

LC/MS によるノニルフェノキシ酢酸類の分析

八十島誠, 小森行也, 田中宏明
独立行政法人土木研究所

ノニルフェノールエトキシレートは、好気条件下での微生物分解により、ノニルフェノキシ酢酸 (NPnEC) を生成し、その後、嫌気条件下での微生物分解により内分泌攪乱作用を有すると疑われているノニルフェノール (NP) を生成することが報告されている。NPnEC の濃度を把握することは、NP の挙動解明の点からも重要である。現時点では、特に、下水試料を対象とした NPnEC の分析法については、報告例が少ない¹⁾。本研究では、下水試料に適用可能な NPnEC の分析法について検討した。

試料の前処理は、以下の手順とした。まず、試料 500mL を GF/B ろ紙にてろ過した。ろ紙上の残渣は、アセトン約 5mL に浸して超音波抽出し、これを 2 回繰り返した。アセトン抽出液は、エバポレータで約 5mL まで濃縮した後、ろ液にあわせた。ろ液とアセトン抽出液の混合液は、Sep-PakPS-2 に固相吸着させ、5mL の MeOH で抽出した。得られた MeOH 抽出液は、LC/MS 測定に供した。LC/MS 測定条件は、表-1 のとおりである。

本法により前処理した下水処理水 (100 倍濃縮) の繰り返し測定の標準偏差 (σ) から求めた検出下限値 (3σ) は $0.2 \mu\text{g/L}$ 定量下限値 (10σ) は $0.6 \mu\text{g/L}$ であった。また、下水処理水での回収率は、80% 程度であった。下水処理水での添加回収試験結果は、表-2 に示すとおりであった。

また、固相カートリッジおよび固相の抽出溶媒について最適化試験を行ったので、その結果についても報告する。

《参考文献》 1) 宇都宮暁子 (2001 年) 非イオン界面活性剤に関する最近の動向講演資料集 p15-23

表-1 測定条件

LC/MS	HPLC : Agilent 1100 MS : 日本電子 JMS-700
カラム	Agilent Zorbax Eclipse XDB-C18 2.1mm ϕ ×150mm
溶離液	メタノール/水 : 80/20, 0.2mL/min
注入量	10 μL
イオン化	negative-ESI
SIM イオン	NP(1)EC : 277.4, NP(2)EC : 321.4, NP(3)EC : 365.5

表-2 下水処理水での添加回収試験結果

	添加濃度 ($\mu\text{g/L}$)	測定値 ($\mu\text{g/L}$)	回収率 (%)
NP(1)EC	0	1.0	—
	5.0	5.1	82
		4.1	62
		5.7	94
		5.0	80
NP(2)EC	0	0.38	—
	5.0	4.8	88
		3.7	66
		5.3	98
		4.3	78
NP(3)EC	0	0.21	—
	5.0	4.2	80
		3.3	62
		4.5	86
		3.8	72
		3.9	74

* 本試験は下水処理水に標準試料を添加して行った

Analysis of Nonylphenoxyacetic Acids in Wastewater by LC/MS

Makoto Yasojima*, Koya Komori, Hiroaki Tanaka

Public Works Research Institute, Independent Administrative Institution

Nonylphenoxyacetic acids (NPnEC) are deemed to be important substances in understanding decomposition behavior of nonylphenol. Therefore we developed a novel analysis method of nonylphenoxyacetic acids in wastewater. Samples were filtered using a glass fiber filter with 1 μm pore (GF/B). The remaining sample on the filter was extracted with

supersonic extraction by 5mL Acetone. NPnEC were extracted from filtrate and supersonic extraction solution using Sep-Pak Plus PS-2. NPnEC were eluted from the PS-2 cartridge with 5ml of methanol. Elute solution was analyzed by LC/MS. Detection limit and quantification limit of NPnEC were 0.2 and 0.6 $\mu\text{g/l}$, respectively. Detection limits and quantification limits were defined as three times and ten times of the calculated standard deviation from the measurement of a actual effluent water. Recovery of effluent water were about 80%.