

Table 1 実験系中のBPA汚染

検査項目	BPA量(ng)
エタノール(10ml)	ND
ジクロロメタン(15ml)	ND
H ₂ O(10ml)Na ₂ SO ₄ 脱水	ND
H ₂ O(100ml)	0.4 ng/100 ml
H ₂ O(100ml)C ₁₈ ディスクカートリッジ濾過後	0.15 ng/100 ml
Na ₂ SO ₄ (5g)	1.7 ng/5 g
Na ₂ SO ₄ (5g)(700°C、8時間)	ND
NaCl(5g)	ND
1M NaOH (3ml)+1M HCl (4.8ml)	1.4 ng/7.8 ml
固相抽出装置、接液部品	ND

Table 2 操作ブランクの変動

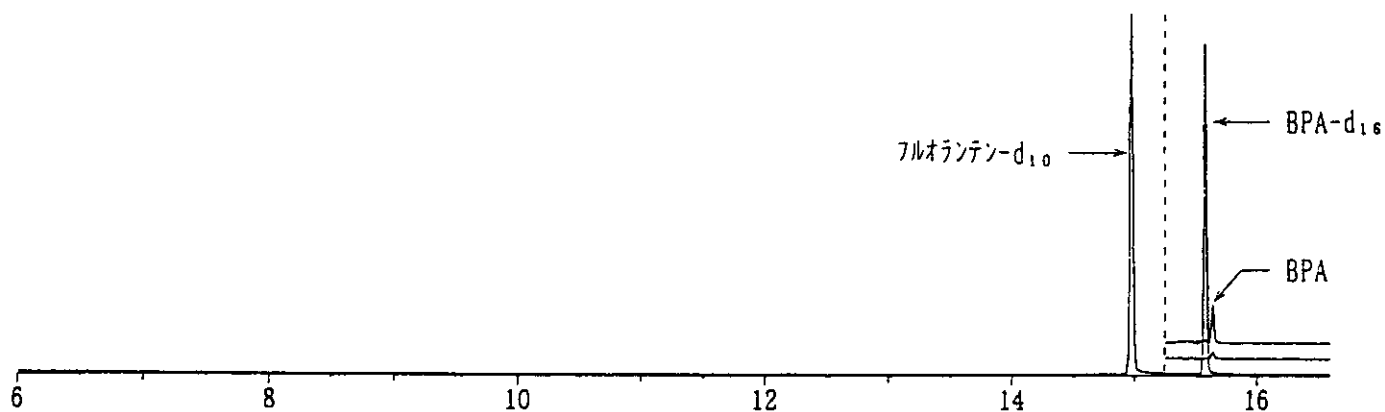
No.	操作ブランク ng/ml	BPA-d ₁₆ の回収率 %
1	0.1	91
2	0.14	95
3	0.13	91
4	0.08	94
5	0.12	92
6	0.11	87
7	0.11	92
平均値	0.11	92
標準偏差	0.018	2.6
定量限界	0.14	

Table 3 BPAの回収率並びに相対標準偏差

No.	血清				母乳			
	BPA		回収率		BPA		回収率	
	ng/ml	%	BPA-d16	%	ng/ml	%	BPA-d16	%
1	4.9	77	BPA-d16	78	4.6	80	BPA-d16	87
2	4.5	75		83	4.7	81		87
3	4.5	74		83	4.6	77		85
4	4.7	74		78	4.7	82		86
5	4.5	73		81	4.5	82		91
操作ブランク	0.2			87	0.1			93
平均	4.6	74		81	4.6	80		87
標準偏差	0.16	1.4		2.2	0.075	1.9		2
相対標準偏差	3.5	1.8		2.8	1.6	2.3		2.3

Table 4 BPA添加回収

操作	添加量		水		血清		母乳	
	ng/2ml試料		BPA	BPA-d16	BPA	BPA-d16	BPA	BPA-d16
操作-1	100		76%	76%	143%	151%	185%	149%
	0		0.2ng/ml	85%	0.46ng/ml	152%	15.4 ng/ml	162%
操作-1	100				158%	188%		
	0				0.13ng/ml	187%		
操作-2	100				137%	165%		
	0				0.55ng/ml	164%		



イオン番号 : 1 SIM = 1461375
212.10

イオン番号 : 2 SIM = 480016
269.10 284.10 280.10

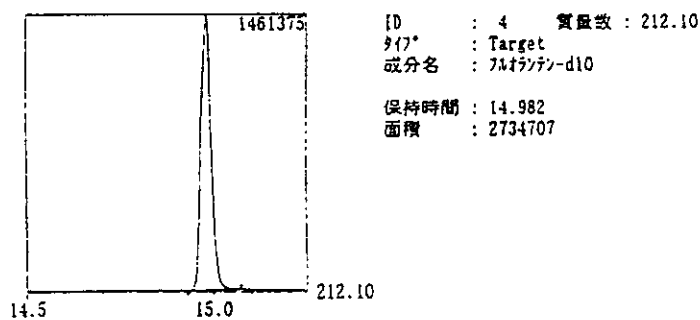
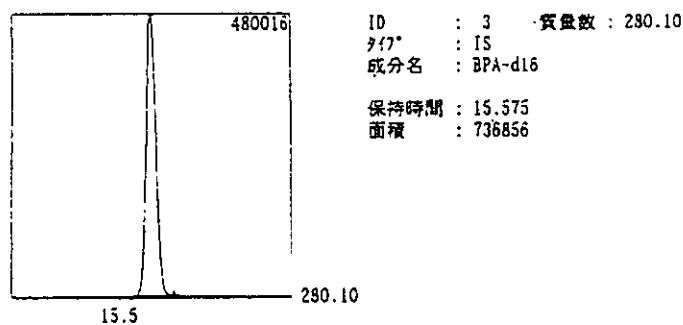
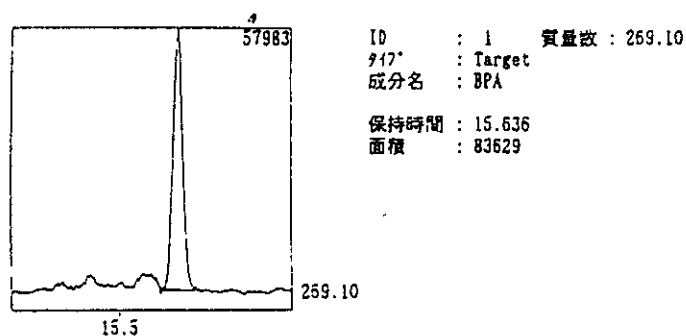
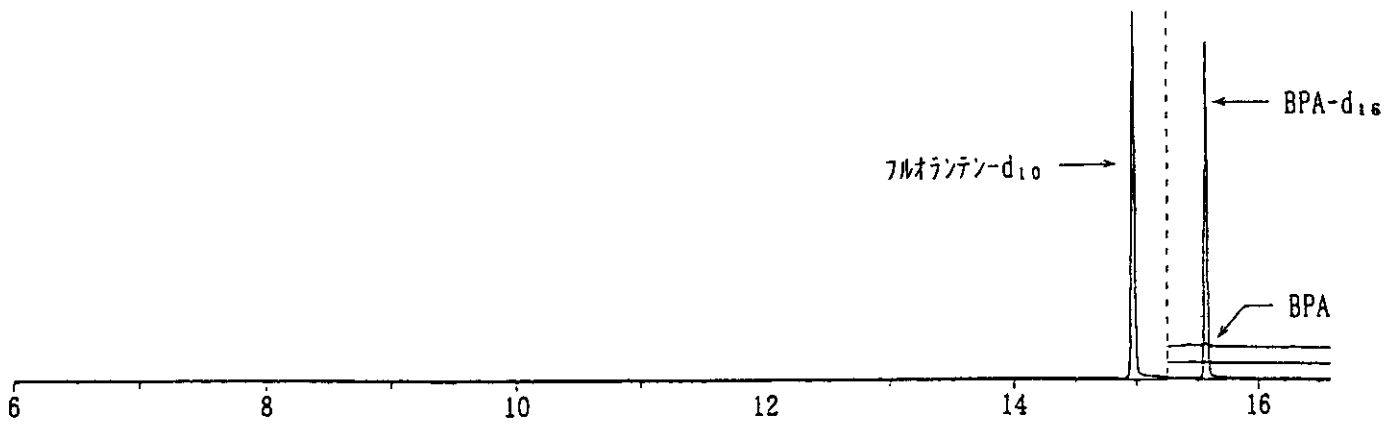


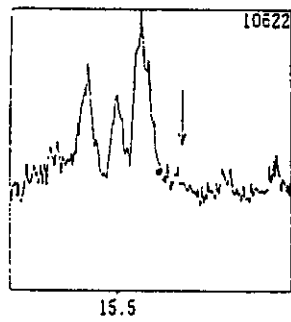
Fig.1 BPA 標準試料のクロマトグラム

BPA,0.01ng/μl 注入量 ; BPA-d₁₆,0.1ng/μl 注入量 ;
 フルオランテン-d₁₀,0.5 ng/μl 注入量

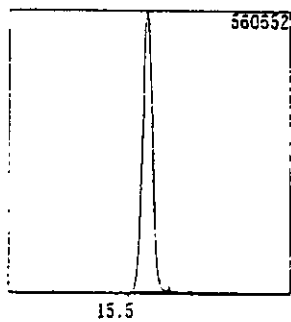


イネット番号 : 1 SIM = 1573794
212.10

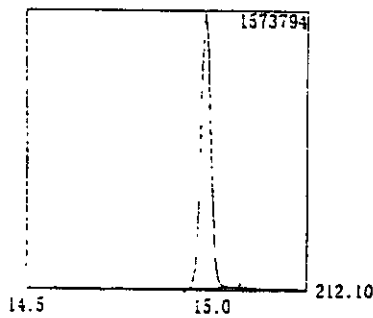
イネット番号 : 2 SIM = 560652
269.10 284.10 280.10



ID : 1 質量数 : 269.10
タイプ : Target
成分名 : BPA
保持時間 : 15.623
面積 : 0



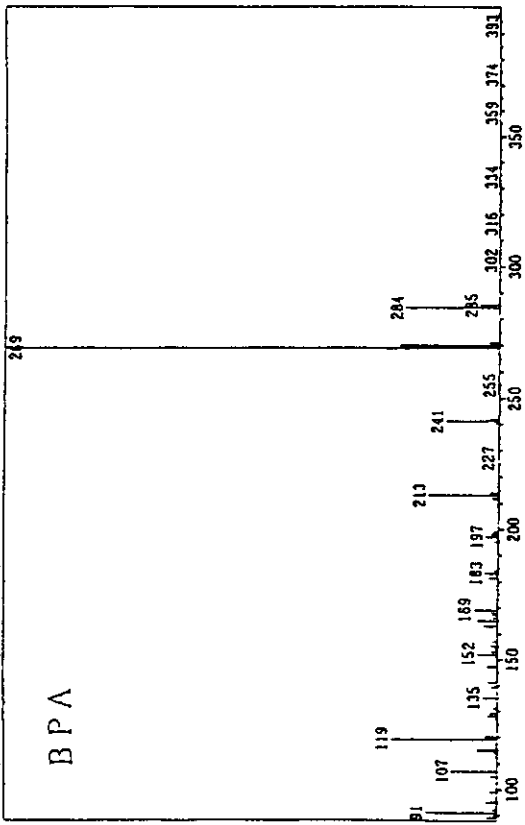
ID : 3 質量数 : 280.10
タイプ : IS
成分名 : BPA-d16
保持時間 : 15.572
面積 : 868656



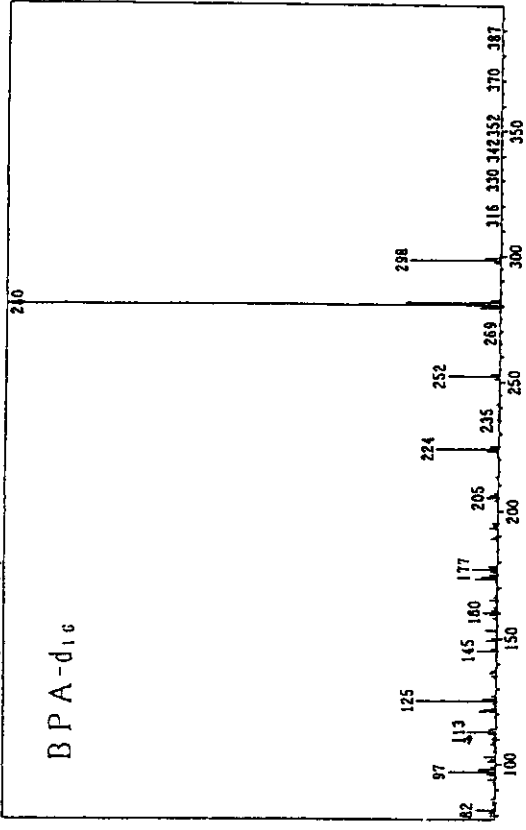
ID : 4 質量数 : 212.10
タイプ : Target
成分名 : 7Hオキソリン-d10
保持時間 : 14.979
面積 : 2920985

Fig.2 試薬ブランク

分子量番号 : (1278 - 1281) N-アザラジノール (1271 - 1275)
 ピーク数 : 136 (分子量) : (15.612 - 15.667)
 アーカイブ : 209.20 (720830)



分子量番号 : (1270 - 1273) N-アザラジノール (1263 - 1268)
 ピーク数 : 237 (分子量) : (15.575 - 15.600)
 アーカイブ : 280.25 (7727513)



分子量番号 : (1199 - 1203) N-アザラジノール (1191 - 1196)
 ピーク数 : 158 (分子量) : (14.983 - 15.017)
 アーカイブ : 212.20 (1713383)

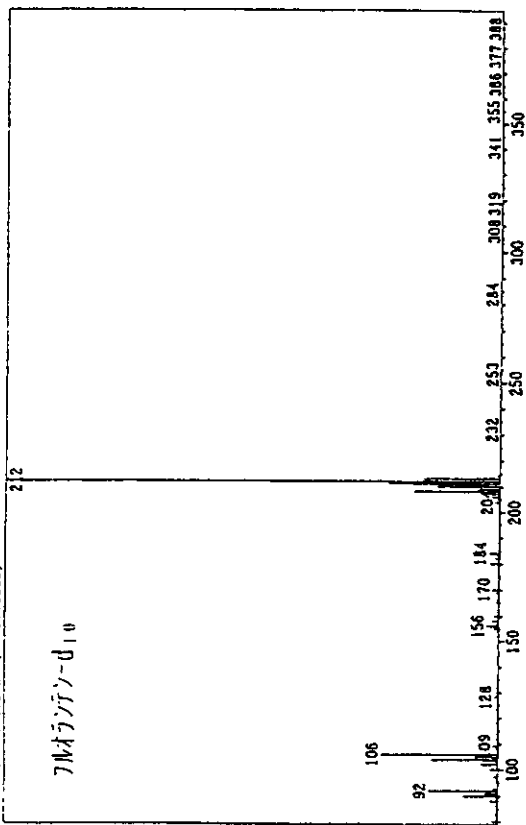
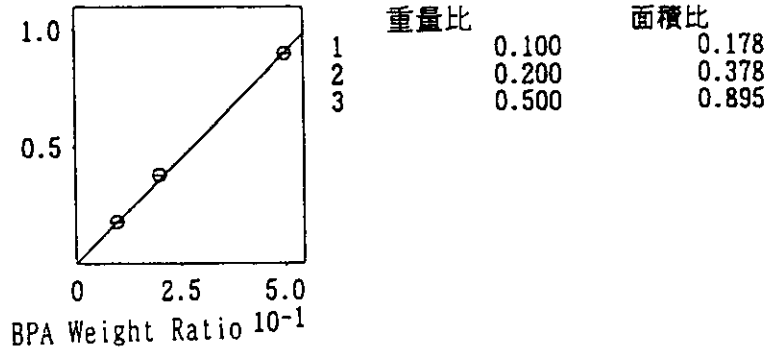


Fig.3 マススペクトル

面積比 = 1.80369 * 重量比 寄与率 = 0.999045
Area Ratio



面積比 = 1.88001 * 重量比 寄与率 = 0.999694
Area Ratio

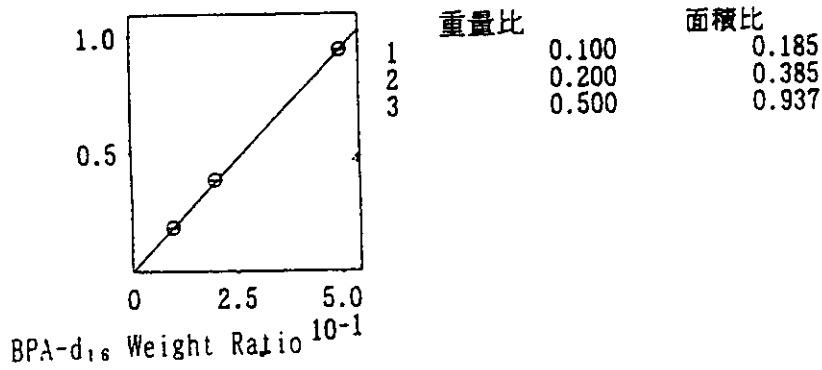


Fig.4 BPA 及び BPA-d₁₆ の直線性

面積比 = 1.01943 * 重量比 寄与率 = 0.999323
Area Ratio_{10⁻¹}

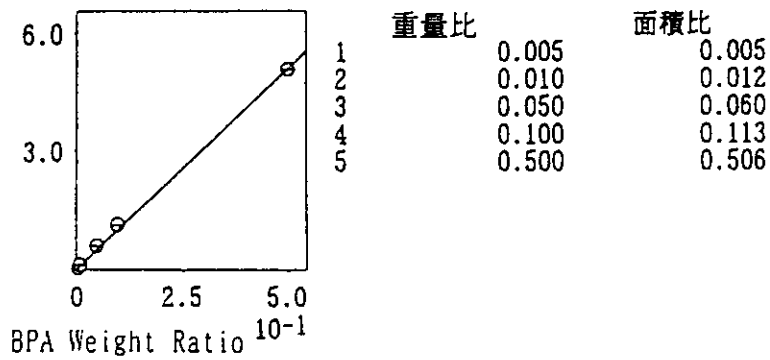
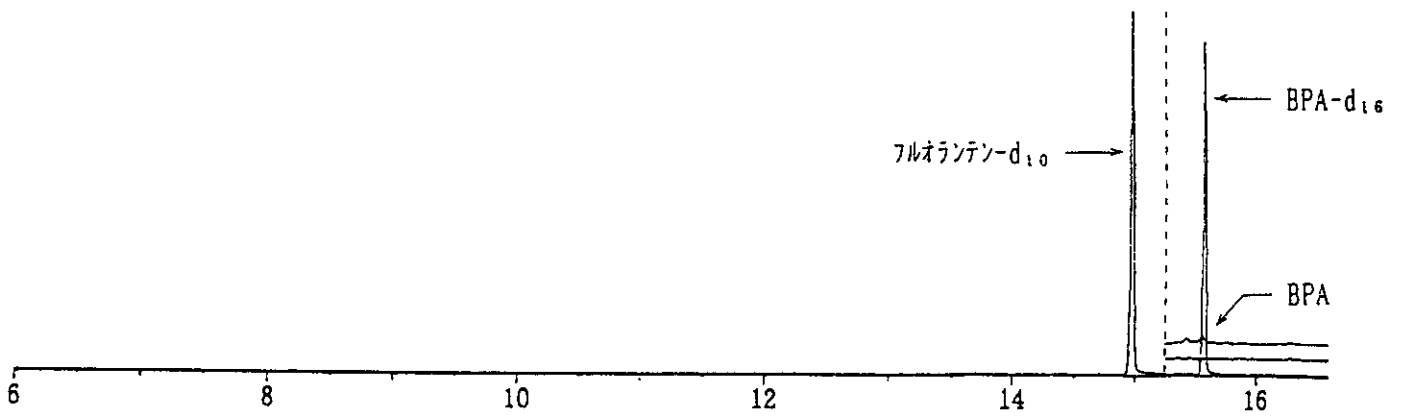
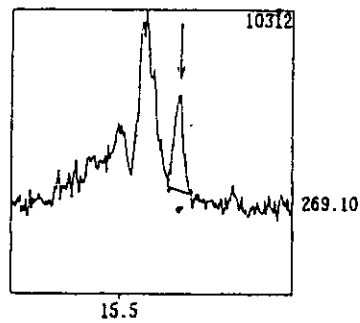


Fig.5 BPA 検量線

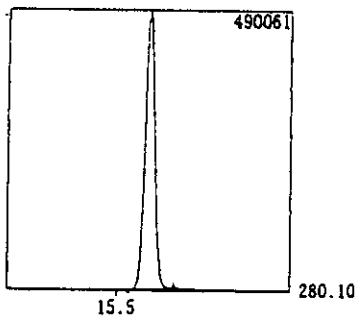


セット番号 : 1 SIM = 1528959
212.10

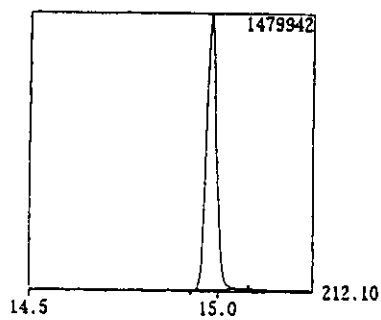
セット番号 : 2 SIM = 510887
269.10 284.10 280.10



ID : 1 質量数 : 269.10
タイプ : Target
成分名 : BPA
保持時間 : 15.643
面積 : 5153



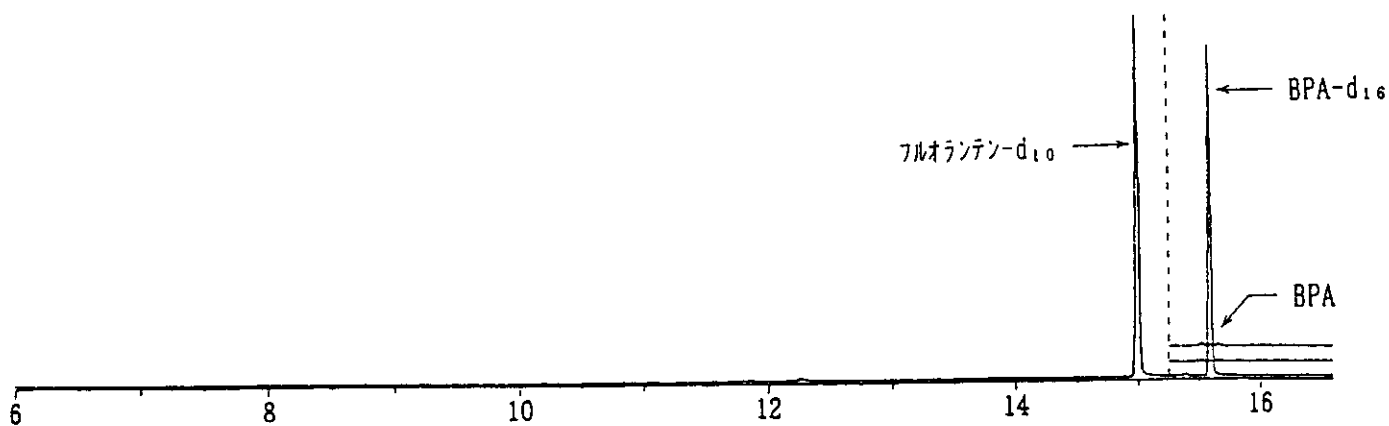
ID : 3 質量数 : 280.10
タイプ : IS
成分名 : BPA-d16
保持時間 : 15.574
面積 : 762634



ID : 4 質量数 : 212.10
タイプ : Target
成分名 : フルオランテン-d10
保持時間 : 14.980
面積 : 2728793

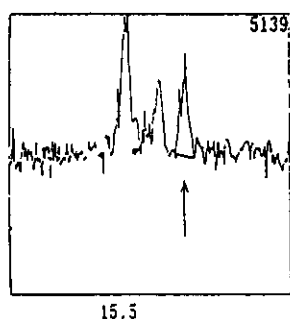
Fig.6 検出限界のクロマトグラム

BPA,0.5 pg/ μ l 注入量



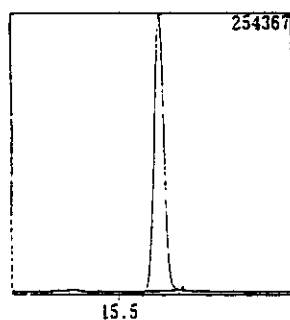
イジェクト番号 : 1 SIM = 995621
212.10

イジェクト番号 : 2 SIM = 254367
269.10 284.10 280.10



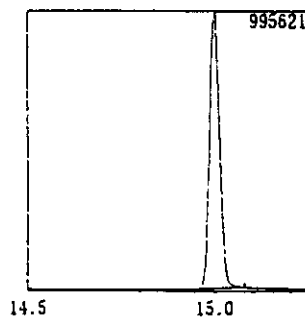
ID : 1 質量数 : 269.10
 タイプ : Target
 成分名 : BPA
 保持時間 : 15.660
 面積 : 2095

0.2 ng/ml



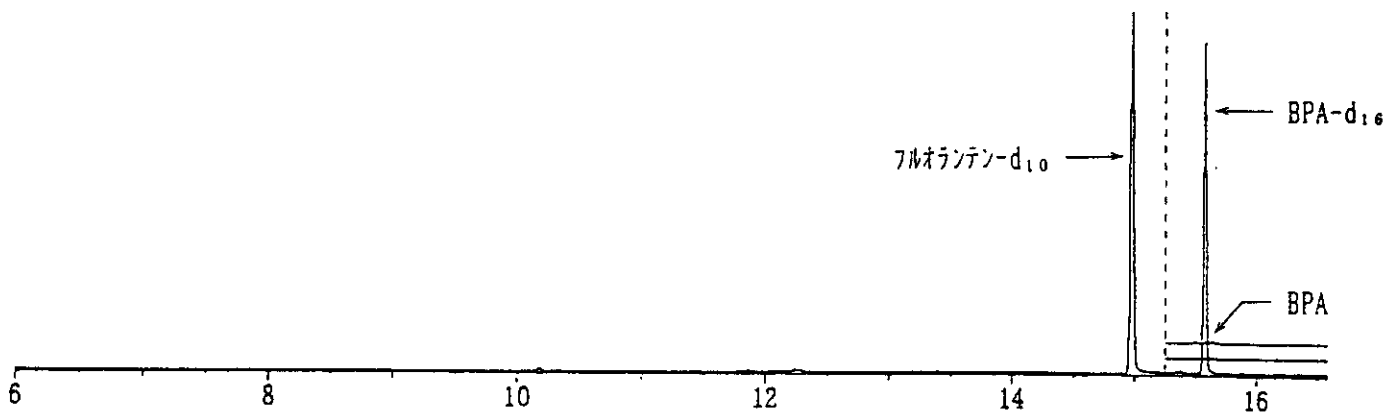
ID : 3 質量数 : 280.10
 タイプ : IS
 成分名 : BPA-d₁₆
 保持時間 : 15.593
 面積 : 391468

80%



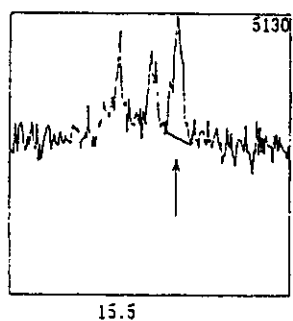
ID : 4 質量数 : 212.10
 タイプ : Target
 成分名 : フルオランテン-d₁₀
 保持時間 : 15.001
 面積 : 1829913

Fig.7 血清のクロマトグラム



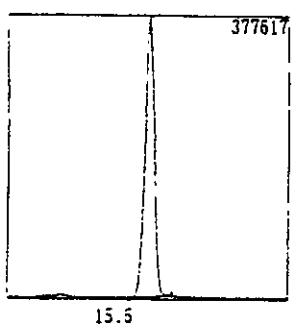
イオン番号 : 1 SIM = 1295628
212.10

イオン番号 : 2 SIM = 377617
269.10 284.10 280.10



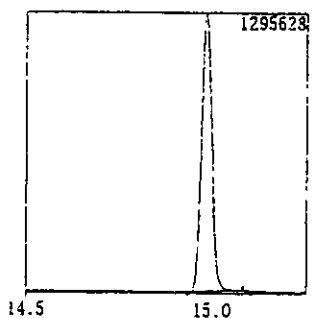
ID : 1 質量数 : 269.10
 検出 : Target
 成分名 : BPA
 保持時間 : 15.639
 面積 : 3441

0.2 ng/ml



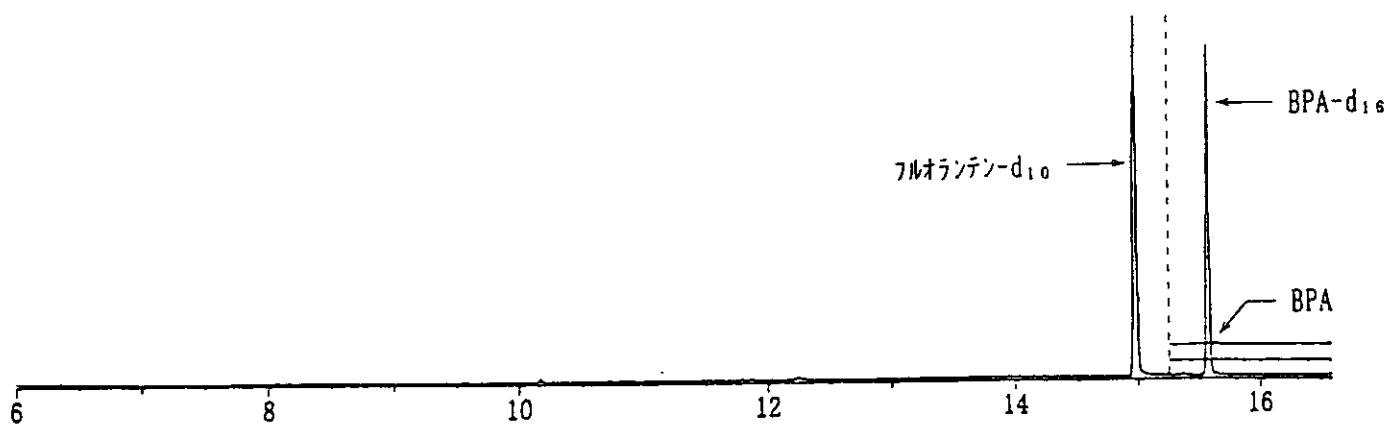
ID : 3 質量数 : 280.10
 検出 : IS
 成分名 : BPA-d16
 保持時間 : 15.377
 面積 : 564870

84%



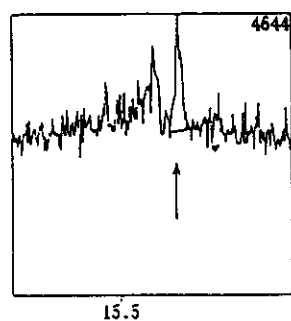
ID : 4 質量数 : 212.10
 検出 : Target
 成分名 : 7-fluorobiphenyl-d10
 保持時間 : 14.984
 面積 : 2430622

Fig.8 母乳のクロマトグラム



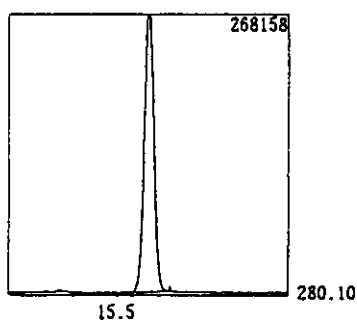
イネット番号 : 1 SIM = 990183
212.10

イネット番号 : 2 SIM = 268158
269.10 284.10 280.10



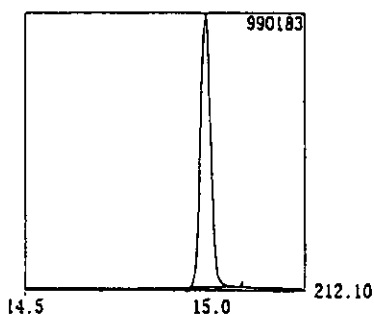
ID : 1 質量数 : 269.10
タイプ : Target
成分名 : BPA
保持時間 : 15.534
面積 : 1845

0.2 ng/ml



ID : 3 質量数 : 280.10
タイプ : IS
成分名 : BPA-d16
保持時間 : 15.576
面積 : 427993

87%



ID : 4 質量数 : 212.10
タイプ : Target
成分名 : フルオランテノール-d10
保持時間 : 14.984
面積 : 1839318

Fig.9 操作ブランク

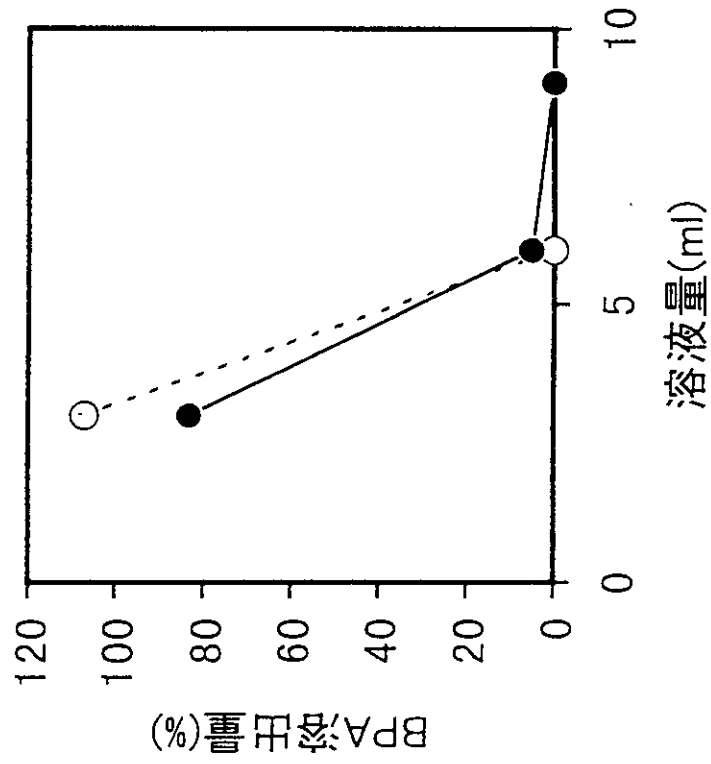
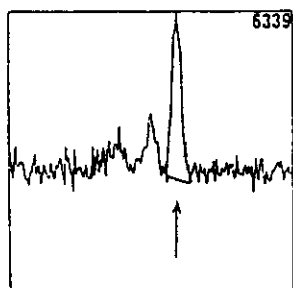


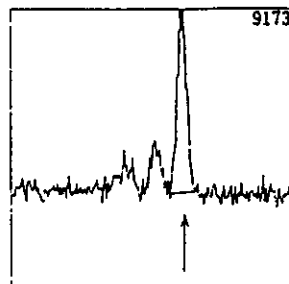
Fig. 10 C₁₈ カートリッジカラムからの BPA 溶離パターン

血清

母乳

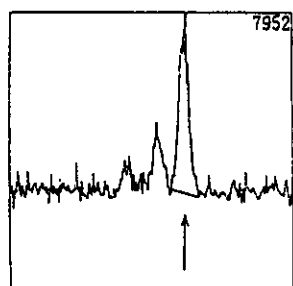


ID : 1 質量数 : 269.10
 検出波長 : Target
 成分名 : BPA
 保持時間 : 15.637
 面積 : 5805

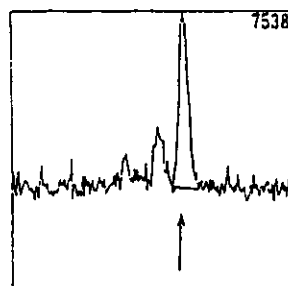


ID : 1 質量数 : 269.10
 検出波長 : Target
 成分名 : BPA
 保持時間 : 15.648
 面積 : 9139

定量操作 (メタノール溶出、加水分解・フロリジルカラム精製)

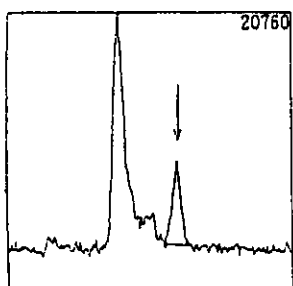


ID : 1 質量数 : 269.10
 検出波長 : Target
 成分名 : BPA
 保持時間 : 15.657
 面積 : 7591

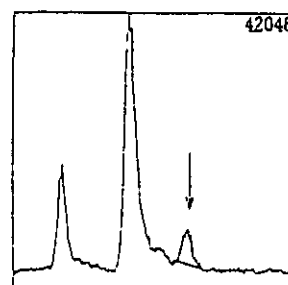


ID : 1 質量数 : 269.10
 検出波長 : Target
 成分名 : BPA
 保持時間 : 15.648
 面積 : 7125

操作-2 (ジクロロメタン・NaOH 精製、加水分解・フロリジルカラム精製)



ID : 1 質量数 : 269.10
 検出波長 : Target
 成分名 : BPA
 保持時間 : 15.640
 面積 : 8302



ID : 1 質量数 : 269.10
 検出波長 : Target
 成分名 : BPA
 保持時間 : 15.653
 面積 : 7844

操作-3 (ジクロロメタン・NaOH 精製)

Fig.11 抽出精製条件の検討

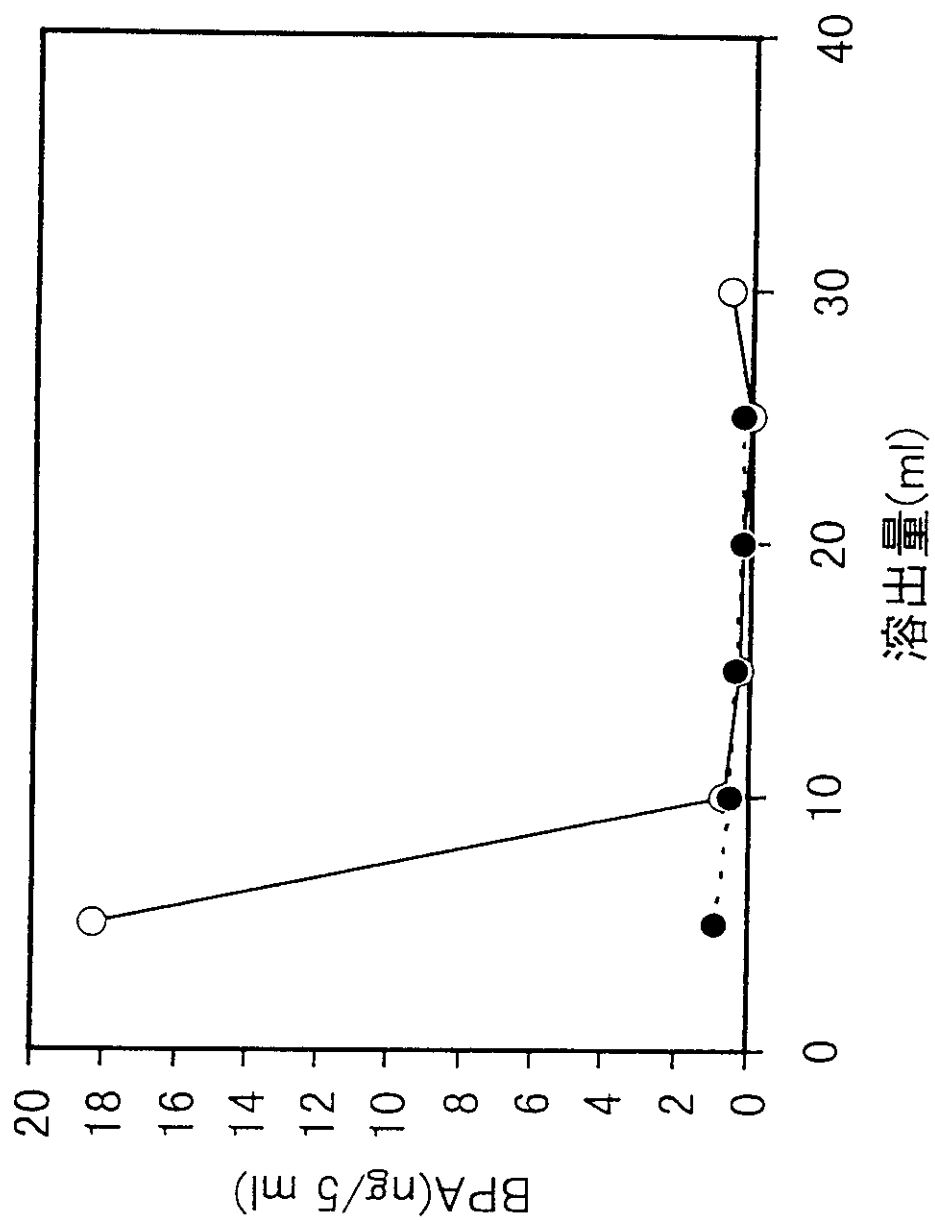
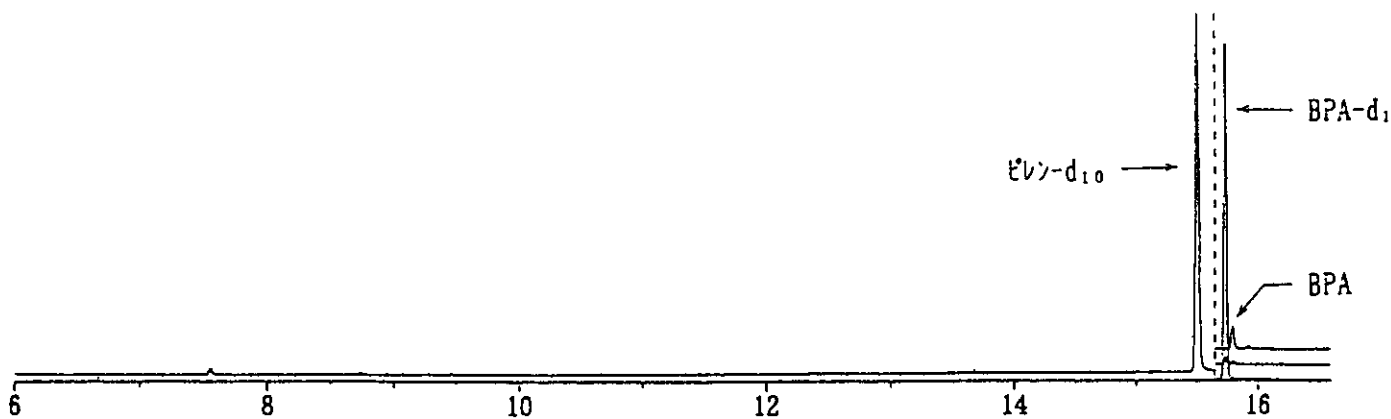
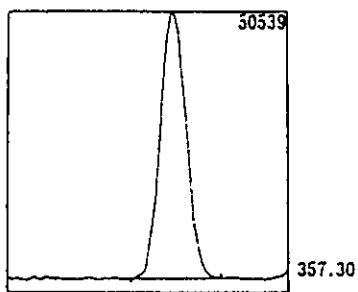


Fig. 12 C₁₈ カートリッジカラム洗淨効率

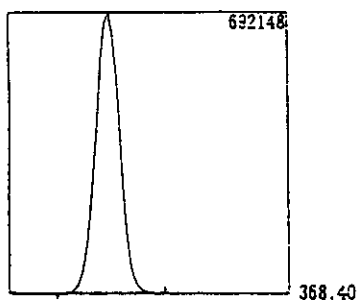


イット番号 : 1 SIM = 600449
212.20

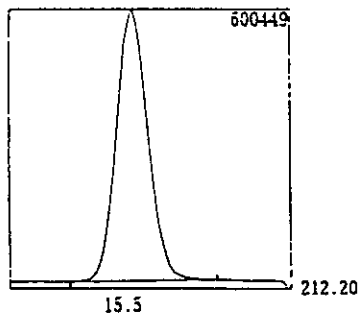
イット番号 : 2 SIM = 692148
357.30 372.30 368.40



ID : 1 質量数 : 357.30
タイプ : Target
成分名 : BPA
保持時間 : 15.796
面積 : 76888



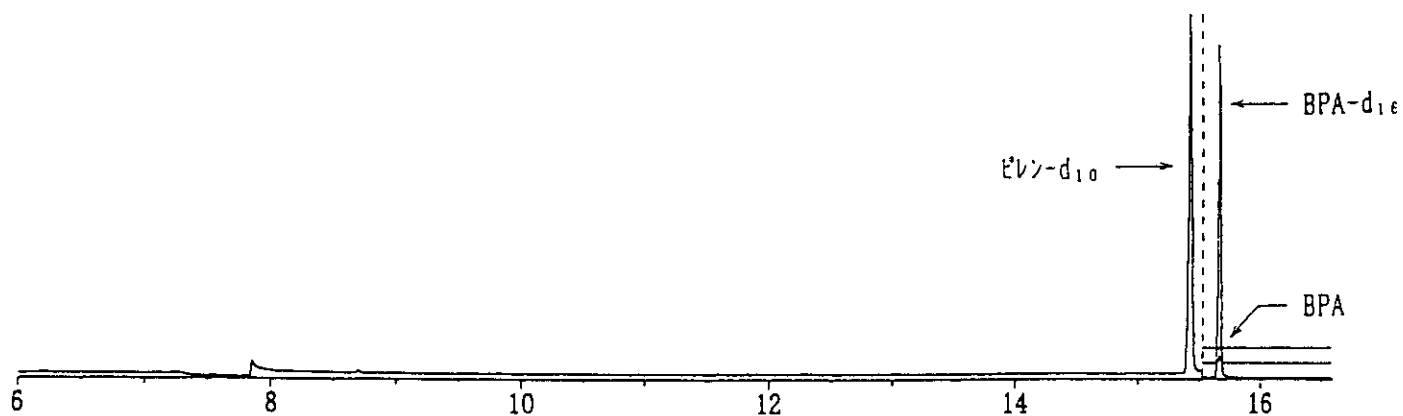
ID : 3 質量数 : 368.40
タイプ : IS
成分名 : BPA-d16
保持時間 : 15.738
面積 : 1020963



ID : 4 質量数 : 212.20
タイプ : Target
成分名 : ビレン-d10
保持時間 : 15.508
面積 : 1147734

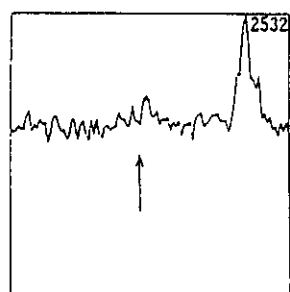
Fig.13 BPA 標準試料のクロマトグラム

BPA,0.005 ng/μl 注入量 ; BPA-d₁₆,0.1 ng/μl 注入量 ;
ビレン-d₁₀,0.1 ng/μl 注入量

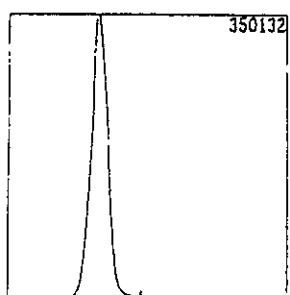


イネット番号 : 1 SIM = 444162
212.20

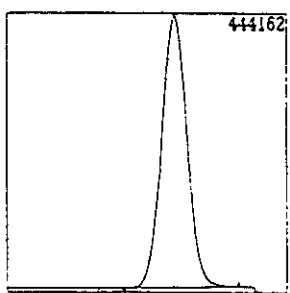
イネット番号 : 2 SIM = 350132
357.30 372.30 368.40



ID : 1 質量数 : 357.30
タイプ : Target
成分名 : BPA
保持時間 : 15.723
面積 : 0



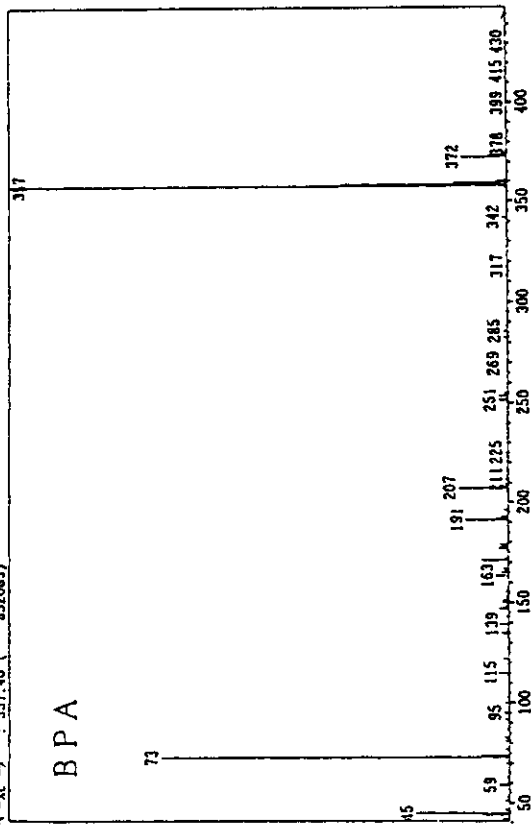
ID : 3 質量数 : 368.40
タイプ : IS
成分名 : BPA-d16
保持時間 : 15.670
面積 : 484192



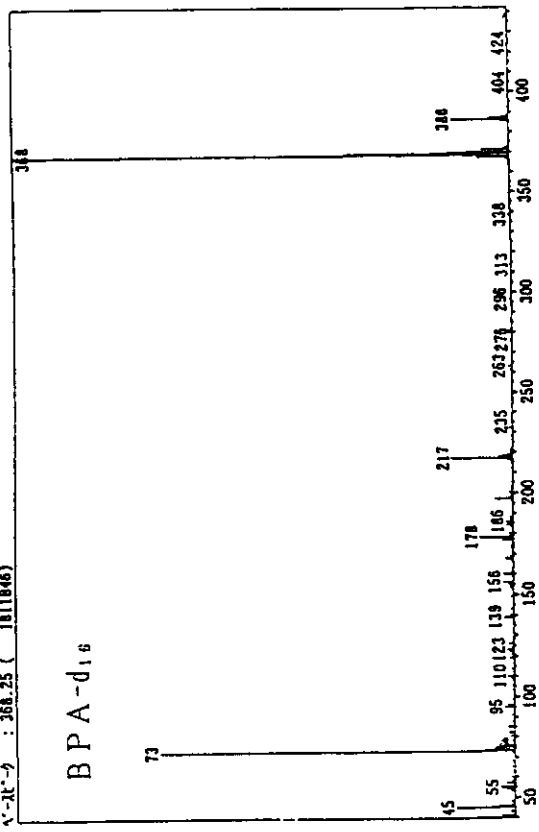
ID : 4 質量数 : 212.20
タイプ : Target
成分名 : ビレン-d10
保持時間 : 15.435
面積 : 845090

Fig.14 試薬ブランク

試験番号 : (1964 - 1967) 片ヶヶヶ : (1959 - 1962)
 試験機 : 213 保持時間 : (21.358 - 21.383)
 検出器 : 357.40 (832083)



試験番号 : (1954 - 1957) 片ヶヶヶ : (1949 - 1951)
 試験機 : 278 保持時間 : (21.275 - 21.300)
 検出器 : 368.25 (1811846)



試験番号 : (1990 - 1995) 片ヶヶヶ : (1881 - 1886)
 試験機 : 220 保持時間 : (20.742 - 20.783)
 検出器 : 212.20 (780132)

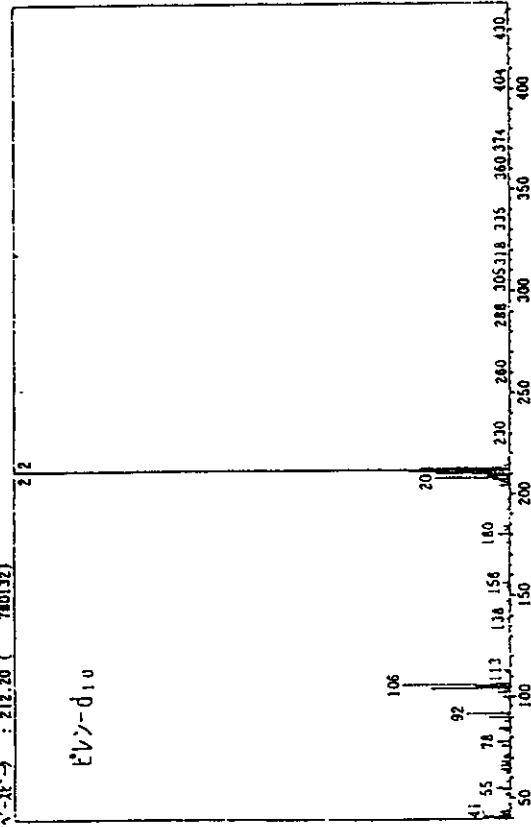


Fig.15 マススペクトル

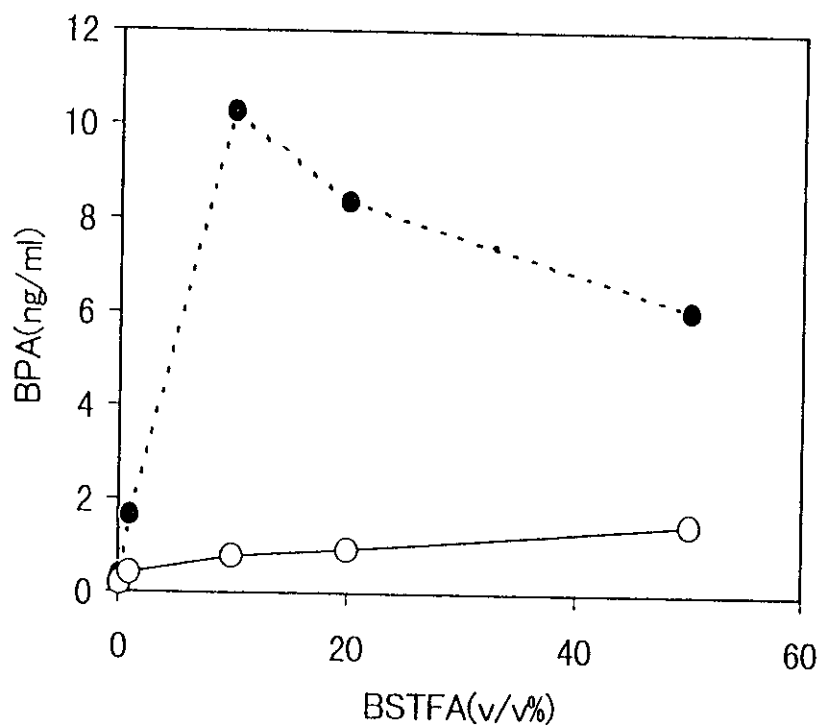
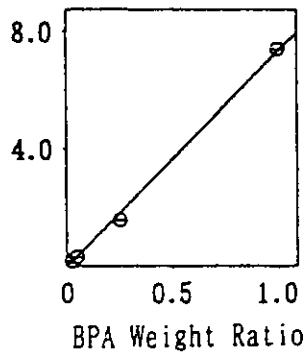


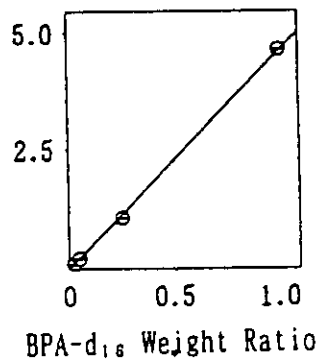
Fig.16 BSTFA 濃度と BPA ブランク

面積比 = 0.733787 * 重量比 寄与率 = 0.998746
 Area Ratio₁₀₋₁



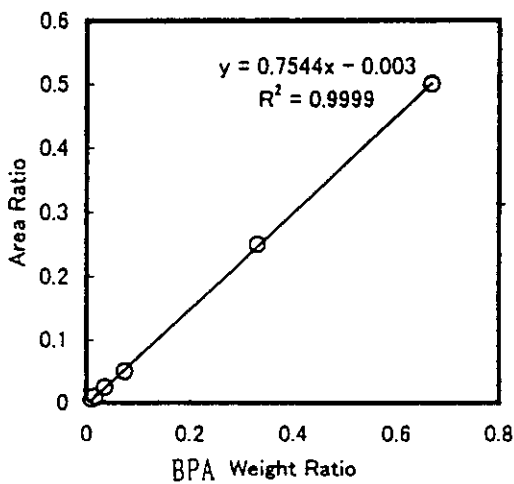
重量比	面積比
1	0.025
2	0.050
3	0.250
4	1.000

面積比 = 0.459977 * 重量比 寄与率 = 0.999693
 Area Ratio₁₀₋₁



重量比	面積比
1	0.025
2	0.050
3	0.250
4	1.000

Fig.17 BPA 及び BPA-d₁₆ の直線性



重量比	面積比
0.005	0.0107
0.01	0.01679
0.025	0.03568
0.05	0.0744
0.25	0.3315
0.5	0.6683

Fig.18 BPA 検量線