

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

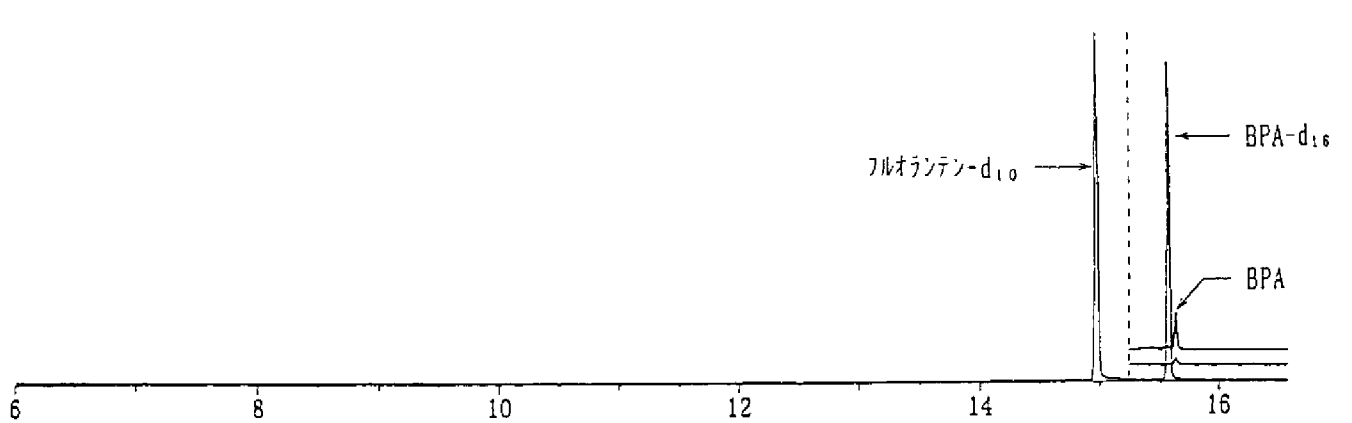
No.	操作ブランク ng/ml	BPA-d ₁₆ の回収率 %
1	0.1	91
2	0.14	95
3	0.13	91
4	0.08	94
5	0.12	92
6	0.11	87
7	0.11	92
平均値	0.11	92
標準偏差	0.018	2.6
定量限界	0.14	

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	78	80	4.6	80	87	87
2	4.5	75	83	81	4.7	81	87	87
3	4.5	74	83	77	4.6	77	85	85
4	4.7	74	78	82	4.7	82	86	86
5	4.5	73	81	82	4.5	82	91	91
操作ブランク	0.2		87		0.1		93	
平均	4.6	74	81	80	4.6	80	87	87
標準偏差	0.16	1.4	2.2	1.9	0.075	1.9	2	2
相対標準偏差	3.5	1.8	2.8	2.3	1.6	2.3	2.3	2.3

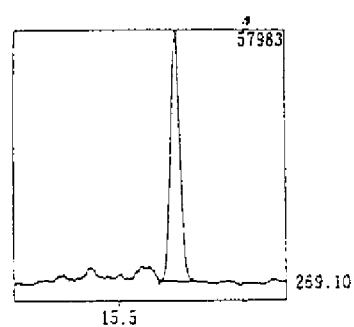
Table 4 BPA添加回收

操作	添加量 ng/2ml試料	水		血清		母乳	
		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%		

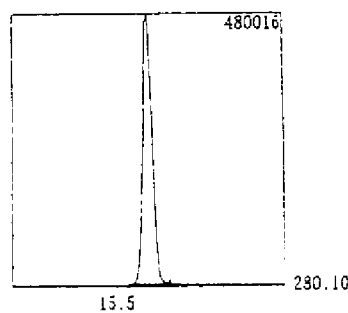


サンプル番号 : 1 SIM = 1461375
212.10

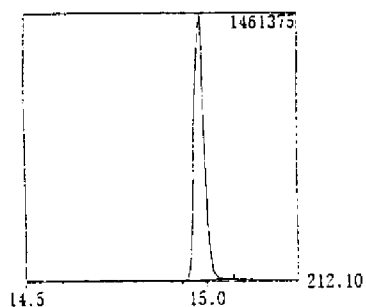
サンプル番号 : 2 SIM = 480016
269.10 284.10 280.10



ID : 1 質量数 : 269.10
タイプ : Target
成分名 : BPA
保持時間 : 15.636
面積 : 83629



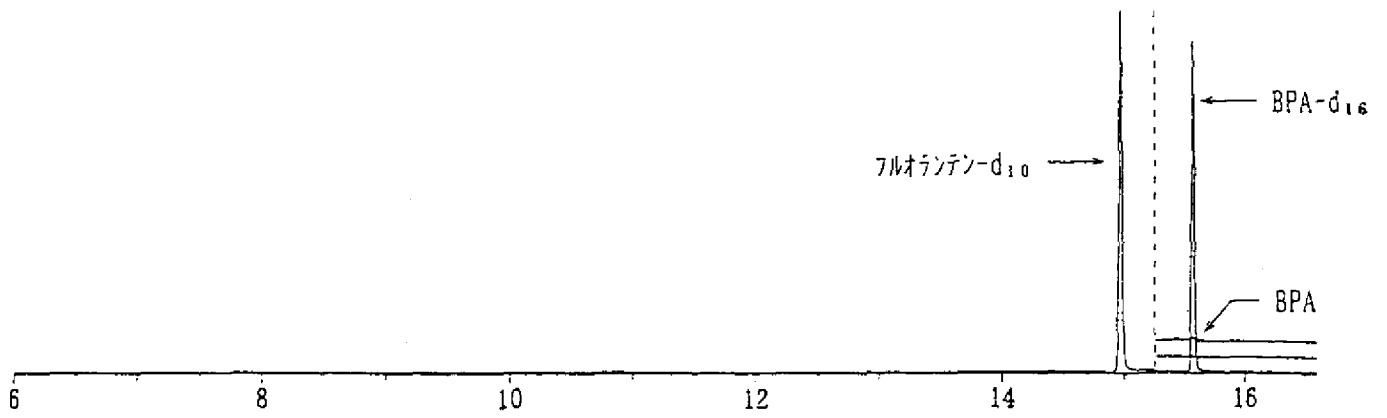
ID : 3 質量数 : 280.10
タイプ : IS
成分名 : BPA-d16
保持時間 : 15.573
面積 : 736856



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 : 14.982
面積 : 2734707

Fig.1 BPA 標準試料のクロマトグラム

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

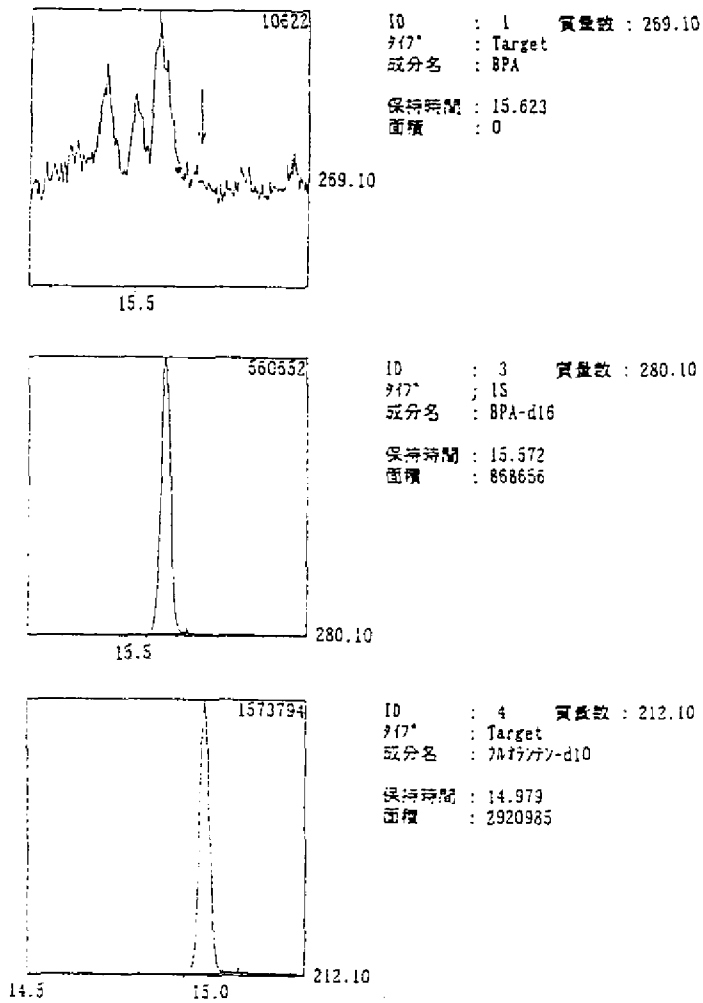
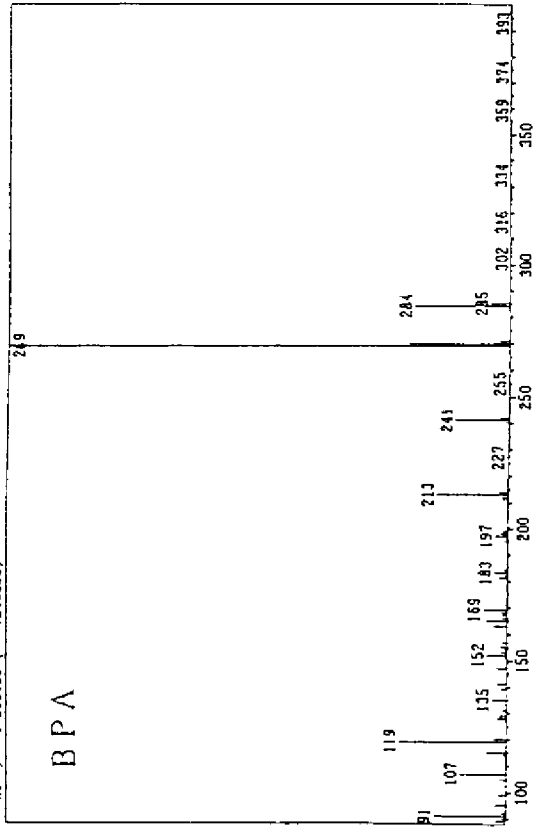
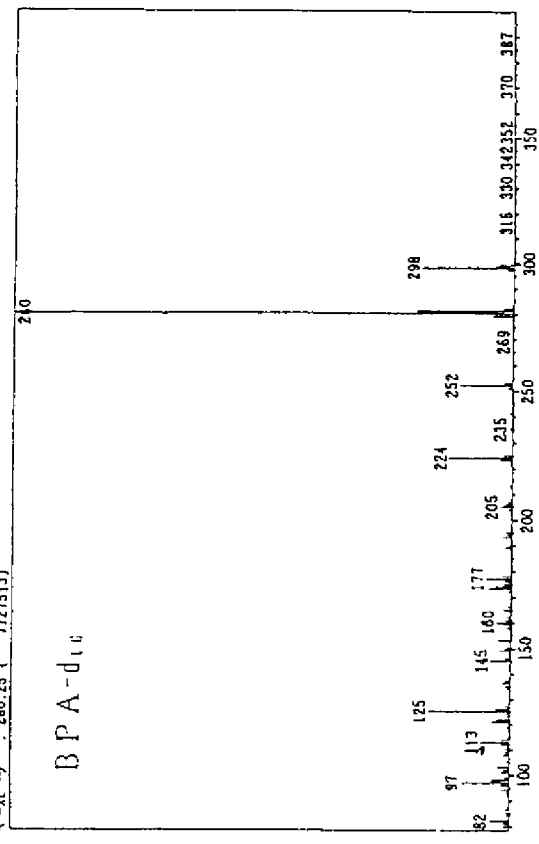


Fig.2 試薬ブランク

1477番号 : (1278 - 1281) N-メチルピペリジン : (1271 - 1275)
 T-分取 : 136 (14.845160) : (15.642 - 15.667)
 A-検出 : 269.20 (7240870)



1477番号 : (1270 - 1273) N-メチルピペリジン : (1263 - 1268)
 T-分取 : 231 (14.811380) : (15.575 - 15.600)
 A-検出 : 280.25 (7727513)



1477番号 : (1199 - 1203) N-メチルピペリジン : (1191 - 1196)
 T-分取 : 158 (14.981380) : (14.981 - 15.017)
 A-検出 : 212.20 (1775383)

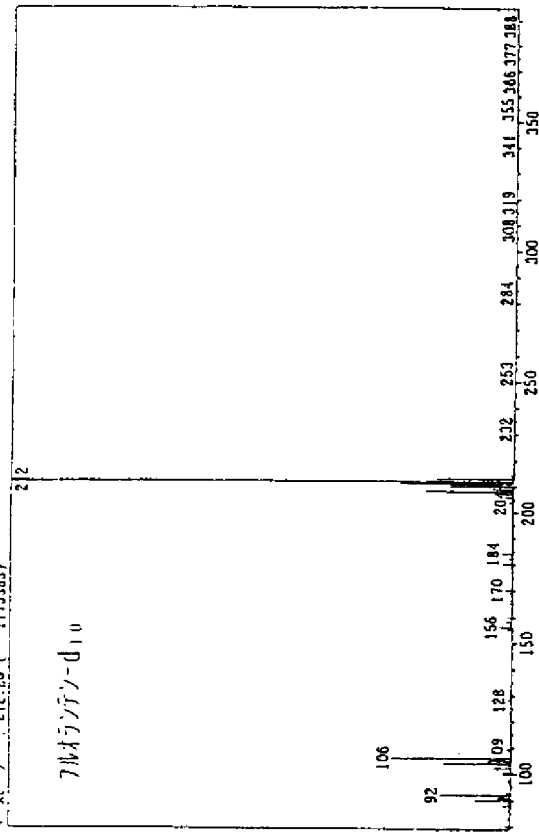
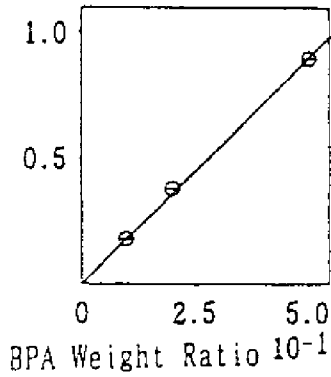


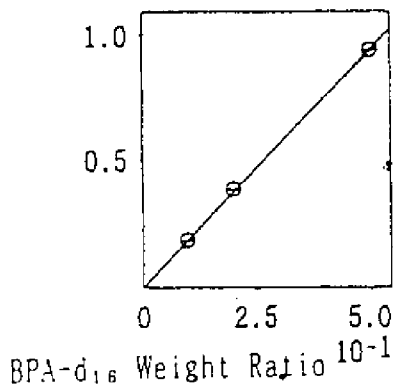
Fig.3 マススペクトル

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



重量比	面積比
1	0.178
2	0.378
3	0.895

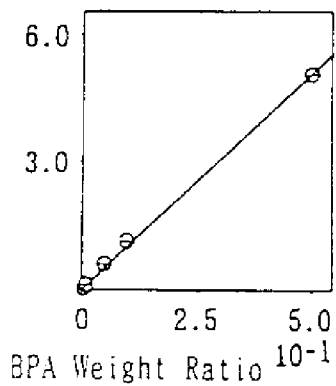
面積比 = 1.88001 * 重量比 寄与率 = 0.999694
 Area Ratio



重量比	面積比
1	0.185
2	0.385
3	0.937

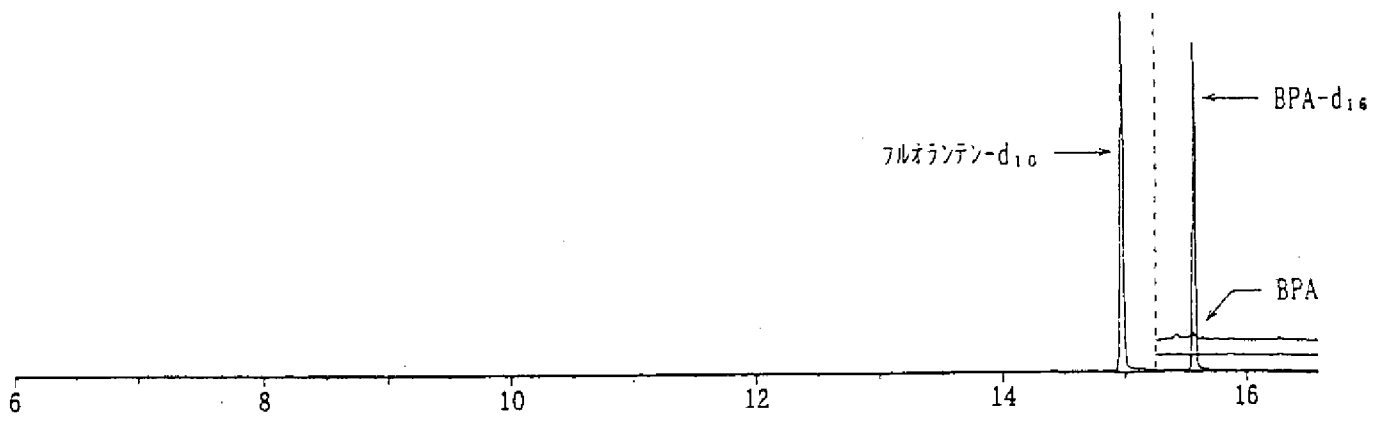
Fig.4 BPA 及び BPA-d₁₆ の直線性

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



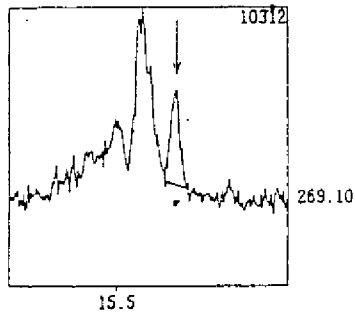
重量比	面積比
1	0.005
2	0.012
3	0.060
4	0.113
5	0.506

Fig.5 BPA 検量線

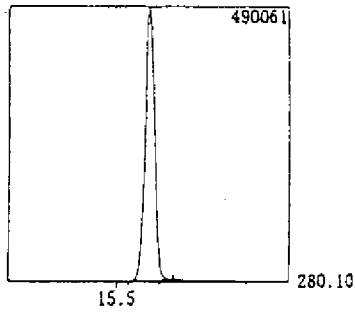


データ番号 : 1 SIM = 1528959
212.10

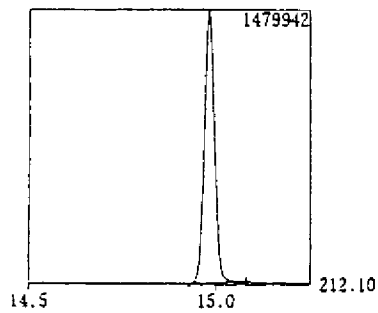
データ番号 : 2 SIM = 510887
269.10 284.10 280.10



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



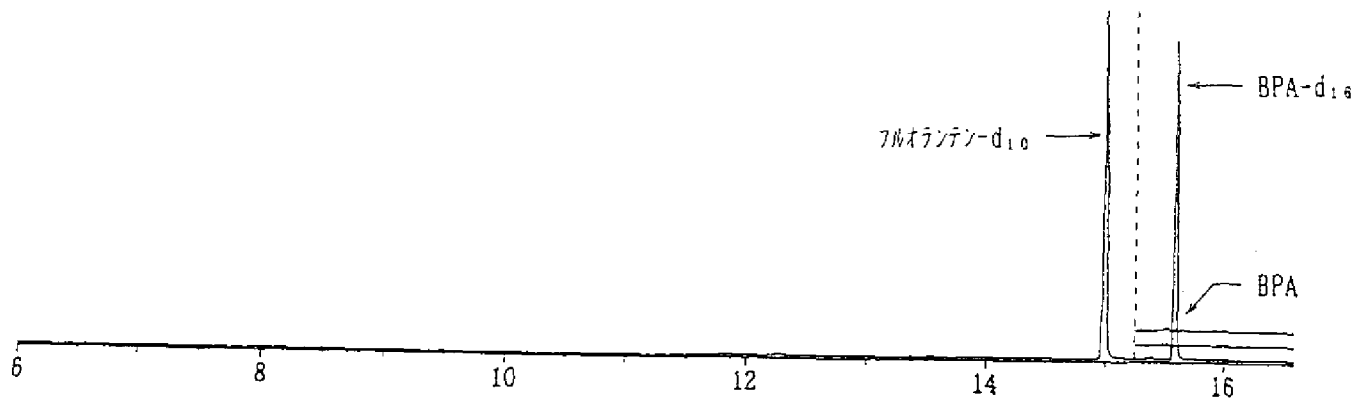
ID : 3 質量数 : 280.10
 検出 : IS
 成分名 : BPA-d16
 保持時間 : 15.574
 面積 : 762634



ID : 4 質量数 : 212.10
 検出 : 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



イオン番号 : 1 SIM = 995621
212.10

イオン番号 : 2 SIM = 254367
269.10 284.10 280.10

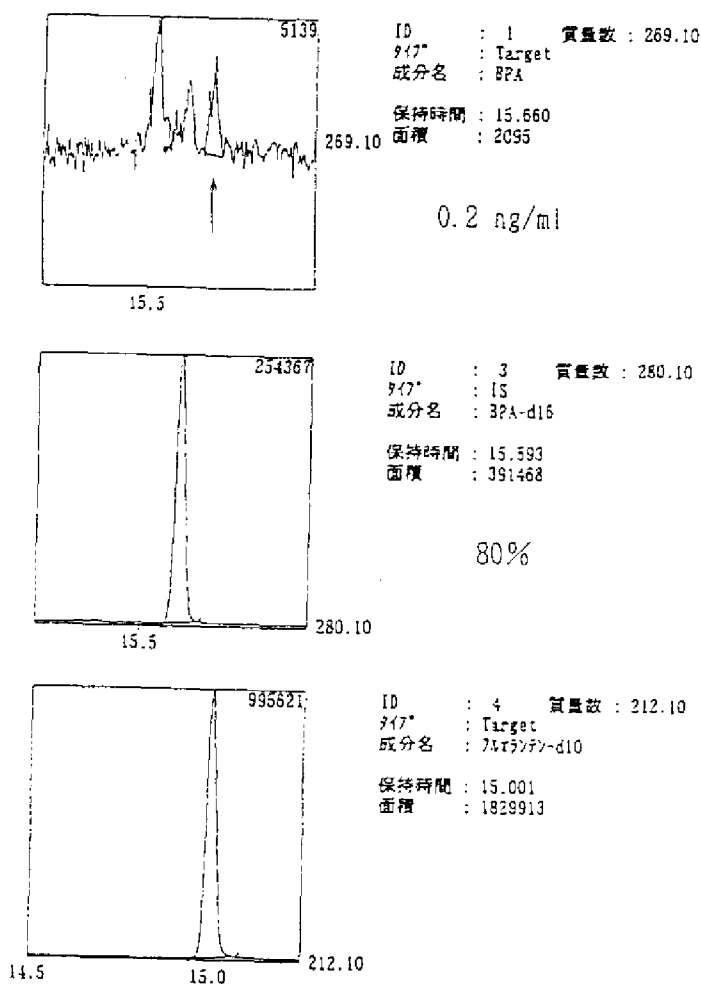
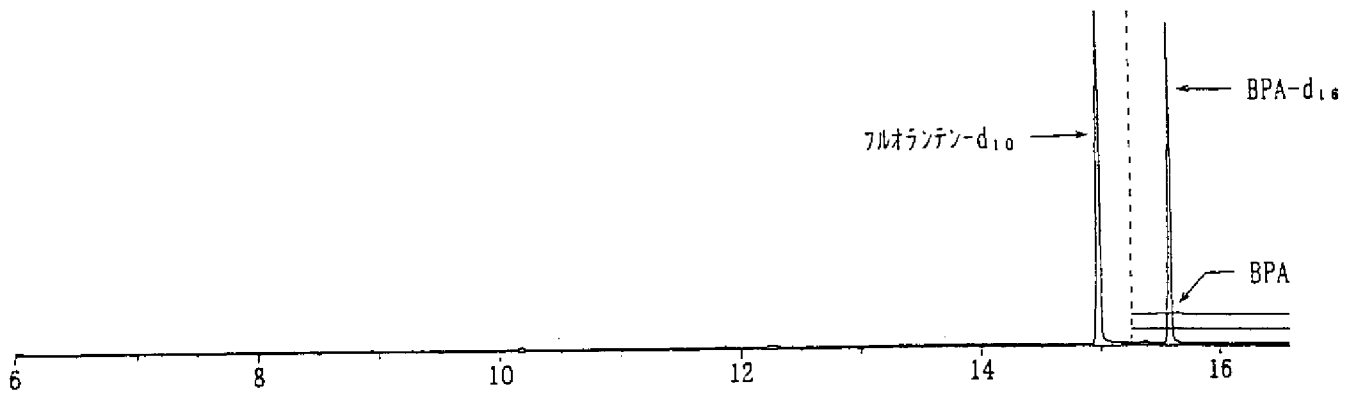
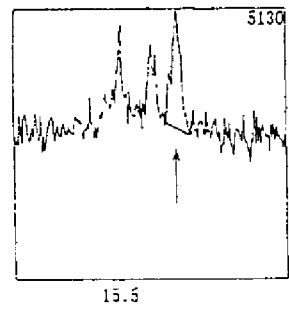


Fig.7 血清のクロマトグラム



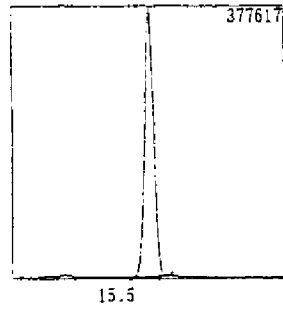
検出番号 : 1 SIM = 1295628
212.10

検出番号 : 2 SIM = 377617
269.10 284.10 280.10



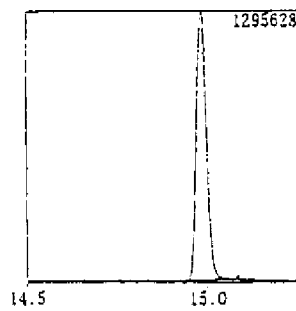
ID : 1 質量数 : 269.10
タイプ : Target
成分名 : BPA
保持時間 : 15.639
面積 : 3441

0.2 ng/ml



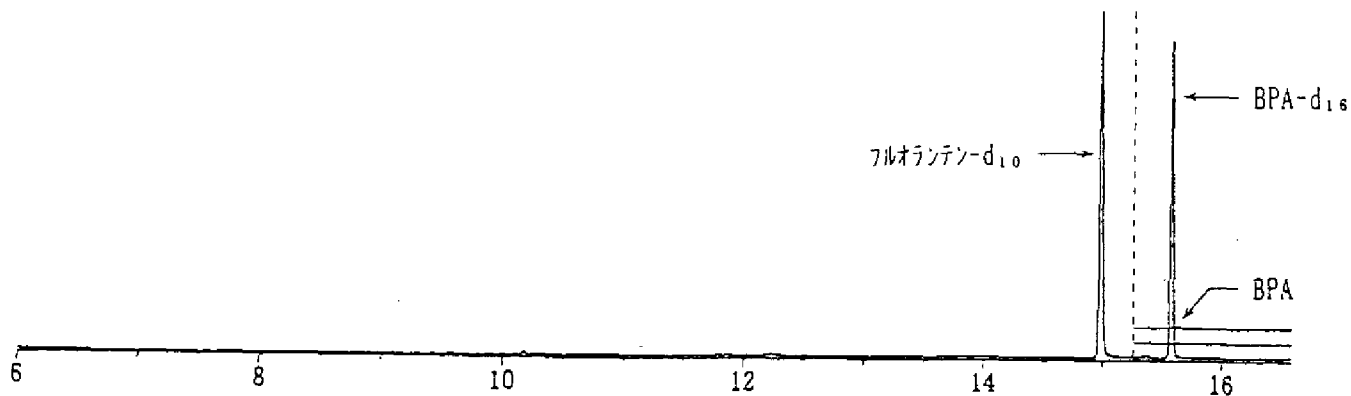
ID : 3 質量数 : 280.10
タイプ : IS
成分名 : BPA-d₁₆
保持時間 : 15.577
面積 : 564870

84%



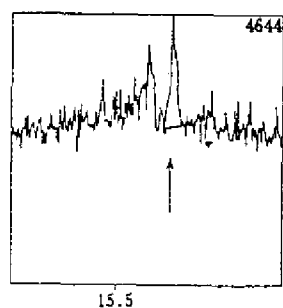
ID : 4 質量数 : 212.10
タイプ : Target
成分名 : フルオランテン-d₁₀
保持時間 : 14.984
面積 : 2430622

Fig.8 母乳のクロマトグラム



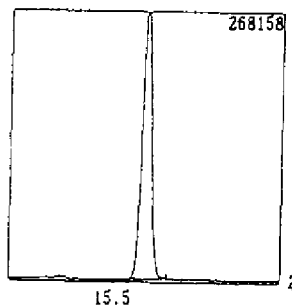
イット番号 : 1 SIM = 990183
212.10

イット番号 : 2 SIM = 268158
269.10 284.10 280.10



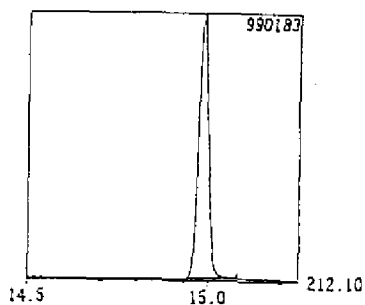
ID : 1 質量数 : 269.10
タイプ : Target
成分名 : BPA
保持時間 : 15.634
面積 : 1845

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 : フルオランテン-d10
保持時間 : 14.984
面積 : 1839318

Fig.9 操作ブランク

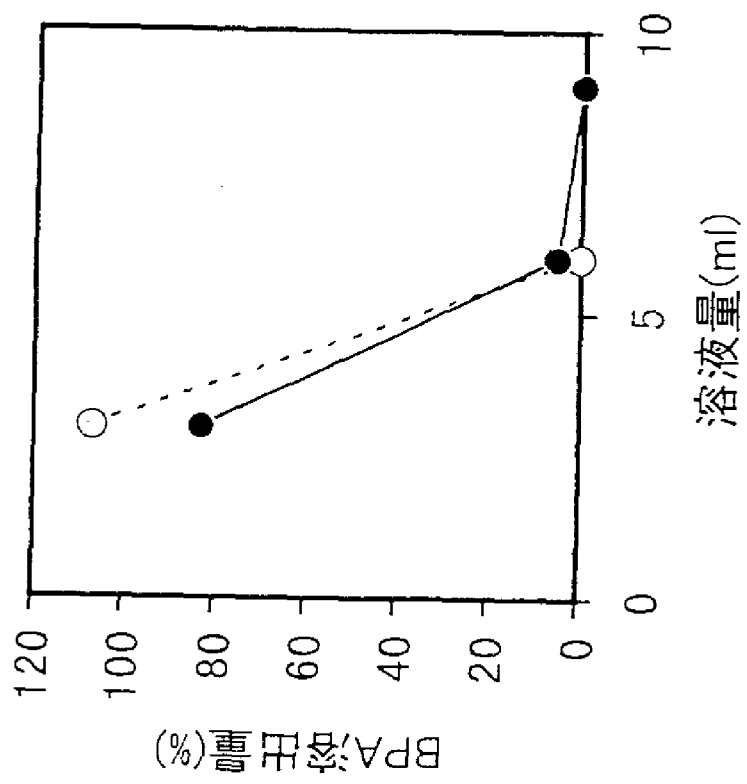
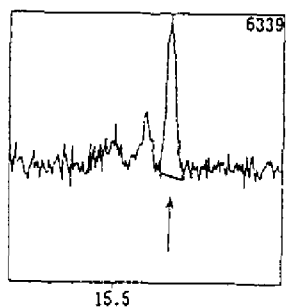


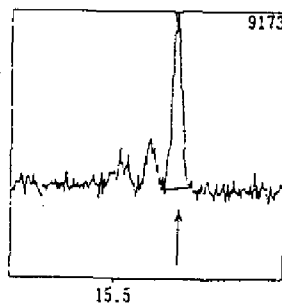
Fig. 10 C₁₈ カートリッジカラムからの BPA 溶離パターン

血清

母乳

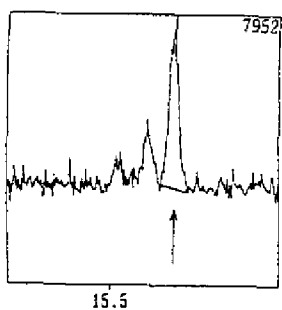


ID : 1 質量数 : 269.10
17 : Target
成分名 : BPA
保持時間 : 15.637
面積 : 5805

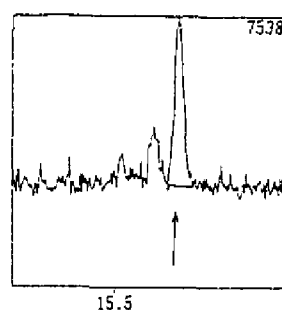


ID : 1 質量数 : 269.10
17 : Target
成分名 : BPA
保持時間 : 15.648
面積 : 9139

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)

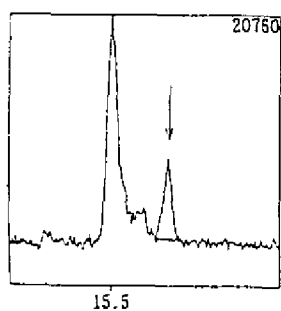


ID : 1 質量数 : 269.10
17 : Target
成分名 : BPA
保持時間 : 15.657
面積 : 7591

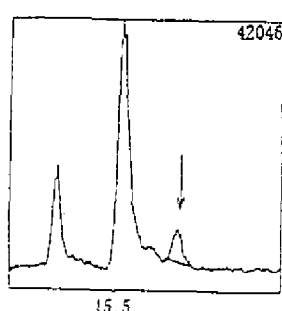


ID : 1 質量数 : 269.10
17 : Target
成分名 : BPA
保持時間 : 15.648
面積 : 7125

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
17 : Target
成分名 : BPA
保持時間 : 15.640
面積 : 8302



ID : 1 質量数 : 269.10
17 : 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

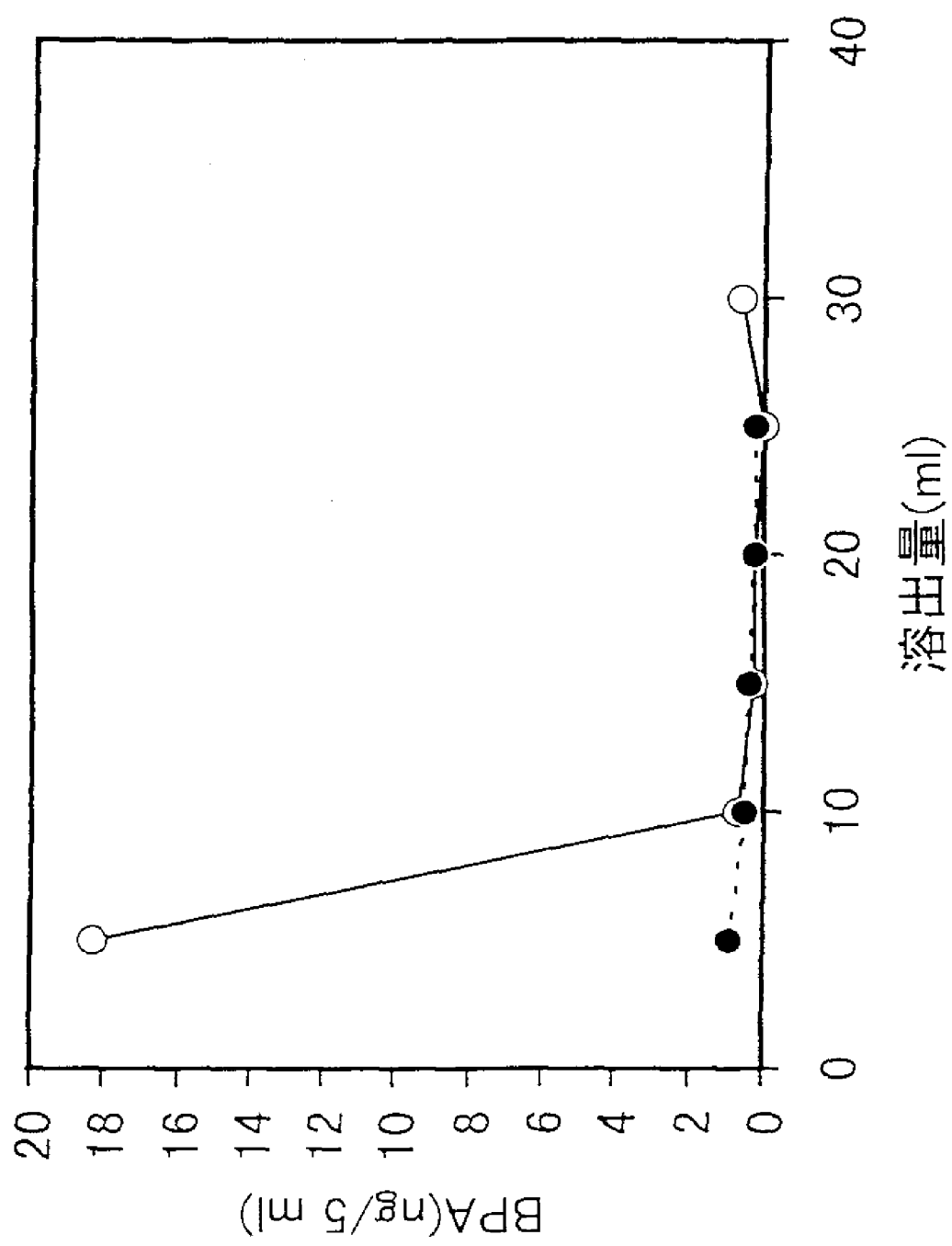
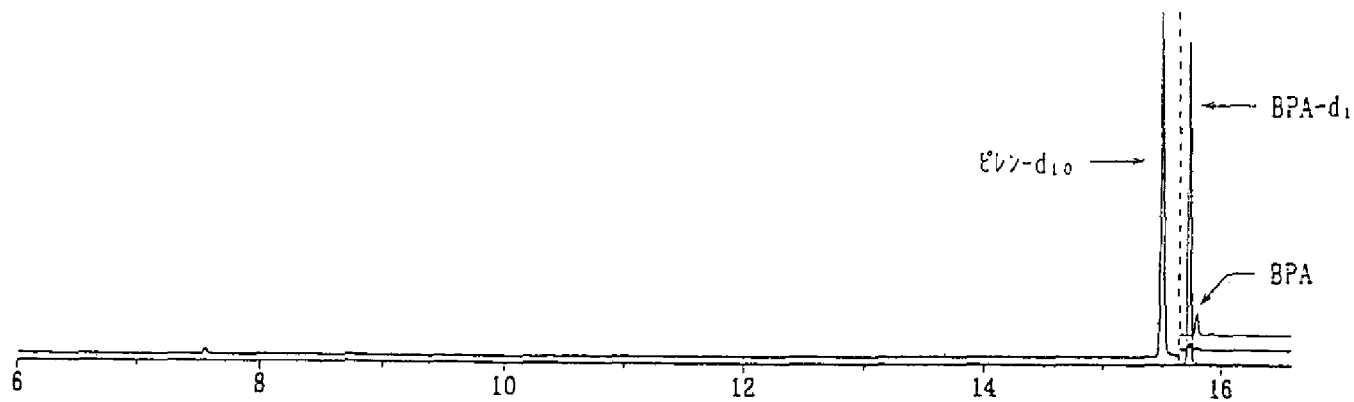
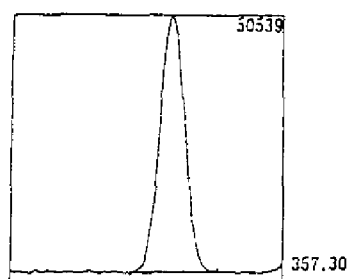


Fig. 12 C₁₈カートリッジカラム洗浄効率

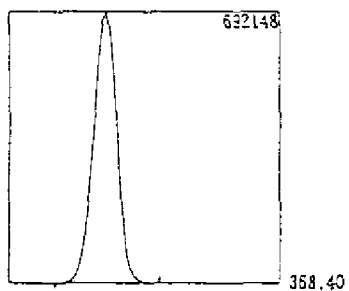


イネット番号 : 1 SIM = 600449
212.20

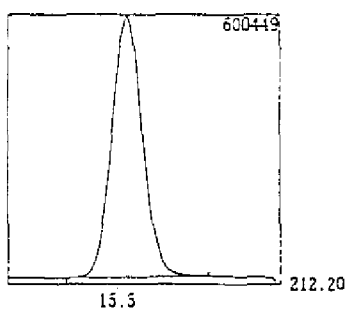
イネット番号 : 2 SIM = 692148
357.30 372.30 368.40



ID : 1 質量数 : 357.30
タイプ : Target
成分名 : BPA
保持時間 : 15.796
面積 : 75888



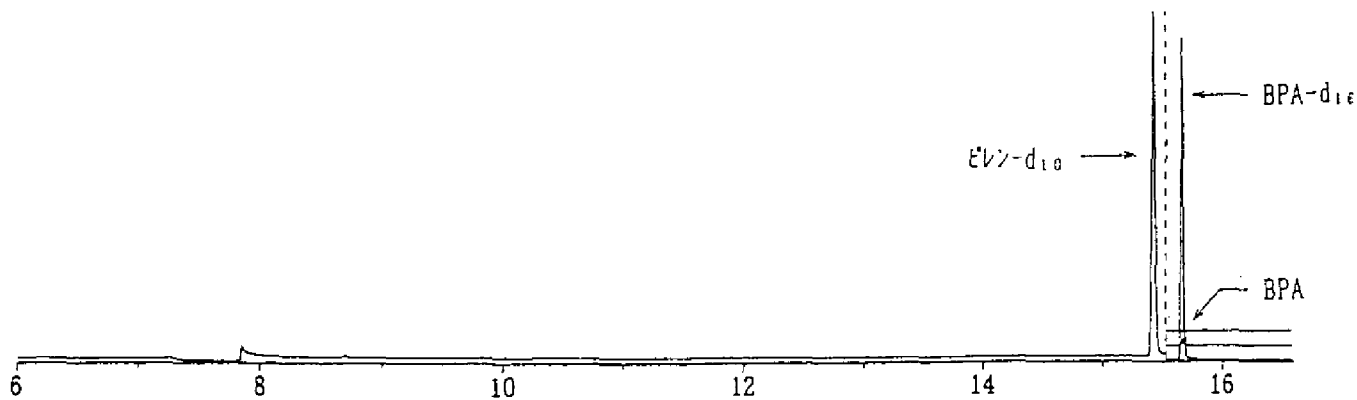
ID : 3 質量数 : 368.40
タイプ : IS
成分名 : BPA-d16
保持時間 : 15.738
面積 : 1020963



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

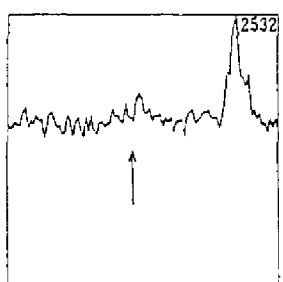
Fig.13 BPA 標準試料のクロマトグラム

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

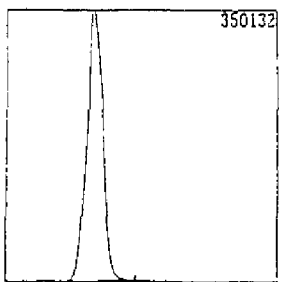


検出番号 : 1 SIM = 444162
212.20

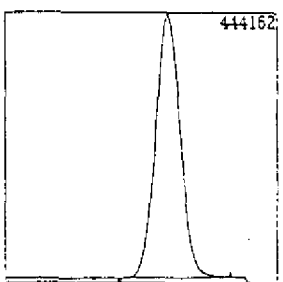
検出番号 : 2 SIM = 350132
357.30 372.30 368.40



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



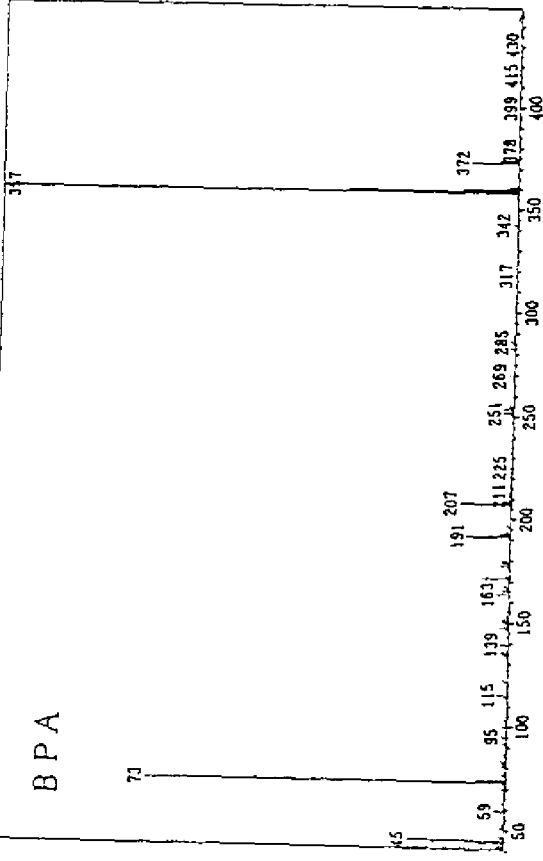
ID : 3 質量数 : 368.40
 検出 : IS
 成分名 : BPA-d16
 保持時間 : 15.670
 面積 : 484192



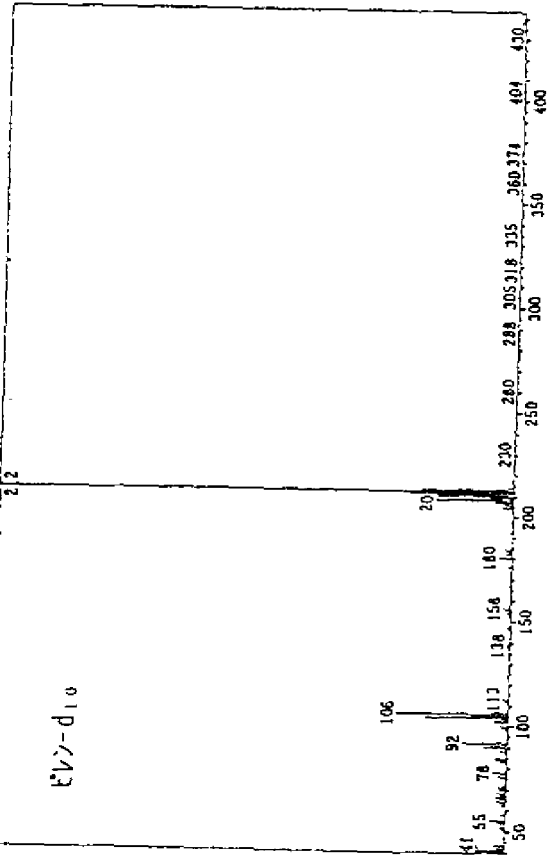
ID : 4 質量数 : 212.20
 検出 : Target
 成分名 : ビレン-d10
 保持時間 : 15.435
 面積 : 845990

Fig.14 試薬ブランク

分析番号 : (1964 - 1967) N-メチル-2-ピロリジン : (1959 - 1962)
 ヒート数 : 213 保持時間 : (21.358 - 21.383)
 検出器 : 357.40 (232083)



分析番号 : (1890 - 1895) N-メチル-2-ピロリジン : (1861 - 1866)
 ヒート数 : 220 保持時間 : (20.742 - 20.783)
 検出器 : 212.20 (780132)



分析番号 : (1954 - 1957) N-メチル-2-ピロリジン : (1949 - 1951)
 ヒート数 : 276 保持時間 : (21.275 - 21.300)
 検出器 : 368.25 (1811846)

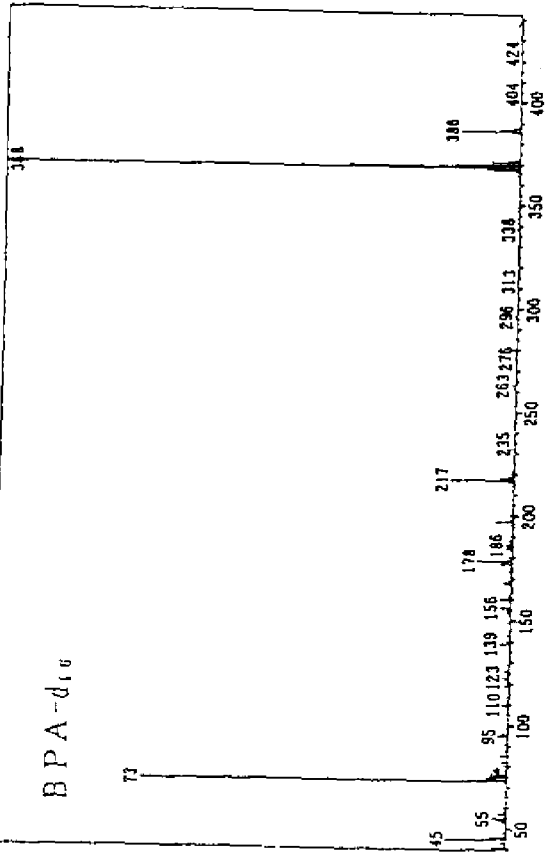


Fig.15 マススペクトル

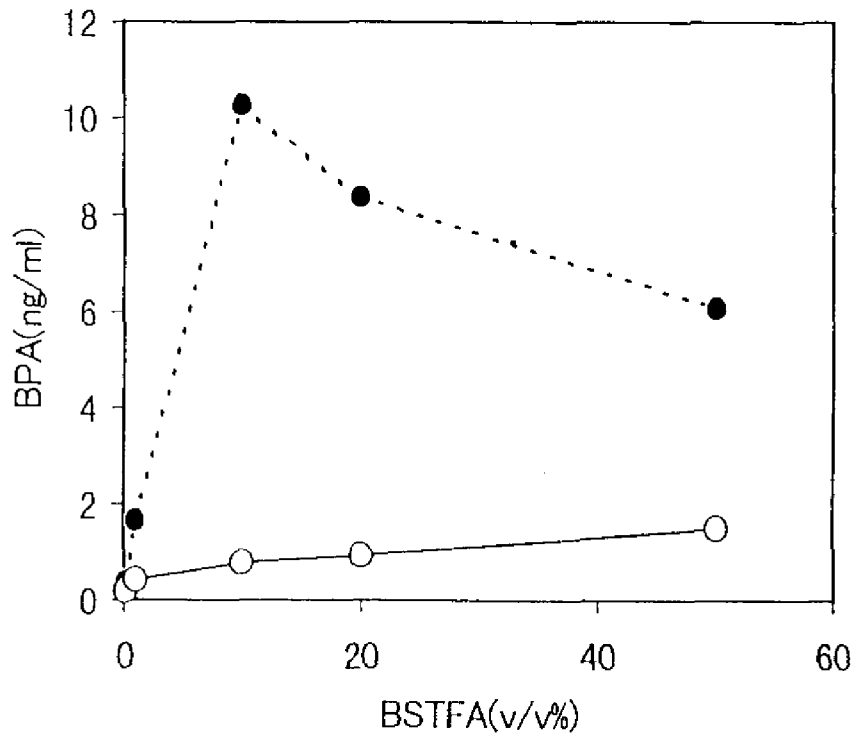
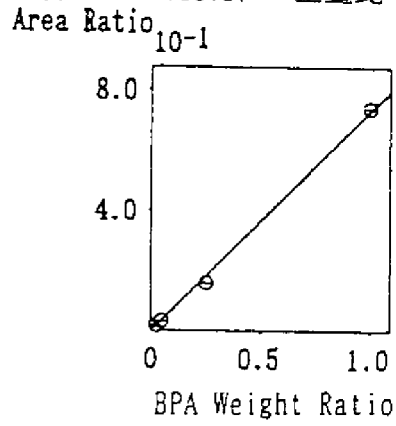


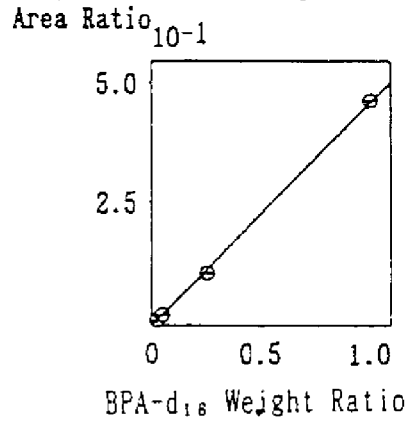
Fig.16 BSTFA 濃度と BPA ブランク

面積比 = 0.733787 * 重量比 寄与率 = 0.998746



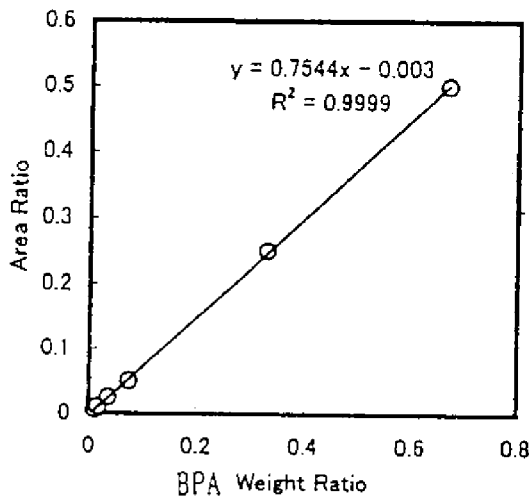
重量比	面積比
1	0.025
2	0.050
3	0.250
4	1.000

面積比 = 0.459977 * 重量比 寄与率 = 0.999693



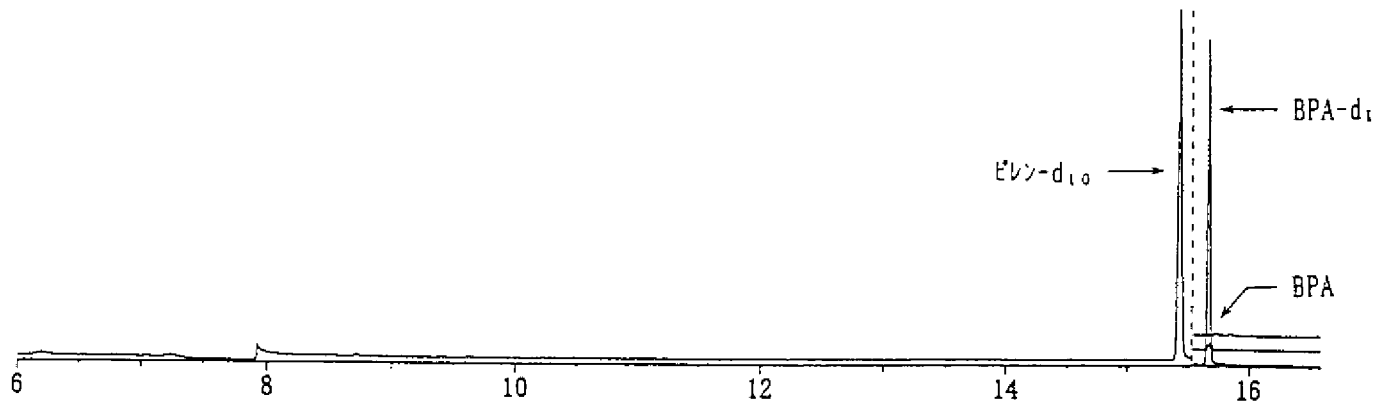
重量比	面積比
1	0.025
2	0.050
3	0.250
4	1.000

Fig.17 BPA 及び BPA-d₁₆ の直線性



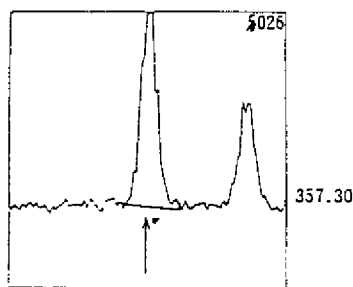
重量比	面積比
0.005	0.0107
0.01	0.01679
0.025	0.03568
0.05	0.0744
0.25	0.3315
0.5	0.6683

Fig.18 BPA 検量線

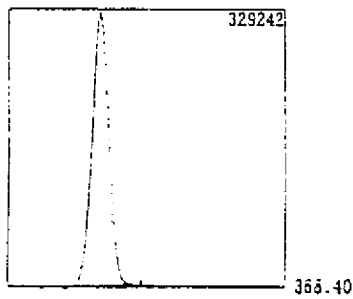


検出番号 : 1 SIM = 450272
212.20

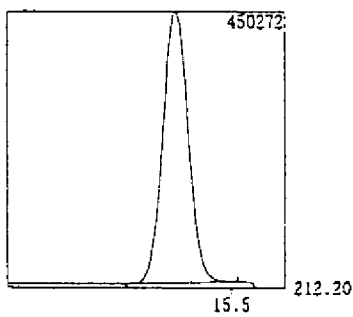
検出番号 : 2 SIM = 329242
357.30 372.30 368.40



ID : 1 質量数 : 357.30
検出 : Target
成分名 : BPA
保持時間 : 15.733
面積 : 5102



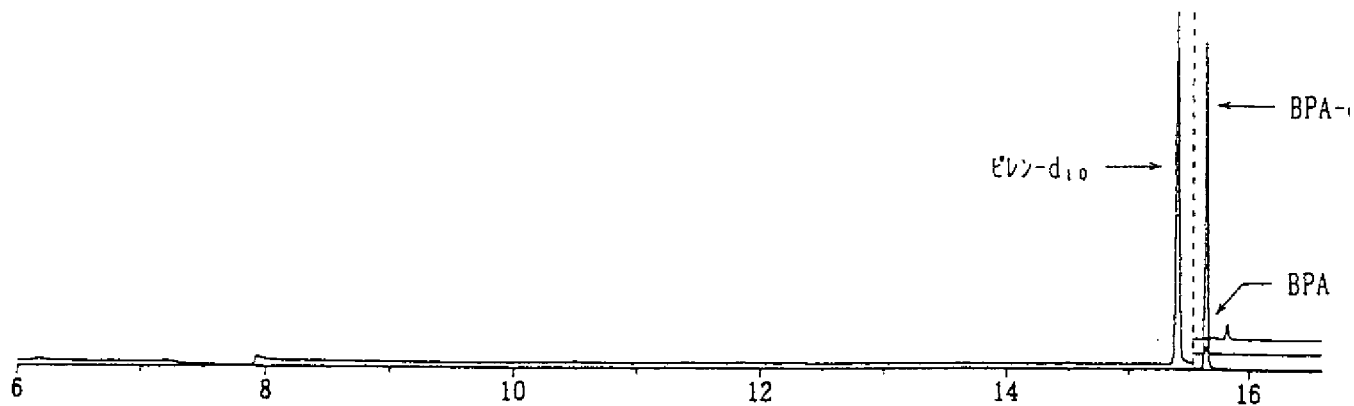
ID : 3 質量数 : 368.40
検出 : IS
成分名 : BPA-d16
保持時間 : 15.672
面積 : 458238



ID : 4 質量数 : 212.20
検出 : Target
成分名 : ビレン-d10
保持時間 : 15.436
面積 : 864172

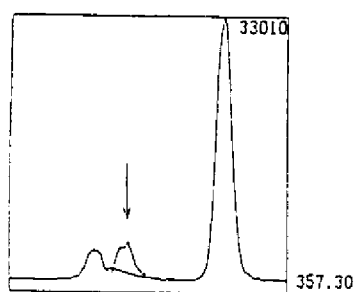
Fig.19 検出限界のクロマトグラム

BPA, 0.5 pg/μl 注入量



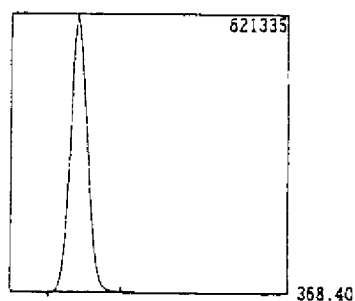
検体番号 : 1 SIM = 451873
212.20

検体番号 : 2 SIM = 621335
357.30 372.30 368.40



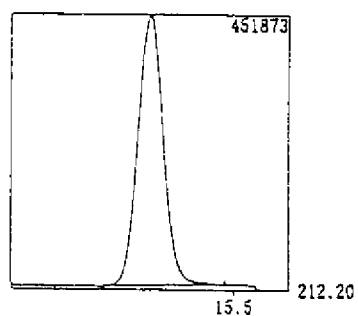
ID : 1 質量数 : 357.30
タイプ : Target
成分名 : BPA
保持時間 : 15.707
面積 : 4691

0.2 ng/ml



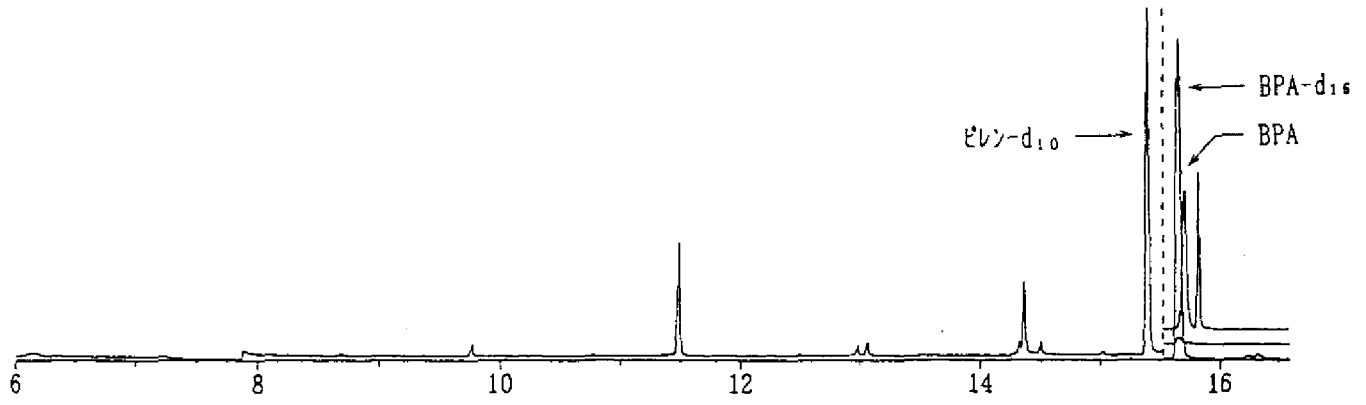
ID : 3 質量数 : 368.40
タイプ : IS
成分名 : BPA-d16
保持時間 : 15.642
面積 : 877371

203%



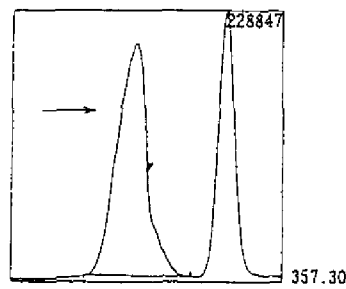
ID : 4 質量数 : 212.20
タイプ : Target
成分名 : ビレン-d10
保持時間 : 15.406
面積 : 852462

Fig.20 血清のクロマトグラム



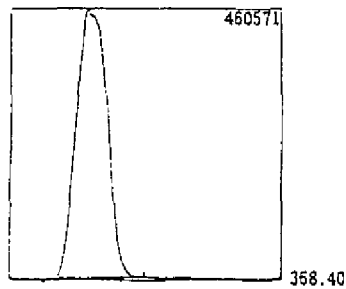
セット番号 : 1 SIM = 584572
212.20

セット番号 : 2 SIM = 460571
357.30 372.30 368.40



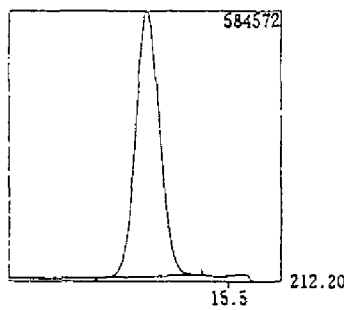
ID : 1 質量数 : 357.30
タイプ : Target
成分名 : BPA
保持時間 : 15.717
面積 : 521897

15 ng/ml



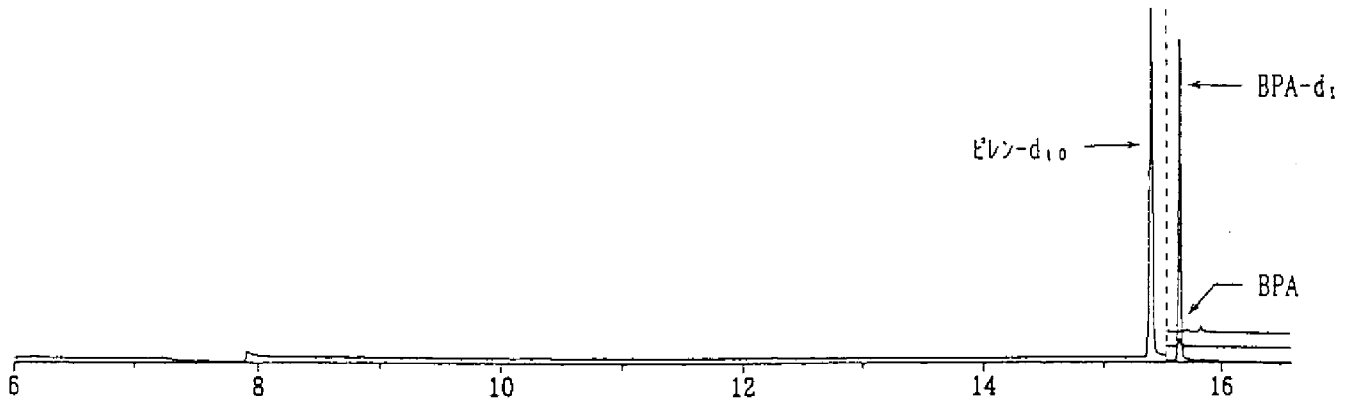
ID : 3 質量数 : 368.40
タイプ : IS
成分名 : BPA-d16
保持時間 : 15.658
面積 : 1220383

162%



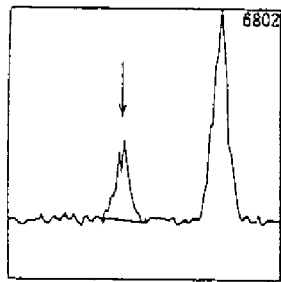
ID : 4 質量数 : 212.20
タイプ : Target
成分名 : ビレン-d10
保持時間 : 15.407
面積 : 1095338

Fig.21 母乳のクロマトグラム



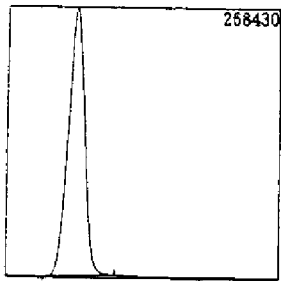
イット番号 : 1 SIM = 426292
212.20

イット番号 : 2 SIM = 268430
357.30 372.30 368.40



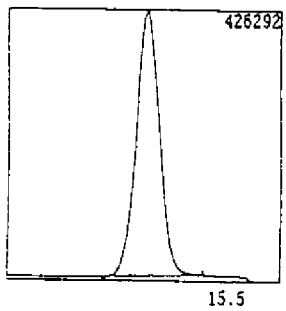
ID : 1 質量数 : 357.30
 717* : Target
 成分名 : BPA
 保持時間 : 15.707
 面積 : 2179

0.2 ng/ml



ID : 3 質量数 : 368.40
 717* : IS
 成分名 : BPA-d16
 保持時間 : 15.646
 面積 : 371825

94%



ID : 4 質量数 : 212.20
 717* : Target
 成分名 : ビレン-d10
 保持時間 : 15.408
 面積 : 776349

Fig.22 操作ブランク