

調査対象物質	分析法フローチャート	備考
<p>[3-1] 1,3,5(10)エストラトリエン-3-オール-17-オン (別名:エストロン)</p> <p>[3-2] エストロン-3-硫酸</p> <p>[3-3] エストロン-3-グルクロニド</p>	<p>【水質】</p> <p>水質試料 1L</p> <p>懸濁物質の多い試料は濾過 GF/C,φ47mm</p> <p>カゲ-ト物質添加 エストロン-¹³C₄ 1ng エストロン-3-硫酸-d₄ 1ng</p> <p>固相抽出 Autoprep EDS-1</p> <p>洗浄 精製水 5mL</p> <p>溶出 第一画分: 酢酸1μL 6mL 第二画分: 5mMトリエチルアミンメタノール溶液 10mL</p> <p>第一画分 エストロン</p> <p>濃縮 窒素バ-ジ 乾固まで</p> <p>溶解 ジ-クロロメタン/メタノール(50:50) 1mL</p> <p>カラムクリーンアップ Sephadex LH-20 妨害物除去: ジ-クロロメタン/メタノール(50:50) 20mL 溶出: ジ-クロロメタン/メタノール(50:50) 10mL</p> <p>濃縮 窒素バ-ジ 乾固まで</p> <p>溶解 酢酸/ジ-クロロメタン(75:25) 1mL</p> <p>カラムクリーンアップ Bond Elute FL 妨害物除去: 酢酸/ジ-クロロメタン(75:25) 5mL 溶出: アセトン/ジ-クロロメタン(5:95) 5mL</p> <p>濃縮 窒素バ-ジ 乾固まで</p> <p>溶解・定容 5%アセトニトリル水溶液 100μL</p> <p>LC/MS/MS-SRM-ESI-ネガティブ</p> <p>第二画分 エストロン-3-硫酸、エストロン-3-グルクロニド</p> <p>濃縮 窒素バ-ジ 乾固まで</p> <p>溶解 蒸留水 10mL 4M塩酸 50μL</p> <p>カラムクリーンアップ Supelco Discovery DPA-6S, 500 mg 妨害物除去: 蒸留水、25%メタノール水溶液 5mL 溶出: 5mMトリエチルアミンメタノール溶液 10mL</p> <p>濃縮 窒素バ-ジ 乾固まで</p> <p>溶解・定容 5%アセトニトリル水溶液 100μL</p> <p>LC/MS/MS-SRM-ESI-ネガティブ</p> <p>「平成14年度版要調査項目等調査マニュアル」準拠</p>	<p>分析原理: LC/MS/MS-SRM-ESI-ネガティブ</p> <p>検出下限値: 【水質】(ng/L) [3-1] 0.046 [3-2] 0.068 [3-3] 0.50</p> <p>分析条件: 機器 LC: Waters ACQUITY UPLC H-Class MS: Waters Xevo TQ-S micro カラム ACQUITY UPLC HSS T3 100m×3.0mm、1.8μm</p>