

化学物質環境実態調査

－ メフェナム酸の分析結果 －

倉持隆明 堤 克裕 清水 明

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、解熱・消炎・鎮痛剤として使用されているN-(2,3-ジメチルフェニル)アントラニル酸(別名：メフェナム酸)(図1)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

2021年10月27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3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、採水当日に固相抽出等の前処理を行い、試験液調製後、10月29日にLC/MSによる測定を行った。

LC/MSによる分析は「令和2年度 化学物質分析法開発調査報告書」(以下「白本」)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。

環境水の前処理について、分析フローを図3に示した。メフェナム酸及びそれらの内標準物質の分析には、LC/MS(Waters Alliance e2695/ Xevo TQ-S micro)を使用し、LC/MS/MS - SRM(ESI Positive)で測定を行った。LC/MS測定条件を、表1及び表2に示した。

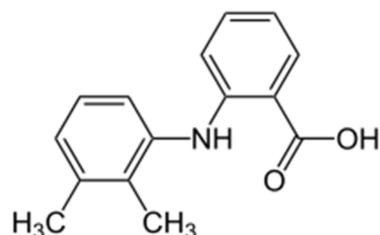


図1 メフェナム酸

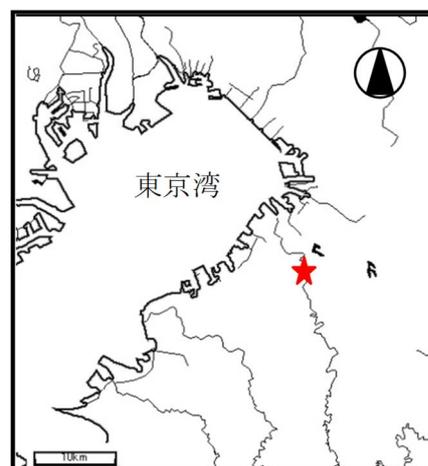


図2 採水地点(★：養老川浅井橋)

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、メフェナム酸の測定値は検出下限値未満であった。環境水測定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

メフェナム酸の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5に示した。

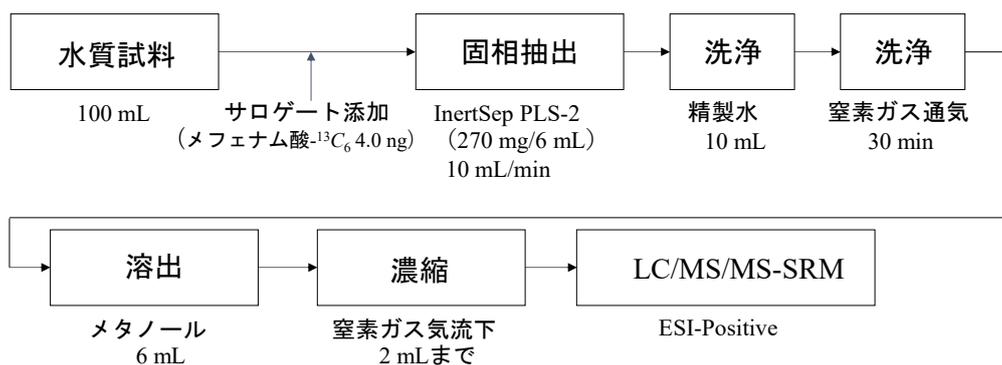


図3 分析フロー

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 | : Waters 製 Atlantis T3 (2.1 mm × 150 mm, 3 μm) |
| 移動相 | : A : 0.1% ギ酸水溶液、 B : 0.1% ギ酸メタノール |
| | 0 → 1 min A : B = 25 : 75 |
| | 1 → 4 min A : 25 → 5 B : 75 → 95 Linear gradient |
| | 4 → 11 min A : B = 5 : 95 |
| | 11 → 18 min A : B = 25 : 75 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 | : 2.5 kV(Positive) |
| ソース温度 | : 150 °C |
| デゾルベーション温度 | : 200 °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 |
| メフェナム酸 | ESI(+) | 20 | 242.1 > 224.1 / 15 | 242.1 > 209.1 / 26 |
| メフェナム酸 - ¹³ C ₆ | ESI(+) | 20 | 248.1 > 230.1 / 15 | 248.1 > 215.1 / 26 |

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 (%) |
|---|-----------------|-----------------|----------------|
| メフェナム酸 | 0.13 (0.15) | 98 (115:環境水) | — |
| メフェナム酸 - ¹³ C ₆ (内標準物質) | — | — | 95 (96:環境水) |

()内は白本記載値

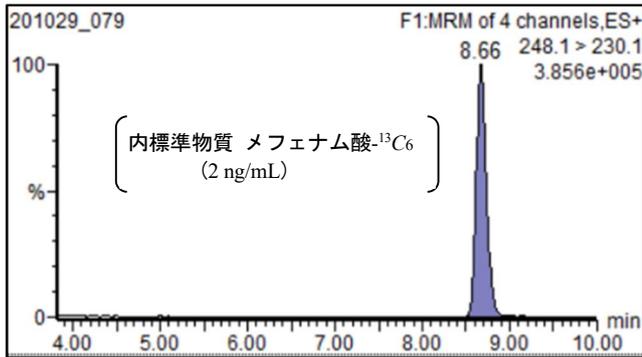
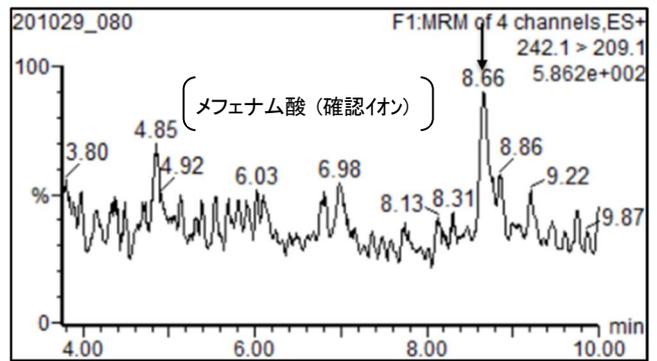
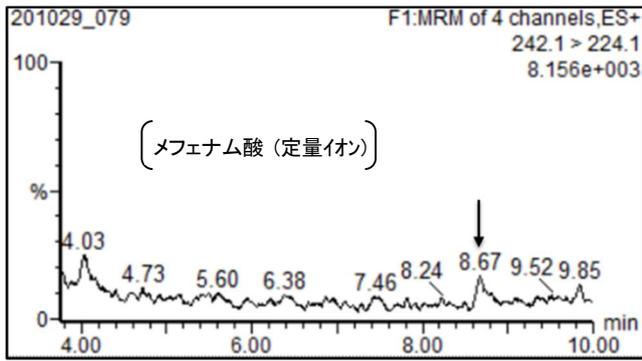


図4 環境水試料(養老川浅井橋)測定時のクロマトグラム

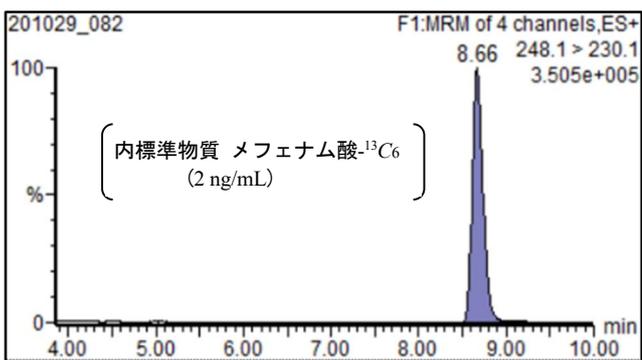
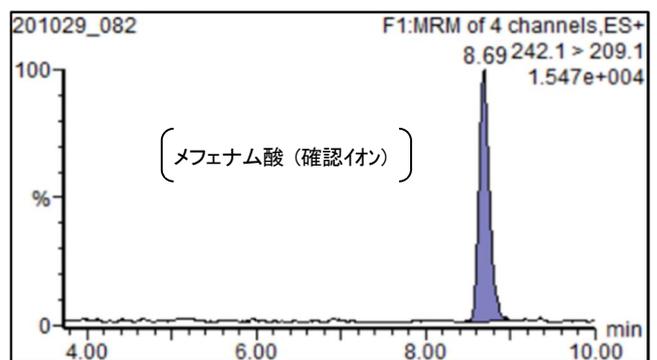
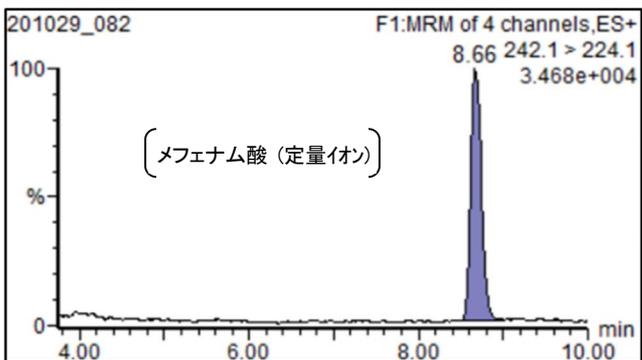


図5 添加回収試験時のクロマトグラム
(環境水試料 100 mL に 0.4 ng を添加回収)