

## YMC-Triart C18を用いたカラムスイッチングLC-MS/MS法によるヒト血清中PFASの分析

U210519A

有機フッ素化合物のポリおよびパーフルオロアルキル化合物(PFAS)は、撥水性や耐熱性など多様な特性を持つため、幅広い分野で使用されています。しかし、健康への悪影響が懸念され、近年世界的に調査・研究が行われ、規制も導入されています。

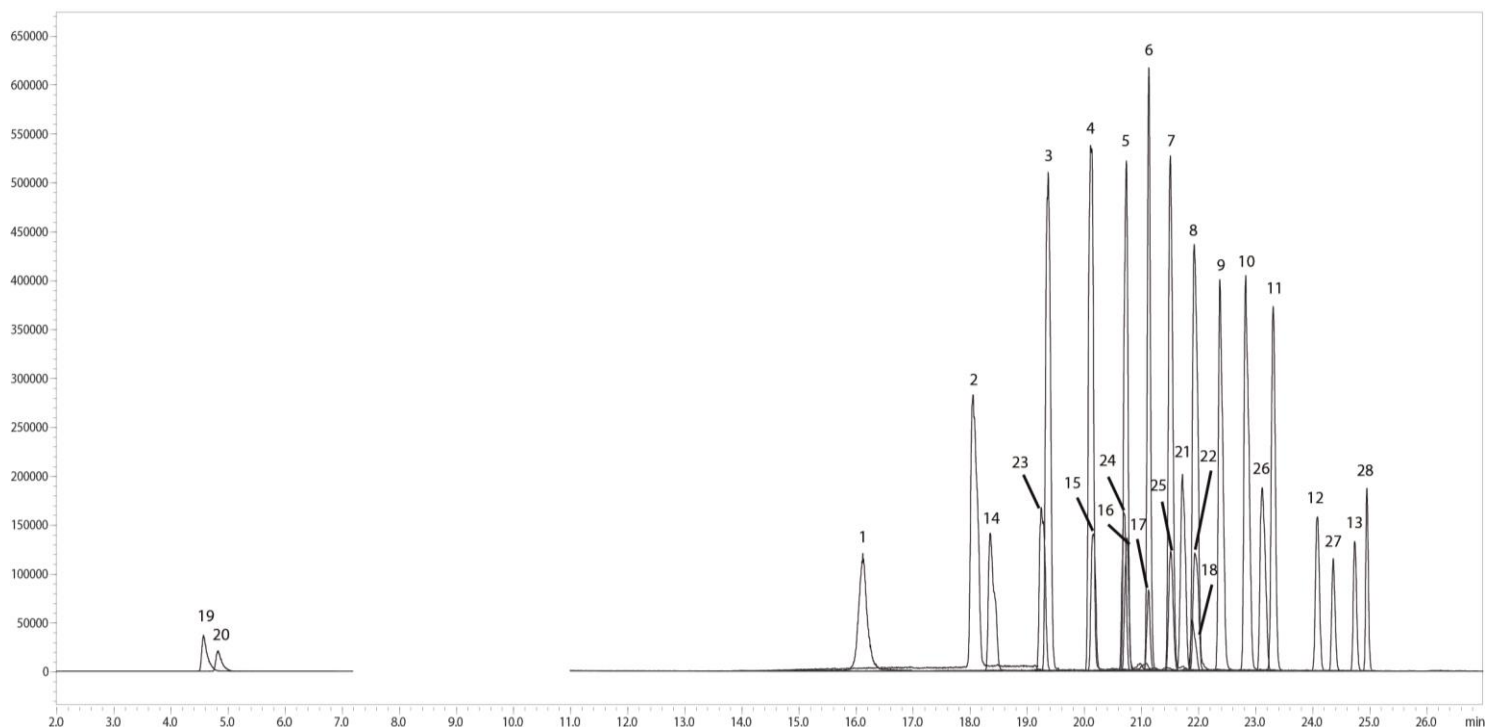
本データシートでは、Nakayamaらにより報告<sup>1)</sup>されているヒト血清中の28種類のPFASの高感度ハイスループット分析例を紹介します。自動固相抽出(SPE)カラムを組み込んだカラムスイッチングLC-MS/MSを用いたメソッドで、分析カラムとしてYMC-Triart C18が使用されています。

### 分析対象物

- |   |   |
|---|---|
| 1. Perfluorobutanoic acid (PFBA)            | 17. Perfluorooctane sulphonic acid (PFOS)                                 |
| 2. Perfluoropentanoic acid (PFPA)           | 18. Perfluorodecane sulphonic acid (PFDS)                                 |
| 3. Perfluorohexanoic acid (PFHxA)           | 19. <i>N</i> -Methyl perfluorooctane sulphonamide (MeFOSA-M)              |
| 4. Perfluoroheptanoic acid (PFHpA)          | 20. <i>N</i> -Ethyl perfluorooctane sulphonamide (EtFOSA-M)               |
| 5. Perfluorooctanoic acid (PFOA)            | 21. <i>N</i> -Methyl perfluorooctane sulphonamido acetic acid (MeFOSA-A)  |
| 6. Perfluorononanoic acid (PFNA)            | 22. <i>N</i> -Ethyl perfluorooctane sulphonamido acetic acid (EtFOSA-A)   |
| 7. Perfluorodecanoic acid (PFDA)            | 23. 4:2 Fluorotelomer sulphonic acid (4:2 FTS)                            |
| 8. Perfluoroundecanoic acid (PFUnA)         | 24. 6:2 Fluorotelomer sulphonic acid (6:2 FTS)                            |
| 9. Perfluorododecanoic acid (PFDoA)         | 25. 8:2 Fluorotelomer sulphonic acid (8:2 FTS)                            |
| 10. Perfluorotridecanoic acid (PFTrDA)      | 26. 6:2 Polyfluoroalkyl phosphoric acid diester (6:2 diPAP)               |
| 11. Perfluorotetradecanoic acid (PFTeDA)    | 27. 8:2 Polyfluoroalkyl phosphoric acid diester (8:2 diPAP)               |
| 12. Perfluorohexadecanoic acid (PFHxDA)     | 28. Perfluorooctane sulphonamido ethanol-based phosphate ester (diSAmPAP) |
| 13. Perfluorooctadecanoic acid (PFODA)      |   |
| 14. Perfluorobutane sulphonic acid (PFBS)   |   |
| 15. Perfluorohexane sulphonic acid (PFHxS)  |   |
| 16. Perfluoroheptane sulphonic acid (PFHpS) |   |

### クロマトグラム

中性付近のpHの移動相で中性化合物(ピーク19, 20)を分析したのち、アルカリ性の移動相に切り替えてイオン性の化合物を分析しています。Triart C18は耐久性に優れており、アルカリ性条件下でも安定した分析が可能です。



## 分析条件

Column : YMC-Triart C18 (3  $\mu$ m, 12 nm)  
 [Guard column] 10 X 2.1 mmI.D.  
 [Analytical column] 100 X 2.1 mmI.D.

Temperature : 40°C

Detection : negative ESI

Injection : 400  $\mu$ L

Eluent

Sample : standard solution (4 ng/mL)

LC Pump A : 2.5 mM ammonium acetate

Sample load

LC Pump B1 : methanol

LC pump D1 : water

LC Pump B2 : 2.5 mM ammonium acetate in  
 95% methanol

On-line SPE column wash

LC Pump C : 0.1% ammonia in methanol

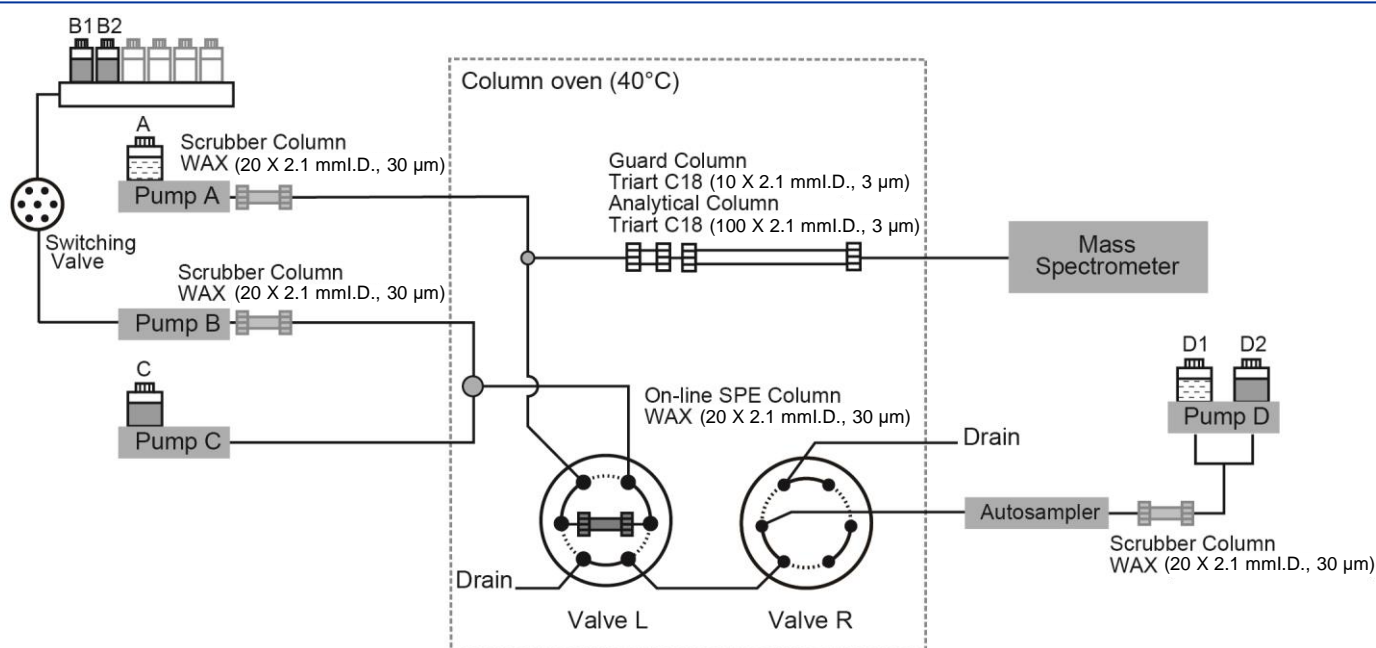
LC pump D2 : 0.5% ammonia in 90% methanol

System : LCMS-8060 (Shimadzu Corporation)

Time (min)	Ternary gradient				Flow rate Pump A+B+C (ml/min)	Binary gradient		Flow rate Pump D (ml/min)	Valve position	
	Pump A (%)	Pump B1 (%)	Pump B2 (%)	Pump C (%)		Pump D1 (%)	Pump D2 (%)		Valve L	Valve R
0.00	12.5	87.5	0.0	0.0	0.3	100	0.0	1.0	1	0
2.00	12.5	87.5	0.0	0.0	0.3	100	0.0	1.0	0	1
2.01	12.5	87.5	0.0	0.0	0.3	0.0	0.0	0.0	0	1
4.00	12.5	87.5	0.0	0.0	0.3	0.0	0.0	0.0	0	1
5.50	12.5	87.5	0.0	0.0	0.3	0.0	0.0	0.0	1	0
5.51	12.5	0.0	87.5	0.0	0.3	0.0	0.0	0.0	1	0
7.00	12.5	0.0	87.5	0.0	0.3	0.0	0.0	0.0	1	0
7.01	92.5	0.0	0.0	7.5	0.5	0.0	0.0	0.0	1	0
7.50	92.5	0.0	0.0	7.5	0.5	0.0	0.0	0.0	0	1
10.00	92.5	0.0	0.0	7.5	0.5	0.0	0.0	0.0	0	1
10.01	92.5	0.0	0.0	7.5	0.3	0.0	0.0	0.0	0	1
18.00	45	0.0	47.5	7.5	0.3	0.0	0.0	0.0	0	1
20.00	27.5	0.0	65	7.5	0.3	0.0	0.0	0.0	1	0
20.01	*a	0.0	*a	12.5	0.3	0.0	100	1.0	1	0
24.00	*a	0.0	*a	12.5	0.3	0.0	100	1.0	1	0
24.01	*a	0.0	*a	12.5	0.3	100	0.0	1.0	1	0
25.00	0.0	0.0	87.5	12.5	0.3	100	0.0	1.0	1	0
25.01	12.5	87.5	0.0	0.0	0.3	100	0.0	1.0	1	0
27.00	12.5	87.5	0.0	0.0	0.3	100	0.0	1.0	1	0

\*a 20.00–25.00 min linear gradient (Pump A + Pump B2)

## 装置の構成



Courtesy of Dr. Shoji F. Nakayama, National Institute for Environmental Studies

Reference 1)

Shoji F. Nakayama et al. Poly- and perfluoroalkyl substances in maternal serum: Method development and application in Pilot Study of the Japan Environment and Children's Study, Journal of Chromatography A 1618 (2020) 460933