

PFAS

ペルフルオロアルキル 物質

アプリケーションガイド

クロマトグラフィーソリューション

- 固相抽出
- QuEChERS
- LC-MS/MS



ペルフルオロアルキル物質 (PFAS)

PFAS は、直鎖脂肪族骨格の高度のフッ素化を特徴とする化合物の大きなグループであり、多くの場合、カルボン酸官能基またはスルホン酸官能基としての特性を有します。これらの化学的特性により、PFAS は耐熱性、耐油性、耐水性を有しています。このため、長年にわたりこれらの優れた材質は、敷物類や衣類の構成要素から消火剤の泡まで豊富な用途に使われてきました。

PFAS は残念なことに環境において極度に耐分解性を有し、加えて生体内にも強く蓄積します。生体内に蓄積する強い傾向のために、PFAS 化合物は、先進国においてヒトと動物の両方に微量レベルで広範囲に検出されています。これら同一の化学特性も健康への潜在的な悪影響に対する懸念を引き起こしています。

以下に対する PFAS アプリケーションの特徴:

1. UHPLC-MS/MS を用いた飲料水 5 ページ
2. QuEChERS と LC-MS/MS を用いた堆積物 6-8 ページ
3. オフライン SPE または直接注入 LC-MS/MS を用いた飲料水..... 9-16 ページ
4. オンライン SPE と LC-MS/MS を用いた飲料水 17-22 ページ

保証

あなたの幸せが私たちの幸せです。弊社の商品をご使用になり、万が一ご満足いただけない場合は、商品到着後45日以内にご連絡ください。

www.phenomenex.com/behappy

お客様を成功に導くツール



サンプル前処理

成功する効果的な分析の鍵は
サンプル前処理です。
サンプルマトリックス効果が
一連の干渉をもたらし、低品質の
クロマトグラフィーや装置の
故障を招く可能性があります。

- ✓ シンプルな抽出
- ✓ 的を絞った
クリーンアップ
- ✓ 的を絞った抽出



液体クロマトグラフィー

粒子形態と界面化学の
向上により、
環境分析の選択性と生産性の
オプションが増えました。

- ✓ 速度
- ✓ 理論段数
- ✓ 極性選択性
- ✓ 移管性
(HPLC↔UHPLC)
- ✓ 優れた再現性



製品詳細について
参照先: www.phenomenex.com/environmental



無償のメソッド開発支援 およびガイダンス

ご存知でしたか？

ラボのニーズ支援専用の Phenomenex テクニカルサポートチームを利用できます。当社は、確立した方法の範囲内で作業しながら、日々化学者と協力して生産性と結果を向上させています。

Email:

jpinfo@phenomenex.com

23 種類のペルフルオロアルキル物質と ポリフルオロアルキル物質 (PFAS) の 迅速分析

UHPLC-MS/MS

Agustin Pierri¹, PhD and Simon Lomas²

¹Weck Laboratories, Industry, CA 91745 USA

²Phenomenex, Inc., 411 Madrid Ave., Torrance, CA 90501 USA

概要

このアプリケーションでは、Luna™ Omega 1.6 μm PS C18 カラムを用いた UHPLC-MS/MS による 23 種類の PFAS に対する迅速分析法について示します。Luna Omega 1.6 μm PS C18 が有する高分解能と固有の混合モードの選択性により、非常に短い 4 分間の実行で PFAS に優れたクロマトグラフィーとピーク形状を実現します。

謝辞

このアプリケーションへの貢献に対して Weck Laboratories に心より謝意を表します。



LC-MS/MS 条件

カラム: Luna Omega 1.6 μm PS C18

寸法: 100 x 2.1 mm

製品番号: [OOD-4752-AN](#)

移動相: A: 5 mM Ammonium Acetate in Water

B: Acetonitrile

グラジエント:

Time (min)	% B
0	40
0.5	40
3	90
3.1	100
4	100

流量: 0.55 mL/min

注入: 5 μL

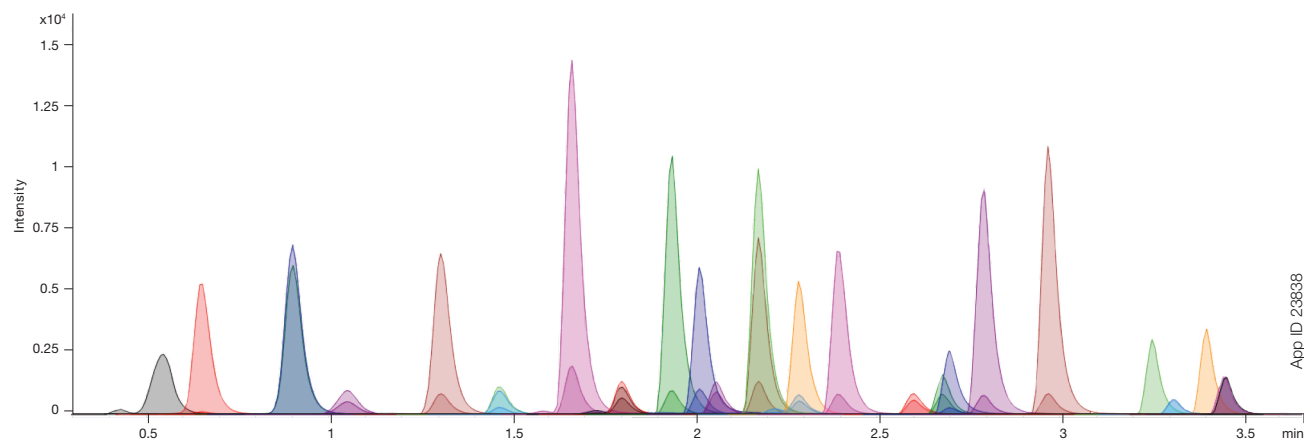
温度: 40°C

システム: Agilent® 1290

検出: Agilent 6460 QQQ

分析対象物:

1. 6:2 FTS	13. PFHpA
2. 8:2 FTS	14. PFHpS
3. EtFOSA	15. PFHxA
4. EtFOSE	16. PFHxS
5. FOA	17. PFNA
6. MeFOA	18. PFOA
7. MeFOSE	19. PFOS
8. PFBA	20. PFPeA
9. PFBS	21. PFTeDA
10. PFDA	22. PFTriDA
11. PFDoA	23. PFUdA
12. PFDS	



堆積物中の PFAS の特定

QuEChERS 抽出と LC-MS/MS を使用



Syljohn Estil¹, Eric Nelson¹, および Scott Krepich²

¹Sanitation Districts of Los Angeles County-San Jose Creek Water Quality Laboratory, Whittier CA USA

²Phenomenex, Inc., 411 Madrid Avenue., Torrance, CA 90501 USA

はじめに

ペルフルオロアルキル物質 (PFAS) は、水性環境に放出されると、水相と堆積物の間に仕切りを生成します。これらの化合物の最終的な結果と極性移動を深く理解するには、固体と液体の両方の環境画分を測定することが重要です。

水性サンプル中の PFAS の抽出と分析の方法はいくつか利用できます。ただし、堆積物などの固体マトリックス中からこれらの化合物を抽出する手順はごく少数しか利用できません。使用する一般的な方法は、機械的なシェーカーと超音波支援固液抽出 (SLE) です。^{6,7,8} 抽出に続いてクリーンアップステップを経ます。通常は固相抽出により行われます。これらは多量の溶媒と時間を消費するプロセスです。2003 年に、QuEChERS (Quick (迅速)-Easy (簡単)-Cheap (安価)-Effective (効果的)-Rugged (堅牢)-and-Safe (安全)) と呼ばれる抽出手順が導入されました。この抽出手順は当初は食品マトリックス中の残留農薬の抽出のために開発されましたが、その後、環境分析化学の分野に適用されました。

ロサンゼルス郡衛生地区 (LACSD) は、医薬製品とパーソナルケア製品、ステロイド、アルキルフェノールエトキシレート、ピレスロイド農薬などに出現する汚染物質に対して過去に QuEChERS 堆積物抽出手順を開発し、その抽出手順の正当性を実証しました。^{2,3,4} 我々は同一の抽出方法を適用して、海洋と淡水の堆積物から PFAS を特定することに成功しました。

試料および方法

試薬 / 化学物質

QuEChERS 抽出 – 50 mL のプラスチック遠心分離チューブで、2.0 g の無水硫酸マグネシウムと 1.5 g の酢酸ナトリウムを混ぜ合わせるか、約 3.5 g の AOAC 2007.01 roQ™ 抽出パケット (製品番号、[AH0-9043](#)) を使用します

QuEChERS dSPE クリーンアップ — roQ 15 mL dSPE Kit (製品番号、[KS0-8926](#))

サンプル前処理手順

QuEChERS 抽出プロトコル

1. 適切に乾燥させた堆積物 2.0 g を計量してポリプロピレン容器に入れ、同位体のラベル付いた内部標準物質をスパイクします。サンプルと QC に対して適切な内部標準物質を添加し、さらに溶液をスパイクして、この方法を用いると、PPCP、ステロイド、ピレスロイドを同時に抽出できます。^{2,3,4}
2. 10 mL 脱イオン水を追加してボルテックスにかけます。10 mL アセトニトリル (1% 酢酸) をスラリーに追加してボルテックスにかけます。
3. 抽出塩 (1.5 g 酢酸ナトリウムと 2 g MgSO₄) をサンプルに追加して、ボルテックスに 1 分間かけます。
4. サンプルを 4000 rpm で 5 分間遠心分離機にかけます。
5. サンプルをラックに置き、-20°C で 30 ~ 60 分間冷凍します。この冷凍ステップにより、上澄み液の抽出が容易になります。
6. Transfer 8 ~ 9 mL のアセトニトリル上澄み液を roQ QuEChERS PSA/C18 dSPE クリーンアップチューブ (製品番号、[KS0-8926](#)) に移し、ボルテックスに 1 分間かけます。
7. dSPE チューブを 3000 rpm で 10 分間遠心分離機にかけます。
8. 抽出のアリコートポリプロピレン HPLC バイアルに入れ、脱イオン水と 1:1 で希釈します。これでサンプルは分析の準備が整いました。

LC-MS/MS 条件

カラム: Gemini™ 3 μm C18

寸法: 100 x 3.0 mm

製品番号: [00D-4439-Y0](#)

インラインフィルター: Phenomenex KrudKatcher™ Ultra ([AF0-8497](#))

ディレイカラム: Luna™ 5 μm C18(2) 30 x 2.0 mm

製品番号: [00A-4252-B0](#)

移動相: A: 20 mM Ammonium acetate in Water
B: Methanol

グラジエント: Time (min) % B

0	10
1.5	65
8	95
8.1	99
12	99
12.5	10

流量: 0.6 mL/min

注入: 90 μL

温度: 40°C

検出器: SCIEX® 5500 QTRAP®

検出: MS/MS ESI Negative (sMRM)

分析対象物:	1. PFBA	11. PFNA
	2. PFPeA	12. PFOSA
	3. PFBS	13. PFNS
	4. PFHxA	14. PFDA
	5. PFPS	15. PFDS
	6. PFHxS	16. PFUDA
	7. PFHpA	17. PFDOA
	8. PFHpS	18. PFTDA
	9. PFOA	19. PFTeDA
	10. PFOS	

質量分析計パラメーター

表 1.
MRM 遷移および化合物従属パラメーター

化合物名	Q1	Q3	DP	CE
ペルフルオロブタン酸 (PFBA)	213	169	-71	-14
ペルフルオロペンタン酸 (PFPeA)	263	219	-71	-12
ペルフルオロヘキサン酸 (PFHxA)	313	269	-60	-14
ペルフルオロヘプタン酸 (PFHpA)	363	319	-62	-15
ペルフルオロオクタン酸 (PFOA)	413	369	-91	-12
ペルフルオロノナン酸 (PFNA)	463	419	-79	-15
ペルフルオロデカン酸 (PFDA)	513	469	-83	-17
ペルフルオロウンデカン酸 (PFUdA)	563	519	-60	-17
ペルフルオロドデカン酸 (PFDoA)	613	569	-50	-21
ペルフルオロトリデカン酸 (PFTrDA)	663	619	-49	-18
ペルフルオロテトラデカン酸 (PFTeDA)	713	669	-63	-20
ペルフルオロブタンスルホン酸塩 (PFBS)	299	80	-94	-70
ペルフルオロペンタンスルホン酸塩 (PFPeS)	349	80	-96	-66
ペルフルオロヘキサンスルホン酸塩 (PFHxS)	399	80	-92	-75
ペルフルオロヘプタンスルホン酸塩 (PFHpS)	449	80	-75	-84
ペルフルオロオクタンスルホン酸塩 (PFOS)	499	80	-78	-96
ペルフルオロオクタンスルホンアミド (PFOSA)	498	78	-60	-84
ペルフルオロノナンスルホン酸塩 (PFNS)	549	80	-87	-100
ペルフルオロデカンスルホン酸塩 (PFDS)	599	80	-55	-100
ペルフルオロ-n- ¹³ C ₄ -ブタン酸 (M4PFBA)	217	171.9	-71	-13
ペルフルオロ-n- ¹³ C ₅ -ペンタン酸 (M5PFPeA)	268	222.7	-71	-12
ペルフルオロ-n- ¹³ C ₅ -ヘキサン酸 (M5PFHxA)	318	272.9	-60	-13
ペルフルオロ-n- ¹³ C ₄ -ヘプタン酸 (M4PFHpA)	367	321.8	-62	-14
ペルフルオロ-n- ¹³ C ₈ -オクタン酸 (M8PFOA)	421	376	-91	-12
ペルフルオロ-n- ¹³ C ₉ -ノナン酸 (M9PFNA)	472	427	-79	-17
ペルフルオロ-n- ¹³ C ₆ -デカン酸 (M6PFDA)	519	474	-83	-21
ペルフルオロ-n- ¹³ C ₇ -ウンデカン酸 (M7PFUdA)	570	525	-60	-17
ペルフルオロ-n- ¹³ C ₂ -ドデカン酸 (M2PFDoA)	615	570	-50	-24
ペルフルオロ-n- ¹³ C ₂ -テトラデカン酸 (M2PFTeDA)	715	670	-63	-25
ペルフルオロ- ¹³ C ₃ -ブタンスルホン酸塩 (M3PFBS)	302	80	-94	-55
ペルフルオロ- ¹³ C ₃ -ヘキサンスルホン酸塩 (M3PFHxS)	402	80	-92	-85
ペルフルオロ- ¹³ C ₈ -オクタンスルホン酸塩 (M8PFOS)	507	80	-78	-100

注記: DP = デクラスタリングポテンシャル
CE = 衝突エネルギー

表 2.
MS ソースパラメーター

ソースパラメーター	設定
温度	400 °C
ガス 1	50
ガス 2	50
カーテンガス	35
イオン化エネルギー	-4500 V
衝突ガス	高

表 3.
的を絞った分析対象物 1 ng/g でスパイクした堆積物に対するメソッド性能データ (n=4)

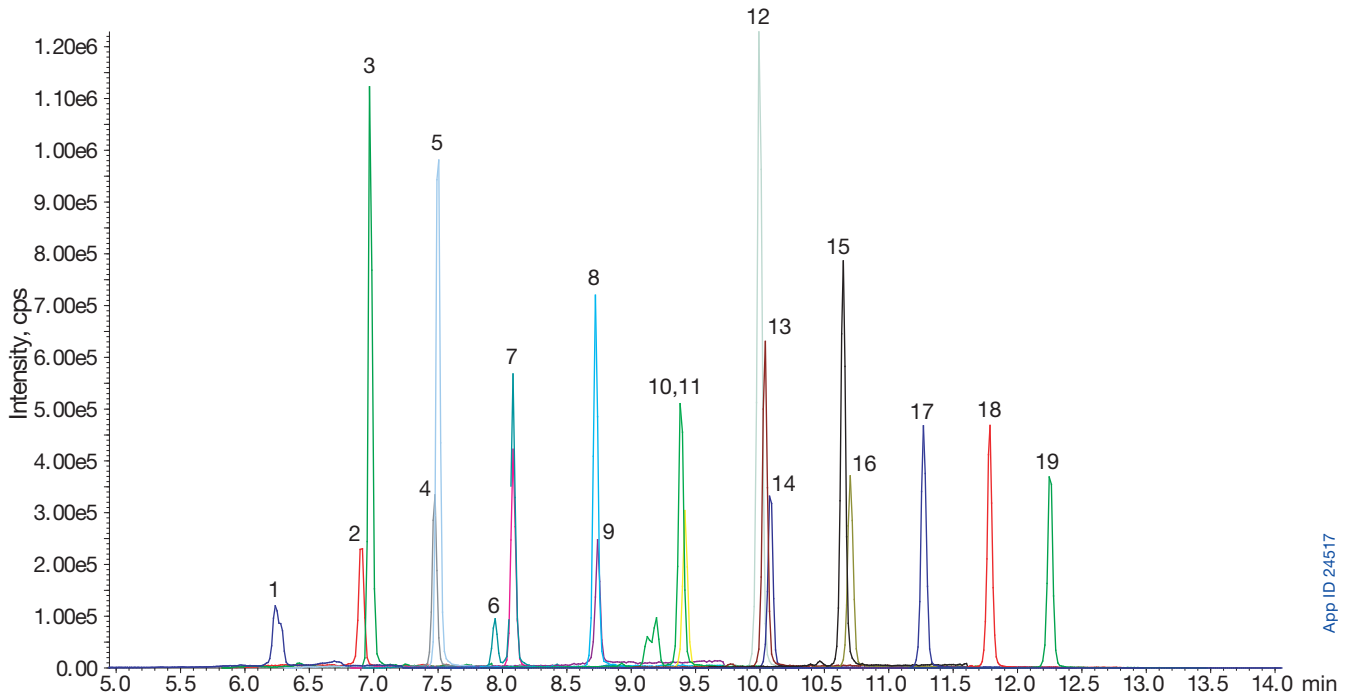
化合物	平均 % 回収率	% RSD
PFBA	91.7	0.76
PFPeA	86.3	6
PFHxA	89.4	1.2
PFHpA	93.1	2.9
PFOA	98.3	1.5
PFNA	93	1.6
PFDA	87.7	4.5
PFUdA	92.3	2.1
PFDoA	92.5	4.1
PFTrDA	88.2	2.1
PFTeDA	87.6	2.1
PFBS	86.3	2.1
PFPeS	96.2	3.2
PFHxS	81.3	5
PFHpS	92.3	2.6
PFOS	92.1	2.6
PFOSA	104.5	6.3
PFNS	89.8	6.8
PFDS	87.3	6.7

QUECHERS と LC-MS/MS を用いた
堆積物からの PFAS

roQ™ QuEChERS の詳細について
参照先: www.phenomenex.com/roQ



図 1
1 ng/g でスパイクした堆積物



結果と考察

QuEChERS はボルテックス支援固液抽出手順で、抽出、相分離、pH 調整のそれぞれに対してアセトニトリル、塩、緩衝剤を使用します。抽出は続いて、乾燥剤 ($MgSO_4$) と SPE 充填剤 (サンプルのクリーンアップ用 C18 や PSA など) を含有する分散固相抽出 (dSPE) チューブに移されます。

ここに示す改良された QuEChERS メソッドは、堆積物中の PFAS を特定するためのシンプルで効率的な費用効果の高い方法です。正確度と精度は、的を絞った分析対象物をスパイクした堆積物を 4 反復で評価しました。平均 % 回収率はすべて 80 ~ 120% の範囲内にあり、すべての分析対象物の % RSD は 10% 未満です (表 3)。報告限界値は、2.0 g 初期サンプル重量に基づき 0.05 ng/g 乾燥重量に設定されました。

結論

改良された QuEChERS メソッドを用いた堆積物抽出は、海洋や河川の堆積物マトリックスから 19 種類の PFAS を抽出する迅速で効果的かつ効率的な方法です。この手順は、サンプルの前処理時間、溶媒消費、および分析コスト全体を著しく最小限に抑えます。良好に確立された QuEChERS に対して、的を絞った分析対象物を受け入れるよう軽微な改良だけを行いました。抽出の優れた回収率と精度を達成し、メソッドの報告限界値は低い範囲の ng/g 内にあります。

参考文献

- Berlioz-Barbier, A., et al., Multi-residue analysis of emerging pollutants in sediment using QuEChERS-based extraction followed by LC-MS/MS analysis. *Analytical and Bioanalytical Chemistry* (2014) 406:1259-1266
- Estil S, et al., A. Rapid Extraction and Analysis of PPCPs from Sediments by QuEChERS and LC/MS/MS (2016) Phenomenex Application Note: TN-0099
- Estil S, et al, A. Rapid Extraction and Analysis of Steroids and Pyrethroids from Sediments by QuEChERS and LC/MS/MS (2016) Phenomenex Application Note: TN-0096 & TN-0098
- Estil S, et al, A. Rapid Extraction and Analysis of Pyrethroids from Sediments by QuEChERS and LC/MS/MS (2016) Phenomenex Application Note: TN-0098
- Roberts S, et al. Quantitation of PFAS in Water Samples using LC/MS/MS: Large Volume Direct Injection and Solid Phase Extraction (2016) SCI-EX Application Note Publication Number: RUO-MKT-02-4707-A
- Jahnke A, et al. Trace analysis of per- and polyfluorinated alkyl substances in various matrices – How do current methods perform? *Journal of Chromatography A* (2009) 1216: 410-421
- Ahrens et. al. Partitioning behavior of per- and polyfluoroalkyl compounds between pore water and sediment in two sediment cores from Tokyo Bay, Japan. *Environmental Science and Technology* (2009) 43: 6969-6975
- Long et. al. Quantification of Pharmaceuticals, Personal Care Products, and Perfluoroalkyl Substances in the Marine Sediments of Puget Sound, Washington, USA. *Environmental Toxicology and Chemistry* (2013) 32: 1701-1710

謝辞

このメソッドへの貢献に対して Syljohn Estil 氏とロサンゼルス郡衛生地区 (San Jose Creek Water Quality Laboratory) に深い謝意を表します。



廃棄物から資源への転換

水中の PFAS の定量

LC-MS/MS: 大量の直接注入と固相抽出



Simon Roberts¹, KC Hyland¹, Craig Butt², Scott Krepich³, Eric Redman⁴, および Christopher Borton¹

¹ SCIEX (Redwood City, CA), USA

² SCIEX (Framingham, MA), USA

³ Phenomenex (Torrance, CA), USA

⁴ TestAmerica Laboratories (Sacramento, CA), USA

概要

このアプリケーションノートでは、水性サンプル中のペルフルオロアルキル物質とポリフルオロアルキル物質 (PFAS) の定量方法を 2 つ示します。SCIEX® Triple Quad™ 5500 を用いた MS/MS 検出方法は 2 つのメソッド間で類似しますが、サンプルの前処理と注入量は著しく異なります。ここに示す最初のメソッドは、弱陰イオン交換固相抽出 (SPE) メソッドを利用し、分析用の水サンプルを 7.5 分間の HPLC グラジエントを用いて濃縮します。2 番目のメソッドは、17.5 分間の HPLC グラジエントを用いたメタノールによる水サンプルの希釈と 950 µL の希釈サンプルの直接注入を利用します。ラボベースの PFAS の汚染を軽減するためのポンプとオートサンプラーに対する特別な改良について示します。両メソッドとも、17 種類を超える PFAS に対して約 1 ~ 10 ng/L のレベルで正確な定量を達成しました。

はじめに

PFAS は、敷物類、調理器具、食品包装、火災抑制剤などのさまざまな工業製品や消費者製品の用途に重要な物理化学的特性を有する固有の化学物質です¹。化学的に PFAS は脂肪族構造であり、1 つ以上の C 原子を含有し、その C 原子上で H 置換基が F 原子で置換されています。分類と命名は一般的に、炭素鎖の長さに加え、カルボン酸、スルホン酸塩、ホスホン酸などの存在する特定の官能基に基づいています。PFAS の特性である化学的安定性と低反応性はさまざまな工業用途に好ましい反面、PFAS を水性環境において高度な耐分解性にもしています。さまざまな環境水源で確認される PFAS の典型的な濃度は、pg/L レベルから µg/L レベルの範囲です²。

PFAS 残留物へのヒトの暴露は、がんの発生率、肥満、内分泌系の乱れ、その他の健康への悪影響に関連しています^{3,4}。これら潜在的なリスクに対する認識により、このような化学物質へのヒトの暴露の発生源 (飲料水経由など) は人々の関心や科学的注目を引いています。PFAS は比較的高い水溶解度を示し、汚染水源から移動して生体内に蓄積する可能性があります。米国環境保護庁 (US EPA) は、水に選定する PFAS に関する健康勧告限界値 (70 ng/L のペルフルオロオクタン酸 (PFOA) など) を維持しますが、これらのレベルは、このような化学物質の極端な点源入力を経験する一部のエリアで超えられています⁵。



環境に驚異的な持続性の PFAS があり、飲料水やその他の環境経路を介して暴露されるヒト個体群に PFAS の既知の存在がある場合、正確で精度の高い低レベルの定量について能力を示すことは研究および試験ラボにとっては最も重要なことです。堅牢で定量的な分析方法は、MRM モニタリングを有する LC-MS/MS の特異性と感受性を利用します。ただし、このアッセイの主要な分析課題は、LC システム由来とサンプルの回収および分離中の汚染由来のバックグラウンド PFAS の防止と削減です。ここで示す 2 つの分析方法は、PFAS 汚染に対処するための戦略を使用します。これらの戦略には、分析ピークから汚染 PFAS ピークを分離するためのディレイカラムの使用、およびサンプル濃縮ステップ中に蓄積したバックグラウンドを削減しながら分析の感度の達成を意図した水性サンプルの大量注入の使用が含まれます。

実験用

HPLC システム

Shimadzu DGU-20A5 脱ガス装置付きの Shimadzu® LC-20ADXR バイナリーポンプはグラジエントクロマトグラフ条件を提供しました。Shimadzu ポンプ上と脱ガス装置上のすべてのフルオロエチレンポリマー (FEP) チューブを同様の外径寸法と内径寸法を有する PEEK チューブに置き換えました。Phenomenex Luna™ C18(2) カラム (表 1 に示す寸法) を、ポンプミキシングチャンパーとカラム (Shimadzu™ CTO-20AC カラムオープンを除く) の間に取り付けました。

このカラムは、ディレイカラムまたはホールドアップカラムとして機能して、ポンプと溶離液から発生する PFAS 汚染を分離しました。より長いおよび/またはより大きい直径の Luna™ C18(2) カラムを、濃厚に汚染されるシステムに取り付けて、汚染の漏出を防止しなければなりません。Shimadzu CTO-20AC カラムオープンは除きます。このカラムは、ディレイカラムまたはホールドアップカラムとして機能して、ポンプと溶離液から発生する PFAS 汚染を分離しました。より長いおよび/またはより大きい直径の Luna C18(2) カラムを、濃厚に汚染されるシステムに取り付けて、汚染の漏出を防止しなければなりません。

0.6 mL/min の Phenomenex Gemini™ C18 HPLC カラムを用いて、クロマトグラフ分離を実行しました (表 1)。Gemini C18 カラムをカラムオープンで 40°C まで加熱しました。リンス溶媒ライン、ニードルシール、サンプルホールドループからすべての FEP チューブを PEEK またはステンレス鋼に置き換えて、ダイナミックロード洗浄 (DLW) を有する PAL® HTC-xt オートサンプラーを改良しました。オートサンプラーのシリンジとサンプルホールドループをサンプルとサンプルの合間にメタノールと 1:1 メタノール/アセトニトリルで洗い流しました。

表 1.
メソッド 1 と 2 の LC カラム

	カラム	寸法
ディレイカラム	Phenomenex Luna C18(2)	5 µm; 30 x 2 mm
メソッド 1 の HPLC	Phenomenex Gemini C18	3 µm; 50 x 2 mm
メソッド 2 の HPLC	Phenomenex Gemini C18	3 µm; 100 x 3 mm

標準物質と内部標準物質 (IS)

PFAS の標準物質と内部標準物質を Wellington Laboratories (オンタリオ州ゲルフ) から入手し、Baker の HPLC グレードメタノールで前処理しました。96% メタノールと 4% 水で希釈して標準物質貯蔵溶液を前処理しました (Millipore® 水精製システムを用いて精製)。

サンプリングとサンプル前処理

米国のさまざまな水源から水サンプルを匿名で入手しました。サンプルは、分析まで 250 mL 高密度ポリエチレンボトルに 4°C の暗室に貯蔵しました。

メソッド 1: 固相抽出と 10 µL 注入

サロゲート標準物質の混合液 (25 ng) をサンプリングボトルの 250 mL 水サンプルに追加し、ISO 規格 251016 の推奨に従って弱陰イオン交換 SPE を用いて全量を抽出しました。10 mL メタノールと 0.3% NH₄OH を用いて空サンプル容器を洗い流してから、SPE チューブに追加して PFAS を溶出しました。抽出を蒸発乾固し、500 µL のメタノール/水 (80:20) で再構成し、分析のためにポリプロピレンバイアルに移しました。すべての標準物質とブランクも最終メタノール濃度 80% で前処理しました。

メソッド 1 では、1 分間のオートサンプラー注入サイクルを含めた、6.5 分間のグラジエントメソッド (表 2) を用いて、総実行時間 7.5 分間で標準物質とサンプルの 10 µL 注入を分析しました。20 mM 酢酸アンモニウムを含む水を“A”溶媒として使用し、メタノールを“B”溶媒として使用しました。

表 2.
流量 0.6 mL/min でのメソッド 1 の LC グラジエント

ステップ	時間 (分)	A (%)	B (%)
0	0.00	90	10
1	0.10	45	55
2	4.50	1	99
3	4.95	1	99
4	5.00	90	10
最終	6.50		

メソッド 2: 希釈と大量注入

0.65 mL のエタノールと最終濃度 50 ng/L のサロゲート標準物質の混合液を含むポリエチレン中隔キャップ付きの 2 mL 透明ガラスオートサンプラーバイアルに 1 mL 水のアリコートを追加しました。希釈サンプル中のメタノールの最終濃度は 40% で、標準物質、ブランク、品質の各対照サンプルはすべて同一濃度で前処理しました。950 µL の希釈サンプルと標準物質を注入するよう PAL HTC-xt オートサンプラーを改良しました。

メソッド 2 では、2 分間のオートサンプラー注入サイクルを含めた、延長 15.5 分間のグラジエントメソッド (表 3) を用いて、総実行時間 17.5 分間でサンプルを分析しました。20 mM 酢酸アンモニウムを含む水を“A”溶媒として使用し、メタノールを“B”溶媒として使用しました。

表 3. 流量 0.6 mL/min でのメソッド 2 の LC グラジエント

ステップ	時間 (分)	A (%)	B (%)
0	0.00	90	10
1	1.50	35	65
2	8.00	5	95
3	8.10	1	99
4	12.00	1	99
5	12.50	90	10
最終	15.50		

MS/MS 検出

Turbo V™ 源と ESI プローブを有する SCIEX® Triple Quad™ 5500 システムを負極性による分析に用いました。Analyst® Software の Compound Optimization (FIA) 機能を用いて、イオン源パラメーターを LC 条件向けに最適化しました (表 4)。

表 4.

パラメーター	値
カーテンガス (CUR)	35 psi
IonSpray 電圧 (IS)	-4500 V
温度 (TEM)	600°C
ネブライザーガス (GS1)	50 psi
ヒーターガス (GS2)	50 psi

1 つの特性の MRM 遷移を分析対象物および内部標準物質ごとにモニタリングしました (附表 1)。Scheduled MRM™ アルゴリズムをアクティブにして、60 秒の予想保持時間の間のみ化合物をモニタリングして、ドウェルタイムを最大化し、メソッドのサイクルタイムを最適化しました。結果として、校正内のすべてのピークがピークごとに 12 を超える点を含みました。メソッド 1 では、25、50、250、1000、2500、10000、20000 ng/L の各濃度で、メソッド 2 では、1、2、5、20、50、100、200 ng/L の各濃度で 7 点曲線を用いて校正を実行しました。定量は、1.0 ガウス平滑化と 1/x2 加重線形回帰を使用する MultiQuant™ 3.0.2 を用いて実行しました。一致する同位体のラベルが付けられたサロゲート標準物質を有する PFAS は同位体希釈を用いて定量化しました。これに対し、一致するサロゲート標準物質を有さない PFAS は、構造的に同様の同位体のラベルが付けられた標準物質を有する内部標準物質校正を用いて定量化しました (付録の図 1 に示す分析対象物と内部標準物質の完全リスト)。濃度因子 500 をメソッド 1 で分析されたサンプルに適用し、希釈因子 1.65 をメソッド 2 で分析されたサンプルに適用しました。

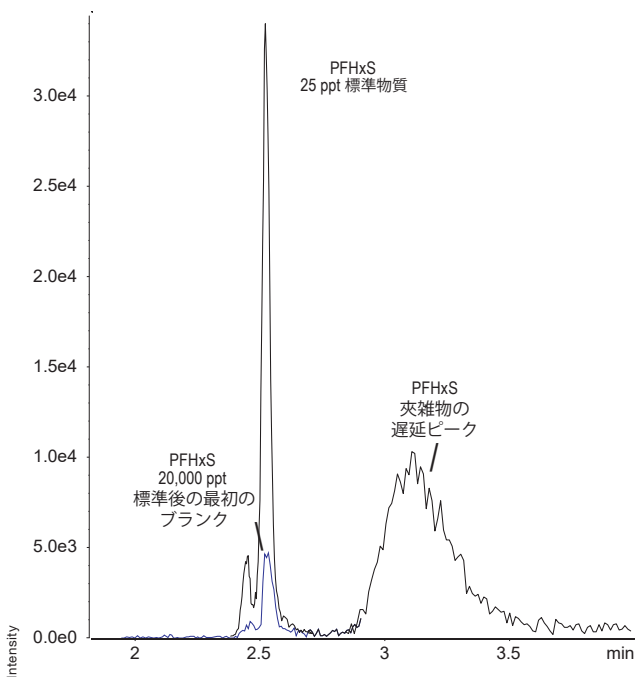
結果と考察

メソッド 1 のクロマトグラフィー

PFAS の強力な保持と予測可能な分解能に基づいて、Gemini™ C18 カラムを両メソッドのために選択しました。試験を行ったその他のすべてのカラムは、950 μL 注入メソッドの最適化中にカラムデッドボリュームで短鎖酸の漏出を示しました。その他のカラムよりも PFAS 汚染の良好な分離を提供したことを示した初回試験の後に、Luna™ C18(2) カラムを両メソッドのディレイカラムとして選択しました。PFAS では、サンプル分離中の潜在的な汚染または分析測定装置から発生する汚染のために、ブランク汚染が分析の主要な懸念事項です。図 1 は、最高校正標準物質 20,000 ng/L の注入直後に分析されたブランク内の PFHxS の 2.5 分での小さなキャリアオーバーピークを示します。

キャリアオーバーピークの面積は、メソッド 1 では、最高標準物質のわずか 0.078%、最低校正標準物質の 21% です (25 ng/L)。図 1 の 3.2 分での 2 番目のピークは、HPLC ポンプから発生する遅延した PFHxS 汚染に起因します。ディレイカラムがない場合、この汚染は代わりに分析カラムに焦点が当てられ、標準物質的なサンプルピークに加え、2.5 分で溶出します。

図 1. 最低校正標準物質 (25 ng/L) 内の PFHxS および最高濃度標準物質 (20 μg/L) 後のブランク注入に関するオーバーレイされた MRM トレース。校正標準物質トレースでの遅延ピークは、ディレイカラムが保持する周囲の LC システム汚染を表します。

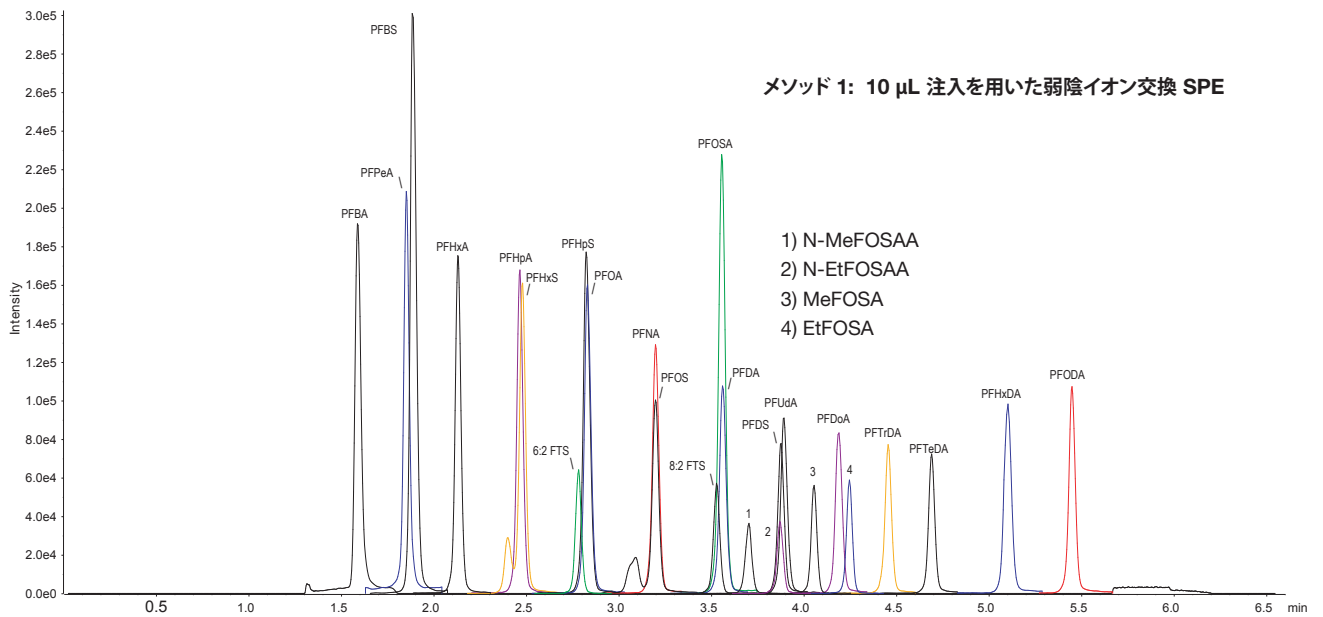


メソッド 1 では、50 x 2.0 mm の 3 μm Gemini C18 カラムを選択し、10 μL 注入量を利用しました。25 種類の PFAS のクロマトグラフ分離を図 2 に示します。

初回校正標準物質での最初の 2 つの溶出ピーク (PFBA と PFBS) の平均ピーク非対称因子は、メソッド 1 で MultiQuant 3.0.2 を用いて 1.3 と計算されました。これは、EPA 537 で設定された 0.8 ~ 1.5⁷ の受入基準内にあります。

分岐同位体と線形同位体の部分分割は、PFAS 分析で線形同位体だけを含むサンプル間または同位体混合物を含むサンプル間で区別するために必要です。図 2 に示すように、早期に溶出する分岐同位体は、標準物質内に分岐と線形の両方の同位体 (PFHxS と PFOS) を含有した 2 つの化合物の線形同位体に対応する主要ピークから明確に区別されます。ほとんどのメソッドは、これら 2 つのピークが定量のために合計されることを推奨します。これは、MultiQuant 3.0.2 を用いてこのアプリケーションノートで実行されました。

図 2. メソッド 1 を用いて注入された 1 µg/L 標準物質のオーバーレイされたクロマトグラム



メソッド 1 の校正

メソッド 1 の初回 7 点校正は、すべての点に対する予想値の +/- 30% の範囲内で良好な正確度を示し、最低校正物質の +/- 10% の範囲内で正確度を示し、 R^2 係数を 0.990 未満で示しました (表 5 を参照)。低校正物質の S/N 比と曲線の線形性に基づいて、校正範囲はダイナミックレンジを改善するために高レベルと低レベルの両方に延長できました。メソッド 1 を用いて分析された水サンプルは、図 3 に示すように、0.974 ~ 53.3 ng/L の範囲のいくつかの PFAS の濃度を示しました。

メソッド 2 のクロマトグラフィー

メソッド 2 は、飲料水サンプル、地表水サンプル、地下水サンプル向けに設計された大量のサンプルの直接注入メソッドです。サロゲート標準物質の添加とメタノールによる単純な希釈の後に、950 µL のサンプルを Gemini™ C18 カラムに直接注入しました。メソッド 1 と対照的に、より長く大きい直径カラムを用いて、大量注入での分析対象物の保持を向上させました。これは、より長い総実行時間 (7.5 分と比較した 17.5 分) をもたせましたが、大量注入と最小保持時間シフトに堅牢な結果を提供しました (図 4)。大量注入により劣化したピーク形状を示した唯一の化合物は PFBA でした。ただし、PFBA の幅広いピーク形状は、定量の正確度または精度には影響を及ぼしませんでした。

図 3. メソッド 1 を用いた水サンプル中の定量された PFAS のオーバーレイされたクロマトグラム (固相抽出と 10 µL 注入)。

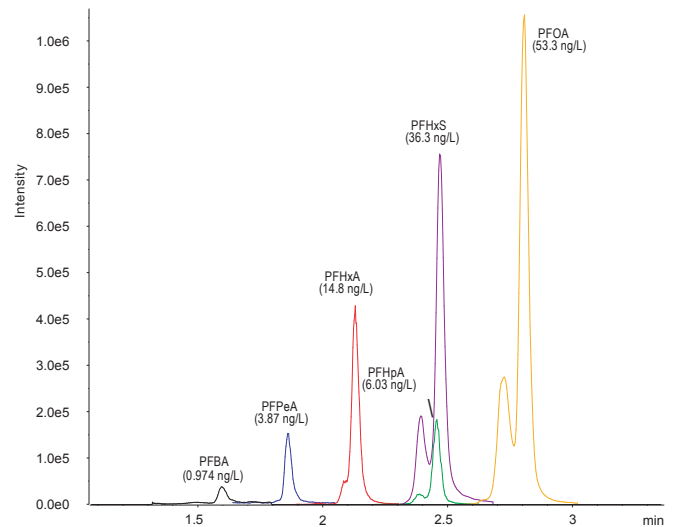


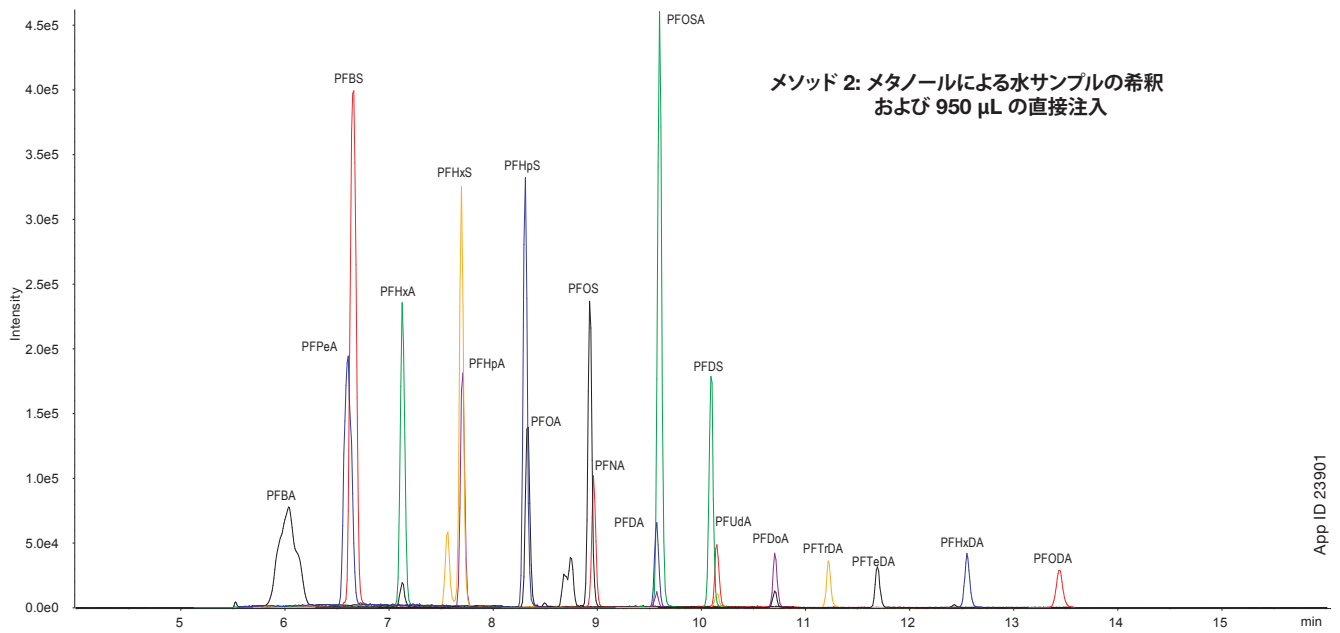
表 5. メソッド 1 とメソッド 2 のそれぞれを用いた、25 ~ 20,000 ng/L、および 1 ~ 200 ng/L の感度 (MultiQuant™ 3.0.2 を用いて算出された S/N) と線形性 (回帰係数、R²)。

化合物	メソッド 1				メソッド 2			
	校正範囲 (ng/L)	線形相関 (R ²)	25 ng/L 標準物質の S/N	25 ng/L 標準物質の正確度	校正範囲 (ng/L)	線形相関 (R ²)	1 ng/L 標準物質の S/N	1 ng/L 標準物質の正確度
PFCAs								
PFBA	25-20,000	0.997	108	104%	1-200	0.997	328	97%
PFPeA	25-20,000	0.998	88	103%	1-200	0.999	137	101%
PFHxA	25-20,000	0.998	104	93%	1-200	0.999	284	101%
PFHpA	25-20,000	0.999	116	101%	1-200	0.993	267	96%
PFOA	25-20,000	0.999	117	106%	1-200	0.999	113	99%
PFNA	25-20,000	0.990	91	109%	1-200	0.999	137	101%
PFDA	25-20,000	0.998	103	105%	1-200	0.997	176	96%
PFUdA	25-20,000	0.995	84	101%	1-200	0.998	168	99%
PFDoA	25-20,000	0.998	60	101%	1-200	0.994	127	94%
PFTrDA	25-20,000	0.998	32	104%	1-200	0.995	125	95%
PFTeDA	25-20,000	0.994	15	107%	1-200	0.998	56	98%
PFHxDA	25-20,000	0.999	21	103%	1-200			
PFODA	25-20,000	0.999	33	102%	1-200			
PFASs								
PFBS	25-20,000	0.995	31	92%	2-200	0.994	1178	100%
PFHxS	25-20,000	0.999	604	103%	1-200	0.998	229	96%
PFHpS	25-20,000	0.997	103	105%	1-200	0.999	327	99%
PFOS	25-20,000	0.995	312	105%	1-200	0.999	251	99%
PFDS	25-20,000	0.998	88	102%	1-200	0.999	516	98%
その他の PFAS								
6:2 FTS	25-20,000	0.991	100	98%				
8:2 FTS	25-20,000	0.992	113	97%				
PFOSA	25-20,000	0.997	118	104%	1-100	0.997	1012	96%
MeFOSA	25-20,000	0.996	96	103%				
EtFOSA	25-20,000	0.994	90	101%				
N-MeFOSAA	25-20,000	0.996	109	100%				
N-EtFOSAA	25-20,000	0.994	61	103%				

メソッド 1 と同様に、メソッド 2 でディレイカラムを用いることで装置からのブランク汚染を最初限に抑えました。ピペット操作ステップを減らし、使用前に溶媒のすべての新しいバッチを試験することで、サンプル前処理からのブランク汚染もメソッド 2 で最小限に抑えました。最高濃度サンプル (200 ng/L) 後の最初のブランクの統合エリアは、最低校正物質の 50% 未満でした。

例えば、200 ng/L 校正標準物質後に分析された最初のブランクのエリアは、図 5 に示すように、PFOA の 1 ng/L 標準物質のエリアの 22% でした。図 5 に示すその他のブランクは、PFOA に対するはるかに低い応答を示しました。これは、メソッドブランクのラボ汚染と装置ブランクの溶媒汚染の一因となる可能性があります。

図 4. メタノールにより希釈され、メソッド 2 に従って注入された地下水マトリックスへの 10 ng/L スパイクに関するオーバーレイされたクロマトグラム



一般的なサンプリング慣行に適合するために、メソッド 2 は、サンプル容器またはオートサンプラーバイアルから最長鎖の PFAS、PFHxDA、および PFODA を回収するには最適化されませんでした。短鎖 PFAS と比較したこれらの化合物の強力な疎水性のために、メタノール濃度が 40% 未満の場合、PFHxDA と PFODA が、ポリプロピレン容器に結合するために現れました。PFHxDA 分析と PFODA 分析の回収率と精度を向上させるこのメソッドの改良には、小サンプルの収集 (10-20 mL)、サンプリング容器でのメタノールによるサンプル全体の希釈、サンプリング容器へのサロゲート標準物質の直接追加を含めることができます。

水サンプルの直接分析は、EPA メソッド 537 での要件として飲料水サンプルに追加される、サンプル中の 5g/L Trizma® の存在によって損なわれます。Trizma は PFAS のイオン化を抑制し、注入後の数分間、カラムから徐々に溶出します。そのため、Trizma は、直接水性注入を用いて分析されるサンプルに追加してはなりません。メソッド 1 で実行したとおり、SPE と完全に適合性があります。

メソッド 2 の校正

メソッド 1 と同様に、メソッド 2 の初回校正結果は、すべての点に対する予想値の +/- 30% の範囲内で良好な正確度を示し、最低校正物質の +/- 10% の範囲内で正確度を示し、R² 係数を 0.990 未満で示しました (表 5 を参照)。メソッド 2 の開発では、6:2 と 8:2 の FTS、MeFOSA、EtFOSA、MeFOSAA、および EtFOSAA の校正標準物質は、全校正曲線では分析されませんでした。

図 5. メソッド 2 を用いて分析された 1 ng/L 校正標準物質と一連のブランク注入 (高濃度標準物質後のブランク注入、メソッドブランク、および校正標準物質前に分析される装置ブランク) のオーバーレイされた PFOA トレース。

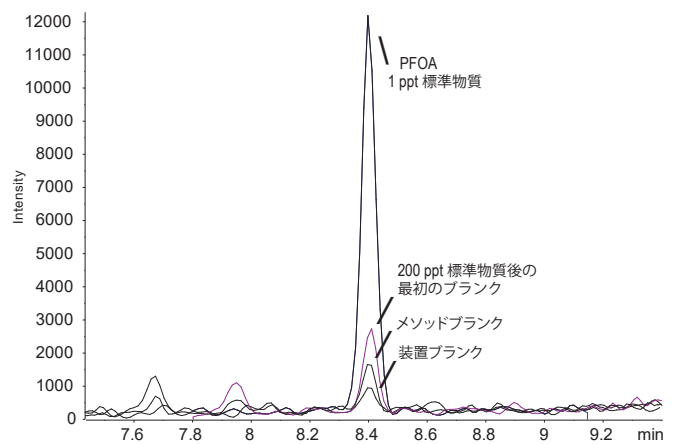
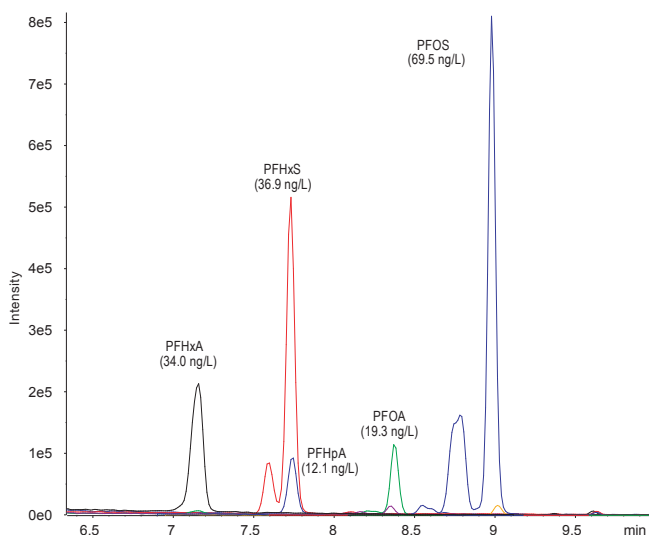


図 6. 地下水サンプルで検出された PFAS と各 PFAS の算出濃度のオーバーレイされた MRM トレース。サンプルはメソッド 2 を用いて前処理と分析を行いました。



メソッド 2 の性能

大量注入メソッドは、オフライン抽出メソッドに比べ、PFAS に対してあまり一般的ではないため、このアプリケーションノートでは、継続的水サンプルに対する 1 週間にわたる継続的校正標準物質の回収率と精度について報告し、メソッド 2 の堅牢性と精度を明らかにします。これら水サンプルの 1 つの中にあるいくつかの PFAS に対するクロマトグラムと定量した値を図 6 に示します。

表 6 に示すように、初回校正後の 1 週間で分析された 20 ng/L の継続的校正標準物質は、PFTrDA (81%) と PFBS (84%) を除くすべての化合物に対して 92 ~ 99% の定量的正確度を示しました。サロゲート標準物質の入手が困難なため、PFBS は内部標準物質に 18C2 PFHxS を用いて分析し、PFTrDA は 13C2 PFDoA を用いて分析しました。これら 2 つの化合物に対する同位体のラベルが付けられた正確なサロゲートが欠品していたことが、継続的校正標準物質の正確度が低下した一因であったと考えられます。

表 6 に示すように、フルタイムの水サンプル分析の 1 週間の間、20 ng/L の複製 9 個に対して継続的校正検証 (CCV) を分析しました。すべての PFAS に対する精度 (%CV) は 5% 未満でした。これは、大量注入に対する優れた精度を示します。初回校正中のサロゲート標準物質の応答で除算される 20 ng/L 継続的校正標準物質におけるサロゲート標準物質の応答として計算されたサロゲート回収率は、分析されたすべての PFAS に対して 73 ~ 120% の範囲内でした。

結論

このアプリケーションノートで報告した 2 つのメソッドは、SCIEX® Triple Quad™ 5500 システムを分析プラットフォームとして用いる最適な堅牢性のために設計されました。両メソッドは、土壌抽出、堆積物抽出、生物学的抽出を含めるよう拡張することができます。約 1 ng/L から 400 µg/L までの最小および最大の報告限界値を両方のメソッドで達成できました。メソッド 1 での抽出量の増加またはメソッド 2 でのさらなる希釈化によって、これらの範囲を拡張することができました。このアプリケーションノートに示すクロマトグラム例では、ここで分析したレベルよりも低い校正レベルを初回校正曲線に含めてメソッドの感度をさらに向上させることができました。

メソッド 1 には、EPA メソッド 537 と適合するメリットがあり、固相抽出を用いるサンプル濃縮が可能です。メソッド 2 には、最小限のサンプル前処理と少数ステップでラボベースの PFAS 汚染を取り込むメリットがあります。環境サンプルの PFAS 分析のニーズの高まりにより、これらの汎用的メソッドは、増え続ける PFAS リストの評価を目指すラボに有用となります。

表 6. メソッド 2 を用いた、初回校正後の 1 週間で分析された 20 ng/L CCV の正確度および初回校正後の 5 ~ 7 日間で分析された 20 ng/L CCV の複製 9 個の精度。

化合物	20 ng/L CCV の算出濃度	20 ng/L CCV の正確度	サロゲートの標準物質回収率	20 ng/L CCV 9 個の精度 (%CV)
PFCA's				
PFBA	19.4	96%	107%	1.50%
PFPeA	19.7	98%	107%	1.40%
PFHxA	19.7	99%	108%	2.26%
PFHpA	18.5	92%	103%	3.11%
PFOA	19.2	96%	105%	2.07%
PFNA	19.3	97%	107%	1.11%
PFDA	19.4	97%	107%	2.62%
PFUdA	18.8	94%	109%	2.90%
PFDoA	18.7	94%	99%	1.90%
PFTrDA	16.3	81%	99%	4.77%
PFTeDA	18.9	95%	73%	1.43%
その他の PFAS				
PFBS	16.8	84%	112%	2.65%
PFHxS	19.2	96%	112%	1.94%
PFHpS	19.4	97%	112%	3.85%
PFOS	18.8	94%	120%	2.62%
PFDS	18.6	93%	120%	2.69%
PFOSA	19.0	95%	112%	0.98%

付表 1. メソッド 1 と 2 の MRM 質量。分析対象物は太字で表示、内部標準物質は斜体で表示します。

化合物	Q1	Q3	DP	CE
PFBA	212.9	169	-25	-12
PFPeA	262.9	219	-20	-12
PFHxA	313	269	-25	-12
PFHpA	363	319	-25	-12
PFOA	413	369	-25	-14
PFNA	463	419	-25	-14
PFDA	513	469	-25	-16
PFUdA	563	519	-25	-18
PFDoA	613	569	-25	-18
PFTrDA	663	619	-25	-20
PFTeDA	713	669	-25	-22
PFHxDA	813	769	-25	-24
PFODA	913	869	-25	-26
PFBS	298.9	80	-55	-58
PFHxS	399	80	-60	-74
PFHpS	449	80	-65	-88
PFOS	449	80	-65	-108
PFDS	599	80	-85	-118
6:2 FTS	427	407	-50	-32
8:2 FTS	527	507	-50	-40
PFOSA	498	78	-60	-85
MeFOSA	512	169	-75	-37
EtFOSA	526	169	-75	-37
N-MeFOSAA	570	419	-40	-36
N-EtFOSAA	584	419	-50	-36
<i>13C4_PFBFA</i>	217	172	-25	-12
<i>13C5_PFPeA</i>	268	223	-20	-12
<i>13C2_PFHxA</i>	315	270	-25	-12
<i>13C4_PFHpA</i>	367	322	-25	-12
<i>13C2_PFOA</i>	415	370	-25	-14
<i>13C4_PFOA</i>	417	372	-25	-14
<i>13C5_PFNA</i>	468	423	-25	-14
<i>13C2_PFDA</i>	515	470	-25	-16
<i>13C2_PFUdA</i>	565	520	-25	-18
<i>13C2_PFDoA</i>	615	570	-25	-18
<i>13C2_PFTeDA</i>	715	670	-25	-22
<i>13C2_PFHxDA</i>	815	770	-25	-24
<i>18O2_PFHxS</i>	403	84	-65	-74
<i>13C4_PFOS</i>	503	80	-65	-108
<i>13C8_PFOSA</i>	506	78	-65	-85
<i>M2-6:2FTS</i>	429	409	-50	-32
<i>M2-8:2FTS</i>	529	509	-50	-40
<i>d3MeFOSA</i>	515	169	-75	-37
<i>d5EtFOSA</i>	531	169	-75	-37
<i>d3-MeFOSAA</i>	573	419	-40	-36
<i>d3-EtFOSAA</i>	589	419	-50	-36

参考文献

- Buck et al., Integr Environ Assess Manag. 2011, 7(4), 513-541
- Rahman, M. F.; Peldszus, S.; Anderson, W. B. Water Research 2014, 50, 318-340.
- Braun, J. M.; Chen, A.; Romano, M. E.; Calafat, A. M.; Webster, G. M.; Yoltan, K.; Lanphear, B. P. Obesity 2016, 24, 231-237.
- Barry, V.; Winquist, A.; Steenland, K. Environ. Health Perspect. 2013, 121 (11-12), 1313- 1318.
- Hu, X. C.; Andrews, D. Q.; Lindstrom, A. B.; Bruton, T. A.; Schaider, L. A.; Grandjean, P.; Lohmann, R.; Carignan, C. C.; Blum, A.; Balan, S. A.; Higgins, C. P.; Sunderland, E. M. Environ. Sci. Technol. Lett. 2016.
- ISO. 2009. Water quality – Determination of perfluorooctanesulfonate (PFOS) and perfluorooctanoate (PFOA) – Method for unfiltered samples using solid phase extraction and liquid chromatography/mass spectrometry. International Organization for Standardization, ISO 25101:2009 (TC 47/ SC 2). 19 pp.
- EPA Method 537 ‘Determination of Selected Perfluorinated Alkyl Acids in Drinking Water by Solid Phase Extraction and Liquid Chromatography / Tandem Mass Spectrometry LC/MS/MS’ version 1.1 (2009) http://www.epa.gov/microbes/documents/Method%20537_FI_NAL_rev1.1.pdf

謝辞

SCIEX は、このアプリケーションノートのために標準物質の分析を提供および実施して SCIEX にご協力いただいたことに対し、TestAmerica (カリフォルニア州サクラメント) に謝意を表します。SCIEX は、このアプリケーションノートおよびその他のメソッド開発の取り組みのために HPLC カラムと専門知識をご提供いただいたことに対し、Phenomenex (カリフォルニア州トランス) にも謝意を表します。

LC-MS/MS による ペルフルオロ化合物 (PFC) の分析

さまざまなオンライン SPE 充填剤の評価



David Schiessel¹ および Scott Krepich²

¹ BABCOCK Laboratories, Inc, 6100 Quail Valley Court, Riverside, CA 92507 USA

² Phenomenex, Inc., 411 Madrid Avenue., Torrance, CA 90501 USA

はじめに

オンライン SPE は、前に述べた「オフライン」の SPE 時間を回避し、サンプルのスループットを大幅に向上し⁴、はるかに小さいサンプル量で十分なため、オンライン SPE が水性マトリックスの分析に優れた技法であることが示されました。さらに、より多くの注入量のために同様に高感度でもあります。このアプリケーション向けの 3 つの異なるオンライン SPE 充填剤 (Strata™ C18-E, Strata-X、および Strata-X-AW) について性能を評価しました。4 つの PFC 分析対象物クラス (ペルフルオロアルキル酸 (PFSA)、ペルフルオロスルホン酸塩 (PFSA)、ペルフルオロスルホンアミド酢酸 (FOSAA)、およびフルオロテトラメチルスルホン酸塩 (FTS)) を評価しました。感度、正確度、精度に加え、各充填剤の良い点と悪い点についてデータを示します。

試料および方法

試料

LC カラム: Kinetex® 5 µm EVO C18 100A

寸法: 100 x 2.1 mm

製品番号: [00D-4633-AN](#)

ガードカラム: SecurityGuard™ ULTRA Cartridges

製品番号: [AJO-9298](#)

オンライン SPE: Strata-X-AW 33 µm Polymeric Weak Anion-Exchange

寸法: 20 x 2.0 mm

製品番号: [00M-S038-B0-CB](#)

オンライン SPE カートリッジホルダー: 20 mm Cartridge Holder

製品番号: [CHO-5845](#)

サンプルフィルター: Phenex™ Glass Fiber 1.2 µm 28 mm

製品番号: [AF0-8515-12](#)

サンプル前処理手順

1. サンプルをポリプロピレンボトルに集め、0.5 g/L Trizma® で保存します。
2. 10 mL アリコート濃度 50 ng/L のサロゲートでスパイクします。
3. 必要なら、1.2 µm ガラス繊維シリンジフィルターに適合する 10 mL シリンジを用いてろ過します。
4. ろ過したサンプルを 50 ng/L の内部標準物質でスパイクします。
5. ろ過したサンプルをロードし、5.0 mL 注入量を用いて分析します。
6. オンライン SPE は完全自動です。サンプルの洗浄ステップ (2.1 ~ 4.1 分間) を含み、メディアから Trizma 保存剤を洗い流します。

測定装置

LC ポンプ 1: Thermo Accela® 1200、流量 300 µL/min

LC ポンプ 2: Thermo Accela 600 (流量については表を参照)

オートサンプラーのパラメーター: 移送時間 250 秒、

溶出時間 290 秒

質量分析計: Thermo TSQ Quantum Ultra

LC-MS/MS 条件

カラム: Kinetex® 5 µm EVO C18 100Å

寸法: 100 x 2.1 mm

製品番号: [00D-4633-AN](#)

移動相: A: 0.4% v/v Ammonium Hydroxide in Water

B: Methanol

グラジエント: Time (min) % B

0 90

3.1 20

4.5 20

6.1 90

11 90

14 90

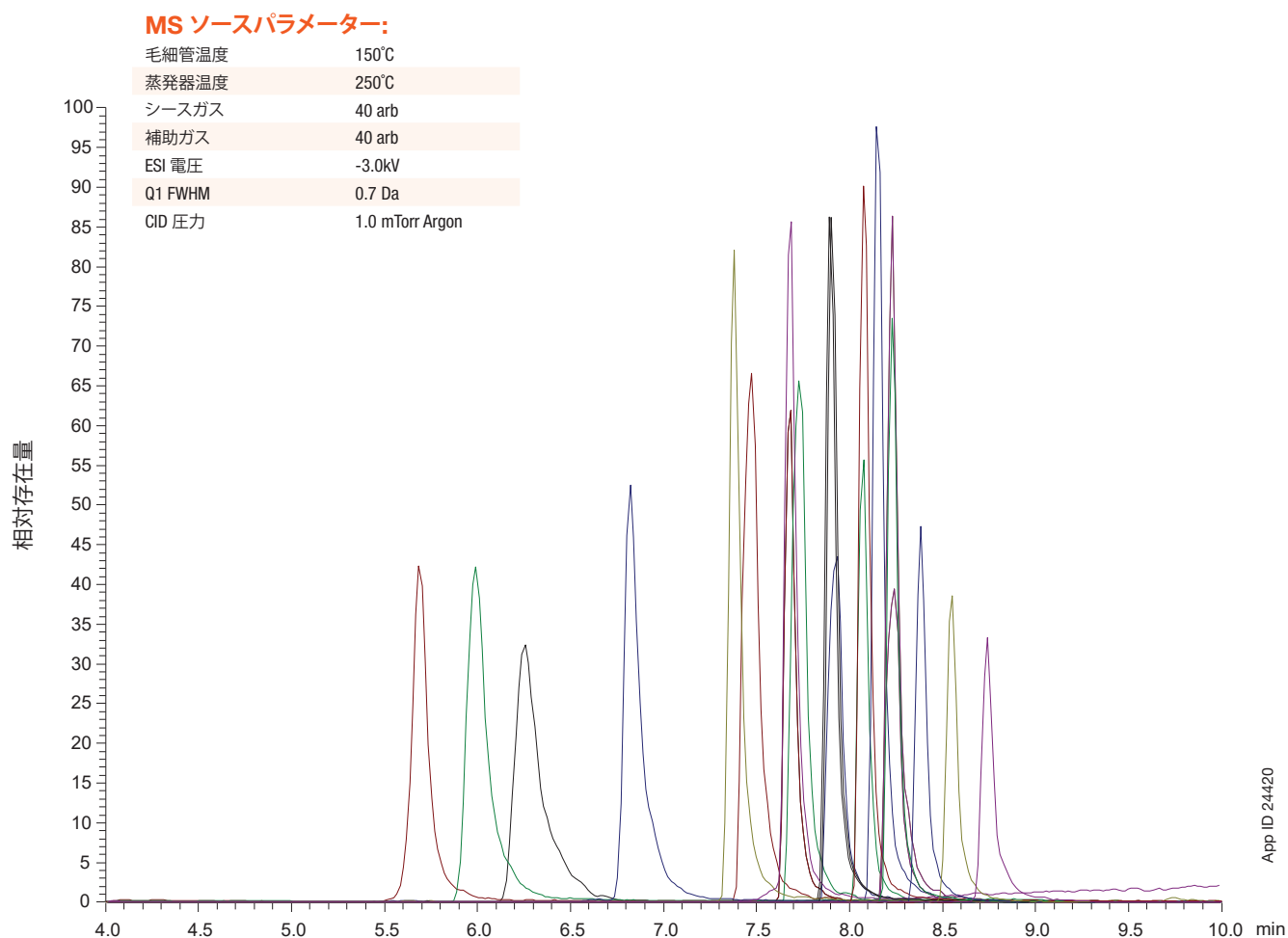
流量: 0.3 mL/min

注入: 5.0 mL

温度: Ambient

検出器: Thermo TSQ Quantum® Ultra QQQ (MS/MS)

HPLC システム: Thermo Accela 1250



LC グラジエント (ポンプ 1)

時間	水	MeOH	0.4% NH ₃
0.00	0	90	10
3.10	20	20	60
4.50	20	20	60
6.10	0	90	10
11.00	0	90	10
14.00	0	90	10

注記: 溶離液で PFOA を減らすために、MeOH を 90% に維持しながら、オンライン SPE にサンプルをロードし、続いて、オンライン SPE 溶出の前に 1 分間、MeOH を 20% まで下げました。

オンライン SPE プログラム (ポンプ 2)

時間	水	MeOH	ACN	流量 mL/min	コメント
0.00	100	0	0	2.5	サンプルロード
2.00	100	0	0	2.5	サンプルロード
2.10	100	0	0	2.5	SPE 洗浄
4.10	100	0	0	2.5	SPE 洗浄
4.11	30	70	0	0	アイドリング (LC への溶出)
9.00	30	70	0	0	アイドリング (LC への溶出)
9.01	0	0	100	2.0	ACN 洗浄
9.49	0	0	100	2.0	ACN 洗浄
9.50	2.0	98	0	3.0	MeOH 洗浄
11.50	2.0	98	0	3.0	MeOH 洗浄
11.51	100	0	0	3.0	条件: 水
14.00	100	0	0	3.0	条件: 水

化学物質略号: メタノール (MeOH); アセトニトリル (ACN); アンモニア (NH₃); 水酸化アンモニウム (NH₄OH); 酢酸アンモニウム (NH₄OAc)

**オンライン SPE は以下で
利用できます**

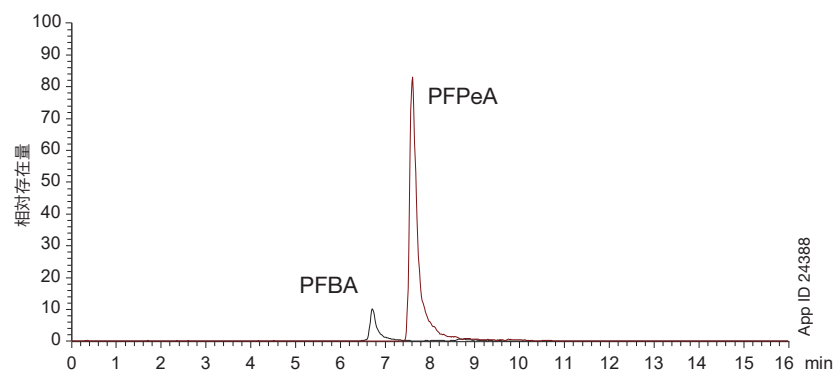
- Strata C18, C8
- Strata-X, X-C, X-CW, X-A, X-AW

表 1.
評価済みオンライン SPE および HPLC 条件の性能

オプション	カラム	Strata™ SPE 充填剤固定相	サンプル pH	SPE コンディショ ニング pH	溶離液*	PFBA / PFPeA %	形状
1	Kinetex® EVO C18 5 μm 100 x 2.1 mm	X-AW	Trizma® (pH=7)	中性	0.24-0.04% NH ₃	100	大変良い
2	Kinetex EVO C18 5 μm 50 x 2.1 mm	X-AW	中性	中性	0.04% NH ₃	106	大変悪い
3	Kinetex EVO C18 5 μm 50 x 2.1 mm	X-AW	中性	中性	0.24-0.04% NH ₃	76	普通
4	Kinetex EVO C18 5 μm 50 x 2.1 mm	X-AW	酸性	中性	0.02% Formic Acid	13	普通
5	Luna™ Omega C18 1.6 μm 50 x 2.1 mm	C18	中性	中性	2 mM NH ₄ OAc	<1	—
6	Luna Omega C18 1.6 μm 50 x 2.1 mm	C18	酸性 (pH=2)	酸性 (pH=2)	0.02% Formic Acid	22	大変悪い
7	Luna Omega C18 1.6 μm 50 x 2.1 mm	C18	酸性 (pH=2)	酸性 (pH=2)	2 mM NH ₄ OAc	11	普通
8	Luna Omega C18 1.6 μm 50 x 2.1 mm	C18	中性	酸性 (pH=2)	2 mM NH ₄ OAc	11	普通
9	Luna Omega C18 1.6 μm 50 x 2.1 mm	X	中性	中性	2 mM NH ₄ OAc	5.9	悪い
10	Luna Omega C18 1.6 μm 50 x 2.1 mm	X	酸性	中性	2 mM NH ₄ OAc	5.1	悪い

* 注記: すべての溶離液は、溶出用にメタノール増加のグラジエントを用いました。

図 1.
Luna Omega C18 LC カラムにオンライン SPE C18-E 充填剤と 2.0 mM 酢酸アンモニウム
移動相修飾剤を用いた



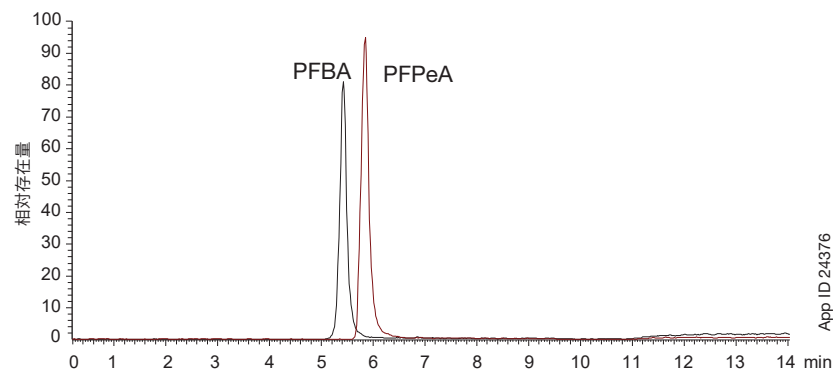
LC-MS/MS 条件

カラム: Luna Omega 1.6 μm C18 100Å
 寸法: 50 x 2.1 mm
 製品番号: [00B-4742-AN](#)
 移動相: A: 2 mM Ammonium acetate in Water
 B: Methanol
 グラジエント:

Time (min)	% B
0	40
4.1	40
6.1	90
13	90
13.01	40
16	40

 流量: 0.2 mL/min
 注入: 5 mL
 検出器: Thermo TSQ Quantum® Ultra QQQ (ms/ms)
 HPLC システム: Thermo Accela® 1250

図 2.
Kinetex C18 EVO LC カラムにオンライン SPE Strata-X-AW 充填剤と 0.4 ~ 0.8% アンモニア
移動相修飾剤を用いた (最終条件)



LC-MS/MS 条件

カラム: Kinetex 5 μm EVO C18 100Å
 寸法: 100 x 2.1 mm
 製品番号: [00D-4633-AN](#)
 移動相: A: 0.4% v/v Ammonium Hydroxide in Water
 B: Methanol
 グラジエント:

Time (min)	% B
0	90
3.1	20
4.5	20
6.1	90
11	90
14	90

 流量: 0.3 mL/min
 注入: 5 mL
 温度: Ambient
 検出器: Thermo TSQ Quantum Ultra QQQ (ms/ms)
 HPLC システム: Thermo Accela 1250

図 3. 移動相内の塩基濃度の増加による分析対象物 (PFBA と PFPeA) のより効率的な溶出を示す 0.04% NH₃ (左) と 0.24% NH₃ (右) の溶出強度。

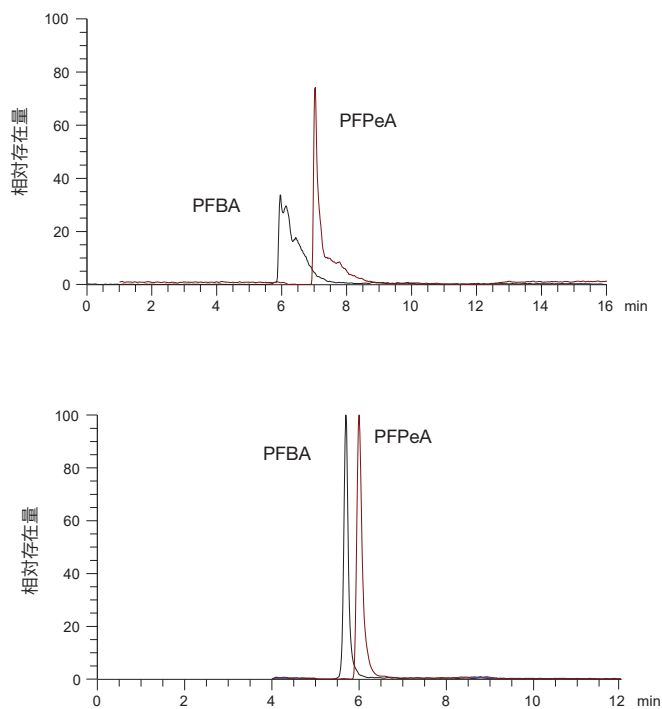


図 4. 長鎖 PFC の回収に対するフィルタリングの効果

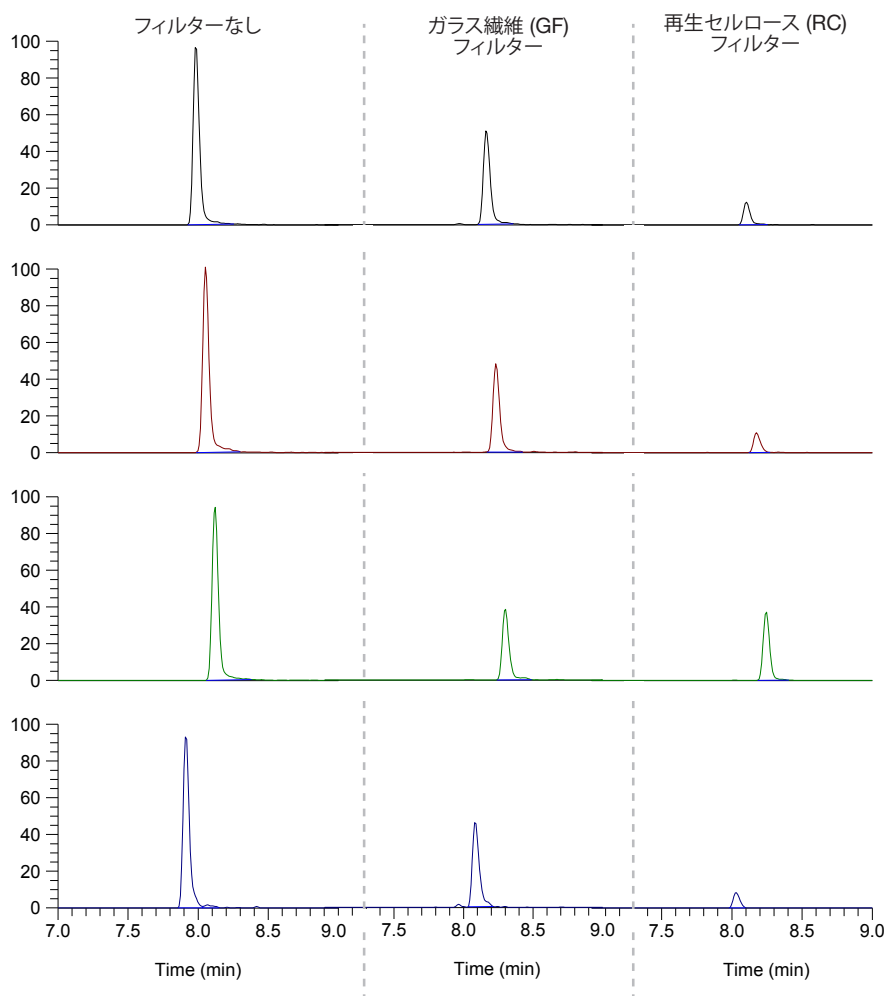
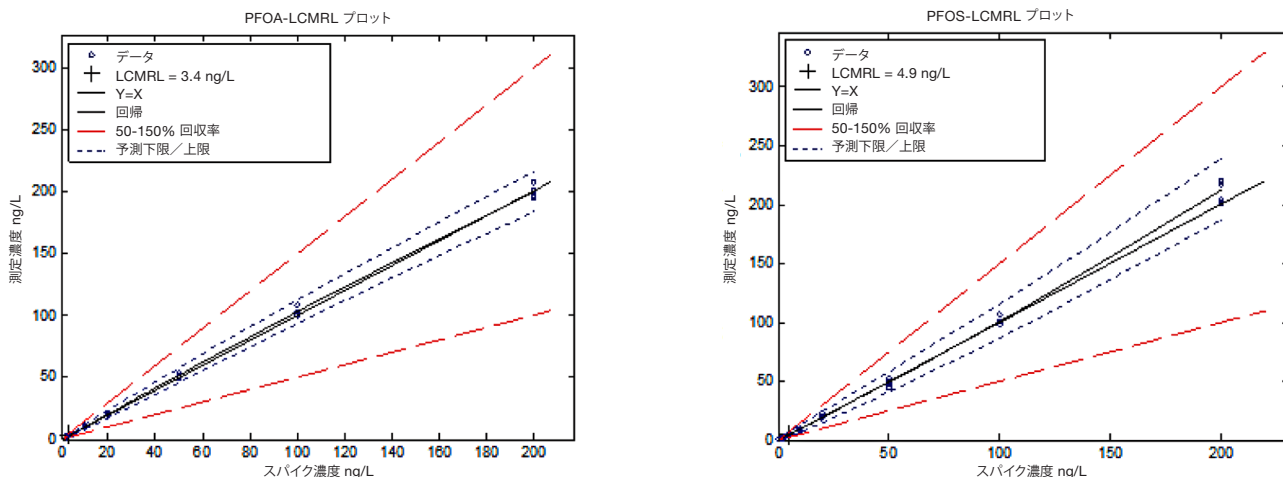


図 5. 予測限界に対するデータの関係を示す PFOA と PFOS の LCMRL プロット。LCMRL は、50 ~ 150% 基準を有する上側と下側の予測限界交点の最も高い値です。



結果と考察

最初の目標の 1 つは、的を絞った分析対象物を取り扱う最適な SPE 充填剤を見つけることでした。表 1 は、調査したオプションをまとめています。最も早く溶出する (最低分子量) 分析対象物が SPE 性能の指標であったことが開発中にすぐに明らかになりました。そのため、EPA メソッド 537 と同様にデータ品質目標を満たすために、ピーク形状に加え、PFBA と PFPeA の相対的な応答を表にしました。最初の 2 つの溶出ピークのピーク形状は、ピーク非対称因子の要件を有する EPA メソッド 537 で対処されます。Trizma 保存剤がわずかであるが PFPeA と比較して PFBA を改善したことに注目する必要があります (表の行 1 と行 3)。

使用した同じ溶出条件 (メタノールと 2.0 mM NH₄OAc) で、Strata™ for C18 または Strata-X オンライン SPE が Strata-X-AW 上で有効に働くことができなかったことが実験的に確認されました。弱陰イオン交換 (高い pH 溶出) に用いたメカニズムは、C18 を用いたメカニズムとまったく異なります。一般に高い pH で操作できない、標準シリカ C18 分析カラムとオンライン SPE に対する制限のために、別のアプローチを選択しました。選択した分析カラムは、拡張された pH 操作性範囲により、Kinetex® EVO C18 50 x 2.1 mm でした。分析システムを比較する場合、これは保持時間の相違をもたらします。この理由およびエレクトロスプレーイオン化に関連するばらつきのために、応答は、性能を評価する別の分析対象物と比較して評価しました。

Strata-X-AW は、中小鎖 PFC の捕集で著しい向上を実現しました。図 1 は、C18 オンライン SPE カートリッジと 2.0 mM 酢酸アンモニウムを用いた PFBA (6.71 min) と PFPeA (7.61 min) のクロマトグラムを示します。C18 を用いた NPFBA の応答は、PFPeA の応答の 11% ですが、この値は、Strata-X-AW を用いると、76% に著しく上昇します (図 2)。これは、サンプルを酸化したとしても、中小有機酸に C18 を用いる場合の単なる限界であると思われる。同じ効果をスルホン酸塩 PFBS と PFHxS に対しても観察しましたが、それほど重要なことではありません。

調査したこの分析の別の側面は、水性サンプルをろ過する能力でした。これは、メソッドが水性土壌抽出に適応できるか否かに対して直接的な影響を有します。2 つのタイプのフィルター、ガラス繊維 (Phenex™ GF) と再生セルロース (Phenex RC) を評価しました。フィルタリングが分析対象物に及ぼす最も大きな影響は、PFDoDA、PFTrDA、PFTeDA、PFDS などの長鎖 PFC に関係します。図 4 は、フィルターなし、ガラス繊維フィルター、再生セルロースフィルター (左から右へ) の比較を示します。

結論

広範囲の分析対象物に対して性能のバランスを取るため、Strata-X-AW は、特に短鎖 PFC を対象にする場合に、最も堅牢なオンライン SPE を提供します。Strata-X-AW を用いる EPA メソッド 537 の方法論と比較して性能を評価するために、LCMRL (最低濃度の最小報告レベル) 研究を Trizma で保存された水で実行し、50 ~ 150% の正確度を信頼性 99% で達成できる最低濃度を特定しました。さらに、DL (検出限界) 研究を実行して、正確度の制限がない信頼性 99% で分析対象物を検出できる最低濃度を特定しました。この研究結果を EPA メソッド 537 の結果と共に表 2 に示します。

評価された 3 つの SPE 充填剤はすべて PFC 分析に使用される可能性があり、さらに Strata-X-AW は、最も広範囲の分析対象物クラスに対して著しく向上した回収率を示します。弱陰イオン交換を用いるオフライン SPE がその他のマトリックスでかなり堅牢であることを考えれば、これは驚くことではありません^{2,3}。ただし、PFOA や PFOS などの特定の優先度の PFC だけを必要とする場合は、C18 が十分なピーク形状と回収率を提供します。このシステムで注意することの 1 つは、ギ酸を用いてサンプル pH を 2 に調整し、0.2% ギ酸を用いて充填剤をコンディショニングする必要があることです。これは、分析対象物をプロトン化して捕集するために十分な強度を提供します。

表 2.
オンライン SPE (Strata™-X-AW) メソッドと EPA メソッド 537 の性能比較

分析対象物	On-line SPE LCMRL	On-line SPE DL	EPA 537 LCMRL*	EPA 537 DL**
PFBA	9.8	1.4	-	-
PFPeA	5.9	0.9	-	-
PFHxA	1.4	0.9	2.9	1.6
PFHpA	5.0	0.5	3.8	0.5
PFOA	3.4	2.0	5.1	1.7
PFNA	3.5	0.8	5.5	0.7
PFDA	11	1.2	3.8	0.7
PFUnDA	14	1.2	6.9	2.8
PFDaA	17	2.5	3.5	1.1
PFTrDA	12	3.3	3.8	2.2
PFTeDA	12	2.1	4.7	1.7
PFBS	6.3	1.6	3.7	3.1
PFHxS	5.5	1.5	8.0	2.0
PFHpS	6.5	1.8	-	-
PFOS	4.9	3.2	6.5	1.4
PFDS	11	4.5	-	-
6:2-FTS	4.1	0.8	-	-
8:2-FTS	5.1	1.7	-	-
N-MeFOSAA	14	2.7	14	6.5
N-EtFOSAA	12	3.2	14	4.2

* LCMRL は、最低濃度の最小報告レベルを表します⁶

** DL は、検出限界を表します⁶

Kinetex® EVO C18 コアシェルのような、より高い pH に対応できる分析 LC カラムの出現により、弱陰イオン交換オンライン SPE を適切な分析カラムと対にすることが可能になりました。さらに、MS と対にした場合、その揮発性のために、溶離液でアンモニア水を使用しても阻害要因にはなりません。予備データは、アンモニアが酢酸アンモニウムよりも良好なイオン化を実現することを示します。ガラス繊維フィルターは、性能に悪影響を与えずにサンプルをろ過できます。これにより、メソッドの適用性が大幅に拡大することが可能になります。例えば、土壌から PFC を抽出する方法の 1 つは、メタノールを使用した後に SPE クリーンアップを行います⁵。大量 (0.5 ~ 1.0 mL) のメタノールをガラス繊維を用いてろ過し、水で希釈して、上述した Strata-X-AW を用いて前濃縮できる可能性は十分にあります。予備試験では、高有機物が最も小さい酸 (PFBA) に影響を及ぼし始める前に、最大 10% メタノールを Strata-X-AW に注入できることを示します。

参考文献

1. EPA Method 537 v1.1, Determination Of Selected Perfluorinated Alkyl Acids In Drinking Water By Solid Phase Extraction And Liquid Chromatography/Tandem Mass Spectrometry (LC/MS/MS), September 2009.
2. Zhang Y, Tan D, Geng Y, et al. Perfluorinated Compounds in Greenhouse and Open Agricultural Producing Areas of Three Provinces of China: Levels, Sources and Risk Assessment. Ahmed W, Beale DJ, eds. International Journal of Environmental Research and Public Health. 2016;13(12):1224. doi:10.3390/ijerph13121224.
3. Yamazaki, Eriko, Sachi Taniyasu, Kodai Shimamura, Shunya Sasaki, and Nobuyoshi Yamashita. "Development of a Solid-Phase Extraction Method for the Trace Analysis of Perfluoroalkyl Substances in Open-Ocean Water." *Bunseki Kagaku* 64, no. 10 (2015): 759–68. doi:10.2116/bunsekikagaku.64.759.
4. Bersuker, I.B. *Electronic Structure and Properties of Transition Metal Compounds: Introduction to the Theory*; Wiley & Sons: New York, 1996; Chapter
4. EPA Method 543 v1.0, Determination of Selected Organic Chemicals in Drinking Water by On-line Solid Phase Extraction - Liquid Chromatography/Tandem Mass Spectrometry (On-line SPE - LC/MS/MS), March 2015.
5. Strynar, Mark J., Andrew B. Lindstrom, Shoji F. Nakayama, Peter P. Egeghy, and Laurence J. Helfant. "Pilot Scale Application of a Method for the Analysis of Perfluorinated Compounds in Surface Soils." *Chemosphere* 86, no. 3 (January 2012): 252–57. doi:10.1016/j.chemosphere.2011.09.036.
6. Martin, John J., Stephen D. Winslow, and David J. Munch. "A New Approach to Drinking-Water-Quality Data: Lowest-Concentration Minimum Reporting Level." *Environmental Science & Technology* 41, no. 3 (February 2007): 677–81. doi:10.1021/es072456n

謝辞

このアプリケーションに対する開発と貢献に対して David Schiessel 氏と BABCOCK Laboratories に心より謝意を表します。



BABCOCK Laboratories, Inc.
The Standard of Excellence for Over 100 Years



お客様と共に メソッドを開発

サンプル前処理メソッドをお客様自身で開発または実行する時間的余裕がない場合でも大丈夫です。当社フルサービスの分析サポートラボがお客様に代わって行います。

www.phenomenex.com/PhenoLogix



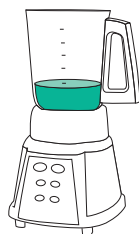
QuEChERS



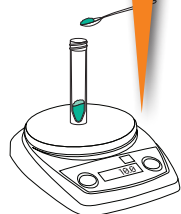
QuEChERS、迅速かつ簡単なサンプル前処理選択

ステップ 1

抽出



分析対象の果物
または野菜を混ぜる



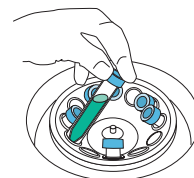
混ぜたサンプルの
重さを計量する。



塩とアセトニトリルを
加える。



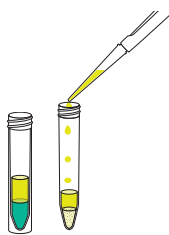
チューブを 1 分間
シェイクする。



チューブを 5 分間
遠心分離機にかける。

ステップ 2

クリーンアップ / dSPE

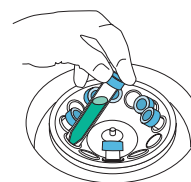


抽出手順で得られた上澄み液を
roQ dSPE チューブに加える。

漏れやすいチューブは
避けること。当社の
チューブは完全密封設計



dSPE チューブを 30 秒間
シェイクする。



dSPE チューブを 5 分間
遠心分離機にかける。

roQ 抽出キット

抽出キットには、注ぎ込みが容易な塩パケットと 50 mL 単体の遠心分離チューブがそれぞれ 50 個入っています。

説明	入数	製品番号
AOAC 2007.01 Method Extraction Kits		
6.0 g MgSO ₄ , 1.5 g NaOAc	50/pk	KS0-8911*
EN 15662 Method Extraction Kits		
4.0 g MgSO ₄ , 1.0 g NaCl, 1.0 g SCTD, 0.5 g SCDS	50/pk	KS0-8909*
Original Non-buffered Method Extraction Kits		
4.0 g MgSO ₄ , 1.0 g NaCl	50/pk	KS0-8910
6.0 g MgSO ₄ , 1.5 g NaCl	50/pk	KS0-8912

*AOAC および EN 抽出キットは、従来の鏝なし 50 mL 遠心分離チューブ (製品番号: [KS0-8911-NC](#) および [KS0-8909-NC](#)) でも利用できます。

roQ™ QuEChERS の詳細について
参照先: www.phenomenex.com/roQ

roQ dSPE キット

dSPE キットには、2 mL または 15 mL の遠心分離チューブ内部に計量済みの充填剤 / 塩が入っています。

説明	入数	製品番号
2 mL dSPE Kits		
150 mg MgSO ₄ , 25 mg PSA, 25 mg C18E	100/pk	KS0-8913
150 mg MgSO ₄ , 25 mg PSA, 2.5 mg GCB	100/pk	KS0-8914
150 mg, MgSO ₄ , 25 mg PSA, 7.5 mg GCB	100/pk	KS0-8915
150 mg MgSO ₄ , 25 mg PSA	100/pk	KS0-8916
150 mg MgSO ₄ , 50 mg PSA, 50 mg C18E, 50 mg GCB	100/pk	KS0-8917
150 mg MgSO ₄ , 50 mg PSA, 50 mg C18E	100/pk	KS0-8918
150 mg MgSO ₄ , 50 mg PSA, 50 mg GCB	100/pk	KS0-8919
150 mg MgSO ₄ , 50 mg PSA	100/pk	KS0-8920
15 mL dSPE Kits		
900 mg MgSO ₄ , 150 mg PSA, 150 mg C18E	100/pk	KS0-8921
900 mg MgSO ₄ , 150 mg PSA, 15 mg GCB	100/pk	KS0-8922
900 mg MgSO ₄ , 150 mg PSA, 45 mg GCB	100/pk	KS0-8923
900 mg MgSO ₄ , 150 mg PSA	100/pk	KS0-8924
1200 mg MgSO ₄ , 400 mg PSA, 400 mg C18E, 400 mg GCB	100/pk	KS0-8925
1200 mg MgSO ₄ , 400 mg PSA, 400 mg C18E	100/pk	KS0-8926
1200 mg MgSO ₄ , 400 mg PSA, 400 mg GCB	100/pk	KS0-8927
1200 mg MgSO ₄ , 400 mg PSA	100/pk	KS0-8928

固相抽出 (SPE)



Strata シリカ系充填剤

チューブ	1 mL (100/box)		3 mL (50/box)			6 mL (30/box)		
	50 mg	100 mg	100 mg	200 mg	500 mg	200 mg	500 mg	1 g
C18-E	8B-S001-DAK	8B-S001-EAK	8B-S001-EBJ	8B-S001-FBJ	8B-S001-HBJ	8B-S001-FCH	8B-S001-HCH	8B-S001-JCH
C18-U	—	8B-S002-EAK	—	8B-S002-FBJ	8B-S002-HBJ	—	8B-S002-HCH	8B-S002-JCH
C18-T	—	8B-S004-EAK	—	8B-S004-FBJ	8B-S004-HBJ	—	8B-S004-HCH	8B-S004-JCH
C8	—	8B-S005-EAK	—	8B-S005-FBJ	8B-S005-HBJ	—	8B-S005-HCH	8B-S005-JCH
Phenyl	—	8B-S006-EAK	—	8B-S006-FBJ	8B-S006-HBJ	—	8B-S006-HCH	8B-S006-JCH
SCX	—	8B-S010-EAK	8B-S010-EBJ	8B-S010-FBJ	8B-S010-HBJ	—	8B-S010-HCH	8B-S010-JCH
WCX	—	8B-S027-EAK	—	8B-S027-FBJ	8B-S027-HBJ	—	8B-S027-HCH	8B-S027-JCH
SAX	—	8B-S008-EAK	8B-S008-EBJ	8B-S008-FBJ	8B-S008-HBJ	—	8B-S008-HCH	8B-S008-JCH
NH ₂	—	8B-S009-EAK	—	8B-S009-FBJ	8B-S009-HBJ	—	8B-S009-HCH	8B-S009-JCH
CN	—	8B-S007-EAK	—	8B-S007-FBJ	8B-S007-HBJ	—	8B-S007-HCH	8B-S007-JCH
Si-1	—	8B-S012-EAK	—	8B-S012-FBJ	8B-S012-HBJ	—	8B-S012-HCH	8B-S012-JCH
Florisil®	—	—	—	—	8B-S013-HBJ	—	8B-S013-HCH	8B-S013-JCH
EPH	—	—	—	—	8B-S031-HBJ	—	—	—
AL-N	—	—	—	—	8B-S313-HBJ	—	—	8B-S313-JCH
SDB-L (Polymeric)	8B-S014-DAK	8B-S014-EAK	—	8B-S014-FBJ	8B-S014-HBJ	8B-S014-FCH	8B-S014-HCH	8B-S014-JCH

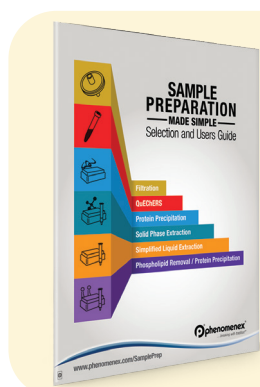


Strata-X ポリマー系充填剤

チューブ	1 mL (100/box)		3 mL (50/box)			6 mL (30/box)		
	30 mg	60 mg	60 mg	200 mg	500 mg	100 mg	200 mg	500 mg
Strata-X	8B-S100-TAK	8B-S100-UAK	8B-S100-UBJ	8B-S100-FBJ	8B-S100-HBJ	8B-S100-ECH	8B-S100-FCH	8B-S100-HCH
Strata-X-C	8B-S029-TAK	—	8B-S029-UBJ	8B-S029-FBJ	8B-S029-HBJ	8B-S029-ECH	8B-S029-FCH	8B-S029-HCH
Strata-X-CW	8B-S035-TAK	—	8B-S035-UBJ	8B-S035-FBJ	8B-S035-HBJ	8B-S035-ECH	8B-S035-FCH	8B-S035-HCH
Strata-X-A	8B-S123-TAK	—	8B-S123-UBJ	8B-S123-FBJ	8B-S123-HBJ	8B-S123-ECH	8B-S123-FCH	8B-S123-HCH
Strata-X-AW	8B-S038-TAK	—	8B-S038-UBJ	8B-S038-FBJ	8B-S038-HBJ	8B-S038-ECH	8B-S038-FCH	8B-S038-HCH
Strata-XL	8B-S043-TAK	—	8B-S043-UBJ	8B-S043-FBJ	8B-S043-HBJ	8B-S043-ECH	8B-S043-FCH	8B-S043-HCH
Strata-XL-C	8B-S044-TAK	—	8B-S044-UBJ	8B-S044-FBJ	8B-S044-HBJ	8B-S044-ECH	8B-S044-FCH	8B-S044-HCH
Strata-XL-CW	8B-S052-TAK	—	8B-S052-UBJ	8B-S052-FBJ	8B-S052-HBJ	8B-S052-ECH	8B-S052-FCH	8B-S052-HCH
Strata-XL-A	8B-S053-TAK	—	8B-S053-UBJ	8B-S053-FBJ	8B-S053-HBJ	8B-S053-ECH	8B-S053-FCH	8B-S053-HCH
Strata-XL-AW	8B-S051-TAK	—	8B-S051-UBJ	8B-S051-FBJ	8B-S051-HBJ	8B-S051-ECH	8B-S051-FCH	8B-S051-HCH

Strata オンライン SPE

オンライン抽出カートリッジ	寸法	製品番号
Strata C18	20 x 2.0 mm	00M-S039-B0-CB
Strata C8	20 x 2.0 mm	00M-S101-B0-CB
Strata-X	20 x 2.0 mm	00M-S033-B0-CB
Strata-X-A	20 x 2.0 mm	00M-S132-B0-CB
Strata-X-AW	20 x 2.0 mm	00M-S038-B0-CB
Strata-X-C	20 x 2.0 mm	00M-S048-B0-CB
Strata-X-CW	20 x 2.0 mm	00M-S036-B0-CB
Cartridge Holder	20 mm	CH0-5845



サンプル前処理選定 およびユーザズガイド

50 数ページのガイドが適切な技法の選定や使用の際に役立ちます。

ガイドの請求先:
www.phenomenex.com/SPguide

HPLC/UHPLC カラム

Gemini™

3 μm Microbore, Minibore, および MidBore™ Columns (mm)									SecurityGuard™ Cartridges (mm)	
固定相	50 x 1.0	20 x 2.0	30 x 2.0	50 x 2.0	100 x 2.0	150 x 2.0	50 x 3.0	100 x 3.0	150 x 3.0	4 x 2.0* (10/pk)
Gemini C18	00B-4439-A0	00M-4439-B0	00A-4439-B0	00B-4439-B0	00D-4439-B0	00F-4439-B0	00B-4439-Y0	00D-4439-Y0	00F-4439-Y0	AJO-7596

対象内径:
2.0 ~ 3.0 mm

Luna™

5 μm Microbore および Minibore Columns (mm)							SecurityGuard™ Cartridges (mm)	
固定相	50 x 1.0	150 x 1.0	250 x 1.0	30 x 2.0	50 x 2.0	150 x 2.0	250 x 2.0	4 x 2.0* (10/pk)
Luna C18(2)	00B-4252-A0	00F-4252-A0	00G-4252-A0	00A-4252-B0	00B-4252-B0	00F-4252-B0	00G-4252-B0	AJO-4286

対象内径:
2.0 ~ 3.0 mm

Luna Omega

1.6 μm Minibore Columns (mm)				SecurityGuard™ ULTRA Cartridges†	
固定相	30 x 2.1	50 x 2.1	100 x 2.1	150 x 2.1	3/pk
Polar C18	00A-4748-AN	00B-4748-AN	00D-4748-AN	00F-4748-AN	AJO-9505
C18	00A-4742-AN	00B-4742-AN	00D-4742-AN	00F-4742-AN	AJO-9502

内径 2.1 mm 用

5 μm Minibore Columns (mm)				SecurityGuard Cartridges (mm)	
固定相	30 x 2.1	50 x 2.1	100 x 2.1	150 x 2.1	4 x 2.0* (10/pk)
Polar C18	00A-4754-AN	00B-4754-AN	00D-4754-AN	00F-4754-AN	AJO-7600

対象内径: 2.0 ~ 3.0 mm

5 μm Minibore Columns (mm)			SecurityGuard Cartridges (mm)	
固定相	50 x 3.0	100 x 3.0	150 x 3.0	4 x 2.0* (10/pk)
Polar C18	00B-4754-Y0	00D-4754-Y0	00F-4754-Y0	AJO-7600

対象内径: 2.0 ~ 3.0 mm

5 μm Analytical Columns (mm)				SecurityGuard Cartridges (mm)	
固定相	50 x 4.6	100 x 4.6	150 x 4.6	250 x 4.6	4 x 3.0* (10/pk)
Polar C18	00B-4754-E0	00D-4754-E0	00F-4754-E0	00G-4754-E0	AJO-7601

対象内径: 3.1 ~ 8.0 mm

Kinetex® EVO C18 Core-Shell LC Columns

5 μm Minibore Columns (mm)				SecurityGuard™ ULTRA Cartridges‡	
固定相	30 x 2.1	50 x 2.1	100 x 2.1	150 x 2.1	3/pk
	00A-4633-AN	00B-4633-AN	00D-4633-AN	00F-4633-AN	AJO-9298

内径 2.1 mm 用

5 μm MidBore™ Columns (mm)			SecurityGuard ULTRA Cartridges‡	
固定相	50 x 3.0	100 x 3.0	150 x 3.0	3/pk
	00B-4633-Y0	00D-4633-Y0	00F-4633-Y0	AJO-9297

内径 3.0 mm 用

5 μm Analytical Columns (mm)				SecurityGuard ULTRA Cartridges‡	
固定相	50 x 4.6	100 x 4.6	150 x 4.6	250 x 4.6	3/pk
	00B-4633-E0	00D-4633-E0	00F-4633-E0	00G-4633-E0	AJO-9296

内径 4.6 mm 用

2.6 μm Minibore Columns (mm)				SecurityGuard ULTRA Cartridges‡	
固定相	30 x 2.1	50 x 2.1	100 x 2.1	150 x 2.1	3/pk
	00A-4725-AN	00B-4725-AN	00D-4725-AN	00F-4725-AN	AJO-9298

内径 2.1 mm 用

2.6 μm MidBore Columns (mm)			SecurityGuard ULTRA Cartridges‡	
固定相	50 x 3.0	100 x 3.0	150 x 3.0	3/pk
	00B-4725-Y0	00D-4725-Y0	00F-4725-Y0	AJO-9297

内径 3.0 mm 用

2.6 μm Analytical Columns (mm)				SecurityGuard ULTRA Cartridges‡	
固定相	50 x 4.6	100 x 4.6	150 x 4.6	3/pk	
	00B-4725-E0	00D-4725-E0	00F-4725-E0	AJO-9296	

内径 4.6 mm 用

1.7 μm Minibore Columns (mm)				SecurityGuard ULTRA Cartridges‡	
固定相	50 x 2.1	100 x 2.1	150 x 2.1	3/pk	
	00B-4726-AN	00D-4726-AN	00F-4726-AN	AJO-9298	

内径 2.1 mm 用

† SecurityGuard ULTRA Cartridges にはホルダー (製品番号: AJO-9000) が必要です。

‡ SecurityGuard Analytical Cartridges にはホルダー (製品番号: KJO-4282) が必要です。



保証

あなたの幸せが私たちの幸せです。弊社の商品をご使用になり、万が一ご満足いただけない場合は、商品到着後45日以内にご連絡ください。

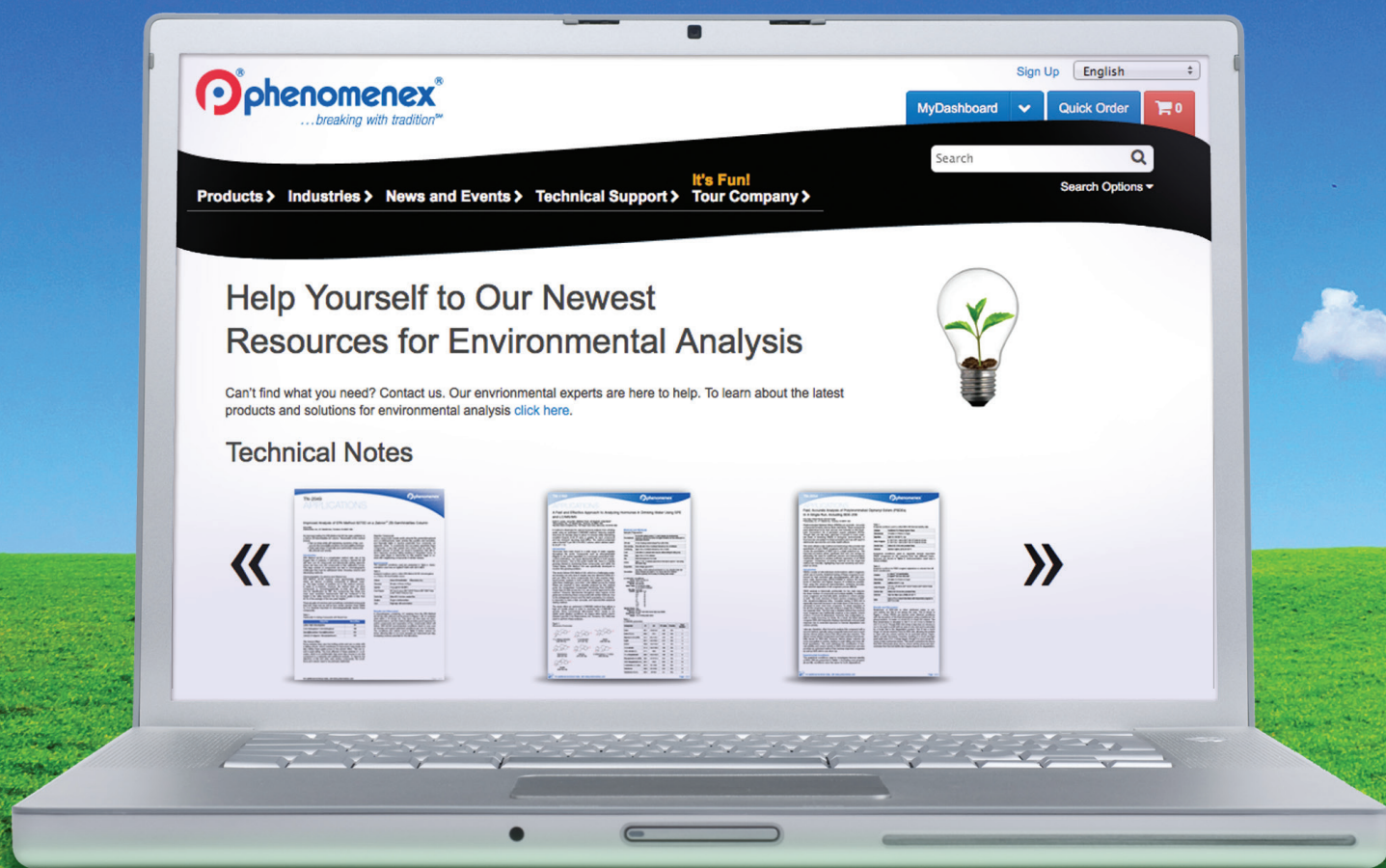
www.phenomenex.com/behappy

注目のソリューション

お客様環境分析資料のすべてにアクセス



www.phenomenex.com/Environmental



規約
Phenomenex の標準規約に従うものとします。詳細は www.phenomenex.com/TermsAndConditions をご覧ください。

商標
Kinetexは、Phenomenex の登録商標であり、BE HAPPY、Gemini、Strata、SecurityGuard、KrudKatcher、roQ、MidBore、および Phenex は同社の商標です。QTRAP および Analyst は AB SCIEX Pte. Ltd. の登録商標であり、Triple Quad、Turbo V、MultiQuant、および MRM は同社の商標です。Thermo Scientific、Accela、および TSQ Quantum は Thermo Fisher Scientific Inc. の登録商標です。Agilent は Agilent Technologies, Inc. の登録商標です。Shimadzu は Shimadzu Corporation の登録商標です。Millipore と Trizmal は Merck KGaA (ドイツ、ダルムシュタット) の登録商標です。PAL は CTC Analytics AG の登録商標です。

免責事項
比較として提示したデータはすべてのアプリケーションを代表するものではありません。
Phenomenex は、Agilent Technologies、Thermo Fisher Scientific、Sigma-Aldrich、Merck、または CTC との提携関係はありません。

Strata-X は、Phenomenex が特許を所有しています。日本国特許 第 4312605 号

Gemini および Kinetex EVO は Phenomenex が特許を所有しています。米国特許番号 7,563,367 および 8,658,038、ならびに外国におけるその対応特許権。

SecurityGuard は、Phenomenex 社が特許を所有しています。米国特許番号 6,162,362

注意: この特許は分析サイズのガードカートリッジホルダーにのみ適用され、SemiPrep、PREP、もしくは ULTRA ホルダー、またはいかなるカートリッジにも適用されません。

研究利用に限定。臨床診断法への利用禁止。

© 2021 Phenomenex, Inc. All rights reserved.

ペルフルオロアルキル 物質

アプリケーションガイド

クロマトグラフィーソリューション

- 固相抽出
- QuEChERS
- LC-MS/MS

アイルランド t: +353 (0)1 247 5405 eireinfo@phenomenex.com	デンマーク t: +45 4824 8048 nordicinfo@phenomenex.com
アメリカ (米国) t: +1 (310) 212-0555 info@phenomenex.com	ドイツ t: +49 (0)6021-58830-0 anfrage@phenomenex.com
イギリス (英国) t: +44 (0)1625-501367 ukinfo@phenomenex.com	ニュージーランド t: +64 (0)9-4780951 nzinfo@phenomenex.com
イタリア t: +39 051 6327511 italiainfo@phenomenex.com	ノルウェー t: +47 810 02 005 nordicinfo@phenomenex.com
インド t: +91 (0)40-3012 2400 indiainfo@phenomenex.com	フィンランド t: +358 (0)9 4789 0063 nordicinfo@phenomenex.com
インドネシア t: +62 21 5010 9707 indoinfo@phenomenex.com	フランス t: +33 (0)1 30 09 21 10 franceinfo@phenomenex.com
オーストラリア t: +61 (0)2-9428-6444 auinfo@phenomenex.com	ベルギー t: +32 (0)2 503 4015 (フランス語) t: +32 (0)2 511 8666 (オランダ語) beinfo@phenomenex.com
オーストリア t: +43 (0)1-319-1301 anfrage@phenomenex.com	ポーランド t: +48 22 104 21 72 pl-info@phenomenex.com
オランダ t: +31 (0)30-2418700 nlinfo@phenomenex.com	ポルトガル t: +351 221 450 488 ptinfo@phenomenex.com
カナダ t: +1 (800) 543-3681 info@phenomenex.com	メキシコ t: 01-800-844-5226 tecnicomx@phenomenex.com
シンガポール t: +65 800-852-3944 sginfo@phenomenex.com	ルクセンブルク t: +31 (0)30-2418700 nlinfo@phenomenex.com
スイス t: +41 (0)61 692 20 20 swissinfo@phenomenex.com	台湾 t: +886 (0) 0801-49-1246 twinfo@phenomenex.com
スウェーデン t: +46 (0)8 611 6950 nordicinfo@phenomenex.com	中国 t: +86 400-606-8099 cninfo@phenomenex.com
スペイン t: +34 91-413-8613 espinfo@phenomenex.com	日本 t: 0120-149-262 jpinfo@phenomenex.com
スロバキア t: +420 272 017 077 sk-info@phenomenex.com	香港 t: +852 6012 8162 hkinfo@phenomenex.com
タイ t: +66 (0) 2 566 0287 thaiinfo@phenomenex.com	☎ その他の国/地域: 米国本社 t: +1 (310) 212-0555 info@phenomenex.com
チェコ共和国 t: +420 272 017 077 cz-info@phenomenex.com	