

化学物質環境実態調査

－ クロフィブラート及びその代謝物の分析結果 －

清水 明 山崎康廣

1 はじめに

環境省が実施する「化学物質環境実態調査」において、高脂質血症治療薬として使用されているクロフィブラート(図1)及びその代謝物であるクロフィブリン酸(図2)について、環境(河川)水試料の分析を行ったので報告する。

2 調査方法等

2・1 調査日及び地点

2020年10月21日に、養老川の浅井橋(市原市浅井小向)で調査を実施した(図3)。

2・2 調査内容

「令和2年度化学物質環境実態調査委託業務詳細要領」, 「化学物質環境実態調査実施の手引き(平成27年度版)」に従い、採水、LC/MSによる分析、一般項目(化学的酸素要求量、懸濁物質等)の測定を行った。

LC/MSによる分析は「令和元年度 化学物質分析法開発調査報告書(以下、白本と記す)」に記載されている分析法に準じて分析を行うとともに、精度管理として「装置検出下限値(IDL)」の算出、添加回収試験を行った。

環境水試料の前処理について、分析フローを図4に示した。分析にはLC/MS(Waters Alliance e2695/ Xevo TQ-S micro)を使用し、LC/MS/MS-SRM(ESI Positive/Negative)で測定を行った。クロフィブラート、クロフィブリン酸及びそれらの内標準物質のLC/MS測定条件を、表1及び表2に示した。

3 調査結果

3・1 環境水の分析結果

環境水を分析した結果、クロフィブラート、クロフィブリン酸は検出されなかった。環境水測定時のクロマトグラムを図5に示した。

3・2 装置検出下限値(IDL)の算出及び添加回収試験結果

クロフィブラート、クロフィブリン酸のIDL(試料換算値)は表3に示したとおりであり、白本に記載されているIDLより低い値であった。また、環境水試料に分析対象化合物を添加する添加回収試験について、内標準物質補正後の回収率及び内標準物質の回収率を求めた結果を表3に示した。白本に示されている回収率と同等であり、良好な試験結果であった。添加回収試験時のクロマトグラムを図6に示した。

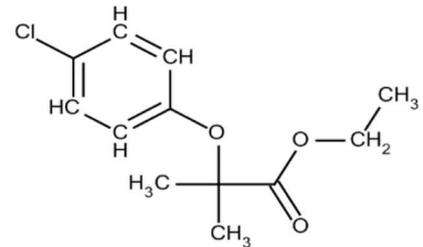


図1 クロフィブラート

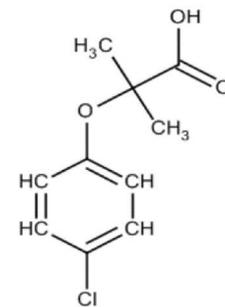


図2 クロフィブリン酸



図3 採水地点(★: 養老川浅井橋)

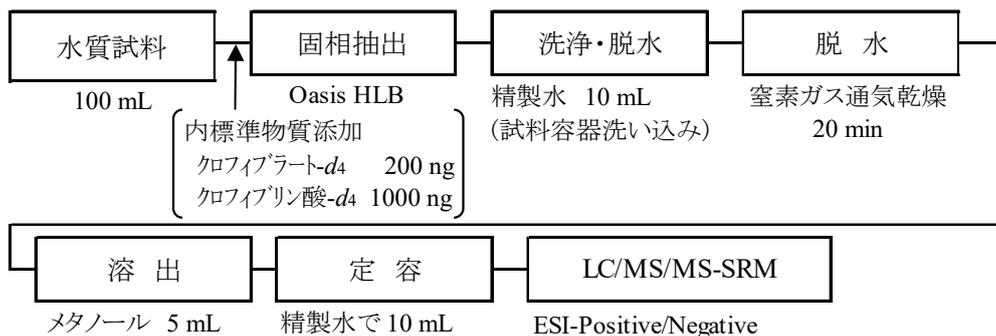


図4 分析フロー

表1 Waters Alliance e2695/ Xevo TQ-S micro の測定条件

[LC条件]	
使用機器	: Waters Alliance e2695
カラム	: Poroshell 120 EC-C18 (2.1 mm×150 mm, 2.7 μm)
移動相	: A : 0.1 vol%ギ酸含有10 mmol/Lギ酸アンモニウム溶液 B : メタノール
	0 min A : B = 50 : 50
	0 → 3 min A : 50 → 0 B : 50 → 100 Linear gradient
	3 → 10 min A : B = 0 : 100
	10 → 18 min A : B = 50 : 50 flow 0.3 mL/min
カラム流量	: 0.2 mL/min
カラム温度	: 40 °C
試料注入量	: 2 μL
[MS条件]	
使用機器	: Waters Xevo TQ-S micro
キャピラリー電圧	: 3.0 kV(Positive) 2.0 kV(Negative)
ソース温度	: 150 °C
デゾルベーション温度	: 500 °C
測定モード	: SRM
イオン化法, コーン電圧, モニターイオン, コリジョンエネルギー	: 表2参照

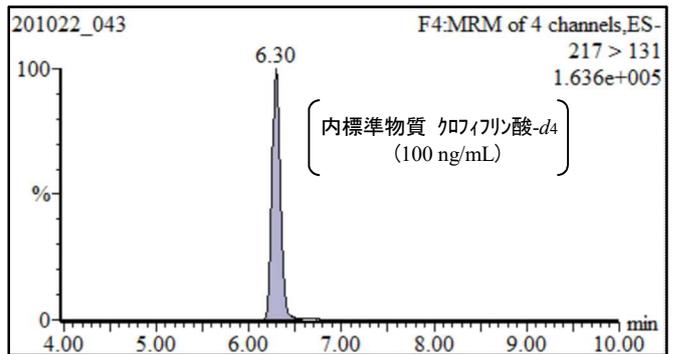
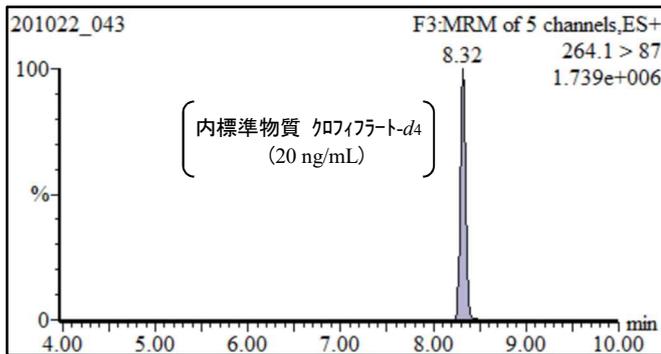
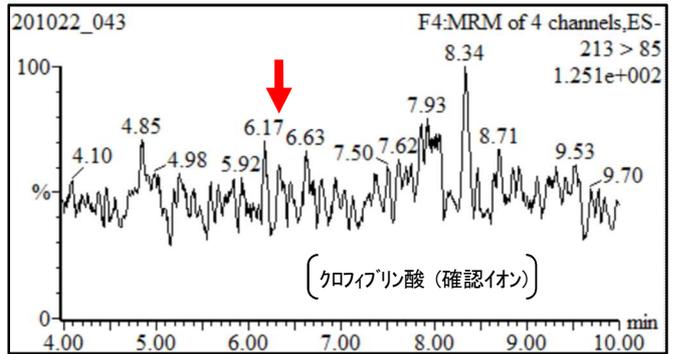
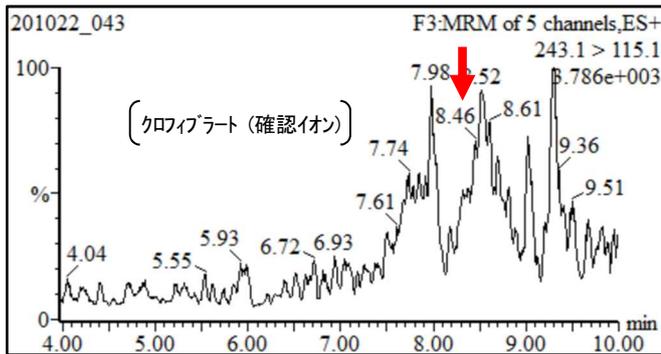
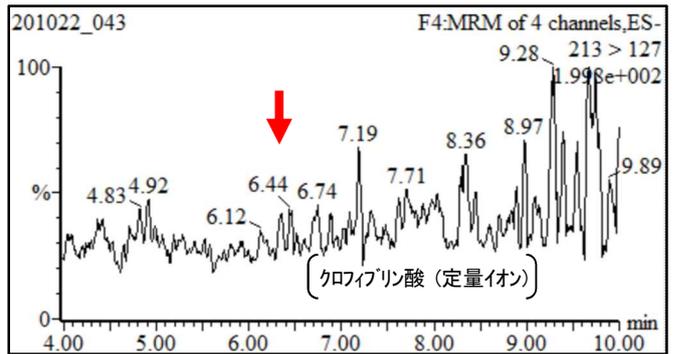
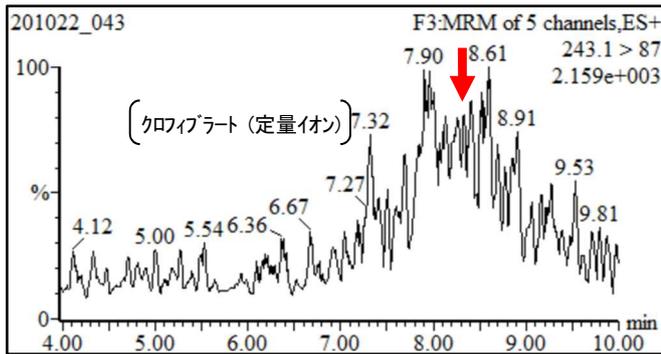
表2 測定対象化合物毎のMSの条件設定値

	イオン化法	コーン電圧 (V)	モニターイオン(m/z) / コリジョンエネルギー(eV)	
			定量イオン	確認イオン
クロフィブラート	ESI(+)	26	243.1 > 87.0 / 14	243.1 > 115.1 / 7
クロフィブラート-d4	ESI(+)	28	264.1 > 87.0 / 14	247.1 > 87.0 / 14
クロフィブリン酸	ESI(-)	24	213.0 > 127.0 / 18	213.0 > 85.0 / 10
クロフィブリン酸-d4	ESI(-)	24	217.0 > 131.1 / 18	217.0 > 85.0 / 9

表3 IDL 及び添加回収試験時の回収率

	IDL試料換算値 (ng/L)	内標準物質 補正回収率 (%)	内標準物質の 回収率 (%)
クロフィブラート	8.2 (20)	101 (99:河川水)	—
クロフィブラート-d4 (内標準物質)	—	—	94 (89:河川水)
クロフィブリン酸	17 (39)	102 (110:河川水)	—
クロフィブリン酸-d4 (内標準物質)	—	—	99 (98:河川水)

()内は白本記載値



<クロフィブラート>

<クロフィブリン酸>

図5 環境水試料（養老川浅井橋）測定時のクロマトグラム

