

化学物質環境実態調査 —アトルバスタチンの分析結果—

堤 克裕

1 はじめに

高脂血症用剤として使用されているアトルバスタチン（図 1）は、環境省が実施する「化学物質環境実態調査」において、「令和 4 年度初期環境調査対象物質」に選定されており、当該物質について、環境水（河川水）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

2022 年 11 月 9 日に、養老川の浅井橋（市原市浅井小向）で採水を実施した（図 2）。

2・2 調査内容

「令和 4 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（令和 2 年度版）」に従い、採水翌日に固相抽出等の前処理を行い、11 月 16 日に液体クロマトグラフィー質量分析（LC/MS）により分析した。

LC/MS による分析は「令和 3 年度化学物質環境実態調査分析法開発調査結果報告書」（以下「白本」）に記載されている分析法に準じて行い、精度管理として「装置検出下限値（IDL）」の算出及び添加回収試験を行った。

分析フローを図 3 に示した。試料を前処理して得られた試験液を、液体クロマトグラフ質量分析装置（LC-MS : Waters Alliance e2695/Xevo TQ-S micro）を使用し、測定モード LC/MS/MS-SRM（ESI Positive）により分析を行った。LC/MS 分析条件を、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、アトルバスタチンの分析値は検出下限値未満であった。環境水分析時のクロマトグラムを図 4 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

アトルバスタチンの 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。内標準物質補正後のアトルバスタチン回収率は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。内標準物質（アトルバスタチン-d5）の回収率は白本に示されている値より低かったが、「化学物質環境実態調査実施の手引き」に示された 50～120%の範囲内であった。添加回収試験時のクロマトグラムを図 5 に示した。

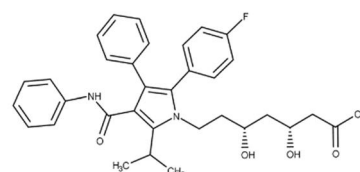


図 1 アトルバスタチン

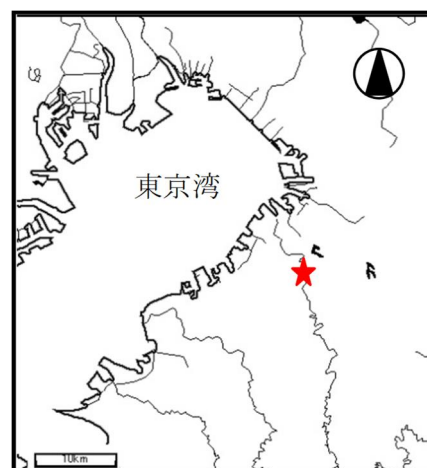


図 2 採水地点（★：養老川浅井橋）

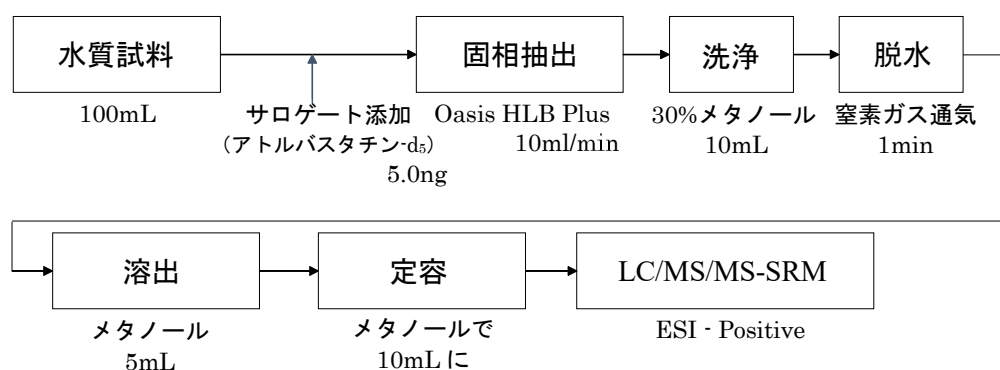


図3 分析フロー

表1 Waters Alliance e2695/ Xevo TQ-S micro の分析条件

[LC 条件]	
使用機器	: Waters Alliance e2695
カラム	: Agilent 製 ZORBAX Eclipse Plus C18 (2.1mm×150mm, 3.5μm)
移動相 A	: 0.1% ぎ酸含有 10mmol/L ぎ酸アンモニウム水溶液
移動相 B	: 0.1% ぎ酸含有 10mmol/L ぎ酸アンモニウム含有メタノール
0 → 0.5 min	A: B = 40: 60
0.5 → 3 min	A: 40→15, B: 60→85 linear gradient
3 → 9.5 min	A: 15→1, B: 85→99 linear gradient
9.5 → 11 min	A: B = 1: 99
11 → 20 min	A: B = 40: 60
カラム流量	: 0.2 mL/min
カラム温度	: 40℃
試料注入量	: 2μL
[MS 条件]	
使用機器	: Waters Xevo TQ-S micro
キャピラリー電圧	: 2.0kV (Positive)
ソース温度	: 150℃
デゾルベーション温度	: 500℃
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
コーンガス	: N ₂ 50L/hr
デゾルベーションガス	: N ₂ 1000L/hr

表2 分析対象化合物毎の 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
アトルバスタチン	ESI (+)	40	559.3>440.2/-20	559.3>250.1/-40
アトルバスタチン-d ₅	ESI (+)	40	564.3>445.2/-20	564.3>255.1/-40

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 (%)
アトルバスタチン	0.29 (0.68)	90 (92:河川水)	—
アトルバスタチン-d ₅ (内標準物質)	—	—	68 (95:河川水)

() 内は白本記載値

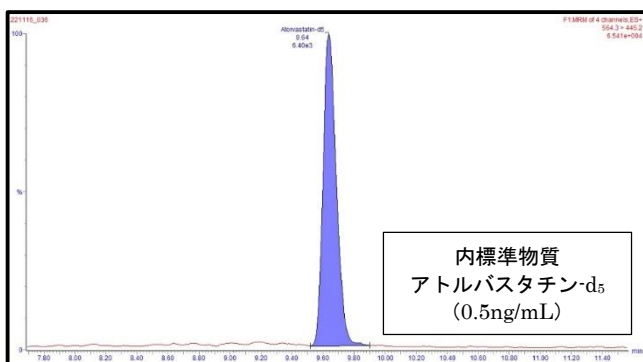
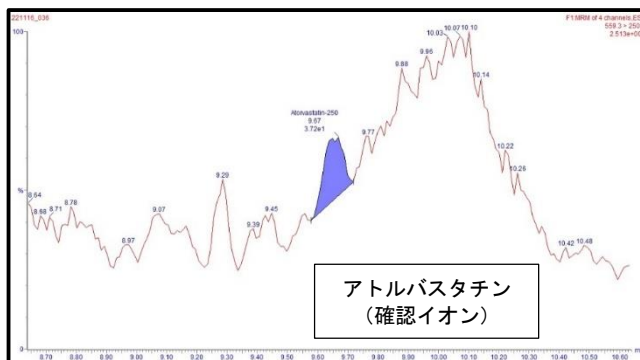
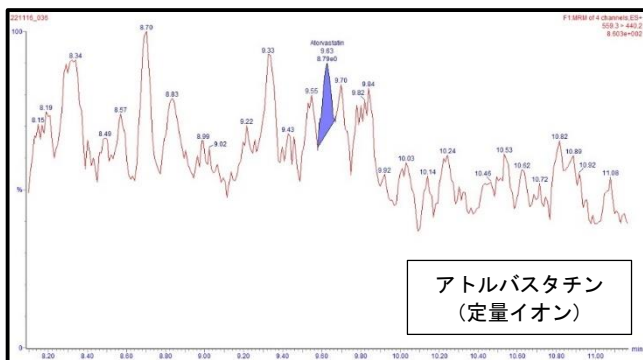


図4 環境水試料（養老川浅井橋）分析時のクロマトグラム

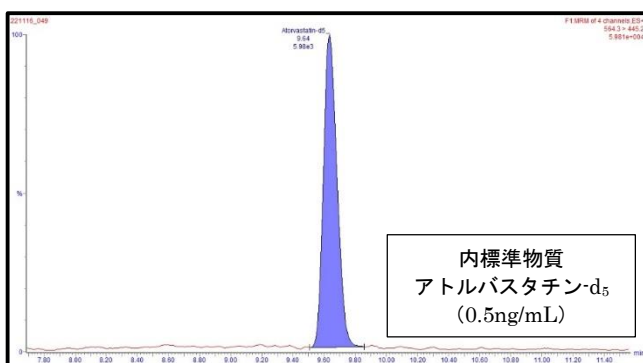
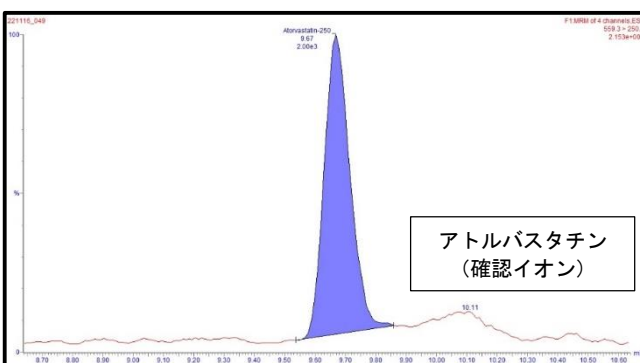
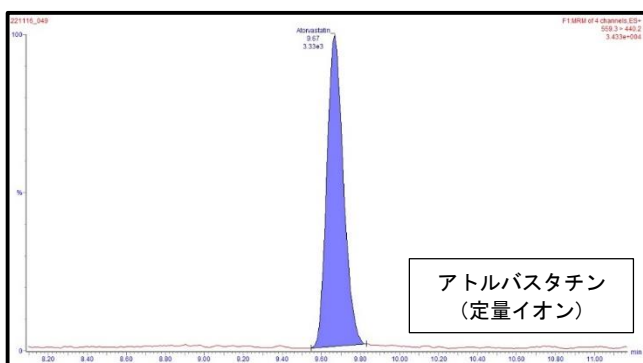


図5 添加回収試験時のクロマトグラム
(環境水試料 100 mL に 3 ng を添加回収)