カラムスイッチング法を用いた環境水中ヒスフェノールAの HPLC 簡易分析

渡部悦幸、山本文子(島津製作所)、今井裕恵、近藤卓哉、 大島幸子、森田昌敏(国立環境研究所環境)

【目的】内分泌撹乱物質の疑いの強いビスフェノール A はその環境への蓄積が問題となっており、検出限界の目安として 10ng/L (10ppt) という濃度が挙げられている。このような低濃度の測定では濃縮を目的とした抽出が余儀なくされる。煩雑な作業で精度を得るためには操作の熟練を必要とする。報告者らはこの抽出前処理操作の簡略化と併せて分析結果の信頼性向上のための手段として、前処理の簡便なHPLC-電気化学検出法とカラムスイッチングによる自動濃縮法の組み合わせによる基礎杓検討を報告した。ここでは本方法の実分析への応用を中心に霞ケ浦および茨城県下の河川より得た環境水試料の分析例を報告する。併せて、大型水質浄化システムで処理された 1ppb 以下の微量分析も紹介する。

【方法】環境水試料は採取後分析に供する間の微生物等による分解を抑制する処置を試料採取現場で施して実験施設に搬送した。HPLC分析はC18カラムを用いた逆相分析法を採用した。カラムスイッチングによる濃縮は島津製作所製SPC-RP3前処理カラムを高圧流路切り替えバルブと共にHPLCシステムの流路内に組み込み、送液ポンプで環境水50mLを濃縮カラムに送液し、そのあと、濃縮カラムと分析カラムが接続されるよう、自動的に流路が切り替わるタイムプログラムを実行して分析を行った。検出にはクーロメトリック式電気化学検出法を採用した。

【結果】霞ケ浦において 10 ケ所で試料採取を行い、さらに利根川水系にて 3 ケ所の試料採取を行った。 定量結果として得られたビスフェノール A の濃度範囲は約 2-50ppt であった。また、浄化施設より得られた水中のビスフェノール A 濃度範囲は約 0.2-1ppt であった。また、簡易型の純水製造装置より得られたビスフェノール A 濃度 10ppt 程度の純水を逆相系の濃縮膜で処理したものでは検出されなかった。本法を用いて環境水としては標準的な湖沼水や河川水について、簡単なろ過のみで長期の保存後、安定して微量ビスフェノール A 分析に適応できる実用性が確認できた。

Simple HPLC Determination of Bisphenol-A in Environmental Water with Column Switching Auto Pretreatment

Yoshiyuki Watabe*, Ayako Yamamoto (Shimadzu corporation), Hiroe Imai, Takuya Kondo, Yukiko Ohshima and Masatoshi Morita (National Institute for Environmental Studies)

We have developed a simple HPLC method for the determination of bisphenol-A (BPA), which is often contained in environmental water and is now attracting attention as an endocrine disrupter. The HPLC-ECD method requires a simpler method of pretreatment compared to the GCMS method, we have reported the fundamental evaluation of column switching auto-pretreatment HPLC, which had pre-concentrating column, connected to an analytical HPLC column in series via a 6-port flow changeover valve. In this study, we analyzed BPA using column switching concentration as a pretreatment and applied to the actual determination of lake water from ten different place of Kasumigaura Lake and several river water. As a result, BPA concentrations were ranging from 2-50ppt. Furthermore we tried to determine a trace amount of BPA in purified water through the water purification system. Determined concentrations were ranging from 0.2-1ppt. This column switching method was successfully applied to the actual determination of river water and lake water.