

## 環境水及び下水処理水中のビスフェノール A、エストロゲン濃度調査

東京都環境科学研究所 分析研究部 ○ 備藤敏次、櫛島智恵子、古内浩、中波英明  
Investigation on Bisphenol A and Estrogen in Environmental Water and  
Wastewater Treatment Plants Water  
Tosiji BITO, Chieko NUDESHIMA, Hiroshi FURUUCHI and Hideaki NAKANAMI  
(Tokyo Metr. Res. Inst. for Environ. Protec. Analytical Research Division)

### 1. 目的

都市における河川水に占める下水処理水の割合はかなり高く、渇水期には60%を超える。従って、その水質が水棲生物に与える影響は大である。そこで、我々は環境水及び下水処理水中の内分泌が乱化学物質として注目されているビスフェノール A 及びエストロゲン（エストリオール、 $17\beta$ -エストラジオール、エストロン、エチニルエストラジオール）の電気化学検出器付き HPLC (HPLC/ECD) による一斉分析法を検討した。

特に、下水処理水中にはエストロゲン代謝物（グルクロナイド等）が含まれていることが考えられるため、これらを含めて定量する方法について検討し、下水処理場工程水中のこれらの分析を行った。

### 2. 実験方法

2-1. 環境水の前処理 試料水 100 ml をガラスフィルター (GS 25; 孔径  $1\mu\text{m}$ ) でろ過する。フィルター上の残さにメタノール・1M 酢酸溶液 (9:1, pH = 5.0) 10 ml を流して中の目的成分を抽出する。この抽出液をロータリーエバポレータ (R.E.) で 1/5 容量以下に濃縮し、ろ液と混合する。混合液に 1M 塩酸を加え、pH = 3.5 に調整する。

2-2. 下水処理工程水の前処理 試料水 100 ml を 2-1 に従って処理し、混合液を pH 調整することなくピーカーにとり、凍結乾燥する。内容物を 50% メタノールでテフロンパッキン付きネジ蓋遠心管に移す。R.E. で乾固した後、3N-HCl/MeOH 溶液 1 ml を加えて 60℃ で 1 時間加水分解する。冷後、精製水約 50 ml でピーカーに洗い込み pH = 3.5 に調整する。

2-3. 固相カートリッジのコンディショニング メタノール、アセトニトリル、超純水各 3 ml を「Oasis HLB 固相抽出カートリッジ 60 mg / 3 ml」に順次流し、コンディショニングを行う。

2-4. 固相抽出 コンディショニングしたカートリッジに、前処理をした試料液を約 10 ml / 分で流し、吸着を行う。吸着終了後のカートリッジを 5% メタノール溶液 3 ml で洗浄する。洗浄後のカートリッジに、アセトニトリル 7 ml を流して溶出する。溶離液を R.E. により蒸発乾固する。残さに 40% ア

セトニトリル溶液 100  $\mu\text{l}$  を加えて溶解し、HPLC 試験溶液とする。

#### 2-5. HPLC / ECD 測定条件

使用カラム: Inertsil ODS-3、内径 2.1 mm, 長さ 250 mm  
移動相: 40% アセトニトリル/水、50 mM  $\text{NaClO}_4$ 、pH = 2.6 ( $\text{H}_3\text{PO}_4$  で調整)  
移動相流速: 0.2 ml/分  
検出器電圧: 0.9 V  
試料注入量: 5  $\mu\text{l}$   
カラム温度: 35

### 3. 結果

下水処理水中のビスフェノール A、エストロゲンならびにエストロゲン抱合体の分析法について検討し、環境水及び下水処理水中のこれらの濃度調査を行った。

超純水 100 ml にビスフェノール A、エストロゲン各々 1  $\mu\text{g}$  添加し、下水処理工程水の前処理法に従って処理したときの回収率はいずれも 90% 以上であった。図 1. に標準物質の HPLC クロマトグラム、図 2. に調査地点を示す。

本法は下水放流水に適応可能であった。しかし、下水流入水等の汚濁物質の多い試料水ではエストリオールがフロントピークと重なり測定できないことがあり、更に検討を必要とした。

図 1. 標準物質の HPLC クロマトグラム

エストリオール ( $R_t$  5.15)、ビスフェノール A (16.77)  
 $17\beta$ -エストラジオール (19.17)、エチニルエストラジオール (27.07)、エストロン (28.25)

図 2 . 調査地点