

中間報告_20250512

共同研究：埼玉県環境科学国際センター

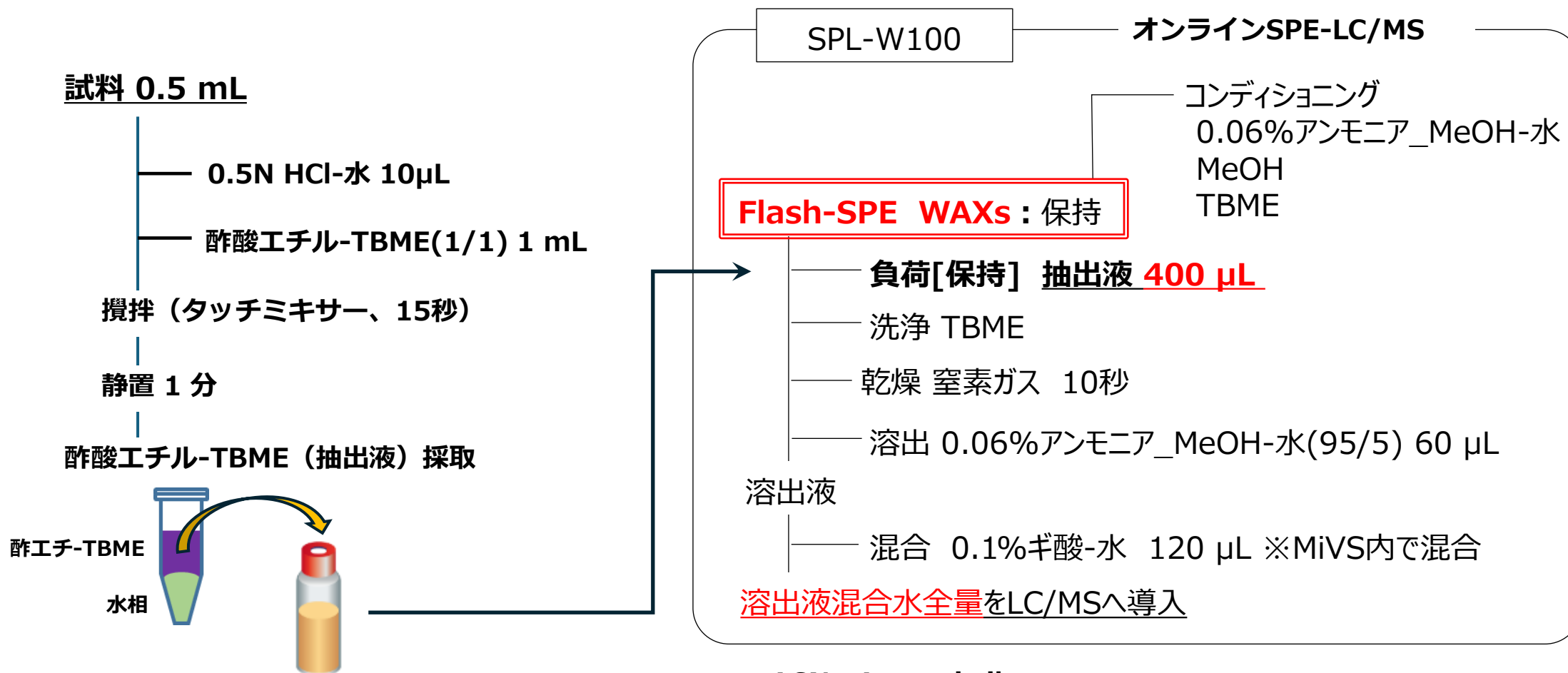
環境水中のPFAS分析

2025年5月12日

株式会社アイスティサイエンス

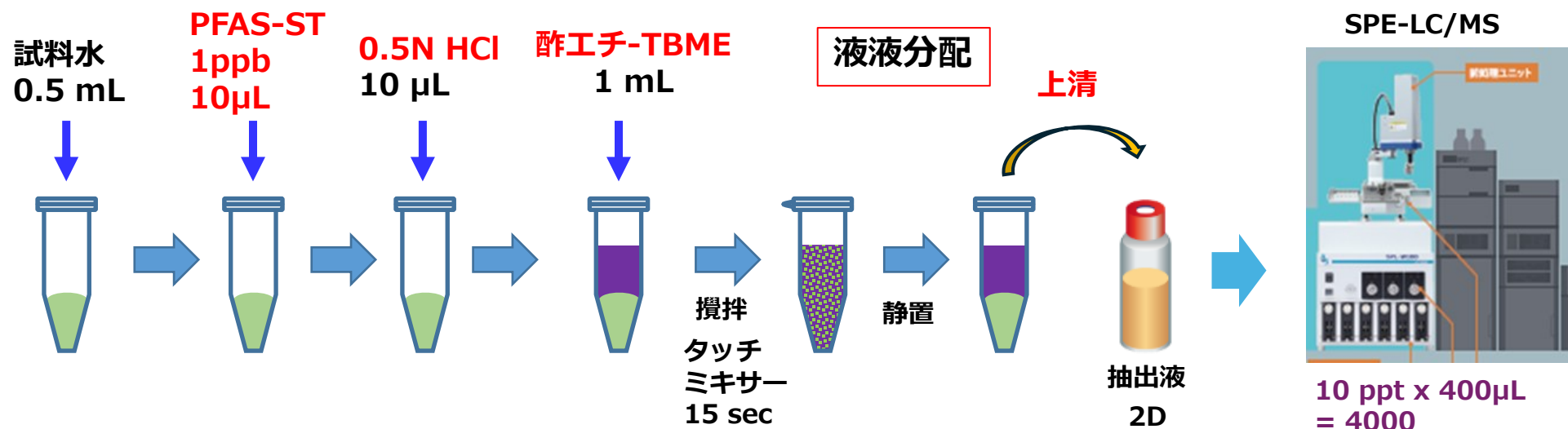
佐々野僚一

オンラインSPE-LC/MSによる測定条件



ACN : Acetonitrile

TBME : tert-Butyl Methyl Ether

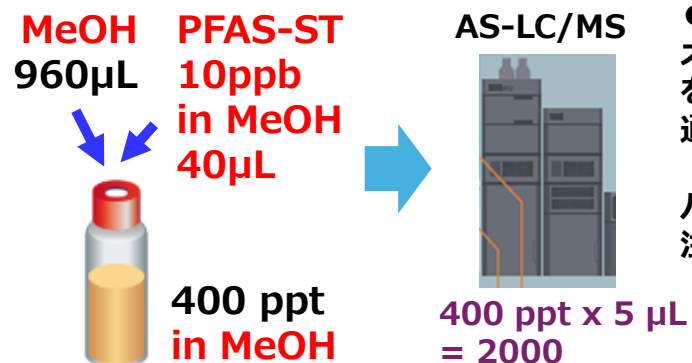
抽出操作の流れ図 酢エチ-TBME分配抽出法

●SPLC
オンラインSPE-LC/MSによる測定

Mメソッド : M507-400 µL

バイアル中濃度 : 10 ppt
負荷量 : 400 µL

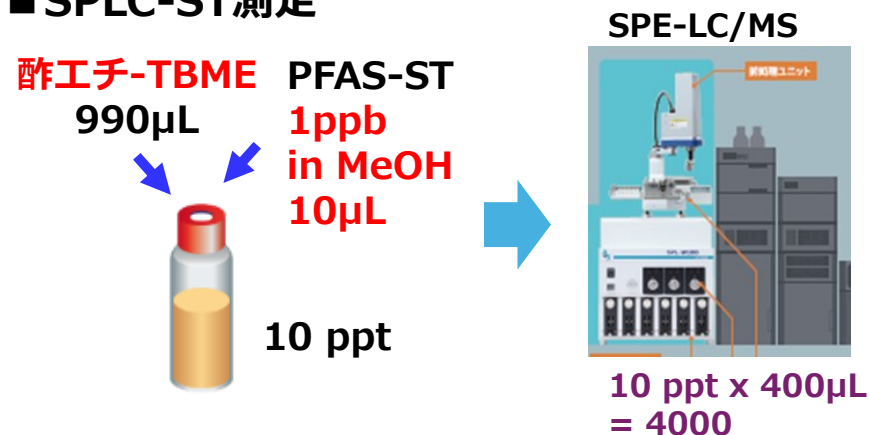
■ASLC-ST測定



●ASLC
オートサンプラー (AS)
を用いて
通常のLC/MSによる測定

バイアル中濃度 : 400 ppt
注入量 : 5 µL

■SPLC-ST測定



●SPLC
オンラインSPE-LC/MSによる測定

Mメソッド : M507-400 µL

バイアル中濃度 : 10 ppt
負荷量 : 400 µL

オンラインSPE-LC/MSによる検量線

■ オンラインSPE-LC/MS
M100メソッド：M507-400μL
固相負荷量：400 μL

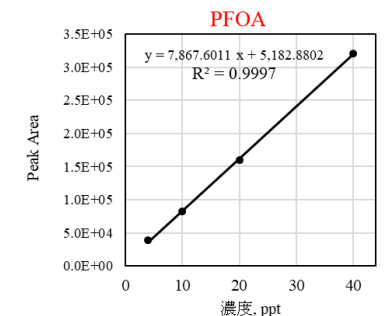
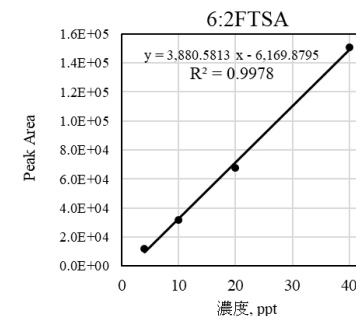
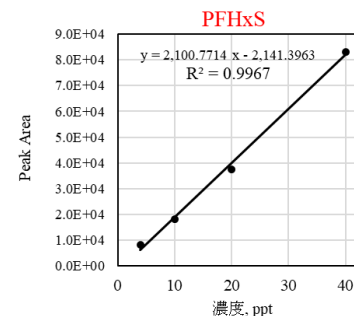
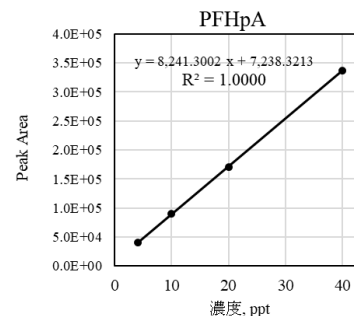
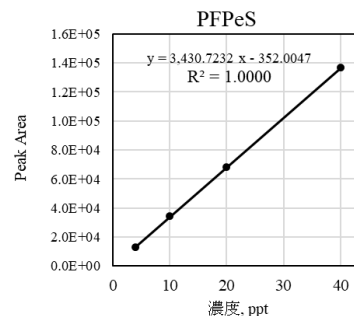
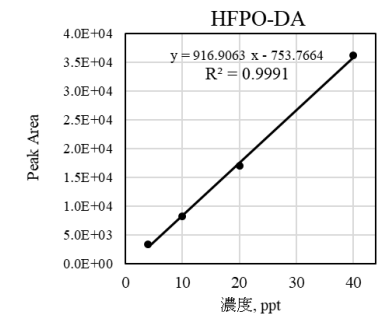
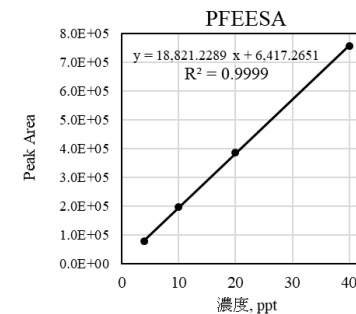
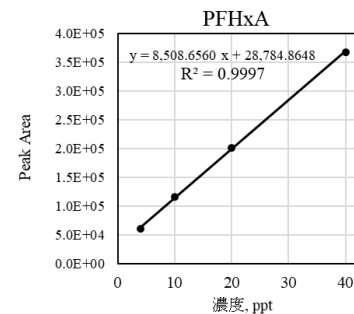
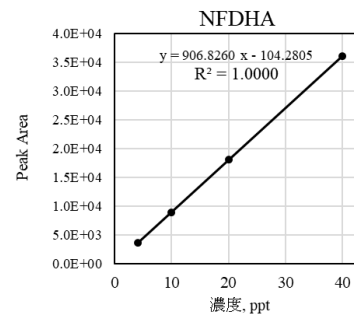
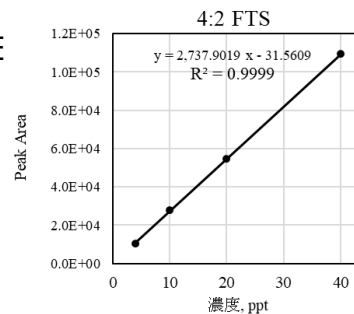
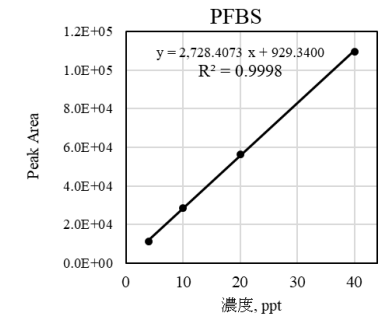
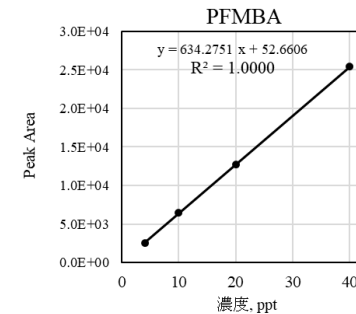
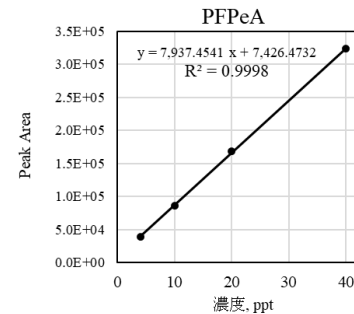
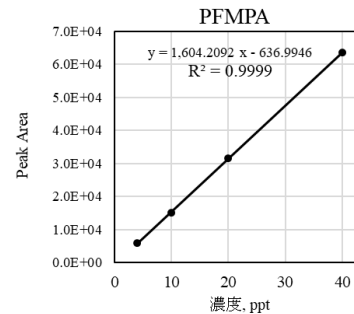
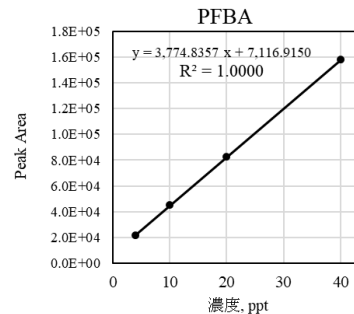
● SPLC-STD
PFAS-ST 混合標準溶液
100 ppt in 酢エチ-TBME
を希釈して、
2, 5, 10, 20ppt in 酢エチ-TBME
を調製し、測定した。

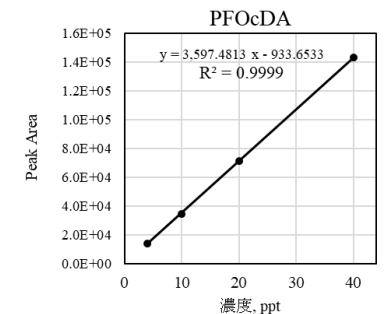
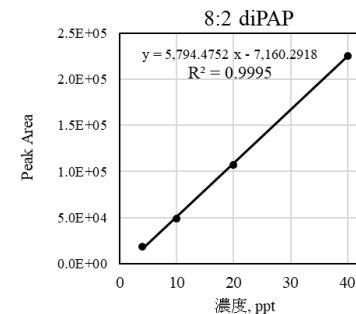
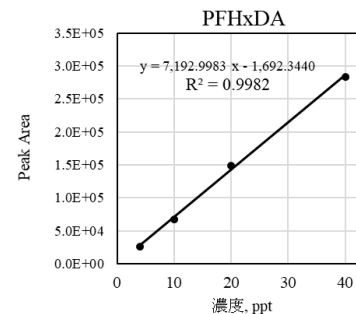
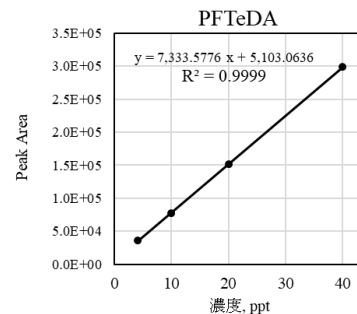
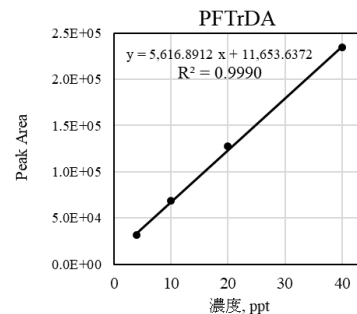
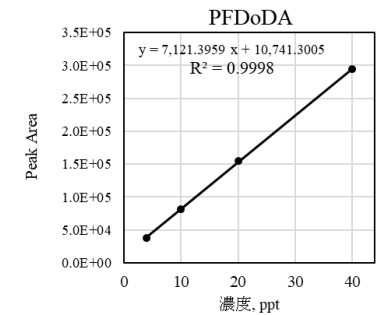
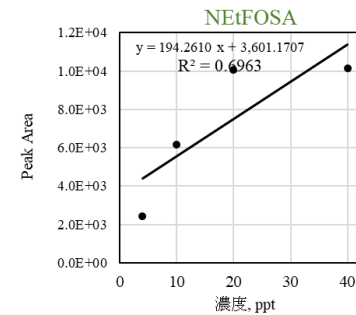
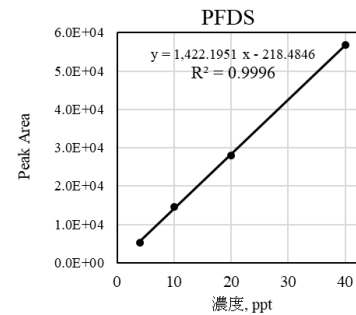
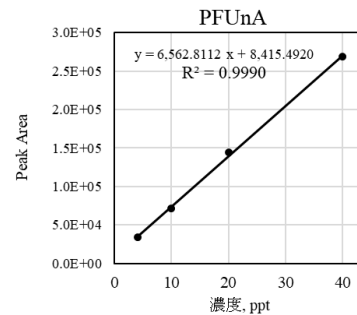
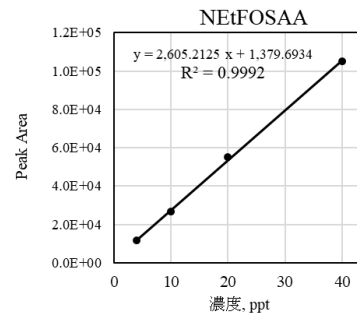
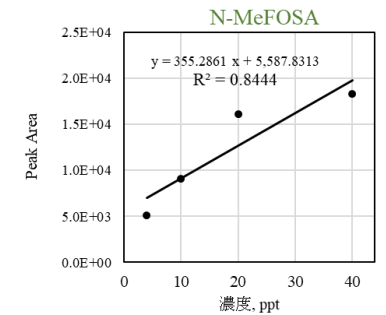
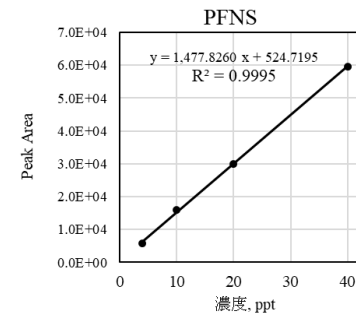
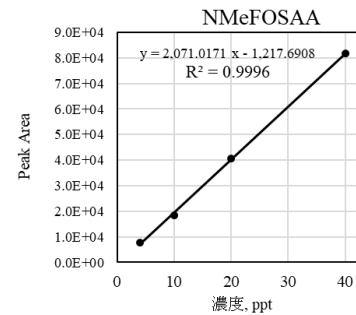
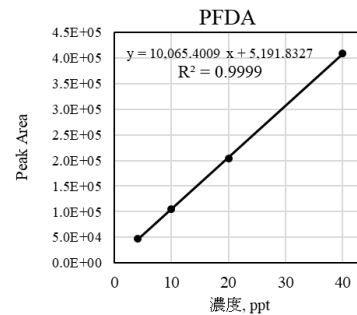
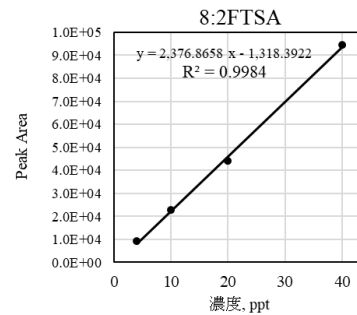
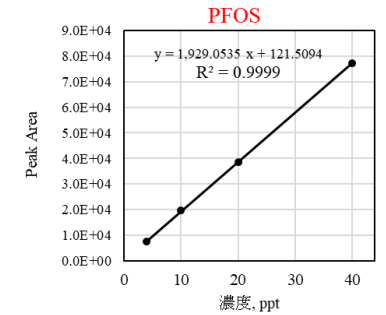
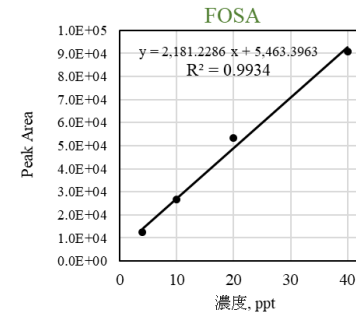
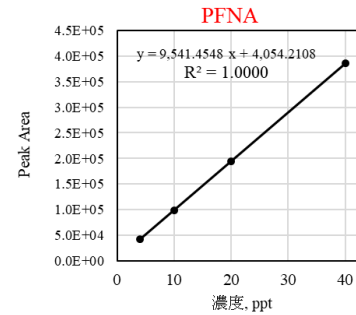
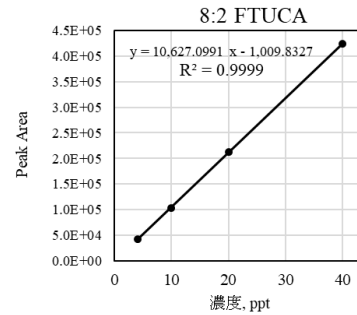
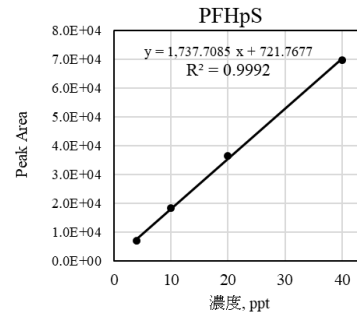
絶対検量線

x軸は試料中換算濃度で
4, 10, 20, 40 pptとなる。

赤字：主要PFAS 4成分

緑字：非イオン性PFAS 3成分





添加回収試験

■ オンラインSPE-LC/MS
M100メソッド：M507-400μL
固相負荷量：400 μL

● SPLC-STD
サンプル：標準溶液
バイアル中濃度：10 ppt

● 超純水
サンプル：超純水
添加濃度
試料中濃度：20 ppt
バイアル中濃度換算：10 ppt

● 河川水
サンプル：紀ノ川（和歌山市）
添加濃度
試料中濃度：20 ppt
バイアル中濃度換算：10 ppt

内標による補正は行っておりません。

回収率はSPLC-STDのピーク面積
値を基準として算出。

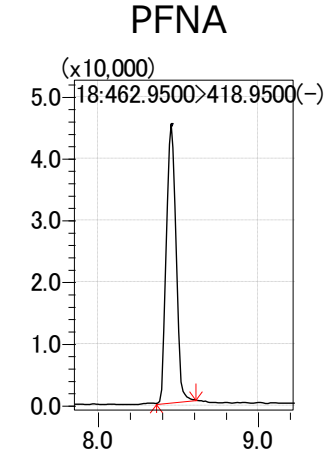
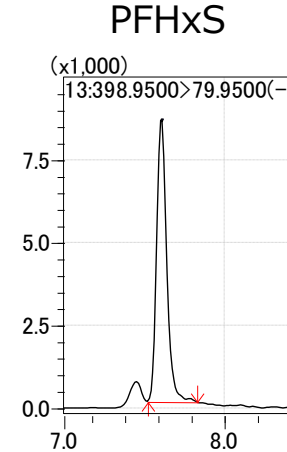
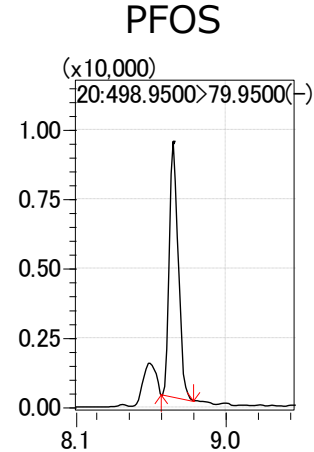
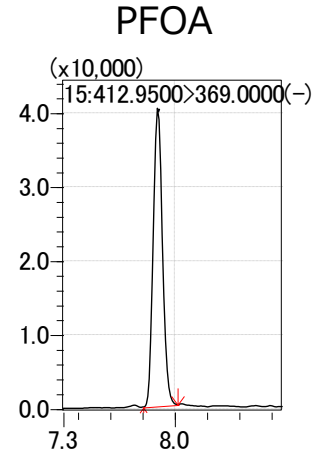
											(Peak Aea)			
No.	Compound	SPLC-STD			超純水					河川水; 紀ノ川 (和歌山市)				
		Blank			未添加		添加試料中 20ppt		回収率	未添加		添加試料中 20ppt		回収率
				10ppt			バイアル換算10 ppt		%			バイアル換算10 ppt		%
		Ave.,n=2	ppt	Ave., n=2	Ave..n=2	ppt	Ave.,n=6	RSD,%	(A-U)/S	Ave. n=2	ppt	Ave., n=6	RSD,%	(A-U)/S
1	PFBA	6,590	0.8	82,889	11,832	1.2	80,128	2.6	90	30,132	6.1	107,961	7.1	102
2	PFMPA			31,647			29,127	5.3	92			34,198	10.7	108
3	PFPeA	5,073	0.3	168,870	9,207	0.2	157,719	4.2	91	38,091	3.9	206,779	7.0	103
4	PFMBA			12,745			11,184	3.0	88			11,931	10.2	94
5	PFBS			56,355			47,932	4.7	85	2,978	0.8	47,311	5.5	79
6	4:2 FTS			54,625			20,794	4.8	38			11,729	9.0	21
7	NFDHA			18,086			21,163	11.7	117			22,844	6.3	126
8	PFHxA	23,670	1.2	201,138	46,634	2.1	213,294	9.3	94	190,601	19.0	308,369	7.7	66
9	PFEESA			385,363			346,913	5.1	90			327,069	4.7	85
10	HFPO-DA			17,024			18,186	5.6	107			21,033	5.0	124
11	PFPeS			68,153			62,543	4.2	92			66,989	2.4	98
12	PFHpA	5,773	0.3	171,227	9,101	0.2	165,290	6.0	94	35,642	3.4	211,366	5.7	106
13	PFHxS			37,501			35,815	5.9	96			39,027	3.3	104
14	6:2FTSA			67,746			62,622	7.0	92			68,234	7.0	101
15	PFOA	6,860	0.4	160,387	11,665	0.8	158,025	5.8	95	53,892	6.2	232,339	5.6	116
16	PFHpS			36,446			32,714	8.2	90			36,905	3.2	101
17	8:2 FTUCA			213,201			192,638	3.9	90			208,091	4.9	98
18	PFNA	6,510	0.3	195,159	9,535	0.6	184,008	6.0	92	38,707	3.6	257,208	6.0	116
19	FOSA			53,236			9,323	33.5	18			7,788	16.0	15
20	PFOS			38,545			36,434	4.2	95	4,678	2.4	42,994	5.6	99
21	8:2FTSA			44,005			46,589	6.0	106			53,113	3.4	121
22	PFDA	9,700	0.5	204,269	11,121	0.6	204,577	6.7	99	25,047	2.0	257,874	5.7	120
23	NMeFOSAA			40,599			38,848	9.3	96			45,021	4.1	111
24	PFNS			29,926			28,331	3.9	95			28,954	6.5	97
25	N-MeFOSA			16,096										
26	NEtFOSAA			55,129			45,871	11.1	83			48,421	8.4	88
27	PFUnA	6,977	0.5	144,240	7,845	-0.1	129,107	5.3	88	11,238	0.4	153,801	5.6	104
28	PFDS			27,880			27,299	6.1	98			29,561	5.5	106
29	NEtFOSA			10,044										
30	PFDODA	8,177	0.5	155,284	6,647	-0.6	136,962	4.4	89	7,483	-0.5	158,463	7.1	103
31	PFTTrDA	9,312	0.7	127,344	7,594	-0.7	108,872	3.3	86	7,173	-0.8	120,161	5.9	96
32	PFTeDA			151,572			140,612	4.0	93			147,195	5.0	97
33	PFHxDA			149,129			127,375	6.4	85			123,137	4.1	83
34	8:2 diPAP			107,134			115,578	5.4	108			115,881	3.8	108
35	PFOcDA			71,203			69,713	4.4	98			76,533	3.6	107

定量MRMイオン クロマトグラム比較

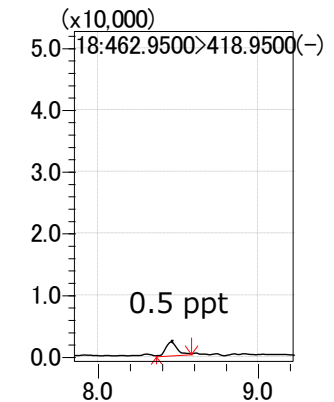
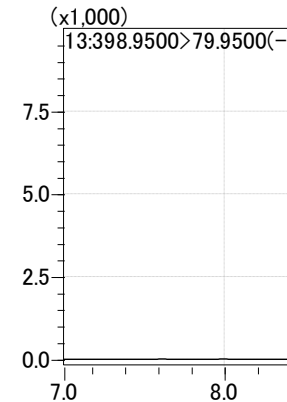
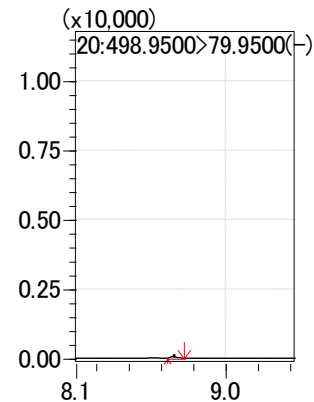
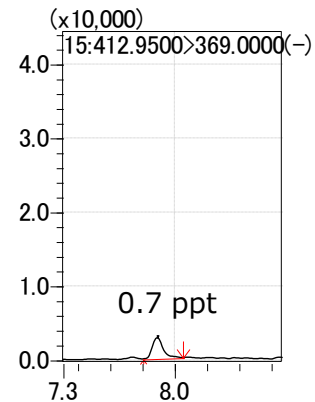
■ オンラインSPE-LC/MS
M100メソッド：M507-400 μ L
固相負荷量：400 μ L

※Y軸は同一スケール

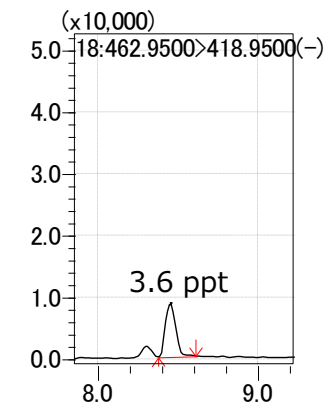
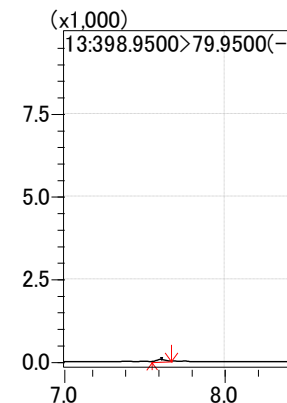
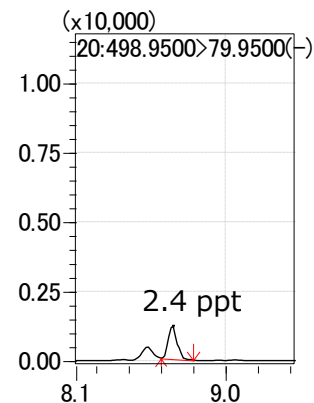
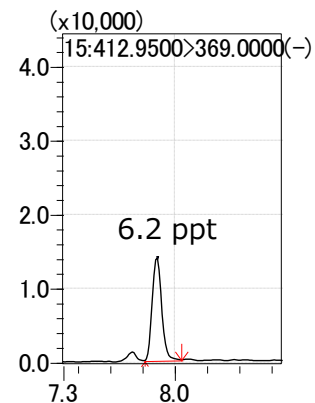
精製水
添加濃度
20 ppt

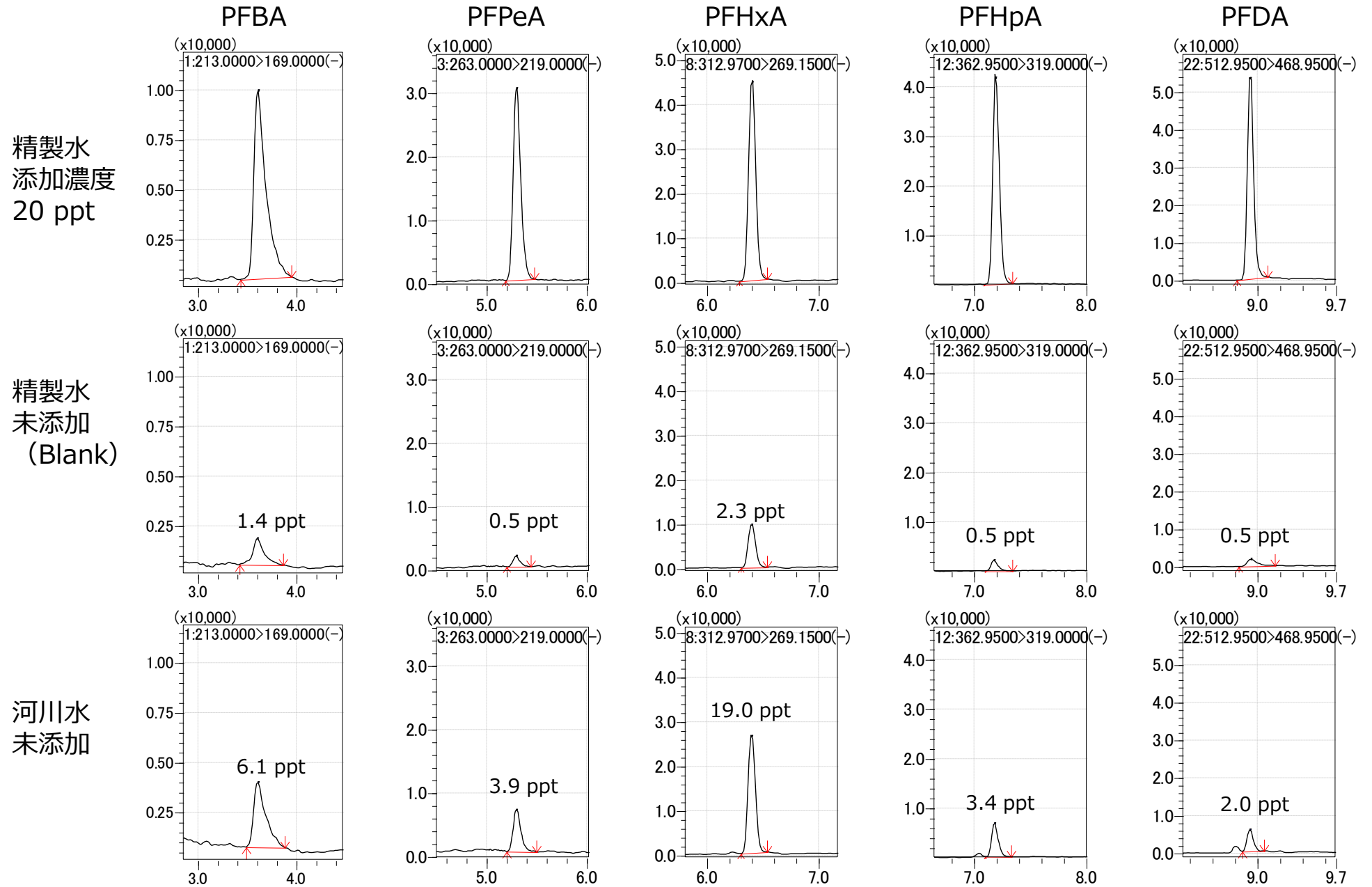


精製水
未添加
(Blank)

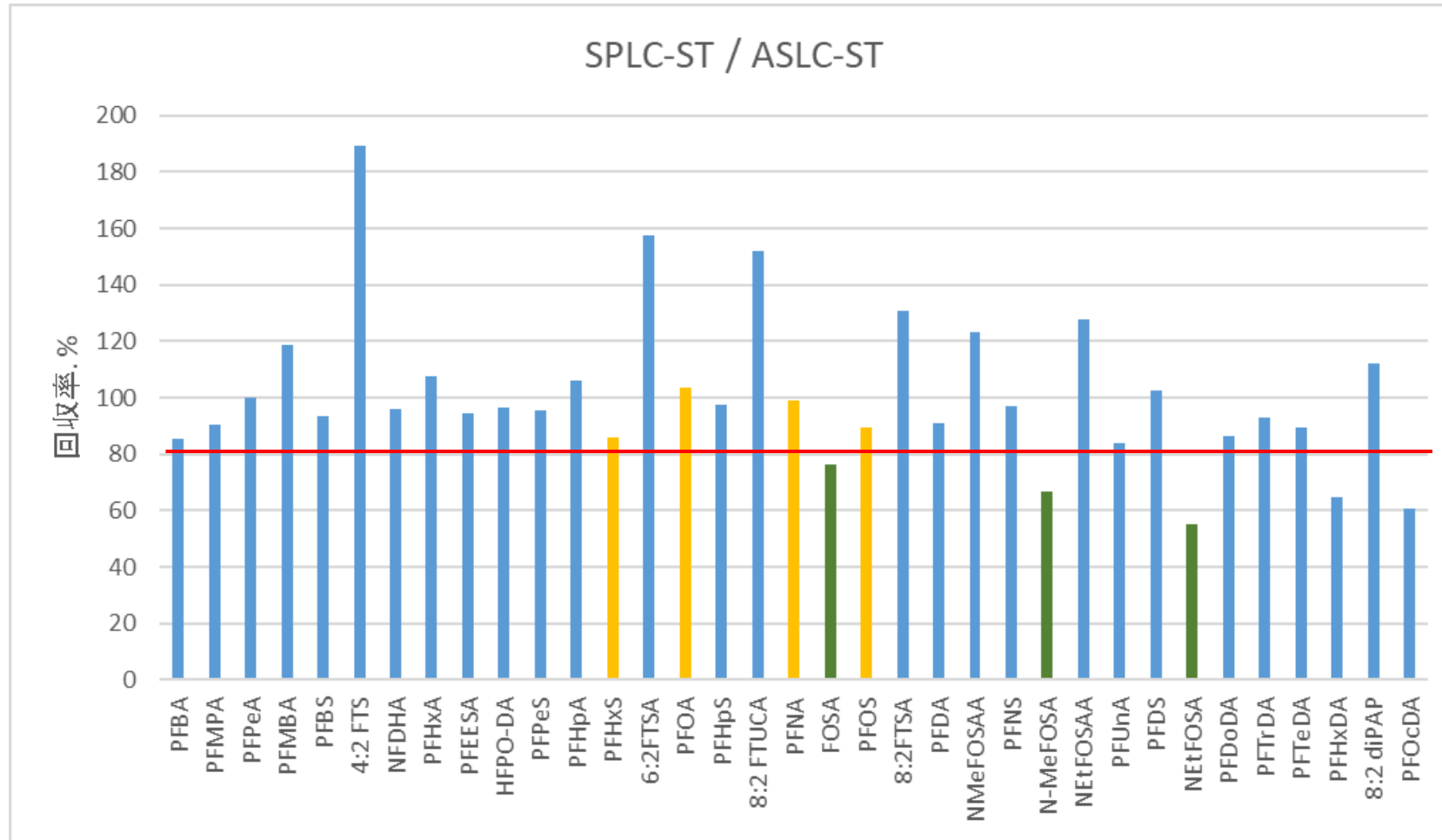


河川水
未添加





直接LCMS注入に対する本システムの回収率



■ SPLC-ST

オンラインSPE-LC/MSによる測定

バイアル中濃度: 5 ppt in 酢エチ-TBME

固相負荷量: 400 μ L

■ ASLC-ST

既存のオートサンプラー (AS) を用いた

通常のLC/MSによる測定

バイアル中濃度: 400 ppt in MeOH

注入量: 5 μ L

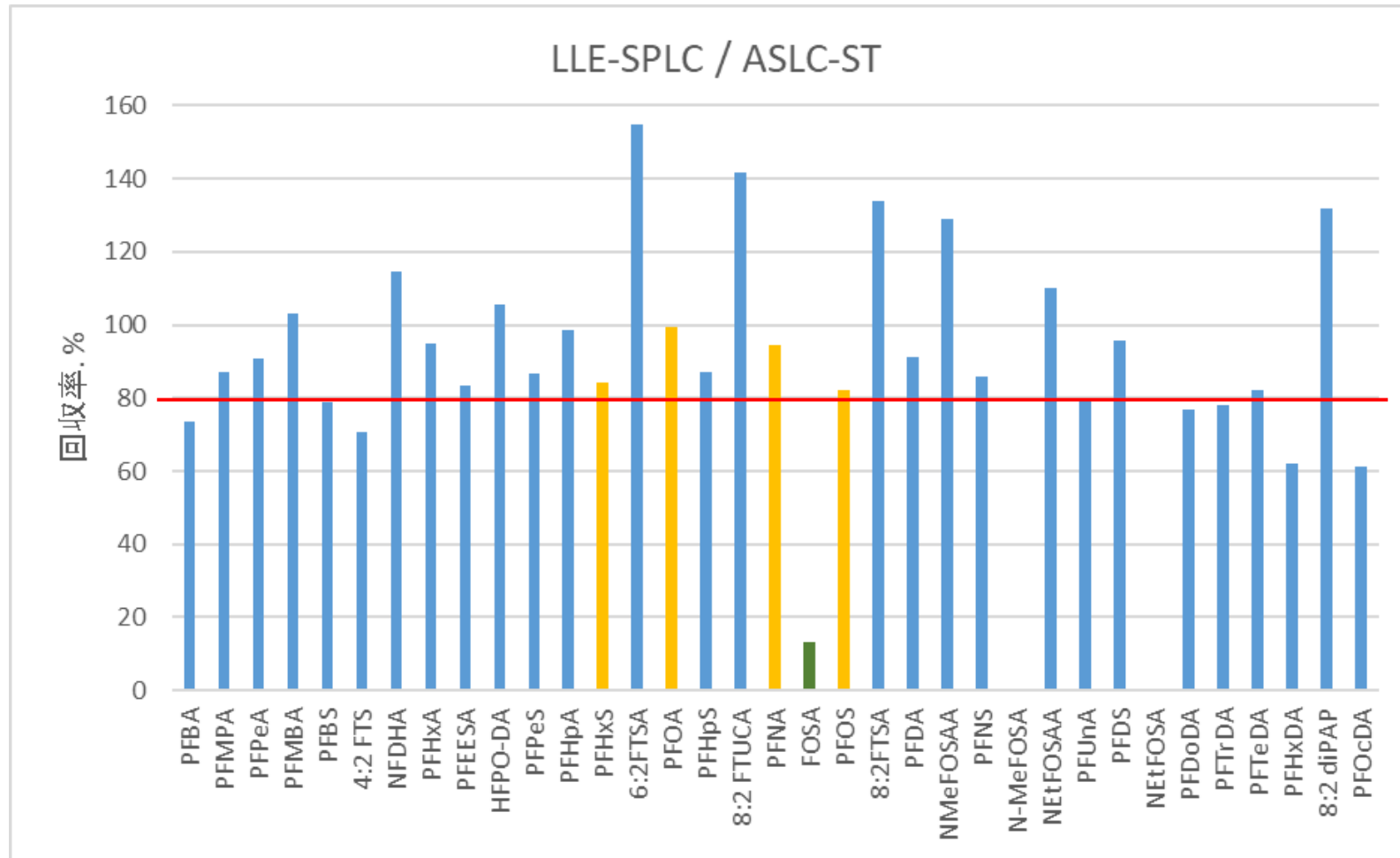
$$\text{回収率, \%} = \text{SPLC-ST} \div \text{ASLC-ST} \times 100$$

黄色棒: 主要PFAS 4成分

緑色棒: 非イオン性PFAS 3成分

内標による補正は行っておりません。

直接LCMS注入に対する本分析法の回収率



■ LLE-SPLC

液液分配抽出後

オンラインSPE-LC/MSによる測定

試料: 超純水

試料添加濃度: 20 ppt

バイアル中換算濃度: 10 ppt in 酢エチ-TBME

固相負荷量: 400 μ L

■ ASLC-ST

既存のオートサンプラー (AS) を用いた

通常のLC/MSによる測定

バイアル中濃度: 400 ppt in MeOH

注入量: 5 μ L

回収率, %

 $= \text{LLE-SPLC} \div \text{ASLC-ST}$

黄色棒: 主要PFAS 4成分

緑色棒: 非イオン性PFAS 3成分

内標による補正は行っておりません。