

シート No.

AQF2100H EA-017 環境

1/3

# 燃焼イオンクロマトグラフィーによる環境水中の吸着性有機ふっ素(AOF)分析

関連規格 :

## 測定概要

ペルフルオロアルキル物質(PFAS)は、優れた耐火性、耐水性等を有しており、様々な産業製品に使用されています。しかしながら、近年 PFAS 類の残留性の高さや生体濃縮性により健康リスクが懸念されていることから、環境水中の PFAS 類の分析に関心が高まっています。

環境水中の PFAS 類の分析には LC-MS/MS を用いることが一般的ですが、PFAS 分解物や派生物質を含めたスクリーニング分析においては有機性のふっ素化合物を活性炭に吸着させる吸着性有機ふっ素(AOF: Adsorbable Organic Fluoride)分析が有効です。

環境水中の AOF は、吸着装置 TXA-04 を用いて前処理を行い、自動試料燃焼装置 AQF-2100H とイオンクロマトグラフ(IC)を組み合わせた燃焼-イオンクロマトグラフィー(CIC)により、簡便、迅速、かつ正確に測定することができます。

## 装置構成

対応機種 : 自動試料燃焼装置 AQF-2100H システム, HF-210, GA-211, ASC-270LS

検出方法 : イオンクロマトグラフィー

## 試料

AOF 用チェックスタンダード溶液を吸着した活性炭

4-フルオロ安息香酸溶液 (0, 1, 2.5, 5, 7.5, 10, 25, 50, 100  $\mu\text{g/L}$  F として) ※4-FBA と表記する

## 分析操作

### ・吸着

試料を吸着装置 TXA-04 にセットした活性炭カラム(TXAPPC4)に 100 mL 通液します。活性炭に吸着された無機ふっ素化合物を除去するために硝酸ナトリウム溶液で洗浄を行い、吸着性有機ふっ素化合物を残存させます。

### ・燃焼-イオンクロマトグラフィー

試料をアルゴン(Ar)キャリアーガス中で熱分解後、酸素(O<sub>2</sub>)ガス中で燃焼します。試料中のハロゲンはハロゲン化水素及びハロゲンガスとなり、硫黄は硫黄酸化物(SO<sub>x</sub>)となります。これらの成分を吸収液に捕集し、ハロゲン化物イオンまたは硫酸イオンにします。この吸収液をイオンクロマトグラフに自動注入し分析しました。

フローチャート

【吸着】⇒【燃焼】⇒【燃焼ガス捕集】⇒【IC】

測定結果

メソッドブランクとして 4-FBA を添加せずに吸着操作を行った活性炭の分析結果を表 1 に示します。  
10 回測定を行いその平均値をメソッドブランクとしてチェックスタンダード溶液吸着活性炭の分析値より差し引きまし  
た。チェックスタンダードは濃度 8 水準、各濃度 2 回測定しそれらの結果より回収率直線を求めました。  
回収率直線の傾きより 1~100  $\mu\text{g/L}$  の範囲で高い AOF 回収率を示しました。

表 1 メソッドブランク(0  $\mu\text{g/L}$ )の測定結果

No.	AOF 分析値( $\mu\text{g/L}$ )	No.	AOF 分析値( $\mu\text{g/L}$ )	Mean( $\mu\text{g/L}$ )
1	0.91	6	0.93	1.0
2	0.87	7	1.7	
3	0.92	8	1.0	RSD(%)
4	0.88	9	1.4	25
5	0.90	10	0.93	

表 2 チェックスタンダードの測定結果

標準濃度( $\mu\text{g/L}$ )	AOF 分析値( $\mu\text{g/L}$ )	
	1 回目	2 回目
1.0	1.3	1.5
2.5	3.0	2.9
5.0	5.0	5.1
7.5	7.5	7.2
10	9.9	10.5
25	26.0	25.6
50	51.7	51.4
100	99.4	99.5

※メソッドブランクの平均値で補正した結果を表示

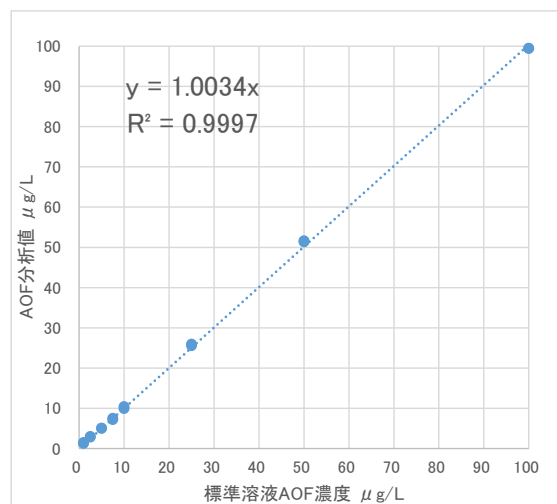


図 1 回収率直線

## 装置構成および分析条件

## 吸着装置 TXA-04

活性炭カラム	2本直列, 約 100 mg
流量	3 mL/min
通液量	標準溶液 100 mL 洗浄液 25 mL
液性	中性
洗浄液	0.01 mol/L 硝酸ナトリウム溶液

## 自動試料燃焼装置 AQF-2100H

試料	活性炭カラム
添加剤	なし
試料ポート	セラミックポート
反応管	ムライト内管+石英外管 /0.1 g 石英綿

## 試料分解用電気炉 HF-210

分解温度 (Inlet)	1,000 °C
分解温度 (Outlet)	1,100 °C
Ar 流量	200 mL/min
O <sub>2</sub> 流量	400 mL/min

## 固体試料サンプルチェンジャー ASC-270LS

## 燃焼プログラム

	1st	2nd	3rd	End	Cool
位置 (mm)	110	150	180		
時間 (s)	30	30	30	600	60
速度 (mm/s)	20	10	10	20	40
Ar Time 0 sec		O <sub>2</sub> Time 600 sec			

## 燃焼ガス吸収ユニット GA-211

吸収管タイプ	10 mL
吸収液量	約 5 mL
吸収液組成	超純水
測定モード	定容法(定容量: 10.5 mL)
液面センサー位置	Low
サンプルループ	100 µL
加湿用 Ar 流量	100 mL/min
送水目盛	2

## 外部液導入機 ES-211

- 本シートはご参考として提供するものであり、分析値を保証するものではありません。分析環境などによる外的要因や試料の性状により、最適条件が変わることがあります。
- 測定値は、自動試料燃焼装置およびイオンクロマトグラフのメンテナンスや維持状態により変化します。特に、試料中濃度 1 ppm 以下のサンプル測定は、ブランクコントロールおよびクロマトグラム波形処理が極めて重要です。
- 薬品類の取り扱いについて：薬品のラベル表示や安全データシートを確認し、取り扱いには充分ご注意ください。

サーモフィッシャーサイエンティフィック(株)製  
Dionex™ イオンクロマトグラフ ICS-2100

ガードカラム Dionex™ IonPac AG20

分離カラム Dionex™ IonPac AS20 (4 mm)

溶離液: Gradient

Time(min)	0	5	20	25	25.001	30
KOH(mM)	5	5	45	45	5	5

サプレッサー Dionex™ AERS™ 500

アニオン電解再生サプレッサー, 4 mm

電気伝導度検出器

IC 測定時間:	30 min
流量:	1.0 mL/min.
カラム温度:	30 °C
電解電流:	112 mA
セル温度:	35 °C

## ソフトウェア

- NSX-2100 version 20.0.1.99
- サーモフィッシャーサイエンティフィック(株)製  
Dionex™ Chromeleon™ クロマトグラフィードータシステム (CDS), version 7.2 SR4