

【資料】

GC-MSによる医薬品・生活関連物質（PPCPs）一斉分析法の検討について
Investigation of pharmaceutical and personal care products (PPCPs) simultaneous analysis method by GC-MS

吉岡敏行, 橋本清美, 小林隆太

YOSHIOKA Toshiyuki, HASHIMOTO Kiyomi, KOBAYASHI Riyuuta

要 旨

医薬品等34物質及び紫外線吸収剤等26物質について、抽出法は溶媒抽出を選択し、精製法として3種類の方法を検討した。マトリックス効果により回収率が150%を超過する物質もあったが、ジクロロメタン抽出-トリメチルシリル化-GC-MS-SIM測定により河川水を暫定的に分析したところ、医薬品等9物質、紫外線吸収剤等9物質が2~330 ng/Lの濃度範囲で検出した。

[キーワード：医薬品・生活関連物質, ガスクロマトグラフ質量分析計, 河川水, 一斉分析法]

[Key words : PPCPs, GC-MS, River water, Simultaneous analysis method]

1 はじめに

PPCPsは、人や動物用医薬品、化粧品等の日用品の総称であり、近年、公共用水域等での水質調査が実施されている。特に、都市域の河川水からはclarithromycin等の抗生物質やtriclosan等の抗菌剤が水生生物に対する予測無影響濃度（PNEC）を超過する地点も報告されている^{1, 2)}。また、PPCPsの多くが下水処理場で処理しきれず公共用水域に流れていることも明らかとなっている^{1, 2)}。岡山県におけるPPCPsの水質調査事例はほとんどなく、水環境中の存在状況を調査するにあたって、

GC-MSを用いた一斉分析法を検討したのでその結果を報告する。

2 材料及び方法

2.1 検討対象物質と測定法の検討

既存文献³⁻⁷⁾から公共用水域等における検出率が高く、標準物質が入手可能な医薬品等34物質と紫外線吸収剤等26物質を選定した。検討対象物質を表1に示す。対象物質にはヒドロキシ基やカルボキシ基を持つものが多く、GC-MS測定が難しい物質が多い。今回、GC-MS

表1 GC/MSによる一斉分析法の検討対象物質

医薬品等	用途等	CAS No.	紫外線吸収剤等	用途等	CAS No.
1 salicylic acid	消炎鎮痛剤	69-72-7	35 2-Hydroxy-4-methoxybenzophenone (BP-3)	日焼け止め、ヘアスタイリング製品	131-57-7
2 aspirin	解熱鎮痛剤	50-78-2	36 Ethyl 2-Cyano-3,3-diphenylacrylate(EC)	紫外線安定剤	5232-99-5
3 ibuprofen	消炎鎮痛剤	15687-27-1	37 2-tert-Butyl-6-(5-chloro-2H-benzotriazol-2-yl)-4-methylphenol (UV-326)	紫外線安定剤	3896-11-5
4 fenopropfen	消炎鎮痛剤	53746-45-5	38 2-Ethylhexyl 4-(Dimethylamino)benzoate (ODPABA)	紫外線吸収剤	21245-02-3
5 flufenamic acid	消炎鎮痛剤	530-78-9	39 2-Ethylhexyl 4-Methoxycinnamate (EHMC)	紫外線吸収剤	5466-77-3
6 flurbiprofen	消炎鎮痛剤	5104-49-4	40 3,3,5-Trimethylcyclohexyl Salicylate (HMS)	紫外線吸収剤	118-56-9
7 naproxen	消炎鎮痛剤	22204-53-1	41 2-(2-Hydroxy-5-tert-octylphenyl)benzotriazole (UV-329)	紫外線安定剤	3147-75-9
8 diflunisal	消炎鎮痛剤	22494-42-4	42 2-Ethylhexyl 2-Cyano-3,3-diphenylacrylate (OC)	紫外線吸収剤	6197-30-4
9 ketoprofen	酸性非ステロイド性抗炎症薬	22071-15-4	43 2-(3,5-Di-tert-butyl-2-hydroxyphenyl)-5-chlorobenzotriazole(UV-327)	プラスチック等の紫外線吸収剤	3864-99-1
10 dichlofenac	非ステロイド性抗炎症薬	15307-79-6	44 2-(2H-Benzotriazol-2-yl)-4,6-di-tert-pentylphenol(UV-328)	プラスチック等の紫外線吸収剤	25973-55-1
11 etodolac	非ステロイド性抗炎症薬	41340-25-4	45 2-(2H-Benzotriazol-2-yl)-4,6-bis(1-methyl-1-phenylethyl)phenol (UV-234)	紫外線安定剤	70321-86-7
12 tolmetin	非ステロイド性抗炎症薬	26171-23-3	46 2,4-Di-tert-butylphenyl 3,5-Di-tert-butyl-4-hydroxybenzoate(UV-120)	紫外線安定剤	4221-80-1
13 fenbufen	非ステロイド性抗炎症薬	36330-85-5	47 2-Phenoxyethanol (2-PE)	化粧品等の防腐剤	122-99-6
14 asacyclamide	サリチル酸系解熱鎮痛剤	65-45-2	48 Isopropylmethylphenol(IPMP)	ハンドソープ、歯磨き粉等	3228-02-2
15 phenacetin	鎮痛剤	62-44-2	49 Resorcinol (RC)	ヘアカラー、ブリーチ剤	108-46-3
16 indomethacin	非ステロイド性抗炎症薬	53-86-1	50 3-(4-Chlorophenoxy)propane-1,2-diol (CP)	化粧品等	104-29-0
17 clofibrate	抗高脂血症薬	882-09-7	51 Methyl 4-Hydroxybenzoate (MP)	化粧品等	99-76-3
18 bezafibrate	高脂血症	41859-67-0	52 Ethyl 4-Hydroxybenzoate(EP)	化粧品等	120-47-8
19 fenofibrate	高脂血症	49562-28-9	53 Isopropyl 4-Hydroxybenzoate(IPP)	化粧品等	4191-73-5
20 diphenhydramine	第一世代抗ヒスタミン薬	147-24-0	54 Propyl 4-Hydroxybenzoate (PP)	化粧品等	94-13-3
21 promethazine	抗ヒスタミン薬	58-33-3	55 Butyl 4-Hydroxybenzoate (BP)	化粧品等	94-26-8
22 phenytoin	抗てんかん薬	57-41-0	56 4-Chloro-3,5-dimethylphenol (CX)	洗剤、ベビーパウダー	88-04-0
23 carbamazepine	抗てんかん薬	298-46-4	57 2,4-Dihydroxybenzophenone (BP-1)	日焼け止め、ヘアスタイリング製品	131-56-6
24 propranolol	本態性高血圧症、狭心症	525-66-6	58 2,2'-Dihydroxy-4,4'-dimethoxybenzophenone (BP-6)	日焼け止め、ヘアスタイリング製品	131-54-4
25 chlorpropamide	糖尿病治療薬	94-20-2	59 Phenol, 2-(2H-benzotriazol-2-yl)-4-methyl-(UV-P)	紫外線吸収剤	2440-22-4
26 tolbutamide	抗糖尿病薬	64-77-7	60 UV-090	紫外線吸収剤	96478-09-0
27 haloperidol	抗精神病薬	52-86-8			
28 caffeine	精神刺激剤	58-08-2			
29 clofibrate	脂質低下剤	637-07-0			
30 N,N-diethyl-m-toluamide(deet)	虫よけ剤	134-62-3			
31 crotamiton	かゆみ止め	483-63-6			
32 gemfibrozil	脂質降下薬	25812-30-0			
33 triclosan	抗菌剤	3380-34-5			
34 Iopanoic acid	放射線不透過性造影剤	96-83-3			

測定するために、ヒドロキシ基等をトリメチルシリル化する誘導体化法を採用した。トリメチルシリル化剤は、室温で反応するBSTFA (N,O-Bis (trimethylsilyl) trifluoroacetamide) を選定した。各標準物質はアセトン等の有機溶媒に溶解し、100 mg/Lの標準原液を調製した。

各標準物質のマスペクトルを測定するために、測定用バイアルビンに各標準物質1 μL (100 ng) をアセトン200 μLに溶解し、トリメチルシリル化しない標準液を調製した。また、各標準物質1 μL (100 ng) をアセトン150 μLに溶解し、BSTFAを50 μL添加し、トリメチルシリル化標準液を調製した。

各標準原液を医薬品等と紫外線吸収剤等に分けて混合し、2種類の混合標準液 (各1 μg/mL) を調製した。混合標準液を測定用バイアルビンに段階的に分取し、アセトンで150 μLとし、さらにBSTFAを50 μLと内部標準液 (20 μg/mL : Acenaphthene-d10, Phenanthrene-d10) を5 μL (各内部標準物質100 ng) 添加し、検量線溶液 (500, 200, 100, 50, 20, 10, 5, 2, 0 ng/mL) を調製した。

2.2 GC-MSの測定条件

GC : Agilent7890B

GCカラム : DB-5MS + DG (30m × 0.25 mm × 0.25 μm : Agilent), カラム温度 : 50 °C (2min) - 20 °C/min - 120 °C (0 min) - 7 °C/min - 310 °C (15 min), 注入方法 : スプリットレス, 注入口温度 : 250 °C, 注入量 : 1 μL, キャリヤガス : ヘリウム (1 mL/min), パージ開始時間 : 1.5分, インターフェース温度 : 240 °C

MS : JMS-Q1500GC

イオン源温度 : 210 °C, イオン化電圧 : 70 eV, イオン化電流 : 50 μA, 検出モード : SIM

2.3 前処理法の検討

検討対象物質は、幅広い極性を示す物質のため、操作が比較的簡単に迅速な操作ができる溶媒抽出法を選択した。溶媒はジクロロメタンと酢酸エチルを選択し、添加回収試験を実施した。河川水0.5 L (塩化ナトリウム25 g, アスコルビン酸1 g添加) に混合標準液10 μL (各標準物質10 ng) を添加し、溶媒50 mLで2回抽出し、脱水・濃縮後、内部標準液を5 μL (各内部標準物質100

表2 検討対象物質のm/z及び検量線最低濃度

医薬品等	m/z 1	m/z 2	検量線最低濃度 (ng/mL)	紫外線吸収剤等	m/z 1	m/z 2	検量線最低濃度 (ng/mL)
1 salicylic acid	267	268	5	35 BP-3	285	286	5
2 aspirin	195	210	5	36 EC	277	232	5
3 ibuprofen	160	263	5	37 UV-326	372	374	5
4 fenopfen	270	314	5	38 ODPABA	165	148	5
5 flufenamic acid	263	353	5	39 EHMC	178	161	5
6 flurbiprofen	180	301	5	40 HMS	195	196	5
7 naproxen	185	243	5	41 UV-329	324	380	5
8 diflunisal	379	380	5	42 OC	249	232	5
9 ketoprofen	282	311	5	43 UV-327	414	416	5
10 dichlofenac	214	242	5	44 UV-328	408	394	5
11 etodolac	228	330	5	45 UV-234	504	605	5
12 tolmetin	212	284	5	46 UV-120	305	306	5
13 fenbufen	181	152	5	47 2-PE	151	210	5
14 asalicylamide	266	250	5	48 IPMP	207	222	5
15 phenacetin	236	251	-	49 RC	239	254	-
16 indomethacin	139	312	5	50 CP	200	274	-
17 clofibric acid	143	169	5	51 MP	209	224	5
18 bezafibrate	120	139	250	52 EP	223	238	5
19 fenofibrate	273	232	25	53 IPP	193	195	5
20 diphenhydramine	165	167	5	54 PP	193	210	5
21 promethazine	198	180	5	55 BP	210	195	5
22 phenytoin	281	176	5	56 CX	213	223	5
23 carbamazepine	193	165	5	57 BP-1	343	344	5
24 propranolol	144	115	5	58 BP-6	403	404	5
25 chlorpropamide	248	250	5	59 UV-P	282	283	5
26 tolbutamide	91	155	50	60 UV-090	294	380	5
27 haloperidol	120	139	-				
28 caffeine	194	109	50				
29 clofibrate	128	169	5				
30 deet	190	119	5				
31 crotamiton	188	203	5				
32 gemfibrazil	201	83	5				
33 triclosan	347	345	5				
34 Iopanoic acid	389	516	25				

15,18,27 : 標準溶液中で分解するため定量が困難な3物質
19,20,28,29,30,36,38,39,42 : 誘導体化されない物質

ng) 添加し、トリメチルシリル化して回収率を比較した。

底質試料等のマトリックス成分が多い試料の分析を想定し、精製法として、シリカゲルカートリッジカラム (Supelclean:LC-Si 6 mL/1g), ENVI-Carb (Supelclean: 6 mL/250mg) 及びゲルろ過クロマトグラフィー (GPC カラム: Shodex CLNpak PAE-2000 (20 mm φ × 300 mm))⁷⁾ を検討した。

2.4 水質試料

河川水は、図1に示す中井橋・霞橋 (高梁川), 落合大橋・乙井手堰 (旭川), 周匝大橋・鴨越堰 (吉井川), 浜の川橋 (伊里川), 笹ヶ瀬橋 (笹ヶ瀬川) 及び倉敷川橋 (倉敷川) の9地点で、令和4年度の春季, 夏季, 秋季及び冬季の計4回採取した。

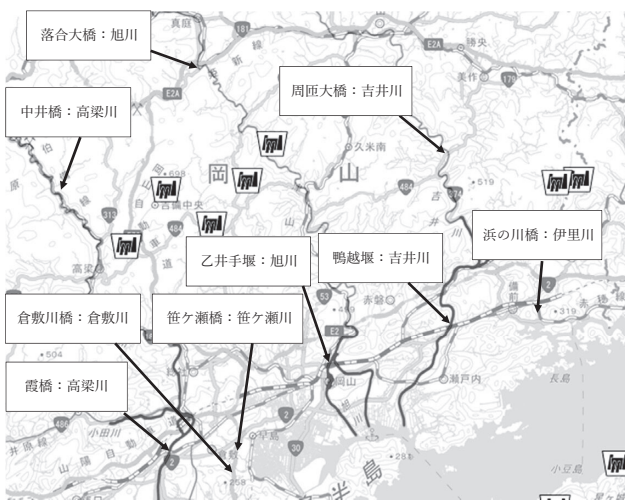


図1 試料採取地点

3 結果及び考察

3.1 モニターイオンの検討結果

2.1で調製したトリメチルシリル化しない標準液及びトリメチル化した標準液をGC-MS-SCAN測定し、それぞれの標準物質のマススペクトルを得た。各標準液のマススペクトルから定量用イオンと定性用イオンを選択した。なお、検討対象物質にはトリメチルシリル化されない物質が9物質あったが、トリメチルシリル化された物質と同時分析することとした。定量用・定性用イオン及び検量線最低濃度を表2に示す。なお、phenacetin, bezafibrate 及び haloperidol の標準液は保存中に分解することが確認され、定量は困難であった。また、CPは溶媒由来のブランクが検出され、検量線が正しく引けなかった。

3.2 前処理法の検討結果

ジクロロメタン抽出と酢酸エチル抽出を比較したところ、回収率が50%に満たない物質は、ジクロロメタンで4物質

(salicylic acid, diphenhydramine, propranolol, RC), 酢酸エチルで13物質 (naproxen, diflunisal, salicylamide, fenofibrate, diphenhydramine, promethazine, phenytiont, carbamazepine, chlorpropamide, caffeine, iopanoic acid, BP-3, OC) であった。したがって、抽出溶媒はジクロロメタンを採用した。ただし、ジクロロメタン抽出の回収率が150%を超過する物質が16物質あり、正のマトリックス効果が強く表れた。また、河川水を分析したところ、対象物質に妨害成分が影響する場合も想定されることから、検出された場合は、標準物質のRT及びI/Q比と比較し、±20%未満のピークを定量することとした。分析フローを図2に示す。ジクロロメタン抽出-直接又は、トリメチルシリル化により検量線最低濃度として50 ng/mL以下で分析が可能な物質は、医薬品等が32物質、紫外線吸収剤等が24物質であった。

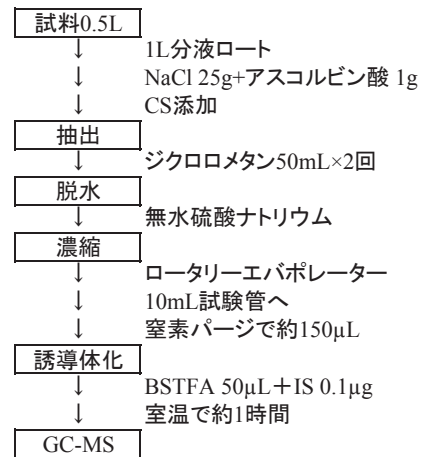


図2 分析フロー

今回、水質試料については精製工程を採用しなかったが、底質試料等を想定した精製法について検討した結果を表3に示す。シリカゲルカートリッジカラムはあらかじめヘキサン10 mLで活性化した後、混合標準物質100 ngを負荷し、溶出溶媒としてFr1:ヘキサン5 mL, Fr2:5%ジクロロメタン/ヘキサン5 mL, Fr3:10%ジクロロメタン/ヘキサン5 mL, Fr4:20%ジクロロメタン/ヘキサン5 mL, Fr5:50%ジクロロメタン/ヘキサン5 mL, Fr6:10%アセトン/ヘキサン5 mL, Fr7:20%アセトン/ヘキサン5 mLを順次流して分画液を得て、各Frを誘導体化した。Fr7までに回収率が50%以上は、医薬品等が13物質、紫外線吸収剤等が22物質であった。

ENVI-Carbはあらかじめトルエン5 mL, アセトン5 mL, ヘキサン5 mLで活性化後、混合標準物質100 ngを負荷し、溶出溶媒としてFr1:ヘキサン5 mL, Fr2:アセトン5 mL, Fr3:トルエン5 mLを順次流して分

画液を得て、各Frを誘導体化した。回収率が50%以上は、医薬品等が16物質、紫外線吸収剤等が24物質であった。

GPCは、シクロヘキサン：アセトン（5：95）を移動相に流速4 mL/minで運転し、カラム温度40℃、試料を2 mL注入し、注入後10分から30分まで2分間隔（各8 mL）で分画液を得た。回収率が50%以上は、医薬品等が8物質、紫外線吸収剤等が19物質であった。

3種類の精製方法すべての回収率が50%以上あったのは、医薬品等が6物質、紫外線吸収剤等が17物質であったことから、底質試料等のマトリックス成分が多い試料を分析する際には有効な手段と考えられた。

3.3 水質試料の分析結果

河川水は、採取後直ちに図1にしたがって分析を実施した。検出濃度及び検出頻度等を表4に示す。いずれかの地点で検出された物質は、医薬品等が9物質、紫外線吸収剤等が9物質であった。検出頻度が高い物質は、deet, crotamiton, 2-PE, salicylic acid, UV-326の順であった。検出濃度が高い物質は、2-PEが最大330 ng/L, caffeineが最大270 ng/L, deetが最大96 ng/L, IPMPが最大54 ng/Lであった。河川水から検出されたsalicylic

acidとdiphenhydramineは、添加回収率が50%未満と低いためクリーンアップスパイクとして重水素体を使用する等の分析法の再検討が必要と考えられる。また、indomethacinは、マトリックス効果が大きく、実際の分析ではPEGの添加⁸⁾等により定量性の問題を解決する必要がある。

今後は、物質の選定を継続し、一斉分析法を確立する。また、河川水等を用いた添加回収試験⁹⁾を実施し、分析方法の検出下限値（MDL）及び分析方法の定量下限値（MQL）を求め、水質モニタリング調査を実施する予定である。

文 献

- 1) 公益財団法人東京都環境公社 東京都環境科学研究所：環境研究総合推進費 終了研究成果報告書 多種・新規化学物質の網羅的モニタリングと地域ネットワークを活用した統合的評価・管理手法の開発（5-1602）
https://www.erca.go.jp/suishinhi/seika/db/pdf/end_houkoku/5-1602.pdf（2023.6.1アクセス）

表3 精製法の検討結果

	医薬品等	LC-Si	ENVI-Carb	GPC
1	salicylic acid	86%	7%	55%:22~30min
2	aspirin	0%	60%	20%:22~30min
3	ibuprofen	97%	73%	123%:14~18min
4	fenopropfen	89%	73%	0%
5	flufenamic acid	102%	13%	0%
6	flurbiprofen	54%	66%	0%
7	naproxen	0%	59%	0%
8	diflunisal	0%	0%	0%
9	ketoprofen	0%	51%	0%
10	dichlofenac	31%	53%	0%
11	etodolac	0%	47%	0%
12	tolmetin	0%	17%	0%
13	fenbufen	0%	0%	0%
14	asalicylamide	86%	7%	0%
15	phenacetin	-	-	-
16	indomethacin	0%	0%	0%
17	clofibrac acid	0%	71%	0%
18	bezafibrate	-	-	-
19	fenofibrate	94%	68%	0%
20	diphenhydramine	0%	81%	0%
21	promethazine	0%	0%	0%
22	phenytoin	0%	11%	0%
23	carbamazepine	0%	37%	0%
24	propranolol	0%	0%	0%
25	chlorpropamide	0%	37%	0%
26	tolbutamide	0%	41%	0%
27	haloperidol	-	-	-
28	caffeine	0%	101%	92%:20~22min
29	clofibrate	53%	95%	106%:12~16min
30	deet	109%	96%	105%:14~18min
31	crotamiton	102%	91%	100%:14~18min
32	gemfibrazil	118%	83%	87%:14~18min

	紫外線吸収剤等	LC-Si	ENVI-Carb	GPC
35	BP-3	104%	70%	133%:16~18min
36	EC	120%	97%	34%:14~16min
37	UV-326	51%	68%	89%:14~16min
38	ODPABA	98%	72%	0%
39	EHMC	115%	97%	25%:12~14min
40	HMS	44%	79%	99%:14~18min
41	UV-329	63%	107%	136%:12~16min
42	OC	124%	109%	29%:12~14min
43	UV-327	50%	68%	70%:12~18min
44	UV-328	26%	22%	52%:12~16min
45	UV-234	145%	75%	149%:12~16min
46	UV-120	123%	61%	0%
47	2-PE	133%	96%	52%:16~18min
48	IPMP	98%	91%	51%:14~18min
49	RC	0%	96%	42%:16~18min
50	CP	-	-	-
51	MP	61%	95%	82%:16~20min
52	EP	112%	98%	89%:16~18min
53	IPP	109%	95%	87%:14~18min
54	PP	117%	99%	93%:14~18min
55	BP	106%	94%	93%:14~18min
56	CX	107%	99%	50%:16~18min
57	BP-1	89%	81%	182%:16~20min
58	BP-6	104%	98%	184%:16~18min
59	UV-P	59%	74%	154%:16~18min
60	UV-090	122%	101%	198%:14~16min

- 2) 公益財団法人東京都環境公社 東京都環境科学研究所：環境研究総合推進費 終了研究成果報告書 国内における生活由来化学物質による環境リスク解明と処理技術の開発 (5-1954)
https://www.erca.go.jp/suishinhi/seika/db/pdf/end_houkoku/5-1954.pdf (2023.6.1 アクセス)
- 2) 吉識亮介, 羽賀雄紀, 山崎富夫, 中越章博, 山本勝也, 松村千里, 藤森一男：兵庫県内の河川及び大気中のベンゾトリアゾール系紫外線吸収剤の汚染実態について, 環境化学, Vol.31, 30-39, 2021
- 3) 鈴木俊也：水環境中のヒト用医薬品の存在実態及び環境中濃度の予測, 東京都健康安全研究センター研究年報, 69, 69-81, 2012
- 4) 鈴木俊也, 矢口久美子, 粟田雅行, 西村哲治, 小縣昭夫：河川水中の医薬品の分析法, 東京都健康安全研究センター研究年報, 60, 253-258, 2009
- 5) 亀田豊, 山下洋正, 尾崎正明：環境中の香料及び紫外線吸収剤の多成分同時分析法の確立と環境中濃度の把握, 水環境学会誌, Vol.31, No.1, 39-46, 2008
- 6) 小野純子, 伊藤耕二, 矢吹芳教：環境水中のBP-3

- 及びEHMCの分析法の構築と分析上の汚染軽減手法の提案, 全国環境研会誌, Vol.47, No.1, 2022
- 7) 吉岡敏行, 劔持堅志, 藤原博一, 中桐基晴, 浦山豊弘：環境中超微量有害化学物質の分析, 検索技術の開発に関する研究 - GC/MSによる底質中の農薬多成分同時分析法の検討 - 岡山県環境保健センター年報, 32, 47-57, 2008
<https://www.pref.okayama.jp/uploaded/attachment/12542.pdf> (2023.10.12 アクセス)
- 8) 株式会社アイステイサイエンス：マトリックス効果による異常回収率の対策について, <http://www.aisti.co.jp/common/pdf/gt2010-102.pdf> (2023.4.12 アクセス)
- 9) 環境省大臣官房環境保健部環境安全課：化学物質環境実態調査実施の手引き (令和2年度版), 令和3年3月, 89-91 (2023.4.12 アクセス)

表4 河川水検出濃度及び検出頻度

	医薬品等	試料換算濃度 (ng/L)	分析上の注意点	河川水検出濃度 (ng/L)	検出頻度
1	salicylic acid	2	添加回収率40%程度	<2-5	23/36
2	aspirin	2	添加回収率40%程度	不検出	-
3	ibuprofen	2		<2-11	5/36
4	fenoprofen	2		不検出	-
5	flufenamic acid	2		不検出	-
6	flurbiprofen	2		<2-2	1/36
7	naproxen	2		不検出	-
8	diflunisal	2		不検出	-
9	ketoprofen	2	マトリックス効果大	不検出	-
10	dichlofenac	2		不検出	-
11	etodolac	2	マトリックス効果大	不検出	-
12	tolmetin	2	マトリックス効果大	不検出	-
13	fenbufen	2	マトリックス効果大	不検出	-
14	asalicvlamide	2		<2-3	2/36
15	phenacetin	-		-	-
16	indomethacin	2	マトリックス効果大	<2-18	5/36
17	clofibrac acid	2		不検出	-
18	bezafibrate	100	マトリックス効果大	不検出	-
19	fenofibrate	10	マトリックス効果大	不検出	-
20	diphenhydramine	2	回収率50%程度	<2-8	1/36
21	promethazine	2		不検出	-
22	phenytoin	2		不検出	-
23	carbamazepine	2	マトリックス効果大	不検出	-
24	propranolol	2	ジクロロメタン抽出不可	-	-
25	chlorpropamide	2	妨害有、m/z要変更	不検出	-
26	tolbutamide	20		不検出	-
27	haloperidol	-	分析不能	-	-
28	caffeine	20		<20-270	14/36
29	clofibrate	2		不検出	-
30	deet	2		<2-96	26/36
31	crotamiton	2		<2-44	26/36
32	gemfibrazil	2		不検出	-
33	triclosan	2		不検出	-
34	Iopanoic acid	10	マトリックス効果大	不検出	-

	紫外線吸収剤等	試料換算濃度 (ng/L)	分析上の注意点	河川水検出濃度 (ng/L)	検出頻度
35	BP-3	2		不検出	-
36	EC	2		不検出	-
37	UV-326	2		<2-44	22/36
38	ODPABA	2		不検出	-
39	EHMC	2		<2-12	5/36
40	HMS	2		<2-25	8/36
41	UV-329	2		不検出	-
42	OC	2	マトリックス効果大	不検出	-
43	UV-327	2		不検出	-
44	UV-328	2		不検出	-
45	UV-234	2	マトリックス効果大	不検出	-
46	UV-120	2		不検出	-
47	2-PE	2		<2-330	25/36
48	IPMP	2		<2-54	13/36
49	RC	-	定量困難	-	-
50	CP	-	定量困難	-	-
51	MP	2		不検出	-
52	EP	2		<2-4	3/36
53	IPP	2		<2-11	5/36
54	PP	2		<2-2	1/36
55	BP	2		不検出	-
56	CX	2		不検出	-
57	BP-1	2		不検出	-
58	BP-6	2		不検出	-
59	UV-P	2		<2-4	2/36
60	UV-09	2	マトリックス効果大	不検出	-

*「分析上の注意点」欄が空白の物質は、添加回収試験に問題はなかった。