

# Miura Technical Report

ラピアナ  
RAPIANA®  
PFAS 分析前処理用

三浦工業株式会社 三浦環境科学研究所

【既報】第4回環境化学物質合同大会(2025)

## 懸濁物質を含む水試料における PFAS の迅速分析法

### Rapid Analytical Method for PFAS in Water Samples Containing Suspended Solids

○上田祐子, 川邊友理子, 卷田優花, 中村裕史, 松田壮一

三浦工業株式会社 三浦環境科学研究所 (〒799-2430 愛媛県松山市北条辻 864-1)

#### 【はじめに】

PFAS は、撥水性や撥油性等の優れた特徴から、工業用品や日用品に広く使用されてきたが、近年、環境中での難分解性や生物蓄積性、人および動植物に対する慢性毒性等から問題視されている。PFAS の環境モニタリングの重要性が高まるなか、水試料においては、固相抽出カラムへの通液時に、試料に含まれる懸濁物質(SS)により目詰まりを起し、膨大な時間を要する。また、多くの SS を含む水試料については、別途、ろ過を行い、ろ液と残渣を分析する方法が用いられるが、ろ過操作を行うことによる分析時間の増加やろ過操作中のコンタミネーション、PFAS 成分の損失が懸念される。

そこで、本研究ではこれらの課題を解決するため、通液時に固相抽出カラムの前段にろ過材を装着することで固相抽出カラムの目詰まりを防止し、さらにろ過材に吸着した PFAS を容易に溶出する方法を開発したので報告する。

#### 【方法】

PFAS 成分は、EPA Method 1633A<sup>1)</sup>および ISO 21675<sup>2)</sup>で対象とされている 44 成分を対象とした。

試験には、河川水、海水および地下水を用いた (Table 1)。試料は、500 mL とし、pH が 5-6 付近になるよう酢酸を用いて調整した。固相抽出カラムは、ラピアナ®PFAS カラム(三浦工業製)を用い、1%アンモニア-メタノール、メタノール、精製水の順でコンディショニングを行った。固相抽出カラムに精製水を添加し、固相抽出カラムの前段にろ過材を装着した。試料の通液には、吸引マニホールド(ゲージ圧:約-67 kPa/20 inHg)を用いた。試料をすべて通液した後、固相抽出カラムからろ過材を外し、ろ過材に 0.1%アンモニア-メタノール 5 mL を添加し、その溶出液を試料容器へ添加した。試料容器の内壁を洗浄するため激しく振り、洗浄液はあらかじめ試料リザーバーに添加しておいた精製水 20 mL、酢酸 20  $\mu$ L に加えた。メタノール 3 mL を用いて、同様の操作を行い、洗浄液を試料リザーバー内で混合した後、固相抽出カラムに通液した。固相抽出カラムは、遠心分離 (2,330  $\times$  g, 5 min) にて脱水を行い、1%アンモニア-メタノール 1.5 mL にて溶出した。溶出液は分析に用いた試料リザーバーの内壁を洗浄しながら、固相抽出カラムに添加した。測定液に酢酸を添加して、LC-MS/MS 測定を行った (Figure 1)。なお、固相抽出カ

ラムのみ、およびガラスウールを充填した固相抽出カラムについては、ろ過材の洗い込み以外は、同様の方法で行った。

Table 1. Physicochemical Properties of Water Samples

Sample type	pH	EC [ $\mu$ S/cm]	SS [mg/L]
River water-1	6.72	221	8.7
River water-2	8.49	163	4.9
River water-3	8.36	191	8.5
Seawater	8.25	61,600	2.4
Groundwater-1	7.50	8,570	45.4
Groundwater-2	6.51	212	52.3

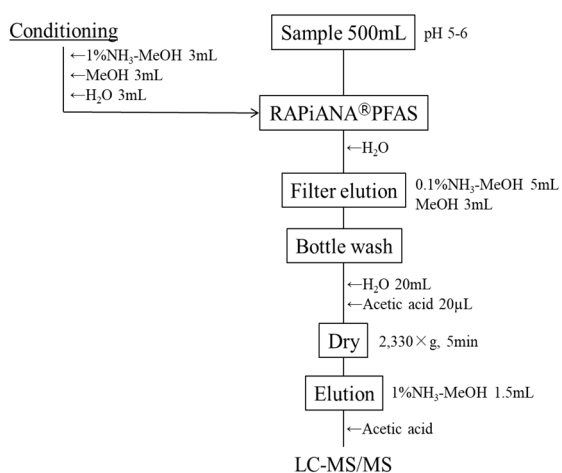


Figure 1. Sample Preparation Process Flow

## 【結果と考察】

EPA Method 1633A<sup>1)</sup>では、多量のSSを含む水試料の場合、試料通液時の目詰まり防止策として、固相抽出カラムにガラスウール等を充填し、水試料の通液を行う。そこで本研究では、河川水-1 (Table 1) を用いて、ガラスウールおよびろ過材を使用することによる通液速度とPFAS成分の回収率を比較した。その結果、通液に要した時間から算出した平均流速は、固相抽出カラムのみでは目詰まりにより途中で通液ができなくなり、ガラスウールでは18 mL/min (28.5 min)、ろ過材では31 mL/min (16 min)であった。EPA Method 1633Aで対象とされているサロゲート物質24成分の回収率は、ガラスウールを充填した

固相抽出カラムでは、長鎖PFASがガラスウールおよび固相抽出カラムに残りやすく、良好な回収率を得るためには3 mLの溶出液を要した。一方、ろ過材を使用した方法では1.5 mLの溶出液で良好な回収率を示した。

一部のPFAS成分はろ過材への吸着が懸念されるから、地下水-1を用いて、サロゲート物質24成分による吸着を確認したところ、<sup>13</sup>C<sub>2</sub>-PFDoA、<sup>13</sup>C<sub>2</sub>-PFTeDA、d<sub>3</sub>-N-MeFOSA、d<sub>5</sub>-N-EtFOSA、d<sub>7</sub>-N-MeFOSEおよびd<sub>9</sub>-N-EtFOSEにおいて、約20～50%の吸着がみられた。これらの成分には、ろ過材に0.1%アンモニア-メタノールを通液することにより、ほぼすべてを回収可能であった。

また、試料に含まれるSSの違いによる平均流速およびサロゲート物質24成分の回収率を確認するため、SS量が異なる6種の環境水 (SS: 8.4～146.7 mg/L, Table 1 未記載) を用いて検討を行った。その結果、平均流速は17～29 mL/min、回収率は<sup>13</sup>C<sub>2</sub>-4:2FTS、<sup>13</sup>C<sub>2</sub>-6:2FTS、<sup>13</sup>C<sub>2</sub>-8:2FTSで120%を超える回収率となったが、それ以外の成分では、52～117%となった。流速については、SSが多くなるほど遅くなる傾向が見られたが、それ以外にも全有機体炭素量 (TOC) が多いほど遅くなる傾向がみられた。これについては、更なる検証が必要と思われる。

次に、ろ過材を用いた方法での再現性を確認するため、Table 1の河川水-2、河川水-3、海水および地下水-2を用いて、44種のPFAS成分を対象として回収試験 (n=5) を行った。その結果、いずれの試料においても長鎖PFASは回収率が低下する傾向を示し、海水ではPFBAが若干低い回収率を示した (Figure 2)。河川水-2、河川水-3、海水および地下水-2の平均流速は、35、27、30および17 mL/minとなり、変動係数は、いずれも13%未満となり、良好な結果であった。

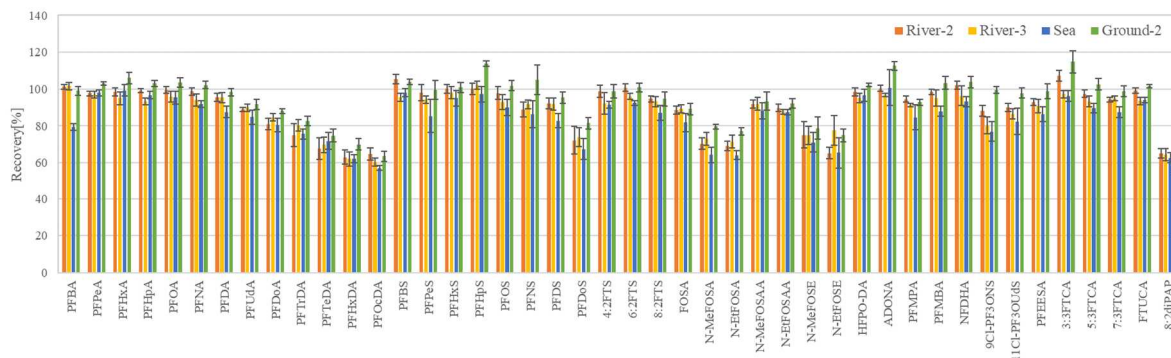


Figure 2. Recovery of 44 PFAS Compounds in Four Water Samples

### 【結論】

懸濁物質を多く含む水試料の通液時間を短縮するため、固相抽出カラムの前段にろ過材を装着して検討した。その結果、多量の懸濁物質を含む環境水においても短時間で通液することが可能であり、大部分のPFAS成分で良好な回収率が得られた。本法は、PFASの迅速分析法として有用であることが示された。

### 【参考文献】

- 1) Method 1633, Revision A (2024): Analysis of Per- and Polyfluoroalkyl Substances (PFAS) in Aqueous, Solid, Biosolids, and Tissue Samples by LC-MS/MS, United States Environmental Protection Agency
- 2) ISO 21675 (2019): Water quality-Determination of perfluoroalkyl and polyfluoroalkyl substances (PFAS) in Water-Method using solid phase extraction and liquid chromatography-tandem mass spectrometry (LC-MS/MS)

**MiURA**

グリーンテクノロジーを創成する

三浦環境科学研究所

愛媛県松山市北条辻864番地1 〒799-2430  
TEL 089-960-2350 FAX 089-960-2351

三浦工業株式会社

<https://www.miuraz.co.jp>