

P-004

## 製品に含有される残留性有機フッ素系化合物 (PFCs) の 分析手法の検討

横国大環情学府・研究院 ○Feng YE, 頭士 泰之, 益永 茂樹

Analysis of Perfluorinated Compounds in Commercial Products, by Feng YE, Yasuyuki ZUSHI, Shigeki MASUNAGA  
(Yokohama National Univ.)

### 1. 序論

優れた物理的・化学的性質を持つため、機能性材料として有機フッ素系化合物 (PFCs) が幅広く使用されてきた。一方で、2000年代に入り、環境中におけるPFCsの汚染が報告されるようになり、近年、都市域において汚染レベルが高くなる傾向がある報告も見られる<sup>(1)</sup>。現在のところ、汚染源の一つとして流通製品による汚染が考えられ、これらの調査が必要であると考えられるが、製品中PFCsの分析手法に関する詳しい報告は無い。そこで本研究では、製品からの流出によるPFC汚染の実態を調査するため、30種類以上のPFCsを対象とした分析方法の検討を行った。

### 2. 実験方法

試料前処理：市販製品 (液状製品) をユニパック袋 (ポリエチレン製) に捕集し、PFC 標準物質を最終溶液濃度が 10 µg/L となるよう添加した後、メタノール 5 ml を抽出溶媒とし、振とう・超音波抽出後、遠心分離し、上澄み液を採取した。この抽出操作を 3 回繰り返す、この上澄み液を窒素パーズにて濃縮し、前段階クリーンアップ (詳細は後述) した。これをメタノールで定容して固相抽出 (詳細は後述) を行い、同位体標識の内部標準物質を添加 (最終溶液濃度：10 µg/L) し、メタノールで定容 (1 ml) して LC-MS/MS で分析した。

**前段階クリーンアップ**：共雑物の除去について、固相抽出前に InertSep® K-solute (多孔性珪藻土 60 ml リザーバー) でクリーンアップ処理を前に加える操作 (以降、**K-solute 法**) の有効性の検討を行った。

**固相抽出**：固相カートリッジ Oasis® WAX (イオン交換ポリマー, 150 mg, 以下 WAX), Oasis® HLB (逆相吸着ポリマー, 500 mg, 以下 HLB) 中の充填剤との親和性の差を利用して、標的 PFCs を一旦保持し、共雑物を除去した後、溶出させる方法 (以降、**保持法**) と、保持させず、標的 PFCs とより親和性の高いメタノールで溶解したサンプル溶液をそ

のまま固相カートリッジに負荷し、通過・溶出させる方法 (以降、**通過法**) の検討を行った。これらの方法について、回収率 50-120% を良好な回収率の目安<sup>(2)</sup>として、結果の比較検討を行った。

### 3. 実験結果及び考察

**保持法**、**通過法**の選択に関わらず**K-solute法**を用いた場合、PFOA類の前駆物質 (6:2 FTUCA, 8:2 FTUCA, 10:2 FTUCA, 6:2 FTCA, 8:2 FTCA, 10:2 FTCA) は50%以下の回収率となり、このクリーンアップによる標的物質のロスが示唆された (図1)。**通過法**についてはWAXとHLBの両条件で、**保持法**の場合より多くの物質について良好な回収率が得られた。**保持法**を用いた場合、スルホンアミド類 (FOSA, NMeFOSA, NEtFOSA), スルホンアミドアルコール類 (NMeFOSE, NEtFOSE) とPFOA類の前駆物質では50%以下の回収率となった (図1)。

### 4. 結論

種々の検討から、製品について多数のPFCsを精度良く分析するために、**K-solute法**を用いない**通過法**が有望である可能性が示唆された。今後さらに抽出溶媒の種類による抽出効率の比較検討を行い、最終的な分析方法を決定する予定である。

### 参考文献：

- (1) 頭士泰之ら, 東京湾流域河川における残留性有機フッ素化合物 (PFCs) の汚染全容調査, 第44回日本水環境学会年会講演集 (2010), 547.
- (2) Yamashita N et al., The inter-laboratory trial of PFOS and PFOA measurements in water samples (ISO/TC/14/SC2/WG56), Organohalogen. Compd. 69 (2007), 990-993.

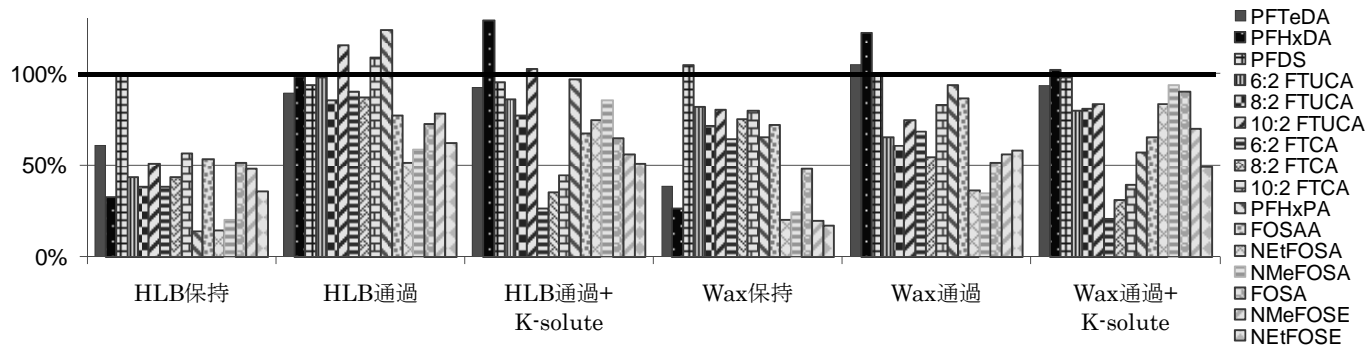


図1 抽出方法ごとの回収率の違い (全ての方法にて回収率が50%~120%の範囲で得られた物質は上図に記載していない：  
PFPeA, PFHxA, PFHpA, PFOA, PFNA, PFDA, PFUnDA, PFDoDA, PFTTrDA, PFBS, PFHxS, PFOS, NMeFOSAA, NEtFOSAA)