名古屋市環境科学研究所

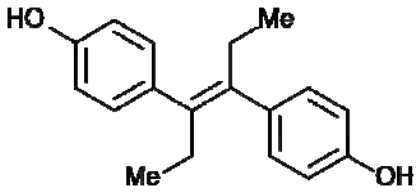
ジエチルスチルベストロール

Diethylstilbestrol

略称：DES

IUPAC 名：4-[4-(4-hydroxyphenyl)hex-3-en-3-yl]phenol

【対象物質の構造】



CAS 番号：56-53-1

分子式：$C_{18}H_{20}O_2$

【物理化学的性状】

分子量	融点(℃)	水溶解度 (mg/L)25℃	log P_{ow}
268.36	170.5	12	5.07

SRC PhysProp Database による

【毒性、用途等】

毒性情報	：	マウス（経口、TD、53 週）	13 mg/kg
	：	モルモット（経口、TDLo、12 週）	144 mg/kg
	：	ラット（腹腔内注射、LD_{50} ）	34 mg/kg
	：	人（経口、TD_{Lo}、50 週）	0.26 mg/kg
用途	：	合成女性ホルモン(かつては流産防止剤として使用されていた)	

神奈川県化学物質安全情報システムによるデータベース

§1 分析法

（1）分析法の概要

水試料 2 L を 6 mol/L 塩酸を用い pH 2.5 に調整して固相抽出を行う。脱水後、

メタノール 5 mL で溶出する。GC/SAX/PSA カートリッジを用いてクリーンアップ後、窒素吹き付けで 0.25 mL に濃縮して精製水を加えて 0.5 mL 定容とし、100 μL を LC/MS/MS に注入し、ESI-Negative-SRM で測定する。

（2）試薬・器具

【試薬】

DES：純度 98+%、HPLC 用、和光純薬工業社製
DES-d_8（CDN isotopes 社製）：純度 98.7%、関東化学社製
メタノール（LC/MS 用）：関東化学社製
アセトン（残留農薬用）：和光純薬工業社製
2 mmol/L 酢酸アンモニウム溶液：1 mol/L 酢酸アンモニウム溶液（和光純薬工業社製）を精製水で 1/500 に希釈する。
6 mol/L 塩酸：和光純薬工業社製

【器具】

InertSep　CH 500 mg：ジーエルサイエンス社製
InertSep　GC/SAX/PSA 各 500 mg：ジーエルサイエンス社製
GL-SPE 濃縮管 (6mL)：ジーエルサイエンス社製
メスフラスコ、標線ビン、ビーカー、目盛付き試験管 (10、20mL)
吸引ろ過器：桐山、ガラス繊維ろ紙 (GS-25)：アドバンテック
コンセントレーター：Waters 社製、窒素吹き付け装置

（3）分析法

【試料の採取及び保存】

環境省「化学物質環境実態調査実施の手引き」（平成 21 年 3 月）に従う。

【試料の前処理及び試験液の調製】

水試料 2 L にアスコルビン酸 2 g とサロゲートとして DES-d_8 溶液 (1 μg/mL) を 5 μL 添加後、撹拌してろ過する。ろ紙上の SS はメタノール 5 mL で 2 回洗い込み（注 1）、ろ液と合わせて試験液とする。試験液は 6 mol/L 塩酸で pH 2.5 に調整する。コンディショニングした InertSep CH カートリッジ（注 2）に試験液を 20 mL/min の速度で通水する。ろ過水の受器は精製水 20 mL で洗い込んだ後、固相カートリッジに通す。固相カートリッジはさらに精製水 20 mL で洗って 15 分間吸引脱水する。次いで 10 mL 試験管を受器として 5 mL のメタノールで溶出する。溶出液はクリーンアップのため、コンディショニングした InertSep GC/SAX/PSA カートリッジに（注 3）、1 mL/min 程度の通液速度で負荷し（この溶出液も受器に受けるため 20 mL 目盛付き試験管を受器とする）、次いで 12 mL のメタノールで溶出する。溶出液は 6 mL の GL-SPE 濃縮管に順

次、移しかえて 40℃の水浴を備えた窒素吹き付け装置で 0.25 mL まで濃縮する（注 4）。精製水で 0.5 mL にメスアップした後、超音波装置に 2 分間程度かけた後、300 μL インサート管を入れた 2 mL バイアルビンに移して試験液とする。

【空試験液の調製】

試料と同じ量の精製水を用い【試料の前処理及び試験液の調製】の項に従って操作し、得られた試験液を空試験液とする。

【標準液の調製】

DES 10 mg を正確に秤取り、メタノール 100 mL に溶解して 100 mg/L の標準原液とする。標準原液をメタノールで希釈して 1.00 mg/L の標準液を作製する。

【検量線用標準液の調製】

1.00 mg/L の標準液をメタノール : 精製水=1:1 で順次希釈して、0.0500 ng/mL から 50.0 ng/mL の標準液を作製する。

DES-d_8 も同様にして 100 mg/L のサロゲート内標準原液とする。サロゲート内標準原液をメタノールで希釈して 1.00 mg/L のサロゲート内標準液を作製する。各検量線用標準液および試験液のサロゲート内標準物質濃度を 10.0 ng/mL になるように添加する。

【測定】

〔LC 条件〕

LC： Waters 社製 Alliance2695

カラム：XBridge ™ Shield RP18　3.5 μm　2.1×　100 mm

移動相：　A：2 mmol/L 酢酸アンモニウム水溶液 B：メタノール

0～ 5 min	A：70→20	B：30→80	linear gradient
5～20 min	A：20	B：80	
20～22 min	A：20→70	B：80→30	linear gradient
22～30 min	A：70	B：30	

流量：0.2 mL/min

カラム温度：40℃、注入量:100 μL

〔MS 条件〕

MS：Micromass Quattro micro API

Cone：40 V、　Collision Energy: 30 eV

Capillary：3 kV、　Source Temp：120℃、　Desolvation Temp：350℃

Desolvation Gas：700 L/hr、　ConeGas：50 L/hr

イオン化法：ESI-Negative-SRM

モニターイオン：DES　267.45→237.41 、DES-d_8　275.43→245.47

〔検量線〕

検量線用標準液 100 µL を LC/MS/MS に注入する。得られた標準物質のピーク面積とサロゲート内標準物質のピーク面積の比及び濃度比から検量線を作成する。

〔定量〕

試験液 100 µL を LC/MS/MS に注入し、得られた対象物質とサロゲート内標準物質のピーク面積比から、検量線を基にして、対象物質濃度（又は量）を求める。対象物質濃度（又は量）は次式により算出する。

$C_S = C_{SS} \times (A_S / A_{SS} - b)/a$

C_S: 試料の対象物質濃度（又は量）

C_{SS}:サロゲート内標準の濃度（又は量）

A_S: 試料のピーク面積

A_{SS}: サロゲート内標準のピーク面積

a: 検量線の一次回帰式の傾き

b: 検量線の一次回帰式の y 切片

〔濃度の算出〕

水質試料中の濃度 C (ng/L)は次式により算出する。

$C = R \times Q/V$

R: 検量線から求めた対象物質濃度（又は量）を内標準物質濃度（又は量）で割った比

Q: 試料に添加した内標準の量 (ng) (=添加する内標準の濃度(ng/µL)×添加する内標準の容量(µL))

V: 試料水の量 (L)

本分析法に従った場合、以下の数値を用いる。

Q = 10.0 (ng)

V = 2 (L)

即ち、$C = R \times 5$ (ng/L)である。

〔装置検出下限 (IDL)〕

本分析に用いた LC/MS/MS の IDL を下表に示す。（注 5）

表 1　IDL の算出結果

物質名	IDL (ng/mL)	試料量（L）	最終液量 (mL)	IDL 試料換算値 (ng/L)
DES	0.0065	2	0.5	0.0016

〔測定方法の検出下限 (MDL)及び定量下限 (MQL) 〕

本測定方法における MDL 及び MQL を下表に示す。（注 6）

表 2　MDL 及び MQL の算出結果

物質名	試料量（L）	最終液量 (mL)	MDL (ng/L)	MQL (ng/L)
DES	2	0.5	0.0050	0.013

注　解

（注 1）　試料水を引ききった後､吸引を止めてからメタノール 5 mL をろ過器に加えて､メタノールがろ過器の下端から自然滴下するのを待った後に吸引する。

（注 2）InertSep CH カートリッジはメタノール 10mL、精製水 10mL でコンディショニングする｡この際、固相からの漏出物がメタノール洗浄液中に漏出する。これはメタノールを乾固すると確認できる。ロットによってはメタノールを 10 mL 以上使用しても漏出物が見られる場合があるので確認する。

（注 3）InertSep GC/SAX/PSA カートリッジはメタノール 10mL で洗浄して用いる。クリーンアップ用の固相にはイオン交換樹脂も入っているので通液速度は 1 mL/min 程度でゆっくり流す。

（注 4）乾固すると回収率が低下するので乾固させない。

（注 5）IDL は、「化学物質環境実態調査実施の手引き」（平成 21 年 3 月）に従って、表 3 のとおり算出した。測定時の代表的なクロマトグラムを図 1 に示す。

表 3　　IDL の算出結果

物質名	ｼﾞｴﾁﾙｽﾁﾙﾍﾞｽﾄﾛｰﾙ
試料量 (L)	2.0
最終液量 (mL)	0.5
注入液濃度 (ng/mL)	0.05
装置注入量 (μL)	100.0
結果１ (ng/mL)	0.0529
結果２ (ng/mL)	0.0555
結果３ (ng/mL)	0.0511
結果４ (ng/mL)	0.0541
結果５ (ng/mL)	0.0547
結果６ (ng/mL)	0.0540
結果７ (ng/mL)	0.0562
結果８ (ng/mL)	0.0521
平均値	0.05382
標準偏差	0.0017
IDL (ng/mL)*	0.0065
IDL 試料換算値 (ng/L)	0.0016
S/N 比	10.6
CV%	3.18

＊IDL = t (n-1, 0.05) × 標準偏差 × 2

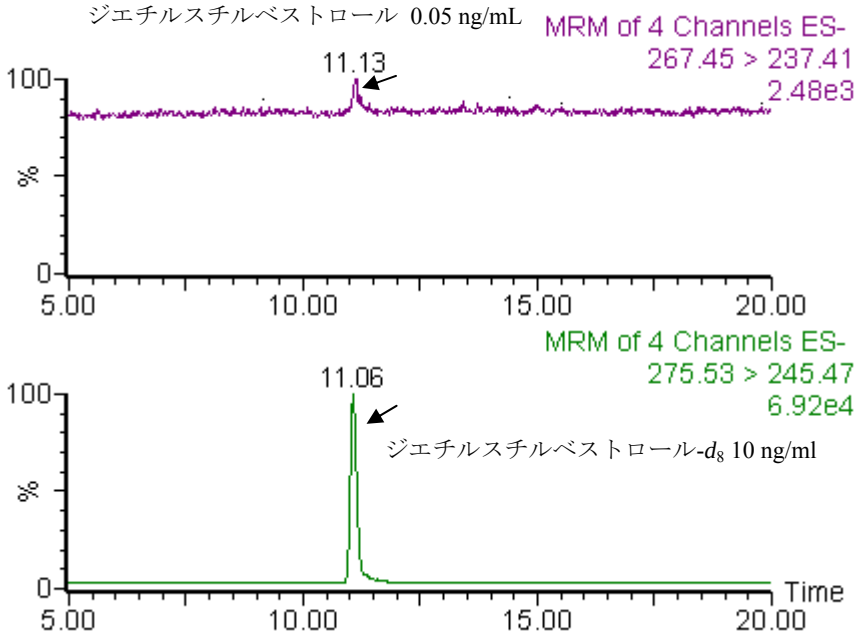


図 1　IDL 算出時のクロマトグラム

（注 6）MDL 及び MQL は、「化学物質環境実態調査実施の手引き」（平成 21 年 3 月）に従って、表 4 のとおり算出した。測定時の代表的なクロマトグラムを図 2 に示す。

表 4　MDL 及び MQL の算出結果

物質名	ジエチルスチルベストロール
試料	河川水
試料量 (L)	2.0
標準添加量 (ng)	0.1
試料換算濃度 (ng/L)	0.05
最終液量 (mL)	0.5
注入液濃度 (ng/mL)	0.2
装置注入量 (μL)	100.0
操作ﾌﾞﾗﾝｸ平均 (ng/L) *1	ND
無添加平均 (ng/L) *2	ND
結果１ (ng/L)	0.0497
結果２ (ng/L)	0.0526
結果３ (ng/L)	0.0508
結果４ (ng/L)	0.0509
結果５ (ng/L)	0.0489
結果６ (ng/L)	0.0495
結果７ (ng/L)	0.0485
結果８ (ng/L)	0.0494
平均値 (ng/L)	0.05009
標準偏差 (ng/L)	0.0013
MDL (ng/L) *3	0.0050
MQL (ng/L) *4	0.0133
S/N 比	12.0
CV%	2.65

*1　操作ブランク平均：試料マトリクスのみがない状態で他は同様の操作を行い測定した値の平均

*2　無添加平均：MDL 算出用試料に標準を添加していない状態で含まれる濃度の平均値

*3　$MDL = t(n-1, 0.05) \times \sigma_{n-1} \times 2$

*4　$MQL = \sigma_{n-1} \times 10$

*5　サロゲート回収率：平均 47.6%、CV% 6.3%

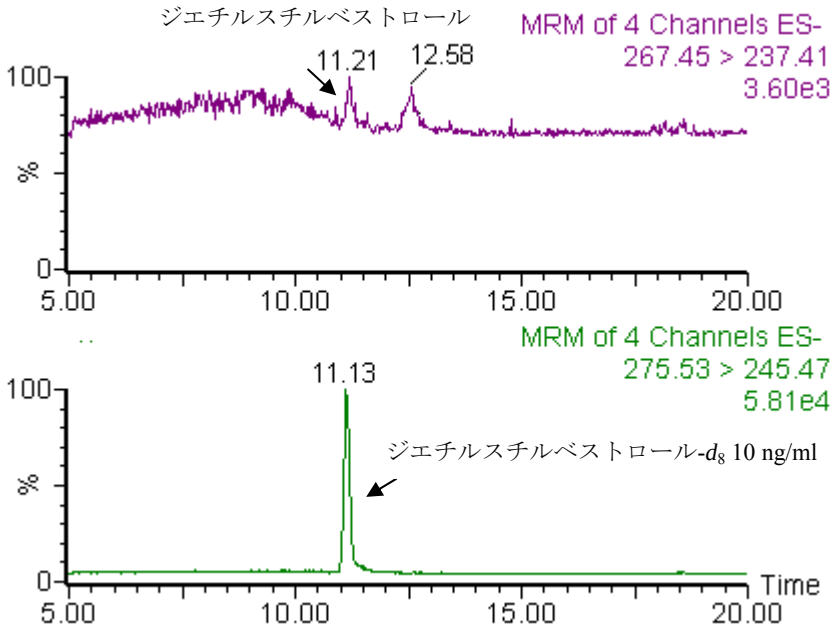


図 2　MDL 試験試料のクロマトグラム

§2　解　説

【分析法】

〔フローチャート〕

分析法のフローチャートを図 3 に示す。

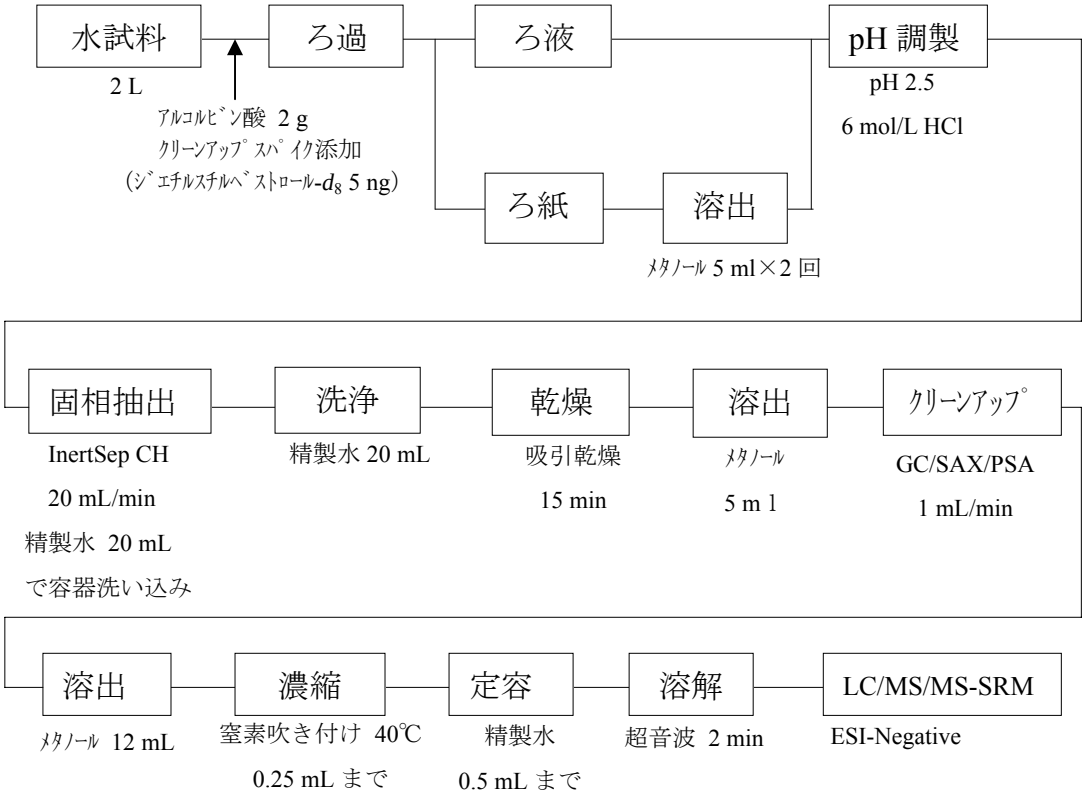


図 3　分析法のフローチャート

〔検量線〕

検量線を図 4 にクロマトグラムを図 5 に示す。また表 5 に検量線作成用データを示す。

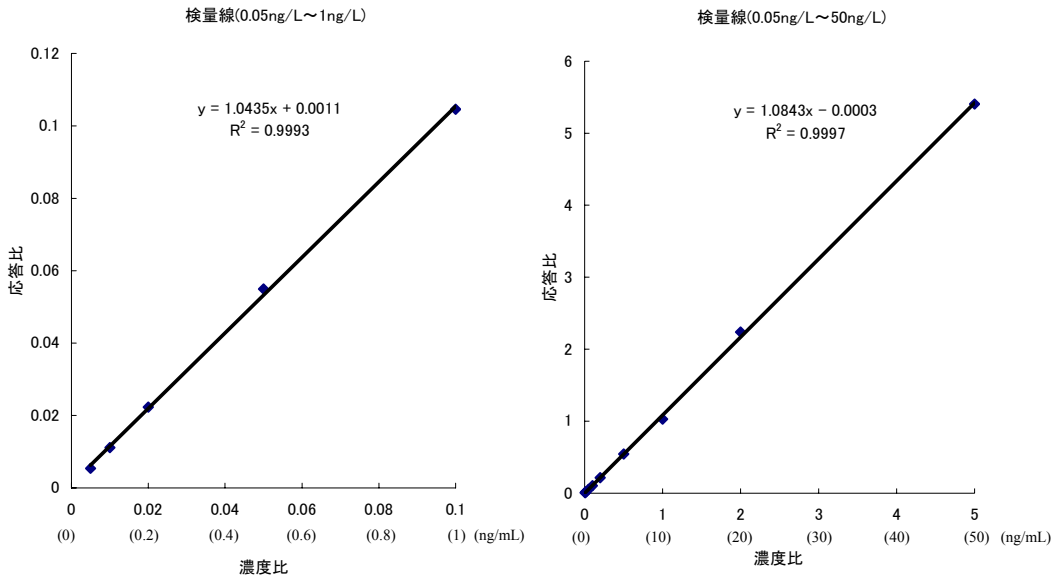


図 4　検量線　（括弧内の数値は標準溶液濃度。内標準物質濃度は 10 ng/L）

表 5　検量線作成用データ

標準試料濃度 (C_s)	応答値		応答比
(ng/mL)	調査物質 (A_s) *m/z* = 267.24	内標準物質 (A_{ss}) *m/z* = 275.43	(A_s/(A_{ss})
0.05	56	10455	0.0054
0.1	130	11275	0.0115
0.2	242	10867	0.0223
0.5	605	11003	0.0550
1	1201	11501	0.1044
2	2370	10996	0.2155
5	6058	11114	0.5451
10	11319	10999	1.0291
20	24045	10281	2.3388
50	54443	9971	5.4601

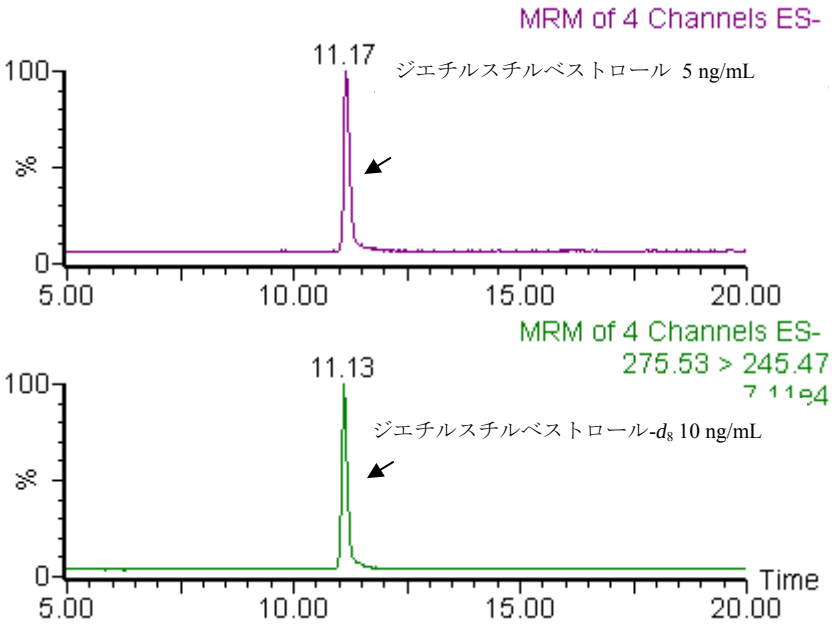


図 5　標準物質のクロマトグラム

〔標準物質のマススペクトル〕

標準物質のマススペクトルを図 6 に示す。

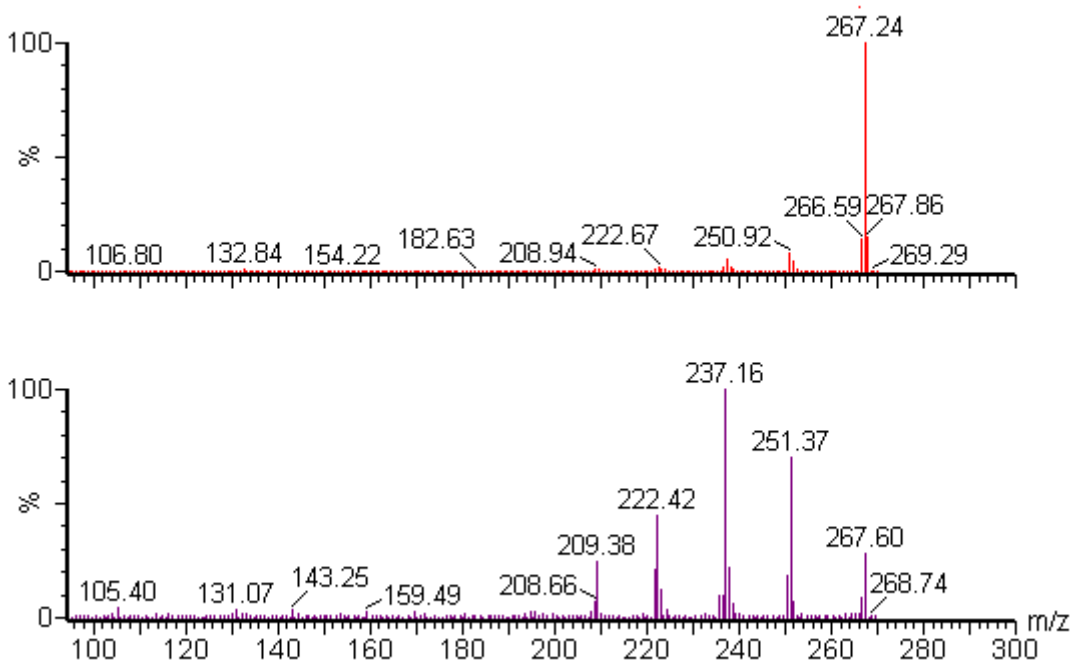


図 6　DES のプレカーサーイオンと *m/z*: 267 のプロダトイオンのマススペクトル

〔操作ブランクのクロマトグラム〕

操作ブランクのクロマトグラムを図 7 に示す。

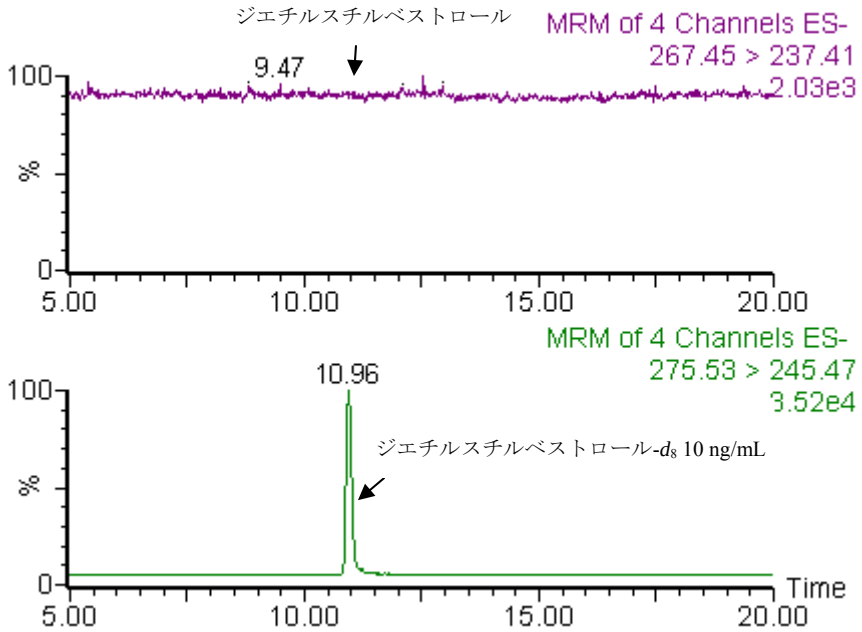


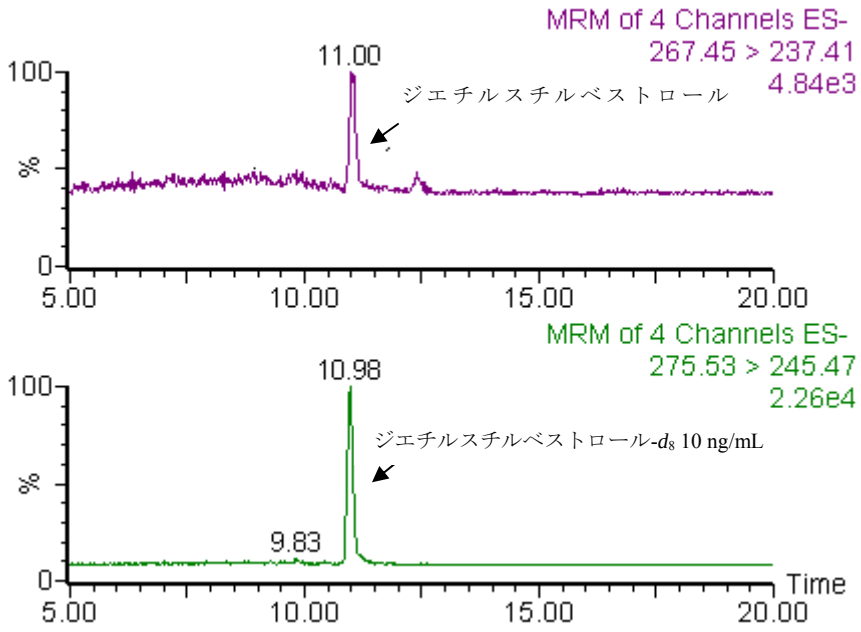
図 7 操作ブランクのクロマトグラム

〔添加回収試験〕

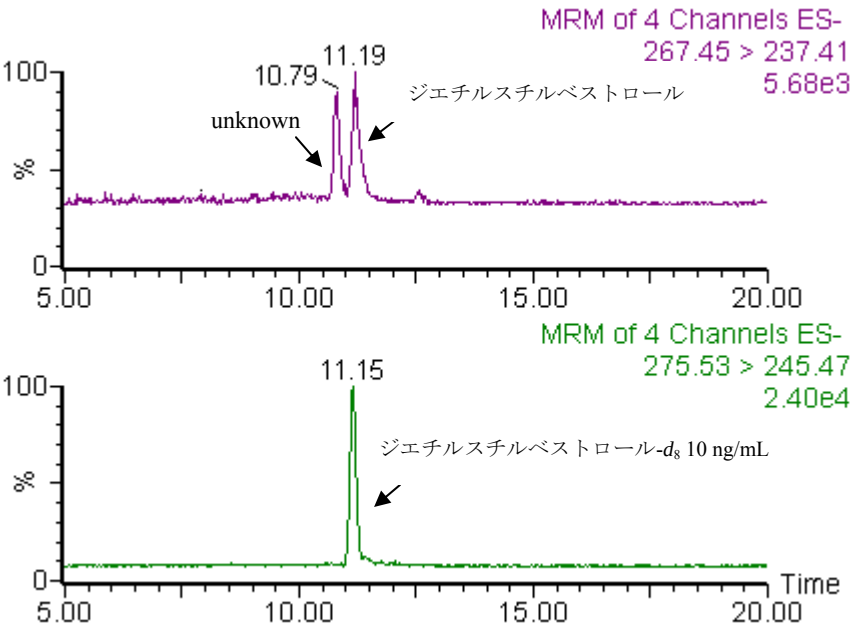
精製水、河川水（庄内川）、海水（名古屋港）への標準物質添加回収結果を表 6 に示す。河川水、海水の添加回収試験試料のクロマトグラムを図 8 示す。

表 6　精製水、河川水（庄内川）、海水（名古屋港）への標準物質添加回収結果

試料	試料量 (L)	添加量 (ng)	測定回数	検出濃度 (ng/L)	回収率 (%)	サロゲート回収率(%)	変動係数 (%)
精製水	2	無添加	2	ND		69.1	
		0.5	2	0.245	98	68.4	
河川水	2	無添加	2	ND		48.8	
		0.5	5	0.26	104	42.6	4.0
海水	2	無添加	2	ND		47.4	
		0.5	5	0.265	106	41.9	2.9



（河川水）



（海水）

図 8　河川水、海水の添加回収試験試料のクロマトグラム

〔分解性スクリーニング試験〕

分解性スクリーニング試験の結果を表 7 に示す。

表 7　分解性スクリーニング試験の結果

pH	初期濃度 (ng/mL)	1時間後の残存率 (%)	7日後の残存率(%)	
			暗所	明所
5	2	96.2	95.9	
7	2	98.4	95.8	61.2
9	2	93.4	75.7	

〔保存性試験〕

保存性試験の結果を表 8 に示す。なお、アスコルビン酸添加試料以外の保存性試験液の pH 調整は行っていない。

表 8　保存性試験の結果

	試料名	初期濃度 (ng/mL)	残存率（%） 7 日間	14 日間	1 ヶ月
河川水	試料（ｱｽｺﾙﾋﾞﾝ酸添加）	0.2	88		
	試料	0.2	90		
	粗抽出液	0.4		95	
海水	試料（ｱｽｺﾙﾋﾞﾝ酸添加）	0.2	85		
	試料	0.2	85		
	粗抽出液	0.4		98	
標準溶液	MDL の 10 倍	0.2			100
	検量線最高濃度	50			96

〔試料水の **pH**〕

精製水 1L を塩酸で pH 2、2.5、3 に調製後、DES を 50 ng 加えて、固相抽出を行った。その結果、回収率は 85%程度でほとんど差はなかったが、pH の調製が容易なので pH 2.5 で抽出することとした。

〔固相の選択〕

① Oasis HLB-Plus（Waters 社製）、②Sep-Pak-Plus PS-2（Waters 社製）、③Aqusis-PLS-3-Jr 230 mg（GL Sciences 社製）、④Autoprep EDS-1 250 mg（昭和電工社製）、⑤InertSep CH 500mg（GL Sciences 社製）、⑥InertSep mini RP-1 230 mg（GL Sciences 社製）、⑦Empore　disk SDB-RPS 47 mm（3M 社製）

河川水 1 L に DES を 50 ng 添加し、上記の固相を用いて抽出した。①、②、

③、④についてはメタノール 5 mL で溶出して、その 20 μL を LC/MS へ注入した。回収率を算出したところ 63.8%～73.2%で、①が若干良かったが大差はなかった。⑤、⑥は 5 mL のメタノール溶出液を GC/SAX/PSA を用いてクリーンアップ後、0.25 mL まで窒素を吹き付けて濃縮し、精製水 0.25 mL を加えて試験液とした。その 100 μL を LC/MS へ注入して回収率を求めたところ 62%と 55.8%であった。⑦については試料量を 1L と 2L で抽出を行い、後の操作は⑤、⑥と同様に行った結果、1L→62.6%、2L→56.1%であった。⑦は通水速度が途中から遅くなり膜タイプの利点が失われた。濃縮率を加味すると、いずれの固相も回収率に大差はなく、取り扱い易さと試料水中のマトリックスを出来るだけ試料液に持ち込まないようにする目的で、⑤ InertSep CH 500 mg を選択した。なお、2 L の試料を通水するため破過する恐れもあったので 2 連でも抽出したが 1 連のみで破過はなかった。

〔試料液のクリーンアップ〕

LC/MS 分析においては試料中のマトリックスによるイオン化抑制がおこる。都市の河川水から抽出される主なマトリックスとしては陰イオン(LAS)、非イオン界面活性剤 (NPnEO) 及びその分解物 (NPnEC)、クロロフィル等が考えられる。これらは図 9 に示すように対象物質の保持時間（11 分）付近に LC カラムから溶出する。環境水中濃度としては約 10 ng/mL と 1 ng/mL と低濃度であるが、対象物質に求められる要求感度は低いので試料液を高濃縮する必要がある。よってマトリックスもかなり高濃度になる。またクロロフィル及びその分解物で試料液は褐色になる。そこで試料液のクリーンアップのため GC/SAX/PSA 固相を用いた。その結果、陰イオン、非イオン界面活性剤分解物は 90%以上除去され、色素も除去された。そこで上記①、②、③、④の溶出液のクリーンアップ操作を行ったところ 10%程度の回収率の向上が見られたので本操作を取り入れることとした。図 9 にクリーンアップ操作後の河川水中の陰イオン、非イオン界面活性剤の分解物及び DES-d_8 のクロマトグラムを示す。陰イオン界面活性剤は DES のリテンションタイム付近にまだ溶出するが、非イオン界面活性剤の分解物はほとんど除去されている。

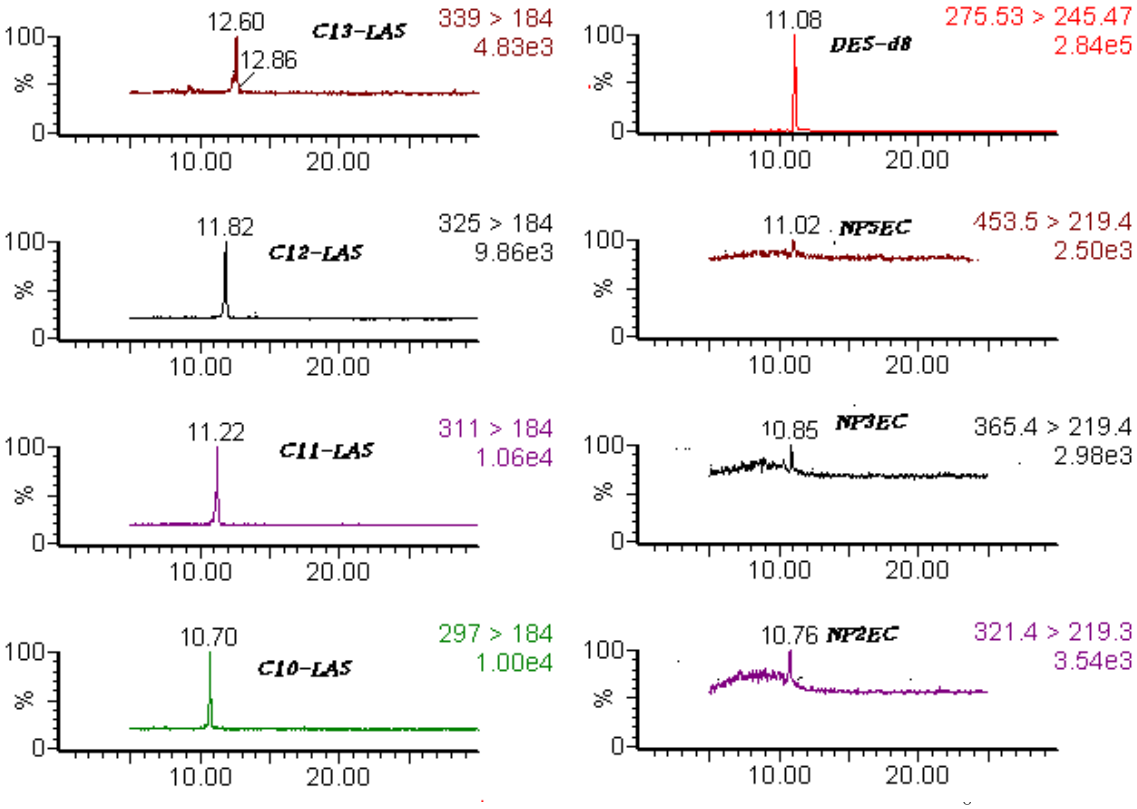


図 9　クリーンアップ操作後の河川水試料の陰イオン (LAS)、非イオン界面活性剤の分解物 (NPnEC) と DES-d_8 のクロマトグラム
（左側：LAS、右側：NPnEC、DES-d_8）

〔LC カラムの選択〕

DES は *cis* 体 *trans* 体の異性体を持つので通常の C_{18} カラムでは 2 本のピークに分離される。後出のピークは小さいので試料濃度が低いとピーク認識されなくなり計算が困難になる、そこで感度を稼ぐためにもピークが 1 本で分離されてくる Shield RP_{18} カラムを使用することとした。

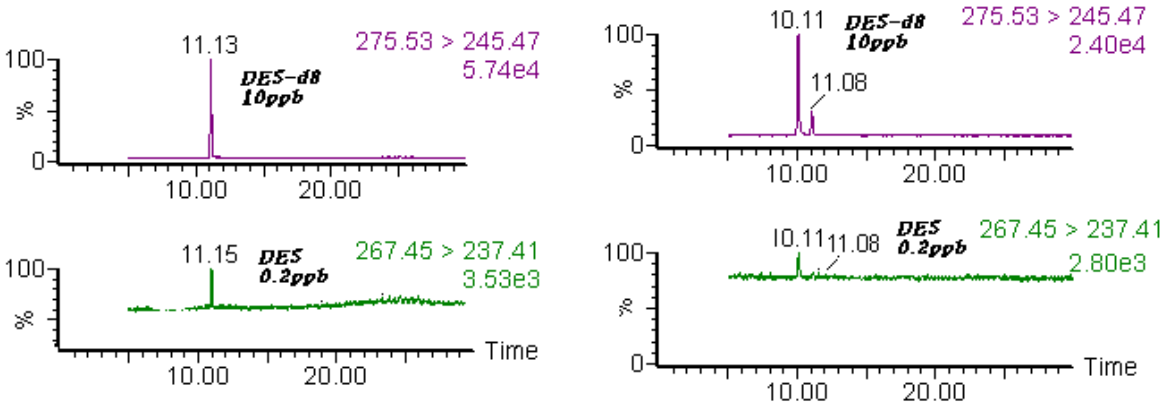


図 10　分析カラムによる分離の違い
左側：RP-18、右側：C18（C18 では異性体が分離する）

〔試料濃縮率及び LC/MS への注入量の違いによる回収率への影響〕

精製水及び河川水 2 L に DES を 50 ng 添加して図 11 のフローチャートで分析した。分析結果を表 9（上段は精製水、下段は河川水の結果）に示す。精製水の場合は固相溶出液(図中の試験液①)からも 0.5 mL 分取して分析した結果、回収率は 107% で良好だった。さらに残りの抽出液 4.5 mL を GC/SAX/PSA 固相カラムを用いて,クリーンアップ操作した試験液（図中の試験液②、③、④）は濃縮率に関わらず､表 9 に示すように注入量(pg)が同じなら大差はなかった.しかし試験液④の結果のように注入量が 2250 pg と増加すると低下した。河川水の場合はクリーンアップ操作後の試験液を調製して分析した。結果は同様の傾向だが精製水と比較すると同程度の注入量 (pg) でも 30% 程度の回収率の低下があった。マトリックスの影響が考えられる。また DES は低濃度の検出を求められるので、LC/MS への注入量は 100 µL と大容量を要する。従って最終試験溶液は移動相の組成に近づけないとピーク形状が悪くなる。そこで試料液に同量の水を加えた場合（試験液⑦）とメタノールだけ（試験液⑥）の場合と比較すると、注入量 250 pg、500 pg までは水を加えることにより 20% 以上の低下がみられた。水を加えることによる DES の不溶解物質への吸着や溶解度の低下が影響していると考えられる。しかし 1000 pg では同程度となった。

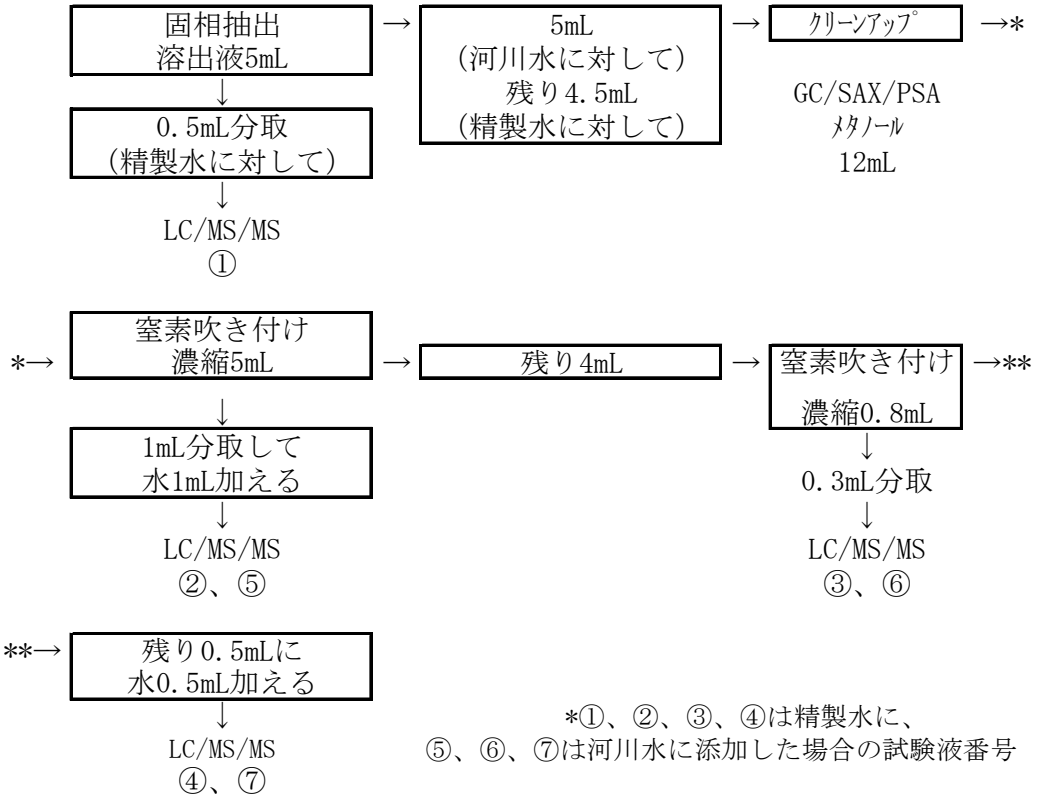


図 11　表 9 の試験液作成用の分析フローチャート
（図中の番号は表 9 の試験液番号を表す。）

表 9　濃縮率及び注入量の違いによるサロゲートの回収率

精製水2LにDES50ng,DES-d8 50ngを添加

（）内は濃縮倍率	試験液番号	最終試験液の溶媒組成 水(mL)	最終試験液の溶媒組成 メタノール(mL)	濃度 (ng/mL)	注入量 (μL)	注入量 (pg)	サロゲート回収率（%）
固相溶出液(400倍)	①	0	5	10	20	200	107
クリーンアップ溶液(180倍)	②	1	1	4.5	100	450	98.7
クリーンアップ溶液(900倍)	④	0.5	0.5	22.5	10	225	91.3
	④	0.5	0.5	22.5	20	450	89.8
	④	0.5	0.5	22.5	40	900	88.9
	④	0.5	0.5	22.5	100	2250	68.4
クリーンアップ溶液(1800倍)	③	0	0.3	45	5	225	107
	③	0	0.3	45	10	450	104.5
	③	0	0.3	45	20	900	82.2

*注入量は分画した添加量と最終試験液量からの計算値

河川水2 LにDES 50 ng, DES-d_8 50 ngを添加

（）内は濃縮倍率	試験液番号	最終試験液の溶媒組成 水(mL)	最終試験液の溶媒組成 メタノール(mL)	濃度 (ng/mL)	注入量 (μL)	注入量 (pg)	サロゲート回収率（%）
クリーンアップ溶液(200倍)	⑤	1	1	5	100	500	57.6
クリーンアップ溶液(1000倍)	⑦	0.5	0.5	25	10	250	67.9
	⑦	0.5	0.5	25	20	500	59.4
	⑦	0.5	0.5	25	40	1000	49.7
	⑦	0.5	0.5	25	100	2500	40.6
クリーンアップ溶液(2000倍)	⑥	0	0.3	50	5	250	94.5
	⑥	0	0.3	50	10	500	82.1
	⑥	0	0.3	50	20	1000	50.9

実試料分析時と同様に 4000 倍濃縮した海水試料を、LC/MS/MS へ注入量を増加させて注入した場合の回収率を図 12 に示す。注入量が増加するとイオン化抑制の効果が増加し、サロゲートの絶対回収率が低下する。

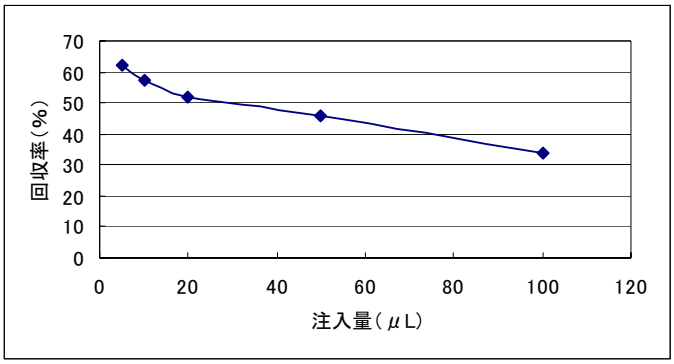


図 12　LC/MS/MS への注入量の増加によって生じるイオン化抑制に起因するサロゲート回収率の底下（試料液：海水試料 4000 倍濃縮液）

〔環境試料の分析〕

図 13 に河川水、図 14 に海水のクロマトグラムを示す。

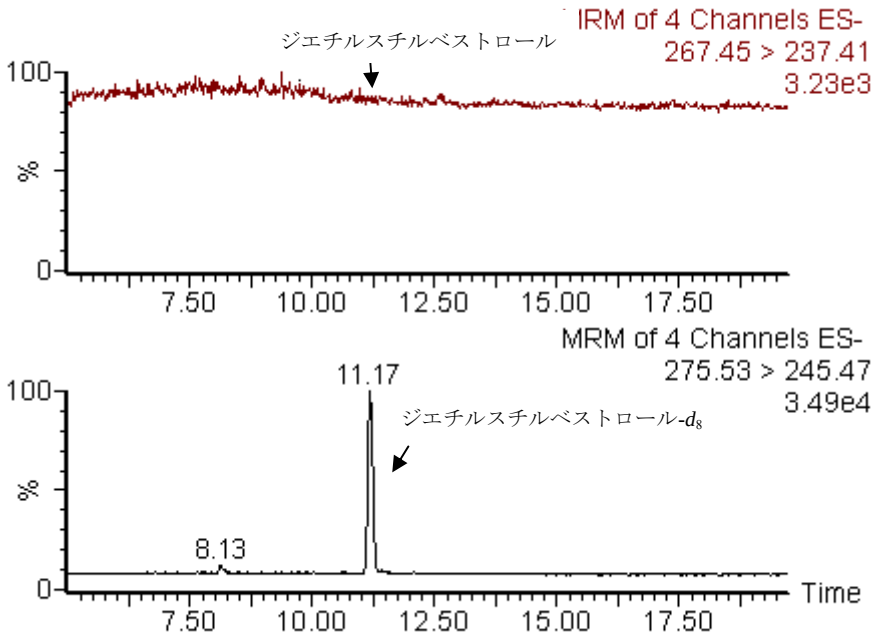


図 13　河川水のクロマトグラム

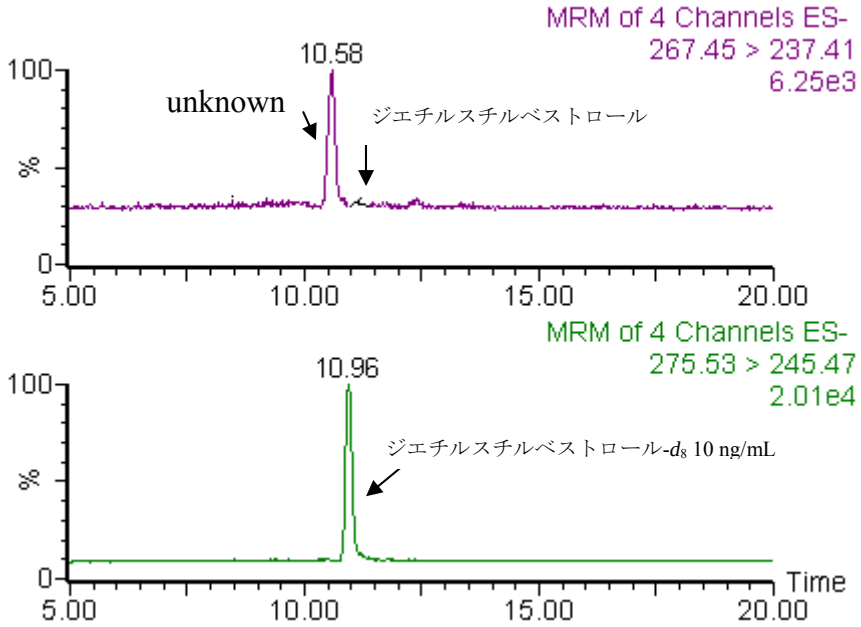


図 14　海水のクロマトグラム

【評価】

水質試料に対する DES の要求感度は 0.00001 μg/L と非常に低濃度である。従って試料量、LC/MS への注入量を通常より増量した。その結果イオン化抑制が起こり、サロゲートの絶対回収率が見かけ上 40% 程度に低下する。しかしジエチルスチルベストロールの相対回収率は 90% 以上で安定していた。本法により複数箇所の水質試料より MDL を計算したところ、いずれも 0.000005 μg/L は算出されたので、水質試料に対する DES 0.00001 μg/L は検出可能である。

〔試料採取及び試料の輸送〕

試料は pH9 で 7 日後には暗所で 25% ほど分解する。また pH7 でも 7 日後には明所で 40% ほど分解するので、採取時にアスコルビン酸を 1g/L 添加して密栓し、遮光・冷却（４℃程度）で輸送し、冷暗所（４℃程度）に保存して可能な限り早期に分析する。

【担当者氏名・連絡先】

所属先名称　　：名古屋市環境科学研究所
所属先住所　　：〒457-0841　名古屋市南区豊田 5-16-8
TEL：052-692-8481　　FAX：052-692-8483
担当者名　　：渡辺正敏、長谷川　瞳
E-mail　　：watanabe@nagoyakankaken.net、hitomi@nagoyakankaken.net

Diethylstilbestrol

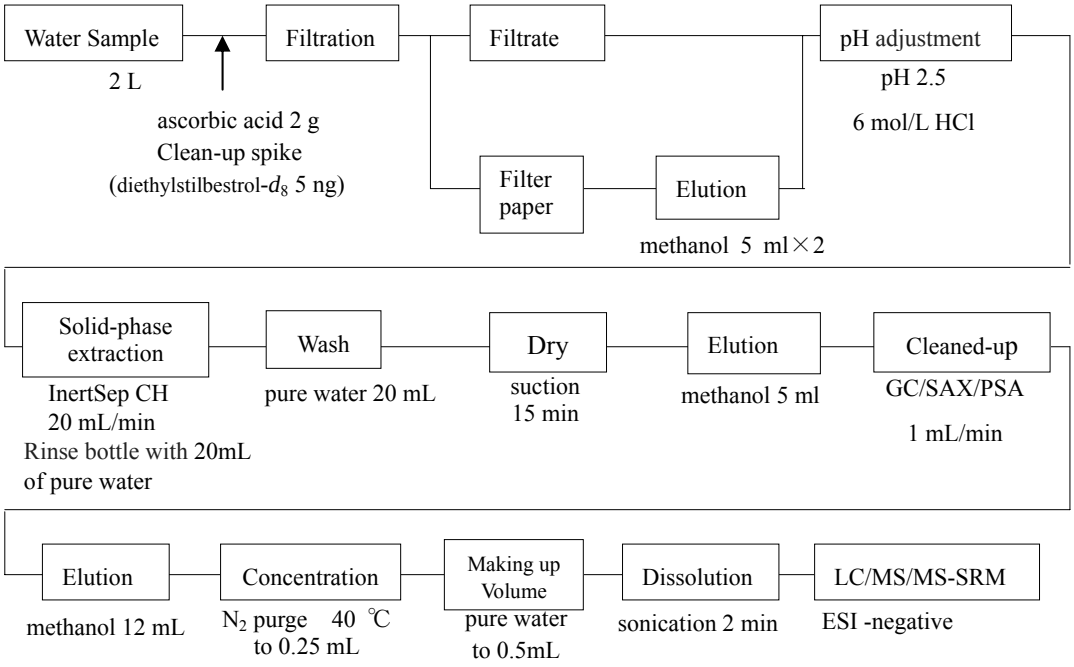
An analytical method has been developed for the determination of diethylstilbestrol in water sample by liquid chromatography tandem-mass spectrometory (LC/MS/MS). Negative electrospray ionization (ESI-negative) is used to ionize diethylstilbestrol and diethylstilbestrol-d_8 as an internal standard. The determination is performed by the selected−reaction-monitoring (SRM) method using precursor/product ionsets of *m/z*: 267/237 for diethylstilbestrol and *m/z* :275/245 for diethylstilbestrol-d_8.

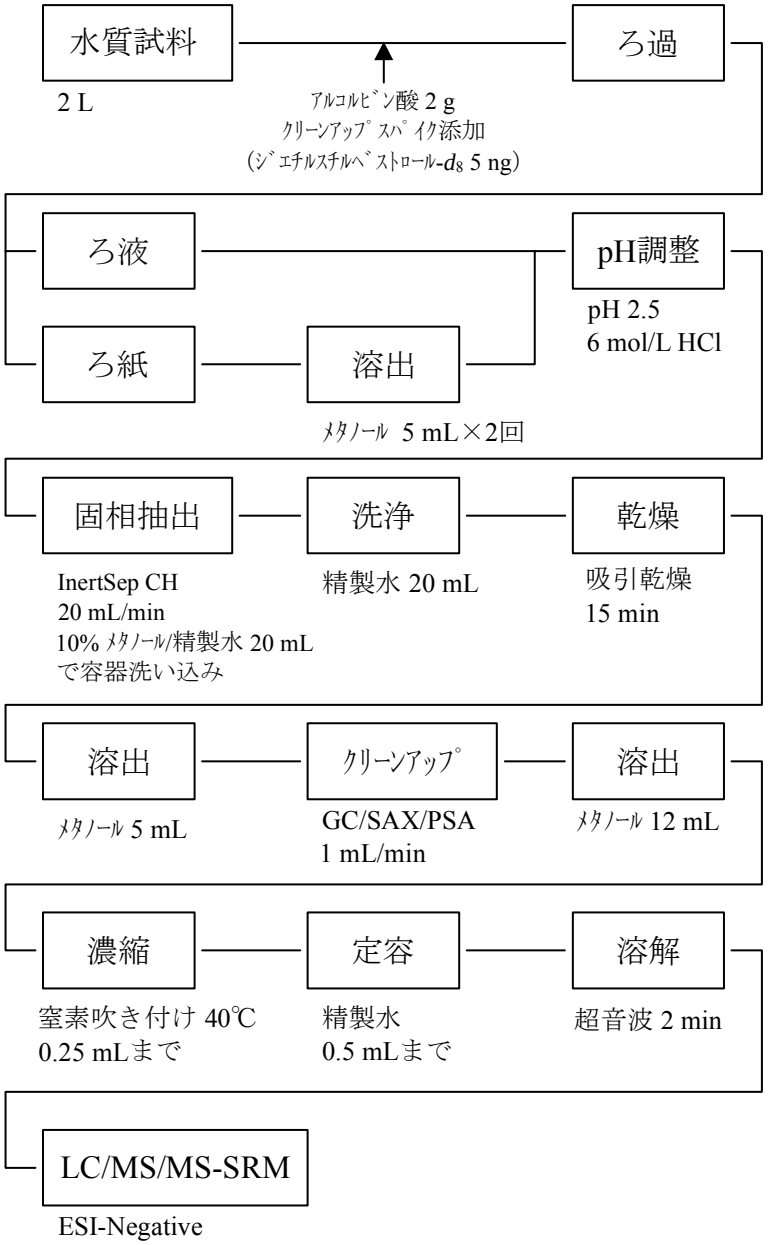
A 2000 mL water sample is added with 2 g of ascorbic acid, and spiked with 5 ng of Diethylstilbestrol-d_8 as surrogate substance. The sample is filtrated by glass fiber filter (GS25) and conditioned to pH2.5 with 6 mol/L HCL, and then this sample is passed through a preconditioned solid phase extraction cartridge (InertSep CH) at a flow rate 20 mL/min. The cartridge is eluted with 5 mL of methanol, and then eluate is cleaned-up by using GC/SAX/PSA cartridge to remove matrix. The GC/SAX/PSA cartridge is eluated with 12 mL of methanol.

The cleaned-up eluate is evaporated to reduce the volume to approximately 0.25 mL in a test tube on a heated water bath at 40℃ using a gentle fiow nitrogen, and then made the volume to 0.5 mL with water. The solution is used to determine diethylstilbestrol by LC/MS/MS.

The method detection limit (MDL) and the method quantification limit (MQL) are 0.005 ng/L, 0.0133 ng/L, respectively. The average recoveries (n=5) from 0.5 ng of diethylstilbestrol added water sample of river water and sea water were 103%, 104%.and the relative standard deviation were 4.0%, 2.9% respectively.

Using this method, the target compound in river water and sea water were not detected



物質名	分析法フローチャート	備考
ジエチルスチルベストロール 略称：DES	【水質】  	分析原理： LC/MS/MS-SRM ESI-Negative 検出下限値： 【水質】(ng/L) 0.0050 分析条件： 機器 LC: Waters Aliance 2695 MS: Waters Quatro micro API カラム XBridgTM Shield RP18 100 mm × 2.1 mm、3.5 µm