

国立研究開発法人国立環境研究所

環境標準物質認証書

NIES CRM No. 32 ブルーギル (Bluegill)

本環境標準物質は、ブルーギル (*Lepomis macrochirus*) およびそれに類似したマトリックスを持つ物質中のペルフルオロオクタンスルホン酸 (PFOS) の分析を行う際の分析値の精度管理や分析機器の妥当性確認に使うことを目的として国立環境研究所 (NIES, National Institute for Environmental Studies) において研究開発された認証標準物質 (CRM, Certified Reference Material) である。

認証値

化合物	質量分率			分析方法*
	単位	認証値	不確かさ	
PFOS	ng/g	43.9	5.6	LC-MS, LC-MS/MS

\* LC-MS : 液体クロマトグラフ質量分析法

LC-MS/MS : 液体クロマトグラフタンデム型質量分析法

参考値

元素	質量分率		分析方法*
	単位	参考値	
Calcium (Ca)	%	0.106	ICP-OES
Magnesium (Mg)	%	0.139	AAS, ICP-OES
Phosphorus (P)	%	0.875	ICP-OES, Molybdenum blue-FIA
Arsenic (As)	mg/kg	0.563	ICP-MS
Copper (Cu)	mg/kg	1.06	ICP-MS, ICP-OES
Iron (Fe)	mg/kg	9.69	ICP-MS, ICP-OES
Manganese (Mn)	mg/kg	0.881	ICP-MS, ICP-OES
Mercury (Hg)	mg/kg	0.161	CVAAS, Pyrolysis-gold amalgamation-AAS
Selenium (Se)	mg/kg	1.79	ICP-MS
Zinc (Zn)	mg/kg	29.3	ICP-MS, ICP-OES

\* AAS : 原子吸光分析法

CVAAS : 還元気化原子吸光法

ICP-MS : 誘導結合プラズマ質量分析法

ICP-OES：誘導結合プラズマ発光分光分析法

Molybdenum blue-FIA：モリブデン青吸光光度分析法

Pyrolysis-gold amalgamation-AAS：加熱気化-金アマルガム-原子吸光分析法

### 認証値と参考値の決定法

本標準物質の認証値は、9 機関から報告された分析値を用いて統計的に決定された以下の基準を満たす特性値である。

- 1) 特性値決定に使用された分析値を用いて算出された相対標準偏差が 10 %以下
- 2) 特性値決定に使用された分析値の数が 8 以上
- 3) 特性値決定に使用された分析法の種類が 2 以上

認証値に付けた不確かさは包含係数  $k=2$  の拡張不確かさであり、95%の信頼区間の半分の幅に相当する。元素の特性値を参考値とした。7 機関から報告された分析値についてロバスト法で  $z$  スコアが 2 以上のものは棄却した。参考値は棄却後の平均値である。認証値および参考値はすべて乾燥重量当たりの値である。

### 形状等

本物質は、黄土色の粉体である。

### 原料および作製法

本標準物質の原料は、2011 年 11 月から 2012 年 2 月に琵琶湖で採取したブルーギルである。採取した 200 kg のブルーギルの身の部分 46 kg を NIES において、ホモジナイズ後、凍結乾燥し約 8 kg の魚肉試料を得た。その試料をボールミルで粉砕し、106  $\mu\text{m}$  のふるいにかかけ、回転ブレンダーによる均質化を行い 3.8 kg の最終原料を得た。その最終原料を 597 本のガラスビンに 5 g ずつ詰めた後、 $^{60}\text{Co}$  照射 (20 kGy) による滅菌処理を施した。一連の作業は PFOS 汚染に細心の注意を払い ISO Guide 34 に準拠して行われた。

### 均質性

597 本のビンより 10 本を層別ランダム抽出し、PFOS の分析を行った。一元配置分散分析により算出された PFOS のビン間標準偏差は 1 %以下であり併行標準偏差と比較して十分に小さく、標準物質として均質であることが確認された。

### 使用上の注意事項

1. ビン開封の際は汚染に注意し、開封後はできるだけ速やかに使用することが望ましい。
2. 本物質は配布時のビンのまま冷凍 ( $-20^{\circ}\text{C}$  以下) 保存すること。開封後も同様の条件下で保存すること。
3. 本物質は分取前に室温にもどし、ビンを軽く振って混和させること。
4. 本物質の 1 分析あたりの使用量は 0.2 g 以上が望ましい。
5. 本物質を吸い込まないよう取り扱いに注意すること。
6. 本物質を研究目的以外に使用しないこと。物質の廃棄の際は、廃棄物の処理および清掃に関する法律を遵守すること。
7. 本物質の認証値および参考値はすべて乾燥重量当たりで決定されている。定量の際には、成分分析用試料を分取したビンから水分含量測定用試料も分取する。NIES において  $85^{\circ}\text{C}$ 、4 時間の乾燥条件下での平均水分含量は 4 % ( $n = 20$ ) であった。水分含量は保存条件により変動するので、必ず毎分析時に測定し補正すること。

### 有効期限

本標準物質の認証値の有効期限は、上記保管条件が守られることを前提として2026年3月とする。有効期限内に特性値の変化が認められた場合は、ホームページにおいて公表する。

<http://www.nies.go.jp/labo/crm/index.html>

### 分析協力機関

本標準物質の認証値および参考値は、次の11機関の分析値をもとに決定された。

国立環境研究所、いであ(株)、(株)カネカテクノロジー、(株)島津テクノロジー、(株)環境管理センター、(株)静環検査センター、東京大学、日鉄住金テクノロジー(株)、(一財)日本食品分析センター、(公財)ひょうご環境創造協会、ムラタ計測器サービス(株)

### 作製協力機関

原料採取および解体作業は、滋賀県漁業協同組合連合会と霞ヶ浦漁業協同組合の協力によって行われた。

### 技術情報

本標準物質に関連する技術情報と最新の研究報告についてはホームページから入手可能である。

<http://www.nies.go.jp/labo/crm/index.html>

その他、本標準物質に関する質問は下記問い合わせ先にご連絡ください。

2016年3月24日

国立研究開発法人国立環境研究所

環境計測研究センター長 今村 隆史

#### 問い合わせ先

〒305-8506 茨城県つくば市小野川16-2

国立研究開発法人国立環境研究所

環境リスク・健康領域 基盤計測センター 環境標準物質担当

TEL: 029-850-2945 FAX: 029-850-2900 E-mail: [nies.crm@nies.go.jp](mailto:nies.crm@nies.go.jp)

認証日 2016年3月24日

改訂日 2021年4月1日 組織名称等の変更に伴い、関連する記載内容を変更した。

## 付録

本標準物質の使用に当たり有益な情報を付録として提供する。なお、ここに示す値は認証値ではない。

表 A1 NIES CRM No.32 のペルフルオロ化合物の含有量範囲

化合物	質量分率		分析方法*
	単位	含有量範囲	
PFNA	ng/g	1.19 – 2.04	LC-MS/MS
PFDA	ng/g	12.3 – 15.3	LC-MS/MS
PFuDA	ng/g	16.9 – 21.7	LC-MS/MS
PFdDA	ng/g	7.1 – 12.6	LC-MS/MS

5 機関からの報告値をもとに算出した、乾燥重量あたりの含有量範囲を示す。

\* LC-MS/MS：液体クロマトグラフタンデム型質量分析法

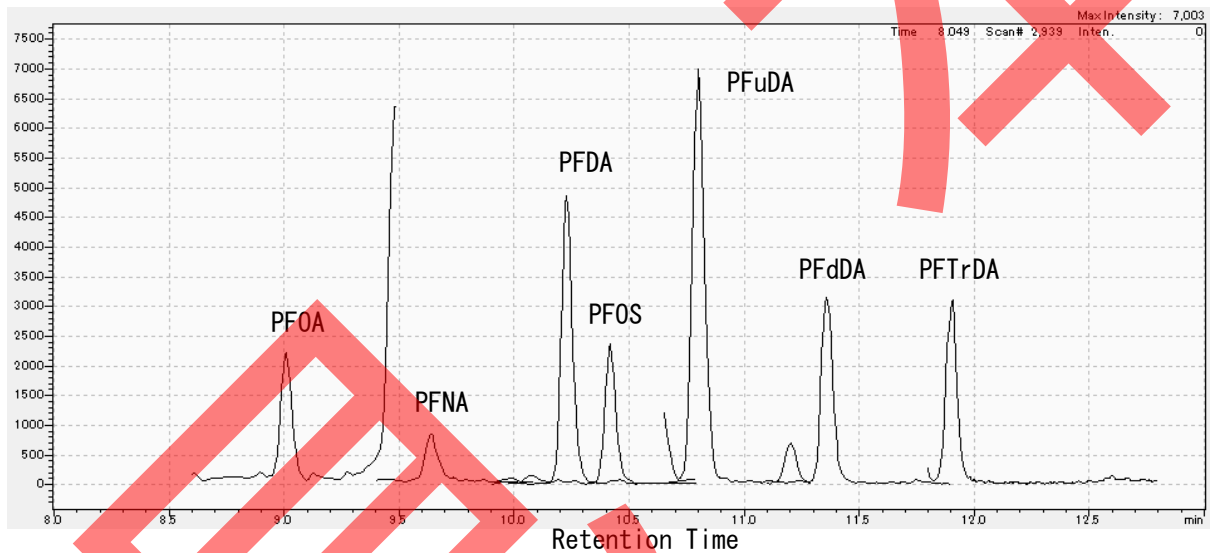


図 A1 NIES CRM No.32 の LC-MS/MS クロマトグラム例

カラム：Ascentis Express C18 2.1 x 150 mm 5 μm、溶媒：10–95 %アセトニトリル in 10 mM 酢酸アンモニウム、流速：0.3 ml/min、温度：50 °C

PFOA：ペルフルオロオクタン酸

PFNA：ペルフルオロノナン酸

PFDA：ペルフルオロデカン酸

PFuDA：ペルフルオロウンデカン酸

PFdDA：ペルフルオロドデカン酸

PFTrDA：ペルフルオロトリデカン酸