



US EPA Method 1633によるPFAS 40項目一斉分析の 日本国内での導入事例

- 導入時の課題と精度管理要求事項の要点 -

ユーロフィン日本環境 R&Dグループ

関 友博

6 July 2023

www.eurofins.com



Title: Presentation title Document Name: PowerPoint template (4-3) MASTER DRAFT EDR: N/A Document owner: Rachel Lopez Last modified on: 11.09.2020

セミナーの内容



今回お話しする内容は以下となります。

- US EPA Method 1633とは
- Methodの概要と注意点
- 導入時検証の要点と発生した問題点
- 日常的な精度管理要求事項

US EPA Method 1633とは

CONFIDENTIAL AND PROPRIETARY - © Eurofins Scientific (Ireland) Ltd [2020]. All rights reserved. Any use of this material without the specific permission of an authorized representative of Eurofins Scientific (Ireland) Ltd is strictly prohibited.

Title: Presentation title Document Name: PowerPoint template (4-3) MASTER DRAFT EDR: N/A Document owner: Rachel Lopez Last modified on: 11.09.2020

3

EPA Method 1633とは

背景

- PFASの規制において先行している米国では、直接規制の対象となっているPFASはまだ多くないものの、環境保護庁（EPA）が多項目のPFASを同時に測定する手法を発行している。例えばMethod 537.1は18種、Method 533は25種のPFASを測定対象としている。しかしながらいずれも飲料水の測定手法として発行されており、土壌の測定方法に関して規定しているのは工業規格であるASTM D7968のみであった。
- 米国ではPFASの問題が重要度を増したことで多くの媒体に対する測定の要請が強くなり、EPAはDraft Method 1633を2021年8月に発行した。この方法は**“正式に使用可能なドラフト版”**という異例の扱いで発行され、土壌、底質、バイオソリッドから生体組織などの幅広い媒体に適用できる分析法となっている。また、前駆体を含む40項目のPFASを対象としており、正式に使用できる測定方法としては現時点で最も多くの項目数を測定可能である。
- 現在、**2022年12月に3rd Draftが発行**されたところであり、**2023年中に最終版を発効する予定**である。

CONFIDENTIAL AND PROPRIETARY - © Eurofins Scientific (Ireland) Ltd [2020]. All rights reserved. Any use of this material without the specific permission of an authorized representative of Eurofins Scientific (Ireland) Ltd is strictly prohibited.

Title: Presentation title Document Name: PowerPoint template (4-3) MASTER DRAFT EDR: N/A Document owner: Rachel Lopez Last modified on: 11.09.2020

4

➤ US EPAのPFAS測定法に関する説明

<https://www.epa.gov/cwa-methods/cwa-analytical-methods-and-polyfluorinated-alkyl-substances-pfas#related-info>

Draft Method 1633 for 40 PFAS Compounds

EPA's Office of Water, in partnership with the Department of Defense's (DoD) Strategic Environmental Research and Development Program, has published multiple drafts of Method 1633, a method to test for 40 PFAS compounds in wastewater, surface water, groundwater, soil, biosolids, sediment, landfill leachate, and fish tissue. This draft method can be used in various applications, including National Pollutant Discharge Elimination System (NPDES) permits. The method will support NPDES implementation by providing a consistent PFAS method that has been tested in a wide variety of wastewaters and contains all the required quality control procedures for the CWA. While the method is not nationally required for CWA compliance monitoring until EPA has promulgated it through rulemaking, it is recommended now for use in individual permits.

CONFIDENTIAL AND PROPRIETARY - © Eurofins Scientific (Ireland) Ltd [2020]. All rights reserved. Any use of this material without the specific permission of an authorized representative of Eurofins Scientific (Ireland) Ltd is strictly prohibited.

Title: Presentation title Document Name: PowerPoint template (4-3) MASTER DRAFT EDR: N/A Document owner: Rachel Lopez Last modified on: 11.09.2020

5

対象項目

- 対象項目にはペルフルオロアルキルカルボン酸（PFCAs：PFOAなど）やペルフルオロアルキルスルホン酸（PFSAs：PFOS、PFHxSなど）の他にPFCAsやPFSAsの前駆体となる化合物（下表内で※印のついたもの）も含まれている。

種類	内訳
ペルフルオロアルキルカルボン酸（PFCAs）	C4-C14の11種
ペルフルオロアルキルスルホン酸（PFSAAs）	C4-C10、C12の8種
エーテルカルボン酸	HFPO-DA、ADONA、PFMPA、PFMBA、NFDHA
エーテルスルホン酸	9Cl-PF3ONS、11Cl-PF3OUdS、PFEESA
フルオロテロマーカルボン酸 ※	3:3FTCA、5:3FTCA、7:3FTCA
フルオロテロマースルホン酸 ※	4:2FTS、6:2FTS、8:2FTS
ペルフルオロオクタンスルホンアミド ※	PFOSA、NMeFOSA、NEtFOSA
ペルフルオロオクタンスルホンアミド酢酸 ※	NMeFOSAA、NEtFOSAA
ペルフルオロオクタンスルホンアミドエタノール ※	NMeFOSE、NEtFOSE

CONFIDENTIAL AND PROPRIETARY - © Eurofins Scientific (Ireland) Ltd [2020]. All rights reserved. Any use of this material without the specific permission of an authorized representative of Eurofins Scientific (Ireland) Ltd is strictly prohibited.

Title: Presentation title Document Name: PowerPoint template (4-3) MASTER DRAFT EDR: N/A Document owner: Rachel Lopez Last modified on: 11.09.2020

6

Methodの概要と注意点

CONFIDENTIAL AND PROPRIETARY - © Eurofins Scientific (Ireland) Ltd [2020]. All rights reserved. Any use of this material without the specific permission of an authorized representative of Eurofins Scientific (Ireland) Ltd is strictly prohibited.

Title: Presentation title Document Name: PowerPoint template (4-3) MASTER DRAFT EDR: N/A Document owner: Rachel Lopez Last modified on: 11.09.2020

7

対象とする媒体と方法の概略

➤ 水質（試料量：500ml、最大1000ml）

水系試料に安定同位体で標識化したサロゲート標準物質を添加し、WAX系の固相抽出（SPE）により抽出した後、カーボンによるクリーンアップを行ってから分析

➤ 固体試料（試料量：土壌、底質は最大5g、バイオソリッドは最大0.5g）

固体試料に安定同位体で標識化したサロゲート標準物質を添加し、塩基性メタノールにより振とう抽出した後、カーボンおよびSPE（WAX系）でクリーンアップして分析

➤ 組織試料（試料量：2gあるいは1g）

組織サンプルに安定同位体で標識化したサロゲート標準物質を添加し、水酸化カリウム、アセトニトリル、塩基性メタノールで抽出し、カーボンおよびSPEカートリッジでクリーンアップしてから分析

CONFIDENTIAL AND PROPRIETARY - © Eurofins Scientific (Ireland) Ltd [2020]. All rights reserved. Any use of this material without the specific permission of an authorized representative of Eurofins Scientific (Ireland) Ltd is strictly prohibited.

Title: Presentation title Document Name: PowerPoint template (4-3) MASTER DRAFT EDR: N/A Document owner: Rachel Lopez Last modified on: 11.09.2020

8

➤ サブサンプリング（試料の分取）は原則禁止

PFASは容器への吸着性が大きく、状況によっては膜状に水面に積層している可能性がある。そのため試料容器のサンプルは全量使用することが原則で、最終的に容器の壁面を洗浄して、洗液を試料に合わせる手順となっている。

例外的に高濃度が予想される試料は、付録Bに記載されている手順でサブサンプリングをすることができる。ただし、積層や容器への付着が懸念され、その状況は試料ごとに異なるため、サブサンプリングはプロジェクト固有の要件を設定し、それを満たす必要がある。

ただし基本的には、より適切な量のサンプルを適切なサイズの容器に採取すべきであるとされ、サブサンプリングを行う場合は依頼者に通知、報告書にサブサンプリング行った旨を記載する必要がある。

➤ 浮遊物のろ過は行わない

このメソッドは、1サンプルあたり50mg以下の浮遊物を含む水質試料にのみ適用される。この方法では、試料全体を前処理にかける必要があるため、多量の浮遊物を含む試料はSPEを詰まらせる可能性がある。なお、このメソッドでは指定された以上の固形物を含む試料は少ないサンプル量で分析することができるが、上述のように、サブサンプリングは可能な限り避けるべきであると記載されている。（SPEについては、途中で詰まった場合に2本まで使える様に方法の中で記載されている。）

CONFIDENTIAL AND PROPRIETARY - © Eurofins Scientific (Ireland) Ltd [2020]. All rights reserved. Any use of this material without the specific permission of an authorized representative of Eurofins Scientific (Ireland) Ltd is strictly prohibited.

Title: Presentation title Document Name: PowerPoint template (4-3) MASTER DRAFT EDR: N/A Document owner: Rachel Lopez Last modified on: 11.09.2020

9

分析手順のアウトライン（水質）

試料の事前調製

- 試料容器の重量を蓋つきのまま計量（0.1gまで）
- EIS(Extractable Internal Standard)の添加
- pHを6.0～7.0の間に調整

固相抽出管のコンディショニング

- シラン化したガラスワールをStrata-X-AWの半分程度の高さまで詰める
- 7.5 mLの1.0%-アンモニア-メタノール溶液を流す
- 5 mLの0.3 M-ギ酸水溶液を流す

抽出・洗浄

- 試料を5 mL/分の速度で固相抽出管に通す（500 mL～1000 mL）
- 試料容器の壁面を5 mLの試薬水で2回リンスし固相抽出管に通す
- 試料容器の壁面を5 mLの0.1 M-ギ酸-メタノールでリンスし固相抽出管を通す
- 固相抽出管を脱水する

溶出

- 15 mL-PP遠沈管を固相抽出管の下にセットする
- 試料容器の壁面を0.1%-アンモニア-メタノール溶液でリンスしその溶液を使用して固相抽出管から溶出する
- 試料容器を乾燥し蓋ごと重量を測る（0.1 g まで）

この差分を試料量とする

CONFIDENTIAL AND PROPRIETARY - © Eurofins Scientific (Ireland) Ltd [2020]. All rights reserved. Any use of this material without the specific permission of an authorized representative of Eurofins Scientific (Ireland) Ltd is strictly prohibited.

Title: Presentation title Document Name: PowerPoint template (4-3) MASTER DRAFT EDR: N/A Document owner: Rachel Lopez Last modified on: 11.09.2020

10

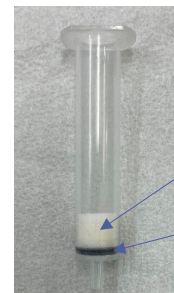
GCB（グラファイトカーボンブラック）による精製

- 25 μ Lの酢酸を加え、ボルテックスミキサーでよく混ぜる
- 10 mgの計量スプーンを使い、粉末GCB（Loose Carbon）を抽出した溶液に投入する
- 手で良く振った後に30秒間ボルテックスミキサーにかける
- 時間をおかずに2,800 rpmで10分間遠心分離をかける

最終調製

- 遠心分離後の上清をNIS(Non-extractable Internal Standard)を添加した保存用容器に移す
- 5 mLに調整し、そこから1 mLを分取し、ろ過して測定用バイアルに移す
- 残った試料は0 $^{\circ}$ C~4 $^{\circ}$ Cで保存する

Strata-PFASを使用する事により
この工程を前の工程と同時に実施可能



WAX

GCB

Strata PFAS（WAX/GCB, 200/50 mg）

CONFIDENTIAL AND PROPRIETARY - © Eurofins Scientific (Ireland) Ltd [2020]. All rights reserved. Any use of this material without the specific permission of an authorized representative of Eurofins Scientific (Ireland) Ltd is strictly prohibited.

Title: Presentation title Document Name: PowerPoint template (4-3) MASTER DRAFT EDR: N/A Document owner: Rachel Lopez Last modified on: 11.09.2020

11

分析手順のアウトライン（固体試料）

試料の事前調製

- 固体試料（土壌、底質）最大5 g（余剰汚泥は最大0.5 g）を50 mL PP製遠沈管に秤量
- EIS(Extractable Internal Standard)を添加する
- ボルテックスをかけてよく混合したのちに30分間静置

抽出

- 0.3 %アンモニア含有メタノールを10 mL添加し、ボルテックスで混合させた後、振とう機で30分間振とうし、2800 rpmで10分間遠心し、上清を50 mL PP製遠沈管に移す
- 遠沈管に残った固体試料に0.3 %アンモニア含有メタノールを15 mL添加し、ボルテックスで混合させた後、振とう機で30分間振とうする
- 2800 rpmで10分間遠心し、2回目の上清を1回目と同じ遠沈管に合わせる。
- 遠沈管に残った固体試料に0.3 %アンモニア含有メタノールを5 mL添加し、ボルテックスで混合させた後、振とう機で30分間振とうする
- 2800 rpmで10分間遠心し、3回目の上清を1、2回目と同じ遠沈管に合わせる。

GCBクリーンアップ

- 10 mg 計量スプーンを用いての粉末GCBを抽出液に加え、手で5分間振り混ぜた後、2800 rpmで10分間遠心分離する
- 抽出液を直ちに60 mLの濃縮チューブに移す

この工程を
Strata-GCB
を用いた
SPE法に
変更した



CONFIDENTIAL AND PROPRIETARY - © Eurofins Scientific (Ireland) Ltd [2020]. All rights reserved. Any use of this material without the specific permission of an authorized representative of Eurofins Scientific (Ireland) Ltd is strictly prohibited.

Title: Presentation title Document Name: PowerPoint template (4-3) MASTER DRAFT EDR: N/A Document owner: Rachel Lopez Last modified on: 11.09.2020

12

メタノールを全て蒸発させてしまうと、中性化合物の回収率が悪くなるため、濃縮試料に5ml以上メタノールが残留する必要がある。

調製した試料にメタノールが多く含まれると、長鎖化合物の回収率が悪くなるため20%以下となるようにする。

抽出液の濃縮と調製

- 抽出液を窒素気流下で**7 ml程度**に濃縮する
- 濃縮した抽出液を純水で**50 mLに調製**し良く攪拌する（pHは 6.5 ± 0.5 に調整する）

固相抽出管のコンディショニング

- シラン化したガラスウールをStrata-X-AWの半分程度の高さまで詰める
- 7.5 mLの1.0%-アンモニア-メタノール溶液を流す
- 5 mLの0.3 M-ギ酸水溶液を流す

この手順は
水質と同じ

抽出・洗浄

- 試料を5 mL/分の速度で固相抽出管に通す
- 試料容器の壁面を5 mLの試薬水で2回リンスし固相抽出管に通す
- 試料容器の壁面を5 mLの0.1 M-ギ酸-メタノールでリンスし固相抽出管を通す
- 固相抽出管を脱水する

溶出

- NISを添加した15 mL-PP遠沈管を固相抽出管の下にセットする
- 試料容器の壁面を0.1%-アンモニア-メタノール溶液でリンスしその溶液を使用して固相抽出管から溶出する
- 5 mLに調整し、そこから1 mLを分取し、ろ過して測定用バイアルに移す
- 残った試料は0°C～4°Cで保存する

CONFIDENTIAL AND PROPRIETARY - © Eurofins Scientific (Ireland) Ltd [2020]. All rights reserved. Any use of this material without the specific permission of an authorized representative of Eurofins Scientific (Ireland) Ltd is strictly prohibited.

Title: Presentation title Document Name: PowerPoint template (4-3) MASTER DRAFT EDR: N/A Document owner: Rachel Lopez Last modified on: 11.09.2020

13

導入時検証の要点

CONFIDENTIAL AND PROPRIETARY - © Eurofins Scientific (Ireland) Ltd [2020]. All rights reserved. Any use of this material without the specific permission of an authorized representative of Eurofins Scientific (Ireland) Ltd is strictly prohibited.

Title: Presentation title Document Name: PowerPoint template (4-3) MASTER DRAFT EDR: N/A Document owner: Rachel Lopez Last modified on: 11.09.2020

14

- クロマトグラフィーのMethod導入に際しては、一般的に最初に十分な選択性を有する分析条件を設定する必要がある。なお、本法はHPLC-MS/MSであるため、クロマトグラフィーで分離しなくてもMS/MSで分離出来れば問題ない。一般的な分離性能を満たすことは必須だが、再現性や分離性能について10.2.2項に以下の記載が有る。

1. 分析対象物質 (Native)、EIS、NISのRTは、差分0.4分以内に収まる事。
2. 分岐異性体のピークはすべて、その分析物の保持時間内にあること。
3. ラベル化体の有るAnalyteは、EISから0.1分以内に溶出すること。
4. 胆汁酸塩 (TDCA) 標準品は、対象分析物、EIS、NISのいずれとも共溶解しない事。また、胆汁酸塩とPFOS(Native)の分離は1分以上であること。

- また、7.3.3項でNative標準について以下の記載が有り、確認可能な分岐異性体は測定する必要がある。

「定量用標準は、市販されている場合、直鎖異性体と分岐異性体の混合物を使用する必要がある。現在、PFOS、PFHxS、PFOSA、NMeFOSAA、NEtFOSAA、NMeFOSA、NEtFOSA、NMeFOSE、およびNEtFOSEが入手可能である。分岐異性体および直鎖異性体の混合物が商業的に利用可能になったら、できるだけ早く追加で含める必要がある。」

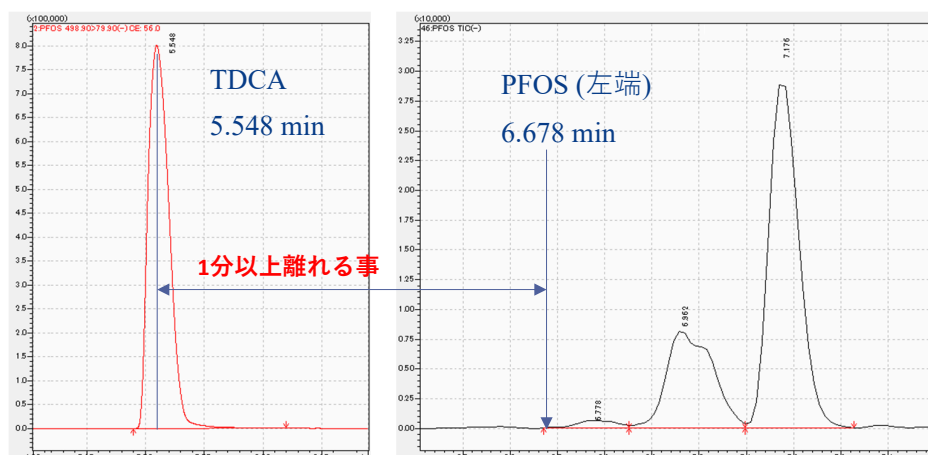
CONFIDENTIAL AND PROPRIETARY - © Eurofins Scientific (Ireland) Ltd [2020]. All rights reserved. Any use of this material without the specific permission of an authorized representative of Eurofins Scientific (Ireland) Ltd is strictly prohibited.

Title: Presentation title Document Name: PowerPoint template (4-3) MASTER DRAFT EDR: N/A Document owner: Rachel Lopez Last modified on: 11.09.2020

15

胆汁酸塩とPFOS(Native)の分離

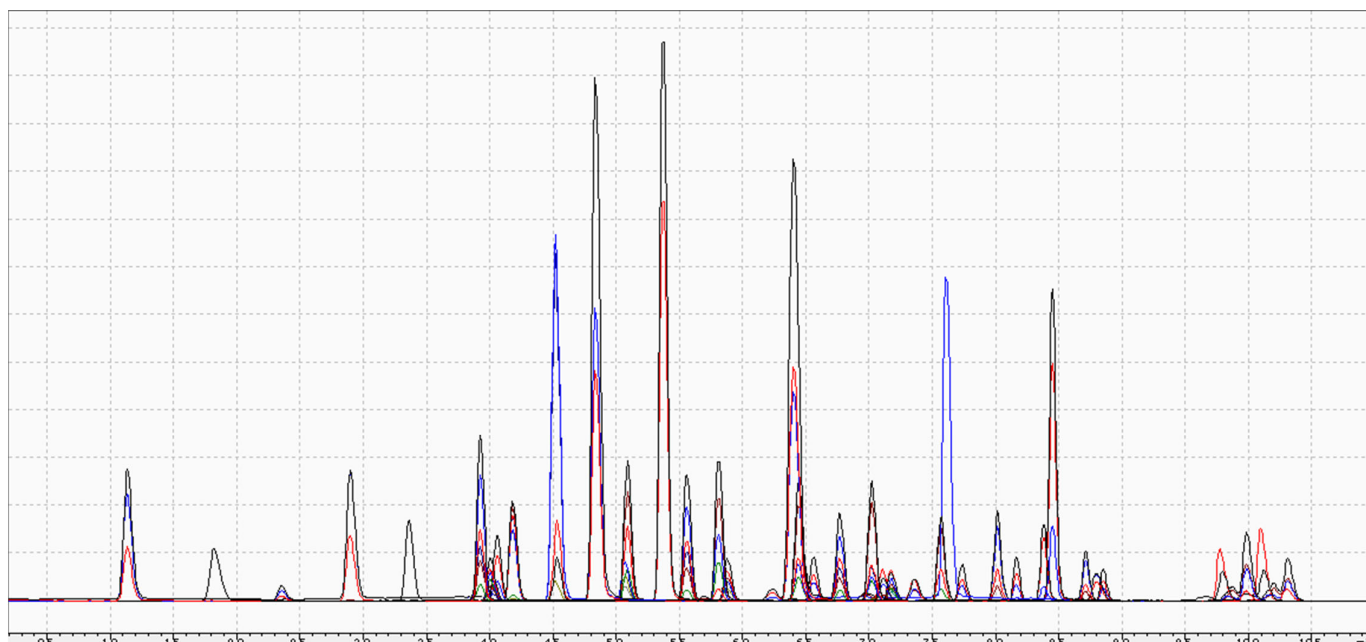
10.2.2.5 When establishing the chromatographic conditions, it is important to consider the potential interference of bile salts during analyses of samples. Inject the bile salt interference check standard containing TDCA (see Section 7.5 if the mobile phase is not acetonitrile) during the retention time calibration process and adjust the conditions to ensure that TDCA (or TDCA, TCDCA and TUDCA) does not coelute with any of the target analytes, EIS, or NIS standards. Analytical conditions must be set to allow a separation of **at least 1 minute between the bile salts and the retention time window of PFOS** as described in Section 7.3.3.



CONFIDENTIAL AND PROPRIETARY - © Eurofins Scientific (Ireland) Ltd [2020]. All rights reserved. Any use of this material without the specific permission of an authorized representative of Eurofins Scientific (Ireland) Ltd is strictly prohibited.

Title: Presentation title Document Name: PowerPoint template (4-3) MASTER DRAFT EDR: N/A Document owner: Rachel Lopez Last modified on: 11.09.2020

16



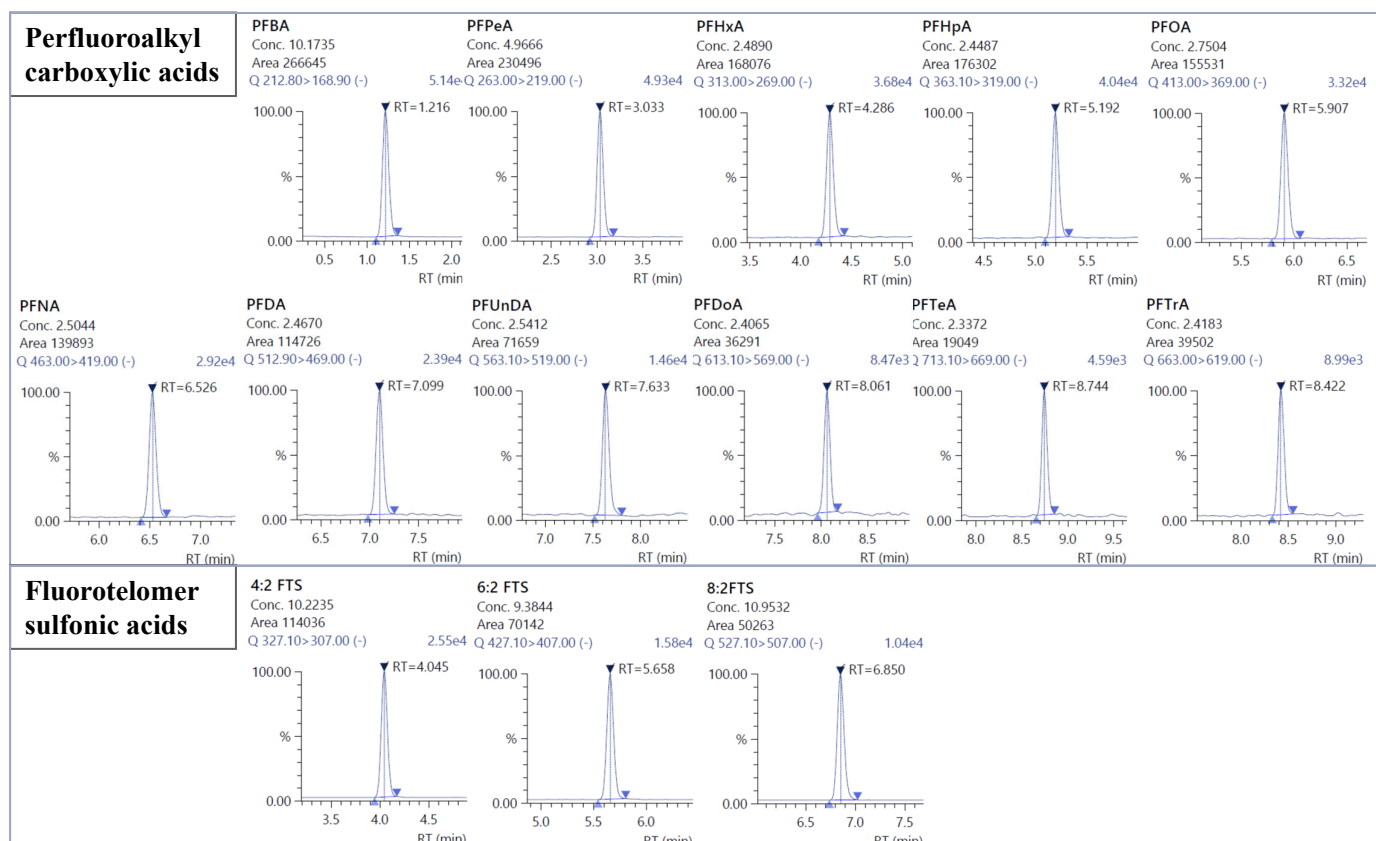
分離カラム	Kinetex® 1.7 µm EVO C18 100 Å; 50×2.1 mm、Phenomenex製
ガードカラム	Security Guard™ ULTRA cartridges for EVO C18、Phenomenex製
ディレイカラム	Gemini® 3 µm C18 110 Å; 50×2 mm、Phenomenex製
カラム温度	40 °C
流速	0.4 mL/min

CONFIDENTIAL AND PROPRIETARY - © Eurofins Scientific (Ireland) Ltd [2020]. All rights reserved. Any use of this material without the specific permission of an authorized representative of Eurofins Scientific (Ireland) Ltd is strictly prohibited.

Title: Presentation title Document Name: PowerPoint template (4-3) MASTER DRAFT EDR: N/A Document owner: Rachel Lopez Last modified on: 11.09.2020

17

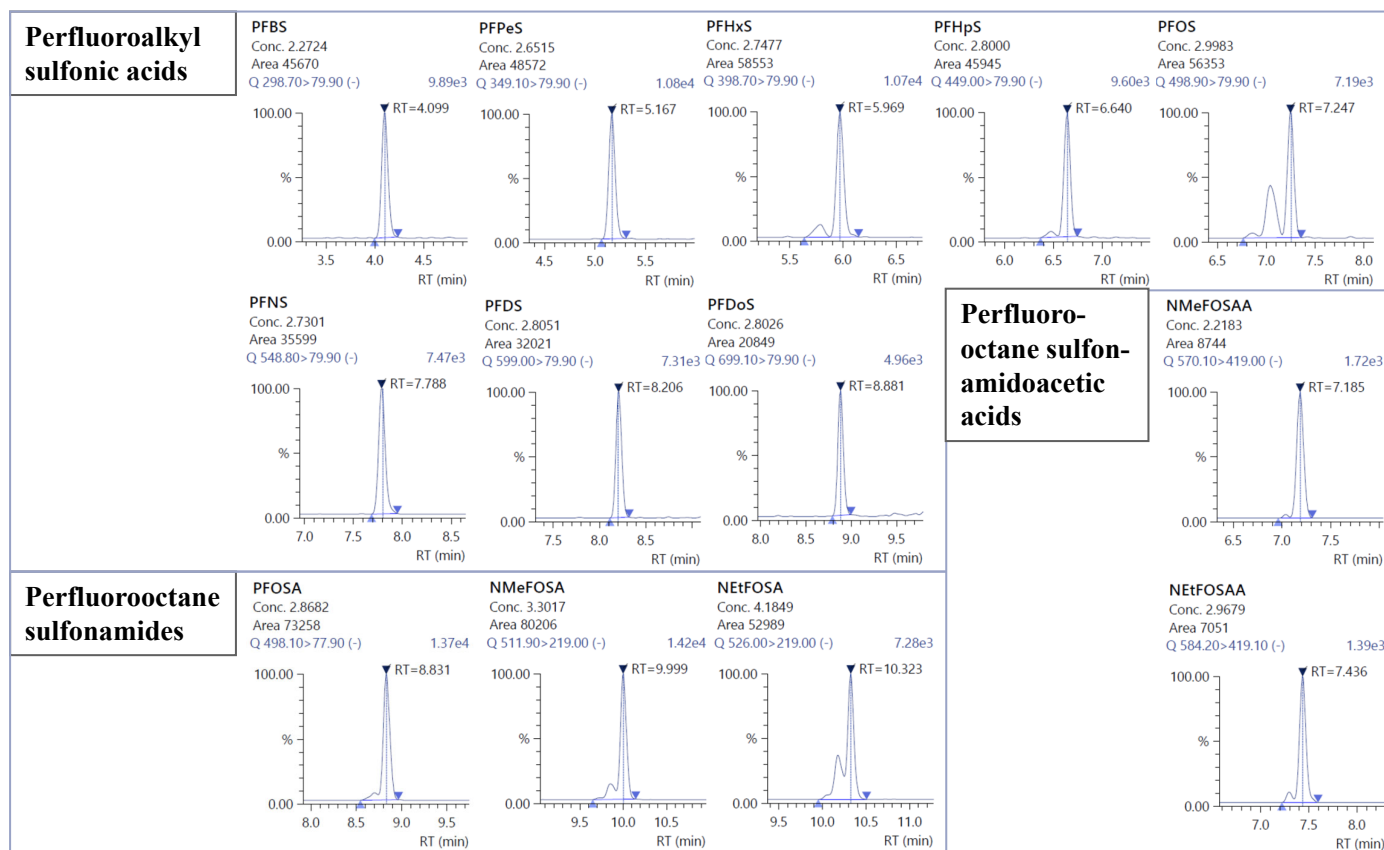
各測定対象物質定量イオンのクロマトグラム（１）



CONFIDENTIAL AND PROPRIETARY - © Eurofins Scientific (Ireland) Ltd [2020]. All rights reserved. Any use of this material without the specific permission of an authorized representative of Eurofins Scientific (Ireland) Ltd is strictly prohibited.

Title: Presentation title Document Name: PowerPoint template (4-3) MASTER DRAFT EDR: N/A Document owner: Rachel Lopez Last modified on: 11.09.2020

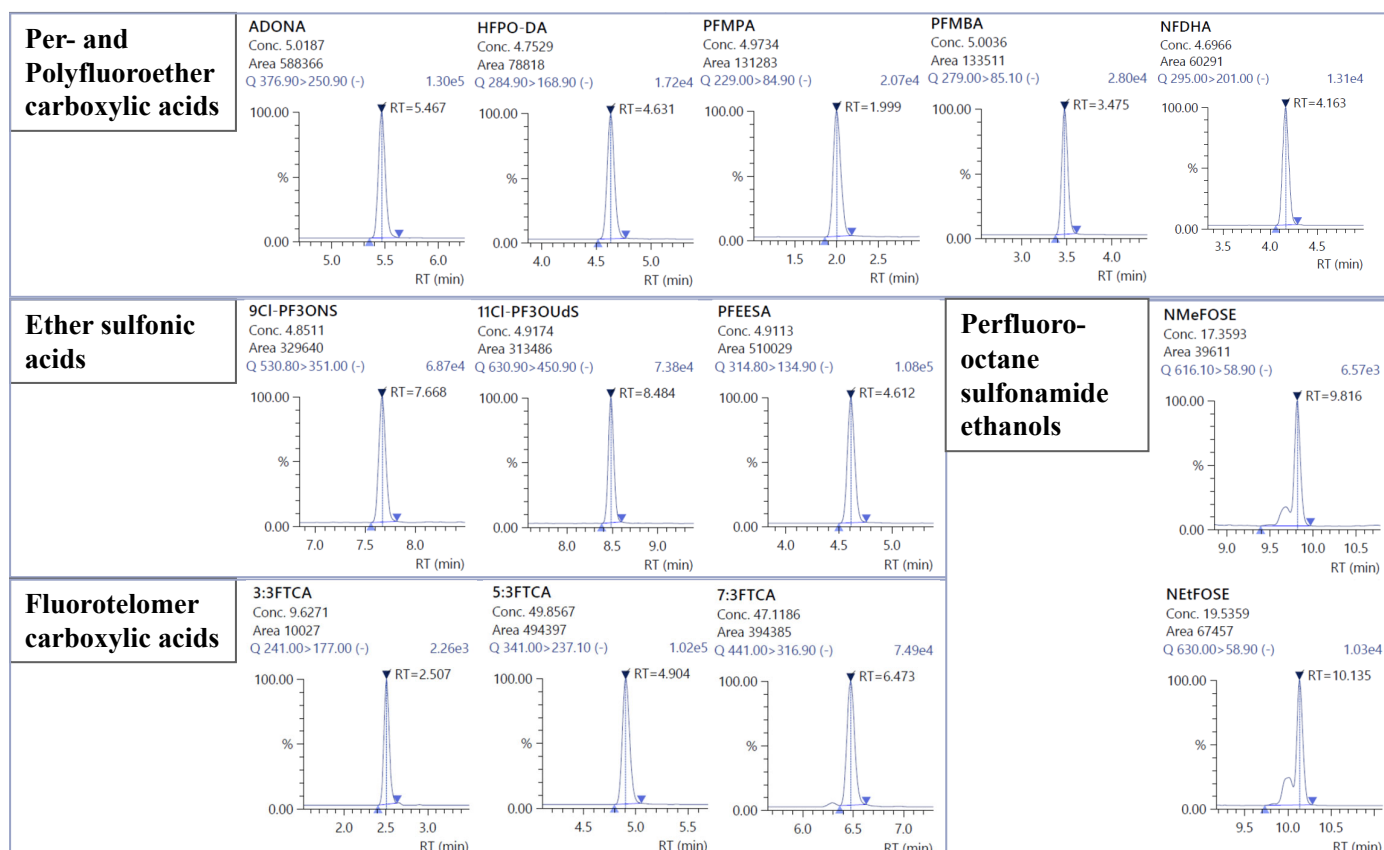
18



CONFIDENTIAL AND PROPRIETARY - © Eurofins Scientific (Ireland) Ltd [2020]. All rights reserved. Any use of this material without the specific permission of an authorized representative of Eurofins Scientific (Ireland) Ltd is strictly prohibited.

Title: Presentation title Document Name: PowerPoint template (4-3) MASTER DRAFT EDR: N/A Document owner: Rachel Lopez Last modified on: 11.09.2020

19



CONFIDENTIAL AND PROPRIETARY - © Eurofins Scientific (Ireland) Ltd [2020]. All rights reserved. Any use of this material without the specific permission of an authorized representative of Eurofins Scientific (Ireland) Ltd is strictly prohibited.

Title: Presentation title Document Name: PowerPoint template (4-3) MASTER DRAFT EDR: N/A Document owner: Rachel Lopez Last modified on: 11.09.2020

20

- 測定範囲は物質によって異なるため、Method 1633の表4(47ページ)を参照する事。
- なお、最低レベルの校正標準は、S/N 比 3:1 以上を満たす必要がある(7.3.4)。(ただし確認用の質量が無いものは10:1以上)
- 校正標準物質の最小数は、線形モデルで 6点、2 次モデルで 7点である。また、直線性の評価には以下の2つのアプローチのいずれかを用いなければならない。
 1. RRまたはRFのRSDが20%以下であること。
RR : Relative response、RF : Response Factor
RRは同位体希釈法で定量する24項目のRRF、RFは対応する同位体無く内標法として定量する16項目が対象。
 2. 全分析項目の相対標準誤差(RSE)が20%以下であること。
RSE : Relative Standard Error
標準のピーク面積から算出した濃度と標準の設定濃度の差

CONFIDENTIAL AND PROPRIETARY - © Eurofins Scientific (Ireland) Ltd [2020]. All rights reserved. Any use of this material without the specific permission of an authorized representative of Eurofins Scientific (Ireland) Ltd is strictly prohibited.

Title: Presentation title Document Name: PowerPoint template (4-3) MASTER DRAFT EDR: N/A Document owner: Rachel Lopez Last modified on: 11.09.2020

21

- 試験法を導入するにあたっては9.2項に定められたIPR (Initial precision and recovery) を実施し、合格する必要がある
- IPRの実施項目は以下のとおりである。
 - ✓ 試験するマトリックスの種類ごとに、4 試料に標準を添加し、抽出、濃縮、分析を実施する。回収試験に使用するマトリックスは、水質は試薬水（精製水）、土壌はOttawa Sandまたは珪砂（試験用）である。
 - ✓ 各ネイティブおよび同位体標識化合物について、RSDおよび回収率を計算し、Method 1633の表5（49ページ）にある初期精度および回収率の対応する限界値と比較する。
 - ✓ メソッドブランクは、IPR実施の際のバッチごとに調製および分析され、複数行った場合はすべてのブランク結果を報告する。また、結果は MDL の 1/3 以下であることが要求される。

CONFIDENTIAL AND PROPRIETARY - © Eurofins Scientific (Ireland) Ltd [2020]. All rights reserved. Any use of this material without the specific permission of an authorized representative of Eurofins Scientific (Ireland) Ltd is strictly prohibited.

Title: Presentation title Document Name: PowerPoint template (4-3) MASTER DRAFT EDR: N/A Document owner: Rachel Lopez Last modified on: 11.09.2020

22

➤ 測定方法の検出限界 (MDL) はEPAの別文書**40 CFR Part 136, Appendix B**の手順を使用する。実施内容は以下の通り。

- ✓ スパイク濃度は、推定されるMDLの2～10倍とする。
- ✓ 最低7つのスパイクされた試料MDL(spike)と、7つのメソッドブランク試料MDL(blank)をメソッドの全工程を通して処理する。
- ✓ MDLに使用する試料は、少なくとも3つのバッチを3つの別々の暦日に調製し、3つの別々の暦日に分析する必要がある。
- ✓ MDLの計算式は以下のとおりである。

$$MDL = X + t(n-1, 1-\alpha=0.99) \times S$$

X: 結果の平均値

t(n-1, 1-α=0.99): スチューデントのt値

S: 標準偏差

- ✓ MDL(spike)とMDL(blank)のどちらか大きい方を初期MDLとして選択する。

※ 媒体ごとの検出限界 (MDL) の例は、Method 1633の表6(51ページ)に記載されている。

CONFIDENTIAL AND PROPRIETARY - © Eurofins Scientific (Ireland) Ltd [2020]. All rights reserved. Any use of this material without the specific permission of an authorized representative of Eurofins Scientific (Ireland) Ltd is strictly prohibited.

Title: Presentation title Document Name: PowerPoint template (4-3) MASTER DRAFT EDR: N/A Document owner: Rachel Lopez Last modified on: 11.09.2020

23

発生した問題点と対応策

多項目分析の導入ではPFOS、PFOAのみの分析時には見られなかった問題が発生した。

➤ 装置感度の極端な低下

PFOS、PFOAと比べて装置の部品などの劣化（汚れ）の影響を大きく受ける対象物質があった。そのためピーク強度のモニタリングをルール化し、消耗品の交換や装置の洗浄を適切（高頻度）に実施することとした。

➤ 操作ブランクが高い項目への対応

PFBA、6:2FTS、PFOA、PFHxAなどのブランク値が大きく検出された。

1. 原因の一つが、使用したピストン式ピペットの内部汚染である事が判明したため、新品を購入しPFAS標準物質専用のものでした上で、他の用途に使わないよう明確に識別した。
2. 高濃度のPFASを含有する試料を取り扱う機会が多いため、試験室全体が汚染されていた。そのため、試験実施の前に前処理室の床や壁、作業ドラフト内をアンモニア含有メタノールで清掃することとした。（特にホコリなどには注意が必要。）
3. PFBAはラボ資材が原因であるため、器具の事前洗浄と清掃を徹底した。

CONFIDENTIAL AND PROPRIETARY - © Eurofins Scientific (Ireland) Ltd [2020]. All rights reserved. Any use of this material without the specific permission of an authorized representative of Eurofins Scientific (Ireland) Ltd is strictly prohibited.

Title: Presentation title Document Name: PowerPoint template (4-3) MASTER DRAFT EDR: N/A Document owner: Rachel Lopez Last modified on: 11.09.2020

24

Method 1633の土壌の方法で分析してみました。

項目	石英砂 (試薬級)	豊浦砂	川砂	赤玉土	黒土 (園芸用)	ハウスダスト
PFBA	4.4	(0.4)	(0.3)	(0.4)	1.1	N.D.
PFPeA	(0.3)	N.D.	N.D.	N.D.	0.6	N.D.
PFHxA	0.6	N.D.	N.D.	0.3	0.6	4
PFHpA	(0.1)	N.D.	N.D.	(0.1)	0.7	(1.6)
PFOA	N.D.	N.D.	N.D.	(0.1)	1.8	3.6
PFNA	N.D.	(0.1)	N.D.	(0.1)	1.3	5.1
PFDA	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	0.4	2.8
PFUnDA	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	0.4	(1.7)
PFDoDA	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	(0.1)	2.2
PFTTrDA	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	(0.2)	(1.3)
PFTeDA	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	(0.1)	(1.3)
PFBS	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	8.1
PFHxS	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	2.4
PFOS	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	16
6:2FTS	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	13
8:2FTS	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	9.3
HFPO-DA	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	(1.3)

CONFIDENTIAL AND PROPRIETARY - © Eurofins Scientific (Ireland) Ltd [2020]. All rights reserved. Any use of this material without the specific permission of an authorized representative of Eurofins Scientific (Ireland) Ltd is strictly prohibited.

Title: Presentation title Document Name: PowerPoint template (4-3) MASTER DRAFT EDR: N/A Document owner: Rachel Lopez Last modified on: 11.09.2020

25

日常的な精度管理要求事項

CONFIDENTIAL AND PROPRIETARY - © Eurofins Scientific (Ireland) Ltd [2020]. All rights reserved. Any use of this material without the specific permission of an authorized representative of Eurofins Scientific (Ireland) Ltd is strictly prohibited.

Title: Presentation title Document Name: PowerPoint template (4-3) MASTER DRAFT EDR: N/A Document owner: Rachel Lopez Last modified on: 11.09.2020

26

- Method 1633には日常的な精度管理（Ongoing precision and recovery）が定められている。（14.5項）

その中で使用するマトリックスとしては以下が規定されている。

7.2.1 Reagent water – purified water, Type I

7.2.2 Solids reference matrix – Ottawa or reagent-grade sand

7.2.3 Tissue reference matrix – chicken breast or similar animal tissue

- 上記マトリックスを使用して行うのは以下である
- ✓ Method Blank
 - ✓ Low-level OPR (LLOPR)
 - ✓ Mid-level OPR (OPR)
- その他サロゲートの回収率、確認用イオンのレスポンス比、リテンションタイムの変動など、確認すべき事項がTable 9. Summary of Quality Controlとしてまとめられている。

CONFIDENTIAL AND PROPRIETARY - © Eurofins Scientific (Ireland) Ltd [2020]. All rights reserved. Any use of this material without the specific permission of an authorized representative of Eurofins Scientific (Ireland) Ltd is strictly prohibited.

Title: Presentation title Document Name: PowerPoint template (4-3) MASTER DRAFT EDR: N/A Document owner: Rachel Lopez Last modified on: 11.09.2020

27

日常的な精度管理要求事項の要約（1）

Summary of Quality Control

参照先	要求される項目と管理基準		頻度等
Section 10.1	Mass Calibration	装置の質量校正基準に合格する事	年 1 回、および必要に応じて
Section 10.1.7	Mass Calibration Verification	質量分解能が少なくとも単位分解能以上であること	質量校正の実施後
Section 10.3	Initial Calibration (ICAL)	RR、RFのRSDが20%以下、またはRSEが20%以下	クロマトグラフィーの条件が変更された場合または構成に何らかの影響のある変更があった場合。下記のISCやCVが基準に入らなかった場合
Sections 10.2.2, 14.4	Retention Time (RT) window	EIS、NISのRTは、差分0.4分以内、ラベル化体の有るAnalyteは、EISから0.1分以内	ICALのあとまたはシーケンスの最初
Sections 7.3.1, 9.4	Extracted Internal Standard (EIS) Analytes	Table.8に示した範囲内媒体ごとに30検体おきに標準偏差から再計算する	全ての標準、QCサンプル、および実試料
Sections 7.3.2	Non-extracted Internal Standards (NIS)	面積が検量線作成時の 40%～200%である事	全ての標準、QCサンプル、および実試料

CONFIDENTIAL AND PROPRIETARY - © Eurofins Scientific (Ireland) Ltd [2020]. All rights reserved. Any use of this material without the specific permission of an authorized representative of Eurofins Scientific (Ireland) Ltd is strictly prohibited.

Title: Presentation title Document Name: PowerPoint template (4-3) MASTER DRAFT EDR: N/A Document owner: Rachel Lopez Last modified on: 11.09.2020

28

Summary of Quality Control

参照先	要求される項目と管理基準		頻度等
Sections 7.3.4, 10.3.1, 13.3	Instrument Sensitivity Check (ISC)	S/N 比 3:1 以上（ただし確認用の質量が無いものは10:1以上）	日ごとの分析の最初
Section 14.3	Calibration Verification (CV)	中間レベルの校正用標準液の分析を行い、計算値が70%～130%以内に入る事	分析シーケンスの最初と10試料ごと
Section 14.6	Instrument Blank	溶剤を分析し、対象成分のピークが検出されない事	日ごとの分析の最初と高濃度試料の分析後
Sections 9.1.3, 9.5, 14.7	Method Blank (MB)	以下の濃度を超えない事、1) 分析対象物のMLを超える濃度、2) 規制値の1/3を超える濃度、3) 抽出バッチの試料中の濃度の1/10を超える濃度	1バッチごと
Section 14.5	Ongoing Precision Recovery (OPR)	回収率がTable.5に示す範囲内である事	1バッチごと
Section 11.0	Limit of Quantitation Verification (LLOPR)	回収率がTable.5に示す範囲内である事	1バッチごと
Section 11.0	Matrix Spike (MS/MSD)	特定のプロジェクトで必要な場合に実施。一般的に同位体希釈法では必要無い。	プロジェクトで必要な場合は1バッチごと

CONFIDENTIAL AND PROPRIETARY - © Eurofins Scientific (Ireland) Ltd [2020]. All rights reserved. Any use of this material without the specific permission of an authorized representative of Eurofins Scientific (Ireland) Ltd is strictly prohibited.

Title: Presentation title Document Name: PowerPoint template (4-3) MASTER DRAFT EDR: N/A Document owner: Rachel Lopez Last modified on: 11.09.2020

29

その他の情報

CONFIDENTIAL AND PROPRIETARY - © Eurofins Scientific (Ireland) Ltd [2020]. All rights reserved. Any use of this material without the specific permission of an authorized representative of Eurofins Scientific (Ireland) Ltd is strictly prohibited.

Title: Presentation title Document Name: PowerPoint template (4-3) MASTER DRAFT EDR: N/A Document owner: Rachel Lopez Last modified on: 11.09.2020

30

➤ PFAS Analytical Methods Development and Sampling Research

<https://www.epa.gov/water-research/pfas-analytical-methods-development-and-sampling-research>

➤ Frequent Questions about PFAS Methods for NPDES Permits

- Selection of techniques to measure aggregate PFAS concentrations

<https://www.epa.gov/cwa-methods/frequent-questions-about-pfas-methods-npdes-permits>