

Reinstwasser zum Direktnachweis von Bisphenol A mittels HPLC-MS/MS

Abstract

Bis vor kurzem wurde Bisphenol A (BPA) flächendeckend zur Herstellung von Polycarbonatkunststoffen und Epoxidharzen verwendet, wobei die von BPA ausgehenden Risiken stark umstritten sind. Daher wird der Nachweis von BPA-Spuren immer wichtiger und führt zu einem hohen Bedarf an verlässlichen analytischen Prozessen. Mit Hilfe der Hochleistungs-Flüssigkeitschromatographie/Massenspektrometrie (HPLC-MS/MS) können selbst kleinste Spuren von BPA nachgewiesen werden (oftmals unter 2 ppt). Dazu wird jedoch während des gesamten Prozesses Reinstwasser benötigt. Eine Auswahl verschiedener ELGA®-Reinstwassersysteme wurde für diesen Zweck getestet und es wurde festgestellt, dass eine effektive Entfernung des BPA unterhalb der Nachweisgrenze mittels HPLC-MS/MS stattfindet.

Einführung

Seit über 50 Jahren wird Bisphenol A (BPA) zur kommerziellen Herstellung von Polycarbonaten und Epoxidharzen eingesetzt und fand bis vor kurzem weitverbreiteten Einsatz in der chemischen Industrie, der Kunststoffindustrie sowie der Lebensmittel- und Getränkeindustrie und das, obwohl BPA als endokrin wirksamer Stoff bekannt ist. Die potentiellen Risiken, die bereits von kleinen Mengen BPA in Polycarbonaten und Epoxidharzen ausgehen, sind höchst umstritten. Die neuesten Gesetzesentwicklungen, die die Verwendung von BPA bei der Herstellung von Kunststoffen in vielen Ländern verbietet, haben einen Bedarf für schnelle, verlässliche und hochempfindliche Analyseverfahren zum Nachweis von BPA geschaffen. Die direkte Analyse von wässrigen Proben oder Extrakten wird bevorzugt eingesetzt, da sie das Risiko einer Kontamination oder geringen Wiederfindungsrate minimiert. Dazu werden Analyseverfahren benötigt, bei denen BPA im Bereich Parts per Trillion (ppt - Teile pro Billion) nachgewiesen werden kann.

Die HPLC-MS/MS bietet die notwendige Genauigkeit und Empfindlichkeit für eine routinemäßige Bestimmung des BPA-Gehalts, wobei die untere Nachweisgrenze oftmals unter 2 ppt liegt. Die extrem hohe Empfindlichkeit dieses Verfahrens macht den Einsatz von Reinstwasser während des gesamten Analyseprozesses unerlässlich. Somit wird zum Ausschluss falscher Ergebnisse ein verlässliches Wasseraufbereitungssystem benötigt.

Untersuchung

Um die Eignung der Wasseraufbereitungssysteme ELGA PURELAB® für den BPA-Nachweis zu untersuchen, wurden Wasserproben von vier verschiedenen Apparaten aus der PURELAB-Produktpalette (Tabelle 1) zur unabhängigen BPA-Bestimmung an das Institute for the Dynamics of Environmental Processes (CNR) in Venedig geschickt. Alle Systeme wurden in der zentralen Forschungs- und Entwicklungsabteilung von ELGA aufgestellt und für eine festgelegte Zeitspanne vor der Nutzung gereinigt und betrieben. Die Proben wurden in Glasflaschen abgefüllt, die durch Spülen mit Reinstwasser gereinigt und dann auf 450°C erhitzt wurden.

Proben-Nr.	Wasseraufbereitungssystem
1	PURELAB Classic, Speisung aus einer Micra-Anlage
2	PURELAB flex 2, Speisung aus einer PURELAB Option S
3	PURELAB flex 3
4	PURELAB Ultra, Speisung aus einer PURELAB Option Q

Tabelle 1: Details der für die BPA-Analyse verwendeten Proben

Verfahren

Die Proben wurden mittels HPLC-MS/MS unter Anwendung des von Sangiorgi et al³ beschriebenen Verfahrens und folgenden Aufbaus analysiert:

1) HPLC

Säule:	Synergi™ Hydro-RP, 4,6x50 mm (Phenomenex)
Mobile Phasen:	A = H ₂ O, B = MeOH
Injektions-Volumen:	100 µl
Laufzeit der Chromatographie:	0 Min.: 50 % B; 2-7 Min.: 100 % B; 9-15 Min.: 50 % B

2) Massenspektrometrie

Gerät:	API 4000 Triple-Quadrupol-Massenspektrometer (Applied Biosystems)
Erfassung:	MRM (Multiple Reaction Monitoring)
Ionenquelle:	ESI im Anionenmodus
Zur Mengenbestimmung verwendeter Übergang:	227,0>132,8

Ergebnisse

Das als Beispiel in Abbildung 1 aufgeführte Ionenchromatogramm zeigt die Eignung des Verfahrens zur Bestimmung von BPA im ppt-Bereich. Es wurde eine Standardkalibrierkurve von 5 bis 1.000 ppt BPA erstellt (siehe Abbildung 2), die die gute Reproduzierbarkeit der Ergebnisse von bis zu 50.000 ppt BPA (zusammengefasst in Tabelle 2) mit einer berechneten Nachweisgrenze von 1,8 ppt aufzeigt.

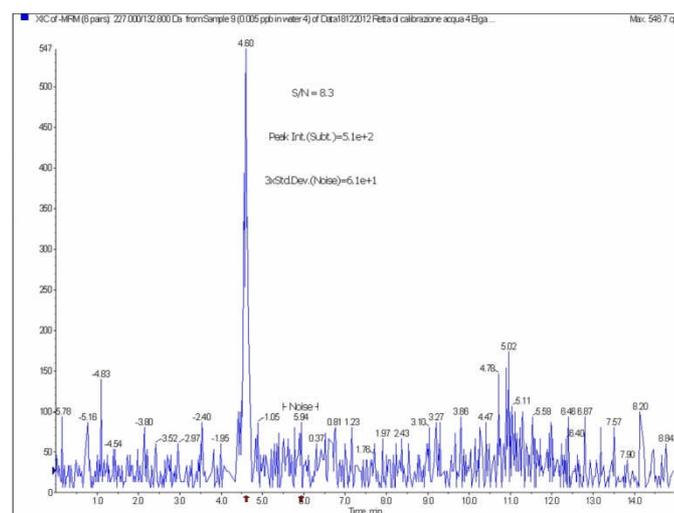


Abbildung 1: Bisphenol A-Signal für einen Standard von 5 ppt bei Reinstwasser

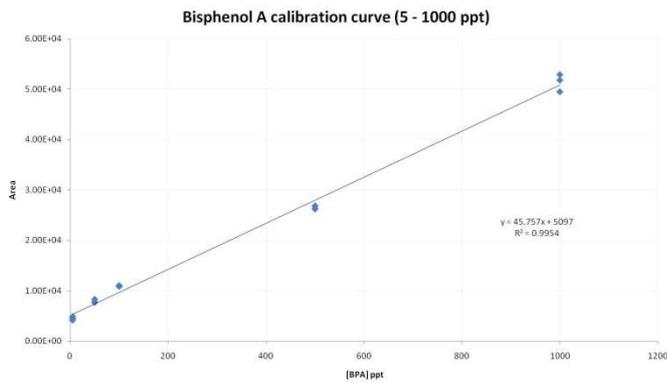


Abbildung 2: Kalibrierkurve für 5 bis 1.000 ppt Bisphenol A

BPA-Konzentration (ppt)	Bereich BPA	RSA (%)
2	1,98E+03 1,83E+03 1,80E+03	5,16
5	4,11E+03 4,82E+03 4,43E+03	7,98
50	8,25E+03 7,63E+03 7,70E+03	4,32
100	1,08E+04 1,10E+04 1,09E+04	0,92
500	2,68E+04 2,62E+04 2,68E+04	1,30
1.000	4,95E+04 5,18E+04 5,29E+04	3,38
10.000	4,05E+05 4,61E+05 4,72E+05	8,06
50.000	2,48E+06 2,40E+06 2,39E+06	2,04

Tabelle 2: Reproduzierbarkeit für Standardkalibrierkurve

Ergebnisse

Beispiel-Ionenchromatogramme für die Proben sind in den Abbildungen 3 und 4 aufgeführt, wobei die gemessenen BPA-Konzentrationen bei allen Proben unterhalb der Nachweisgrenze des Analyseverfahrens lagen.

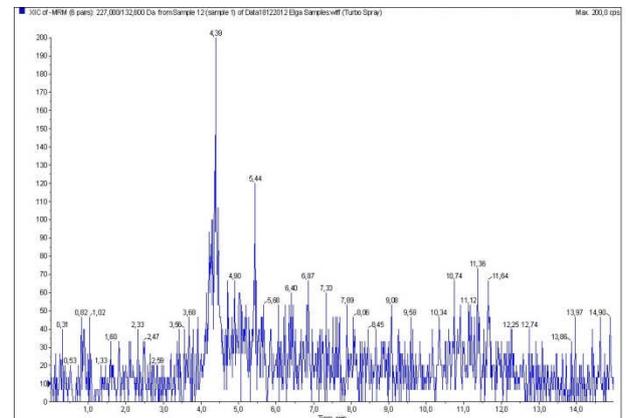


Abbildung 3: Bisphenol A-Bestimmung für Probe 1

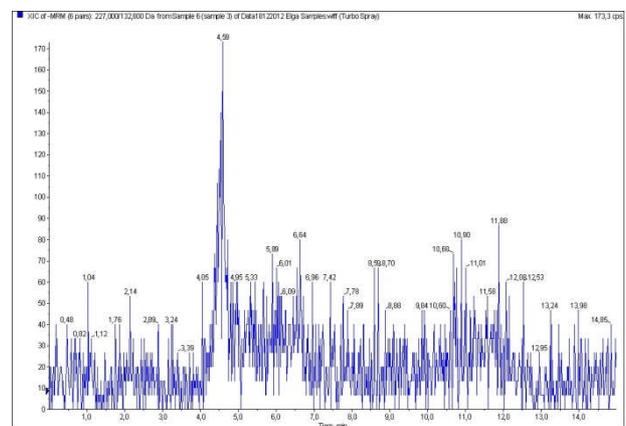


Abbildung 4: Bisphenol A-Bestimmung für Probe 3

Quellen

- Rubin, B.S. Bisphenol A: An endocrine disruptor with widespread exposure and multiple effects. *J. Steroid Biochem. Mol. Bio.*, 2011, 127: 27-34
- Berionius, A.; Rudén, C.; Håkansson, H and Hanberg, A. Risk to all or none? A comparative analysis of controversies in the health risk assessment of bisphenol A. *Reprod Toxicol*, 2009, 29(2): 132-146
- Sangiorgi, G.; Ferrero, L; Ferrini, B.S; Lo Porto, C; Perrone, M.G; Zangrando, R; Gambaro, A; Lazzati, Z; Bolzacchini, E. Indoor airborne particle sources and semi-volatile partitioning effect of outdoor fine PM in offices. *Atmos Environ*, 2013, 65, 205-214

Schlussfolgerung

Die Studie hat die Eignung der ELGA PURELAB-Wasseraufbereitungssysteme für den Nachweis von BPA mittels HPLC-MS/MS eindeutig belegt. Keine der getesteten Wasserproben enthielt nachweisbare Mengen BPA, wodurch das Risiko einer BPA-Kontamination von wässrigen Proben und Extrakten für die Direktanalyse praktisch ausgeschlossen ist.

Über ELGA LabWater

ELGA LabWater produziert, vertreibt und erbringt Serviceleistungen für Wasseraufbereitungssysteme, die in Laboren, im Gesundheitswesen und im klinischen Bereich eingesetzt werden. ELGA-Niederlassungen und -Händler sind in mehr als 60 Ländern weltweit vertreten. ELGA ist die globale Laborwasser-Marke von Veolia Water Technologies. Weitere Informationen finden Sie unter www.elgalabwater.de

Veolia Water Technologies, ein Tochterunternehmen von Veolia, ist einer der führenden Anlagenbauer und Anbieter technischer Lösungen zur Wasseraufbereitung. www.veoliawatertechnologies.com

Veolia ist der weltweite Maßstab für optimiertes Ressourcenmanagement. Mit Beschäftigten auf allen fünf Kontinenten plant und implementiert die Veolia-Gruppe Lösungen für die Bereiche Wasser-, Abfall- und Energiemanagement im Sinne einer nachhaltigen Entwicklung der Kommunen und der Wirtschaft. Mit ihren drei sich ergänzenden Tätigkeitsfeldern sorgt sie für einen verbesserten Zugang zu Ressourcen, ihren Schutz und ihre Erneuerung.

www.veolia.com