

装着したGC/MS（磁場型および四重極型）を用い、SIM法で行った。機関ごとの詳細な測定条件は、下記に記載した。

#### 機関A

ガスクロマトグラフ：HP5890 Series II  
(Hewlett® Packard 社製)  
検出器：5972 Series Mass Selective  
Detector (Hewlett® Packard 社製)  
インジェクター：7673 GC/SFC Injector  
及び 7673 Controller (Hewlett® Packard 社  
製)  
カラム：DB-5MS（内径 0.25 mm，長さ  
30 m，膜厚 0.25  $\mu$ m）（J&W Scientific 社  
製）  
ガードカラム：不活性化キャピラリー  
カラム（内径 0.25 mm，長さ 1 m）  
オープン温度：80°C (1 min)  $\rightarrow$  25°C/min  
 $\rightarrow$  150°C  $\rightarrow$  10°C/min  $\rightarrow$  300°C (6.2 min)  
注入口温度：250°C  
トランスファーライン温度：310°C  
キャリアーガス：ヘリウム  
注入時圧力プログラム：7.7 psi  $\rightarrow$  99  
psi/min  $\rightarrow$  40 psi (0.1 min)  $\rightarrow$  99 psi/min  $\rightarrow$   
7.7 psi（以後定流量モード，1  
mL/min）  
イオン化電圧：70 eV (EI モード)  
測定モード：SCAN（スキャン範囲：  
50-650 amu，スキャンスピード：1.2  
scans/sec），  
注入量：2  $\mu$ L（スプリットレス）  
測定法 SIM 法

モニターイオン：

m/z =605.1,315.0,331.0,169.0 (BPA)  
=616.2,321.0 (BPA-d<sub>16</sub>, カロゲート)

#### 機関B

使用機器 HP5890 II - JEOL  
Automass120 (System II)  
カラム HP-5MS 膜厚 0.5  $\mu$ m  $\phi$   
0.25mm  $\times$  30m  
測定法 SIM 法  
(m/z=169,303,315,331,407)  
注入口温度 280°C  
キャリアーガス：He  
オープン温度：60°C (1min)  $\rightarrow$  30°C  
/min  $\rightarrow$  130°C  $\rightarrow$  5°C/min  $\rightarrow$  240°C  $\rightarrow$  30  
°C/min  $\rightarrow$  300°C (8min)  
イオン源温度：210°C  
インターフェース温度：250°C  
注入量：HP6890 インジェクター  
1  $\mu$ L（スプリットレス）

#### 機関C

##### 測定条件 I

（試薬ブランク測定時使用）  
使用機器：HP5890-JEOL DX303（高感  
度検出器）  
カラム：DB-5MS 膜厚 0.25  $\mu$ m、  
0.25mm  $\phi$   $\times$  30m  
オープン温度：100°C (2min)  $\rightarrow$  25°C  
/min  $\rightarrow$  200°C  $\rightarrow$  5°C/min  $\rightarrow$  280°C  
(10min)  
注入口温度：250°C

キャリアーガス：He, 50kpa (100℃, 定圧モード)

注入方式：インジェクター (HP7673)

1 μl (スプリットレス)

イオン化電圧：70eV

測定法 SIM法

モニターイオン：

m/z =169, 315, 331 (BPA)

=169, 321 (BPA-d<sub>16</sub>, サロゲート)

=153 (フタル酸ジエチル-d<sub>4</sub>, シリンジスパイク)

イオン源温度：250℃

インターフェース温度 295℃

測定条件 II

( 試料測定時使用 )

使用機器：HP製GCD

( GC : HP5890 Series II )

カラム：DB-5MS 膜厚 0.25 μm、  
0.25mm φ × 30m

オープン温度：105℃ (2min) → 25℃  
/min → 200℃ → 5℃/min → 280℃  
(10min)

注入口温度：250℃

キャリアーガス：He, 0.5ml/min (定流量モード)

注入方式：マニュアル注入, 1 μl  
(スプリットレス)

イオン化電圧：70eV

イオン源温度：160℃

トランスファーライン温度 290℃

測定法: SIM法

モニターイオン：

m/z =169, 315, 331 (BPA)

=169, 321 (BPA-d<sub>16</sub>, サロゲート)

=153 (フタル酸ジエチル-d<sub>4</sub>, シリンジスパイク)

#### 4. 分析方法

抽出操作の開始直前にサロゲート化合物 (回収率のチェックと補正の目的で加える) として BPA-d<sub>16</sub>, 0.2 μg または 1 μg 添加後、図1 (機関A)、図2 (機関B) または図3-1, 3-2 (機関C) に示すフローシートに従ってクリーンアップ及び誘導体化を行った。試料はバターとチーズで5g、チョコレート10g、それ以外の食品では20gを採取した。

なおブドウ、パレショ等ではリン酸1mlを添加後抽出操作 (ホモジナイズ等) を開始した。その場合アセトンまたはMeOH抽出液のヘキサン洗浄操作を省略し、50% エーテル/ヘキサン抽出を行った。以降の操作は、他試料の場合と同様に行った。

#### C. 研究結果及び考察

##### 1. BPAのHFBA誘導体化反応

BPAのHFBA誘導体化は、既報<sup>1)</sup>で使用していた反応触媒をテトラエチルアミンからピリジンへ変更することにより、反応再現性が向上した。

また、得られたHFBA誘導体は冷蔵庫内保存で3日間は安定であったが、

4日目から徐々に減少が見られ、30日で約70%に、50日で約50%に減少した。

## 2. BPA-HFBA誘導体のGC/MS上での感度について

BPA-HFBA誘導体の検出限界(S/N=3)は測定装置及び測定条件に依存しており、0.2~8ngの範囲にあった。試料20g採取時には検出限界値=0.4ng/g以下となり、いずれの測定条件でも高感度分析が可能であった。

## 3. 試験溶液の調製

### ①抽出時(細砕過程)でのリン酸添加

機関Cにおいて、各種試料を図3のフローシートに従って分析し、サロゲートとして添加したBPA-d<sub>16</sub>の回収率を求めたところ、大半の食品についてはほぼ良好な回収率を示した。しかし、ブドウ(品種:ネオマスカット)では5%以下の値であった。微量

(0.2μg)のBPA-d<sub>16</sub>が、ブドウ中の成分の働きでほぼ完全に分解されたと考えられる。

機関Aにおいても、ばれいしょ、りんご、ぶどう等の分析時に、サロゲートとして添加したBPA-d<sub>16</sub>の回収率が低かった。そこで、各種の野菜・果実にリン酸を添加してホモジナイズしBPA-d<sub>16</sub>の回収率を検討したところ、リン酸無添加に比べて回収率が著しく改善された(表5)。このこと

からBPAは作物成分によって分解されると考えられる。そこで、以降に調査した精白米、弁当及びスイートコーン以外の缶詰はリン酸を添加して抽出又はホモジナイズを行った。

### ②エチルエーテル中の過酸化物による微量BPAの分解

BPAは、残留農薬試験用エチルエーテル中に微量存在する過酸化物(量は、ロットまたは保存期間等により変動する)によって容易に分解・消失する(図4)。この分解は、エチルエーテル中の過酸化物を前もって除去する<sup>1)</sup>ことによって防止できた。また新たに購入した1000倍濃縮検定品は、大抵の場合過酸化物含量が少なく、そのまま使用可能であった。いずれの場合も、試料溶液の乾固時間は最少にとどめる必要があった。

### ③n-ヘキサン洗浄及びC<sub>18</sub>カラムによる精製操作の省略

ヘキサンによる洗浄操作は、主として脂肪分の除去のために行う。従って、果実等の場合には本操作は省略可能であった。

C<sub>18</sub>カラムは、主に高級脂肪酸の除去目的で使用しているため、果実等では同様に省略できる。しかしハウレンソウのようにPSAカラムのみでは色素除去が不十分な試料では、C<sub>18</sub>による追加精製は脱色に効果的である。またジャガイモでは、C<sub>18</sub>カラムを追加

することで、BPA-HFBAピーク以降に（PSAのみによるクリーンアップの場合）長時間溶出する妨害ピーク群を除去することができた。

#### 4. ブランク値の低減化と再現性及び検出限界値

BPAは、プラスチック製実験器具（PSA・C<sub>18</sub>の容器など）、蒸留水、駒込ピペットのゴムキャップ等にも含まれているため、高感度分析を達成するには、実験器具を効率的かつ再現性良く洗浄する必要がある。主たる留意点は下記の通りである。

i. 10%食塩水は、50%エーテル/ヘキサンで洗浄し、水層に残る有機溶媒は減圧留去後使用に供した。

ii. カートリッジカラムは、プラスチック製のシリンジ部がないJrタイプまたはplusタイプの使用を優先し、シリンジタイプを使用する場合にも、コンディショニングを再現性良く、かつ充分に行うよう留意した。

iii. 試薬類の微量採取時には、プラスチック製チップは使用せず、ガラス製マイクロシリンジ及びピペットを採用した。

全操作を通してのブランク値（n = 3 ~ 12）は、試料 20g 中濃度に換算して3機関で 0.08 ~ 0.34ng/g の範囲にあった。

検出限界値は3機関それぞれのブランク値及びその標準偏差を考慮して、

0.4 ~ 1.0ng/g（試料 20g）の幅を持たせて設定し、分析結果を表示することとした（表7）。

#### 5. 添加回収実験結果

バレイショ 20g に対しBPAとBPA-d<sub>16</sub>を各々 0.2 μg 添加し、回収実験を行ったところ、両者間で差異は見いだされなかった。そこで各種食品の実態調査に際してはサロゲート化合物としてBPA-d<sub>16</sub>を添加し、回収率を調べた。表6-1, 6-2, 6-3に機関A、B及びCの添加回収実験結果を示したが、概ね良好な値が得られた。なおチーズでは、試料量を2g程度に減らす必要があると考えられる。

#### 6. 実態調査結果

BPAは、缶詰内面（フタ内面も含む）の代表的コーティング剤である塩化ビニル樹脂には安定剤としてまたエポキシ樹脂には原材料として使用されている。缶詰は、高温・高圧による殺菌過程を経由することから、BPAが充填された食品に移行することが指摘されており、Brotonら<sup>7)</sup>は野菜水煮缶から1缶あたりND ~ 22.9 μg、Bilesら<sup>8)</sup>は缶入り乳児用調製濃縮液から0.1 ~ 13.2ppb、河村ら<sup>9)</sup>は缶入りコーヒー・紅茶・茶飲料から3.3 ~ 213 ng/mlの検出を報告している。また瀧野<sup>10)</sup>らは魚肉・畜肉缶詰7種類各1個について調査を行い、ND ~ 319ng/gのBPAを検出している。一方、その他

の食品についてはほとんど報告が見あたらない。

本研究においては加工食品から生鮮食品にわたる各種食品、計 222 検体について B P A 含有量を調査し、その結果を表 7 に一括して示した。

缶詰については、その内容を問わず調査したすべての検体から痕跡量～602ng/g の B P A を検出した。その内訳は、ツナ 6 検体 9～192ng/g、コーン 9 検体 4～75ng/g、コンビーフ 6 検体 17～602ng/g、果物 4 検体 痕跡量～7ng/g、豆類 3 検体 5～26ng/g、鶏肉 1 検体 212ng/g 等であった。

その他の加工食品では、レトルトパック（トマトペースト）1 検体から 86 ng/g、フリーズドライスープ（豚汁）1 検体から 11 ng/g の B P A が検出された。

我々は調理済み食品を含めて多種類の加工食品を利用していることから、今後更に対象食品を増やして B P A の実態調査をする必要がある。

なお缶詰及びレトルト食品では、B P A 以外にもエポキシ樹脂モノマーであるビスフェノール A ジグリシジルエーテル（B A D G E）及びその関連化合物が、かなり高い濃度かつ検出率での溶出が報告されている<sup>12-13)</sup>。B P A と B A D G E の缶詰食品内での相互作用等の解明も今後の課題であろう。

生鮮魚介類及び肉類では 25 検体中

8 検体から痕跡量～31 ng/g の B P A が検出された。キングサーモン 1 の分析時に得られた S I M クロマトグラムの一例を図 5 に示した。今回調べた魚介類は 1 例を除き海産であるが、環境庁が 1998 年夏期に実施した海水調査においても B P A による汚染が報告されていることから、今後とも実態調査を継続する必要があるだろう。

乳製品ではバター 10 検体中 2 検体（国産）から 9～11 ng/g の B P A が検出されている。野菜、果実、精白米からは検出されなかった。

本調査から考察すると、一般的には生鮮食品の B P A 汚染濃度は低いと推定される。また、市販弁当からはほとんど検出されなかったことから、フタル酸エステル類に見られるような調理過程での汚染の程度は低いものと考えられる。

今回検出された B P A 濃度について、どの程度の健康影響があり得るかについて述べる。我が国においては、B P A の許容摂取量は設定されていない。一方、米国環境保護庁 (EPA)<sup>14)</sup> は経口摂取時の B P A の Reference Dose (RfD) を 0.05mg/kg body weight/day としている。この値は B P A のラットに対する発癌性から National Toxicology Program (NTP) により 1982 年に設定された。RfD は ADI と同等のものと考えられる。今回 602ng/g の検出量最高値を示したコン

ビーフ缶詰（内容量 100g）一缶中の B P A 量は 60.2  $\mu$  g、体重 50kg のヒトの RfD に対する比は約 2.4%であり、摂取によってただちに健康影響があるとは考えられない。なお、B P A の内分泌かく乱作用に基づいた許容摂取量は国際的に未だ設定されていない。

今後は種々の食品による B P A 汚染を総合的に評価する目的で、デザート等を含めた 1 日摂取量を早期に測定する予定である。

#### D. 結論

1. 食品中の B P A はサロゲートとして B P A-d<sub>18</sub> 添加後アセトンまたは Me O H で抽出、ヘキサン洗浄後 50% エーテル/ヘキサン抽出し、P S A カラム及び/または C<sub>18</sub> カラムでクリーンアップし、ヘプタフルオロ酪酸で誘導体化ののち、G C / M S ( S I M ) で定量する汎用性のある高感度分析法を確立した。本法により、従来ほとんど報告例の見られない 1 ng/g 以下のレベルの B P A 検出が可能となった。

2. 加工食品・生鮮食品等 222 検体を分析したところ、65 検体から B P A が検出された。

缶詰では調査した 33 検体すべてから痕跡量～602 ng/g の B P A が検出された。生鮮魚介類では 52 検体中 14 検体から B P A が検出され、2 検体では 10 ng/g を越えるレベル（最高値：31

ng/g）であったが、検出濃度・頻度ともに缶詰より低かった。肉類では 30 検体中 8 検体から痕跡量～25 ng/g、乳製品では国産バター 2 検体から 9～11 ng/g の B P A が検出された。野菜・果実・精白米からは検出されなかった（0 / 71 検体）。

3. コンビニ弁当からの検出濃度は、痕跡量～2 ng/g（3 / 6 検体）であった。

4. 最高検出量(602ng/g)を示したコンビーフ缶詰一缶中の B P A 量は、米国 EPA が設定している RfD（体重 50kg のヒト）に対して約 2.4%であり、摂取によってただちに健康影響があるとは考えられない。

#### E. 参考文献

- 1) 佐々木久美子,高附 巧,根本 了,今中雅章,衛藤修一,村上恵美子,豊田正武 :食衛誌,40(6),460-472,1999.
- 2) Keith,L.H., "ENVIRONMENTAL ENDOCRINE DISRUPTORS", New York,Wiley Inter-science,1997,p.261-270. (ISBN 0-471-19126-4)
- 3) 堀江正一,ポリカーボネート製容器等からのビスフェノール A の溶出について,平成 11 年度食品化学講習会,厚生省食品化学課, 1999,p.11-21
- 4) Dodds,E.C.,Lawson,W.: Proc. Roy. Soc. B 125, 222-232,1938.
- 5) Krishnan,A.V., Stathis,P., Permuth,S.F.,

- Tokens,L., Feldman,D.: *Endocrinology*, **132**, 2279-2286,1993.
- 6) Nagel,S.C., vom Saal,F.S., Thayer,K.A., Dhar,M.G.,Boechler,M.,Welshons,W.V. : *Environ.Health Perspect*, **105**, 70-76,1997.
- 7) Brotons,J.A., Olea-Serrano,M.F., Vi-llalobos, M., Pedraza, V.,Olea,N.: *Environ. Health Perspect*.**103**, 608-612,1995.
- 8) Biles,J.E.,McNeal,T.P.,Begley,T.H.,: *J.Agric.Food Chem.* **45**, 4697-4700,1997.
- 9) 河村葉子,佐野比呂美,山田隆 : *食衛誌*,**40** (2), 158-165,1999.
- 10) 瀧野昭彦,津田泰三,小嶋美穂子,原田浩之,村木一枝,和田稔 : *食衛誌*,**40** (4), 325-333,1999.
- 11) 日本薬学会, ” 衛生試験法・注解 2000” ,東京,金原出版,2000,p.198. (ISBN 4-307-47033-8)
- 12) 植松洋子 : *食衛誌*, **40** (4), J309 - J314, 1999.
- 13) 植松洋子,平田恵子,飯田憲司,齋藤和夫 : *食衛誌*, **41** (1), 23-29,2000.
- 14) U.S.EPA, "IRIS Substance file-Bisphenol A" (1998)

表2. 食品中のBPA汚染実態調査検体明細表(機関A)

検体番号	試料名	No.	購入店	産地、品種等 *	包装形態
1	精白米	1	—	あきたこまち	—
2	精白米	2	—	—	—
3	精白米	3	Oスーパー	新潟産 こしひかり	ポリ袋
4	ばれいしょ	1	Bスーパー	北海道産 男爵	ネット
5	ばれいしょ	2	Bスーパー	鹿児島産 メーカー	ポリ袋
6	ばれいしょ	3	Oスーパー	三方原	ポリ袋
7	もやし	1	Bスーパー	完全無農薬有機	ポリ袋
8	もやし	2	Oスーパー	茨城県	ポリ袋
9	もやし	3	Oスーパー	駒ヶ根 無添加 無漂白	ポリ袋
10	ほうれんそう	1	Bスーパー	埼玉県 無農薬水耕栽培	ポリ袋
11	ほうれんそう	2	八百屋N	長野県	ポリ袋
12	ほうれんそう	3	Oスーパー	群馬県	ポリ袋
13	ぶどう	1	Oスーパー	大阪産 巨峰	パック&ラップ
14	ぶどう	2	Fスーパー	甲斐路	パック&ラップ
15	ぶどう	3	Fスーパー	ネオマスカット	パック&ラップ
16	ブロッコリー	1	—	—	—
17	ブロッコリー	2	Oスーパー	輸入品	無包装
18	ブロッコリー	3	八百屋G	国産	無包装
19	大葉	1	Oスーパー	—	無包装
20	大葉	2	マルカ食品	国産 減農薬 減化学肥料	蓋付トレイ
21	大葉	3	Bスーパー	—	トレイ&ラップ
22	りんご	1	Bスーパー	津軽あかね	ネット
23	りんご	2	Tスーパー	長野県産 サン津軽	無包装
24	りんご	3	Fスーパー	岩手県産 サン津軽	無包装
25	豚挽肉	1	Oスーパー	—	トレイ&ラップ
26	豚挽肉	2	Fスーパー	国産	トレイ&ラップ
27	鶏挽肉	1	Oスーパー	国産	トレイ&ラップ
28	鶏挽肉	2	Fスーパー	国産	トレイ&ラップ
29	牛挽肉	1	Oスーパー	—	トレイ&ラップ
30	牛挽肉	2	Fスーパー	—	トレイ&ラップ
31	豚レバー	1	Sスーパー	—	トレイ&ラップ
32	豚レバー	2	Bスーパー	国産	トレイ&ラップ
33	鶏レバー	1	Sスーパー	国産	トレイ&ラップ
34	牛レバー	1	Bスーパー	国産	トレイ&ラップ
35	あじ(開き)	1	Oスーパー	フライ用	トレイ&ラップ
36	あじ(開き)	2	Oスーパー	フライ用	トレイ&ラップ
37	あじ(開き)	3	Oスーパー	フライ用	トレイ&ラップ
38	さわら(切り身)	1	Oスーパー	—	トレイ&ラップ
39	秋鮭(切り身)	1	Oスーパー	—	トレイ&ラップ
42	いなだ	1	Oスーパー	刺身用サク	トレイ&ラップ
43	あじ内臓	1	Sスーパー	—	トレイ&ラップ



検体 番号	試料名	No.	購入店	産地、品種等 *	包装形態
44	バター	1	—	メーカーA	箱入り
45	バター	2	—	メーカーB	箱入り
46	バター	3	—	メーカーC	箱入り
47	バター	4	Bスーパー	メーカーA	箱入り
48	バター	5	Bスーパー	メーカーD	箱入り
49	バター	6	Bスーパー	メーカーC	箱入り
50	牛乳	1	Bスーパー	メーカーA	紙パック
51	牛乳	2	Bスーパー	メーカーB	紙パック
52	牛乳(加工乳)	3	Bスーパー	メーカーC	紙パック
53	コーン缶詰	1	Bスーパー	米国(ｸﾘｰﾑ)メーカーA 010827	缶詰
54	コーン缶詰	2	Tスーパー	米国(ｸﾘｰﾑ)メーカーB 010930	缶詰
55	コーン缶詰	3	Fスーパー	米国(ｸﾘｰﾑ)メーカーC 010908	缶詰
56	コーン缶詰	4	Tスーパー	国産(ｸﾘｰﾑ)メーカーD 010914	缶詰 フォルトツフ°
57	コーン缶詰	5	Bスーパー	米国(ｸﾘｰﾑ)メーカーA 010820	缶詰
58	コーン缶詰	6	Bスーパー	国産(ｸﾘｰﾑ)メーカーD 2002/07/31	缶詰 フォルトツフ°
59	コーン缶詰	7	Oスーパー	国産(ｸﾘｰﾑ)メーカーD 2002/07/29	缶詰 フォルトツフ°
60	黄桃缶詰	1	Fスーパー	南アフリカ 020226	缶詰
61	アスパラガス缶詰	1	Oスーパー	中国 000717	缶詰
62	みかん缶詰	1	Bスーパー	国産 メーカーE 020608	缶詰
63	マッシュルーム缶詰	1	Oスーパー	メーカーD 製造(中国)020125	缶詰
64	ひよこ豆缶詰	1	Oスーパー	メーカーF 020828	缶詰 フォルトツフ°
65	杏仁豆腐缶詰	1	Pスーパー	メーカーD 果実入り 010104	缶詰 フォルトツフ°
66	チョコレート	1	コンビニR	メーカーA	紙トレイ&アルミ
67	チョコレート	2	コンビニR	メーカーB	アルミ
68	チョコレート	3	コンビニR	メーカーC	紙トレイ&アルミ
69	チョコレート	4	コンビニR	メーカーD	紙トレイ&アルミ
70	チョコレート	5	Bスーパー	メーカーE	紙トレイ&アルミ
71	カレールー	1	Bスーパー	—	プラスチック
72	弁当	1	コンビニR	しゅうまい弁当	プラスチック弁当箱
73	弁当	2	コンビニR	ミックスフライ弁当	プラスチック弁当箱
74	弁当	3	コンビニS	鮭弁当	プラスチック弁当箱
75	弁当	4	コンビニS	ちらし	プラスチック弁当箱
76	弁当	5	コンビニA	チキンライス	プラスチック弁当箱
77	弁当	6	コンビニA	助六	プラスチック弁当箱

\* : メーカー名は食品毎に記号を設定した。

表3-1 食品中のBPA汚染実態調査検体明細表(機関B)

No.	品名	月/日/年	内容一覧	包装形態	コメント
1	缶詰 コンビーフ	1/19/99	牛肉100%	缶詰	
2		2/1/20/99	牛肉100%	"	
3		3/1/20/99	牛肉・馬肉	"	
4		4/1/20/99	牛肉100%	"	
5		5/1/20/99	牛肉・馬肉	"	
6	畜産物 豚肉	1/19/99	バラ	ポリ袋	量り売り
7		2/1/19/99	ミンチ	"	"
8		3/1/19/99	細切れ	"	"
9		4/1/19/99	スライス	トレー	
10		5/1/19/99	モモ	"	
11	牛肉	1/19/99	細切れ	ポリ袋	量り売り
12		2/21/00	ミンチ	トレー	
13		3/1/19/99	スライス	ポリ袋	量り売り
14		4/1/19/99	カルビ	トレー	アメリカ産
15		5/1/19/99	モモ	"	オーストラリア産
16	鶏肉	1/19/99	胸	ポリ袋	量り売り
17		2/1/19/99	ミンチ	ポリ袋	"
18		3/1/19/99	モモ	"	"
19		4/1/19/99	モモ	トレー	
20		5/1/19/99	モモ	トレー	
21	レバー	1/19/99	豚	ポリ袋	量り売り
22		2/1/19/99	牛	"	"
23		3/1/20/99	牛	"	"
24		4/1/20/99	牛	トレー	
25		5/1/20/99	豚	"	
26	水産物 近海魚	2/21/00	あじ	ポリ袋	店頭ばら売り
27		2/1/19/99	カナトフグ	"	"
28		3/1/19/99	太刀魚	トレー	
29		4/1/20/99	サワラ	"	
30		5/2/21/00	カレイ	トレー	
31	養殖魚	1/19/99	鯛	ポリ袋	店頭ばら売り
32		2/1/19/99	ハマチ	"	"
33		3/1/19/99	あじ	トレー	
34		4/1/19/99	鯛	"	
35		5/1/19/99	ぶり	トレー	
36	遠洋魚	1/19/99	鰯	ポリ袋	店頭ばら売り
37		2/1/19/99	鯖	"	"
38		3/1/19/99	鮭	トレー	
39		4/1/20/99	まぐろ	"	
40		5/1/20/99	エソ	トレー	
41	養殖カキ	1/19/99	南水産	チューブ	
42		2/1/19/99	吉本満	チューブ	
43		3/1/19/99	柏水産	チューブ	
44		4/1/20/99		チューブ	
45		5/1/20/99		パットレー	
46	野菜 バレイショ	1/19/99	メークイン	袋売り	
47		2/1/19/99	メークイン	籠売り	
48		3/1/19/99	男爵	袋売り	
49	ほうれん草	1/19/99		籠売り	
50		2/1/19/99		"	
51		3/1/19/99		"	
52	ブロッコリ	12/16/00		"	
53		2/1/19/99		"	
54		3/1/19/99		"	

No.	品名	月/日/年	内容一覧	包装形態	コメント
55	モヤシ	1/2/16/00	根切り	袋	
56		2/2/16/00	"	"	
57		3/2/16/00		"	
58	おおば	1/2/16/00		パック	
59		2/2/16/00		パック・袋	
60		3/2/16/00		パック・袋	
61	果実 リンゴ	1/1/19/99	王林	籠売り	
62		2/2/16/00	ショコレート	"	
63		3/1/19/99	"	"	
64	ブドウ	1/9/7/99	巨峰	トレー	
65		2/9/7/99	種なしハリーA	"	
66		3/9/7/99	マスカット	"	
67	イチゴ	1/1/19/99	とよのか	トレー	
68		2/1/19/99	とよのか 小	"	
69		3/1/19/99	とよのか 大	"	

表3-2 平成11年度新規購入検査品目(機関B)

No.	品名	月/日/年	内容一覧	包装形態	コメント
1	トマトペースト	2/16/00	濃縮トマト	レトルト	
2	ドライパック大豆	2/16/00	大豆	缶詰	
3	ドライパックレドキトニー	2/16/00	キトニービーンズ	"	
4	コンビーフ	2/16/00	牛肉100%	"	
5	シーチキン	2/16/00	ピンナガマグロ油漬け	"	
6	ウインナー	2/16/00	豚肉	"	
7	チキン	2/16/00	ささみ野菜スープ漬	"	
8	シーチキンマイルド	2/16/00	かつお水煮	"	
9	スイートコーン	2/16/00	ホールカーネル	"	
10	"	2/16/00	クリームスタイル	"	
11	豚汁	2/21/00	フリーストライスープ	防湿アルミ*	
12	厚切りパイ	2/21/00	パイナップルシラップ漬	缶詰	

\*材質はポリエチレン、ポリエチレンテレフタレート、アルミからなる。

の部分は保存状態不良のため、再購入したもの。

表4. 食品中のBPA汚染実態調査検体明細表(機関C)

No.	品名	購入場所	産地	会社名	年月	内容一覧	包装形態
1	缶詰 ツナ	1 スーパー-H-S店	静岡県	A7-ス(株)	10.11.27	マグロ油漬	缶詰
2		2 スーパー-H-S店	静岡県	A7-ス(株)	10.11.27	マグロ油漬	
3		3 スーパー-H-S店	静岡県	A7-ス(株)	10.11.27	マグロ油漬	
4		4 スーパー-D-O店	神戸市	B7-ス(株)	11.1.21	マグロ油漬	
5		5 スーパー-D-O店	静岡県	C7-ス(株)	11.11.6	マグロ油漬	
6	乳製品バター	1 スーパー-D-O店	札幌市	A乳業(株)	11.1.21	有塩	箱
7		2 スーパー-H-S店	帯広市	B乳業(株)	11.1.21	有塩	
8		3 スーパー-H-S店	岡山県	C酪農農協	11.1.21	有塩	
9		4 スーパー-D-O店	北海道	D乳業(株)	11.1.21	有塩	
10		5 スーパー-D-O店	北海道	E乳業(株)	11.1.21	有塩	
11	乳製品チーズ	1 スーパー-H-S店	東京都	B乳業(株)	11.1.21	スライスス	ビニール袋
12		2 スーパー-H-S店	東京都	B乳業(株)	11.1.21	スライスス	
13		3 スーパー-H-S店	兵庫県	A乳業(株)	11.1.21	スライスス	
14		4 スーパー-H-S店	兵庫県	A乳業(株)	11.1.21	スライスス	
15		5 スーパー-H-S店	兵庫県	A乳業(株)	11.1.21	6Pチーズ	
16	乳製品牛乳	1 スーパー-M-S店	北海道	F酪農公社	12.1.7	3.7牛乳	紙パック
17		2 スーパー-M-S店	岡山県	G乳業	12.1.7	3.5牛乳	
18		3 EHS		H乳業(株)	12.1.7		
19	水産物近海魚	スーパー-H-S店	瀬戸内海		9.12.2	ゲタ	無包装
20			瀬戸内海		7.10.31	カレー	
21					11.3.3	ワカサギ	
22			瀬戸内海		10.7.1	カレー	
23			瀬戸内海		11.1.21	カレー	
24	水産物養殖魚		瀬戸内海		7.7.27	タイ	無包装
25			瀬戸内海		7.8.30	タイ	
26			瀬戸内海		9.1.13	タイ	
27			瀬戸内海		9.12.9	タイ	
28			瀬戸内海		9.12.12	タイ	
29			瀬戸内海		11.1.21	タイ	
30			瀬戸内海		11.1.21	タイ	
31			真庭郡		10.10.14	コイ	
32	水産物遠洋魚	1 PS店	チリ		11.10.18	アランティックサモン	無包装
33		2 PS店	ルウエー		11.8.11	キングサモン	
34		3 スーパー-H-S店			11.1.27	キングサモン	
35		4 スーパー-H-S店	チリ		11.1.27	キングサモン	
36		5 スーパー-M-S店	アラスカ		11.3.3	キングサモン	
37		6 スーパー-M-S店	ルウエー		11.11.15	アランティックサモン	
38		7 PS店	オーストラリア		11.11.15	キングサモン	
39	養殖カキ	1 スーパー-O店	国産		11.1.7		チューブ
40		2 PS店	国産		11.1.17		
41		3	国産		11.1.21		
42		4	国産		11.1.21		
43		5	国産		10.10.14		
44	精白米		邑久町		10.9.10	あけぼの	ポリ袋
45			岡山市		10.12.3	あけぼの	
46			福井県		11.1.17	こしひかり	
47	野菜ハレシヨ		邑久町		10.9.8	赤ハレ	ポリ袋
48			帯広		10.9.8	マイクーン	
49			長崎県		10.9.8	男爵いも	
50	ホレンソウ		加茂川町		10.12.3		ポリ袋
51			岡山県		10.12.3		
52	フロッピー		熊本県		10.12.3		ポリ袋
53			鳥取県		10.12.22		

	品名	購入場所	産地	会社名	年月	内容一覧	包装形態
54	モヤシ	1 ス-ハ°-M-S店	大分県 岡山市 倉敷市	I 商店(株) J 商店 K 商店	10. 10. 29	緑豆	袋入り
55		2 PS店			10. 10. 29	無漂白	袋入り
56		3 ス-ハ°-H-S店			10. 10. 29	無漂白	袋入り
57	オオバ	1 ス-ハ°-O店			11. 1.		トレー
58	リンゴ	1 ス-ハ°-O店			11. 1. 7	フジ	ポリ袋
59		2 ス-ハ°-O店			11. 1. 7	ジョウゴ-木	ポリ袋
60		3 ス-ハ°-O店			11. 1. 24	王林	ポリ袋
61	ブドウ	1 AS	山陽町 岡山市 勝央町		10. 9. 3	ニューベリー-A	パック
62		2 ス-ハ°-M-S店			10. 9. 3	材マスカット	パック
63		3			10. 9. 9	ニューベリー-A	パック
64	イチゴ	1 ス-ハ°-O店	熊本県 佐賀県 佐賀県		11. 1. 7		パック
65		2 ス-ハ°-H-S店			11. 1. 27	とよのか	パック
66		3 ス-ハ°-M-S店			11. 1. 29	とよのか	パック

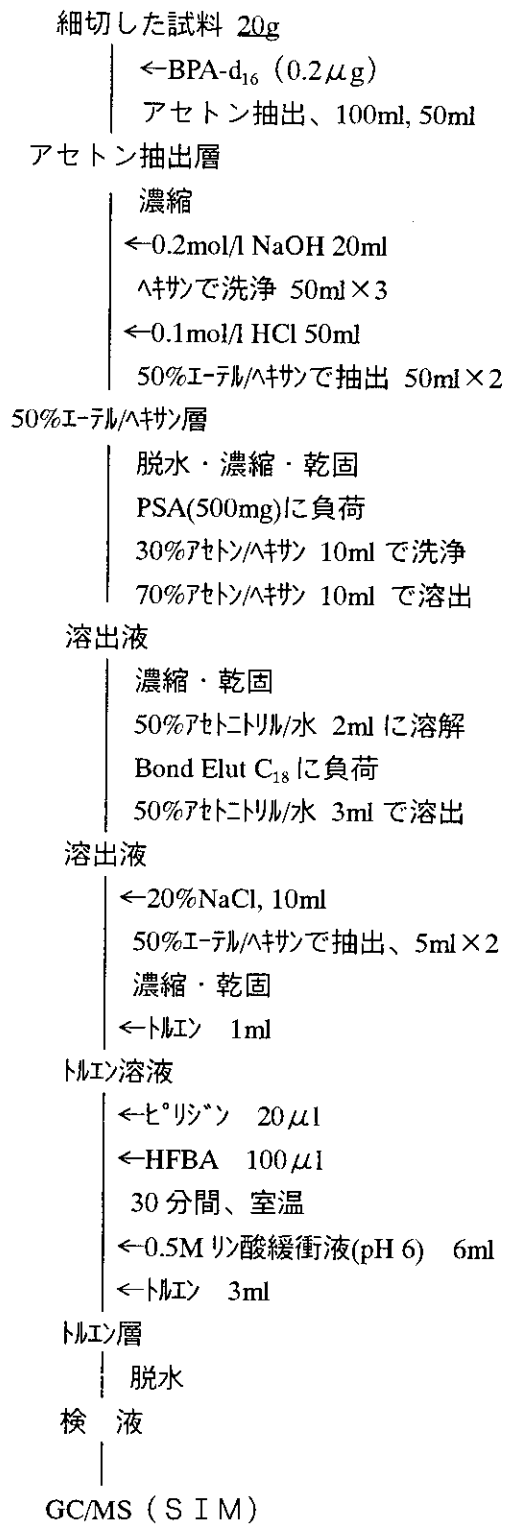


図1. BPA分析法フローシート (機関A)

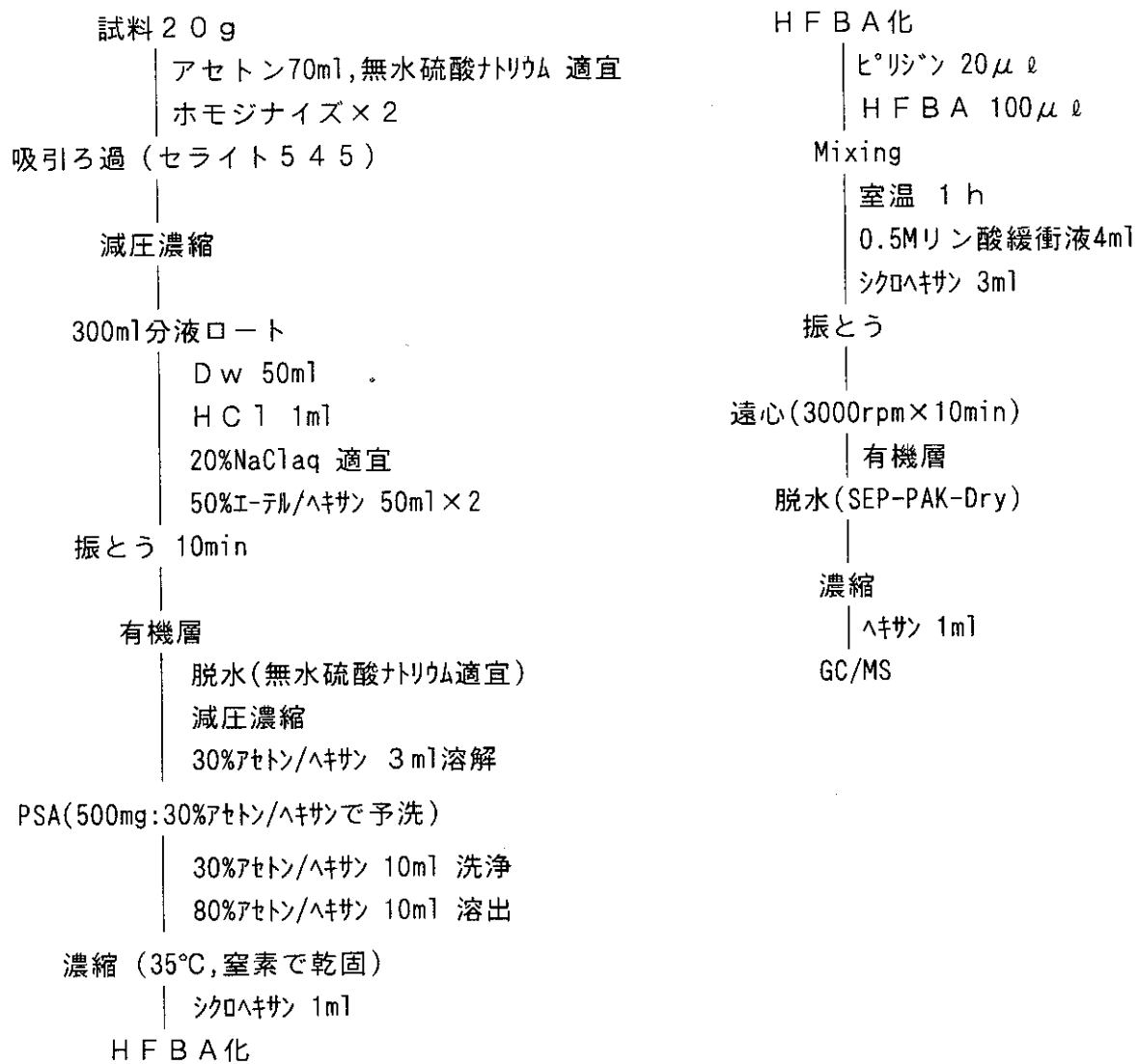


図2. BPA分析法フローシート (機関B)

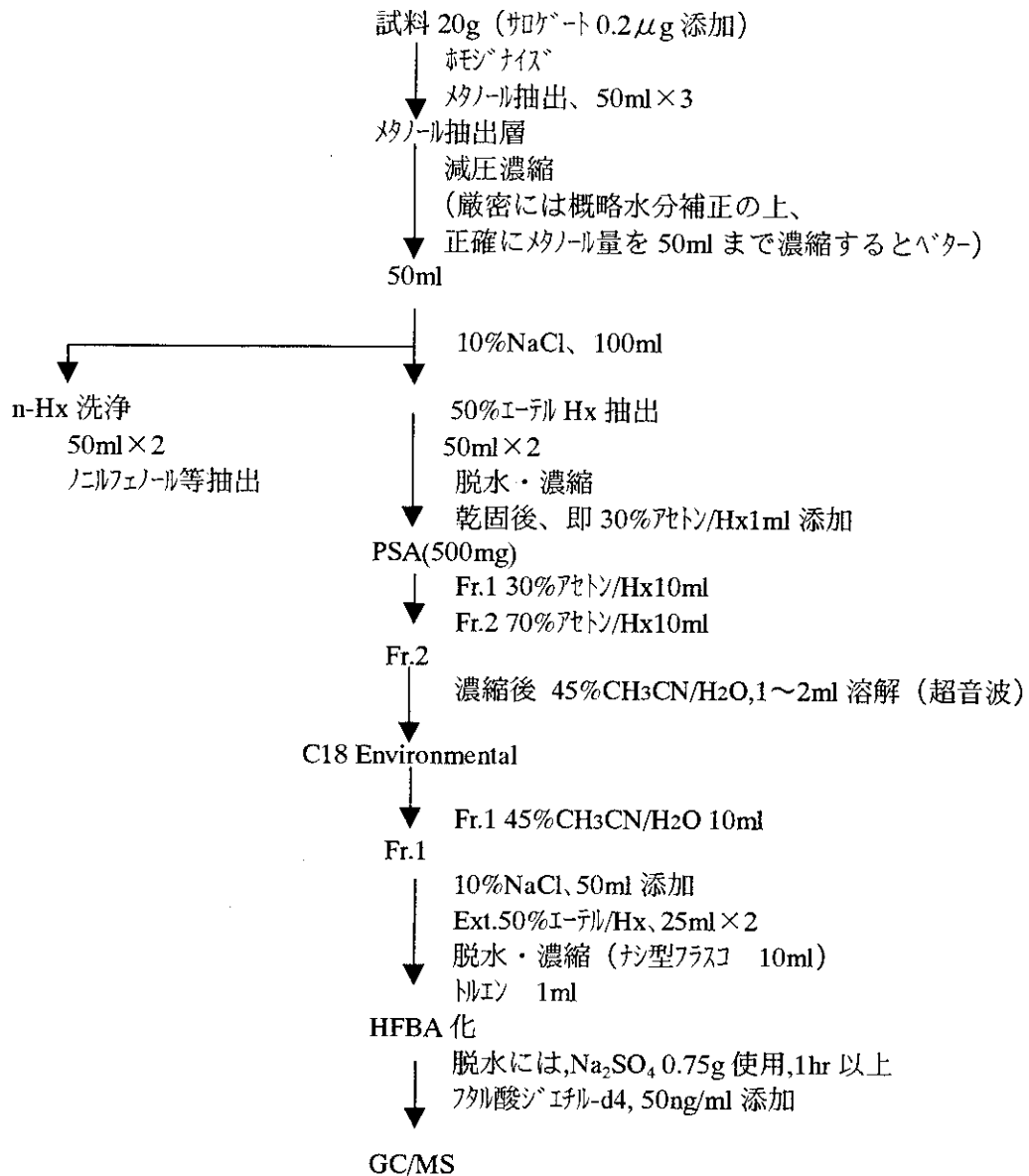


図 3-1. BPA分析法フローシート (機関C)

- 注
- 1) エーテルは過酸化物の少ないものを使用すること。  
微量のビスフェノールAは、過酸化物により容易に消失するため。
  - 2) PSA,C18 Environmental 等は,BPA によって汚染されているので、  
コンディションングを再現性良く実施して、ブランク値が一致するように努める。
  - 3) 10%NaCl は,50%エーテル/Hx で 3 回洗浄,エーテルを減圧留去して使用。
  - 4) プラスチック製注射筒からは BPA が溶出するので,ガラス製使用のこと。
  - 5) 試料によっては(ブドウ等),抽出時リン酸添加の必要あり。
  - 6) Varian 社 PSA コンディションング : アセトン,20ml, 30%アセトン/ヘキサン,10ml  
Waters 社 C18Environmental コンディションング : アセトニトリル,10ml, 45%CH<sub>3</sub>CN/H<sub>2</sub>O 10ml



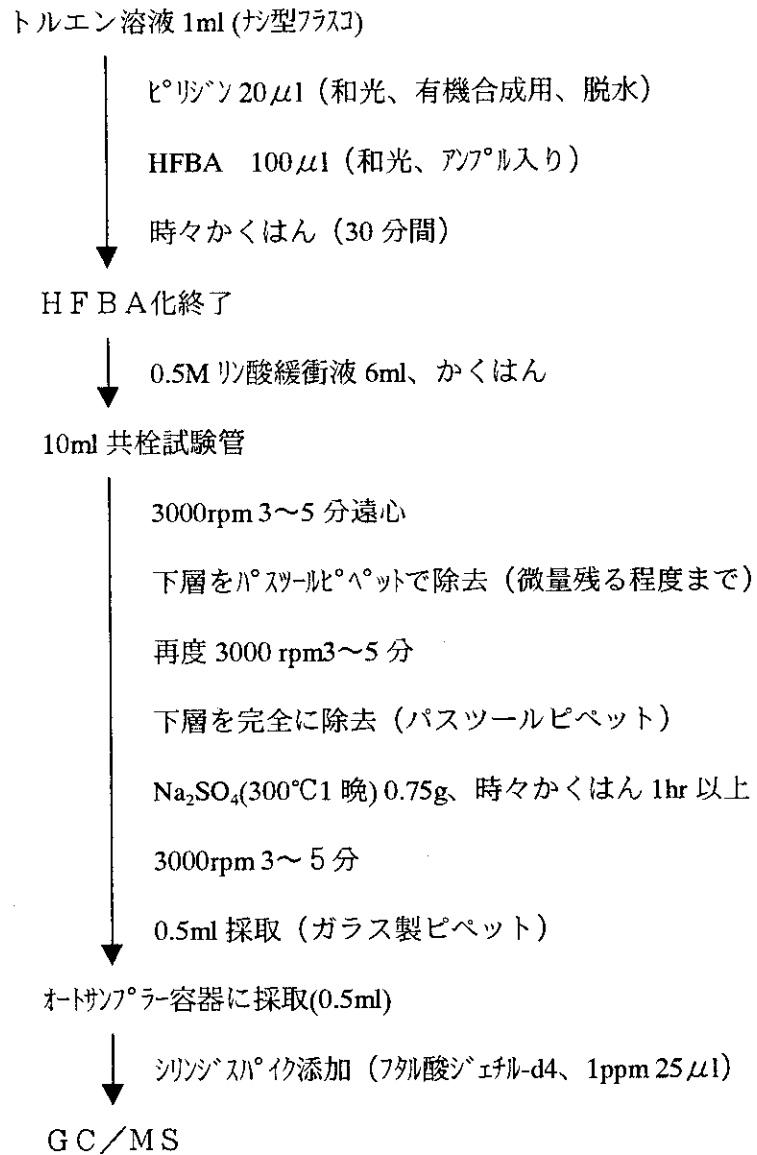


図 3 - 2 . H F B A 化 フ ロー シ ー ト (機 関 C)

表5 BPA-d<sub>16</sub>の回収率に対するリン酸添加の影響

試料	H <sub>3</sub> PO <sub>4</sub>	n	BPA-d <sub>16</sub> の回収率(%)					
			No.1	No.2	No.3	Mean	SD	RSD
ばれいしょ	-	2	1.5	2.4		1.9	0.6	31
	+	2	90.6	91.4		91.0	0.6	0.7
りんご	-	2	42.6	31.1		36.8	8.1	22
	+	2	97.6	100.0		98.8	1.7	1.7
ブロッコリー	-	2	60.7	66.4		63.6	4.0	6.3
	+	2	101.0	90.7		95.8	7.3	7.6
もやし	-	2	82.3	64.0		73.1	12.9	18
	+	2	101.2	93.7		97.5	5.4	5.5
ほうれんそう	-	2	91.9	89.8		90.9	1.5	1.6
	+	2	104.1	94.3		99.2	7.0	7.1
ぶどう	-	2	94.8	92.4		93.6	1.7	1.9
	+	2	99.0	101.3		100.1	1.6	1.6
とうもろこし(缶詰)	-	3	95.1	106.2	95.5	98.9	6.3	6.4
	+	3	94.7	96.1	96.4	95.7	0.9	0.9

Bis-Aのエーテル中の不純物との反応による減少

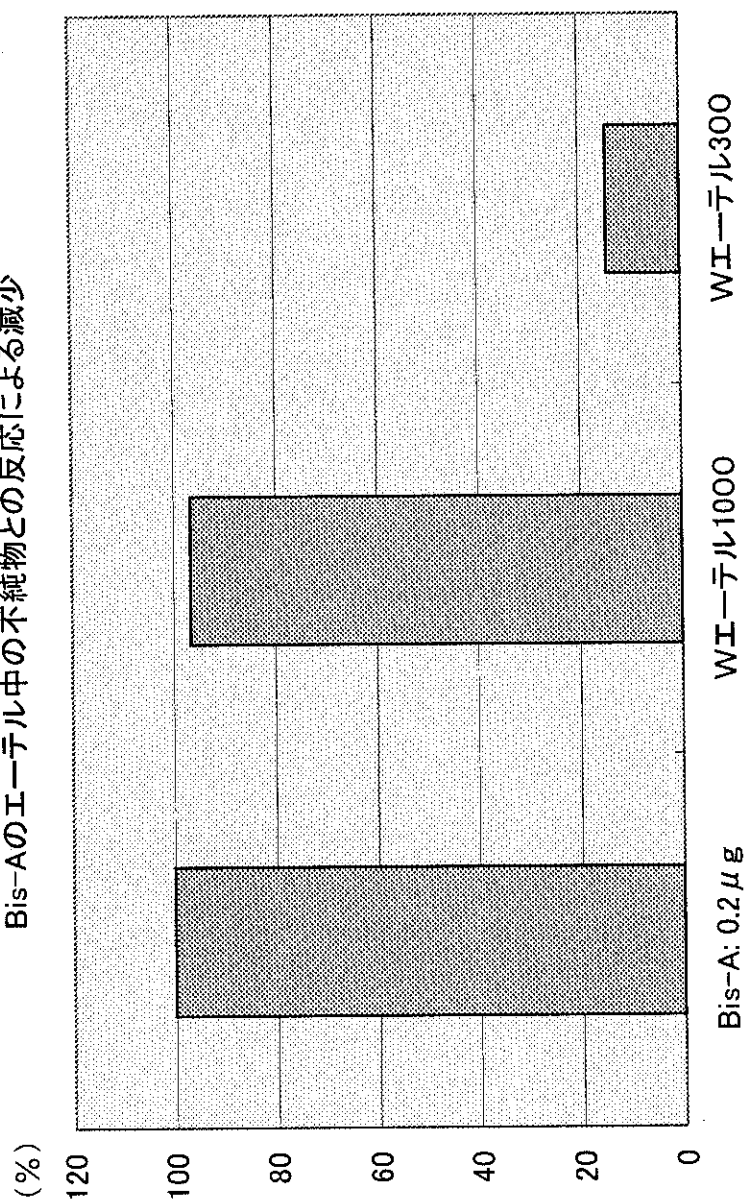


図4. W社製エーテル300及び1000各々75mlにBPA, 0.2μgを加え減圧乾固して10分間放置、その後トルエン1ml添加,HFBA化した。エーテル300ではBPAが80%以上減少した。

表6-1. 機関Aにおける添加回収試験結果

	BPA-d <sub>16</sub> (n=3~7)			
	添加量(ng/g)	平均回収率(%)	SD	RSD
精白米	10	83.0	5.7	6.9
ばれいしょ	10	44.7	15.4	34.6
もやし	10	80.7	20.7	25.7
ほうれんそう	10	98.0	7.1	7.2
ぶどう	10	53.3	23.2	43.4
ブロッコリー	10	76.0	4.3	5.7
大葉	10	90.7	9.9	10.9
りんご	10	78.0	13.0	16.6
レバー	10	84.3	7.7	9.2
あじ(開き)	10	86.7	3.8	4.4
バター	10	64.3	14.9	23.9
牛乳	10	89.0	4.2	4.8
コーン缶詰	10	91.6	10.9	11.9
チョコレート	10	86.4	21.6	25.0
弁当	10	111	28.4	25.5

ばれいしょ、ぶどうの添加回収率が50%以下であるが、これはリン酸を加えずに求めた値である。

表6-2. 機関Bにおける添加回収試験結果

	BPA(n=3)			
	添加量(ng/g)	平均回収率(%)	SD	RSD
ぶどう(種なしヘリ-A)	50	87.2	4.6	5.3
近海魚(カナトフグ)	50	91.3	2.3	2.5
リンゴ(ジヨカゴ-ル)	50	97.1	4.3	4.5
じゃがいも	50	106	3.4	3.2