

高速液体クロマトグラフィーによるビスフェノールAの分析

Analysis of Bisphenol A using High Performance Liquid Chromatography

ビスフェノールA (BPA) は外因性内分泌攪乱化学物質いわゆる環境ホルモンの疑いのある物質としてその環境への蓄積が問題となっています。またその環境モニタリングにおける検出限界の目標値は10pg/mLとされています(1)。

このような低濃度域を測定するためには液-液抽出による前処理濃縮法や、固相抽出カートリッジを用いた固相

抽出法が行われていますが、操作が煩雑であったり、分析も含めた自動化という点で難があります。

そこでポリマー系逆相カラムを前処理濃縮カラムとして装着した自動前処理システムによる濃縮分析法の検討を行いました(2-4)。本法を用いると濃縮した試料を分析カラムに全量導入できる上、目的成分のハートカット導入や、自動化も容易という利点があります。

Fig.1に本システムの流路構成を示しました。試料導入用ポンプ(3)と分析用ラインを六方バルブ(4)で接続し、試料をポンプで直接前処理カラム(5)に送り込むことにしました。試料を一定容量導入後バルブを切替え、濃縮されたビスフェノールAを移動相(1)で分析カラム(6)に送り込みました。また前処理カラムはビスフェノールA溶出後バルブを元に戻し、保持力の強いマトリクスが分析カラムに入らないようカットしました。さらに分析中に前処理カラムをメタノールで洗浄することで分析周期の短縮化を図りました。

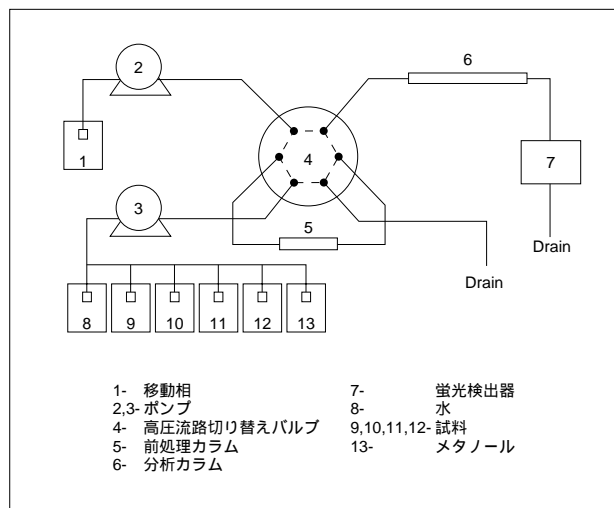


Fig.1 流路図
Flow diagram

Table 1に代表的な分析条件を示しました。

Table 1 分析条件
Analytical Conditions

[Concentration]	
Concentrator column	: Shim-pack SPC-RP series
Flow rate	: 4mL/min
Temp	: 40
[Analysis]	
Column	: Shim-pack VP-ODS (4.6mmI.D.x150mmL.)
Mobile phase	: Methanol/Water=1/1
Flow rate	: 1.0mL/min
Temp	: 40
Detection	: Spectrofluorometric detector (RF-10AXL)
	Ex : 225nm Em : 310nm

前処理カラムに、50ng/LビスフェノールA水溶液を通過させ分析したところ25-100mLの範囲で面積値とのあいだに直線関係が確認され (Fig.2) , また理論段数の低下も見られないことから良好に濃縮されていることが確認できました。

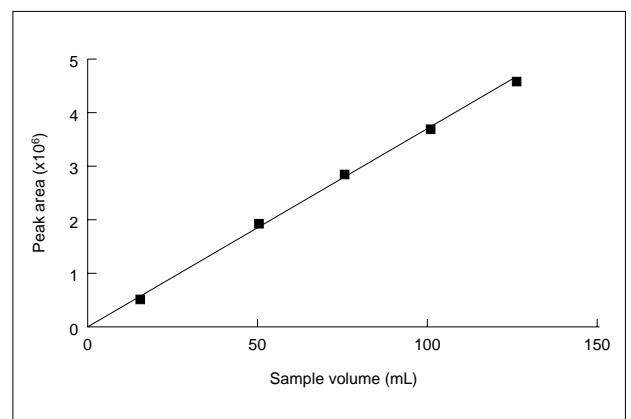


Fig.2 試料容量と面積値との関係
Relationship between sample volume and peak area

Fig.3に本システムで分析した1.0ng/mLビスフェノールA標準溶液のクロマトグラムを示しました。

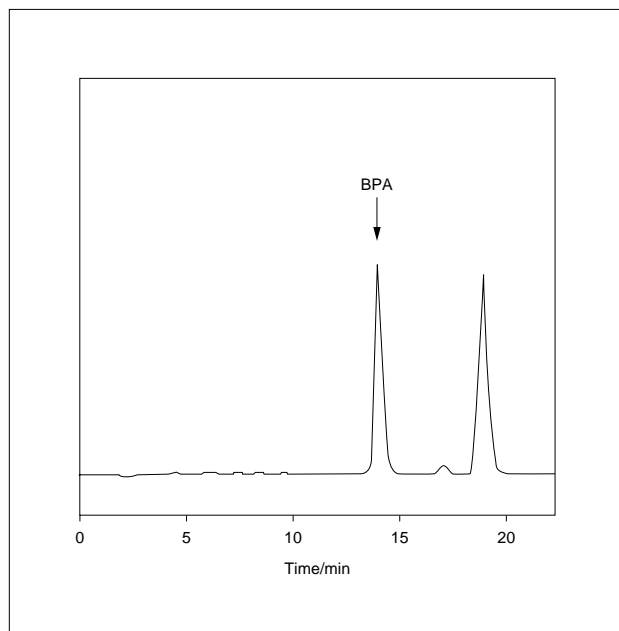


Fig.3 1ng/mL BPA標準溶液のクロマトグラム
Chromatogram of 1ng/mL BPA standard solution

Fig.4は水道水を分析したクロマトグラムです。本試料からはビスフェノールAは検出されませんでした（実線）ので同試料に10pg/mLになるようBPAを添加し分析しました（点線）。

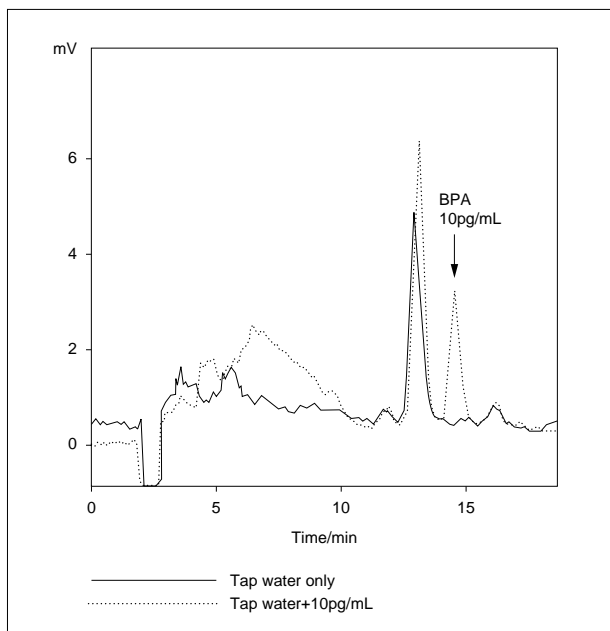


Fig.4 水道水の分析
Chromatograms of Tap water (BPA 10pg/mL spiked)

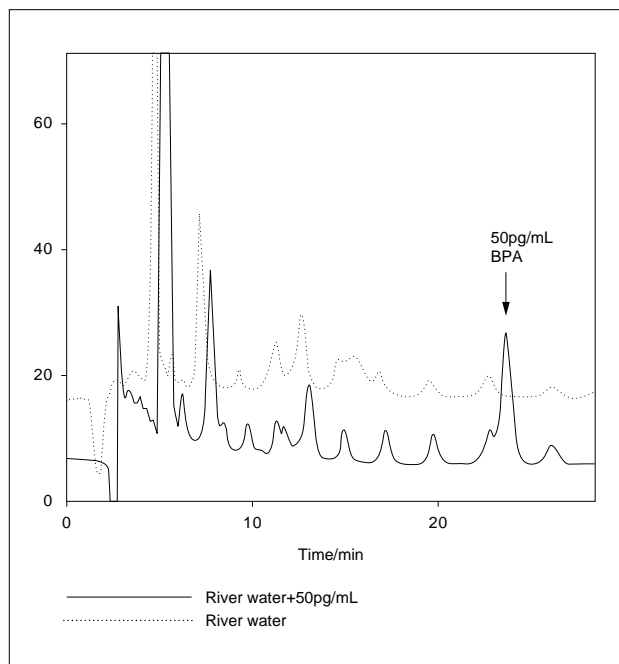


Fig.5 河川水の分析（BPA 50pg/mLになるように添加）
Chromatograms of river water (BPA 50pg/mL spiked)

Fig.5は同様に河川水を0.22 μ mのメンブランフィルタでろ過した後分析したクロマトグラムです。これも水道水と同様試料中からはBPAが検出されませんでした（点線）ので同試料に50pg/mLになるようBPAを添加し分析しました（実線）。

なお、水道水、河川水とも回収率を上げる目的で試料に予め10mmol/LになるようEDTA・2Naを添加しています。

本システムにおける検出限界は試料100mL注入において0.5ng/L（S/N=2）と算出されました。

参考文献

- (1) 安原 第24回日本環境化学会講演会集資料集 p14, 1998年7月
- (2) 浜田 田口 後藤 藤田 中村, 日本分析化学会第47年会講演要旨集(1998年)
- (3) 浜田 高橋 藤田 第1回日本内分泌攪乱化学物質学会発表会要旨集(1998年)
- (4) 浜田 高橋 藤田 中村 第4回LCテクノプラザ講演要旨集(1999年)

初版発行：1999年6月
A改訂版発行：2004年4月

 **島津製作所** 分析計測事業部
応用技術部

島津分析コールセンター

☎ 0120-131691 (携帯電話不可)
● 携帯電話専用番号 (075) 813-1691

本資料は発行時の情報に基づいて作成されており、予告なく改訂することがあります。改訂版は下記の会員制Web Solutions Navigatorで閲覧できます。
<https://solutions.shimadzu.co.jp/solnavi/solnavi.htm>

会員情報サービス「Shim-Solutions Club」にご登録ください。
<https://solutions.shimadzu.co.jp/>
会員制Webの閲覧だけでなく、いろいろな情報サービスが受けられます。