

分 析 結 果 報 告 書

依 頼 者 名 大塚製薬株式会社
依 頼 者 住 所 徳島県徳島市川内町平石夷野 224-18
分 析 実 施 場 所 国立研究開発法人産業技術総合研究所
つくばセンター 中央事業所
分 析 対 象 物 質 名 ペルフルオロ-1-*n*-オクタスルホン酸カリウム (PFOS-K)
メタノール溶液
製 造 者 名 Cambridge Isotope Laboratories, Inc.
型 式 ・ 製 造 番 号 ULM-11563-1.2 ・ SEDG-016
分 析 方 法 2 頁のとおり
分 析 実 施 条 件 2 頁のとおり
分 析 結 果 50.67 $\mu\text{g}/\text{mL} \pm 1.46 \mu\text{g}/\text{mL}$ ($k=2$)
分 析 実 施 年 月 日 2026 年 3 月 18 日 ~ 2026 年 3 月 30 日


分析責任者
物質計測標準研究部門
有機基準物質研究グループ

山崎 太一

山崎 太一 

発行日 2026 年 3 月 31 日

発行者
茨城県つくば市梅園 1-1-1
中央事業所第 3 群
国立研究開発法人
産業技術総合研究所
計量標準総合センター
物質計測標準研究部門
研究部門長 稲垣 和三

稲垣 和三 

1. 分析方法

高速液体クロマトグラフ質量分析計 (LC/MS) を用いた同位体希釈質量分析法および ^{19}F を測定核とした定量核磁気共鳴分光法 (^{19}F 定量 NMR) によって、試料中の分析種であるペルフルオロ-1-*n*-オクタスルホン酸カリウム (PFOS-K) メタノール溶液の濃度を求めた。

試料中の分析種の濃度測定では、試料を希釈した溶液及び検量線用溶液それぞれにラベル化体 (^{13}C -PFOS) を一定量加えた溶液を LC/MS で測定して得られた PFOS と ^{13}C -PFOS のピーク面積比、検量線用溶液の調製値及び試料の密度から、分析種の濃度を求めて分析結果とした。なお、検量線用溶液は、国立研究開発法人産業技術総合研究所計量標準総合センターの認証標準物質であるペルフルオロオクタスルホン酸カリウム標準液 (メタノール溶液) (NMIJ CRM 4220-a) から質量比混合法によって調製した。 ^{19}F 定量 NMR では、3,5-ビストリフルオロメチル安息香酸 (NMIJ CRM 4601-c) を内標準物質に用いて分析種の濃度を求めて分析結果とした。

2. 分析実施条件

試料は常温・常湿下で開封し、LC のサンプルラック温度を 10 °C に設定して測定を行った。

3. 分析結果

PFOS-K	50.67 $\mu\text{g}/\text{mL} \pm 1.46 \mu\text{g}/\text{mL}$ ($k = 2$)
PFOS-H	46.26 $\mu\text{g}/\text{mL} \pm 1.33 \mu\text{g}/\text{mL}$ ($k = 2$)

(備考) 本分析結果は、依頼者から提出された試料であるペルフルオロ-1-*n*-オクタスルホン酸カリウム (PFOS-K) メタノール溶液について、ペルフルオロ-1-*n*-オクタスルホン酸カリウム (PFOS-K) として求めた質量濃度であり、特性値 (濃度) とそれに付随する不確かさからなる。ここで、記号 \pm に続く数は拡張不確かさの数値であり、合成標準不確かさと正規分布に基づく包含係数 $k=2$ とから決定されたもので、約 95 % の信頼の水準を持つと推定される区間を定める。なお、質量濃度は質量分率を 20 °C における試料の密度で換算した値である。

以 上

技術情報

ペルフルオロオクタスルホン酸には、国立研究開発法人産業技術総合研究所計量標準総合センターの認証標準物質である NMIJ CRM 4220-a を用いた。ラベル化体には、大塚製薬から提供された CIL 製の PFAS3 種 (^{13}C -PFOA、 ^{13}C -PFOS、 ^{13}C -PFHxS 各 $2\ \mu\text{g}/\text{mL}$) 混合溶液を用いた。3,5-ビストリフルオロメチル安息香酸 (NMIJ CRM 4601-c) を ^{19}F 定量 NMR における内標準物質に用いた。また、質量の測定には、国家標準にトレーサブルな値を持つ分銅で校正された電子天びんを用いた。以下に、濃度（質量分率）及び密度測定結果を示す。

PFOS-K 濃度（質量分率）	$64.02\ \mu\text{g}/\text{g} \pm 1.84\ \mu\text{g}/\text{g} (k=2)$
PFOS-H 濃度（質量分率）	$58.46\ \mu\text{g}/\text{g} \pm 1.68\ \mu\text{g}/\text{g} (k=2)$
密度（20 °C）	$0.7914\ \text{g}/\text{mL} \pm 0.0020\ \text{g}/\text{mL} (k=2)$
密度（25 °C）	$0.7867\ \text{g}/\text{mL} \pm 0.0020\ \text{g}/\text{mL} (k=2)$
密度（30 °C）	$0.7820\ \text{g}/\text{mL} \pm 0.0020\ \text{g}/\text{mL} (k=2)$

（備考）ここで、記号 \pm に続く数は、合成標準不確かさと正規分布に基づく包含係数 $k=2$ とから決定された拡張不確かさの数値であり、約 95 % の信頼の水準を持つと推定される区間を定める。

以 上

Analytical Report

Client Name: Otsuka Pharmaceutical Co., Ltd.
Client Address: 224-18 Hiraishi Ebino, Kawauchi-cho, Tokushima-shi,
Tokushima 771-0130, Japan
Analytical Sites: National Institute of
Advanced Industrial Science and Technology
Tsukuba Central
Analytical Item: Potassium perfluoro-1-*n*-octanesulfonate (PFOS-K)
in Methanol
Manufacturer: Cambridge Isotope Laboratories, Inc.
Type and Serial Number: Code No. ULM-11563-1.2, Lot No. SEDG-016
Analytical Method: As shown on page 2
Analytical Conditions: As shown on page 2
Analytical Result: 50.67 µg/mL ± 1.46 µg/mL ($k = 2$)
Dates of Performance of the Analysis: March 1st, 2026 to March 30th, 2026

The Calibration Authority

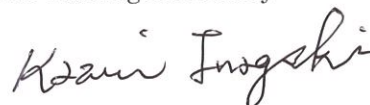


YAMAZAKI Taichi

National Metrology Institute of Japan

Date of Issue: March 31st, 2026

The Issuing Authority



INAGAKI Kazumi

Director,

National Metrology Institute of Japan (NMIJ)

National Institute of

Advanced Industrial Science and Technology

1-1-1, Umezono, Tsukuba, Ibaraki, Japan

The analytical result stated in this report is traceable to the SI.

This report shall not be reproduced except in full without written approval of the National Institute of Advanced Industrial Science and Technology.

1. Analytical Method

The concentration of the analyte, potassium perfluoro-1-*n*-octanesulfonate (PFOS-K), in methanol solution was determined using isotope dilution mass spectrometry (ID-LC/MS) with high-performance liquid chromatograph-mass spectrometer and ¹⁹F quantitative NMR (¹⁹F qNMR).

To determine the concentration of the analyte in the sample, solutions containing a fixed amount of the labeled compound (¹³C-PFOS) were prepared by diluting the sample and using the calibration solution, respectively. These solutions were analyzed by LC/MS, and the concentration of the analyte was calculated based on the peak area ratio of PFOS to ¹³C-PFOS, the prepared value of the calibration solution, and the density of the sample. The calibration solution was prepared by the gravimetric preparation method using the potassium perfluorooctanesulfonate standard solution (methanol solution) (NMIJ CRM 4220-a), a certified reference material from the National Metrology Institute of Japan (NMIJ). In ¹⁹F qNMR, the concentration of the analyte was determined using 3,5-bis(trifluoromethyl)benzoic acid (NMIJ CRM 4601-c) as an internal standard, and this value was reported as the analytical result.

2. Analytical Conditions

The sample was opened at room temperature and humidity, and measurements were performed with the LC sample rack temperature set to 10 °C.

3. Analytical Result

PFOS- K	50.67 µg/mL ± 1.46 µg/mL (<i>k</i> = 2)
PFOS- H	46.26 µg/mL ± 1.33 µg/mL (<i>k</i> = 2)

(Note) The analytical result indicates the mass concentration of the potassium perfluoro-1-*n*-octanesulfonate (PFOS-K) determined from the methanol solution of PFOS-K submitted by the client. The number following the symbol ± is the numerical value of an expanded uncertainty, which is determined from a combined standard uncertainty and a coverage factor *k* = 2 based on a normal distribution, and defines an interval estimated to have a level of confidence of approximately 95 %. The mass concentration is the value obtained by converting the mass fraction using the density of the sample at 20 °C.

End of report

Technical Information

Perfluorooctanesulfonic acid was prepared using NMIJ CRM 4220-a, a certified reference material from the National Metrology Institute of Japan (NMIJ) at the National Institute of Advanced Industrial Science and Technology (AIST). For the labeled samples, a mixed solution of three PFAS compounds (^{13}C -PFOA, ^{13}C -PFOS, and ^{13}C -PFHxS, each at 2 $\mu\text{g}/\text{mL}$) manufactured by CIL and provided by Otsuka Pharmaceutical was used. Additionally, the balance calibrated with weights traceable to national standards was used for mass measurements. The results of the concentration (mass fraction) and density measurements are shown below.

PFOS-K Concentration (Mass fraction)	64.02 $\mu\text{g}/\text{g} \pm 1.84 \mu\text{g}/\text{g}$ ($k = 2$)
PFOS-H Concentration (Mass fraction)	58.46 $\mu\text{g}/\text{g} \pm 1.68 \mu\text{g}/\text{g}$ ($k = 2$)
Density (20 $^{\circ}\text{C}$)	0.7914 $\text{g}/\text{mL} \pm 0.0020 \text{g}/\text{mL}$ ($k = 2$)
Density (25 $^{\circ}\text{C}$)	0.7867 $\text{g}/\text{mL} \pm 0.0020 \text{g}/\text{mL}$ ($k = 2$)
Density (30 $^{\circ}\text{C}$)	0.7820 $\text{g}/\text{mL} \pm 0.0020 \text{g}/\text{mL}$ ($k = 2$)

(Note) The number following the symbol \pm is the numerical value of an expanded uncertainty, which is determined from a combined standard uncertainty and a coverage factor $k = 2$ based on a normal distribution, and defines an interval estimated to have a level of confidence of approximately 95 %.

End of references