

カラムスイッチング HPLC によるエストロゲンの簡易測定法

近藤卓哉¹、森田昌敏¹、渡部悦幸²

¹ 国立環境研究所環境ホルモン・ダイオキシン研究プロジェクト ² 島津製作所分析機器事業部 LC 部

17 β -エストラジオール (E_2)、エチニルエストラジオール (EE_2) 等の天然・合成エストロゲンは、いわゆる環境ホルモン類に比べてエストロゲン様作用が強く、その環境中濃度を測定することは非常に重要である。しかし、現在天然・合成エストロゲンの分析法として一般的に用いられているガスクロマトグラフ-質量分析 (GC-MS) 法は、前処理操作として濃縮・誘導体化が必要であり、その複雑な作業のため、精度の高い測定結果を得る為には測定者に操作の熟練が求められる。また、測定者間で測定値のばらつきが生じる可能性も否定できない。そこで著者らはカラムスイッチング法による濃縮過程を組み込んだ高速液体クロマトグラフ (HPLC) を用いることで前処理を簡略化し、また検出器に電気化学検出器 (ECD) を使用することで高感度化を試みた。

装置として島津製作所製の HPLC システムを使用し、これに高圧流路切り換えバルブと前処理カラム Shim-pack SPC-RP3 を組み込んだ。まず試料水 50mL をポンプで前処理カラムに送り込み、対象物質を保持・濃縮させた。その後タイムプログラムを用いて流路を切り換え、溶出力のより強い移動相を流すことで対象物質を分析カラムで分離し、ECD で定量した。本測定法では E_2 は 1ppt、 EE_2 では 5ppt の濃度まで測定することが可能であった。

Simple determination of estrogens with column-switching HPLC system

Takuya Kondo¹, Masatoshi Morita¹, Yoshiyuki Watabe²

¹National Institute for Environmental Studies

²shimadzu corporation

It is important to determine the concentration of estrogens in the environment because of their possible effects on wildlife. But GC-MS, the usual method for the determination of the concentration of estrogens, needs a complex pre-treatment procedure. In this study, we have developed a simple analytical method for estrogens 17 β -estradiol (E_2) and ethynylestradiol (EE_2). We used a column-switching HPLC-ECD method which had a much simpler procedure when compared with the GC-MS method. The quantity lower limit of detection of E_2 and EE_2 by this HPLC method was under 1 and 5ppt respectively.