

## 液体クロマトグラフィー/タンデム質量分析法による 缶入りアルコール飲料中のビスフェノール A の分析

奈良部 雄<sup>1</sup>、表 雅之<sup>1</sup>、望月 直樹<sup>1</sup>、山下 博<sup>1</sup>、中澤 裕之<sup>2</sup>

<sup>1</sup>アサヒビール(株)分析研究所、<sup>2</sup>星薬科大学薬学部

[目的] ビスフェノール A (BPA) は、食品を経由した曝露が指摘されている化合物である。飲料食品等に関する本物質の分析には、TMS 化後 GC/MS で測定する方法が用いられる場合が多いが、操作が煩雑でコンタミネーションの可能性が高くなる等の問題点があった。そこで、簡便で信頼性の高い試験法を開発するため、液体クロマトグラフィー/タンデム質量分析法 (LC/MS/MS) による測定法に関して検討を行った。更に本法を用いて、市販の各種缶入りアルコール飲料について BPA 含量の調査を行った。

[方法] 試料前処理には固相抽出法を用い、試料をカートリッジに負荷した後、酢酸エチルによって BPA を溶出した。この液を濃縮後、LC/MS/MS に導入し、重水素化したビスフェノール A (BPA-d<sub>16</sub>) を用いる内標準法により BPA 含量を算出した。LC は ODS (2.1×150mm) カラムを使用し、移動相として水-アセトニトリル混液 (7:3) を用い、15 分でアセトニトリル含量を 95%とするグラジエント溶離とした。また、感度の安定化のため移動相に約 1mM の酢酸アンモニウムを混合した。MS/MS はエレクトロスプレーイオン化 (ESI) 法で、ネガティブモードによるマルチプルリアクションモニタリング (MRM) にて測定した。BPA の測定には質量数  $m/z$  227→212 を用いた。また同様に BPA-d<sub>16</sub> は質量数  $m/z$  241→142 とした。

[結果及び考察] 本法の妥当性を確認するため、感度及び精度等について検討した。その結果、0.3~5 ng/mL の範囲で相関係数  $r=0.999$  以上の良好な直線性が得られた。また、ビールを試料として用いた場合の回収率は、添加濃度 0.5 ng/mL で 99.5% {RSD (n=5) <5%} であり、検出限界は 0.1 ng/mL であった。本法により国内で市販されている各種缶入りアルコール飲料 (ビール、チューハイ等) について分析を行った結果、各アルコール飲料から BPA は検出されなかった。本法は LC/MS/MS を用いることにより信頼性の高い測定結果が得られ、品質保証を含む広範な用途に活用出来るものと期待される。

### Analysis of bisphenol A in canned alcoholic drinks by liquid chromatography/tandem mass spectrometry

Yu Narabu<sup>1</sup>, Masayuki Omote<sup>1</sup>, Naoki Mochizuki<sup>1</sup>, Hiroshi Yamashita<sup>1</sup> and Hiroyuki Nakazawa<sup>2</sup>

<sup>1</sup>Analytical Technology Laboratory, Asahi Breweries, LTD.

<sup>2</sup>Faculty of Pharmaceutical Sciences, Hoshi University

An analytical method for the determination of bisphenol A (BPA) in canned alcoholic drinks has been developed using liquid chromatography/tandem mass spectrometry (LC/MS/MS). In this method, BPA was extracted from a sample by a solid-phase extraction cartridge and measured by multiple reaction monitoring (MRM), using an electrospray ionization (ESI) LC/MS/MS in negative ionization mode. Because of the high selectivity and sensitivity, this method can be applied with simpler pretreatment than the conventional method giving highly reliable results. An internal-standardization technique using a deuterated bisphenol A (BPA-d<sub>16</sub>) was employed for quantitation. The overall analytical method was validated for accuracy and precision by analyzing samples spiked with known amounts of BPA. The results showed that good linearity was obtained in the concentration range from 0.3 ng/mL to 5 ng/mL, with a correlation coefficient of  $r>0.999$ . The recovery rate was over 99.5% {RSD (n=5) <5%} by the addition of 0.5 ng/mL to beer, and the limit of detection (LOD) was 0.1 ng/mL. A variety of canned alcoholic drinks (beer, chu-hi and others) on the market in Japan were surveyed by this method. As a result, it was shown that BPA concentration of these drinks were ND.