

農畜水産物中 PFAS の
多分子種同時分析法（定量又は半定量）
（標準作業手順書）
＜暫定版＞

令和 8 年 9 月
農林水産省消費・安全局

前書き

パーフルオロアルキル化合物及びポリフルオロアルキル化合物（以下「PFAS」という。）は、1万種類以上あるとされ、撥水・撥油性、熱・化学的安定性等の物性を示すものがある。このような性質を利用して、撥水・撥油剤、界面活性剤、半導体用反射防止剤等の幅広い用途で使用されている。一方、PFASの中でも、パーフルオロオクタンスルホン酸（PFOS）やパーフルオロオクタン酸（PFOA）は、自然界で分解されにくい（難分解性）、生体内に蓄積されやすい（高蓄積性）、風や水などによって遠くまで運ばれやすい（長距離移動性）といった性質があり、環境や食物連鎖を通じて人の健康に影響を及ぼす可能性が指摘されている。

内閣府食品安全委員会は、令和6年にPFASの健康影響に関する評価書を公表し、食品健康影響の指標値として、PFOSの耐容一日摂取量（TDI）を20 ng/kg 体重/日、PFOAのTDIを20 ng/kg 体重/日とすることが妥当と判断した。この評価に基づき、環境省は令和7年にPFOS及びPFOAを水道水の水質基準項目に位置づけ、令和8年4月1日からその基準値を、PFOS及びPFOAの合計値として50 ng/Lとした。また、環境省は、水道水と同様に、公共用水域や地下水においても指針値をPFOS及びPFOAの合計値として50 ng/Lとした。自治体による公共用水域や地下水中のPFOS、PFOA濃度の実態把握が行われる中で、一部の地域では農業用水からもそれらのPFASが指針値を超える濃度で検出されており、農産物への影響についての関心が高まっている。

一方で、食品中のPFAS分析について、国際的に標準化された分析法は現時点でも存在していない。農林水産省はこうした状況を受けて、令和6年に、国際的に食品中の実態把握が必要とされているPFOS、PFOA、パーフルオロヘキサンスルホン酸（PFHxS）及びパーフルオロノナン酸（PFNA）の4種のPFASについて、穀類及び葉菜類を対象とした分析法の標準作業手順書を作成し、国内の自治体や分析機関が参照できるようにウェブサイト上で公開した¹。

さらに、国内において今後、使用規制や環境モニタリング等の対象となるPFASの種類が拡大することを考慮し、そうしたPFASについて農畜水産物への影響等を把握する必要がある場合に備えて、今般、新たに分析法の検討を行った。具体的には、ストックホルム条約の廃絶対象に新たに追加された長鎖パーフルオロカルボン酸（LC-PFCA）13種類、水道水の要検討項目となった8種類（前述の13種類中1種類（PFNA）重複）及び水質基準項目となった2種類（PFOS、PFOA）の計22種類を分析対象に選定した。既存の分析法を応用し、農畜水産物に含まれ得る対象PFASへの適用可能性について予備的な検討を実施した。国内で市販の標準品が入手可能な17種類のPFASについては定量分析法として、市販の標準品が入手できない5種類（いずれもLC-PFCA）については推定定量法（半定量法）として、本標準作業手順書（以下、「本書」という。）を作成した。

¹ 農産物中のPFOS、PFOA、PFHxS、PFNAの分析法（標準作業手順）
<https://www.maff.go.jp/j/syouan/seisaku/PFAS/attach/pdf/index-1.pdf>

標準作業手順書（SOP）

1. 適用範囲

1.1 目的

本書は、国内において使用や製造が規制されている（規制予定のものを含む）、または、環境モニタリング等の対象となっている 22 種類の PFAS について、農畜水産物中の濃度を同時に定量又は半定量するための分析法を示すものである。

本書に記載した分析法は、室間共同試験による妥当性確認を実施したものではないため、使用に当たっては、必要に応じて分析法の妥当性確認を別途行う必要がある。

また、本書は、当省が予備的な実態調査等に活用する目的で作成したものであり、国内における公定法として位置付けるものではない。

1.2 対象食品

農産物（葉茎菜類）、畜産物（家禽の卵）、水産物（魚類）

本書に記載した分析法について、ハウレンソウ、鶏卵及びマイワシを対象として、単一実験室での妥当性確認試験を実施した。その結果、本分析法は、これらと類似の性状を有する農産物（葉茎菜類）、畜産物（家禽の卵）及び水産物（魚類）にも適用可能と考えられる。

※ 妥当性確認は「分析法の妥当性確認に関するガイドライン²」に従って実施し、その結果を参考情報として別添にまとめた。

1.3 対象 PFAS 分子種

17 種類の PFAS の定量及び 5 種類の PFAS の半定量（濃度推定）に適用する。

・市販の標準品が入手可能な物質（17 物質）

分析種	略語表記	CAS 番号
パーフルオロブタンスルホン酸 Perfluorobutane sulfonic acid	PFBS	375-73-5
パーフルオロヘキサンスルホン酸 Perfluorohexane sulfonic acid	PFHxS	355-46-4
パーフルオロオクタンスルホン酸 Perfluorooctane sulfonic acid	PFOS	1763-23-1
パーフルオロブタン酸 Perfluorobutyric acid	PFBA	375-22-4
パーフルオロペンタン酸 Perfluoropentanoic acid	PFPeA	2706-90-3
パーフルオロヘキサン酸 Perfluorohexanoic acid	PFHxA	307-24-4
パーフルオロヘプタン酸 Perfluoroheptanoic acid	PFHpA	375-85-9

² https://www.maff.go.jp/j/syouan/seisaku/data_reliance/pdf/validation_2025.pdf

【農畜水産物中 PFAS の多分子種同時分析法＜暫定版＞】

パーフルオロオクタン酸 Perfluorooctanoic acid	PFOA	335-67-1
パーフルオロノナン酸 Perfluorononanoic acid	PFNA	375-95-1
パーフルオロデカン酸 Perfluorodecanoic acid	PFDA	335-76-2
パーフルオロウンデカン酸 Perfluoroundecanoic acid	PFUnDA	2058-94-8
パーフルオロドデカン酸 Perfluorododecanoic acid	PFDoDA	307-55-1
パーフルオロトリデカン酸 Perfluorotridecanoic acid	PFTTrDA	72629-94-8
パーフルオロテトラデカン酸 Perfluorotetradecanoic acid	PFTeDA	376-06-7
パーフルオロヘキサデカン酸 Perfluorohexadecanoic acid	PFHxDA	67905-19-5
パーフルオロオクタデカン酸 Perfluorooctadecanoic acid	PFODA	16517-11-6
ヘキサフルオロプロピレンオキサイドダイマー酸 Hexafluoropropyleneoxide dimer acid	HFPO-DA	13252-13-6

・市販の標準品が入手できず、半定量により濃度推定する物質（5物質）

分析種	略語表記	CAS 番号
パーフルオロペンタデカン酸 Perfluoropentadecanoic acid	PFPeDA	141074-63-7
パーフルオロヘプタデカン酸 Perfluoroheptadecanoic acid	PFHpDA	57475-95-3
パーフルオロノナデカン酸 Perfluorononadecanoic acid	PFNDA	133921-38-7
パーフルオロエイコサン酸 Perfluoroeicosanoic acid	C20 PFCA	68310-12-3
パーフルオロヘンエイコサン酸 Perfluoroheneicosanoic acid	C21 PFCA	2920913-30-8

PFAS には、炭素鎖が直鎖状に結合したもの（以下「直鎖体」という。）のほか、炭素鎖が分岐した構造異性体（以下「分岐異性体」という。）が存在する。分岐異性体は多様な構造を有する一方、市販の標準品の種類が限られている。

また、水道水などと比較して、食品マトリックスは極めて複雑であり、PFAS の分岐異性体由来のフラグメントイオンと同一の質量電荷比 (m/z) を示す夾雑成分の存在も知られている。このため、現時点では食品中の PFAS 分岐異性体を精確に定量することは困難である。

従って、本書では PFAS 直鎖体の定量又は半定量について記載した。

2. 分析法の概要

本書は、米国環境保護庁（USEPA）が開発した Method 1633, Revision A³ に記載の Tissue 分析法に準拠して策定した。試料に塩基性メタノールを加え、16 時間穏やかに振とう後、弱陰イオン交換（WAX）カラムで精製して調製した検液を、LC-MS/MS で分析し、内標準法で定量する。なお、市販の標準品の入手が困難な PFAS 分析種は、入手可能な炭素数及び構造の近い物質で代替の検量線を作成し、おおよその濃度を推定（半定量）する。

3. 器具及び装置

本書の使用に当たっては、使用者の責任において適切な安全管理及び装置管理を行うこと。

使用する器具及び機器で、サンプル及び溶媒が直接触れる可能性のある箇所（特にLCバイアル、真空マニホールドのコックやチューブ）には、フッ素樹脂製（PTFEなど）の材質を使用しない。また、器具及び容器は使用前にメタノール等で洗浄し、PFASの溶出がないことを事前に確認する。

ここで記載しているメーカー名及び型番は別添の分析法の妥当性確認の際に使用したものであり、同等の性能を有する器具及び装置も使用可能である。

3.1 器具

- a) 15 mL 遠心管：ポリプロピレン（PP）製、AGC テクノグラス 2325-015N
- b) 50 mL 遠心管：PP 製、AGC テクノグラス 2345-050N
- c) 1.5 mL マイクロチューブ：PP 製、eppendorf 0030 120.086
- d) 200 µL チップ：PP 製リフィルチップ、カーク製 CB-PT-200R
- e) 1000 µL チップ：PP 製リフィルチップ、カーク製 CB-PT-1000R
- f) LC バイアル：PP 製 300 µL セプタムレスキャップ付き、waters 186004112
- g) リザーバー：エンプティリーリザーバー 60 mL、ジーエルサイエンス 5010-60105
- h) ピストン式ピペット：容量可変式 20-200 µL 及び 100-1000 µL、BRAND 70022-36 及び BRAND 70022-37
- i) メスシリンダー：20 mL、50 mL、1 L、AGC テクノグラス
- j) 全量フラスコ：2 mL、5 mL、10 mL、1 L、AGC テクノグラス
- k) pH 試験紙：カラースケール付き pH 5.5-9.0、Merck 1.09564.0003
- l) シリンジ：PP 製 2.5 mL、テルモ SS-02SZ
- m) シリンジフィルター：ナイロン製 口径 0.22 µm 直径 13 mm、Membrane-Solutions
- n) 分析カラム：SunBridge C18、2.1 mm×100 mm、粒径 3 µm、クロマニックテクノロジーズ JB2961
- o) Delay カラム：SunBridge C18、3.0 mm×50 mm、粒径 5 µm、クロマニックテクノロジーズ JB3341

³ Method 1633, Revision A, Analysis of Per- and Polyfluoroalkyl Substances (PFAS) in Aqueous, Solid, Biosolids, and Tissue Samples by LC-MS/MS. US Environmental Protection Agency (2024).

3.2 装置

- a) 超純水製造装置：メルク Direct-Q UV3
- b) フードプロセッサー：ロボクーブ robot coupe Blixer 5 plus
- c) 汎用天秤：エー・アンド・デイ GF-3000
- d) 精密天秤：メトラー・トレド XS205
- e) 振とう機：東京理化器械 MMS-320
- f) 遠心分離機：コクサン H-36
- g) ボルテックスミキサー：IKA VORTEX2
- h) 超音波槽：ヤマト科学 ブランソニック 2510J-MT
- i) 窒素吹付濃縮装置：（窒素発生装置）エアーテック AI-10NP-CS
（ブロックヒーター）東京理化器械 MG2000
- j) 液体クロマトグラフ：島津製作所 Nexera N3
- k) タンデム質量分析計：島津製作所 LCMS-8065XE

4. 試薬及び標準品

ここで記載しているメーカー名及び型番は別添の分析法の妥当性確認の際に使用したものであり、同等の性能を有する試薬及び標準品も使用可能である。

4.1 試薬

- a) メタノール：LC/MS 用、富士フイルム和光純薬 134-14523
- b) アセトニトリル：LC/MS 用、富士フイルム和光純薬 018-19853
- c) 超純水：超純水製造装置（メルク Direct-Q UV3）で製造した水
- d) 水：蒸留水-plus- LC/MS 用、関東化学 11307-76
- e) 水酸化カリウム（KOH）：特級、85 %、関東化学 32344-00
- f) ギ酸：LC/MS 用、富士フイルム和光純薬 067-04531
- g) アンモニア水：試薬特級、28 %、富士フイルム和光純薬 016-03146
- h) 酢酸：LC/MS 用、富士フイルム和光純薬 018-20061
- i) 1 mol/L 酢酸アンモニウム水溶液：LC/MS 用、関東化学 01969-24
- j) イソプロパノール：LC/MS 用、富士フイルム和光純薬 164-25533
- k) グラファイト化カーボンブラック（GCB）：Supelclean™ ENVI-Carb™ SPE バルク包装、メルク 57210-U
- l) シラン化処理済みガラスウール：シラン化処理済み、メルク 20411
- m) WAX カラム：Oasis WAX 150 mg/6 mL、Waters 186002493

4.2 標準品

- a) 混合標準原液：PFAS17物質 各1000 ng/mL、Wellington Laboratories PFAC-MXE
- b) 混合内標準原液：PFAS15物質 各100 ng/mL（PFTrDA、PFODAの内標準を含まない）、Wellington Laboratories ISO 21675-LSS

Wellington Laboratories社製のPFAC-MXEでは対象のスルホン酸（PFBS、PFHxS、PFOS）濃度が塩濃度として表示されている。そのため、定量時には分子換算の結果として算出されるように換算しなければならない。

5. 試薬及び標準液の調製

本書は、劇物、危険物を使用するため、試験操作にあたり使用者は SDS を確認したうえで必要な保護処置を行うこと。

分析操作時は、白衣、手袋、マスク、ヘアネット（いずれも PFAS フリーのもの）を着用すること。特に、はっ水、防汚加工が施された衣服や、PFAS を含有する化粧品、ハンドクリーム等の使用は可能な限り避けることが望ましい。

試験室の実験台、床等は日常的に清掃し、塵埃やその他の汚染源によるコンタミネーションを防止することが望ましい。

5.1 試薬の調製

5.1.1 0.05 mol/L KOH含有メタノール

水酸化カリウム3.3 gをメタノール1 Lに溶解する。

5.1.2 50 v/v %ギ酸水溶液

ギ酸5 mLと水5 mLを混合する。

5.1.3 0.28 v/v %アンモニア水溶液

アンモニア水1 mLと水90 mLを混合する。

5.1.4 1 v/v %アンモニア含有メタノール

アンモニア水35 mLとメタノール965 mLを混合する。

5.1.5 0.3 mol/Lギ酸水溶液

ギ酸13.8 gを1 L全量フラスコに量り取り、水で定容する。

5.1.6 0.1 mol/Lギ酸水溶液

ギ酸4.6 gを1 L全量フラスコに量り取り、水で定容する。

5.1.7 0.1 mol/Lギ酸水溶液：メタノール(1 : 1)

0.1 mol/Lギ酸水溶液200 mLとメタノール200 mLを混合する。

5.1.8 2 mmol/L 酢酸アンモニウム水溶液

1 mol/L酢酸アンモニウム水溶液2 mLを1 L全量フラスコに量り取り、水で定容する。

5.1.9 2 mmol/L 酢酸アンモニウム水溶液：アセトニトリル=8 : 2 溶液

2 mmol/L 酢酸アンモニウム水溶液800 mLとアセトニトリル200 mLを混合する。

5.1.10 イソプロパノール：アセトニトリル=8 : 2溶液

イソプロパノール800 mLとアセトニトリル200 mLを混合する。

5.2 標準液の調製

表 1 及び表 2 に従い、標準液及び内標準液を調製する。その後、調製した標準液及び内標準液を用いて、表 3 に従い、検量線用標準液を調製する。調製した標準液、内標準液、検量線用標準液は冷凍保管し、使用期限は調製日を含め 1 か月とする。なお、溶液の採取はピストン式ピペットで、定容は全量フラスコで行い、希釈溶媒にはメタノールを使用する。なお、標準溶液の調製時の定容量、分取量を変更しても差し支えない。

表 1 標準液の調製法

名称	調製濃度 (ng/mL)	使用溶液	分取量 (mL)	定容量 (mL)
標準液 1	100	混合標準原液	0.5	5
標準液 2	30	標準液 1	0.6	2
標準液 3	10	標準液 1	0.5	5
標準液 4	5	標準液 3	1	2
標準液 5	2	標準液 3	0.4	2
標準液 6	1	標準液 3	0.2	2
標準液 7	0.5	標準液 4	0.2	2
標準液 8	0.2	標準液 5	0.2	2
標準液 9	0.1	標準液 6	0.2	2

表 2 内標準液の調製法

名称	調製濃度 (ng/mL)	使用溶液	分取量 (mL)	定容量 (mL)
内標準液 1	10	混合内標準原液	1	10
内標準液 2	2	内標準液 1	1	5

表 3 検量線用標準液の調製法

名称	調製濃度 (ng/mL)	標準液		内標準液		定容量 (mL)
		使用溶液	分取量 (mL)	使用溶液	分取量 (mL)	
Cal 1	1	標準液 3	0.2	内標準液 2	0.2	2
Cal 2	0.5	標準液 4	0.2	内標準液 2	0.2	2
Cal 3	0.2	標準液 5	0.2	内標準液 2	0.2	2
Cal 4	0.1	標準液 6	0.2	内標準液 2	0.2	2
Cal 5	0.05	標準液 7	0.2	内標準液 2	0.2	2
Cal 6	0.02	標準液 8	0.2	内標準液 2	0.2	2
Cal 7	0.01	標準液 9	0.2	内標準液 2	0.2	2

6. 試験室試料の準備

農畜水産物を試料とし、測定結果を経口ばく露の推定等に用いる場合、測定対象は可食部とする。農産物（葉茎菜類）、畜産物（家禽の卵）、水産物（魚類）の測定対象とサンプリング量を示す。測定調査の目的により、サンプリングプランや調査対象部位が別途定められている場合には、それらに従う。

6.1 農産物（葉茎菜類）

測定対象は残留農薬の測定に用いる部位を参考とする（ただし、非可食部は除く）ものとし、測定に用いる試験室試料も残留農薬の測定と同様（例：同一ロットから 1 kg 以上かつ 10 個体以上）とすることを推奨する。

6.2 畜産物（家禽の卵）

測定対象とするロットと部位を決め（例：生産農場・出荷日・規格が同じパックの全卵）、測定対象の部位が同一ロットから 1 kg 以上となるように試験室試料を入手することを推奨する。

6.3 水産物（魚類）

小型の魚類については丸魚を、中型～大型の魚類の場合は筋肉部を測定対象とし、同一ロットから 1 kg 以上となるように試験室試料を入手することを推奨する。

7. 分析操作

分析操作時は、白衣、手袋、マスク、ヘアネット（いずれも PFAS フリーのもの）を着用すること。特に、はっ水、防汚加工が施された衣服や、PFAS を含有する化粧品、ハンドクリーム等の使用は可能な限り避けることが望ましい。

試験室の実験台、床等は日常的に清掃し、塵埃やその他の汚染源によるコンタミネーションを防止することが望ましい。

7.1 分析用試料の調製（何を試料とするかによって適宜変更すること）

試料調製に使用する器具で直接試料に触れる可能性のあるものは使用前にメタノールで洗浄し、乾燥させたものを使用する。

試験室試料の採取から粉砕や均質化までの一連の過程において、試験室試料が PFAS に汚染されないことがないように十分に配慮し、フッ素化合物を使用した機器や器具を用いないようにする。

7.1.1 ホウレンソウ

試験室試料全量について、赤色根部を含み、ひげ根及び変質葉は除き、根部に付着した泥、土等を水道水で洗浄する。最後に超純水ですすぐ。水切り後、フードプロセッサ等で均質化する。

7.1.2 鶏卵

殻を除去し、フードプロセッサーで全量を均質化する。

7.1.3 マイワシ

丸魚（頭、内臓等を除去していない魚体）をフードプロセッサーで均質化する。

7.2 試験溶液の調製

7.2.1 よく混合した分析用試料から、試料 2.00 ± 0.05 g を 15 mL 遠心管に量り取る。

7.2.2 内標準液 1 をピストン式ピペットで 100 μ L 加える。

7.2.3 0.05 mol/L KOH 含有メタノールをメスシリンダーで 10 mL 加え、ボルテックスミキサーで均一化する。

7.2.4 振とう機で 25 rpm、16 時間振とうする。

16 時間の振とう時は激しく振とうしないこと。

7.2.5 $1400 \times g$ で 10 分間遠心分離し、上清を 50 mL 遠心管に分取する。

遠心分離機に H-36（コクサン製）を使用した場合の回転数は 2800 rpm となる。使用する遠心分離機の仕様にあわせて回転数を設定すること。

7.2.6 残渣にアセトニトリルをメスシリンダーで 10 mL 加え、ボルテックスミキサーで均一化し、30 分間超音波処理する。

7.2.7 $1400 \times g$ で 10 分間遠心分離し、上清を 7.2.5 の 50 mL 遠心管に分取する。

7.2.8 残渣に 0.05 mol/L KOH 含有メタノールをメスシリンダーで 5 mL 加える。

7.2.9 振とう機で 250 rpm、5 分間振とうする。

7.2.10 $1400 \times g$ で 10 分間遠心分離し、上清を 7.2.7 の 50 mL 遠心管に分取する（抽出液）。なお、残渣は廃棄する。

7.2.11 GCB 10 mg を量り取り、抽出液に添加し、振とう機で 250 rpm、5 分間振とうする。

7.2.12 $1400 \times g$ で 10 分間遠心分離し、上清を 50 mL 遠心管に分取する。

遠心分離後はすみやかに上清を遠心管に分取すること。

7.2.13 水をピストン式ピペットで 1 mL 添加し、窒素吹付濃縮装置（ブロックヒーター温度：55°C）を用いて 2.5 mL まで濃縮する。

なお、窒素吹付濃縮装置が 50 mL 遠心管に対応していない場合は容器を移し替えることができる。この場合、濃縮後に 50 mL 遠心管に再度移し替えること。

【農畜水産物中 PFAS の多分子種同時分析法＜暫定版＞】

7.2.14 水をメスシリンダーで 30 mL 加え、50 v/v %ギ酸水溶液及び 0.28 v/v %アンモニア水溶液で pH が 6.5 ± 0.5 となるように調整し、水で 50 mL に定容する（負荷検液）。なお、pH は pH 試験紙で確認する。

7.2.15 WAX カラムにガラスウールを半分の高さまで詰める。

ガラスウールなしの場合、負荷検液通液時にカラムが詰まり通液不良が発生する可能性がある。

7.2.16 WAX カラムに 1 v/v %アンモニア含有メタノール 15 mL、0.3 mol/L ギ酸水溶液 5 mL を順に流しコンディショニングする。

7.2.17 リザーバーを用いて負荷検液を負荷し、約 5 mL/min で通液する。通過した溶液は廃棄する。

7.2.18 水 5 mL をリザーバーの側面を洗いながら負荷し WAX カラムに通液する。この操作を 2 回繰り返す。通過した溶液は廃棄する。

7.2.19 0.1 mol/L ギ酸水溶液：メタノール(1 : 1) 5 mL を負荷し WAX カラムを洗浄後、WAX カラムを減圧し 15 秒間乾燥させる。通過した溶液は廃棄する。

7.2.20 1 v/v %アンモニア含有メタノール 5 mL でリザーバーの側面と負荷検液の入っていた 50 mL 遠心管（7.2.13 で容器を移し替えた場合はその容器を含む）を洗う（リンス液）。WAX カラムの溶出部に 15 mL 遠心管を設置し、先ほどのリンス液を負荷し、溶出させる（溶出液）。

7.2.21 溶出液に酢酸をピストン式ピペットで 25 μ L 加え、ボルテックスミキサーでよく混合後、1 mL を分取しシリンジフィルターでマイクロチューブにろ過する（検液）。

7.2.22 検液 200 μ L をバイアルに詰めて、LC-MS/MS にて測定する。

7.3 抽出操作のフロー



7.4 精製操作のフロー

抽出液

| +GCB 10 mg

振とう (250 rpm、5分間)

|

遠心分離 (1400 ×g、10分間)

|

上清を分取

(50 mL遠心管)

| +水 1 mL添加

2.5 mLまで窒素吹付濃縮装置で濃縮 (55 °C)

| +水 30 mL

pHを6.5±0.5に調整 (50 v/v %ギ酸水溶液、0.28 v/v %アンモニア水溶液を使用)

|

水で 50 mLに定容 (負荷検液)

WAXカラムにガラスウールを半分の高さまで詰める

1 v/v %アンモニア含有メタノール 15 mL、0.3 mol/Lギ酸水溶液 5 mLでコンディショニング

|

負荷検液を全量負荷 →通過液は捨てる

|

水 5 mL×2回、0.1 mol/Lギ酸水溶液：メタノール(1：1) 5 mLで洗浄 →通過液は捨てる

|

1 v/v %アンモニア含有メタノール 5 mL→分取

(15 mL遠心管)

| +酢酸 25 µL

ボルテックス

|

1 mL分取しシリンジフィルターでろ過

(マイクロチューブ)

|

LC-MS/MS測定

8. LC-MS/MS 測定

LC-MS/MSで測定したクロマトグラムの一例を図1に示す。

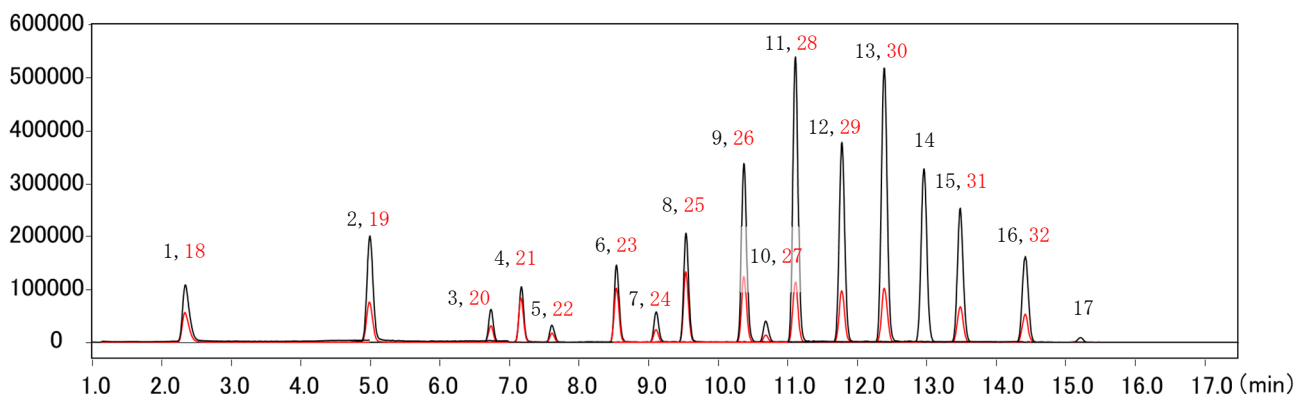


図1 検量線用標準液 (Cal 2) のクロマトグラム

- (ネイティブ (黒色)) : 1. PFBA、2. PFPeA、3. PFBS、4. PFHxA、5. HFPO-DA、6. PFHpA、7. PFHxS、8. PFOA、9. PFNA、10. PFOS、11. PFDA、12. PFUnDA、13. PFDoDA、14. PFTrDA、15. PFTeDA、16. PFHxDA、17. PFODA)
- (内標準物質 (赤色)) : 18. 13C4-PFBA、19. 13C5-PFPeA、20. 13C3-PFBS、21. 13C5-PFHxA、22. 13C3-HFPO-DA、23. 13C4-PFHpA、24. 13C3-PFHxS、25. 13C8-PFOA、26. 13C9-PFNA、27. 13C8-PFOS、28. 13C6-PFDA、29. 13C7-PFUnDA、30. 13C2-PFDoDA、31. 13C2-PFTeDA、32. 13C2-PFHxDA)

8.1 LC 測定条件例

- 分析カラム : SunBridge C18、2.1 mm×100 mm、3 μm、クロマニックテクノロジーズ
- Delay カラム : SunBridge C18、3.0 mm×50 mm、5 μm、クロマニックテクノロジーズ
- 移動相 A : 2 mmol/L 酢酸アンモニウム水溶液 : アセトニトリル=8 : 2 溶液
- 移動相 B : イソプロパノール : アセトニトリル=8 : 2 溶液
- 流速 : 0.3 mL/min
- カラム槽温度 : 40 °C
- 注入量 : 8 μL (サンドイッチ注入法により、水 10 μLー試料 8 μLー水 10 μL、総注入液量 28 μL を注入)
- グラジエント条件 : 表 4 のとおり

表4 グラジエント条件

測定時 (min)	0	1	19	24	24.01	29.5
移動相A (%)	100	100	2	2	100	100
移動相B (%)	0	0	98	98	0	0

8.2 MS/MS 測定条件例

- a) ネブライザーガス流量：1.1 L/min
- b) ヒーティングガス流量：10 L/min
- c) ドライングガス流量：10 L/min
- d) DL 温度：200 °C
- e) ヒートブロック温度：300 °C
- f) インターフェイス温度：225 °C
- g) イオン化法：ESI ネガティブ（ESI-）
- h) モニターイオン条件：ネイティブは表5、内標準物質は表6のとおり。

表 5 測定イオン一覧（ネイティブ）

測定対象成分	測定イオン(m/z)		コリジョン エネルギー (eV)	内標準物質
	プリカーサーイオン	プロダクトイオン		
PFBA（定量）	213	169	9	$^{13}\text{C}_4$ -PFBA
PFPeA（定量）	263	219	11	$^{13}\text{C}_5$ -PFPeA
PFPeA（確認）	263	69	43	
PFBS（定量）	299	80	33	$^{13}\text{C}_3$ -PFBS
PFBS（確認）	299	99	26	
PFHxA（定量）	313	269	9	$^{13}\text{C}_5$ -PFHxA
PFHxA（確認）	313	119	22	
HFPO-DA（定量）	285	169	11	$^{13}\text{C}_3$ -HFPO-DA
HFPO-DA（確認）	285	185	18	
PFHpA（定量）	363	319	9	$^{13}\text{C}_4$ -PFHpA
PFHpA（確認）	363	169	16	
PFHxS（定量）	399	80	44	$^{13}\text{C}_3$ -PFHxS
PFHxS（確認）	399	99	33	
PFOA（定量）	413	369	11	$^{13}\text{C}_8$ -PFOA
PFOA（確認）	413	169	17	
PFNA（定量）	463	419	10	$^{13}\text{C}_9$ -PFNA
PFNA（確認）	463	219	16	
PFOS（定量）	499	80	54	$^{13}\text{C}_8$ -PFOS
PFOS（確認）	499	99	39	
PFDA（定量）	513	469	12	$^{13}\text{C}_6$ -PFDA
PFDA（確認）	513	219	19	

【農畜水産物中 PFAS の多分子種同時分析法＜暫定版＞】

測定対象成分	測定イオン(m/z)		コリジョン エネルギー (eV)	内標準物質
	プリカーサーイオン	プロダクトイオン		
PFUnDA (定量)	563	519	13	$^{13}\text{C}_7$ -PFUnDA
PFUnDA (確認)	563	269	17	
PFDoDA (定量)	613	569	14	$^{13}\text{C}_2$ -PFDoDA
PFDoDA (確認)	613	319	20	
PFTrDA (定量)	663	619	13	$^{13}\text{C}_2$ -PFDoDA と $^{13}\text{C}_2$ -PFTeDA の平均
PFTrDA (確認)	663	169	25	
PFTeDA (定量)	713	669	12	$^{13}\text{C}_2$ -PFTeDA
PFTeDA (確認)	713	169	28	
PFPeDA (定量)	763	719	12	
PFPeDA (確認)	763	369	12	
PFHxDA (定量)	813	769	13	$^{13}\text{C}_2$ -PFHxDA
PFHxDA (確認)	813	219	27	
PFHpDA (定量)	863	819	13	
PFHpDA (確認)	863	369	13	
PFODA (定量)	913	869	17	
PFODA (確認)	913	369	27	
PFNDA (定量)	963	919	17	
PFNDA (確認)	963	369	17	
C20 PFDA (定量)	1013	969	17	
C20 PFDA (確認)	1013	369	17	
C21 PFDA (定量)	1063	1019	17	
C21 PFDA (確認)	1063	369	17	

表6 測定イオン一覧（内標準物質）

測定対象成分	測定イオン(m/z)		コリジョンエネルギー (eV)
	プリカーサーイオン	プロダクトイオン	
$^{13}\text{C}_4$ -PFBA（定量）	217	172	10
$^{13}\text{C}_5$ -PFPeA（定量）	268	223	9
$^{13}\text{C}_5$ -PFPeA（確認）※	268	70	7
$^{13}\text{C}_3$ -PFBS（定量）	302	80	30
$^{13}\text{C}_3$ -PFBS（確認）	302	99	30
$^{13}\text{C}_5$ -PFHxA（定量）	318	273	10
$^{13}\text{C}_5$ -PFHxA（確認）	318	120	16
$^{13}\text{C}_3$ -HFPO-DA（定量）	287	169	8
$^{13}\text{C}_3$ -HFPO-DA（確認）	287	185	21
$^{13}\text{C}_4$ -PFHpA（定量）	367	322	10
$^{13}\text{C}_4$ -PFHpA（確認）	367	172	42
$^{13}\text{C}_3$ -PFHxS（定量）	402	80	50
$^{13}\text{C}_3$ -PFHxS（確認）	402	99	35
$^{13}\text{C}_8$ -PFOA（定量）	421	376	10
$^{13}\text{C}_8$ -PFOA（確認）	421	172	18
$^{13}\text{C}_9$ -PFNA（定量）	472	427	10
$^{13}\text{C}_9$ -PFNA（確認）	472	223	18
$^{13}\text{C}_8$ -PFOS（定量）	507	80	55
$^{13}\text{C}_8$ -PFOS（確認）	507	99	45
$^{13}\text{C}_6$ -PFDA（定量）	519	474	12
$^{13}\text{C}_6$ -PFDA（確認）	519	270	19
$^{13}\text{C}_7$ -PFUnDA（定量）	570	525	11
$^{13}\text{C}_7$ -PFUnDA（確認）	570	270	30
$^{13}\text{C}_2$ -PFDODA（定量）	615	570	13
$^{13}\text{C}_2$ -PFDODA（確認）	615	319	17
$^{13}\text{C}_2$ -PFTeDA（定量）	715	670	15
$^{13}\text{C}_2$ -PFTeDA（確認）	715	269	25
$^{13}\text{C}_2$ -PFHxDA（定量）	815	770	15
$^{13}\text{C}_2$ -PFHxDA（確認）	815	219	29

※一部機種で検出できない場合がある

9. 定量

9.1 検量線

検量線用標準液の測定結果から、分析種の濃度を横軸、分析種のピーク面積値と内標準物質のピーク面積値の比を縦軸として検量線を作成する。

検量線は、定量しようとする範囲の両端及び中間点を含む 5 点以上の検量点により作成することとし、原点は含めない。作成した検量線は、決定係数 R^2 が 0.995 以上を満たす場合に採用する。

標準品が入手できない 5 物質については、近似する構造の代替物質の検量線を用いて半定量する。PFPeDA は PFTeDA を、PFHpDA は PFHxDA を、PFNDA、C20 PFDA 及び C21 PFDA は PFODA をそれぞれ代替物質として用いる。

9.2 定量及び半定量

9.1 で作成した検量線を用いて、試料溶液中の分析種のピーク面積値と内標準物質のピーク面積値の比から試料溶液中の分析種の濃度を算出し、次式により試料中の濃度を計算する。

$$\text{試料中濃度 (ng/kg)} = (C \times f \times V \times 1000) / (d \times w)$$

C：試料溶液中の分析種の濃度 (ng/mL)

f：標準原液のファクター

d：試料溶液の濃縮倍率 (5)

V：抽出溶媒の量 (25 mL)

w：分析用試料の採取量 (2 g)

標準品が入手できない 5 物質は、入手可能な PFAS の保持時間から推定保持時間を算出し、その近傍に観察されるピークを対象として半定量を行う。

推定保持時間は、PFDA、PFUnDA、PFDoDA、PFTrDA、PFTeDA、PFHxDA 及び PFODA について、logP（オクタノール/水分配係数）を横軸、8.1 に示す LC 測定条件で得られた保持時間を縦軸として作成した回帰式より算出する。

分析の参考とするための写真資料

7.1 分析用試料の調製

調製に使用した器具①



調製に使用した器具②



7.1.1 ホウレンソウ

調製前



粉碎前



調製後



7.1.2 鶏卵

調製前



粉碎前



調製後



7.1.3 マイワシ（ラウンド） ※妥当性確認には内臓を除去した試料を用いた。

調製前



内臓を除去



粉碎前

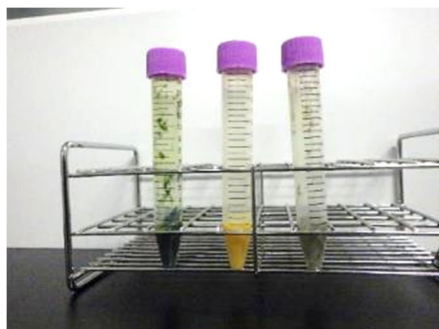


調製後



7.2 分析操作手順

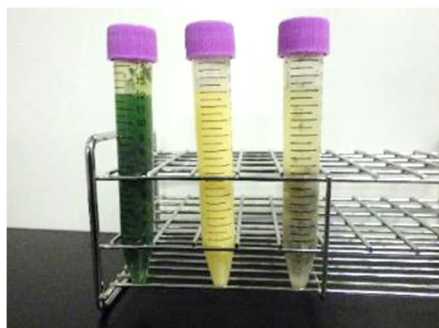
7.2.1 試料を採取



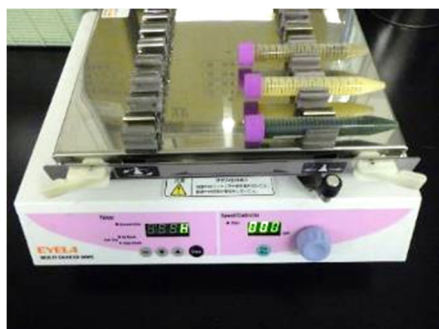
7.2.2 内標準液添加



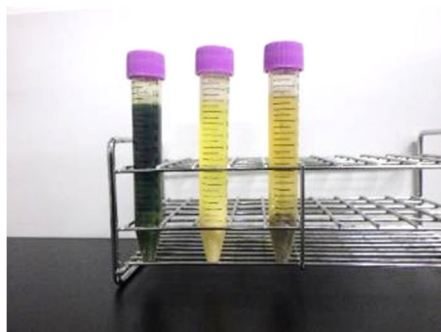
7.2.3 0.05 mol/L KOH 含有メタノール添加、均一化後



7.2.4 振とう機で 16 時間振とう



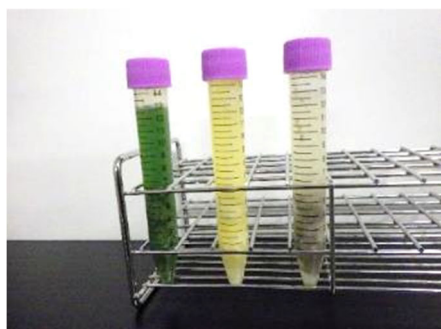
7.2.5 遠心分離後、上清を 50 mL 遠心管に分取
遠心分離後



上清を分取後



7.2.6 残渣にアセトニトリル添加、ボルテックスミキサーで均一化後、超音波処理
アセトニトリル添加、均一化後



超音波処理



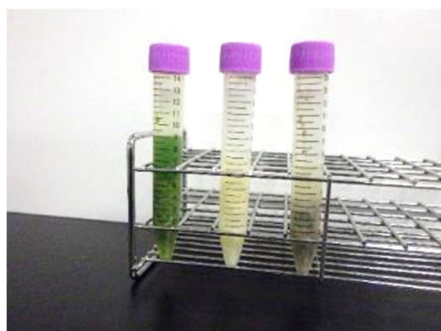
7.2.7 遠心分離後、上清を 7.2.5 の遠心管に分取
遠心分離後



上清を分取後



7.2.8 残渣に 0.05 mol/L KOH 含有メタノール添加

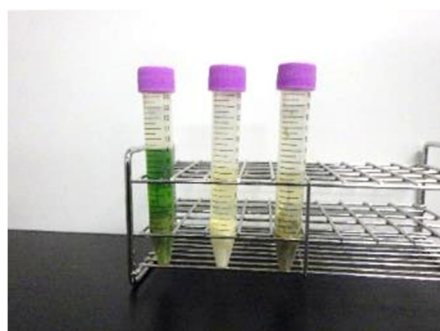


7.2.9 振とう機で 5 分間振とう



7.2.10 遠心分離後、上清を 7.2.7 の遠心管に分取（抽出液）

遠心分離後

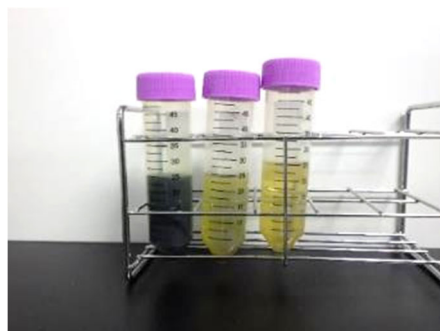


上清を分取後（抽出液）



7.2.11 GCB 添加後、振とう

GCB 添加後



振とう



7.2.12 遠心分離後、上清を 50 mL 遠心管に分取

遠心分離後

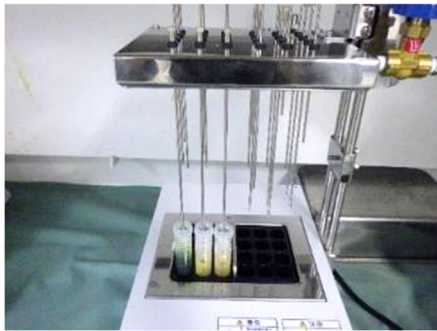


上清を分取後

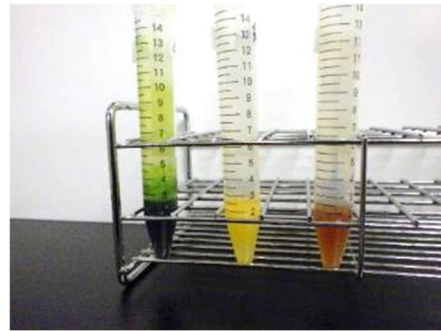


7.2.13 窒素吹付濃縮装置を用いて濃縮

窒素吹付濃縮装置での濃縮



濃縮後



7.2.14 pH を 6.5 ± 0.5 に調整後、水で 50 mL に定容（負荷検液）

pH 調整



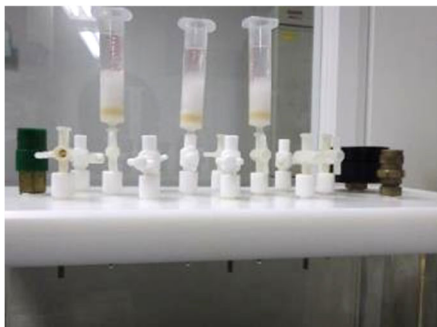
水で定容後（負荷検液）



7.2.15 WAX カラムにガラスウールを半分の高さまで詰める



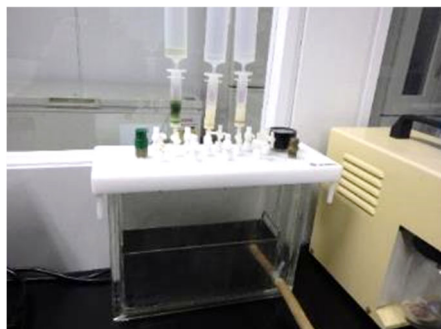
7.2.16 WAX カラムのコンディショニング



7.2.17 リザーバーを用いて負荷検液を WAX カラムに負荷



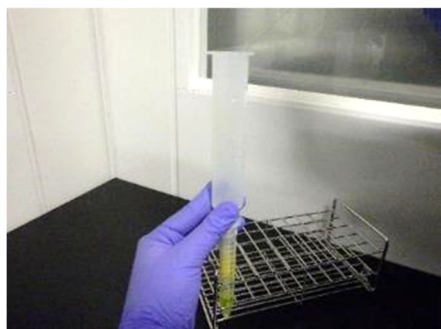
7.2.18 WAX カラムを水で洗浄



7.2.19 WAX カラムを 0.1 mol/L ギ酸水溶液：メタノール(1 : 1) 洗浄後、15 秒間乾燥
洗浄 乾燥



7.2.20 1 %アンモニア含有メタノールでリザーバーの側面と負荷検液の入っていた遠心
管を洗う

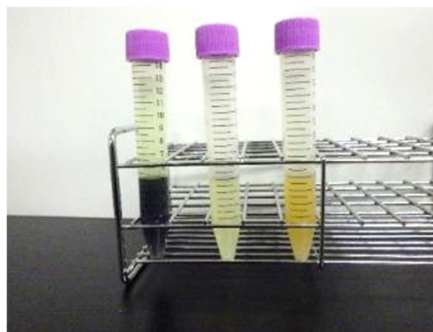


7.2.20 リンス液を WAX カラムに負荷し、溶出（溶出液）

負荷時

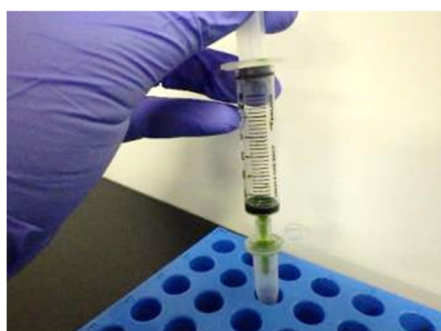


溶出液

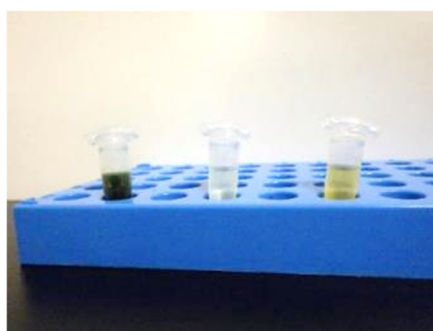


7.2.21 シリンジフィルターでろ過（検液）

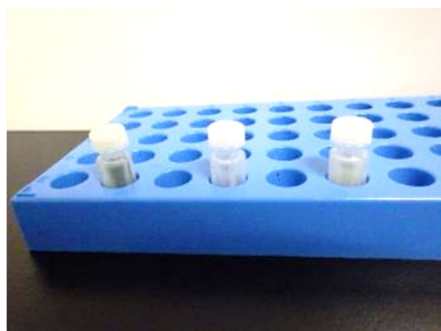
シリンジフィルターでのろ過



検液



7.2.22 検液をバイアルに採取



別添 分析法の妥当性確認（参考データを含む）

以下は、農林水産省が令和 7 年度有害化学物質リスク管理基礎調査委託事業（農畜水産物中のパーフルオロアルキル化合物及びポリフルオロアルキル化合物（PFAS）の分析法の妥当性検証）（以下「本委託事業」という。）において得た、国内の単一試験所において実施した本 SOP に基づく分析法の妥当性確認の結果を参考として示すものである。

なお、本委託事業実施時点で、分析用標準試薬が入手可能な 17 種類の PFAS を対象に妥当性確認を実施した。

また、本 SOP は室間共同試験による妥当性を確認したものではないため、実施する分析試験所において期待する性能（必要な性能の水準は調査、検査等の目的により異なる）を発揮するか検証し、必要があれば、試験室の環境や使用する試薬や器具・機器、手順を見直した上で、必要な性能を満たすよう、分析試験所の責任において改善を図ることが推奨される。

i. 検出下限及び定量下限

ハウレンソウ、鶏卵及びマイワシの分析用試料に、PFAS 17 種の標準試薬を各 100 ng/kg 又は 500 ng/kg 添加して繰り返し試験（ $n = 7$ ）を実施し、以下の式により検出下限及び定量下限を算出した。

検出下限：標準偏差 $\times 2 \times t$ （ $n-1$ 、0.05）＝標準偏差 $\times 2 \times 1.943$ （自由度 6）

定量下限：標準偏差 $\times 10$

その結果、表-1 のとおり検出下限（LOD）、定量下限（LOQ）を算出した。ハウレンソウで LOD 20～200 ng/kg、LOQ 50～500 ng/kg、鶏卵で LOD 20～200 ng/kg、LOQ 30～500 ng/kg、マイワシで LOD 40～300 ng/kg、LOQ 100～600 ng/kg であった。

食品安全委員会が 2024 年に公表した PFOS、PFOA の耐容一日摂取量（TDI）20 ng/kg 体重/日を目安として、「分析法の妥当性確認に関するガイドライン¹」（以下「ガイドライン」という。）に示す LOD 及び LOQ の性能規準²を求めると、ハウレンソウ及びマイワシで LOD 280 ng/kg 以下、LOQ 560 ng/kg 以下、鶏卵で LOD 56 ng/kg 以下、LOQ 110 ng/kg 以下となり、PFOS、PFOA の LOD 及び LOQ はこの性能規準を満たしていた。

PFOS、PFOA 以外は現時点では対象物質の食品中の含有実態及び毒性やばく露に関する知見が不足しており、LOD 及び LOQ が妥当かどうかの評価が難しいが、現時点での達成可能な水準や原典の方法の性能を考慮して、妥当と判断した。今後の知見の集積を踏まえて、随時、分析方法の見直しなどが必要である。

¹ https://www.maff.go.jp/j/syouan/seisaku/data_reliance/pdf/validation_2025.pdf

² 令和 6 年度国民健康・栄養調査で得られている日本人の平均的な体重（56.2 kg）及び食品群別摂取量（ハウレンソウ及びマイワシ 8 g/日、鶏卵 41 g/日）を用いて 1 品目で TDI に達する PFAS 濃度を求めると、ハウレンソウ及びマイワシで 140 µg/kg、鶏卵で 28 µg/kg となり、日本人の PFAS 摂取量への各品目の寄与率を 1%と想定した場合の定量したい測定レベル（ML）は、ハウレンソウ及びマイワシで 1400 ng/kg、鶏卵で 280 ng/kg となる。ガイドラインの性能規準は、 $ML < 0.1 \text{ mg/kg}$ の場合、 $LOD \leq ML \times 1/5$ 、 $LOQ \leq ML \times 2/5$ である。

表-1 検出下限及び定量下限

分析種	ハウレンソウ		鶏卵		マイワシ	
	検出下限 (ng/kg)	定量下限 (ng/kg)	検出下限 (ng/kg)	定量下限 (ng/kg)	検出下限 (ng/kg)	定量下限 (ng/kg)
PFBS	20	50	30	80	80	200
PFH _x S	40	100	30	60	40	100
PFOS	40	90	30	80	90	300
PFBA	40	200	20	50	60	200
PFPeA	40	80	60	200	80	200
PFH _x A	40	100	40	90	70	200
PFHpA	40	90	20	30	60	200
PFOA	30	60	30	80	80	300
PFNA	30	80	20	50	50	200
PFDA	90	300	40	90	50	200
PFUnDA	70	200	50	200	200	400
PFDoDA	70	200	60	200	60	200
PFTTrDA	40	90	100	300	300	600
PFTeDA	30	60	50	200	70	200
PFH _x DA	50	200	200	300	100	300
PFODA	200	500	200	500	100	300
HFPO-DA	50	200	200	400	90	300

ii. 検量線

0.02 ng/mL（又は 0.01 ng/mL）～1 ng/mL（試料中濃度 50 ng/kg（又は 25 ng/kg）～2500 ng/kg）の範囲内で、それぞれ 5 点以上の検量点により検量線を作成し、決定係数 $R^2=0.995$ 以上の良好な相関を示すことを確認した。

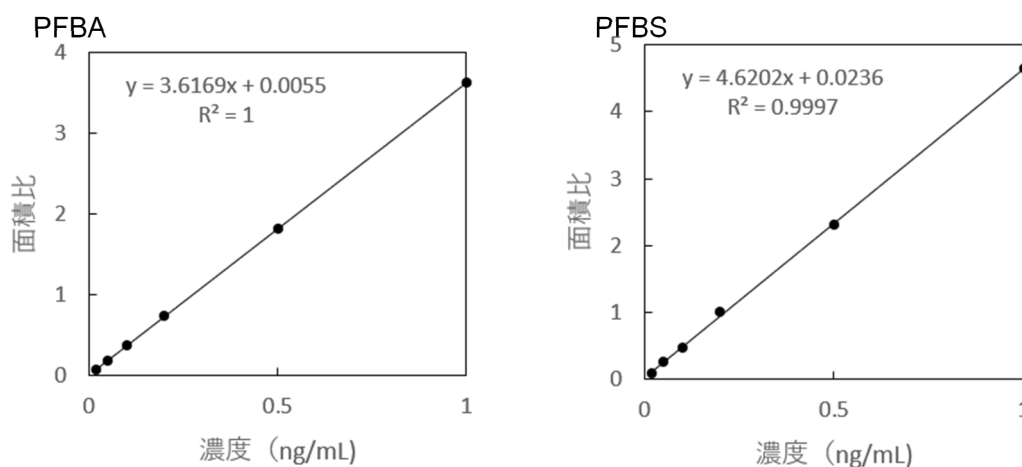


図-1 検量線の一例（0.02 ng/mL（又は 0.01 ng/mL）～1 ng/mL：
試料中濃度 50 ng/kg（又は 25 ng/kg）～2500 ng/kg）

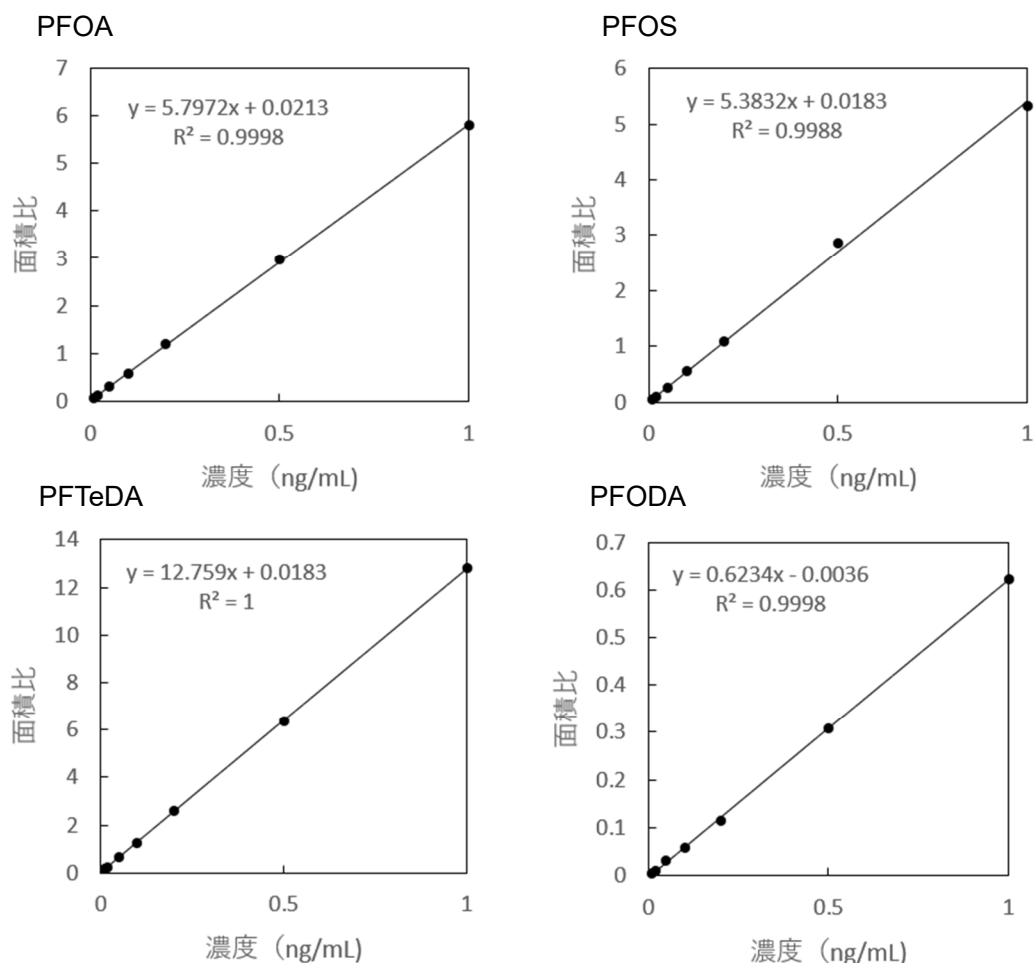


図-1 つづき 検量線の一例（0.02 ng/mL（又は 0.01 ng/mL）～1 ng/mL：
 試料中濃度 50 ng/kg（又は 25 ng/kg）～2500 ng/kg）

iii. 標準添加回収率

ハウレンソウ、鶏卵及びマイワシの分析用試料に、PFAS 17 種の標準試薬（定量下限付近濃度として各 100 ng/kg、検量線の間付近濃度として各 500 ng/kg、試料中での想定最大濃度として各 1500 ng/kg）を添加し、各条件 3 回ずつ添加回収試験を行った。

添加回収率は次の算出式で求めた。

$$\text{添加回収率 (\%)} = \frac{\text{添加試料の測定値 (ng/kg)} - \text{無添加試料の測定値(ng/kg)}}{\text{添加濃度 (ng/kg)}} \times 100$$

各濃度における添加回収試験の平均添加回収率及び併行相対標準偏差（RSDr）を表-2 に示した。ハウレンソウで平均添加回収率 69.9～125.6%、RSDr 0.2～20.5%、鶏卵で平均添加回収率 80.8～133.2%、RSDr 0.3～30.3%、マイワシで平均添加回収率 75.3～163.9%、RSDr 1.8～24.5%であった。ガイドラインに示す性能規準は回収率で 40～120%、RSDr で 15%以下であり、ハウレンソウで PFBS、PFDoDA、PFODA、HFPO-DA、鶏卵で PFUnDA、PFDoDA、PFTrDA、PFTeDA、HFPO-DA、マイワシで PFBS、PFOS、PFHxA、PFNA、PFUnDA、PFDoDA、PFTrDA、PFTeDA、HFPO-DA が性能規準を一部満たしてい

【農畜水産物中 PFAS の多分子種同時分析法＜暫定版＞：別添 分析法の妥当性確認】

ないが、現時点での達成可能な水準や原典の方法の性能を考慮して、妥当と判断した。今後の知見の集積を踏まえて、随時、分析方法の見直しなどが必要である。

表-2 平均添加回収率及び併行相対標準偏差（RSDr）

分析種	添加濃度 (ng/kg)	ハウレンソウ		鶏卵		マイワシ	
		回収率 ¹ (%)	RSDr (%)	回収率 ¹ (%)	RSDr (%)	回収率 ¹ (%)	RSDr (%)
PFBS	100	125.5*	1.1	101.3	8.1	125.0*	4.0
	500	101.9	1.1	103.2	7.0	113.6	6.3
	1500	102.6	5.2	105.9	1.1	106.2	7.4
PFHxS	100	96.5	6.5	114.4	6.0	89.4	14.5
	500	96.1	6.6	104.2	14.3	100.1	1.8
	1500	102.9	7.0	102.1	3.5	100.4	2.1
PFOS	100	107.1	9.7	101.5	13.7	126.0*	4.9
	500	91.0	4.3	108.9	12.4	107.3	5.9
	1500	99.3	6.5	101.7	8.7	96.2	10.2
PFBA	100	103.0	6.1	99.7	6.1	114.7	9.2
	500	100.2	1.6	103.0	12.0	103.3	3.6
	1500	106.1	7.6	103.0	1.9	103.5	7.9
PFPeA	100	101.5	12.8	108.2	1.4	106.3	10.4
	500	104.2	2.1	106.1	10.3	111.9	2.3
	1500	110.0	7.0	107.2	1.1	110.3	5.9
PFHxA	100	69.9	9.3	94.5	2.7	104.8	24.5*
	500	99.5	1.1	108.0	13.9	111.8	2.3
	1500	110.1	8.0	111.3	2.9	113.5	5.3
PFHpA	100	101.2	0.2	113.1	6.6	106.8	11.0
	500	103.1	7.1	116.0	12.1	117.3	7.4
	1500	114.3	7.6	119.3	3.6	119.0	10.7
PFOA	100	94.0	11.5	97.8	4.4	97.8	14.3
	500	93.1	2.7	103.9	9.2	111.3	3.0
	1500	100.0	6.3	104.7	0.8	108.9	6.8
PFNA	100	103.9	7.3	102.1	2.8	110.1	18.8*
	500	97.1	1.0	109.6	8.2	120.3*	6.0
	1500	111.6	5.7	113.3	5.0	114.9	5.2
PFDA	100	86.3	7.6	99.7	10.6	76.5	8.6
	500	85.4	7.4	102.6	8.3	93.1	7.8
	1500	94.7	7.4	105.3	4.0	94.8	6.2
PFUnDA	100	77.2	12.6	117.0	14.6	113.8	16.2*
	500	100.4	4.6	115.0	15.6*	129.9*	8.2
	1500	106.1	6.3	113.5	5.6	116.6	6.7

分析種	添加濃度 (ng/kg)	ハウレンソウ		鶏卵		マイワシ	
		回収率 ¹ (%)	RSDr (%)	回収率 ¹ (%)	RSDr (%)	回収率 ¹ (%)	RSDr (%)
PFDoDA	100	90.1	20.5*	104.9	29.2*	83.1	14.9
	500	85.5	3.7	97.5	9.3	107.7	16.1*
	1500	91.7	6.6	99.9	4.1	97.4	9.0
PFTrDA	100	70.9	4.4	87.9	30.3*	117.0	14.5
	500	94.3	10.6	87.1	15.2*	163.9*	16.2*
	1500	79.7	3.4	86.4	10.2	133.0*	5.3
PFTeDA	100	93.2	5.1	91.3	19.9*	108.6	6.9
	500	96.6	3.1	93.6	8.6	124.5*	12.9
	1500	99.6	6.3	93.9	9.0	108.8	6.7
PFHxDA	100	86.3	1.1	90.7	2.2	85.3	10.0
	500	90.4	6.9	102.9	7.0	91.6	4.9
	1500	95.2	5.8	104.0	10.0	90.1	7.0
PFODA	100	116.5	6.1	81.4	2.3	68.1	23.5*
	500	83.5	15.4*	80.8	7.8	75.3	3.7
	1500	101.2	1.6	88.2	7.7	81.5	7.6
HFPO-DA	100	114.1	13.5	112.3	15.7*	93.5	4.4
	500	117.3	6.1	131.0*	18.4*	123.9*	12.0
	1500	125.6*	8.3	133.2*	0.3	127.7*	3.0

¹ 回収率は、添加回収試験の平均添加回収率 (n = 3)

*ガイドラインに示す性能規準の範囲外の値

※ 灰色のセルは検量線の範囲外となったデータを含むため参考値とする

iv. 測定の不確かさ

ハウレンソウ、鶏卵及びマイワシの分析用試料に、PFAS 17 種の標準試薬（定量下限付近濃度として各 100 ng/kg、検量線の間中付近濃度として各 500 ng/kg、試料中での想定最大濃度として各 1500 ng/kg）を添加し、異なる 3 日間に 7 回繰り返し試験を実施した。

各濃度について一元配置分散分析を用いて室内再現相対標準偏差（RSDi）及び RSDr を算出し、結果を表-3 に示した。ハウレンソウで RSDi は 3.6～18.0%、RSDr は 2.9～11.0%、鶏卵で RSDi は 2.5～23.0%、RSDr は 1.9～16.6%、マイワシで RSDi は 4.2～26.5%、RSDr は 3.4～16.0%であった。ガイドラインに示す性能規準は室間再現標準偏差（RSDr：RSDi より大きくなるためこの性能規準を満たしたとしても十分とは言えないが目安として示す）で 44%未満、RSDr で 15%以下であり、鶏卵で PFTrDA、PFODA、マイワシで PFOS が性能規準を一部満たしていないが、現時点での達成可能な水準や原典の方法の性能を考慮して、妥当と判断した。今後の知見の集積を踏まえて、随時、分析方法の見直しなどが必要である。

表-3 室内再現相対標準偏差（RSDi）及び併行相対標準偏差（RSDr）¹

分析種	添加濃度 (ng/kg)	ハウレンソウ		鶏卵		マイワシ	
		RSDi(%)	RSDr(%)	RSDi(%)	RSDr(%)	RSDi(%)	RSDr(%)
PFBS	100	9.8	7.2	7.9	7.5	12.1	9.9
	500	4.6	4.6	8.5	8.5	7.1	6.7
	1500	5.9	4.9	3.7	3.5	7.4	6.0
PFHxS	100	11.9	7.7	9.8	7.4	12.2	9.8
	500	7.5	5.1	6.7	6.3	7.6	7.6
	1500	8.5	5.0	7.9	4.6	7.1	7.1
PFOS	100	8.9	8.9	7.5	7.4	26.5	16.0*
	500	4.6	4.6	7.9	6.8	9.4	7.4
	1500	5.1	5.1	4.4	4.4	8.1	6.8
PFBA	100	5.8	4.4	5.6	3.6	14.1	11.1
	500	3.9	3.9	5.6	5.6	5.6	5.2
	1500	3.6	3.4	3.4	2.1	5.3	4.8
PFPeA	100	4.7	4.2	9.5	7.4	11.4	11.3
	500	3.9	3.3	5.1	4.9	5.1	5.1
	1500	3.7	3.5	2.5	2.5	5.5	4.4
PFHxA	100	5.4	5.4	7.8	6.3	10.9	10.9
	500	5.5	4.9	6.9	6.9	7.8	5.0
	1500	4.9	4.7	4.4	3.6	7.1	5.6
PFHpA	100	8.4	6.0	12.0	6.0	13.0	11.7
	500	5.3	5.3	8.0	5.9	6.5	5.9
	1500	4.2	4.2	5.1	4.0	5.3	5.3
PFOA	100	6.3	5.4	6.0	5.3	12.0	12.0
	500	6.7	6.7	7.5	6.9	5.6	5.6
	1500	4.8	3.4	4.3	2.3	6.9	5.0
PFNA	100	8.9	5.3	4.8	3.7	8.6	7.9
	500	6.8	5.9	6.2	5.0	5.4	5.4
	1500	4.9	4.9	5.4	1.9	6.8	5.8
PFDA	100	6.3	5.9	6.0	6.0	8.1	8.1
	500	5.9	5.2	6.5	6.2	4.2	4.2
	1500	5.6	4.0	3.8	3.1	5.7	5.6
PFUnDA	100	11.6	10.1	6.5	5.4	8.6	7.8
	500	7.9	5.6	6.5	6.5	6.7	3.4
	1500	7.0	5.2	3.8	3.6	7.2	5.8
PFDoDA	100	11.4	10.3	12.6	12.4	11.8	10.5
	500	7.7	6.5	7.1	7.1	6.1	5.6
	1500	4.1	2.9	4.4	4.4	5.6	5.4

【農畜水産物中 PFAS の多分子種同時分析法＜暫定版＞：別添 分析法の妥当性確認】

分析種	添加濃度 (ng/kg)	ホウレンソウ		鶏卵		マイワシ	
		RSDi(%)	RSDr(%)	RSDi(%)	RSDr(%)	RSDi(%)	RSDr(%)
PFTrDA	100	16.9	7.9	17.0	16.6*	13.2	13.0
	500	13.2	8.2	13.8	11.8	4.4	4.4
	1500	7.8	7.5	13.0	7.1	8.3	8.3
PFTeDA	100	10.6	6.3	13.0	10.8	9.8	9.8
	500	6.2	4.0	7.5	7.0	7.8	7.0
	1500	5.7	5.6	6.6	6.5	6.9	6.1
PFHxDA	100	10.8	6.8	9.0	9.0	13.6	12.2
	500	5.9	5.9	9.7	8.4	5.6	5.2
	1500	4.4	4.3	6.9	5.2	7.4	7.1
PFODA	100	26.7	15.9*	39.2	17.7*	36.9	22.3*
	500	11.0	11.0	23.0	15.4*	19.3	10.1
	1500	8.5	8.5	20.0	8.4	10.7	10.7
HFPO-DA	100	18.0	10.7	25.3	18.6*	19.1	17.3*
	500	8.2	7.9	10.0	9.6	8.3	5.3
	1500	7.8	5.8	7.6	6.2	10.7	7.0

¹ RSDi、RSDr は、3 日間、7 併行の試験から一元配置分散分析により算出

*ガイドラインに示す性能規準の範囲外の値

※灰色のセルは検量線の範囲外となったデータを含むため参考値とする

妥当性確認試験の結果、ガイドラインに示す性能規準を一部満たしていないが、現時点での達成可能な水準や原典の方法の性能を考慮して、当該試験を実施した分析機関の試験室においては、本 SOP の分析法は我が国の主要な農畜水産物中の PFAS 濃度の実態調査に必要な水準の性能を有すると判断した。ただし、今後の知見の集積を踏まえて、随時、分析方法の見直しなどが必要である。

農畜水産物中 PFAS の多分子種同時分析法（定量又は半定量）
（標準作業手順書）＜暫定版＞

令和 8（2026）年 9 月 発行

編集・発行：農林水産省消費・安全局

〒100-8950

東京都千代田区霞が関 1-2-1

TEL：03-3502-8111（代表）

作成協力：一般財団法人日本食品検査

令和 7 年度有害化学物質リスク管理基礎調査委託事業（農畜水産物中のパーフルオロアルキル化合物及びポリフルオロアルキル化合物（PFAS）の分析法の妥当性検証）の成果物をもとに、農林水産省が編集・発行した。