

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)

水試料中 PFAS の迅速分析を可能にするフィルタの開発
Development of a Filter for Rapid Analysis of PFAS in Water Samples

○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。一方で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が指摘されており、水環境を中心とした汚染実態の把握および管理が重要な課題となっている。このため PFAS の環境モニタリングの重要性が高まり、高効率な分析手法が求められている。しかしながら、水試料中 PFAS の分析においては、試料に含まれる懸濁物質 (SS) により、固相抽出カラムへの通液時に目詰まりが生じ、膨大な時間を要するという課題がある。多量の SS を含む試料に対しては、固相抽出カラムにガラスウールを充填し通液する方法¹⁾や、別途ろ過を行なう方法²⁾が用いられるが、多検体を迅速に処理する必要がある環境モニタリングにおいては、前処理工程のさらなる簡略化および迅速化が求められる。

そこで本研究では、水試料中 PFAS 分析の前処理工程を迅速化することを目的としてフィルタを開発し、その有効性について検討したので報告する。

【方法】

対象とした PFAS 成分は、EPA Method 1633A¹⁾および ISO 21675²⁾で対象となっている 44 成分とした。試験には、はくとう土 (化学用: 富士フイルム和光純薬) を適量イオン交換水 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、処分場地下水や地下水 500 mL にサロゲート (24 種) を添加したものを用いた (Table 1)。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、カラムのコンディショニングには、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 ずつ行い、フィルタのコンディショニングには、メタノール、イオン交換水の順でそれぞれ 4 mL で行なった。カラムおよびフィルタにそれぞれイ

Table 1. Physicochemical Properties of Water Samples

Sample type	pH	EC [μS/cm]	SS [mg/L]
Landfill groundwater-1	6.6	66	11
Landfill groundwater-2	6.4	211	34
Groundwater	7.8	1063	59

オン交換水 4 mL を添加して、カラムとフィルタを接続し、フィルタに試料リザーバーを取り付けた。試料リザーバーに試料を適量添加し、吸引マニホールドにて吸引を行なった(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、フィルタを外した。カラムと試料リザーバーを接続し、試料リザーバーにイオン交換水を 10 mL 添加した。フィルタを洗浄するためメタノール 4 mL を加えて加圧により溶出し、その溶出液を試料容器へ添加した。試料容器に蓋をして、激しく振ることで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。再度、フィルタにメタノール 4 mL を添加し、同様の方法でフィルタ、試料容器および試料リザーバーの洗浄を行なった。試料リザーバー内の溶液を混合し、吸引にてすべての洗浄液を通液した後、さらに 30 秒間吸引しカラムを脱水した。試料リザーバーとカラムを外し、1%アンモニア-メタノール 1.5 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。模擬水の溶出液にはサロゲート(24 種)を、実試料には I.S.(7 種)を添加し、すべての溶出液に酢酸 50 μ L を添加した。

シリル化ガラスウール(Agilent)約 0.3 g をカラムに充填して行なった分析方法(以下、ガラスウール)は、フィルタの使用以外は本法と同じ操作を行ない、カラムからの溶出には 1%アンモニア-メタノール 3 mL と

した。溶出液は、窒素の吹きつけにより 1.5 mL まで濃縮した。既存法は ISO 21675²⁾の方法に準じた。

【結果と考察】

まず、既存法(ISO 21675)と比較するため、模擬水(50 mg/L はくとう土混合水)を用いて、n=3 で試験を行なった。その結果、本法では N-MeFOSA、N-EtFOSA および 8:2diPAP 以外は 70~125%の回収率を示し、既存法と比較して同等以上の良好な回収率を示した(Figure 1)。3 検体を同時に処理するのに要した時間は、本法では 113 分、既存法では 431 分となり、既存法と比較してより迅速に分析可能であることが明らかであった。

次に、ガラスウールと比較するため、模擬水(100 mg/L はくとう土混合水)を用いて、n=2 で試験を行なった。その結果、通液時間は本法では約 18 分であったのに対し、ガラスウールでは、約 40 分となりカラムでの目詰まりがみられた。また PFAS の回収率では、本法は PFTrDA、PFOcDA や 8:2diPAP で 70%未満の回収率を示したが、それ以外は 70~125%の良好な回収率となった。ガラスウールでは、長鎖 PFAS の回収率にバラツキがみられ、特に PFOcDA は、20%未満と低い結果となった。

最後に、本法における実試料での回収率と再現性を確認するため、SS 量が異なる 3 種類の試料を用いて、それぞれ n=6 で試験を行なった。その結果、

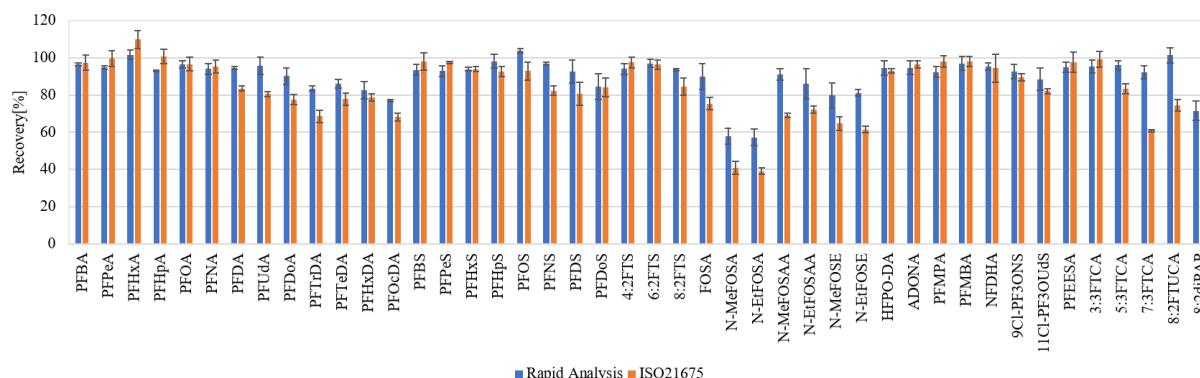


Figure 1 Comparison of Recovery Rates Between Rapid Analysis and ISO 21675

通液時間は、いずれの試料においても 20 分未満となりフィルタを用いることで目詰まりすることなく通液可能であった。サロゲートの回収率は、一部の試料において中性 PFAS が 55～70%と低い回収率を示し、処分場地下水-2 において $^{13}\text{C}_2\text{-4:2FTS}$ が 127% となったが、それ以外は 70～125%の良好な回収率を示した。また、実試料から検出された PFAS 濃度(定量下限:0.5 ng/L)は、PFCAs が 0.7～76 ng/L、PFSA が 1.4～14 ng/L、HFPO-DA が 2.8 ng/L であり、いずれも変動係数(CV)は 7%未満となり、良好な再現性が確認された。

【結論】

水試料中 PFAS 分析の前処理工程を迅速化することを目的として開発した新規フィルタを用いる本方法は、従来法と比較して、より迅速かつ簡易な分析を可能とし、既存法と同等以上の回収率を示すことが明らかとなった。また、実試料においても良好な再現性が確認された。以上の結果から、フィルタを用いた本方法は、水試料中 PFAS の迅速分析法として有用であると考えられる。

【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)



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>