

S1-26 PFAS多項目の低コスト・迅速測定法の開発

○町田瑞希, 関友博, 野島智也, Rosamond Tshumah-Mutingwende

ユーロフィン日本環境株式会社



BACKGROUND

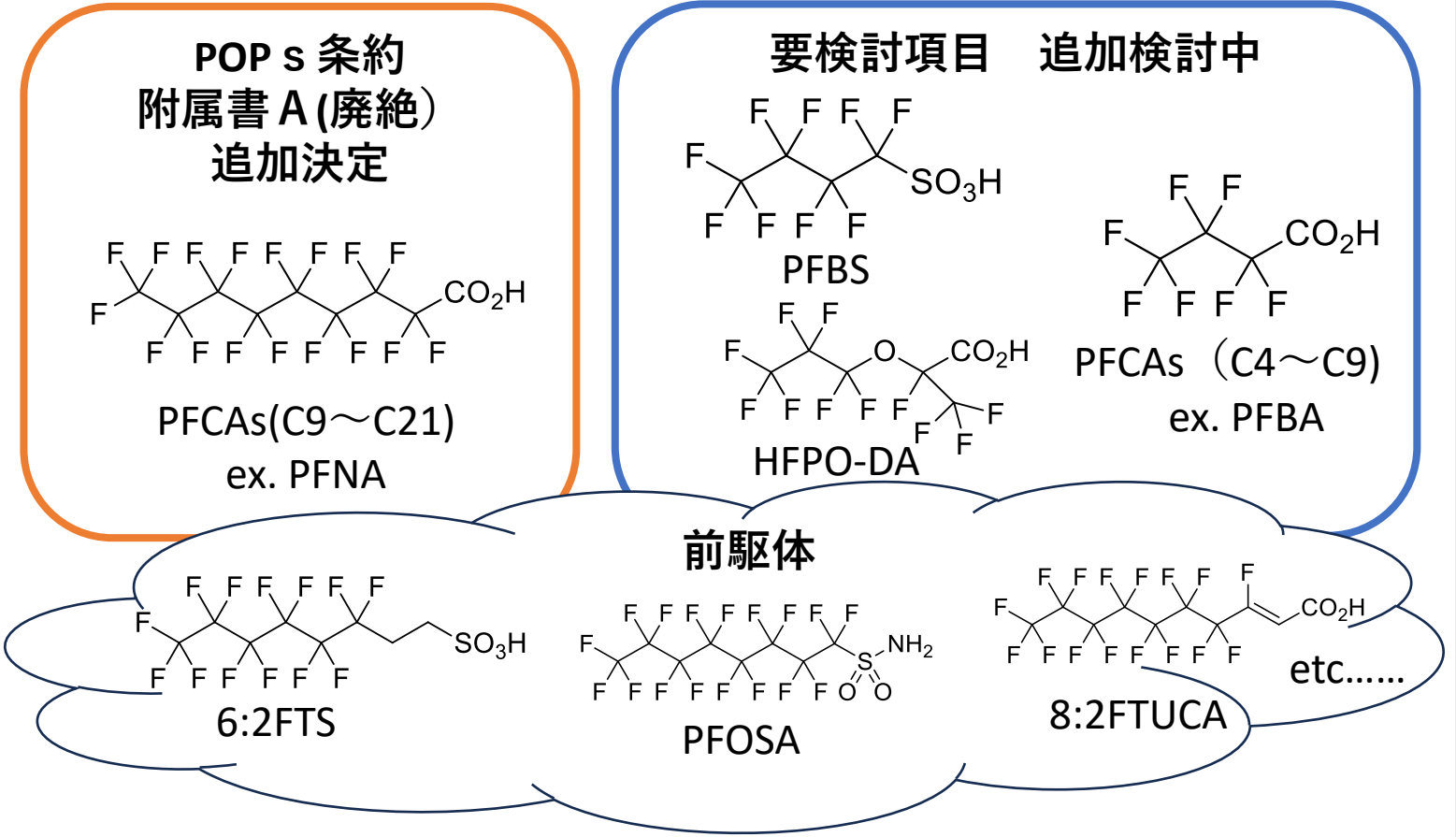
迅速測定法について

○ 迅速測定法とは

直接注入によりPFOS、PFOA、PFHxS、PFHxAを低コスト、短納期で測定可能な方法（※弊社独自法）¹⁾
ホットスポット特定、浄化試験の条件検討への活用を想定（多検体）

○ 近年の状況により、測定項目の拡大が急務

- ・国内外で規制対象項目拡大の動き
- ・前駆体分析によるリスク把握の必要性



METHODOLOGY

分析法の概略

○ 測定方法

迅速測定法やISO 21675 Annex Fを参考に定めた手順をFigure 1に示す。内部標準法を採用。精度管理基準を設けて試験を行い測定可能か検証。※ISO 21675 Annex F...ISO 21675巻末に記載のある直接注入法

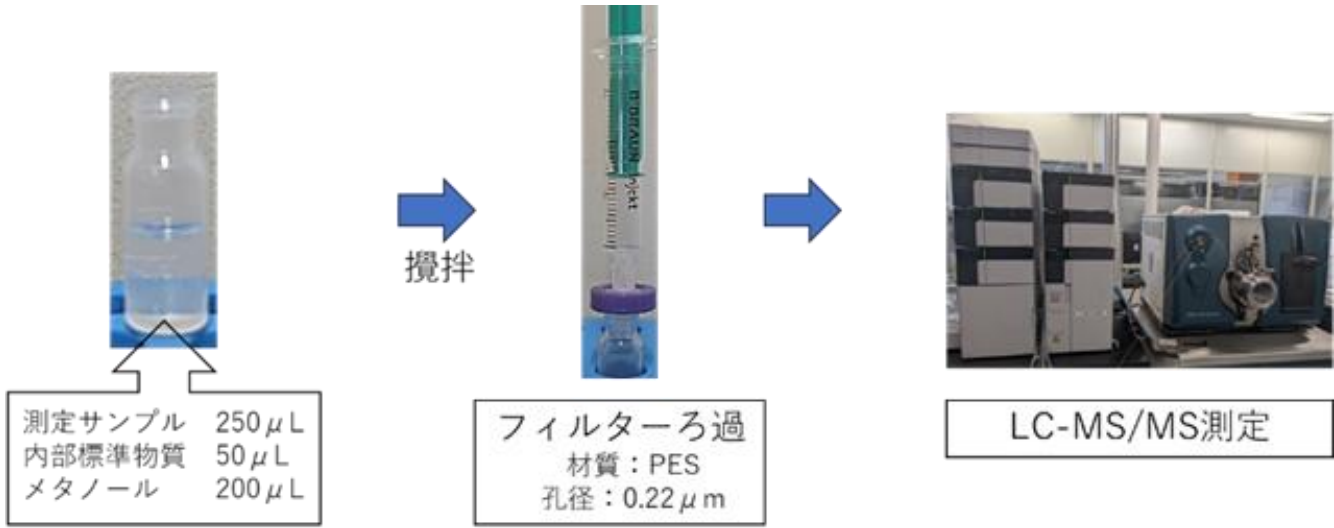


Figure 1. 測定方法

○ 測定対象項目

- ・ISO 21675 + EPA Method 1633（Table 1、計44項目）
A群：ISO 21675の測定対象
B群：ISO 21675に含まれないが、EPA Method 1633の測定対象であり、内部標準物質を独自に選定
→コスト削減のため3点検量の半定量項目とした
- ・内部標準物質 ISO 21675-LSS（Wellington Laboratories製）

Table 1. 測定対象項目

A 群	PFUnA	PFBS	N-MeFOSAA
PFBA	PFDaA	PFHxS	PFOSA
PFPeA	PFTrA	PFHpS	9CI-PF3ONS
PFHxA	PFTeA	PFOS	6:2FTS
PFHpA	PFHxDA	PFDS	8:2FTS
PFOA	PFOcDA	N-EtFOSA	8:2FTUCA
PFNA	HFPO-DA	N-MeFOSA	8:2 diPAP
PFDA	ADONA	N-EtFOSAA	
B 群	PFEESA	N-EtFOSE	PFNS
3:3FTCA	PFPeS	PFMBA	11CI-PF3OUdS
PFMPA	PFDoS	5:3FTCA	N-MeFOSE
7:3FTCA	4:2FTS	NFDHA	

○ 検量線範囲

- ・目標値として設定した検量範囲をTable 2に示す。装置の検出下限値（IDL）を算出し、その値を上回る濃度から最大濃度までを検量線範囲に設定する。
- ・IDLは検量線最低点の標準を7回測定し、下式により算出
 $IDL=3 \times s$ （※sは標準偏差）²⁾

Table 2.検量線範囲 (ng/mL)

A 群	0.025	0.05	0.1	0.5	2	10
PFPeS, PFNS, PFDoS	0.2		0.5		2.5	
PFMBA, NFDHA, PFEESA, PFMPA, 11CI-PF3OUdS	0.4		1		5	
3:3FTCA, 4:2FTS	0.8		2		10	
N-MeFOSE, N-EtFOSE	2		5		25	
5:3FTCA, 7:3FTCA	4		10		50	

RESULTS & DISCUSSIONS

結果

○ 検量線範囲

- 下記項目は、最低点の誤差率 > ±30%であり、誤差率が基準内に収まるよう検量線最低点を変更した。
- ・PFDaA、NMeFOSAA、8:2FTUCA ⇒ **0.05 ng/mLに変更**
 - ・8:2FTS ⇒**0.1 ng/mLに変更**
変更した検量線範囲で、下記の精度管理基準を全項目で満たし、測定可能と判断した。
 - ・IDL ≤ 検量線最低点
 - ・誤差率 ±20%（最低点は±30%）
 - ・相関係数 ≥ 0.995

○ ブランク試験（サンプル：精製水）ピーク不検出（n=7）

○ 添加回収試験

- ・濃度既知標品を測定し、回収率と相対標準偏差（RSD）を算出
→ PFOcDA（Ave.36%）、4:2 FTS(Ave.202%）回収率充足せず
参考値として活用（ex.高濃度検出箇所の特特定）
それ以外は精度管理基準の70～125%を満たした。

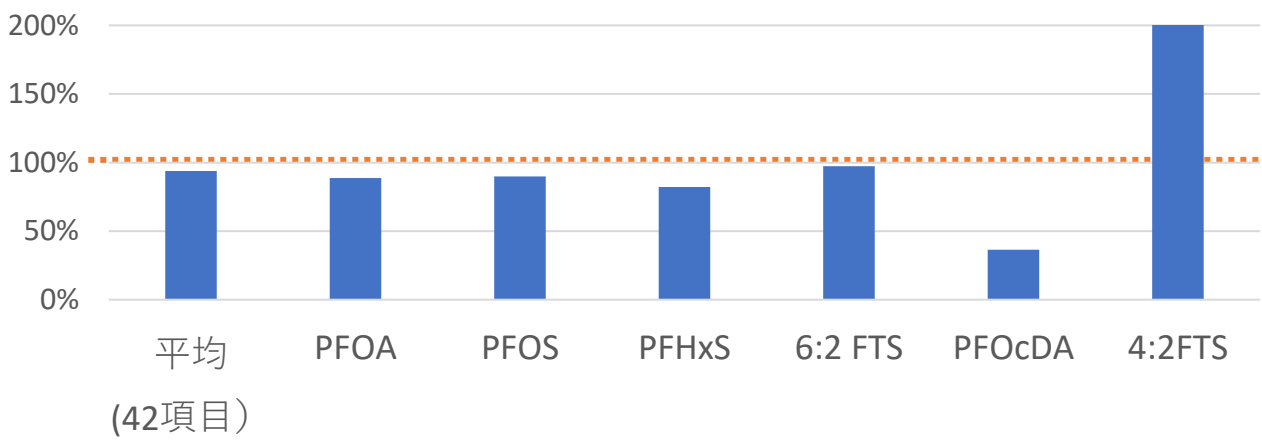


Figure 2.添加回収試験の回収率（一部抜粋）

- RSD：精度管理基準 ≤ 30% 充足（範囲 4～18%、Ave. 8%）
- ・下式により**測定方法の定量下限値（MQL）**を算出
 $MQL=3.3 \times s$ （※sは標準偏差）

○ 報告下限値

MQLを報告下限値とし、MQLが検量線最低点より低いものは検量線最低点を報告下限値とした。
設定した報告下限値をTable 3に示す。



化 合 物 名	報 告 下 限 値 (ng/L)
PFBA, PFPeA, PFHxA, PFHpA, PFOA, PFNA , PFUnDA, PFOcDA※, PFBS, PFHxS , PFHpS, PFOS , PFDS, PFOSA, NMeFOSA, NetFOSA, NetFOSAA, HFPO-DA, ADONA, 9CI-PF3ONS	50
PFDA, PFTrA, PFTeA, PFHxDA	60
PFDaA, 8:2FTUCA	100
NMeFOSAA, 6:2 FTS, 8:2 FTS , 8:2 diPAP	200
PFPeS, PFNS, PFDoS	400
11CI-PF3OUdS, PFEESA, PFMPA, NFDHA	800
PFMBA	900
3:3 FTCA	2,000
4:2 FTS※	3,000
NMeFOSE, MEtFOSE	4,000
5:3 FTCA, 7:3 FTCA	8,000

※は精度管理基準を満足しなかった項目

○ 内部標準物質の回収率 精度管理基準：50～200%

- 全項目充足 (範囲 50～133%、Ave. 105%)

総括

- 設定した基準、報告範囲内において、PFAS 42項目を公的な方法よりも低コスト、短納期で定量可能（PFOcDA、4:2 FTSは参考値）
- 本分析法は測定結果の不確かさが公的な方法に比べて大きい
→ 計量証明には使用できないが、**低コストで、おおよその濃度把握**が必要な場合に有用
(ex. PFAS浄化試験やホットスポットの特特定)

今後の方針

- 土壌試料での多項目迅速法開発
本分析法と同じ測定項目にて開発中
8:2diPAP以外は測定可能な見込

参考文献

- 1) Tshumah-Mutingwende R., Seki T., Tsujimura A. (2021)：PFAS Screening test – An essential tool for analytical decision making, Proceedings of the 29th Symposium on Environmental Chemistry, 1 st -4 th June 2021, Osaka City, Japan.
- 2) Eurachem(2014)The Fitness for Purpose of Analytical Methods A Laboratory Guide to Method Validation and Related Topics