mL 50 µg/mL
PFOS- ¹³ C ₄	MPFOS in MeOH 1.2 mL 50 µg/mL

取り消し線: 非対象物質

メーカー: Wellington Laboratories

当センターにおけるPFCsの操作フロー

検水 500 mL

サロゲート添加 内部標準物質(100 μ g/L) 100 μ L添加

固相抽出 $\left[\begin{array}{l} \text{Oasis HLB short Cartridge} \\ 225 \text{ mg } 60 \mu\text{m (waters社製)} \end{array} \right]$

<Conditioning>
メタノール 5 mL
精製水 5 mL

通水 約 10 mL / min(吸引方式)

脱水 10 min通気

溶出 メタノール5 mL(バックフラッシュ)

抽出液 5 mL

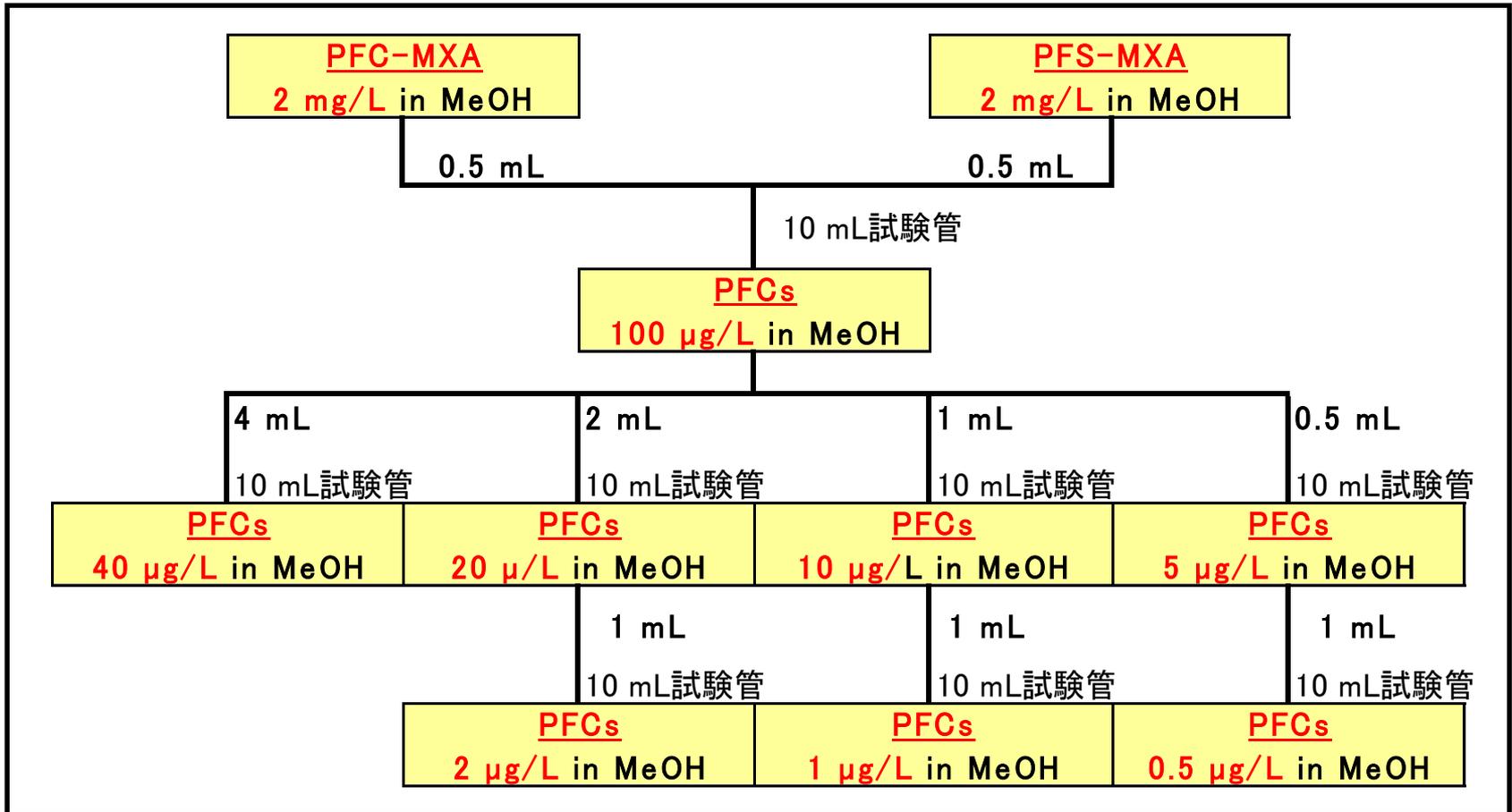
濃縮 窒素ガス気流下

出来る限りテフロン製品の
使用を避けること

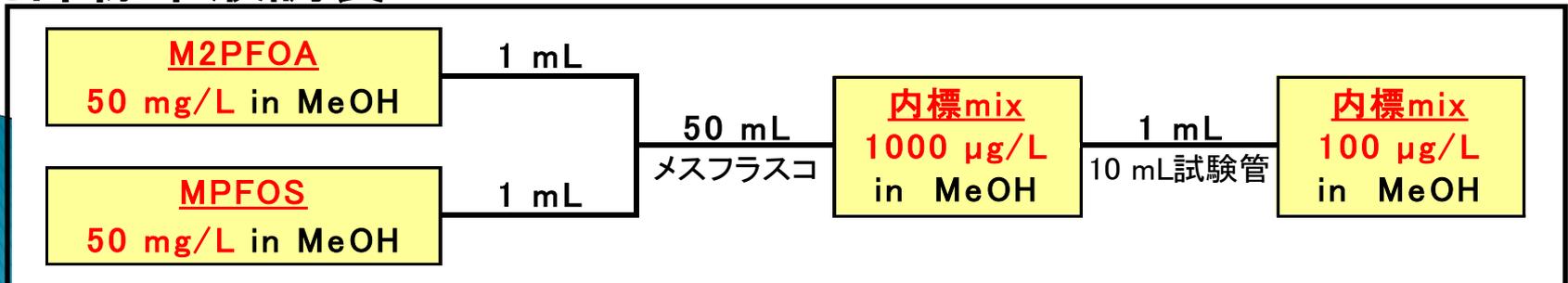
試験液 0.5 mL

乾固は避ける

当センターにおけるPFCsの標準液調製



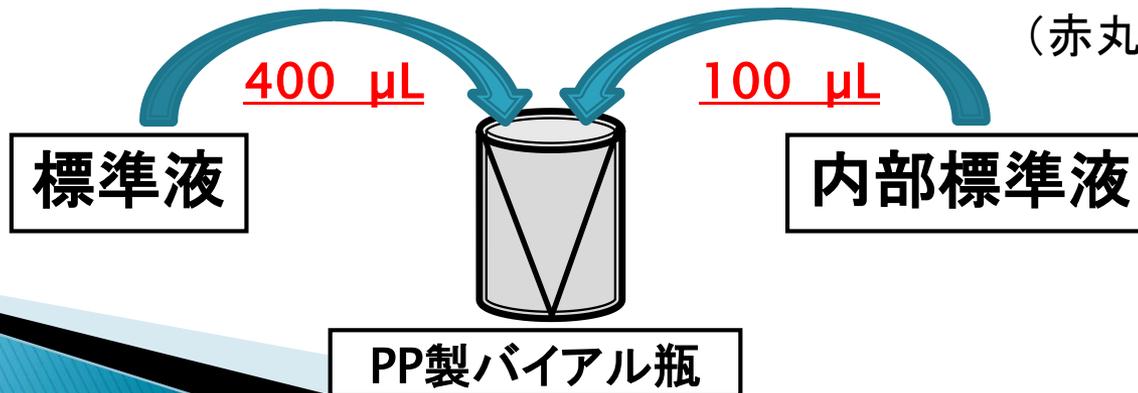
<内部標準液調製>



当センターにおける検量線用標準液調製

標準液		内部標準液		検量線用標準液
濃度 ($\mu\text{g/L}$)	採取量 μL	濃度 ($\mu\text{g/L}$)	採取量 μL	
0.5	400	100	100	0.4
1	400		100	0.8
2	400		100	1.6
5	400		100	4
10	400		100	8
20	400		100	16
40	400		100	32
100	400		100	80

(赤丸: 定量下限値)



当センターにおけるPFCsの分析条件

LC部 (Acquity Iclass Waters社製)	
カラム	ACQUITY BEH C18 (2.1 mm × 50 mm, 1.7 μm)
カラム温度	40°C
移動相	A: 10 mM CH ₃ COONH ₄ -CH ₃ CN(10:90) B: 10 mM CH ₃ COONH ₄
グラジエント	B: 60% (1 min) → 10 min → 0% (5 min) → 60%
流量	0.2 mL/min
注入量	5 μL

MS部 (Xevo-TQ Waters社製)		
キャピラリー電圧	0.15 kV	コーンガス 50 L/hr
イオン源温度	150°C	脱溶媒ガス 1000 L/hr
脱溶媒温度	600°C	

当センターにおけるPFCsのSRM条件

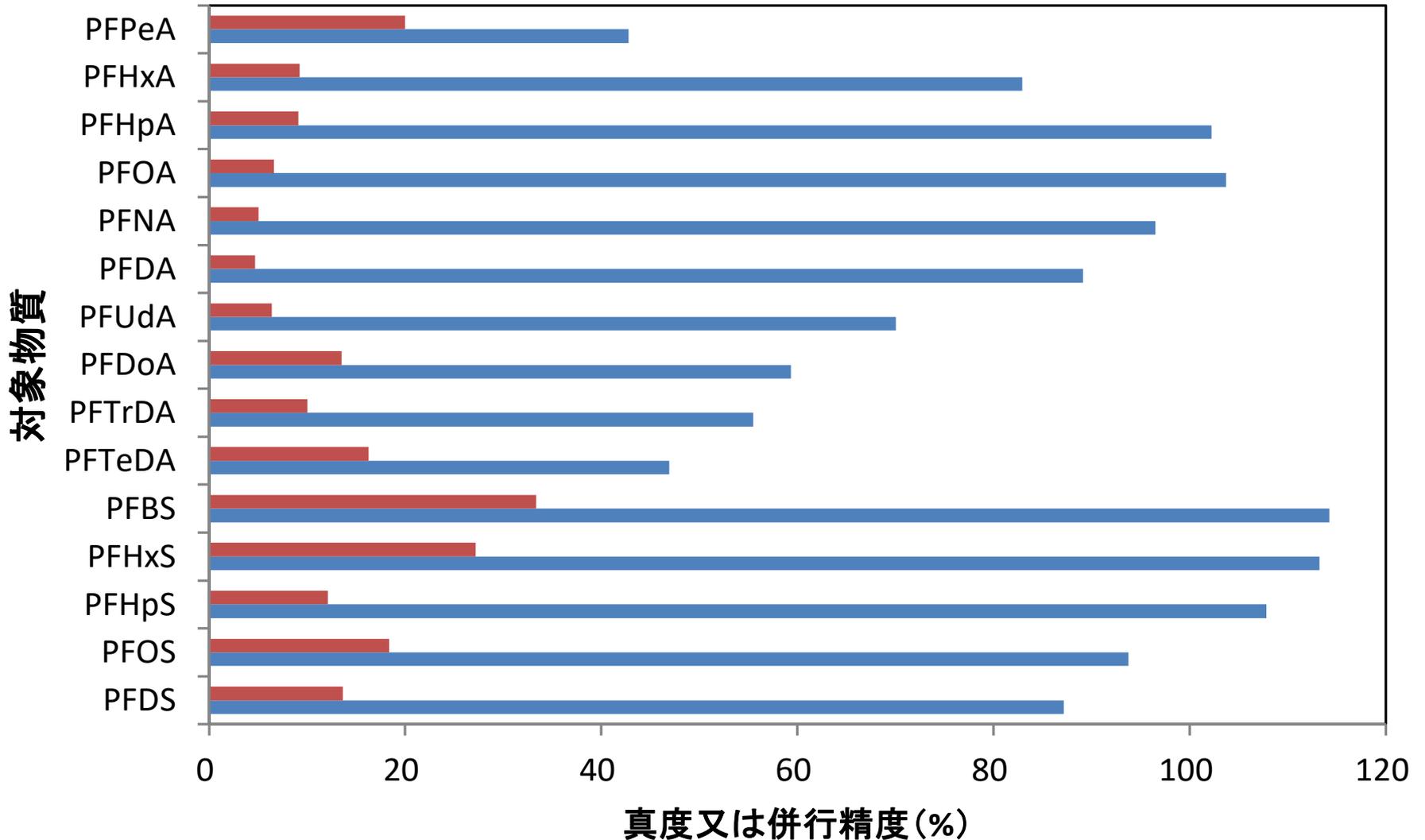
成分	炭素数	MRM		保持時間 (min)
		プリカーサーイオン (m/z)	プロダクトイオン (m/z)	
PFPeA	5	263	219	2.7
PFHxA	6	313	269	3.9
PFHpA	7	363	319	6.1
PFOA	8	413	369	8.1
PFOA- ¹³ C ₂	8	415	370	8.1
PFNA	9	463	419	9.9
PFDA	10	513	469	11.6
PFUdA	11	563	519	13.2
PFDoA	12	613	569	14.7
PFTTrDA	13	663	619	16.2
PFTeDA	14	713	669	17.7
PFBS	4	299	99	4.4
PFHxS	6	399	99	8.8
PFHpS	7	449	99	10.6
PFOS	8	499	99	12.4
PFOS- ¹³ C ₄	8	503	99	12.3
PFDS	10	599	99	15.5

: サロゲート

当センターにおけるPFCsの妥当性評価

添加濃度：各成分10 ng/L

上段(赤色)：併行精度
下段(青色)：真度



【操作上の注意点】

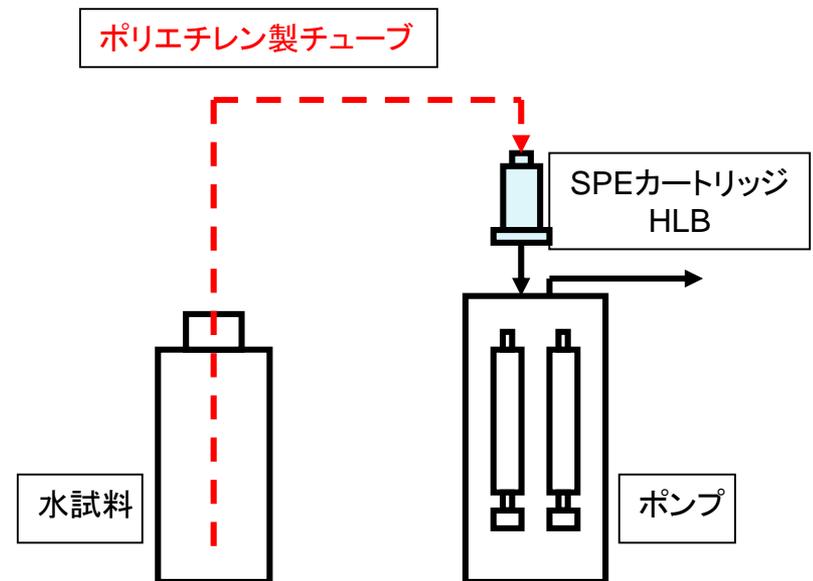
ブランク値 (PFOA, PFOS) の低減化

▶ テフロン製品を使用しない

固相抽出装置のライン等 → ポリエチレン製に交換
コンセントレータ加圧式 → 吸引式
サンプルキャップ → ポリエチレン製

▶ 固相はメタノールで洗浄する

▶ ブランク水は純水製造装置で調製する



固相カラムの種類と比較

- Oasis HLB（逆相カラム）

- <長所>

- 操作が容易

- <短所>

- 炭素鎖の短い有機フッ素化合物が保持されにくい

- Oasis WAX（陰イオン交換カラム）

- <長所>

- 炭素鎖の短い有機フッ素化合物を保持できる

- <短所>

- 操作がHLBに比べると煩雑

- （通水速度が遅い、アンモニア水の取り扱い）