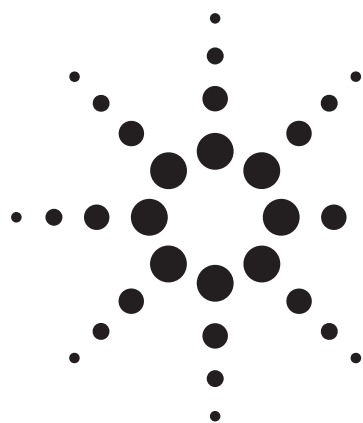


LC/MS/MS による ペルフルオロオクタン酸の定量分析



アプリケーション

環境分析

著者

Sheher Mohsin
Agilent Technologies, Inc.
10 N. Martingale Rd., Suite 550
Schaumburg, IL 60173-2292
USA

Michael Zumwalt
Agilent Technologies, Inc.
9780 S Meridian Blvd., MS 1-1E
Englewood, CO 80112-5910
USA

要約

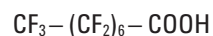
Agilent 6410 トリプル四重極質量分析計 (QQQ) を用いて、ペルフルオロオクタン酸 (PFOA) の分析を行いました。10 mM の酢酸アンモニウムを含む水とメタノール溶媒のみを用いて、ラピッドレゾリューションハイスループット C18 カラム (粒径 1.8 μm) で、アイソクラティック分離を行いました。PFOA の標準液の溶出時間は、わずか 2.3 分です。濃度 9 fg/ μL で 5.5 % RSD の優れたピーク面積再現性により、9 fg/ μL ~ 150 pg/ μL の4桁を超える良い直線性が示されました。この濃度でのピーク間の S/N 比の平均値は、7.2 です。地表水抽出物についても同等の感度が予想されます。

緒言

ペルフルオロオクタン酸 (PFOA) は、環境中には本来存在しない合成化学薬品です。PFOA は、耐火性素材や、オイル、汚れ、グリースなどをはじくアプリケーションに用いるフッ素重合体を作るために使用されます。近年の毒物学的研究から、PFOA に暴露することで、発達/生殖毒性、肝臓障害、場合によっては発癌性が疑われることが分かってきました。PFOA は環境中で非常に分解しにくく、環境中および米国人の血中の両方で、非常に低濃度で検出されてきました。EPA は、最近の研究で、更なる試験とモニタリングの必要性を示しています。EU の基準では、飲料水中の検出濃度は、100 ppt 未満であることが求められています。

本研究では、9 fg/ μL ~ 150 pg/ μL の範囲の濃度で、 R^2 0.997 以上の直線性の相関係数で、PFOA 標準試料の希釈液を分析しました。1,500 pg/ μL の濃度では、直線性が見られません。再現性を測定するために、9 fg/ μL の濃度で 6 回連続して注入します。ピーク面積に基づいた再現性は、5.5 % RSD です。注入量は 10 μL であるため、最低濃度でのオンカラム注入量はわずか 90 fg です。

PFOA の構造式は下記のとおりです。



カルボン酸は、エレクトロスプレーイオン化 (ESI) を使用したネガティブイオンモードで、良い感度を示すことが期待されます。



Agilent Technologies

実験

サンプル前処理

PFOA 標準試料は、1,500 ng/μL の濃度です。メタノールで希釈し、0.009、0.015、0.15、0.45、0.75、1.5、15.0、150、1,500 pg/μL の濃度に調製します。

LC/MS メソッド詳細

LC 条件

Agilent 1100 シリーズバイナリポンプ、デガッサ、ウェルプレートサンプラ、カラム恒温槽

カラム: Agilent ZORBAX Eclipse Plus RRHT C18、2.1 mm × 100 mm、1.8 μm (P/N 959764-902)

カラム温度: 40 °C

移動相: A = 10 mM 酢酸アンモニウム水溶液
B = 10 mM 酢酸アンモニウムのメタノール/水 (80:20) 溶液

流量: 0.3 mL/min

注入量: 10 μL

アイソクラティック: 85% B

終了時間: 3 分

ニードル洗浄: メタノール/水 (75:25)、フラッシュポート
10 秒

MS 条件

モード: Agilent G1948 A イオン源を使用した
ネガティブ ESI

ネブライザ: 35 psig

乾燥ガス流量: 10 L/min

乾燥ガス温度: 300 °C

V_{cap}: 4,000 V

分解能 (FWHM): Q1 = 0.7 amu、Q2 = 0.7 amu

MRM 推移: m/z 413.0 > 369.0

フラグメンター: 67 V

衝突エネルギー: 3 V

デュエルタイム: 200 msec

結果と考察

本研究での検量線は図 1 のとおりです。調査の最低濃度 (9 fg/μL) で、9 回の反復注入が行われます。15 fg/μL の濃度でも、9 回の反復注入が行われます。図 2 に見られるように、ピーク面積再現性は 5.5 % RSD です。この濃度での平均 S/N 比は 7.2 です。ノイズは、1 ~ 1.5 分の範囲から計算されます。

1,500 pg/μL の希釈での結果を検量線に追加した場合、図 3 のような結果になり、データの二次曲線近似が必要です。しかし、R² 0.99999 以上の優れた相関係数に注目してください。

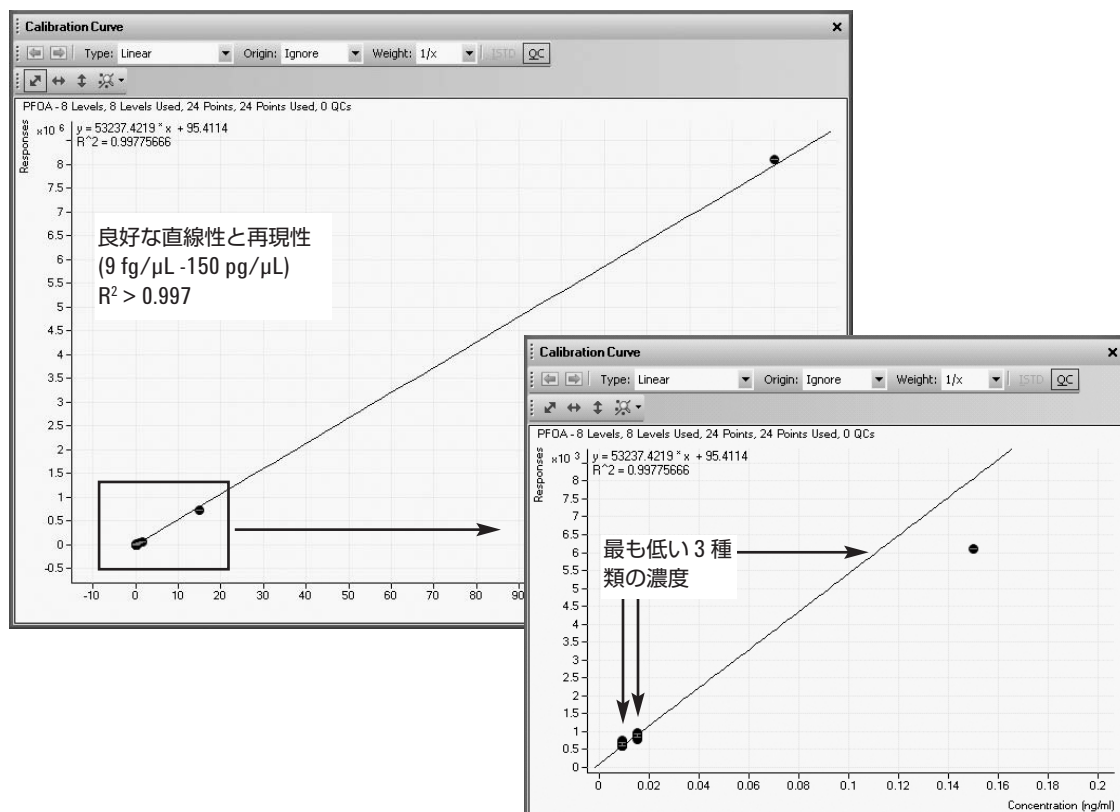


図 1. PFOA の検量線。9 fg/μL と 15 fg/μL での各 9 回の注入と、150 fg/μL での 1 回の注入結果を示しています。

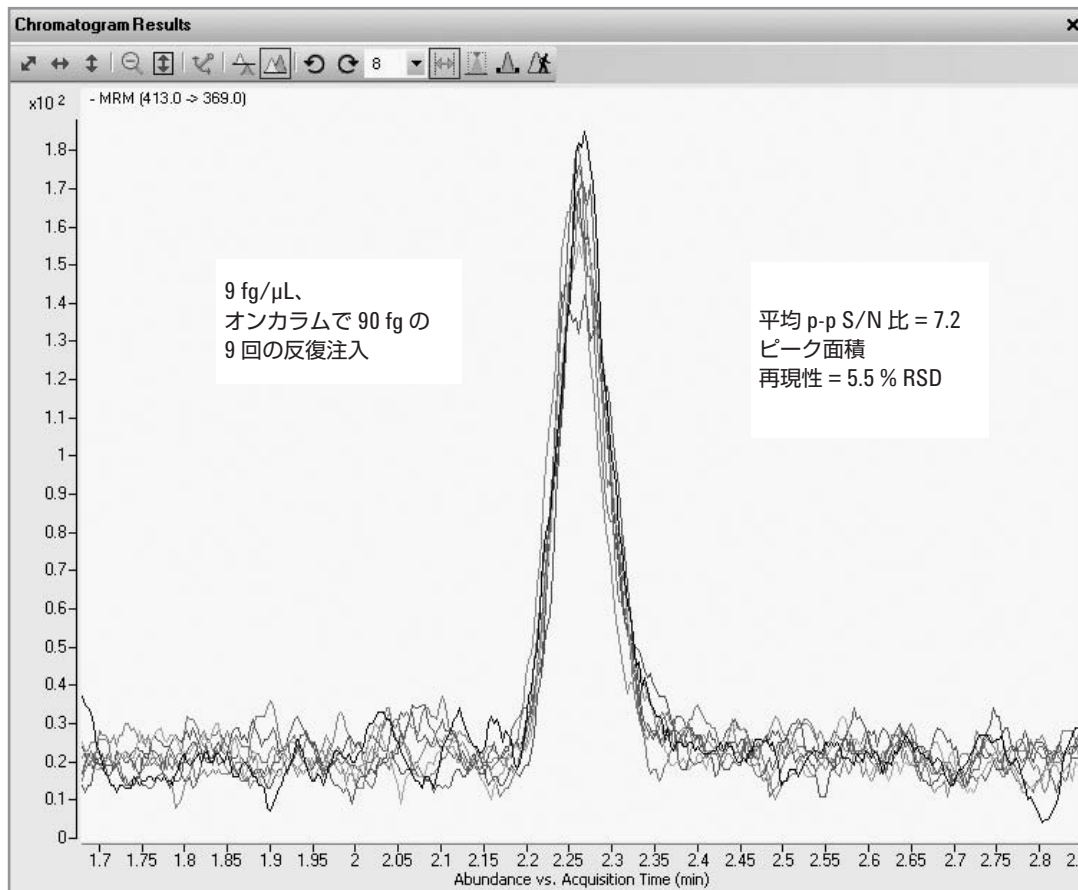


図 2. 調査した最低濃度での優れた感度と再現性

結論

ペルフルオロオクタン酸化合物は、ネガティブエレクトロスプレーイオン化モードで測定することで、非常に高感度に検出することができます。90 fg ~ 1.5 ng の範囲のオンカラム注入に相当する、9 fg/μL ~ 150 pg/μL の範囲の希釈の標準試料を用いて、非常に良い直線性が証明されます。最低濃度 9 fg/μL でのピーク面積再現性は、5.5 % RSD と優れており、この濃度での反復注入の平均 S/N 比は 7.2 です。1,500 pg/μL、あるいはオンカラム 15 ng で、シグナル飽和が見られます。飲料水は夾雑マトリックスが少ないため、実際に抽出したサンプルを用いて、同様の感度が実現されることが予想されます。

詳細情報

弊社の製品およびサービスに関する詳細情報は、ホームページ www.agilent.com/chem/jp をご覧ください。

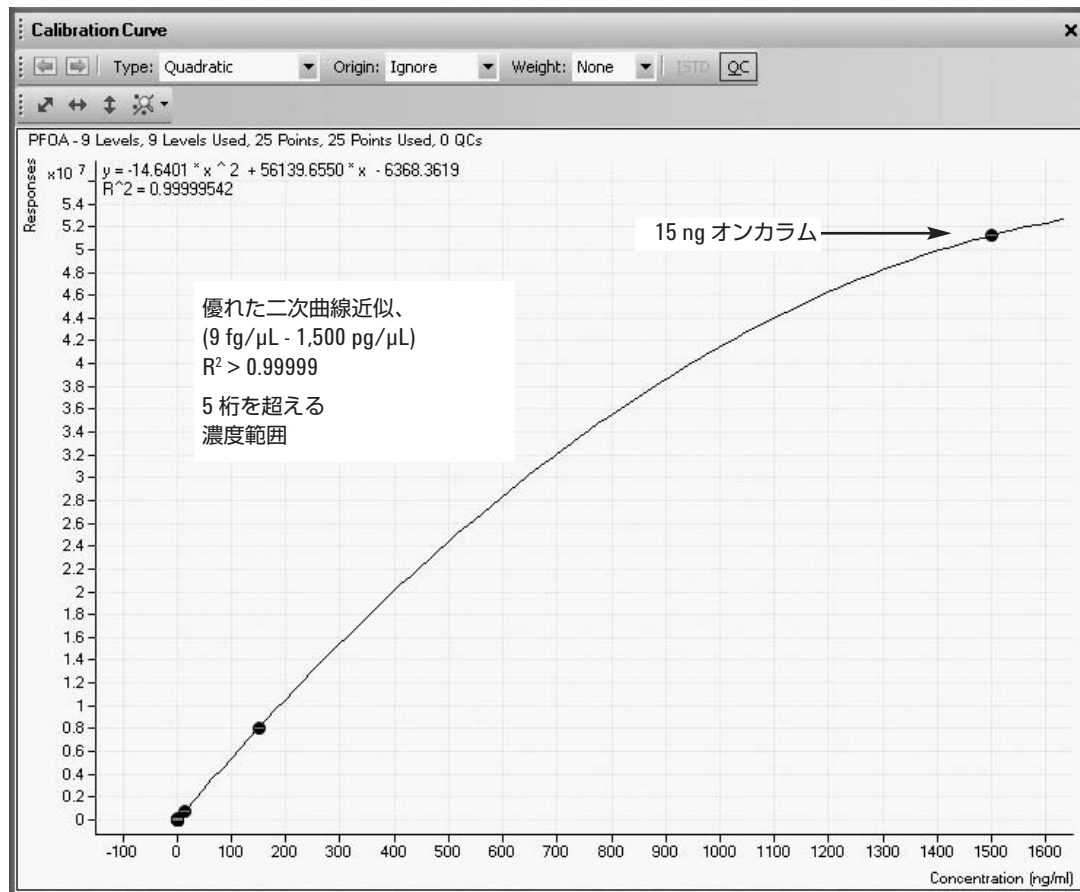


図 3. 濃度 1,500 pg/μL、あるいはオンカラム 15 ng で、シグナル飽和が見られます。

アジレントは、本資料に誤りが発見された場合、また、本資料の使用により付随的または間接的に生じる損害について一切免責とさせていただきます。また、本資料掲載の機器類は薬事法に基づく登録は行っておりません。

本資料に記載の情報、説明、製品仕様等は予告なしに変更されることがあります。著作権法で許されている場合を除き、書面による事前の許可なく、本資料の複製、翻案、翻訳することは禁じられています。

© Agilent Technologies, Inc. 2007

Printed in Japan
 April 3, 2007
 5989-6577JAJP