

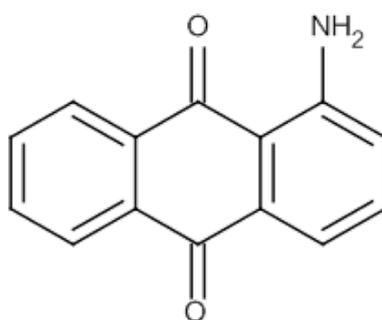
## 1-アミノ-9,10-アントラキノン

### 1-Amino-9,10-anthraquinone

IUPAC 名：1-aminoanthracene-9,10-dione

別名：1-アミノアントラキノン

#### 【対象物質の構造】



CAS 番号：82-45-1

分子式：C<sub>14</sub>H<sub>9</sub>NO<sub>2</sub>

#### 【物理化学的性状】

[分子量 (平均分子量)]	223.22
[分子量 (モノイソトピック質量)]	223.0633285
[融点]	~250 °C <sup>1)</sup>
[沸点]	300 °C <sup>2)</sup>
[溶解性]	水：0.0003125 g/L (20°C) <sup>3)</sup>
[蒸気圧]	6E-10 mmHg (25°C) <sup>4)</sup>
[log P <sub>ow</sub> ]	3.74 <sup>5)</sup>
[ヘンリー定数]	4.9E-09 atm・m <sup>3</sup> /mol <sup>6)</sup>

## 【毒性、用途】

### 〔実験動物に対する急性毒性情報〕

ラット（経口）LD : 3000 mg/kg<sup>7)</sup>

ラット（経口）LDL<sub>0</sub> : 2400 mg/kg<sup>7)</sup>

ラット（腹腔内注射）LD<sub>50</sub> : 1500 mg/kg<sup>7)</sup>

### 〔用途〕

染料中間体<sup>8)</sup>

出典

- 1) Maryadele J. O'Neil(Ed), The Merck Index 14th Edition
- 2) International Uniform Chemical Information Database IUCLID Data Set
- 3) Handbook of Aqueous Solubility Data
- 4) Philip H. Howard, William M. Meylan, Handbook of Physical Properties of Organic Chemicals
- 5) Philip H. Howard, William M. Meylan, Handbook of Physical Properties of Organic Chemicals, The Syracuse Research Co.
- 6) Data from SRC PhysProp Database
- 7) 神奈川県化学物質安全情報提供システム(kis-net)
- 8) 化学物質総合情報提供システム(CHRIP)

## §1 分析法

### (1) 分析法の概要

固相カートリッジを用いて、水質試料から 1-アミノアントラキノンおよび 2-アミノアントラキノンを抽出する。脱水後、メタノールで溶出する。精製水を加えて定容し、LC/MS/MS (ESI-Positive) により 2 物質を同時分析する。

### (2) 試薬・器具

#### 【試薬】

1-アミノアントラキノン (1-AAQ) : AccuStandard, Inc. 製 環境分析用  
標準品

2-アミノアントラキノン (2-AAQ) : AccuStandard, Inc. 製 環境分析用  
標準品

ヘキサン、アセトン	: 和光純薬製 残留農薬・PCB 分析用
メタノール、アセトニトリル	: 関東化学製 LC/MS 用
精製水	: 超純水: 関東化学製 LC/MS 用
固相カートリッジ	: Waters 製 Sep-Pak tC2 Plus short cartridge

### 【標準液の調製】

#### 〔標準液〕

1-AAQ 標準品および 2-AAQ 標準品を正確に 10.0 mg 量り取り、アセトニトリル 100 mL に溶解して 100 µg/mL の混合標準原液を調製する。この標準原液をアセトニトリルで適宜希釈して 1000 ng/mL の標準液を作成する。

#### 〔検量線用標準液〕

1000 ng/mL 標準液を 1~1000 µL 分取し、メタノール/ 精製水(1:1) の溶液を用いて 5 mL に希釈して 0.200~ 200 ng/mL の検量線用標準液を調製する。

### 【器具】

ビーカー、目盛付き試験管、メスフラスコ、標線ビン、コンセントレーター、窒素吹き付け装置、マイクロシリンジ、パスツールピペット 等

## (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】

固相カートリッジ(Sep-Pak tC2)はメタノール 10 mL 及び精製水 10 mL でコンディショニングした後、水質試料 200 mL を約 10 mL/min の速度で通水する。メタノール/精製水(1:9)10 mL で、ビーカー内壁を洗い込み、その液を固相カートリッジに通すことにより、固相カートリッジを洗浄する。その後、固相カートリッジをコンセントレーターから取り外し、10 分程度、吸引乾燥させる。メタノール 5 mL でバックフラッシュ溶出し（注 1）、精製水を加えて 10 mL に定容して試験液とする。

### 【空試験液の調製】

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

## 【測定】

### 〔装置条件〕

### 〔LC 条件〕

機種 : Waters 製 Alliance2695  
カラム : GL science Inertsustain C18 (3  $\mu$ m, 2.1  $\times$  100 mm)  
移動相 : A 精製水、B メタノール  
0→15 min A : 50 → 20 B : 50 → 80 linear gradient  
15→20 min A : 20 → 5 B : 80 → 95 linear gradient  
20→25 min A : 5 B : 95  
25→30 min A : 50 B : 50

カラム流量 : 0.2 mL/min

カラム温度 : 40°C

試料注入量 : 5  $\mu$ L

### 〔MS 条件〕

機種 : Waters 製 QuattroMicro API  
キャピラリー電圧 : 4.00 kV  
コーンガス流量 : 50 L/hr  
デソルベーションガス流量 : N<sub>2</sub> (700 L/hr)  
ソース温度 : 110°C  
デソルベーション温度 : 350°C  
イオン化法 : ESI(+)  
測定モード : SRM

物質名	コーン電圧 (V)	コリジョン電圧 (eV)	定量イオン (m/z)	確認イオン (m/z)
1-AAQ	45	30	224>167	224>151
2-AAQ	45	30	224>167	224>151

### 〔検量線〕

検量線用標準液 (0.200 ~ 200  $\mu$ g/L) 10  $\mu$ L を LC/MS に注入し、対象物質の濃度と得られたピーク面積との関係から検量線を作成する。

### 〔定量〕

試験液 5  $\mu$ L を LC/MS に注入して測定を行う。得られたクロマトグラム上の対象物質のピーク面積から、対象物質の試験液濃度 (ng/mL) を求める。

〔濃度の算出〕

試料水中濃度  $C$  ( $\mu\text{g/L}$ )は次式により算出する。

$$C (\mu\text{g/L}) = \text{検出濃度}(\text{ng/mL}) \times \text{最終液量}(\text{mL}) / \text{試料量}(\text{L}) \times 10^{-3}$$

〔装置検出下限 (IDL)〕

本分析に用いた LC/MS/MS の IDL を表 1 に示す (注 2)。

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 ( $\mu\text{g/L}$ )
1-AAQ	0.054	0.200	10.0	0.0027
2-AAQ	0.063	0.200	10.0	0.0031

〔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 を表 2 に示す。(注 3)

表 2 MDL 及び MQL の算出結果

物質名	試料量 (L)	最終液量 (mL)	MDL ( $\mu\text{g/L}$ )		MQL ( $\mu\text{g/L}$ )	
			河川水	海水	河川水	海水
1-AAQ	0.200	10.0	0.0028	0.0025	0.0073	0.0066
2-AAQ	0.200	10.0	0.0026	0.0022	0.0069	0.0058

注 解

(注 1) 確実に AAQ を溶出させるため、バックフラッシュ溶出を行う。通常の溶出では、回収率が悪くなることがある。

(注 2) 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

対象物質名	1-AAQ	2-AAQ
試料量 (mL)	200	200
最終液量 (mL)	10.0	10.0
注入液濃度 (ng/mL)	0.200	0.200
装置注入量 (μL)	5	5
結果 1 (ng/mL)	0.211	0.180
結果 2 (ng/mL)	0.212	0.224
結果 3 (ng/mL)	0.189	0.206
結果 4 (ng/mL)	0.208	0.174
結果 5 (ng/mL)	0.200	0.186
結果 6 (ng/mL)	0.239	0.193
結果 7 (ng/mL)	0.218	0.179
結果 8 (ng/mL)	0.207	0.185
平均値 (ng/mL)	0.2104	0.1909
標準偏差 (ng/mL)	0.0144	0.0166
IDL (ng/mL)	0.054	0.063
IDL 試料換算値 (μg/L)	0.0027	0.0031
S/N 比	12	10
CV(%)	6.8	8.7

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

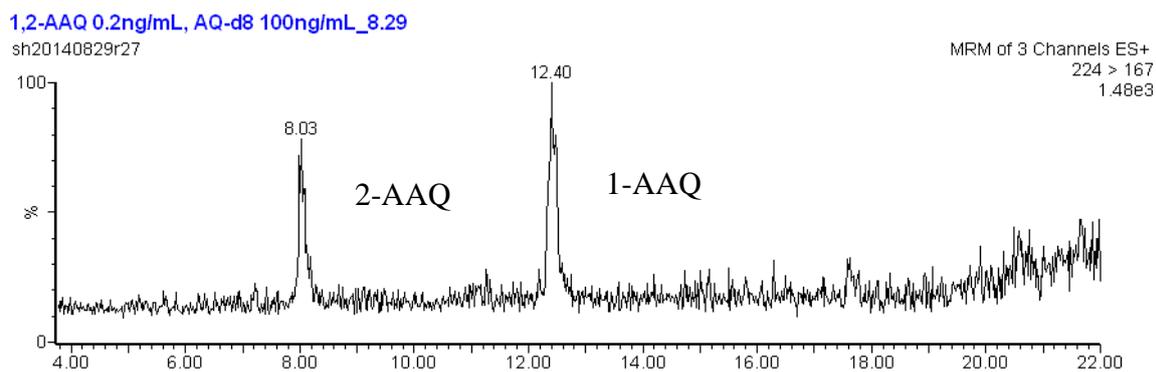


図 1 IDL 算出時(0.2 ng/mL)のクロマトグラム

(注3) 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4,5のとおり算出した。また、図2~5にMDL測定時のクロマトグラムを示す。

表4 MDL及びMQLの算出結果(河川水)

物質名	1-AAQ	2-AAQ
試料	河川水	河川水
試料量(L)	0.200	0.200
標準添加量(ng)	2.00	2.00
試料換算濃度(μg/L)	0.010	0.010
最終液量(mL)	10	10
注入濃度(ng/mL)	0.200	0.200
装置注入量(μL)	5	5
操作ブランク平均(μg/L) <sup>*1</sup>	ND	ND
無添加平均(μg/L) <sup>*2</sup>	ND	ND
結果1(μg/L)	0.00991	0.0102
結果2(μg/L)	0.0107	0.0114
結果3(μg/L)	0.00973	0.00962
結果4(μg/L)	0.00940	0.0113
結果5(μg/L)	0.0112	0.0108
結果6(μg/L)	0.0101	0.0103
結果7(μg/L)	0.0113	0.00982
平均値(μg/L)	0.01033	0.01049
標準偏差(μg/L)	0.000730	0.000694
MDL(μg/L) <sup>*3</sup>	0.0028	0.0026
MQL(μg/L) <sup>*4</sup>	0.0073	0.0069
S/N比	13	11
CV(%)	7.1	6.6

- \*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 (n=3)
- \*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 (n=3)
- \*3  $MDL = t(n-1, 0.05) \times \sigma_{n-1} \times 2$
- \*4  $MQL = \sigma_{n-1} \times 10$

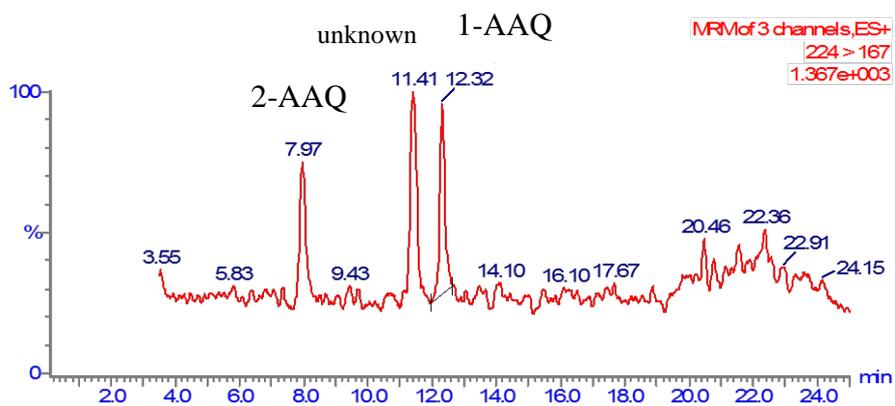


図2 MDL算出時（河川水・2 ng 添加）のクロマトグラム

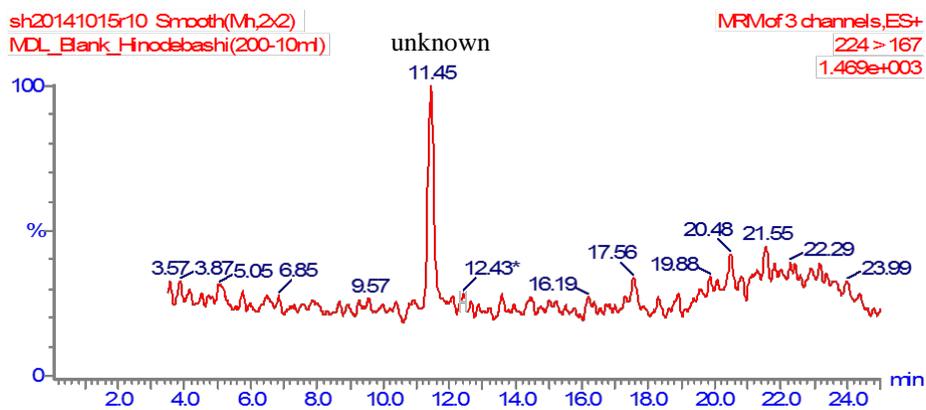


図3 MDL算出時（河川水・無添加）のクロマトグラム

表 5 MDL 及び MQL の算出結果 (海水)

物質名	1-AAQ	2-AAQ
試料	海水	海水
試料量 (L)	0.200	0.200
標準添加量 (ng)	2.00	2.00
試料換算濃度 (µg/L)	0.010	0.010
最終液量 (mL)	10	10
注入濃度 (ng/mL)	0.200	0.200
装置注入量 (µL)	5	5
操作ブランク平均 (µg/L) <sup>*1</sup>	ND	ND
無添加平均 (µg/L) <sup>*2</sup>	ND	ND
結果 1 (µg/L)	0.00934	0.00955
結果 2 (µg/L)	0.0108	0.00978
結果 3 (µg/L)	0.0109	0.00946
結果 4 (µg/L)	0.0113	0.0110
結果 5 (µg/L)	0.0113	0.00967
結果 6 (µg/L)	0.0107	0.0101
結果 7 (µg/L)	0.0107	0.00924
平均値 (µg/L)	0.01073	0.009823
標準偏差 (µg/L)	0.000662	0.000578
MDL (µg/L) <sup>*3</sup>	0.0025	0.0022
MQL (µg/L) <sup>*4</sup>	0.0066	0.0058
S/N 比	13	11
CV(%)	6.2	5.9

\*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 (n=3)

\*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 (n=3)

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

\*4  $MQL = \sigma_{n-1} \times 10$

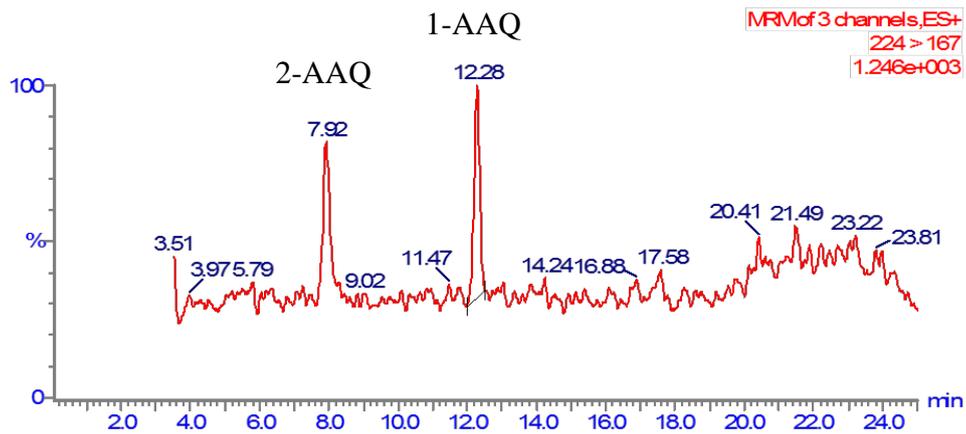


図4 MDL算出時（海水・2 ng 添加）のクロマトグラム

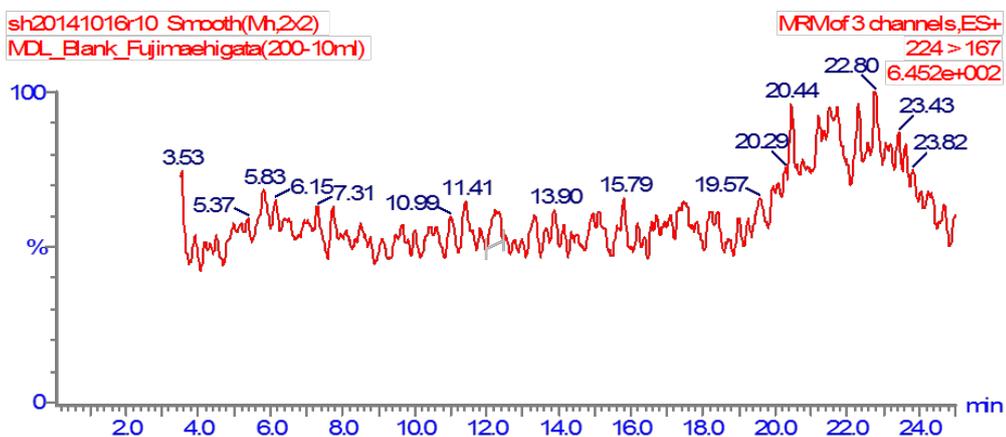


図5 MDL算出時（海水・無添加）のクロマトグラム

## §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 6 に示す。

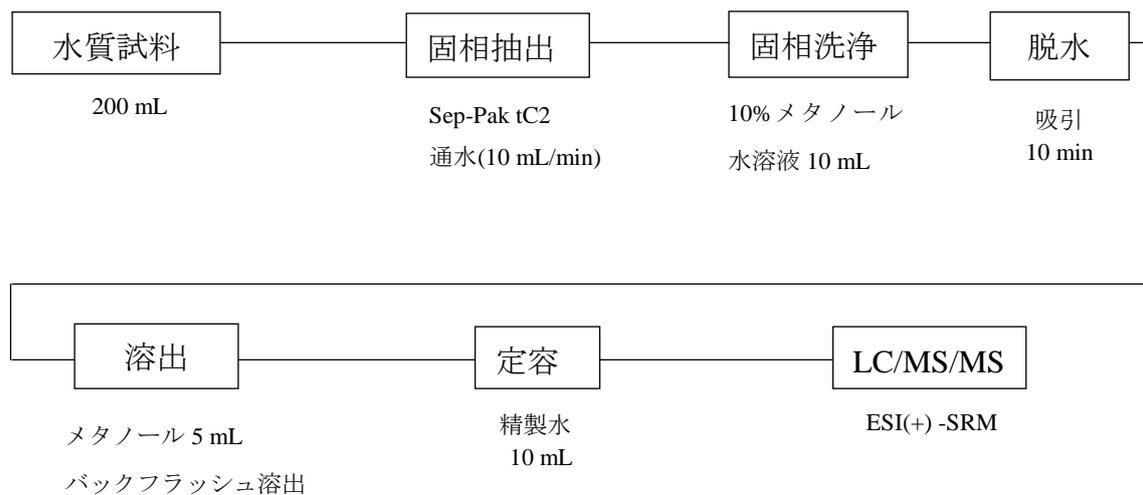


図 6 分析法のフローチャート

#### 〔検量線〕

検量線作成用データを表 6 に、検量線を図 7、8 に示す。

表 6 検量線作成用データ

標準液濃度 (ng/mL)	応答値	
	1-AAQ ( <i>m/z</i> 224>167)	2-AAQ ( <i>m/z</i> 224>167)
0.200	240.38	211.71
0.500	553.60	504.06
1.00	1018.56	1027.54
2.00	2202.47	2214.68
5.00	5563.61	5259.03
10.0	8549.71	7920.27
50.0	36822.89	33828.68
100	69255.83	65683.27
200	137585.35	127631.59

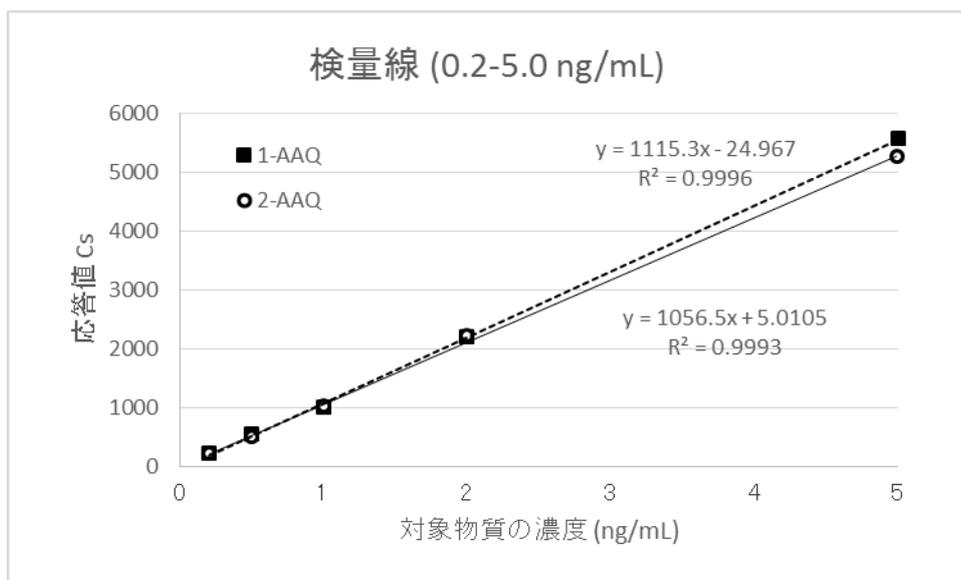


図 7 1-AAQ および 2-AAQ の検量線(0.2~5.0 ng/mL)

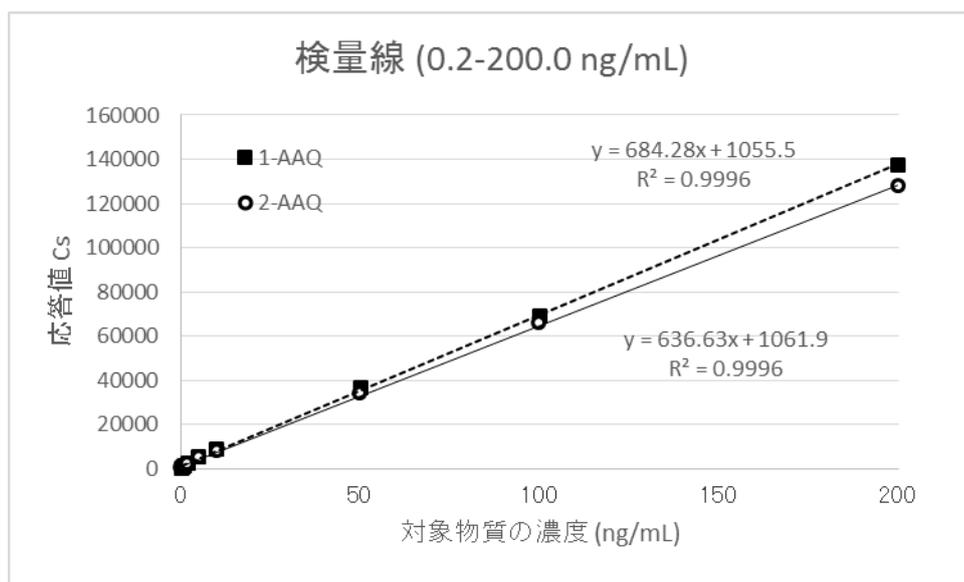


図 8 1-AAQ および 2-AAQ の検量線(0.2~200 ng/mL)

### [クロマトグラム]

検量線作成時の標準液のクロマトグラムを図9に示す。

1,2-AAQ 5ng/mL, AQ-d8 100ng/mL\_8.29  
sh20140829r17

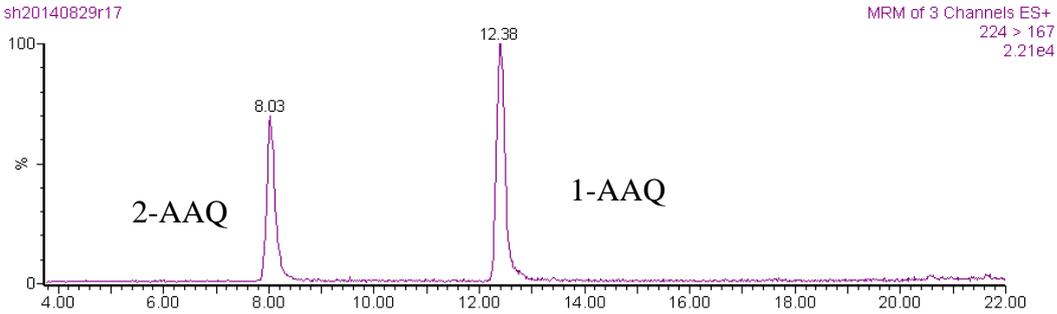


図9 標準液(5 ng/mL) のクロマトグラム

### [マススペクトル]

1-AAQ 及び 2-AAQ のマススペクトルを各々、図 10、11 に示す。  
本分析法で Positive モードでの測定を採用した。

scan, posi, cap2.8, cone70  
1508183\_1AAQ 194 (0.346)

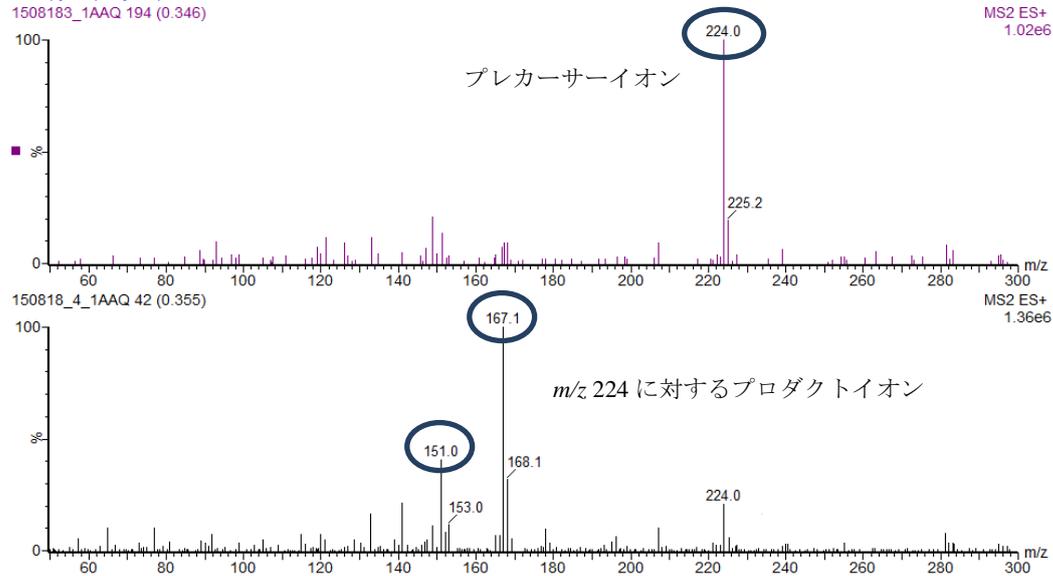


図10 1-AAQ のマススペクトル

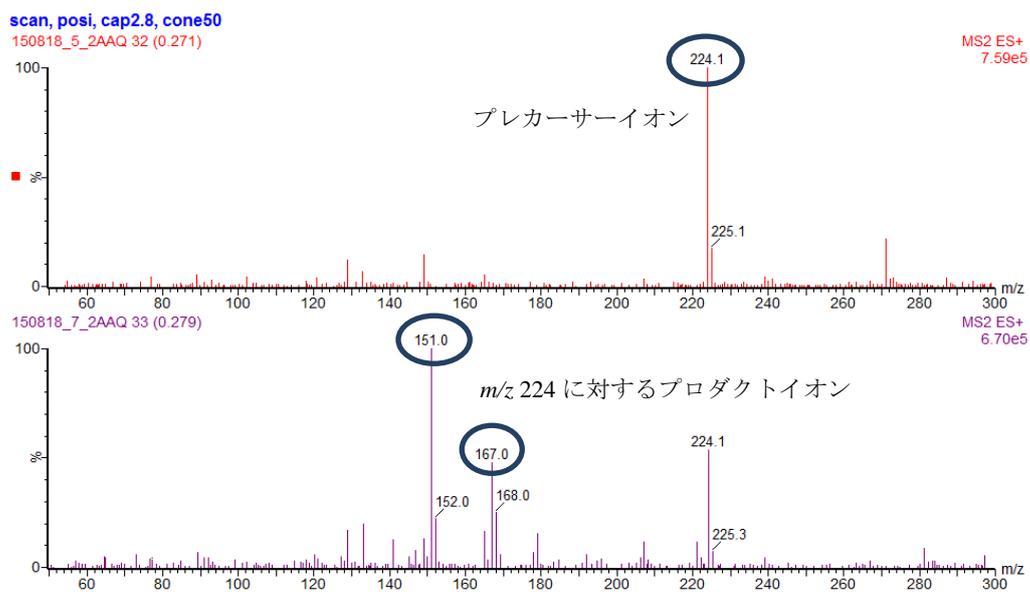


図 11 2-AAQ のマススペクトル

〔添加回収試験〕

精製水、海水（潮見ふ頭）、河川水（大森橋）への標準物質添加回収結果を表7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12及び図13に示す。

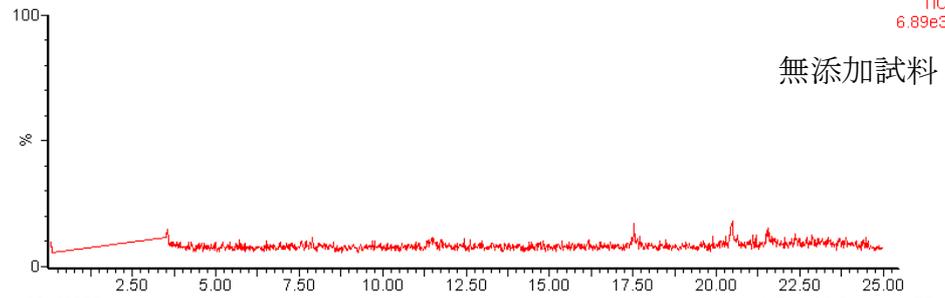
表7 添加回収試験結果

試料	物質名	試料量(L)	添加量 (ng)	試験数	検出濃度 ( $\mu\text{g/L}$ )	回収率 (%)	CV (%)
精製水	1-AAQ	0.2	0	2	ND	-	-
		0.2	20	5	1.90	95	3.2
	2-AAQ	0.2	0	2	ND	-	-
		0.2	20	5	1.83	92	2.1
海水 (潮見ふ頭)	1-AAQ	0.2	0	2	ND	-	-
		0.2	20	5	1.87	94	2.1
	2-AAQ	0.2	0	2	ND	-	-
		0.2	20	5	1.71	85	1.7
河川水 (大森橋)	1-AAQ	0.2	0	2	ND	-	-
		0.2	20	5	1.83	92	2.7
	2-AAQ	0.2	0	2	ND	-	-
		0.2	20	5	1.64	82	2.5

Recovery\_Shioimi\_1\_add 20ng\_(1,2-AAQ 2ng/mL)

sh20150305r47

MRM of 3 Channels ES+  
TIC  
6.89e3



sh20150305r44

MRM of 3 Channels ES+  
TIC  
6.89e3

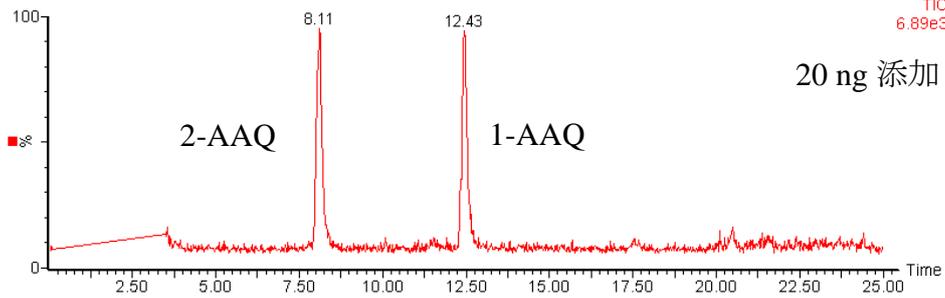
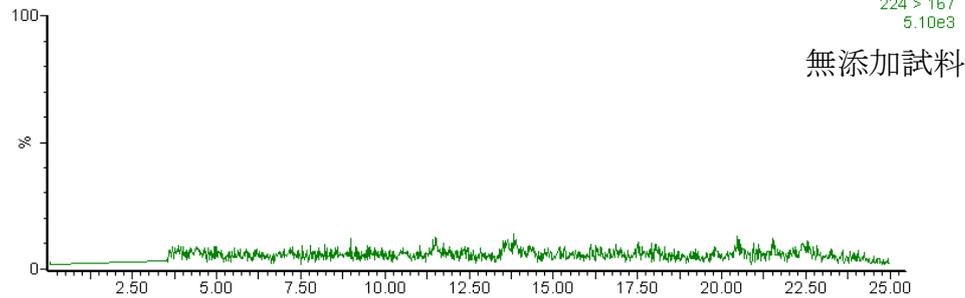


図 12 添加回収試験時のクロマトグラム (海水試料)  
(上図：無添加、下図：添加)

Recovery\_Oomori\_1\_add 20ng\_(1,2-AAQ 2ng/mL)

sh20150305r34

MRM of 3 Channels ES+  
224 > 167  
5.10e3



sh20150305r35

MRM of 3 Channels ES+  
224 > 167  
5.10e3

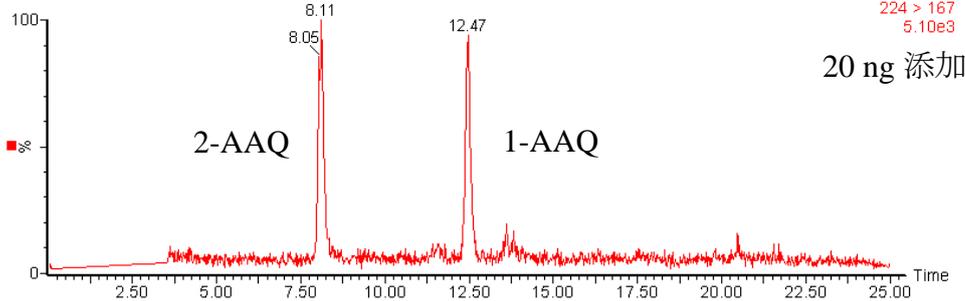


図 13 添加回収試験時のクロマトグラム (河川水試料)  
(上図：無添加、下図：添加)

### 〔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 8 に示す。各試験とも試験数 2 で行った。

表 8 分解性スクリーニング結果

pH	初期濃度 (ng/mL)	1 時間後の		7 日後の残存率(%)			
		残存率(%)		暗所		明所	
		1-AAQ	2-AAQ	1-AAQ	2-AAQ	1-AAQ	2-AAQ
5	2	84	87	83	84	-	-
7	2	84	90	81	84	79	76
9	2	84	86	81	81	-	-

(注) pH 調整のために使用した緩衝溶液によるマトリックス効果のため、見かけ上、残存率が低く算出された。実際には調製 1 時間後と 7 日後の値は同等で、ほぼ分解はしていないと考えられる。

### 〔保存性試験〕

保存性試験の結果を表 9 に示す。各試験とも試験数 2 で行った。

表 9 保存性試験結果

試料名	初期濃度 (ng/mL)	残存率(%)				
		7 日間		1 か月		
		1-AAQ	2-AAQ	1-AAQ	2-AAQ	
河川水	環境水	0.1	94	104	-	-
	粗抽出液	0.2	-	-	92	96
海水	環境水	0.1	91	103	-	-
	粗抽出液	0.2	-	-	92	90
標準液	検量線最低濃度	0.2	-	-	91	95
	検量線最高濃度	5	-	-	101	101

### 〔分離カラムについて〕

分離カラムは①Inertsustain C18、②Inertsil C18、③Ascentis express C18、④Ascentis express RP amide、⑤Ascentis C18などを試した。どのカラムも使用開始直後は良好な分離を示すが、②から⑤については数回サンプルを注入するとピーク形状が乱れたり、テーリングした。また、測定が終わった後に、数日測定しないで再測定するとうまく分離しなくなることもあった。このため、これらの現象が生じなかった①のカラムを分離カラムとして選択した。

〔固相抽出について〕

固相は逆相系 ([A] : RP1, RP-C18, C18, PS2, HLB, EDS1)とイオン交換系 ([B] : MCX, MPC, SCX) について検討を行った。

10 mL の精製水に 1-AAQ, 2-AAQ を 20 ng ずつ添加し、コンディショニングを行った固相へ通液したのち、表 10 に示した溶出溶媒で溶出し、5 mL に定容した。その時の条件を表 10 に示した。その結果を図 14 及び図 15 に示した。

表 10 各固相の抽出条件

固相	固相の コンディショニング	試料通液後 の洗浄	溶出溶媒
[A] 逆相系	RP1, RP-C18, C18, PS2, HLB, EDS1	1 <sub>st</sub> :メタノール 10 mL, 2 <sub>nd</sub> :精製水 10 mL	1 <sub>st</sub> :メタノール 5 mL 2 <sub>nd</sub> :メタノール 5 mL
[B]* イオン 交換系	MCX, MPC, SCX	1 <sub>st</sub> :メタノール 10mL 2 <sub>nd</sub> :2%ギ酸 10 mL	1 <sub>st</sub> :メタノール 5 mL (F1) 2 <sub>nd</sub> :5%アンモニア/メタノール 5 mL(F2)

\* : [B] 試料にはギ酸を 200  $\mu$ L 添加して pH4 程度とした。

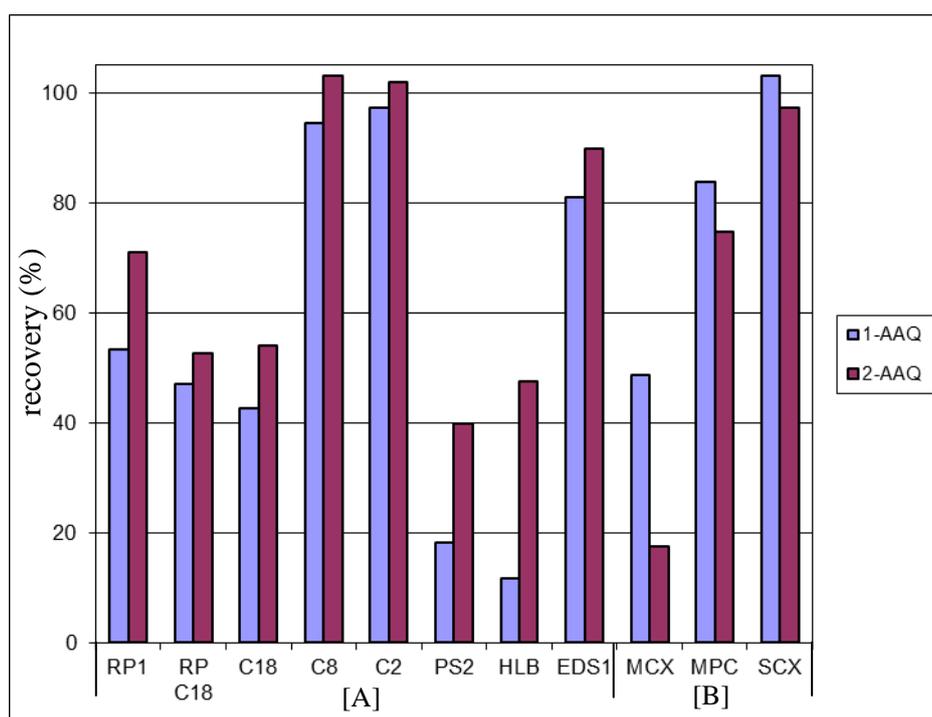


図 14 各種固相を使用した場合の回収率

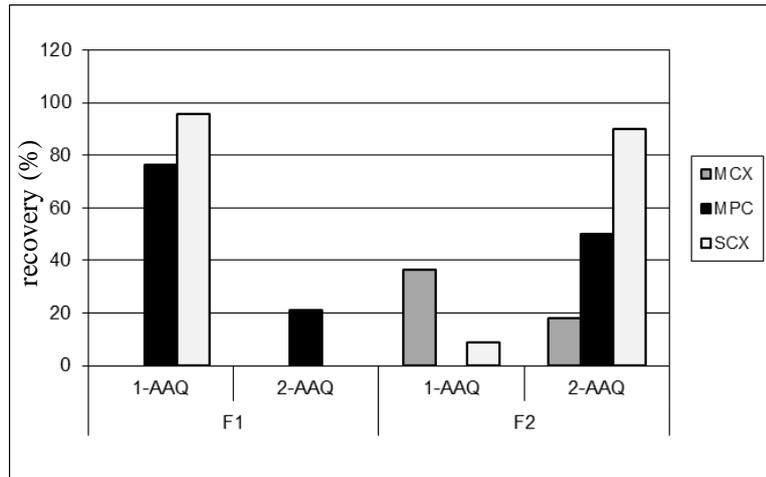


図 15 イオン交換固相使用時のフラクションごとの回収率

9種類の固相の中で最も回収率がよかったのが、SUPELCOのDiscovery SCXであった。イオン交換固相では、固相をメタノールで洗浄した後、5%アンモニア/メタノールで溶出したが、1-AAQに関してはメタノール洗浄の段階で溶出してきてしまうため、100%メタノールで固相を洗浄することは出来なかった。また、Discovery SCXを用いて実際の環境試料を前処理したところ（図 16）、試料によって回収率に大きな変動があった。

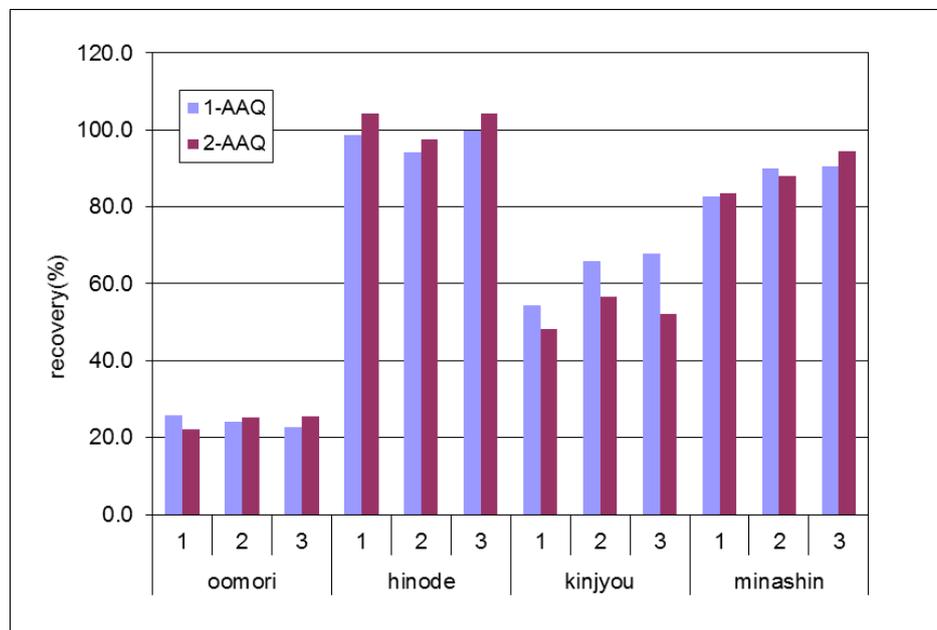


図 16 Discovery SCX を用いて各試料を前処理した際の回収率  
 (各試験数 3、横軸の数字は試料番号)  
 (oomori, hinode は河川水試料、kinjyou, minashin は海水試料)

そのため、炭素鎖の短い tC2 や C8 の固相についても検討を行った。コンディショニングや溶出などの条件は、前述の検討条件[A]と同様である。その結果を図 17 に示した。

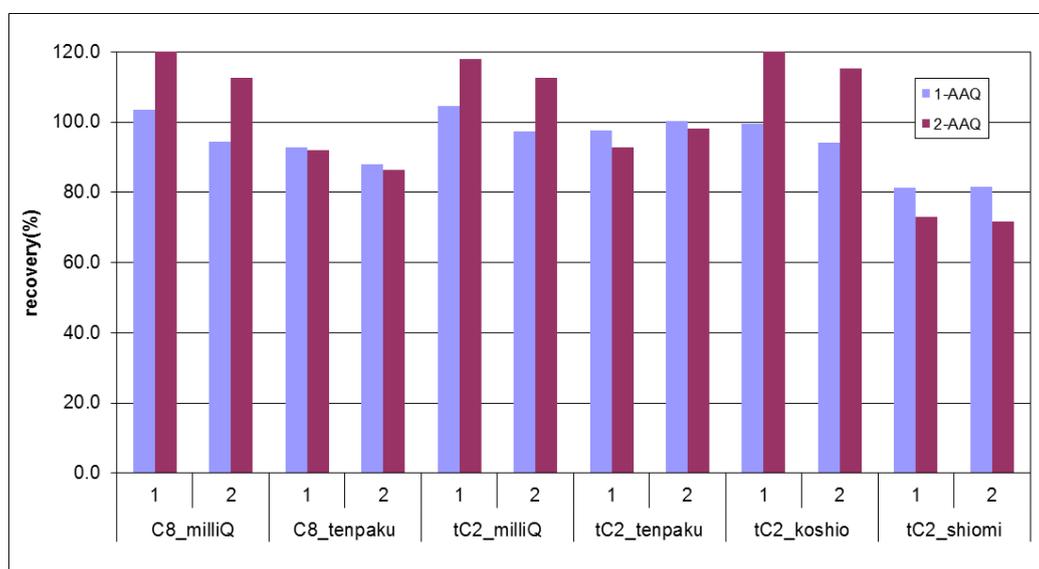


図 17 C8 および tC2 固相を用いて各試料を前処理した際の回収率 (各試験数 2)

これまでの固相と比較すると、環境試料においても (図 17 中の tenpaku および koshio は河川水試料、shiomi は海水試料)、著しい回収率の低下は見られず、C8, tC2 ともに良好な回収率が得られた。より回収率が良好な結果であった tC2 を固相抽出で用いることとした。また、バックフラッシュ溶出と通常の溶出とを比較したところ、バックフラッシュ溶出を行ったほうが少ない溶媒で溶出が可能で、また回収率もよかったので、バックフラッシュ溶出を採用した。

#### 〔メタノールおよびギ酸の添加について〕

環境試料を前処理する際、試料中の SS 成分に AAQ が吸着している可能性があるため、試料にメタノールを添加して、SS 成分への吸着を外せないかどうかを検討した。対象物質添加済み試料 200 mL にメタノールを 0、10、20 及び 40 mL 添加し、tC2 に試料負荷後、メタノール 5 mL で溶出し、精製水を加えて 10 mL に定容して測定を行った (図 18)。また、試料を酸性にすることにより、対象物質が吸着した SS 成分から外せないかどうかを検討するため、対象物質添加済み試料にギ酸を添加してその効果を調べた (表 11)。

図 18 より、メタノール添加によって、回収率が大幅に向上することはなかった。また、200 mL の試料に対して 20%以上のメタノールを添加すると、固相での保持が弱まり、回収率が低下した。ギ酸を添加することにより、2-AAQ の回

収率が低下することもわかった。

以上より、試料にメタノールやギ酸を加える方法は採用しないこととした。

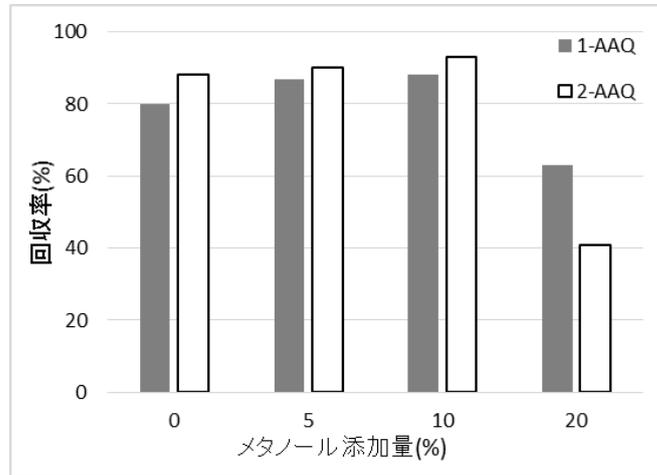


図 18 試料へメタノールを添加した際の回収率

表 11 試料へメタノールおよびギ酸を添加した際の回収率

試料 200 mL への添加量		回収率 (%)	
メタノール (mL)	ギ酸 (mL)	1-AAQ	2-AAQ
-	-	84	85
-	2	85	49
20	-	83	80
20	2	87	56

### 〔環境試料の分析〕

名古屋市内河川および名古屋港海水を測定した結果、すべての試料から 1-AAQ および 2-AAQ は検出されなかった。図 19 に名古屋港（藤前干潟）で採水した試料のクロマトグラムを示す。

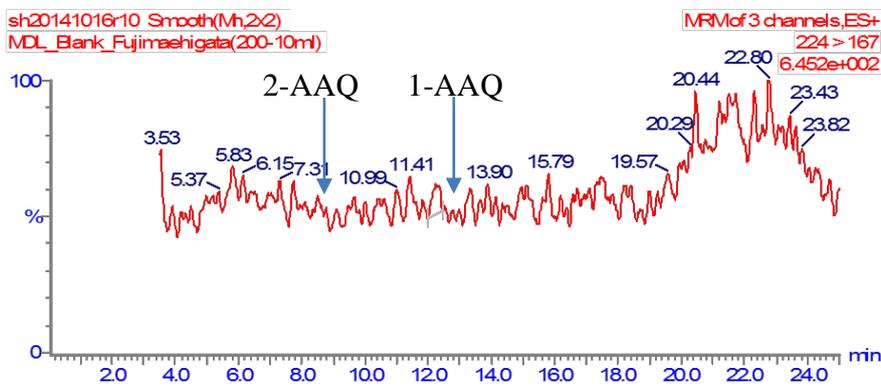


図 19 環境試料測定例（名古屋港海水）

### 【評価】

環境水中に含まれる 1-AAQ および 2-AAQ の同時分析法を開発した。本法における河川水を用いた MDL は、1-AAQ 0.0028  $\mu\text{g/L}$ 、2-AAQ 0.0026  $\mu\text{g/L}$ 、海水を用いた MDL は、1-AAQ 0.0025  $\mu\text{g/L}$ 、2-AAQ 0.0022  $\mu\text{g/L}$  であった。河川水及び海水を用いた添加回収試験(添加量 20ng)の回収率は河川水で 1-AAQ 92%、2-AAQ 82%、海水で 1-AAQ 94%、2-AAQ 85% であった。よって、本法は環境水中に含まれる 0.002  $\mu\text{g/L}$  オーダーの 1-AAQ および 2-AAQ の検出に適用可能であると判断される。

### 【担当者連絡先】

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：長谷川瞳、平生進吾

E-mail：hitomi@nagoyakankaken.net

hirao@nagoyakankaken.net

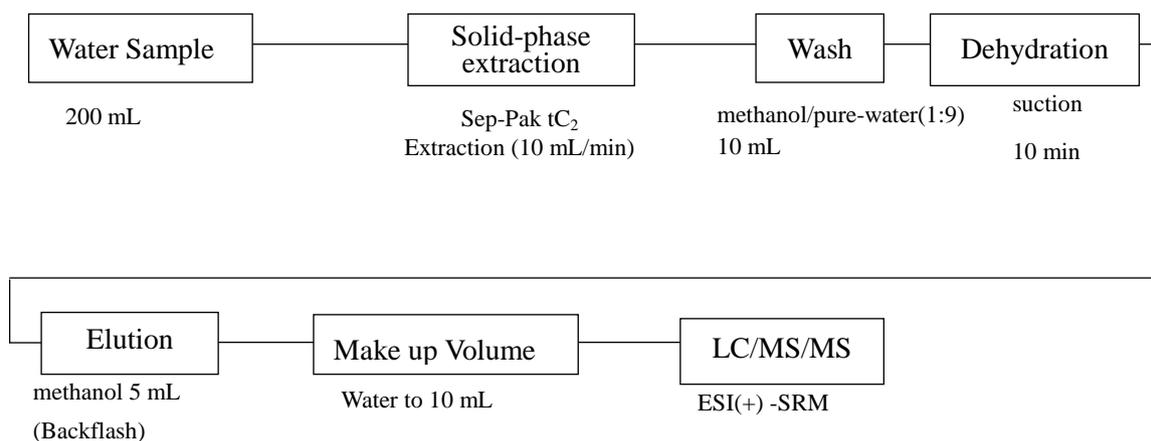
## 1-Amino-9,10-anthraquinone

An analytical method has been developed for the determination of 1-Amino-9,10-anthraquinone (1-AAQ) and 2-Amino-9,10-anthraquinone (2-AAQ) in water samples by liquid chromatography tandem-mass spectrometry (LC/MS/MS). Positive electrospray ionization (ESI- positive) is used to ionize 1-AAQ and 2-AAQ. The determination is performed by the selected–reaction-monitoring (SRM) method using precursor/product ionsets of  $m/z$  224/167.

A 200 mL water sample is passed through a preconditioned solid phase extraction cartridge (Sep-Pak tC2) at a flow rate of 10 mL/min. The cartridge is washed with 10 mL of methanol/pure-water(1:9) and is eluted with 5 mL of methanol. The eluate is made the volume to 10 mL with pure water. The solution is analyzed by positive ion mode-ESI-LC/MS/MS-SRM.

The method detection limits (MDL) using with sea water for 1-AAQ and 2-AAQ are 0.0025  $\mu\text{g/L}$  and 0.0022  $\mu\text{g/L}$ , respectively. The method quantification limits (MQL) for them are 0.0066 $\mu\text{g/L}$  and 0.0058  $\mu\text{g/L}$ , respectively. The average recoveries ( $n=5$ ) from 20 ng of 1-AAQ and 2-AAQ added water sample of river water were 92, 82% respectively, and sea water were 94, 85%, respectively.

Using this method, the target compound in river water and sea water in Nagoya city were not detected, respectively.



物質名	分析法フローチャート	備考
<p>1-アミノ -9,10-アン トラキノ ン (1-AAQ)</p> <p>2-アミノ -9,10-アン トラキノ ン (2-AAQ)</p>	<p>【水質】</p> <pre> graph TD     A[水試料 200 mL] --&gt; B[固相抽出 Sep-Pak tC2 通水(10 mL/min)]     B --&gt; C[固相洗浄 メタノール/精製水(1:9) 10 mL]     C --&gt; D[脱水 吸引 10 min]     D --&gt; E[溶出 メタノール 5 mL バックフラッシュ溶出]     E --&gt; F[定容 精製水 10 mL]     F --&gt; G[LC/MS/MS ESI(+)-SRM] </pre>	<p>分析原理： LC/MS/MS-SRM ESI-positive mode</p> <p>検出下限値： 【水質（海水）】 (<math>\mu\text{g/L}</math>) 1-AAQ : 0.0025 2-AAQ : 0.0022</p> <p>分析条件： LC : Waters Alliance2695 MS : Waters Quattro micro API カラム Inertsustain C18 (10 cm <math>\times</math> 2.1 mm , 3 <math>\mu\text{m}</math>) ,GLscience</p>