

MIURA

Technical Report

ラピアナ[®]
RAPiANA
PFAS 分析用前処理カラム

三浦工業株式会社 三浦環境科学研究所

【既報】第 5 回環境化学物質合同大会 (2026)

対象化合物に応じた水試料中 PFAS の簡易迅速分析法の検討 Investigation of Simple and Rapid PFAS Analysis Methods in Water Samples According to Target Compounds

○上田祐子, 巻田優花, 中村裕史, 渡邊隆史, 山本一樹

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】

ペルおよびポリフルオロアルキル化合物 (以下、PFAS) は、撥水性や撥油性などの優れた特徴から広く使用されてきたが、近年では環境中での残留性が問題視されており、環境モニタリングの重要性が高まっている。PFAS の拡散状況を把握するためには、多項目の PFAS を対象とした包括的な調査が求められるが、EPA Method 1633A や ISO 21675 で対象とされている 44 種類の PFAS は、多様な物性を有する。これらを網羅的に分析するには、容器等の吸着が懸念される中性 PFAS や長鎖 PFAS に対応した洗浄工程が必要となる。一方で、分析対象化合物が限定されている場合には、洗浄工程の簡略化や省略による分析時間短縮が期待される。

そこで本研究では、著者らが提案するフィルタを用いた PFAS 迅速分析法において、対象化合物に応じた容器およびフィルタの洗浄工程を簡略化する方法について検討した。

【方法】

対象とした PFAS は、EPA Method 1633A および

ISO 21675 で対象となっている 44 種とした。試験には、はくとう土 (化学用: 富士フィルム和光純薬) 50 mg をイオン交換水 500 mL に混合し PFAS の Native (44 種) を添加したものを模擬水として用いた。実試料として、河川水、地下水および処分場地下水 500 mL にサロゲート (27 種) を添加したものをを用い、すべての試料は $n=3$ で前処理を行った。前処理には、固相抽出カラム (以下、カラム) としてラピアナ[®]PFAS カラム (三浦工業) を、フィルタはラピアナ[®]フィルタ (三浦工業) を用いた。

本法は、洗浄工程の違いにより、3 つの分析法とした。①すべての容器類を洗浄した分析法 (以下、44PFAS)、②洗浄工程を簡略化した分析法 (以下、39PFAS)、③容器類の洗浄を実施しない分析法 (以下、10PFAS) とした (Figure 1)。

3 つの分析法の共通操作として、カラムは、1%アンモニア-メタノール、メタノール、イオン交換水の順でそれぞれ 3 mL、フィルタは、メタノール、イオン交換水の順でそれぞれ 4 mL でコンディショニングを行った。続いて、カラムおよびフィルタにそれぞれイオン交換水 4 mL を添加し、カラムの上にフィルタ、

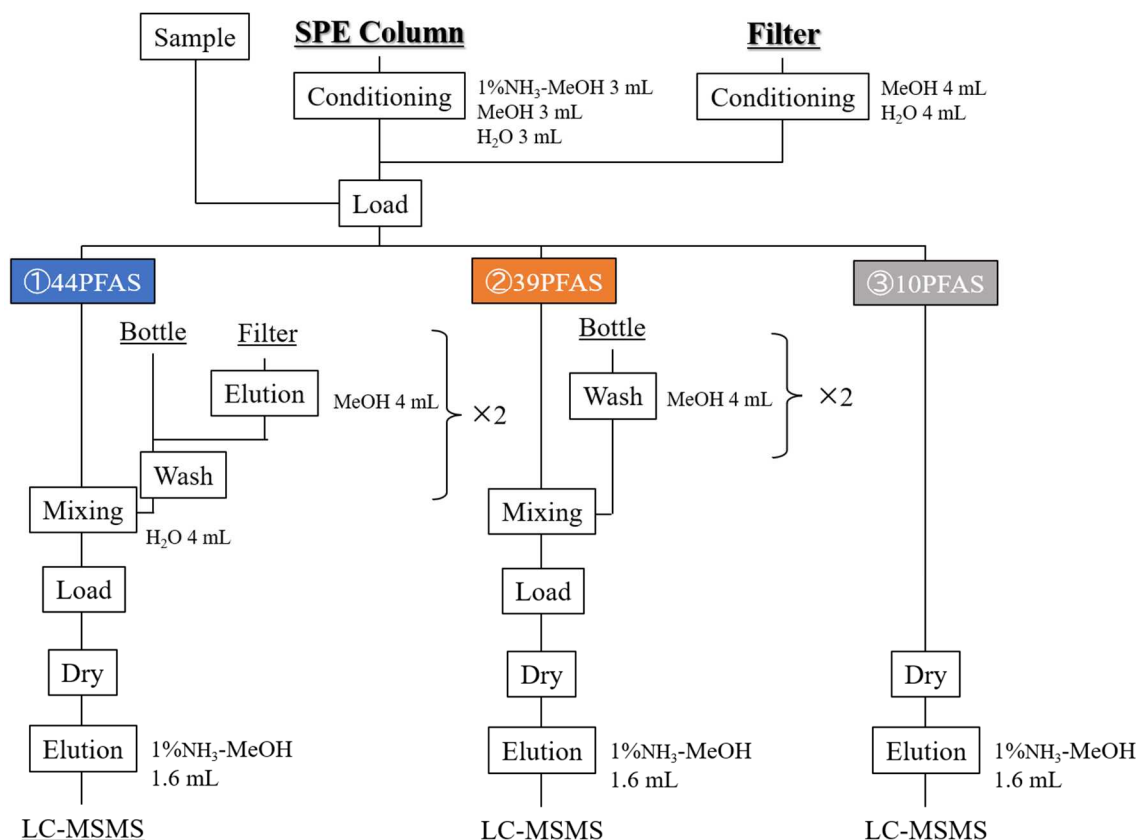


Figure 1. Sample Preparation Process Flow

フィルタの上に試料リザーバーを接続した。試料を適量添加し、吸引マニホールドにて通液を行なった（ゲージ圧：約-67 kPa）。試料をすべて通液した後、さらに1分間吸引してフィルタを脱水した。

以下は、3つの分析法で異なる洗浄工程とした。

①44PFASでは、フィルタを外してカラムと試料リザーバーを接続し、イオン交換水を4 mL添加した。フィルタにメタノール4 mLを加えて溶出し、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し、その洗浄液で試料リザーバーの内壁を洗浄した。この操作を再度繰り返し、試料リザーバー内の溶液を混合して、すべての洗浄液を通液した。さらに30秒間吸引しカラムを脱水した。1%アンモニア-メタノール1.6 mLを試料リザーバーの内壁を洗い込みながらカラムへ添加し、カラムからの溶出液とした。②39PFASでは、試料容器にメタノール4 mLを添加し、試料容器の洗浄液で試料リザーバーの内壁を洗浄した。こ

の操作を再度繰り返し、すべての洗浄液を通液した。その後、フィルタを外し、さらに30秒間吸引しカラムを脱水した。1%アンモニア-メタノール1.6 mLをカラムへ添加し、カラムからの溶出液とした。③10PFASでは、試料リザーバーおよびフィルタを外した後、さらに30秒間吸引しカラムを脱水した。1%アンモニア-メタノール1.6 mLをカラムへ添加し、カラムからの溶出液とした。すべての分析法において模擬水の溶出液にはサロゲート(27種)を、実試料にはI.S.(7種)を添加し、酢酸50 μLを添加して、LC-MSMS測定液とした。

【結果と考察】

模擬水を用いて3つの分析法で前処理を行った結果(Figure 2)、①44PFASでは、8:2diPAPが61～63%とやや低かったものの、それ以外の43種については70～125%の良好な回収率を示した。②39PFAS

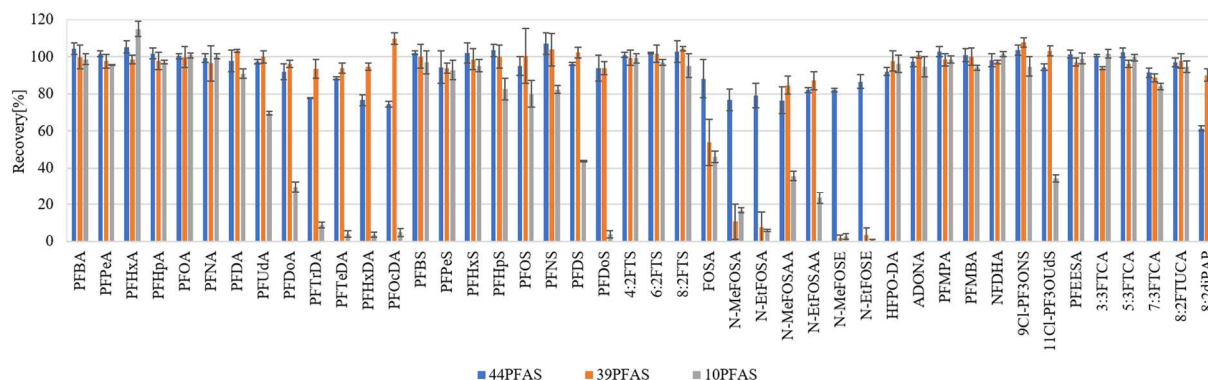


Figure 2. Comparison of PFAS Recoveries Using Three Analytical Methods (n=3)

では、FOSA、N-MeFOSA、N-EtFOSA、N-MeFOSE および N-EtFOSE を除く 39 種の対象化合物について、70～125%の良好な回収率が得られた。③ 10PFAS については、PFOS、PFOA および要調査項目の 10 種に加え、PFDA、PFPeS、PFHpS、PFNS、4:2FTS、6:2FTS、8:2FTS、ADONA、PFMPA、PFMBA、NFDHA、9Cl-PF3ONS、PFEESA、3:3FTCA、5:3FTCA および 7:3FTCA についても 70～125%の良好な回収率を示した。

一方、実試料に適用した結果、①44PFAS では、すべての試料で中性 PFAS の回収率が 70%未満となり、さらに河川水では $^{13}\text{C}_2\text{-PFTeDA}$ 、 $\text{d}_3\text{-N-MeFOSAA}$ および $\text{d}_5\text{-N-EtFOSAA}$ においても 64～67%と低い回収率となった試料があった。これらの化合物はフィルタや容器類への吸着が原因と示唆された。②39PFAS および③10PFAS では、すべての試料において対象化合物の回収率は 70～125%の範囲となり、洗浄工程を簡略化しても良好な結果が得られることが明らかとなった。また 6 検体を同時に処理

を行なった所要時間は、①44PFAS では 95 分、② 39PFAS では 82 分、③10PFAS では 72 分であった。

【結論】

44 種類の PFAS を対象とした迅速分析法において、分析対象化合物に応じた洗浄工程の簡略化について検討した。その結果、模擬水では多くの PFAS で良好な回収率が得られ、実試料においても一部の PFAS 以外は良好な回収率が得られた。対象化合物を 39 種または 10 種に限定した場合には、すべての試料で良好な回収率が得られた。以上より、対象化合物に応じて洗浄工程を適切に設計することで、PFAS 分析の効率を向上させた簡易迅速分析法を構築できることが示された

【参考文献】

- 1) 環境省：「要調査項目リストの改訂について」、環水大管発第 2509294 号(令和 7 年 9 月 29 日)

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>