附属書 D2
（参考）

有機ふっ素化合物の試験法(8.7.a 高速液体クロマトグラフタンデム質量分析法)に用いる測定条件例

この附属書は、有機ふっ素化合物(8.7.a 高速液体クロマトグラフタンデム質量分析法 PFC.a-3)に用いる分離カラム、ディレイカラム及び測定条件の参考例を表 1 及び表 2 に示す。なお、表 1 は PFOS、PFOA、表 2 は PFHxS、PFNA を対象とした条件例である。

表1 有機ふっ素化合物の高速液体クロマトグラフ質量分析法に用いるカラム及び測定条件（R3年度-PFOS及びPFOA共同試験より）

分離用カラム メーカー (内径×長さ, 粒径)	ディレイカラム メーカー (内径×長さ)	溶離液 上段：A 下段：B	流量 (mL/min)	カラム恒温槽 温度 (°C)	グラジエント 時間(min)	 A:(%)	 B:(%)
InertSustain C18, GL Sciences (2.1 mm×150 mm, 3.0 μm)	Delay column for PFAS GL Science (3.0 mm×30 mm)	10 mmol/L 酢酸アンモニウム アセトニトリル	0.2	40	0.0 ~ 1.5 min 1.5 min～10.0 min 10.0 min～12.0 min 12.0 min～12.2 min 12.2 min～20.0 min	A: 60 A: 60→0 A: 0 A: 0→60 A: 60	B: 40 B: 40→100 B: 100 B: 100→40 B: 40
InertSustain C18 HP, GL Sciences (2.1 mm×150 mm, 3.0 μm)	Delay column for PFAS GL Science (3.0 mm×30 mm)	10 mmol/L 酢酸アンモニウム アセトニトリル	0.2	40	0.0 ~ 1.5 min 1.5 min～10.0 min 10.0 min～12.0 min 12.0 min～12.2 min 12.2 min～20.0 min	A: 60 A: 60→0 A: 0 A: 0→60 A: 60	B: 40 B: 40→100 B: 100 B: 100→40 B: 40
InertSustain AQ-C18, GL Sciences (2.1 mm×150 mm, 3.0 μm)	-	10 mmol/L 酢酸アンモニウム アセトニトリル	0.2	40	0.0 ~ 1.5 min 1.5 min～10.0 min 10.0 min～12.0 min 12.0 min～12.2 min 12.2 min～18.0 min	A: 60 A: 60→0 A: 0 A: 0→60 A: 60	B: 40 B: 40→100 B: 100 B: 100→40 B: 40
Shim-pack Velox SP-C18, Shimadzu (2.1 mm×100 mm, 1.8 μm)	Shim-pack XR-ODS Ⅱ, Shimadzu (2.0 mm×75 mm)	10 mmol/L 酢酸アンモニウム アセトニトリル	0.2~0.35	40	0.0 ~ 7.0 min 7.0 min～7.1 min 7.1 min～7.5 min 7.5 min～10.5 min 10.5 min～10.6 min 10.6 min～15.0 min	A: 70→35 A: 35→5 A: 5 A: 5 A: 5→70 A: 70	B: 30→65 B: 65→95 B: 95 B: 95 B: 95→30 B: 30
InertSustain C18, GL Sciences (2.1 mm×150 mm, 3.0 μm)	-	0.5 mmol/L 酢酸アンモニウム (0.1 %ぎ酸含有) アセトニトリル	0.2	40	0.0 ~ 13.0 min 13.0 min～18.0 min 18.0 min～21.0 min 21.0 min～25.0 min	A: 60→5 A: 5 A: 5→60 A: 60	B: 40→95 B: 95 B: 95→40 B: 40
ACQUITY UPLC BEH C18, Waters (2.1 mm×50 mm, 1.7 μm)	ACQUITY UPLC BEH C18, Waters (2.1 mm×100 mm)	5 mmol/L 酢酸アンモニウム アセトニトリル	0.25	45	0.0 ~ 4.8 min 4.8 min～5.4 min 5.4 min～5.5 min	A: 70→5 A: 5 A: 5→70	B: 30→95 B: 95 B: 95→30
ZORBAX Eclipse Plus C18, Agilent (2.1 mm×100 mm, 1.8 μm)	ZORBAX Eclipse Plus C18, Agilent (2.1 mm×5 mm)	10 mmol/L 酢酸アンモニウム アセトニトリル	0.2	40	0.0 ~ 20.0 min 20.0 min～25.0 min 25.0 min～25.1 min	A: 70→10 A: 10 A: 10→70	B: 30→90 B: 90 B: 90→30
InertSustain C18, GL Science (2.1 mm×150 mm, 3.0 μm)	InertSustain AQ-C18, GL Science (2.1 mm×100 mm)	10 mmol/L 酢酸アンモニウム アセトニトリル	0.35	40	0.0 ~ 1.0 min 1.0 min～16.0 min 16.0 min～20.0 min 20.0 min～20.1 min 20.1 min～22.5 min	A: 75 A: 75→2 A: 2 A: 2→75 A: 75	B: 25 B: 25→98 B: 98 B: 98→25 B: 25
InertSustain C18, GL Sciences (2.1 mm×150 mm, 3.0 μm)	ZORBAX Eclipse XDB-C18, Agilent (4.6 mm×50 mm)	10 mmol/L 酢酸アンモニウム アセトニトリル	0.2	40	0.0 ~ 20.0 min 20.0 min～23.0 min 23.0 min～23.1 min 23.1 min～30.0 min	A: 75→0 A: 0 A: 0→75 A: 75	B: 25→100 B: 100 B: 100→25 B: 25
Atlantis T3, Waters (2.1 mm×150 mm, 3.0 μm)	-	10 mmol/L 酢酸アンモニウム アセトニトリル	0.2	40	0.0 ~ 20.0 min 20.0 min～23.0 min 23.0 min～23.1 min 23.1 min～25.0 min	A: 70→5 A: 5 A: 5→70 A: 70	B: 30→95 B: 95 B: 95→30 B: 30
InertSustainSwift C18 HP, GL Science (2.1 mm×100 mm, 3.0 μm)	-	10 mmol/L ぎ酸アンモニウム (0.1 %ぎ酸含有) メタノール	0.3	40	0.0 ~ 3.0 min 3.0 min～10.0 min 10.0 min～15.0 min 15.0 min 15.0 min～20.1 min	A: 70 A: 70→0 A: 0 A: 0→70 A: 70	B: 30 B: 30→100 B: 100 B: 100→30 B: 30

表1 続き

ACQUITY UPLC C18, Waters (2.1 mm×50 mm, 1.7 μm)	ACQUITY UPLC C18, Waters (2.1 mm×100 mm)	2 mmol/L 酢酸アンモニウム アセトニトリル	0.3	40	0.0 ~ 8.0 min 8.0 min～9.0 min 9.0 min～9.1 min	A: 99→5 A: 5 A: 5→99	B: 1→95 B: 95 B: 95→1
InertSustain C18 HP, GL Sciences (2.1 mm×150 mm, 3.0 μm)	ZORBAX Eclipse XDB-C18, Agilent (4.6 mm×50 mm)	10 mmol/L 酢酸アンモニウム アセトニトリル	0.2	40	0.0 ~ 1.5 min 1.5 min～10.0 min 10.0 min～12.0 min 12.0 min～12.2 min 12.2 min～20.0 min	A: 60 A: 60→0 A: 0 A: 0→60 A: 60	B: 40 B: 40→100 B: 100 B: 100→40 B: 40

表2 有機ふっ素化合物の高速液体クロマトグラフ質量分析法に用いるカラム及び測定条件（R7年度-PFHxS及びPFNA共同試験より）

分離用カラム メーカー (内径×長さ, 粒径)	ディレイカラム メーカー (内径×長さ)	溶離液 上段：A 下段：B	流量 (mL/min)	カラム恒温槽 温度 (°C)	グラジエント 時間(min)	 A:(%)	 B:(%)
InertSustain C18 HP, GL Sciences (2.1 mm×150 mm, 3 μm)	Delay column for PFAS, GL Science (3.0 mm×30 mm)	10 mmol/L 酢酸アンモニウム アセトニトリル	0.3	40	0.0 ~ 2.0 min 2.0 min ~ 15.0 min 15.0 min ~ 15.1 min 15.1 min ~ 20.0 min	A: 80 A: 80→0 A: 0→80 A: 80	B: 20 B: 20→100 B: 100→20 B: 20
ZORBAX Eclipse Plus C18 RRHD, Agilent (2.1 mm×100 mm, 1.8 μm)	InfinityLab PFC Delay Column, Agilent (4.6 mm×30 mm)	2 mmol/L 酢酸アンモニウム アセトニトリル	0.3~0.5	40	0.0 ~ 2.0 min 2.0 min ~ 2.1 min 2.1 min ~ 16.0 min 16.0 min ~ 17.0 min 17 min ~ 17.1 min 17.1 min ~ 18.0 min 18.0 min ~ 18.1 min 18.1 min ~ 21.0 min	A: 98 A: 98→80 A: 80→20 A: 20→0 A: 0 A: 0 A: 0→98 A: 98	B: 2.0 B: 2.0→20 B: 20→80 B: 80→100 B: 100 B: 100 B: 100→2.0 B: 2.0
Betasil C18, Thermo Fisher Scientific Inc. (2.1 mm×50 mm, 5 μm)	InfinityLab PFC Delay, Agilent (4.6 mm×30 mm)	2 mmol/L 酢酸アンモニウム /メタノール（9:1） メタノール	0.22	30	0.0 ~ 2.0 min 2.0 min ~ 10.0 min 10.0 min ~ 14.0 min 14.0 min ~ 15.0 min 15.0 min ~ 20.0 min	A: 90→50 A: 50→0 A: 0 A: 0→90 A: 90	B: 10→50 B: 50→100 B: 100 B: 100→10 B: 10
ACQUITY UPLC BEH C18, Waters (2.1 mm×100 mm, 1.7 μm)	PFAS Delay Column, Restek (2.1 mm ×50 mm)	2 mmol/L 酢酸アンモニウム (2 %メタノール含有) アセトニトリル	0.4	50	0.0 ~ 1.0 min 1.0 min ~ 15.0 min 15.0 min ~ 16.0 min 16.0 min ~ 16.01 min 16.01 min ~ 20.0 min	A: 90 A: 90→5.0 A: 5.0 A: 5.0→90 A: 90	B: 10 B: 10→95 B: 95 B: 95→10 B: 10
ZORBAX Eclipse Plus C18 RRHD, Agilent (2.1 mm×100 mm, 1.8 μm)	InfinityLab PFC Delay, Agilent (4.6 mm×30 mm)	10 mmol/L 酢酸アンモニウム アセトニトリル	0.4	40	0.0 ~ 1.0 min 1.0 min ~ 8.5 min 8.5 min ~ 8.6 min 8.6 min ~ 11.5 min 11.5 min ~ 11.6 min 11.6 min ~ 14.5 min	A: 70 A: 70→25 A: 25→2.0 A: 2.0 A: 2.0→70 A: 70	B: 30 B: 25→75 B: 75→98 B: 98 B: 98→30 B: 30
ACQUITY UPLC BEH C18, Waters (2.1 mm×100 mm, 1.7 μm)	ACQUITY UPLC C18, Waters (2.1 mm×50 mm)	2 mmol/L 酢酸アンモニウム メタノール	0.2	40	0.0 ~ 6.0 min 6.0 min ~ 16.0 min 16.0 min ~ 25.0 min 25.0 min ~ 25.1 min 25.1 min ~ 35.0 min	A: 99→50 A: 50→2.0 A: 2.0 A: 2.0→99 A: 99	B: 1.0→50 B: 50→98 B: 98 B: 98→1.0 B: 1.0
ZORBAX Eclipse Plus C18 RRHD, Agilent (2.1 mm×100 mm, 1.8 μm)	InfinityLab PFC Delay, Agilent (4.6 mm×30 mm)	2 mmol/L 酢酸アンモニウム (5 %アセトニトリル含有) アセトニトリル	0.35	40	0.0 ~ 2.0 min 2.0 min ~ 15.0 min 15.0 min ~ 18.0 min 18.0 min ~ 18.01 min 18.01 min ~ 22.0 min	A: 80 A: 80→0 A: 0 A: 0→80 A: 80	B: 20 B: 20→100 B: 100 B: 100→20 B: 20
InertSustain C18, GL Science (2.1 mm×50 mm, 2 μm)	Delay column for PFAS, GL Science (3.0 mm×30 mm)	10 mmol/L 酢酸アンモニウム アセトニトリル	0.35	40	0.0 ~ 2.0 min 2.0 min ~ 15.0 min 15.0 min ~ 18.0 min 18.0 min ~ 18.01 min 18.01 min ~ 22.0 min	A: 80 A: 80→0 A: 0 A: 0→80 A: 80	B: 20 B: 20→100 B: 100 B: 100→20 B: 20
InertSustain AQ-C18, GL Science (2.1 mm×150 mm, 3 μm)	Delay column for PFAS, GL Science (3.0 mm×30 mm)	10 mmol/L 酢酸アンモニウム アセトニトリル	0.3	40	0.0 ~ 1.5 min 1.5 min ~ 10.0 min 10.0 min ~ 13.0 min 13.0 min ~ 13.2 min 13.2 min ~ 21 min	A: 60 A: 60→0 A: 0 A: 0→60 A: 60	B: 40 B: 40→100 B: 100 B: 100→40 B: 40
InertSustain AQ-C18, GL Science (2.1 mm×150 mm, 3 μm)	Delay column for PFAS, GL Science (3.0 mm×30 mm)	10 mmol/L 酢酸アンモニウム アセトニトリル	0.3	40	0.0 ~ 1.5 min 1.5 min ~ 10.0 min 10.0 min ~ 12.0 min 12.0 min ~ 12.1 min 12.1 min ~ 16.0 min	A: 60 A: 60→2.0 A: 2.0 A: 2.0→60 A: 60	B: 40 B: 40→98 B: 98 B: 98→40 B: 40

表2 続き

InertSustain C18, GL Science (2.1 mm×50 mm, 3 μm)	Delay column for PFAS, GL Science (3.0 mm×30 mm)	2 mmol/L 酢酸アンモニウム (5 %アセトニトリル含有) アセトニトリル	0.4	40	0.0 ~ 1.0 min 1.0 min ~ 5.0 min 5.0 min ~ 5.1 min 5.1 min ~ 7.0 min 7.0 min ~ 7.1 min 7.1 min ~ 9.3 min	A: 98→70 A: 70→52.5 A: 52.5→5.0 A: 5.0 A: 5.0→98 A: 98	B: 2.0→30 B: 30→47.5 B: 47.5→95 B: 95 B: 95→2.0 B: 2.0
InertSustain AQ-C18, GL Science (2.1 mm×150 mm, 3 μm)	活性炭カラム	10 mmol/L 酢酸アンモニウム アセトニトリル	0.2	40	0.0 ~ 1.5 min 1.5 min ~ 10.0 min 10.0 min ~ 12.0 min 12.0 min ~ 12.2 min	A: 60 A: 60→0 A: 0→80 A: 80	B: 40 B: 40→100 B: 100→20 B: 20
ZORBAX Eclipse Plus C18 RRHD, Agilent (2.1 mm×100 mm, 1.8 μm)	InfinityLab PFC Delay, Agilent (4.6 mm×30 mm)	10 mmol/L 酢酸アンモニウム アセトニトリル	0.3	40	0.0 ~ 1.0 min 1.0 min ~ 2.0 min 2.0 min ~ 12.0 min 12.0 min ~ 16.0 min 16.0 min ~ 21.0 min 21.0 min ~ 21.1 min 21.1 min ~ 25.0 min	A: 99 A: 99→50 A: 50→30 A: 30→5.0 A: 5.0 A: 5.0→99 A: 99	B: 1.0 B: 1.0→50 B: 50→70 B: 70→95 B: 95 B: 95→1.0 B: 1.0