

[ノート]

PFOA 代替物質の HFPO-DA 分析法の検討と妥当性評価

松村 益代* 矢野 美穂 藤田 裕代

Studies and Validation of an Analytical Method for the Determination for HFPO-DA by Solid Phase Extraction and LC-MS/MS

Masuyo MATSUMURA*, Miho YANO and Yasuyo FUJITA

Health Science Research Division, Hyogo Prefectural Institute of Public Health Science, 1819-14 Kanno, Kanno-cho, Kakogawa 675-0003, Japan

We have studied the analytical method of Hexafluoropropylene oxide dimer acid (HFPO-DA) in water by solid phase extraction and liquid chromatography-tandem mass spectrometry (LC-MS/MS). HFPO-DA was added to the simultaneous analysis of PFAS. The 10 mL sample was passed through a solid-phase extraction column and then concentrated to a final 10-fold. We have conducted a validation test to confirm the validity of the analytical method. Recovery tests of PFAS compounds spiked into mineral water samples were performed for two set points: 5 ng/L and 10 ng/L. The linearity of calibration curves, selectivity, recovery, repeatability, and intermediate precision for 16 compounds of PFAS were calculated using the data of the recovery tests. Calibration curve for HFPO-DA was linear over the concentration range of 2 ng/L to 150 ng/L. The recovery (94% to 103%), repeatability (3.2% to 7.6%), and intermediate precision (4.2% to 11%) for 16 compounds of PFAS obtained by the recovery tests satisfied the criteria in the guideline for the validation of testing method for drinking water, which has been specified by the Ministry of Health, Labor and Welfare, Japan. We judged that the analytical method we have examined in the present study was applicable to the analysis of 16 compounds of PFAS in water.

I はじめに

ペルフルオロオクタンスルホン酸 (PFOS) 及びペルフルオロオクタン酸 (PFOA) については、2026年4月1日より環境省の定める水質基準項目となり、基準値はPFOS及びPFOAの合算で50 ng/L以下とされた^{1,2)}。さらに、要検討項目については、2025年6月30日付けで、現行のペルフルオロヘキサンスルホン酸 (PFHxS) にペルフルオロブタンスルホン酸 (PFBS)、ペルフルオロブタン酸 (PFBA)、ペルフルオロペンタン酸 (PFPeA)、ペ

ルフルオロヘキサ酸 (PFHxA)、ペルフルオロヘプタン酸 (PFHpA)、ペルフルオロナノン酸 (PFNA) 及びヘキサフルオロプロピレンオキシドダイマー酸 (HFPO-DA) の7物質が追加された。これらペルフルオロアルキル化合物 (PFAS : Per/poly-fluoroalkyl substances) 10化合物のうちPFOS、PFOA、PFBS及びHFPO-DAとそのアンモニウム塩 (通称 GenX 物質) については、米国環境省 (EPA) では健康影響評価による慢性毒性^{3,4)}が示されており、今後の動向に注意が必要と思われる。筆者らは、PFASのうちPFOSを含むペルフルオロアルキルスルホン酸類 (PFASA : Per/poly-fluoroalkyl sulfonic acid) 4種類及びPFOAを含むペルフルオロカルボン酸類 (PFACA : Per/poly-fluoroalkyl carboxylic acid) 11

兵庫県立健康科学研究所 健康科学部

* 〒675-0003 兵庫県加古川市神野町神野 1819-14

種類の計 15 種類を対象とした固相抽出-LC-MS/MS 法による一斉分析法を報告した⁵⁾。

今回、新たに HFPO-DA の分析法の検討を行い、現在実施している固相抽出-LC-MS/MS 法による PFAS 一斉分析に追加し実施可能かどうか妥当性評価を行った。その結果、分析対象 PFAS 16 化合物で良好な結果が得られたので報告する。

II 材料と方法

1. 分析対象化合物

HFPO-DA (GenX), PFOSを含むPFASA 4種類及び PFOAを含むPFACA 11 種類の計16 種類を対象として分析を行った。分析対象はTable 1に示し、HFPO-DAの構造式をFig.1に示した。

Table 1 Target PFASs

Compound name	Abbreviation	
Hexafluoropropylene oxide dimer acid	HFPO-DA (GenX)	C6
Perfluorobutane sulfonate	PFBS	C4
Perfluorohexane sulfonate	PFHxS	C6
Perfluorooctane sulfonate	PFOS	C8
Perfluorodecane sulfonate	PFDS	C10
Perfluorobutanoate	PFBA	C4
Perfluoropentanoate	PFPeA	C5
Perfluorohexanoate	PFHxA	C6
Perfluoroheptanoate	PFHpA	C7
Perfluorooctanoate	PFOA	C8
Perfluorononanoate	PFNA	C9
Perfluorodecanoate	PFDA	C10
Perfluoroundecanoate	PFUnDA	C11
Perfluorododecanoate	PFDoDA	C12
Perfluorotridecanoate	PFTTrDA	C13
Perfluorotetradecanoate	PFTeDA	C14

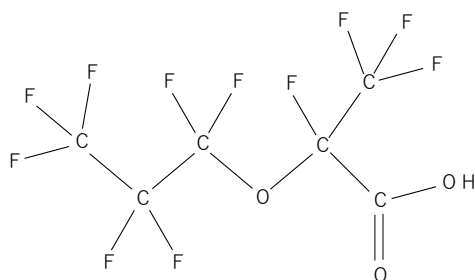


Fig.1 Chemical structure of HFPO-DA

2. 試薬、標準液及び器具

メタノール及びアセトニトリルは関東化学製 LC/MS 用, 1 mol/L 酢酸アンモニウム溶液は富士フィルム和光純薬製 HPLC 用, 28%アンモニア水は富士フィルム和光純薬製特級, 精製水は超純水装置 (メルク社製) を用いて精製した水を使用した。

標準液は Wellinton 社製 HFPO-DA 50 µg/mL 標準液及び PFAS 17 種の各 2000 ng/mL 混合標準液である Wellinton 社製 PFAC-MBX を使用した。HFPO-DA 標準液 (50 µg/mL) をメタノールで 50 倍希釈して HFPO-DA (1 µg/mL) に調製, その 500 µL と PFAC-MBX (2000 ng/mL) 250 µL をメタノールで 5 mL に定容し, HFPO-DA・PFAS 混合標準原液 (100 ng/mL) を調製し, 使用時まで冷凍保存した。

内部標準液は Wellinton 社製 M3HFPO-DA 50 µg/mL 及び Wellinton 社製 MPFAC-MAX 2000 ng/mL を使用した。HFPO-DA 内部標準液 (50 µg/mL) をメタノールで 50 倍希釈して HFPO-DA 内部標準液 (1 µg/mL) に調製した。分析時に HFPO-DA 内部標準液 (1 µg/mL) 100 µL と MPFAC-MAX (2000 ng/mL) 20 µL をメタノールで 10 mL に定容し, HFPO-DA・PFAS 混合内部標準液を調製した (1 mL あたり HFPO-DA 内部標準 10 ng, PFAS 内部標準 4 ng)。

固相カラムは GL サイエンス社製 Inert Sep MA-2 (60 mg / 3 mL) を使用した。

3. 装置及び測定条件

LC-MS/MS は Waters 社製 ACQUITY UPLC 及び Xevo TQ-XS を使用した。Table 2 に LC-MS/MS の測定条件を示した。

4. 検量線作成

分析時に HFPO-DA・PFAS 混合標準原液 (濃度 100 ng/mL) をメタノールで段階的に希釈し, 5 pg/mL~1500 pg/mL の検量線用混合標準液を調製した。HFPO-DA・PFAS 混合内部標準液を検量線用混合標準液 1 mL あたり 50 µL 添加した (検量線用混合標準液 1 mL あたりの HFPO-DA 及び PFAS 内部標準濃度は 500 pg 及び 200 pg)。

5. 試料の前処理

試料の前処理は, 試料 10 mL を PP 製 15 mL スピッツに採り, HFPO-DA・PFAS 混合内部標準液 (10 ng/mL 及び 4 ng/mL) 50 µL を添加してよく混合した。次に, 固相カラムを 0.1%アンモニア・メタノール溶液 3 mL, メタノール 3 mL, 精製水 3 mL でコンディショニング

後、試料を通水した。試料容器を精製水 2 mL で洗浄した後、固相カラムに洗液を通し洗浄、さらにメタノール 2 mL で同様に試料容器及び固相カラムの洗浄を行った。固相カラムを 3,500 rpm、5 分間遠心分離を行い、固相カラム内の水分を除去した。次に 0.1%アンモニア・メタノール溶液 2 mL で通水方向に溶出した。溶出液は 35°C で加温しながら、窒素ガス (N₂ ガス) で 1 mL に濃縮し、分析に供した (Fig.2)。操作ブランクとして、精製水を用いて試料と同様の操作を行い、空試験を行った。

6. 妥当性評価

ミネラルウォーターを用いて、「水道水質検査方法の妥当性評価ガイドライン (以下ガイドライン)」⁶⁾に基づき妥当性評価を行った。HFPO-DA と PFAS 定量に用いる検量線は 5, 10, 20, 50, 100, 300, 600 及び 1500 pg/mL の 8 点で作成した (試料を 10 倍濃縮する場合、試料濃度は 0.5, 1, 2, 5, 10, 30, 60 及び 150 ng/L に相当する)。

添加回収試験は、ミネラルウォーター 10 mL を PP 製 15 mL スピッツに採り、HFPO-DA 及び PFAS 濃度が 1 ng/L, 5 ng/L 及び 10 ng/L となるように添加し試料を調製した。各調製試料に HFPO-DA・PFAS 混合内部標準液 (10 ng/mL 及び 4 ng/mL) を 50 µL ずつ添加し混合した。各試料を Inert Sep MA-2 を用いて Fig.2 に従い固相抽出操作を行い、LC-MS/MS 用試料溶液とした。一定量を LC に注入し MS/MS (MRM) により各化合物のピーク面積を求め、作成した検量線から試料中の各化合物の濃度を定量し、添加濃度に対する定量濃度の割合を

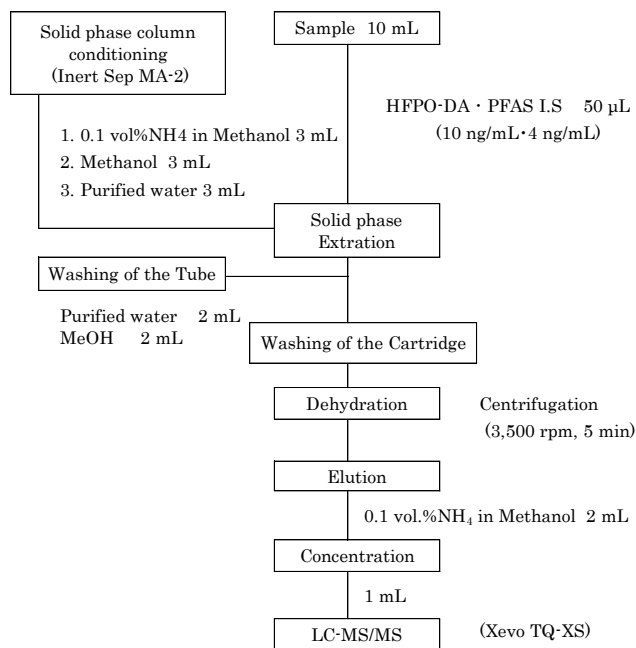


Fig.2 Scheme of the Solid-phase extraction procedure

真度として求めた。これを 5 日間実施し、繰り返し試験における併行精度 (RSD%) 及び室内精度 (RSD%) を求めた (各 3~5 試行 5 日間)。

7. 実試料を用いた添加回収試験

水道水、河川水、湖沼水各 2 試料計 6 試料を対象として試料 10 mL に HFPO-DA・PFAS 混合標準液 (1 ng/mL) 50 µL を添加してよく混合した (PFAS 濃度 5 ng/L)。次に、HFPO-DA・PFAS 混合内部標準液 (10 ng/mL 及び 4 ng/mL) 50 µL を添加した後、Inert Sep MA-2 を用いて固相抽出し (Fig.2)、試料溶液として分析を行い、回収率及び併行精度 (RSD%) を求めた (各 3 試行)。

III 結果及び考察

1. LC-MS/MS 分析条件の検討

1.1 移動相の検討

Table 2 LC-MS/MS conditions

LC conditions		
Instrument	ACQUITY UPLC (Waters)	
Column	UPLC BEH C18 2.1×100 mm	
Retention gap Column	Delay column for PFAS 3.0×30 mm	
Mobile Phase	A : 2 mmol/L Ammonium Acetate aq B : 2 mmol/L Ammonium Acetate in Acetonitrile	
gradient	B: 0 min(20%)→1 min(25%)→6 min(50%)→13 min(85%) →14 min(95%)→18 min(20%)	
Flow rate	0.3 mL/min	
Column temp.	40°C	
Injection volume	20 µL	
MS conditions		
Instrument	ACQUITY TQ-XS (Waters)	
Ionization Mode	ESI-	
Measurement Mode	MRM	
Source temp.	120°C	
Capillary voltage	1 kV	
Desolvation temp.	350°C	
Desolvation gas flow	900 L/h	
Cone gas flow	100 L/h	
	Quantification ion [m/z]	Confirmation ion [m/z]
HFPO-DA (GenX)	285 > 169	285 > 119
PFBS	299 > 80	299 > 99
PFHxS	399 > 80	399 > 99
PFOS	499 > 80	499 > 99
PFDS	599 > 80	599 > 99
PFBA	213 > 169	
PFPeA	263 > 219	
PFHxA	313 > 269	313 > 119
PFHpA	363 > 319	363 > 169
PFOA	413 > 169	413 > 369
PFNA	463 > 419	463 > 219
PFDA	513 > 469	513 > 219
PFUnDA	563 > 519	563 > 269
PFDoDA	613 > 569	613 > 169
PFTTrDA	663 > 169	663 > 619
PFTeDA	713 > 169	713 > 669

移動相についてメタノールはアセトニトリルに比べ感度は良いが、ミネラルウォーターの種類によっては HFPO-DA の RT 付近で妨害ピークが認められた(Fig.3). アセトニトリルの移動相では妨害ピークが認められなかったため、移動相は 2 mmol/L 酢酸アンモニウム・アセトニトリルを選択した。メタノールでの分析を行う場合、妨害ピークの影響がないようにグラジエント条件を検討する必要がある。

1.2 MS/MS の条件の検討

HFPO-DA は、EPA533 メソッド⁷⁾ではプリカーサーイオンは m/z 285,プロダクトイオンは m/z 169, m/z 119 となっており、この EPA533 メソッドでの分析報告^{8,9)}がある。一方、プリカーサーイオンを m/z 329, プロダクトイオンを m/z 169, m/z 285 で測定の報告¹⁰⁾もあることから、脱溶媒温度、プリカーサーイオン等の条件について検討した。その結果、脱溶媒温度 350°C, HFPO-DA の定量イオンは 285>169, 確認イオンは 285>119 とし、¹³C₃-HFPO-DA の定量イオンは 287>169, 確認イオンは 287>119 とした (Fig.4)。

2. 前処理の検討

固相カラムは、以前、富士フィルム和光純薬製 Presep PFC-II を使用していたが製造中止となったため、充填量が少量でシリンジタイプの比較的安価な GL サイエンス社製 Inert Sep MA-2 (60 mg/3 mL) を選択した。高原ら¹¹⁾によると少充填の固相カラムによる PFAS 前処理で

は、固相カラムを精製水 1 mL で洗浄し脱水後、0.1%アンモニア・メタノール 1 mL で溶出している。硬度 20 mg/L 及び 300 mg/L の 2 種類のミネラルウォーターを用いて、洗浄液量及び溶出液量を各 1 mL 及び 2 mL で行った結果を Table 3 に示した。対象とした PFAS の回収率(%)及び併行精度 (RSD%) は洗浄量及び溶出量を 1 mL とした場合、各々92.9~106%, 2.1~10 RSD%, 2 mL では各々93.7~108%, 2.1~8.8 RSD%と良好な結果が得られ、1 mL と 2 mL との差もほとんど認められなかったが、念のため溶出量を 2 mL とした前処理を行うこととした。既報の 5 mL から 2 mL への溶媒量の減量は作業時間が短縮され、前処理操作での PFAS の汚染を低減できると考えられた。以上の検討結果から確立した水中 PFAS の固相抽出-LC-MS/MS 法を Fig.2 に示した。

3. 妥当性評価

3.1 検量線の妥当性評価

ガイドラインに基づき、検量線の妥当性評価を行った結果を Table 4 に示した。HFPO-DA の検量線範囲は 20 ~1500 pg/mL (試料相当濃度は 2~150 ng/L) で、検量線の直線性を表す指標となる決定係数 (R^2) は 0.994 以上と良好な結果が得られた。標準試料を 3 回測定し、各濃度の標準試料を検量線により定量した時の真度は 92 ~113%及び相対標準偏差は 0.12~18%とそれぞれガイドラインの目標 (80~120%及び \leq 20%) を満たしており良好な結果であった。

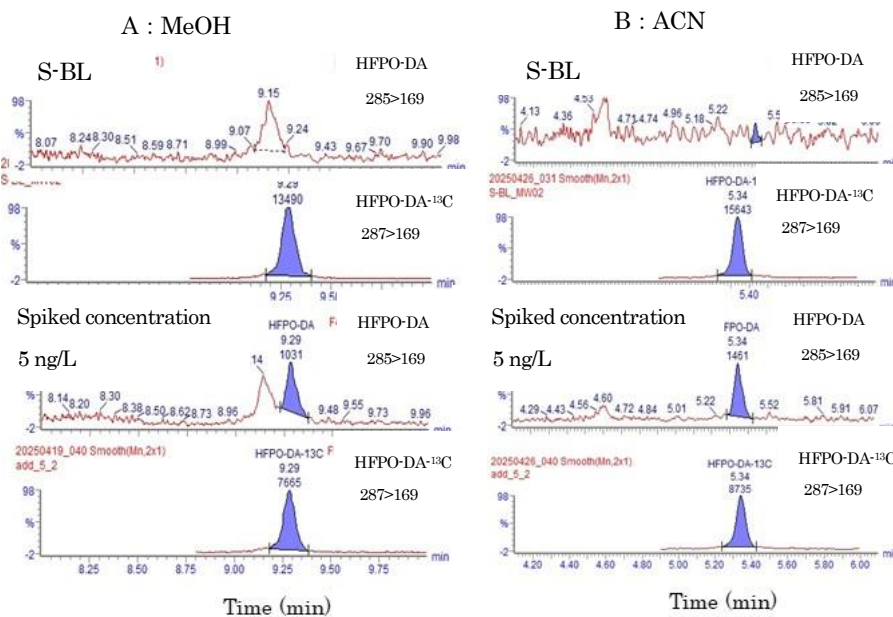


Fig.3 LC-MS/MS chromatograms of HFPO-DA in mineral water
Spiked HFPO-DA concentration 5 ng/L

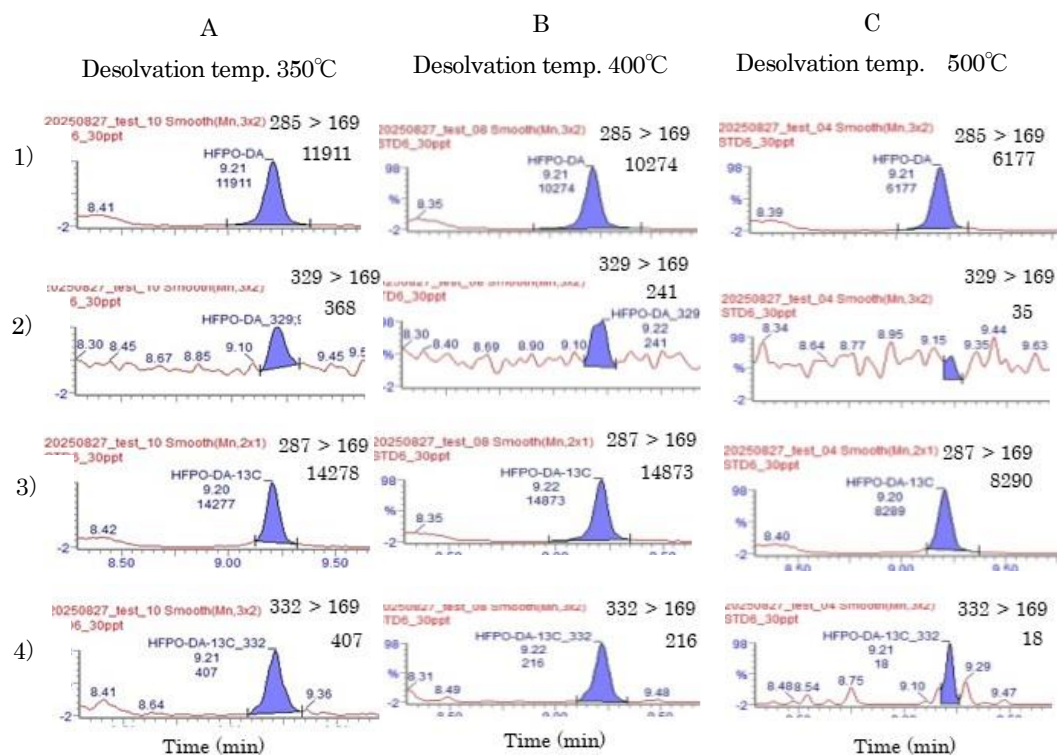


Fig.4 LC-MS/MS chromatograms obtained from 20 ng/L standard solution of HFPO-DA

- 1) HFPO-DA 285 > 169 2) HFPO-DA 329 > 169
 3) HFPO-DA-¹³C 287 > 169 4) HFPO-DA-¹³C 332 > 169

Table 3 Recoveries of PFAS in mineral water at 10 ng/L

Amount of wash and elute solution (mL)	1				2			
	Hardness 20 mg/L		Hardness 300 mg/L		Hardness 20 mg/L		Hardness 300 mg/L	
	Recovery(%)	RSD%	Recovery(%)	RSD%	Recovery(%)	RSD%	Recovery(%)	RSD%
HFPO-DA	99.9	6.7	101	5.8	97.9	8.5	102	3.5
PFBS	93.4	4.4	99.5	3.4	93.7	7.5	103	4.2
PFHxS	101	3.9	103	4.2	97.6	5.4	101	4.4
PFOS	94.6	6.4	103	3.0	94.0	8.8	100	3.6
PFDS	104	5.1	106	2.4	105	6.1	108	2.3
PFBA	92.9	10	98.0	3.5	102	5.6	105	2.3
PFPeA	95.6	4.5	100	5.1	96.1	5.3	101	4.6
PFHxA	102	2.9	106	2.1	102	4.3	106	4.4
PFHpA	105	2.9	101	6.2	97.7	6.2	105	4.8
PFOA	99.1	6.1	104	7.3	101	6.3	106	2.7
PFNA	100	6.9	102	4.9	97.0	7.5	102	4.9
PFDA	101	4.5	104	3.6	101	5.9	105	3.4
PFUnDA	94.7	5.2	102	2.8	98.2	2.8	103	2.1
PFDoDA	99.0	4.3	105	3.0	100	2.2	105	2.8
PFTTrDA	99.8	5.9	101	4.7	99.2	5.9	99.9	6.7
PFTTeDA	101	3.4	98.1	2.5	99.5	3.9	98.3	3.9

(n = 5)

3.2 添加試料の真度, 併行精度及び室内精度の評価

ミネラルウォーターについて1, 5, 10 ng/Lの3濃度添加回収試験を行った。5試行1日と3試行4日間の繰り返し試験を行った。添加試料の真度, 併行精度及び室内精度をTable 5に示した。

HFPO-DA, PFBAの感度が他の化合物に比べて悪く, 添加回収試験は, 5及び10 ng/Lの添加量で評価した。PFHxAは空試験で0.5 ng/L検出されたため, 固相抽出操作での汚染には十分注意が必要であった。

添加回収試験の妥当性評価における真度, 併行精度及び室内精度は, 有機物の項目では真度は70~130%の範囲, 併行精度は $\leq 20\%$ 及び室内精度は $\leq 25\%$ である。添加濃度5 ng/L及び10 ng/Lの16化合物の真度は96~103%及び94~102%, 添加濃度1 ng/LではHFPO-DA, PFBA及びPFHxAを除く13化合物の真度は95~107%で, いずれの添加濃度においても良好な結果が得られた。添加濃度5 ng/L及び10 ng/Lの16化合物の併行精度は, それぞれ4.3~7.6%, 3.2~6.3%, 添加濃度1 ng/LのHFPO-DA, PFBA及びPFHxAを除く13化合物の併行精度は6.0~12%と良好な結果が得られた。添加濃度5 ng/L及び10 ng/Lの16化合物の室内精度はそれぞれ4.2~11%, 4.2~7.9%であった。添加濃度1 ng/LではHFPO-DA, PFBA及びPFHxAを除く13化合物の室内精度は5.7~13%と良好な結果が得られた。

妥当性評価試験の結果から, 本分析法の定量下限値はHFPO-DA, PFBA及びPFHxAは5 ng/L, 他の13化

合物は1 ng/Lとした。PFOS及びPFOAの検査方法に関する質疑応答集¹²⁾ではそれぞれについて暫定目標値の1/10である5 ng/Lまで確認する必要があること, PFHxSも同程度の濃度まで測定できることを確認することが望ましいとされており, HFPO-DAを追加したこの一斉分析法は, 感度及び精度ともに満足のいく結果が得られ, 検査法として導入が可能と考えられた。

Table 4 Results of the validation of calibration curve

	Calibration curve range (pg/mL)	Linearity (r^2)	Accuracy (%)	Precision (RSD%)
HFPO-DA	20~1500	0.994	95~107	0.98~10
PFBS	5~600	0.999	92~109	1.9~13
PFHxS	5~600	0.998	94~110	1.4~10
PFOS	5~600	0.996	96~103	2.8~11
PFDS	5~600	0.997	96~105	4.0~18
PFBA	10~1500	1.000	96~103	0.12~11
PFPeA	10~600	0.999	95~107	2.0~6.7
PFHxA	5~600	0.999	97~103	1.0~11
PFHpA	5~600	0.997	97~107	3.1~11
PFOA	5~600	0.998	96~106	1.1~17
PFNA	5~600	0.998	93~107	2.7~9.0
PFDA	5~600	0.997	95~105	3.3~13
PFUnDA	5~600	0.996	97~103	0.65~15
PFDoDA	5~600	0.999	97~104	2.6~9.8
PFTTrDA	5~600	0.997	92~113	2.4~11
PFTeDA	5~600	0.999	98~103	0.51~13

(n=3)

Table 5 Result of the validation of PFAS in mineral water at 1 ng/L, 5 ng/L and 10 ng/L

Acronym	Fortified Level (ng/L)	Accuracy (%)	Repeatability (RSD%)	Intermediate Precision (RSD%)	Fortified Level (ng/L)	Accuracy (%)	Repeatability (RSD%)	Intermediate Precision (RSD%)	Fortified Level (ng/L)	Accuracy (%)	Repeatability (%)	Intermediate Precision (RSD%)
HFPO-DA	1	—	—	—	5	98	5.8	8.9	10	96	3.9	5.3
PFBS	1	95	7.1	9.4	5	98	7.4	11	10	95	6.3	6.9
PFHxS	1	96	8.3	9.4	5	101	5.5	4.4	10	97	4.5	5.9
PFOS	1	104	7.7	7.7	5	98	4.8	7.7	10	96	3.4	4.8
PFDS	1	100	12	13	5	98	7.6	8.6	10	99	3.2	6.3
PFBA	1	—	—	—	5	100	6.2	4.9	10	97	4.2	5.8
PFPeA	1	101	6.6	13	5	96	5.3	8.2	10	94	4.8	4.8
PFHxA	1	—	—	—	5	103	4.3	5.3	10	102	3.8	4.5
PFHpA	1	107	8.1	7.6	5	103	5.6	6.6	10	101	3.9	7.0
PFOA	1	101	6.0	5.7	5	100	6.0	6.9	10	99	4.3	4.3
PFNA	1	103	8.7	8.3	5	100	5.4	8.5	10	96	6.3	7.9
PFDA	1	107	8.1	8.1	5	100	5.5	4.2	10	98	4.6	6.3
PFUnDA	1	99	7.9	12	5	101	5.0	5.7	10	101	3.9	5.4
PFDoDA	1	105	7.2	5.7	5	101	4.9	7.8	10	98	4.6	4.2
PFTTrDA	1	103	9.2	10	5	97	5.1	8.5	10	99	6.1	6.8
PFTeDA	1	99	8.3	7.7	5	98	5.4	11	10	95	5.2	6.3

(n=17)

3.3 実試料の添加回収試験

水道水、河川水及び湖沼水各々2 試料計 6 試料に、PFAS 標準液を 5 ng/L になるように添加して、3 試行実施した結果を Table 6 に示した。HFPO-DA の定量下限は 5 ng/L で定量下限での添加回収試験となったが、回収率 96~105%、併行精度 0.5~11%と良好な結果であった。一斉分析対象の 16 化合物の結果は、水道水では 85~111%、併行精度 0.5~13%、河川水では回収率 82~108%、併行精度 1.3~19%、湖沼水では回収率 87~111%、併行精度は 0.8~15%と全て良好な結果が得られ、沈殿物のある河川水及び湖沼水に添加回収試験を実施したが、回収率が 82%以上であったことから、この方法で分析可能であると考えられた。

前処理操作による PFAS の汚染や吸着等の影響を低減するため、試料の前処理での洗浄液量と溶出液量の減量などの検討は今後の課題と考えた。

IV 結 論

PFASの一斉分析法にHFPO-DAの項目を追加するため、HFPO-DAのLC-MS/MS分析での条件を検討した結果、LC条件の移動相は、2 mmol/L酢酸アンモニウム溶液と2 mmol/L酢酸アンモニウム・アセトニトリルとした。

MS/MS条件は、脱溶媒温度を350℃、HFPO-DAの定量イオンは285>169、確認イオンは285>119とし、内部

標準物質である¹³C₃-HFPO-DAの定量イオンは287>169、確認イオンは287>119とした。

ミネラルウォーターを用いて、水道水質基準値の1/10濃度である5 ng/LのHFPO-DA及びPFASの添加回収試験を実施した結果、対象の16化合物で真度96~103%、併行精度 (RSD%) 4.3~7.6%、室内精度 (RSD%) 4.2~11%と妥当性が得られた。

実試料の水道水、河川水及び湖沼水を用いて5 ng/LのHFPO-DA及びPFASの添加回収試験を実施したところ、回収率は82~111%、併行精度 (RSD%) は0.5~19%であったことから、水質の基準項目及び要検討項目の計10項目に対し、検査法として導入が可能と考えられた。

文 献

- 1) 厚生労働省健康局長：水質基準に関する省令の制定及び水道法施行規則の一部改正等について（施行通知）、平成15年10月10日、健発第1010004号（2003）[最終改正：令和8年1月28日、環水大管発第2506301号（2025）]
- 2) 厚生労働省健康局水道課長：水質基準に関する省令の制定及び水道法施行規則の一部改正等並びに水道水質管理における留意事項について、平成15年10月10日、健水発第1010001号（2003）[最終改正：令和7年6月30日、環水大管発第2506305号(2025)]

Table 6 Recoveries of PFAS in tap water, river water and lake water at 5 ng/L

	Tap water						River water						Lake water					
	A			B			C			D			E			F		
	Sample conc. (ng/L)	Accuracy (%)	Repeatability (RSD%)	Sample conc. (ng/L)	Accuracy (%)	Repeatability (RSD%)	Sample conc. (ng/L)	Accuracy (%)	Repeatability (RSD%)	Sample conc. (ng/L)	Accuracy (%)	Repeatability (RSD%)	Sample conc. (ng/L)	Accuracy (%)	Repeatability (RSD%)	Sample conc. (ng/L)	Accuracy (%)	Repeatability (RSD%)
HFPO-DA	<1	102	0.5	<1	97	6.2	<1	98	8.0	<1	105	6.3	<1	104	11	<1	96	6.8
PFBS	2.0	103	4.9	<1	100	5.6	1.2	101	10	1.5	107	1.7	<1	100	2.8	5.8	100	4.4
PFHxS	<1	104	5.2	<1	98	3.3	2.1	96	4.7	2.7	99	5.0	<1	107	3.3	2.1	104	3.6
PFOS	2.3	85	1.8	<1	90	5.9	4.5	101	7.8	2.4	94	3.7	<1	102	9.9	3.2	94	3.8
PFDS	<1	97	5.9	<1	95	1.4	<1	106	6.6	<1	101	6.9	<1	96	9.6	<1	100	4.1
PFBA	5.1	92	3.1	<5	101	12	7.3	92	12	5.3	99	15	<5	100	27	7.1	96	13
PFPeA	2.5	98	7.5	<1	105	6.9	3.6	92	1.3	6.1	100	6.8	1.1	92	12	3.0	96	6.2
PFHxA	3.8	99	3.6	1.7	89	4.8	6.1	99	3.2	8.9	108	2.6	2.3	105	0.77	9.2	104	1.5
PFHpA	2.6	96	9.2	<1	107	3.8	3.1	95	4.7	6.3	95	8.2	1.7	92	3.7	2.7	99	3.1
PFOA	6.7	94	8.3	1.3	96	2.5	9.1	103	5.0	5.6	98	2.9	2.6	92	4.0	6.9	103	6.9
PFNA	2.1	92	4.5	<1	99	1.7	3.3	99	6.0	17	96	11	1.3	87	6.9	1.9	95	7.4
PFDA	<1	103	1.4	<1	97	2.1	<1	107	6.1	<1	100	3.6	<1	103	6.1	<1	105	5.1
PFUnDA	<1	100	2.3	<1	98	2.0	<1	103	4.7	<1	99	2.0	<1	99	1.0	<1	106	5.0
PFDoDA	<1	103	4.0	<1	99	4.3	<1	101	1.9	<1	104	3.9	<1	102	9.8	<1	104	4.0
PFTTrDA	<1	103	13	<1	111	4.6	<1	100	4.6	<1	94	9.0	<1	111	1.5	<1	96	8.7
PFTeDA	<1	99	10	<1	103	9.5	<1	100	8.0	<1	82	19	<1	87	8.8	<1	87	14

(n=3)

- 3) US EPA : Technical Fact Sheet : Draft Toxicity Assessments for GenX Chemicals and PFBS
<https://www.epa.gov/sites/default/files/2018-11/documents/factsheet-pfbs-genx-toxicity-valus-11.14.2018.pdf>. (2026年1月7日確認)
- 4) US EPA : Technical Fact Sheet : Human Health Toxicity Assessment for GenX Chemicals
<https://www.epa.gov/system/files/documents/2023-03/GenX-Toxicity-Assessment-factsheet-March-2023-update.pdf>. (2026年1月7日確認)
- 5) 松村益代, 矢野美穂, 風見眞紀子: 有機フッ素化合物 (PFASs) の簡便な固相抽出-LC-MS/MS 法による一斉分析の検討と妥当性評価, 兵庫県立健康科学研究所研究報告, **5**, 11-18 (2023)
- 6) 厚生労働省健康局水道課長: 水道水質検査方法の妥当性評価ガイドライン, 健水発 0906 第 1 号別添 (2012) [最終改正: 平成 29 年 10 月 18 日付け薬生水発 1018 第 1 号(2017)]
- 7) US EPA : Method 533 : Determination of Per-and Polyfluoroalkyl Substances in Drinking Water by Isotope Dilution Anion Exchange Solid Phase Extraction and Liquid Chromatography/ Tandem Mass Spectrometry
<https://www.epa.gov/sites/default/files/2019-12/documents/method-533-815b19020.pdf>. (2026年1月7日確認)
- 8) 中山駿一, 長谷川敦子, 黒澤のりあ: PFOS および PFOA 代替品の新規モニタリング手法の開発と簡易モニタリング, 神奈川県環境科学センター研究報告, **47**, 25-30 (2024)
- 9) 高尾俊正, 石渡慶秀, 中嶋尚隆, 遠藤ひとみ: 千葉市の水域における有機フッ素化合物調査 (第 15 報), 千葉市環境保健研究所年報, **31**, 67-73 (2024)
- 10) 市原真紀子, 浅川大地, 東條俊樹, 谷保佐知, 山下信義: ISO 21675 に基づく PFAS 水質分析におけるサロゲート回収率低下要因の検討及び大阪市内河川調査, 環境化学, **34**, 48-60 (2024)
- 11) 高原玲華, 高柳学, 太田茂徳: 水中の PFAS 分析における前処理や測定時のポイント, ぶんせき, **12**, 534-538 (2023)
- 12) 国立医薬品食品衛生研究所: 目標 31 PFOS 及び PFOA 固相抽出-液体クロマトグラフィー質量分析法質疑応答集 (Q&A)
<https://www.nihs.go.jp/dec/section3/qa/pfas.html>
 (2026年1月7日確認)

(令和 8 年 3 月 17 日受理)