



## PFAS分析用のLC カラムには、 どの固定相、サイズ、粒子径が最適か？

パーフルオロおよびポリフルオロアルキル化合物(PFAS)のサンプルを日常的に検査している多くのラボでは、これら「永遠の化学物質」の拡散や残留性、潜在的な健康リスクがより理解されるにつれて、認知度や関心が高まっていることはご存じでしょう。関心が高まるにつれて、迅速、正確、精度の良い検査の必要性が増しています。このような需要は、より良いメソッドの開発を促しており、LCカラムの選択は、改善されたアプローチを構築するための要です。これは、監視されるPFASのリストが、ますます短いアルキル鎖化合物を含むようになるにつれ、特に重要になります。ここでは、PFAS分析のためのLCカラムを選択する際に考慮すべき重要な特性を検討します。

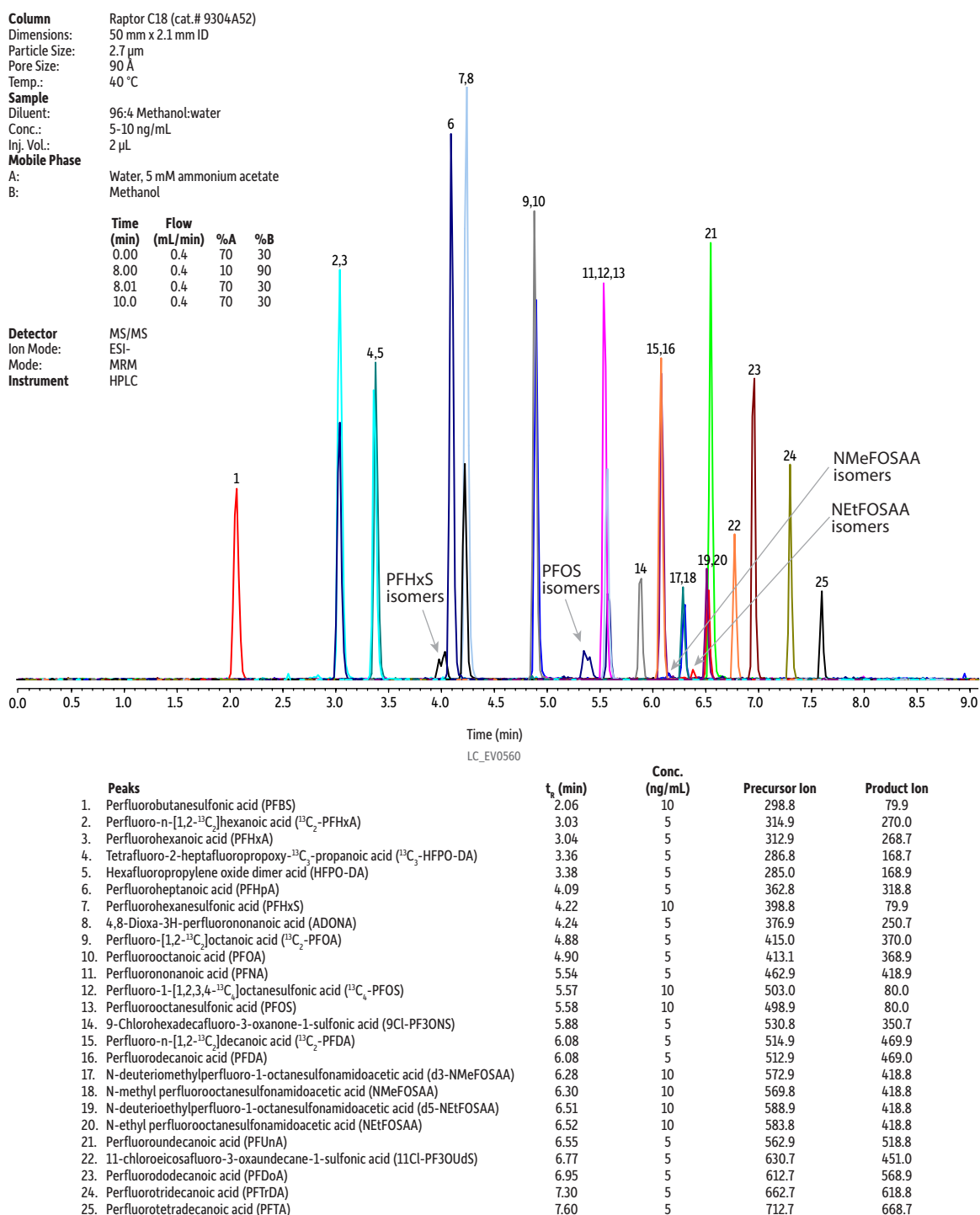
### カラム固定相とサイズの選択

どのPFAS LCカラムを使用するかを決定する際には、まずは有効な固定相を特定する必要があります。この特定には、どの範囲のPFASを対象とするかが重要です。

### 短鎖PFASかそれ以上の場合

短鎖PFAS(C4~C6)とそれ以上については、異なる固定相のスカウティングにより、C18が最適な選択であることが示されました。PFAS分子のアルキル鎖が長くなるにつれて、アルキル鎖と官能基であるC18との間の相互作用が増加し、保持および分離に対して良好なメカニズムをもたらします。比較的短くて細いカラムを使用して標的分析種を迅速かつ効果的に分離できるほどに、保持は強力です。図1の例は、50×2.1mmのRaptor C18カラムが、8分未満(トータル分析時間10分間)で、目的化合物を簡単に溶出および分離し、飲料水試験法EPA 537.1の基準を全てを満たしていることを示しています。

図1: 50 x 2.1 mm Raptor C18 column は、優れたPFAS LCカラムの選択肢であり、10分の迅速なトータルサイクルタイムでEPA537.1メソッド基準を全て満たします。



## 超短鎖PFAS

C8のPFASが禁止されると、より短いアルキル鎖を有する他の化合物が商業的に採用されました。関心のあるPFASリストが増えるにつれて、炭素数が4より短い鎖を有する化合物、または「超短鎖」(C2およびC3)がより注目を集めています。炭素鎖の長さが減少するにつれて、極性末端の影響が大きくなり、最終的には、主に疎水性相互作用に基づく保持メカニズムを有するC18カラムでの保持は減少します。

パーフルオロプロパン酸(PFPrA)およびパーフルオロプロパンスルホン酸(PFPrS)のようなC3のPFAS化合物においては、適切なカラムサイズが選択されれば、C18が依然として機能します。例えば、図2では、100×3 mmのRaptor C18が優れた性能を示しており、11分間の迅速な分析でC3のPFASを簡単に組み込んでいます。

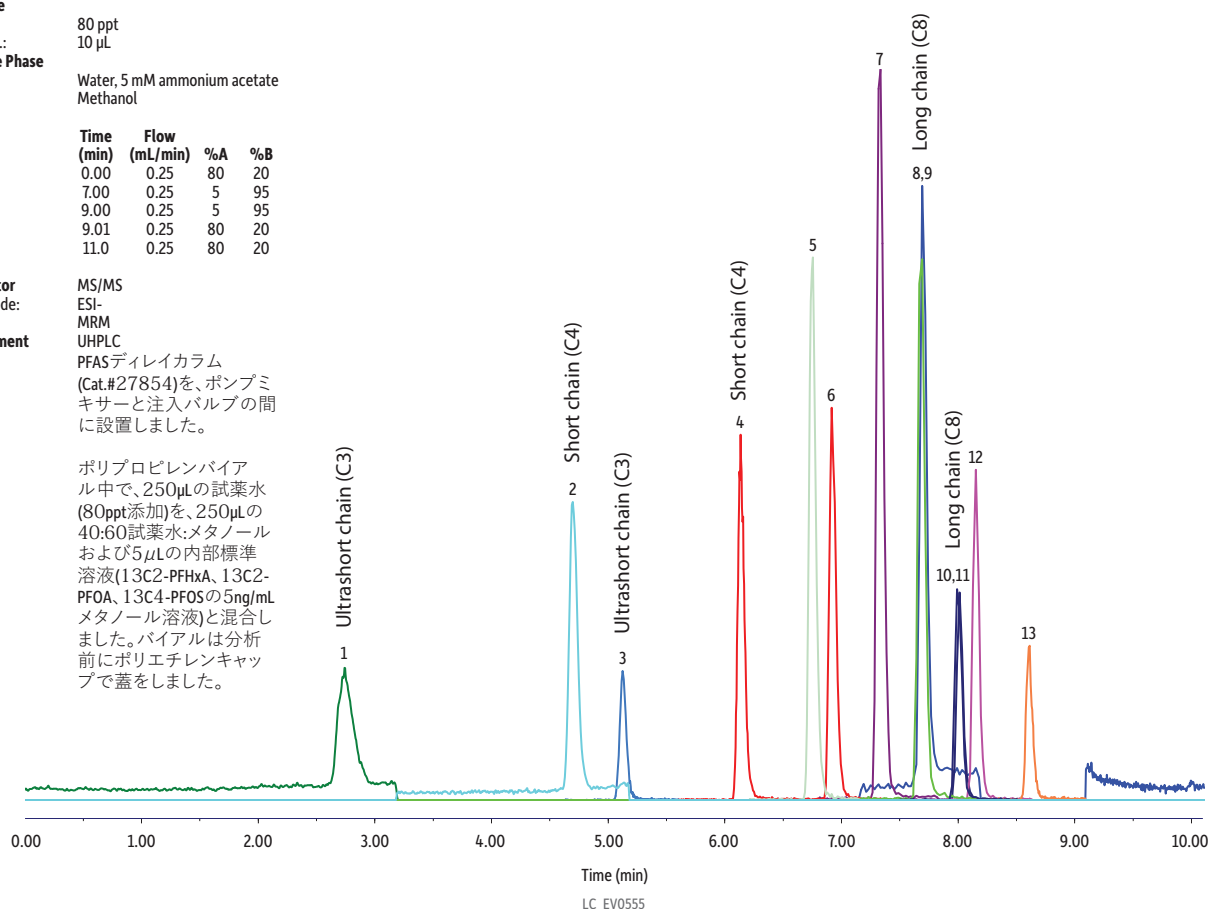
**図 2:** RaptorC18固定相も短鎖PFASを効果的に分離しますが、適切な保持を確保するにはカラムサイズを大きくする必要があります。

**Column** Raptor C18 (cat.# 9304A1E)  
**Dimensions:** 100 mm x 3 mm ID  
**Particle Size:** 2.7 µm  
**Guard Column:** 90 Å  
**Temp.:** 40 °C  
**Sample**  
**Conc.:** 80 ppt  
**Inj. Vol.:** 10 µL  
**Mobile Phase**  
**A:** Water, 5 mM ammonium acetate  
**B:** Methanol

Time (min)	Flow (mL/min)	%A	%B
0.00	0.25	80	20
7.00	0.25	5	95
9.00	0.25	5	95
9.01	0.25	80	20
11.0	0.25	80	20

**Detector** MS/MS  
**Ion Mode:** ESI-  
**Mode:** MRM  
**Instrument** UHPLC  
**Notes** PFASディレイカラム (Cat.#27854)を、ポンプミキサーと注入バルブの間に設置しました。

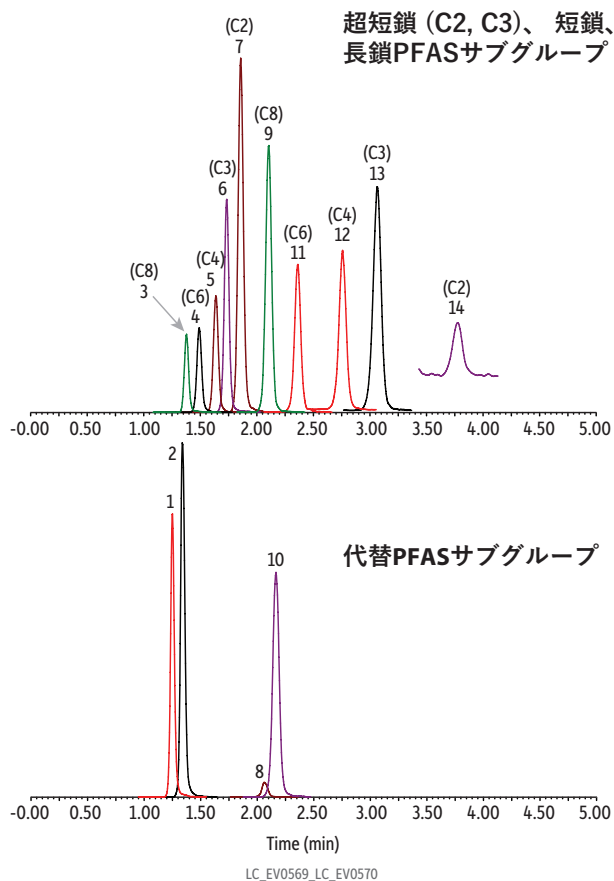
ポリプロピレンバイアル中で、250µLの試薬水(80ppt添加)を、250µLの40:60試薬水:メタノールおよび5µLの内部標準溶液(13C2-PFHxA、13C2-PFOA、13C4-PFOSの5ng/mLメタノール溶液)と混合しました。バイアルは分析前にポリエチレンキャップで蓋をしました。



Peaks	t <sub>r</sub> (min)	Conc. (ng/L)	Precursor Ion	Product Ion
1. Perfluoropropanoic acid (PFPrA)	2.74	80	162.9	119.0
2. Perfluorobutanoic acid (PFBA)	4.69	80	212.8	169.0
3. Perfluoropropanesulfonic acid (PFPrS)	5.13	80	248.8	79.6
4. Perfluorobutanesulfonic acid (PFBS)	6.14	80	298.8	79.9
5. Perfluoro- <i>n</i> -[1,2- <sup>13</sup> C <sub>2</sub> ]hexanoic acid ( <sup>13</sup> C <sub>2</sub> -PFHxA)	6.75	50	314.9	270.0
6. Hexafluoropropylene oxide-dimer acid (HFPO-DA)	6.92	80	285.0	168.9
7. Ammonium 4,8-dioxo-3H-perfluorononanoate (ADONA)	7.33	80	376.9	250.7
8. Perfluorooctanoic acid (PFOA)	7.70	80	413.1	368.9
9. Perfluoro-[1,2- <sup>13</sup> C <sub>2</sub> ]octanoic acid ( <sup>13</sup> C <sub>2</sub> -PFOA)	7.70	50	415.0	370.0
10. Perfluorooctanesulfonic acid (PFOS)	8.01	80	498.8	80.0
11. Perfluoro-[1,2,3,4- <sup>13</sup> C <sub>4</sub> ]octanesulfonic acid ( <sup>13</sup> C <sub>4</sub> -PFOS)	8.01	50	503.0	80.0
12. 9-Chlorohexadecafluoro-3-oxanonane-1-sulfonate (9Cl-PF3ONS)	8.15	80	530.8	350.7
13. 11-Chloroicosadecafluoro-3-oxanonane-1-sulfonate (11Cl-PF3OUDS)	8.61	80	630.7	451.0

C2のPFAS(例えば、トリフルオロ酢酸)が最終的に監視対象化合物のリストに含まれる場合は、PFAS分子の極性部分をターゲットとする別の固定相が必要です。C18カラムの主たる疎水性相互作用から、イオン交換およびHILIC分離モードの両方が可能な固定相を有するRaptor Polar Xカラムに切り替えることで、超短鎖PFASの保持が可能になります。Raptor Polar Xカラムは、図3に示すように、超短鎖PFASに加えて、同じ分析で短鎖、長鎖、および代替PFAS化合物を保持および分離することもでき、最も包括的な一斉分析のPFASメソッドを提供します。

**図 3:** Raptor Polar Xカラムは、複数の保持モードを利用しており、単一メソッドで超短鎖、長鎖、および代替PFASを分析するのに最適です。



Peaks	$t_r$ (min)	Conc. (ng/L)	Precursor Ion	Product Ion
1. 11-Chloroeicosafluoro-3-oxanonane-1-sulfonate (11CL-PF30UdS)	1.25	400	630.78	450.80
2. 9-Chlorohexadecafluoro-3-oxanonane-1-sulfonate9-Chlorohexadecafluoro-3-oxanonane-1-sulfonate (9CL-PF30NS)	1.34	400	530.78	350.85
3. Perfluorooctanesulfonic acid (PFOS)	1.38	400	498.84	79.97
4. Perfluorohexanesulfonic acid (PFHxS)	1.49	400	398.90	79.97
5. Perfluorobutanesulfonic acid (PFBS)	1.64	400	298.97	79.97
6. Perfluoropropanesulfonic acid (PFPrS)	1.73	400	248.97	79.98
7. Perfluoroethanesulfonic acid (PFETs)	1.86	400	198.98	79.92
8. Hexafluoropropylene oxide dimer acid (HFPO-DA)	2.06	400	284.97	168.92
9. Perfluorooctanoic acid (PFOA)	2.11	400	412.90	368.91
10. Ammonium 4,8-dioxa-3H-perfluorononanoate (ADONA)	2.15	400	376.90	250.93
11. Perfluorohexanoic acid (PFHxA)	2.36	400	312.97	268.90
12. Perfluorobutanoic acid (PFBA)	2.76	400	212.97	168.97
13. Perfluoropropionic acid (PFPrA)	3.06	400	163.03	119.01
14. Trifluoroacetic acid (TFA)	3.77	400	113.03	69.01

**Column** Raptor Polar X (cat.# 9311A52)  
**Dimensions:** 50 mm x 2.1 mm ID  
**Particle Size:** 2.7  $\mu$ m  
**Temp.:** 40 °C  
**Sample**  
**Diluent:** 50:50 Water:methanol  
**Conc.:** 400 ng/L  
**Inj. Vol.:** 10  $\mu$ L

**Mobile Phase**  
**A:** Water, 10 mM ammonium formate, 0.05% formic acid  
**B:** 60:40 Acetonitrile:methanol, 0.05% formic acid

Time (min)	Flow (mL/min)	%A	%B
0.00	0.5	15	85
8.00	0.5	15	85

**Detector** MS/MS  
**Ion Mode:** ESI-  
**Mode:** MRM  
**Instrument** UHPLC

## カラム粒子サイズおよび粒子タイプの選択

固定相とカラムサイズに加えて、粒子径および種類についての選択も必要です。最終的には、Raptorカラムに使われているような2.7 $\mu\text{m}$ の表面多孔性粒子(SPP)が最も汎用性の高い選択です。このタイプの粒子で作製されたPFAS LCカラムは、超高圧になることなくサブ2 $\mu\text{m}$ の全多孔性粒子(FPP)に匹敵する効率的なクロマトグラフィーを生成します。これにより、ラボはUHPLCまたはHPLC機器のいずれでも迅速で効率的な分析をおこなうことができます。

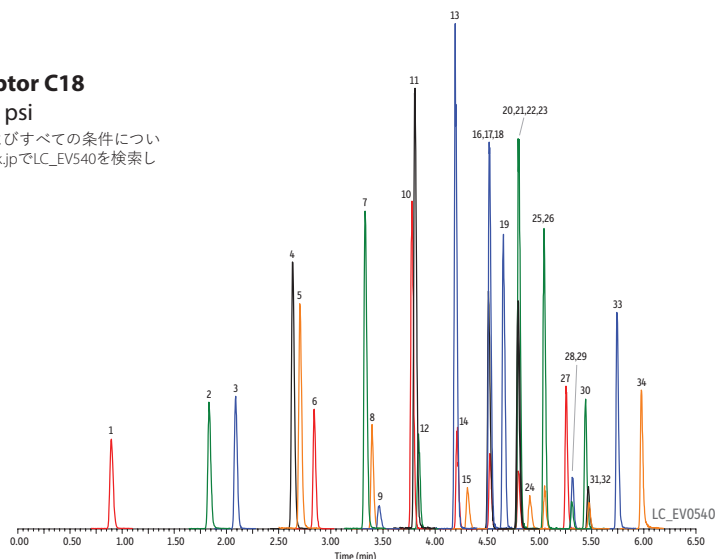
ただし、粒子径と種類の選択は、機器の設定に応じてその効果が大きくなったり小さくなったりします。例えば、従来のHPLC機器を使用し、5 $\mu\text{m}$ のFPPカラムを日頃使用している場合は、粒径に関係なく、SPPカラムがもたらす改善に驚かれるかもしれません。SPPカラムを使用すると、ほとんどのHPLC機器の圧力範囲で、クロマトグラフィー効率の向上とピーク形状の改善を簡単に確認できます。同じ機器による高速分析は、UHPLC機器に設備投資することなくサンプルスループットを向上させることに関心のある多くのラボにとって、優れた組み合わせです。

すでにUHPLC機器を使用しているラボでは、特にSPPカラムにおける粒子径の選択が効率と分析時間に差をもたらすことはあまりないでしょう。図4は、UHPLCシステムを使用してPFAS分析をおこなった場合の、3種類のRaptor SPPカラムによる粒子径の影響を示したものです。一般的なクロマトグラフィー原理にあるように、ピークは1.8 $\mu\text{m}$ 粒子カラムで最も狭くなっていますが、5 $\mu\text{m}$ カラムと1.8 $\mu\text{m}$ カラムにおける効率の差は大きくはありませんでした。しかし、このように非常に良く似た結果を達成する上で生成される背圧の差異は大きく、5および2.7 $\mu\text{m}$ 粒子のカラムでは、圧力は従来のHPLC機器の範囲内です。これらの粒子を充填したPFAS LCカラムを使用すると、超高圧にならずにUHPLC性能を得ることができます。

**図 4:** SPPカラムでは、異なる粒子サイズで同様のクロマトグラフィー性能を得ることができますが、2.7または5 $\mu\text{m}$ 粒子のカラムを選択すると、背圧が従来のHPLCシステムの制限内に保たれます (カラムサイズは全て50 mm x 2.1 mm)。

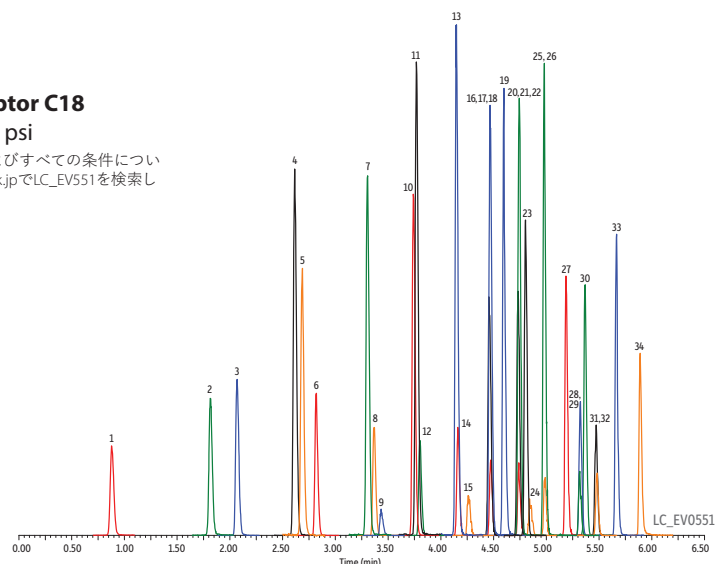
### 1.8 $\mu\text{m}$ Raptor C18 6500–8000 psi

ピークリストおよびすべての条件については、[www.restek.jp](http://www.restek.jp)でLC\_EV540を検索してください。



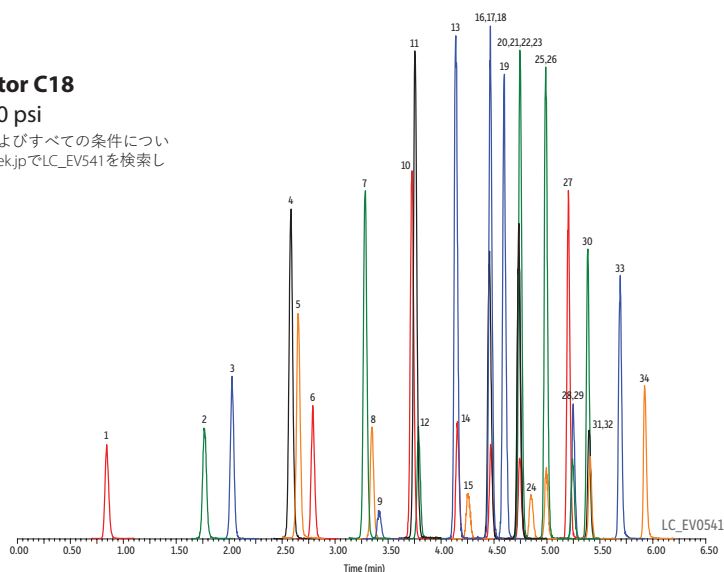
### 2.7 $\mu\text{m}$ Raptor C18 4000–5500 psi

ピークリストおよびすべての条件については、[www.restek.jp](http://www.restek.jp)でLC\_EV551を検索してください。



### 5 $\mu\text{m}$ Raptor C18 2000–3500 psi

ピークリストおよびすべての条件については、[www.restek.jp](http://www.restek.jp)でLC\_EV541を検索してください。





システム圧力をできるだけ低く保ちながら、最も効率を良くする(これは多くの場合分析時間の短縮につながります)には、SPP粒子のPFAS LCカラムが明らかに有利です。しかし、多くのラボがFPPカラムを長年使用してきており、その使用を継続していくことが好まれる場合もあります。FPPカラムを使用しても、PFAS分析は問題なく実施できます。Force C18カラムのようなFPPカラムでは、表面積がより大きく、炭素含有量も高いことにより、類似の粒径のSPPカラム(Raptor C18)と比較して、クロマトグラフィー保持は強くなります(図5)。

#### まとめ

PFAS LCカラムを選択する場合、2.7 $\mu$ mのRaptor SPPカラムは、優れた分離度、短い分析時間、およびUHPLCとHPLC機器の両方との適合性を実現します。固定相の選択は、モニター対象のPFASの範囲に依存しており、Raptor C18カラムは、C3までのPFASには、優れた選択枝です。しかし、超短鎖(C2~C3)PFAS以上の全範囲、ならびに代替PFASを含む最も包括的な一斉分析には、Raptor Polar Xカラムが最適です。

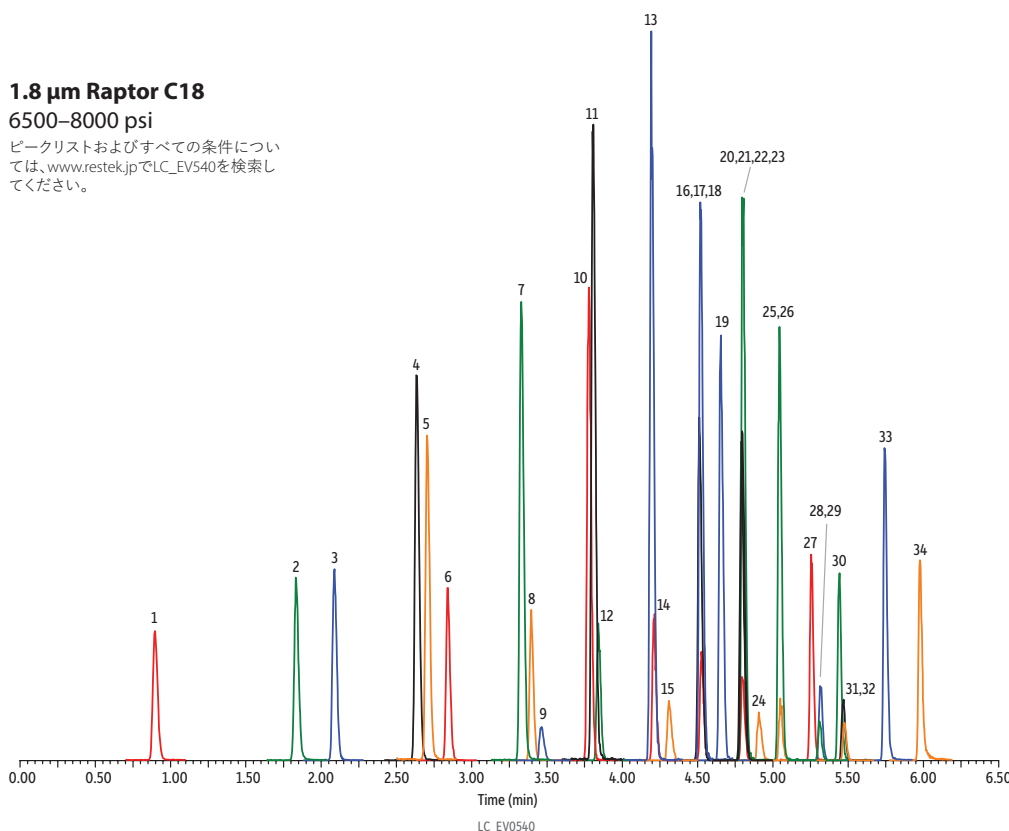
Raptor C18カラムを使用した微量分析では、PFASディレイカラムを取付けることによって、偽陽性または応答値の増大を軽減できることにご注意ください。PFASディレイカラムを使用することで、サンプル中のPFASと共溶出してしまう、システム由来のバックグラウンドPFAS汚染物質を排除します。PFASディレイカラムについての詳細は、[www.restek.jp](http://www.restek.jp)でEVAR3001-JPを検索してください。

**図 5:** FPPカラムが望ましい場合、Force C18カラムはPFAS分析に効果的な分離を提供します。(すべてのカラムは50 mm x 2.1 mmです)。

#### 1.8 $\mu$ m Raptor C18

6500–8000 psi

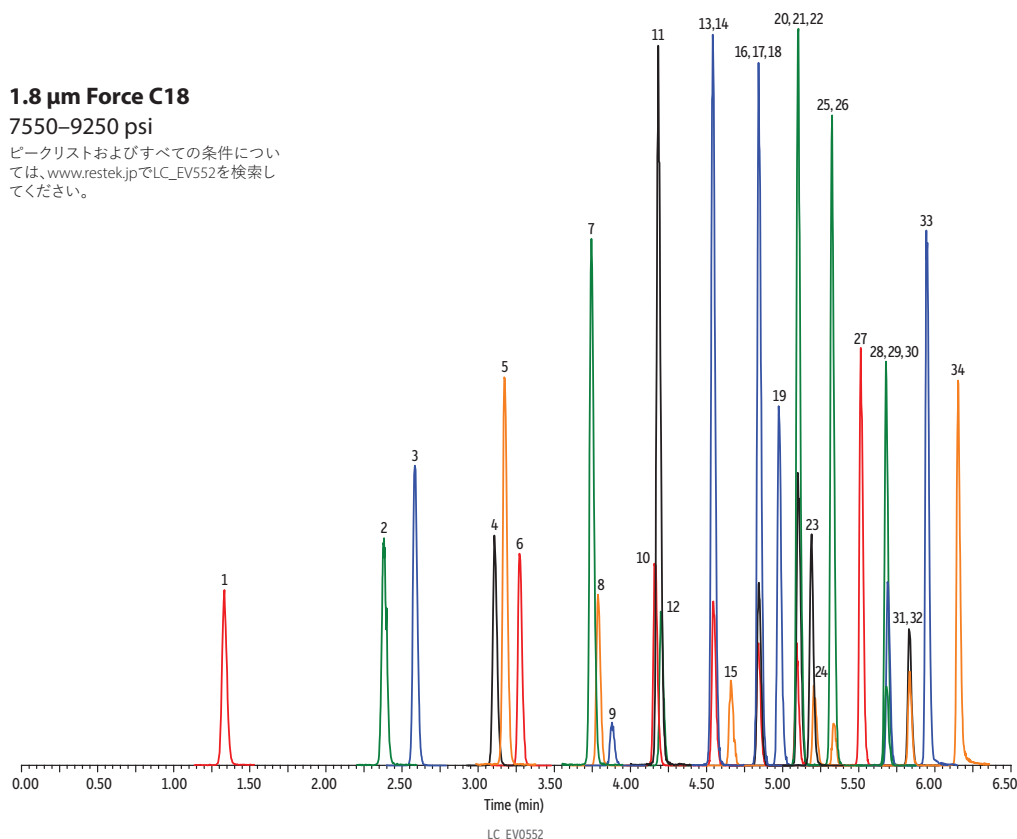
ピークリストおよびすべての条件については、[www.restek.jp](http://www.restek.jp)でLC\_EV540を検索してください。



#### 1.8 $\mu$ m Force C18

7550–9250 psi

ピークリストおよびすべての条件については、[www.restek.jp](http://www.restek.jp)でLC\_EV552を検索してください。



## Raptor C18 LC カラム (USP L1)

- ・ 逆相クロマトグラフィーで一般的に使用されるトラディショナルなエンドキャップがほどこされたC18の理想形。
- ・ 広いpH範囲(2-8)により多くのアプリケーションやマトリックス及び化合物において優れたデータ品質が得られます。
- ・ Raptor固定相のうち最も強い疎水性保持。
- ・ 1.8、2.7、および5 µmのSPP コアシェルシリカカラム。

内径	長さ	入数	cat.#
<b>1.8 µm 粒子</b>			
2.1 mm	30 mm	ea.	9304232
	50 mm	ea.	9304252
	100 mm	ea.	9304212
	150 mm	ea.	9304262
3.0 mm	50 mm	ea.	930425E
	100 mm	ea.	930421E
<b>2.7 µm 粒子</b>			
2.1 mm	30 mm	ea.	9304A32
	50 mm	ea.	9304A52
	100 mm	ea.	9304A12
	150 mm	ea.	9304A62
3.0 mm	30 mm	ea.	9304A3E
	50 mm	ea.	9304A5E
	100 mm	ea.	9304A1E
	150 mm	ea.	9304A6E
4.6 mm	30 mm	ea.	9304A35
	50 mm	ea.	9304A55
	100 mm	ea.	9304A15
	150 mm	ea.	9304A65
<b>5 µm 粒子</b>			
2.1 mm	50 mm	ea.	9304552
	100 mm	ea.	9304512
	150 mm	ea.	9304562
	30 mm	ea.	930453E
3.0 mm	50 mm	ea.	930455E
	100 mm	ea.	930451E
	150 mm	ea.	930456E
	50 mm	ea.	9304555
4.6 mm	100 mm	ea.	9304515
	150 mm	ea.	9304565
	250 mm	ea.	9304575



固定相カテゴリ: C18, octadecylsilane (L1)

官能基タイプ: エンドキャップあり、C18

粒子径: 1.8 µm、2.7 µm、5 µm s表面多孔性粒子 (SPPもしくは”コアシェル”)

細孔径: 90 Å

炭素含有量: 9% (1.8 µm), 7% (2.7 µm), 5% (5 µm)

エンドキャップ: あり

表面積: 125 m<sup>2</sup>/g (1.8 µm)、130 m<sup>2</sup>/g (2.7 µm)、100 m<sup>2</sup>/g (5 µm)

推奨使用条件: pH 範囲: 2.0–8.0

温度上限: 80 °C

圧力上限: 1,034 bar/15,000 psi\* (1.8 µm)、600 bar/8,700 psi (2.7 µm)、400 bar/5,800 psi (5 µm)

\* カラムの耐久性を最大限に保つための1.8µm 粒子の推奨最大圧力は、830 bar/ 12,000 psiです。

特長:

- ・ 中性からやや酸性(pH2-8)の移動相との互換性
- ・ 食品・環境・生化学など様々なアプリケーションにおいて優れたデータを提供

Raptor C18への切り替え:

- ・ 逆相クロマトグラフィー用の汎用的なカラムが必要な場合
- ・ 疎水性化合物の保持を強めたい時

## PFAS ディレイカラム

- ・ システム由来のPFASをトラップして妨害を防ぎ、サンプル中の微量PFASの正確な分析を確実なものにします。
- ・ 汎用性があり、以下で使用可能です。
  - ・ 15,000psi(1034bar)までのHPLCまたはUHPLC
  - ・ FPPカラムとSPPカラム
  - ・ すべての固定相
- ・ システム由来のPFASを強く保持し、長い平衡化時間でもブレイクスルーはありません。
- ・ 標準的なフィッティングを使用して簡単に取り付けることができます。

内径	長さ	入数	cat.#
<b>5 µm 粒子</b>			
2.1 mm	50 mm	ea.	27854



27854



## Force C18 LC カラム (USP L1)

汎用のRestek C18は、酸性からわずかに塩基性までの幅広い化合物の分析に適した従来型のモノメリックオクタデシルシランカラムです。

内径	長さ	入数	cat.#
1.8 $\mu$ m 粒子	30 mm	ea.	9634232
	50 mm	ea.	9634252
	100 mm	ea.	9634212
2.1 mm	50 mm	ea.	963425E
	100 mm	ea.	963421E



23242

## 2.0mL、9 mm ポリプロピレンスクリューバイアル

- 2.0mL、12x32mmバイアルタイプのオートサンプラーに適合
- 9mmのスクリューキャップすべてに対応。

- PFASフリー: PFAS分析(例: EPA 537)やその他のPFASの影響を受けやすいメソッドに最適。

注: ポリプロピレン製のバイアルとキャップは、PTFEコーティングされたセプタムからのサンプル汚染を防止します。ただし、ポリプロピレンキャップは再シールできないため、注入後には揮発が生じます。このため、同一バイアルからの繰返し注入はできません。

品名	タイプ	容量	色	サイズ	入数	cat.#
2.0 mL、9 mm ポリプロピレンスクリューバイアル	9 mm スクリュー	1.5 mL	クリア	12 x 32 mm	100-pk.	23242
	9 mm スクリュー	1.5 mL	クリア	12 x 32 mm	1000-pk.	23245
	9 mm スクリュー	700 $\mu$ L	クリア	12 x 32 mm	100-pk.	23243
	9 mm スクリュー	700 $\mu$ L	クリア	12 x 32 mm	1000-pk.	23246



23244

## 2.0 mL、9 mm ソリッドトップポリエチレンキャップ

- 9 mmのスクリューバイアルすべてに対応。

- モールド、10 mil、ソリッドキャップ。

- PFASフリー: PFAS分析(例: EPA 537)やその他のPFASの影響を受けやすいメソッドに最適。

注: ポリプロピレン製のバイアルとキャップは、PTFEコーティングされたセプタムからのサンプル汚染を防止します。ただし、ポリプロピレンキャップは再シールできないため、注入後には揮発が生じます。このため、同一バイアルからの繰返し注入はできません。

品名	タイプ	キャップサイズ	色	入数	cat.#
2.0 mL、9 mm ソリッドトップポリエチレンキャップ	スクリュー	9 mm	クリア	100-pk.	23244
	スクリュー	9 mm	クリア	1000-pk.	23247

## Resprep ポリマー-SPE カートリッジと96ウェルプレート (逆相)

- シリカフリーの結合型ポリマー吸着剤—塩基性化合物に対する不要なシリカの二次的相互作用がありません。
- 大きな表面積—シリカベースの吸着剤と比べ、負荷量が上がります。
- 広いpH範囲(0-14)で安定—極端なpH条件下でも加水分解しません。



品名	吸着剤	推奨分析種	容量	入数	cat.#
Resprep ポリマー-SPEカートリッジ	WAX (Mixed-Mode, Weak Anion Exchange)	強酸	1 mL, 30 mg	100-pk.	28467
	WAX (Mixed-Mode, Weak Anion Exchange)	強酸	3 mL, 60 mg	50-pk.	28468
	WAX (Mixed-Mode, Weak Anion Exchange)	強酸	6 mL, 150 mg	30-pk.	28469
	WAX (Mixed-Mode, Weak Anion Exchange)	強酸	6 mL, 500 mg	30-pk.	28470



お問い合わせはRestek株式会社([www.restek.jp/contact-us](http://www.restek.jp/contact-us))

Restekの特許および商標は、Restek Corporationの所有物です。(全リストについては[www.restek.com/Patents-Trademarks](http://www.restek.com/Patents-Trademarks)を参照)Restekの文献またはウェブサイトにあるその他の商標は、それぞれの所有者に帰属します。Restek登録商標は米国で登録されており、他の国でも登録されている可能性があります。Restekからのメール配信を受信されている場合に、配信停止や設定の更新をご希望の場合は、[www.restek.com/subscribe](http://www.restek.com/subscribe)にアクセスいただくか、Restek株式会社へご連絡ください。

© 2022 Restek Corporation. All rights reserved. Printed in Japan.

[www.restek.com](http://www.restek.com)



Lit. Cat.# EVAR3069C-JP