

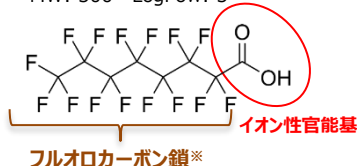
全自動固相抽出装置(ST-L400)を用いた PFAS分析(ほうれん草、アジ)

はじめに

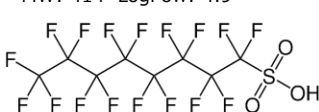
PFOAやPFOSに代表される有機フッ素化合物(PFAS)は、非常に分解されにくく、環境中に長期間残留します。人体への発がん性などの影響も懸念されており、世界的に規制が進んでいます。食品分野においてもPFAS分析の需要が高まっています。このような中、前処理を手動で行う場合、分析操作に時間や労力がかかる、操作ミスや試薬の取り違い等によるヒューマンエラーのリスク、分析者個人の習熟度や器具の操作方法によるデータのばらつきといった課題があります。これらの課題を解決するために、本アプリケーションでは分析者の習熟度に関係なく、迅速かつ簡便に分析できる全自動固相抽出装置(ST-L400)を用いたほうれん草とアジの分析例を紹介します。

対象化合物 (PFAS 4種類)

PFOA
PerFluoroOctanoic Acid
MW: 500 LogPow: 5



PFOS
PerFluoroOctaneSulfonic acid
MW: 414 LogPow: 4.9



※ フルオロカーボン鎖の疎水性相互作用

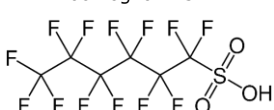
(1) 疎水性相互作用の要因
フルオロカーボン鎖の低極性
PFASのフルオロカーボン鎖は、炭化水素鎖に比べてさらに極性が低く、水との相互作用が非常に弱い。そのため、強い疎水性を示す。

ロンドン分散力 (ファンデルワールス力)
PFASのフルオロカーボン鎖は、一般的な炭化水素に比べて相互作用が弱く、同じ鎖長の炭化水素と比べて水との混合が起こりにくい。

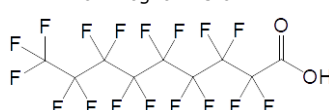
自己集合と凝集
疎水性のフルオロカーボン部分が水中で会合し、ミセルのような構造を形成することがある。

(2) 疎水性相互作用の具体例
水中での振る舞い
フルオロカーボン鎖同士が相互作用し、クラスターを形成。界面に集まり、水と接触する部分を最小化しようとする。

PFHxS
PerFluoroHexaneSulfonic acid
MW: 400 LogPow: 3.7



PFNA
PerFluoroNonanoic Acid
MW: 464 LogPow: 5.6



ST-L400のシステム概要

全自動固相抽出装置ST-L400
(アイスティサイエンス)



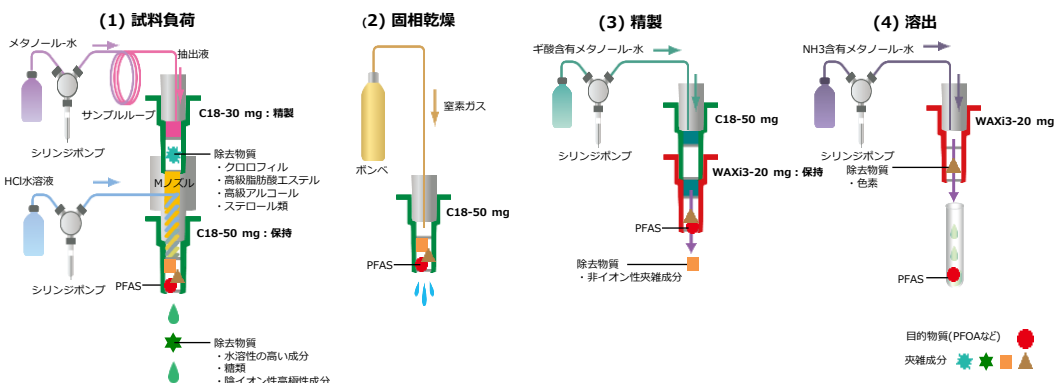
固相カートリッジSmart-SPE
(アイスティサイエンス)



特徴

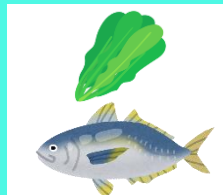
- ① 固相のコンディショニング～試料負荷～固相乾燥～溶出まで自動分析
- ② 固相の連結、分離による複雑な精製が可能

自動前処理装置におけるPFAS分析イメージ



全自動固相抽出装置
ST-L400
for STQ-Method

Sample



Information

【参考文献】
日本食品化学学会
第31回総会・学術大会
講演要旨集 p.39
「食品中PFASの自動分析法の開発」

小西賢治¹, 佐々野徹一^{1,2}, 岩崎雄介², 伊藤里恵², 穂山浩²
¹株式会社アイスティサイエンス, ²星薬科大学薬学部

Key Word

固相抽出
全自動前処理装置

AiSTI SCIENCE

Product

ST-L400
Smart-SPE C18-30
Smart-SPE C18-50
Smart-SPE WAXs-25



株式会社アイスティサイエンス
www.aisti.co.jp
お問い合わせ先
TEL. 073-475-0033
E-Mail: as@aisti.co.jp

前処理フロー

【抽出】

試料 10 g

(アジ：添加 水 2 mL)

抽出溶媒 アセトニトリル 20 mL

振とう 10分（室温に戻す）

遠心分離 3,000 rpm 5分

抽出液（アセトニトリル-水層）



抽出液

※試料中水分(約10 mL)と合わせて30 mLとみなす
沈殿物層

【精製】

全自動固相抽出装置ST-L400

Smart-SPE C18-30mg：精製

負荷[通液] 抽出液 0.5 mL 分取

通液 メタノール-水(9/1) 0.5 mL

流出液

添加 2 mM HCl水溶液 4 mL

Smart-SPE C18-50mg：保持

洗浄 水

固相乾燥：窒素ガス

Smart-SPE C18-50mg

Smart-SPE WAXs-25mg：保持

洗浄 0.01%ギ酸含有メタノール-水(95/5) 1 mL

Smart-SPE WAXs-25mg

洗浄 水

溶出 0.05%NH3含有メタノール-水(95/5) 1 mL

定容：1 mL 水で調整

LC/MS/MS測定 (5μL)

実験方法

- 粉碎方法：予冷式ドライアイス凍結粉碎法
- 添加濃度（試料中）：ほうれん草 1 ppb、アジ 10 ppb
- 最終バイアル中濃度：ほうれん草 0.167 ppb、アジ 1.67 ppb
- 定量用検量線：1点：ほうれん草 0.167 ppb 絶対検量線
アジ 1.67ppb 絶対検量線

測定条件

【HPLC条件】

分離カラム：ODS-3 3 μm 2.1×75 mm

ディレイカラム：ODS-3 3 μm 3.0×33 mm

移動相

A：2 mM 酢酸アンモニウム水溶液

B：2 mM 酢酸アンモニウム含有アセトニトリル-メタノール（1/1）

グラジエント条件：B.Conc 30 % (0-0.25 min)→40 % (0.5-2.5 min)
→100%(9-12 min) →30 % (12.5-14 min)

【MS条件】

イオン化モード：ESI Negative

測定モード：MRM

結果

添加回収試験において良好な回収率と再現性が得られました(表1)。

アジからPFOS(1.4 μg/kg)、PFNA(0.36 μg/kg)が検出されました。

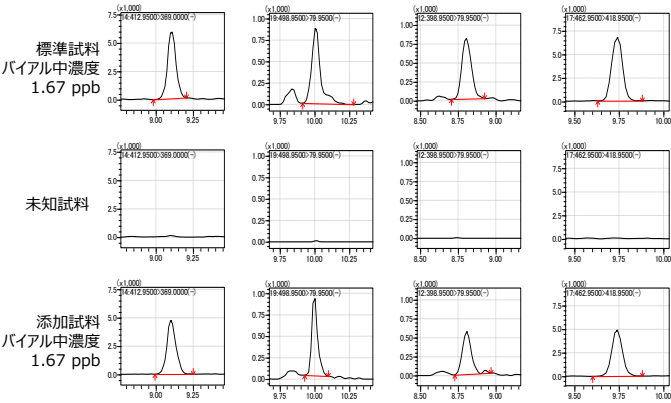
また、ほうれん草の未知試料から対象となる4成分が検出されなかったことから装置由来の対象化合物の影響は低いと推測されました(図1)。

表1 添加回収率と再現性

(n=5)

試料中添加濃度 最終バイアル中濃度	ほうれん草		アジ		未知試料分析結果	
	1 ppb		10 ppb		(n=1)	
	成分名	保持時間 (分)	回収率 (%)	RSD (%)	回収率 (%)	RSD (%)
	PFOA	9.10	89	5.3	99	8.6
	PFOS	10.01	114	4.8	91	3.3
	PFHxS	8.80	87	2.1	98	3.9
	PFNA	9.74	81	8.4	98	7.8
						定量値 (μg/kg)
						—
						1.4
						—
						0.36

ほうれん草



アジ

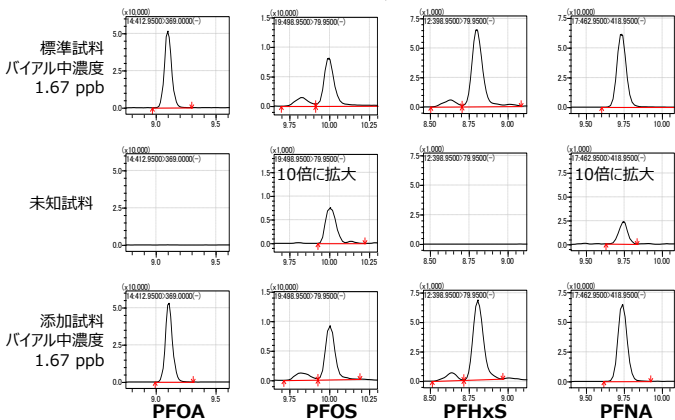


図1 MRMクロマトグラム

まとめ

全自動固相抽出装置(ST-L400)を使用することで、迅速・簡便に前処理を行うことができました。