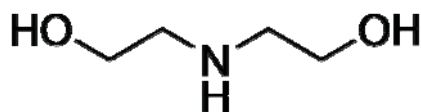


2,2'-イミノジエタノール**2,2'-Iminodiethanol**

別名：ジエタノールアミン

Diethanol amine

【対象物質の構造】

CAS 番号：111-42-2

分子式：C₄H₁₁NO₂**【物理化学的性状】**

項目	値	出典
分子量（平均分子量）	105.1356	-
分子量（モライトビツク質量）	105.0790	-
融点	28°C	1)
密度	1.0881 g/cm ³	1)
蒸気圧	<0.0075 mmHg (20°C)	2)
溶解性	水：95.40% (20°C)	3)
log P _{ow}	-1.43	2)
pKa	8.88	4)

【毒性、用途】**〔実験動物に対する急性毒性情報〕**

ラット（腹腔内注射）	LD ₅₀ ： 2300 mg/kg ⁵⁾
マウス（経口）	LD ₅₀ ： 3300 mg/kg ⁵⁾
マウス（皮下注射）	LD ₅₀ ： 3553 mg/kg ⁵⁾
マウス（腹腔内注射）	LD ₅₀ ： 2300 mg/kg ⁵⁾
ウサギ（経皮）	LD ₅₀ ： 12200 mg/kg ⁵⁾
モルモット（経口）	LD ₅₀ ： 2000 mg/kg ⁵⁾
ラット（経口）	LD ₅₀ ： 710 mg/kg ⁵⁾

〔用途〕

ガス吸着剤、乳化剤・シャンプー原料、モルホリン原料、切削油⁶⁾

出典：

- 1) Budavari, S., (Ed), The Merck Index Ver.12:2
- 2) International Chemical Safety Cards ICSC0618
- 3) Lide, D.R., (Ed), CRC Handbook of Chemistry and Physics 84th Edition
- 4) HP PubChem Compound
- 5) HP 神奈川県化学物質安全情報提供システム(kis-net)
- 6) HP 独立行政法人製品評価技術基盤機構：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

水質試料（淡水試料は 100 mL、海水試料は精製水で 10 倍に希釈したもの 100 mL）にサロゲート内標準物質を添加した後、固相抽出カラムに通水し、25%アンモニア水含有メタノール(5:95)溶液で溶出する。溶出液を濃縮後、LC/MS/MS-SRM(ESI+)で分析する。

(2) 試薬・器具

【試薬】

2,2'-イミノジエタノール	：和光純薬工業製 特級 純度 99.0%
2,2'-イミノジエタノール- <i>d</i> ₈	：CDN ISOTOPES 純度 98%
固相カートリッジ	：Waters 製 Oasis MCX 1 g/20 cc
アセトニトリル	：和光純薬工業製 LCMS 用
メタノール	：和光純薬工業製 LCMS 用
精製水	：Milli-Q 水
ギ酸	：和光純薬工業製 LCMS 用
塩酸	：和光純薬工業製 特級
水酸化ナトリウム	：和光純薬工業製 特級
1 mol/L ギ酸アンモニウム溶液	：和光純薬工業製 HPLC 用
25%アンモニア水	：和光純薬工業製 特級

【試薬の調製】**〔25%アンモニア水含有メタノール(5:95)〕**

25%アンモニア水 50 mL にメタノールを加えて 1000 mL になるように調製する。

【標準液の調製】**〔標準液〕**

2,2'-イミノジエタノール 50.0 mg を正確に量り取り、アセトニトリル 50 mL に溶解し、2,2'-イミノジエタノール 1000 mg/L の標準原液とする。

〔サロゲート内標準液〕

2,2'-イミノジエタノール- d_8 50.0 mg を正確に量り取り、アセトニトリル 50 mL に溶解し、2,2'-イミノジエタノール- d_8 1000 mg/L のサロゲート内標準原液とする。1000 mg/L のサロゲート内標準原液をアセトニトリルで希釈して 10.0 µg/mL のサロゲート内標準液とする。

〔検量線用標準液〕

2,2'-イミノジエタノール 1000 mg/L 標準原液をぎ酸/アセトニトリル(1:999)で順次希釈し、0.100 ng/mL から 100 ng/mL の標準液を作成する。各濃度の標準液にはサロゲート内標準物質として、2,2'-イミノジエタノール- d_8 1000 mg/L サロゲート内標準原液を希釈したものを 100 ng/mL の濃度になるように添加し、検量線用標準液とする。

【器具】（注 1）

メスフラスコ(100 mL)、マイクロピペット(10-100 µL)、(100-1000 µL)、共栓目盛付遠心管（PP 製、15 mL）、注射筒（ガラス製、10 mL）、固相抽出装置（減圧送液装置）、LC オートサンプラー用バイアル瓶（PP 製）

(3) 分析法**【試料の採取及び保存】（注 1）**

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。試料はポリプロピレン製容器に採取後、速やかに試験操作を行う。速やかに行えない場合は、冷暗所に保存する。

【試料の前処理及び試験液の調製】

河川水等の淡水試料については 100 mL を、海水試料についてはその 100 mL に精製水 900 mL を加えて希釈した後、そのうち 100 mL を分取する（注 2）。サロゲート内標準として 2,2'-イミノジエタノール- d_8 10.0 $\mu\text{g/mL}$ を 100 μL 添加した後、pH を 5~7 に調整（注 3）し、あらかじめコンディショニング（注 4）した固相カートリッジ Oasis MCX に 10 mL/min の流速で通水する。通水後、精製水 100 mL 及びメタノール 20 mL で洗浄した後、加圧空気ですら固相中の水分及びメタノールを除去する。その後、25%アンモニア水含有メタノール(5:95)溶液 8 mL を用いて溶出する。溶出液は 45°C で窒素ガスを吹付けて 0.5 mL 以下（注 5）になるまで濃縮した後、ギ酸/アセトニトリル(1:999)を加えて 10 mL に定容したものを試験液とする。

【空試験液の調製】

試料水の代わりに精製水を用いて、【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】

〔LC/MS 測定条件〕（注 6）

LC/MS 機器	: Waters 2695/ Quattro micro API
<u>LC</u>	
LC 機種	: Waters 2695
カラム	: Waters 製 XBridge Amide 2.1 mm $\times$ 100 mm, 3.5 μm
移動相	: A: 5 mmol/L ギ酸アンモニウム水溶液/アセトニトリル (2:8) B: ギ酸/精製水/アセトニトリル(1:899:100) 0 $\rightarrow$ 7 min A: 100% B: 0% 7 $\rightarrow$ 12 min A: 0% B: 100% 12 $\rightarrow$ 20 min A: 100% B: 0%
流量	: 0.2 mL/min
カラム温度	: 40°C
注入量	: 10 μL
シール洗浄液	: メタノール/精製水(1:1)
シリンジ洗浄液	: ギ酸/アセトニトリル(1:999)
<u>MS</u>	
MS 機種	: Waters Quattro micro API
キャピラリー電圧	: 3.0 kV

ソース温度	: 120°C	
デゾルベーション温度	: 300°C	
コーンガス量	: 50 L/Hr	
デゾルベーション流量	: 800 L/Hr	
イオン化法	: ESI-Positive	
測定モード	: SRM	
モニターイオン	: 2,2'-イミノジエタノール	(定量) m/z 106.0>88.0 (確認) m/z 106.0>70.0
	: 2,2'-イミノジエタノール- d_8	(定量) m/z 114.1>96.0
コーン電圧	: 2,2'-イミノジエタノール	(定量) 20 V (確認) 20 V
	: 2,2'-イミノジエタノール- d_8	(定量) 20 V
コリジョン電圧	: 2,2'-イミノジエタノール	(定量) 12 eV (確認) 14 eV
	: 2,2'-イミノジエタノール- d_8	(定量) 12 eV

〔検量線〕

検量線用標準液 10 μ L を LC/MS に注入し、標準物質とサロゲート内標準の濃度比及び得られたピーク面積の比から 2,2'-イミノジエタノールの検量線を作成する。

〔定量〕

試験液 10 μ L を LC/MS に注入し、対象物質とサロゲート内標準の面積比から、2,2'-イミノジエタノールの検出量を求める。

〔濃度の算出〕

試料水中濃度 C (μ g/L) は次式により算出する。

$$C = R \cdot Q / V$$

R : 検量線から求めたサロゲート内標準物質濃度に対する対象物質濃度の比

Q : 試料中に添加したサロゲート内標準物質の量(μ g)

(= 添加するサロゲート内標準液の濃度 (μ g/ μ L) $\times$ 添加するサロゲート内標準液の容量 (μ L))

V : 試料の分取量 (L)

本分析法に従った海水分析の場合、以下の数値を使用する。

$$Q = 1(\mu\text{g})$$

(=添加サロゲート内標準液の濃度 (0.01 $\mu\text{g}/\mu\text{L}$) $\times$ 添加サロゲート内標準液の容量 (100 μL))

$$V = 0.01 (\text{L})$$

(= {海水(0.1 L) / [海水(0.1 L)+精製水(0.9 L)]} $\times$ 0.1 L)

即ち、

$$C = R \times 100 (\mu\text{g}/\text{L})$$

である。

〔装置検出下限値(IDL)〕

本分析に用いた LC/MS/MS の IDL を表 1 に示す (注 7)。

表 1 IDL の算出結果

物質名	IDL (ng/mL)	試料	試料量 (相当量) (L)	最終液量 (mL)	IDL 試料換算値 ($\mu\text{g}/\text{L}$)
2,2'-イミゾ エタノール	0.089	河川水	0.1	10	0.0089
		海水	0.01	10	0.089

〔測定方法における検出下限値 (MDL)及び定量下限値 (MQL)〕

本測定方法における MDL 及び MQL を表 2 に示す (注 8)。

表 2 MDL 及び MQL の算出結果

物質名	試料	試料量 (相当量) (L)	最終液量 (mL)	MDL ($\mu\text{g}/\text{L}$)	MQL ($\mu\text{g}/\text{L}$)
2,2'-イミゾ エタノール	河川水	0.100	10.0	0.014	0.037
	海水	0.0100	10.0	0.14	0.37

注 解

- (注 1) ガラス製の器具・容器には 2,2'-イミノジエタノールが吸着する可能性があるため、ポリプロピレン製またはポリエチレン製などの容器に採水する。
- (注 2) 海水の場合、固相抽出(Oasis MCX)において、負荷量を 0 から 100 mL に増加させるに従い、2,2'-イミノジエタノール及び 2,2'-イミノジエタノール- d_8 の絶対回収率が減少する傾向にある。海水が含有するイオン類の影響であると考えられる。2,2'-イミノジエタノール及び 2,2'-イミノジエタノール- d_8 それぞれの絶対回収率がおおむね 70%以上となる海水負荷量は 10 mL であった。海水を希釈せず、直接 10mL 負荷することもあるが、サンプリングにおける海水の均一性を考慮し、一定の精度を担保するために、精製水で海水を 10 倍希釈し、その 100 mL を用いることとした。
- (注 3) pH の調整は 1 mol/L 塩酸または 1 mol/L 水酸化ナトリウム溶液を用いて行う。pH7 を超えてアルカリ側にすると回収率が急激に低下する可能性があるため注意を要する。
- (注 4) 固相カートリッジは、使用直前に 25%アンモニア水含有メタノール(5:95) 溶液 20 mL、精製水 20 mL でコンディショニングする。
- (注 5) 試験溶液中にメタノールが残っていると LC/MS/MS での対象物質の面積値が減少する傾向があるので、できる限り、メタノールを除去するために 0.5 mL 以下まで濃縮することとした。
- (注 6) LC/MS の条件は、本測定に使用した機種 (Waters 製 Quattro micro API) 特有のものである。

2015(H27)調査において、使用ブランク水(精製水)由来のブランクが検出されたケースに対し、海水扱い・河川水扱いに分けてブランク処理を行った。具体的には、河川水扱いでは試料量 100mL に対し固相洗浄に精製水 100mL を使用しており、操作ブランク値 BL の 1/2 をブランク値とした。また、海水扱いでは(試料量 10mL + 精製水 90mL) を供試試料とし、固相洗浄に精製水 100mL 使用のため、精製水使用量は 190mL となり、操作ブランク値の 19/20 をブランク値とした。(2016(H28)精査等検討会コメント)

(注 7) 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。また、図 1 に IDL 測定時のクロマトグラムを示す。

表 3 IDL の算出結果

物質名		2,2'-イミジノエタノール
試料量 (L)	河川水	0.100
	海水 (相当量)	0.0100
最終液量 (mL)		10.0
注入液濃度 (ng/mL)		0.300
装置注入量 (μL)		10.0
結果 1 (ng/mL)		0.253
結果 2 (ng/mL)		0.280
結果 3 (ng/mL)		0.235
結果 4 (ng/mL)		0.249
結果 5 (ng/mL)		0.294
結果 6 (ng/mL)		0.289
結果 7 (ng/mL)		0.251
平均値 (ng/mL)		0.2644
標準偏差 (ng/mL)		0.0229
IDL (ng/mL)*		0.089
IDL 試料換算値 (μg/L)	河川水	0.0089
	海水	0.089
S/N 比		9.4
CV(%)		8.6

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

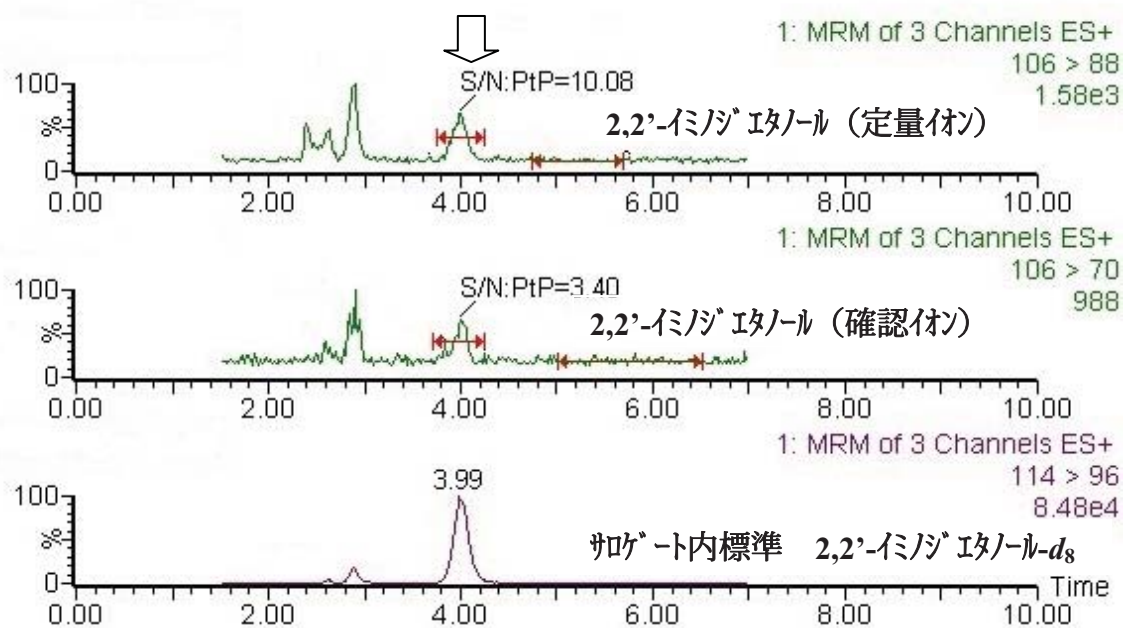


図1 IDL 測定時のクロマトグラム (2,2'-イミノグリタノール 0.300 ng/mL)

(注 8) 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 4-1、表 4-2 のとおり算出した。また、図 2-1、図 2-2 に MDL 測定時のクロマトグラムを示す。

表 4-1 MDL 及び MQL の算出結果 (河川水)

物質名	2,2'-イミノジエ タノール	サロゲート 回収率(%)
試料	河川水	-
試料量 (L)	0.100	-
標準添加量 (μg)	0.0100	-
試料換算濃度 (μg/L)	0.100	-
最終液量 (mL)	10.0	-
注入液濃度 (ng/mL)	1.00	-
装置注入量 (μL)	10.0	-
操作ブランク (μg/L) ^{*1}	< 0.014	101
無添加 (μg/L) ^{*2}	< 0.014	99
結果 1 (μg/L)	0.102 ^{*5}	101
結果 2 (μg/L)	0.100	99
結果 3 (μg/L)	0.105	99
結果 4 (μg/L)	0.110	101
結果 5 (μg/L)	0.104	100
結果 6 (μg/L)	0.099	101
結果 7 (μg/L)	0.105	100
平均値 (μg/L)	0.1036	100.1
標準偏差 (μg/L)	0.00369	
MDL(μg/L) ^{*3}	0.014	
MQL(μg/L) ^{*4}	0.037	
S/N 比	14	
CV(%)	3.6	

*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(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(n = 3)

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

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

*5 結果の濃度はサロゲート補正後の値

表 4-2 MDL 及び MQL の算出結果（海水）

物質名	2,2'-イミノジエタ ノール	サロゲート 回収率（%）
試料	海水	-
試料量(相当量) (L)	0.0100	-
標準添加量 (μg)	0.0100	-
試料換算濃度 (μg/L)	1.00	-
最終液量 (mL)	10.0	-
注入液濃度 (ng/mL)	1.00	-
装置注入量 (μL)	10.0	-
操作ブランク平均 (μg/L) ^{*1}	< 0.14	101
無添加平均 (μg/L) ^{*2}	< 0.14	72
結果 1 (μg/L)	1.17 ^{*5}	69
結果 2 (μg/L)	1.10	70
結果 3 (μg/L)	1.18	70
結果 4 (μg/L)	1.12	73
結果 5 (μg/L)	1.15	73
結果 6 (μg/L)	1.15	69
結果 7 (μg/L)	1.08	70
平均値 (μg/L)	1.136	70.6
標準偏差 (μg/L)	0.0369	
MDL(μg/L) ^{*3}	0.14	
MQL(μg/L) ^{*4}	0.37	
S/N 比	26	
CV(%)	3.2	

*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(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(n = 3)

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

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

*5 結果の濃度はサロゲート補正後の値

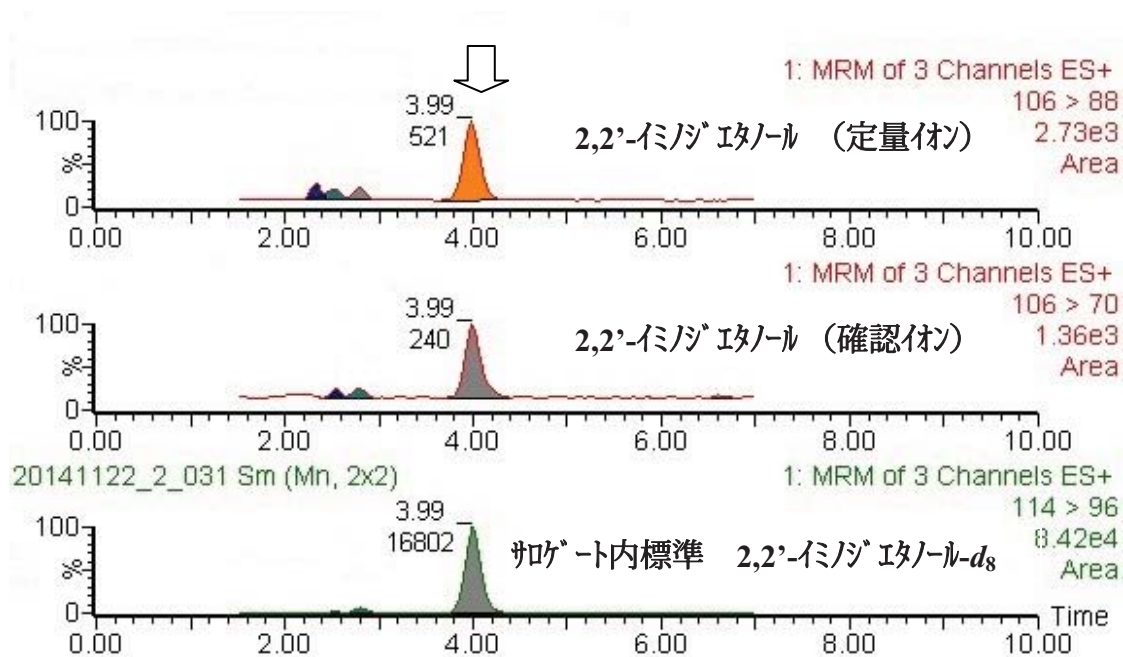


図 2-1 MDL 測定時のクロマトグラム
(河川水 試料換算濃度 0.100 $\mu\text{g/L}$)

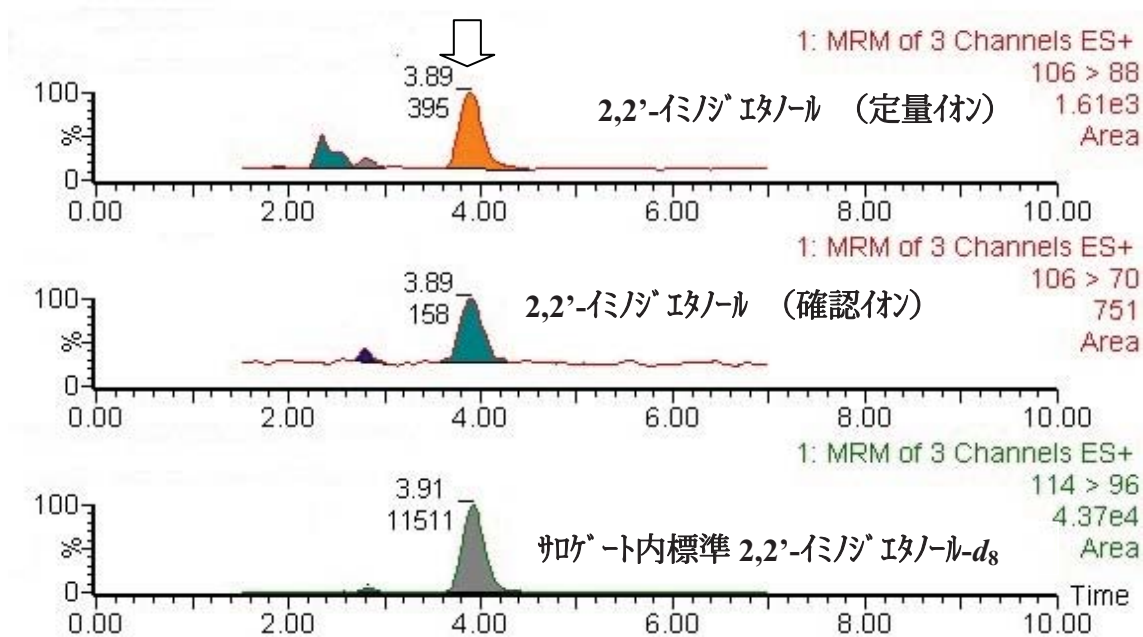


図 2-2 MDL 測定時のクロマトグラム
(海水 試料換算濃度 1.00 $\mu\text{g/L}$)

§2 解 説

【分析法】

〔フローチャート〕

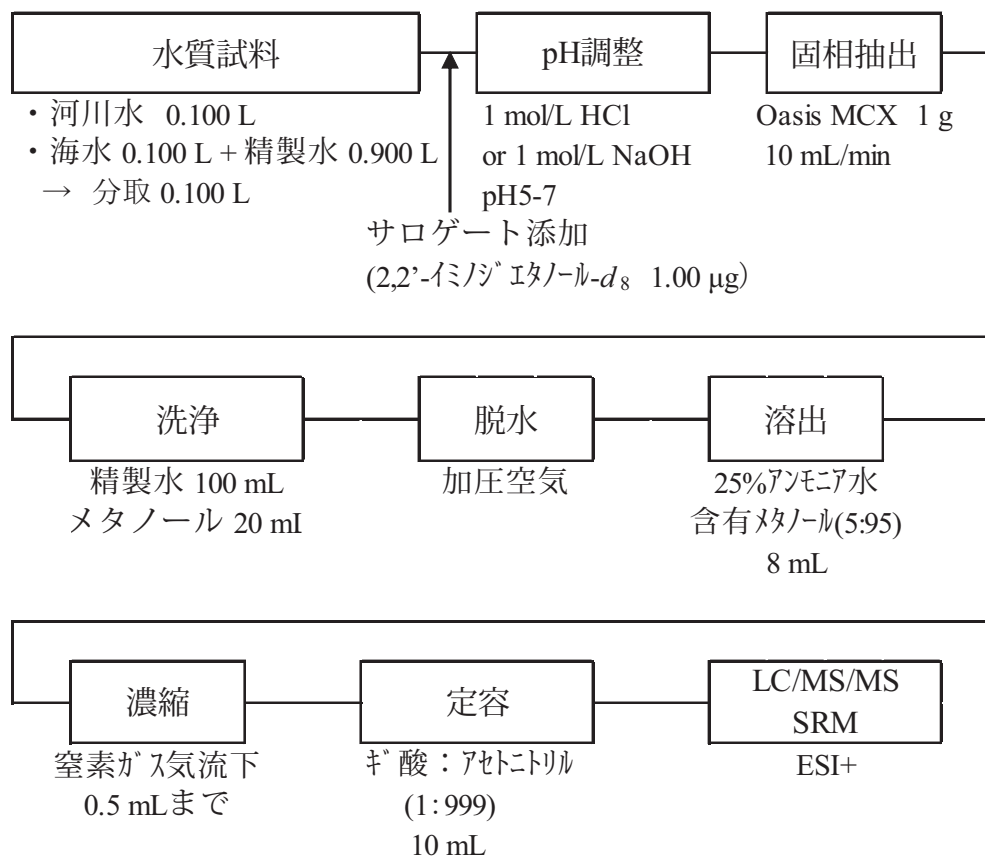


図3 分析法のフローシート

〔検量線〕

標準原液をギ酸/アセトニトリル(1:999)で適宜希釈し、0.100 ～100 ng/mL の標準液を作成する。各濃度の検量線にはサロゲート内標準物質として 2,2'-イミノジエタノール- d_8 標準液を 100 ng/mL の濃度になるように添加する。各検量線用標準液 10 μ L を LC/MS に注入して、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面積の比と濃度の比から検量線を作成する。検量線作成用データを表 5 に、検量線を図 4 に示す。

表 5 検量線作成用データ

濃度比	標準液濃度 (Cs) (ng/mL)	応答値		応答比 (As/Ais)
		対象物質 (As)	サロゲート物質 (Ais)	
		m/z 106.0>88.0	m/z 114.0>96.0	
0.00000	0.000	0	16189	0.00000
0.00100	0.100	44	15509	0.00284
0.00300	0.300	146	16217	0.00900
0.00500	0.500	268	14961	0.0160
0.00700	0.700	355	16128	0.0220
0.0100	1.00	473	16116	0.0293
0.0300	3.00	1398	16223	0.0862
0.100	10.0	4348	15728	0.276
0.300	30.0	13643	15957	0.855
1.00	100.0	40923	15667	2.61

*：サロゲート内標準物質濃度： 100 ng/mL

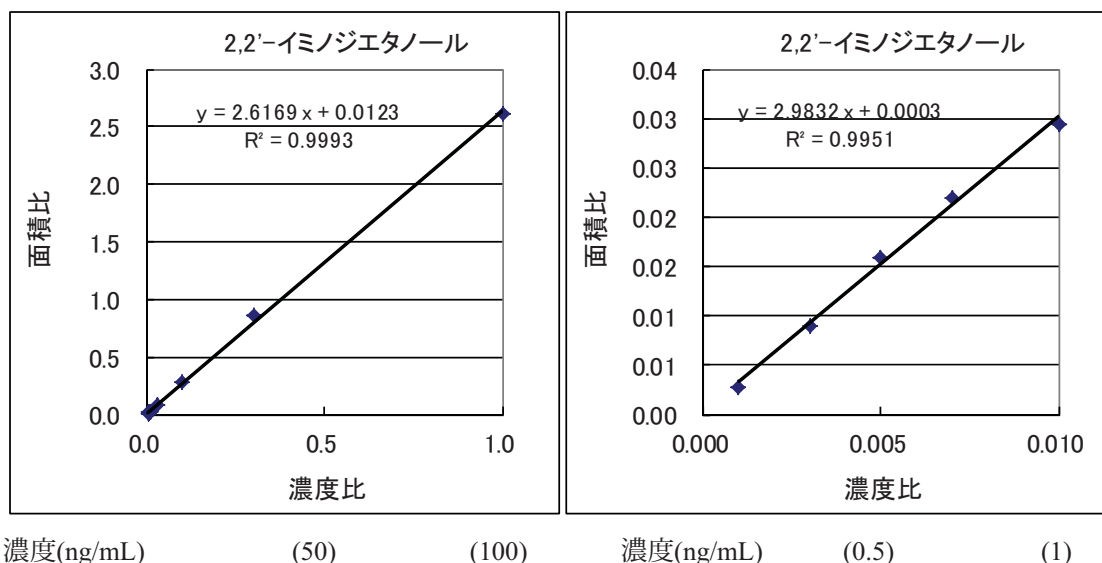


図4 2,2'-イミノジエタノールの検量線
(対象物質濃度範囲 0.1~100 ng/mL (左図) ; 0.1~1 ng/mL (右図))

〔クロマトグラム〕

2,2'-イミノジエタノールの標準液(10 ng/mL)のクロマトグラムを図5に示す。

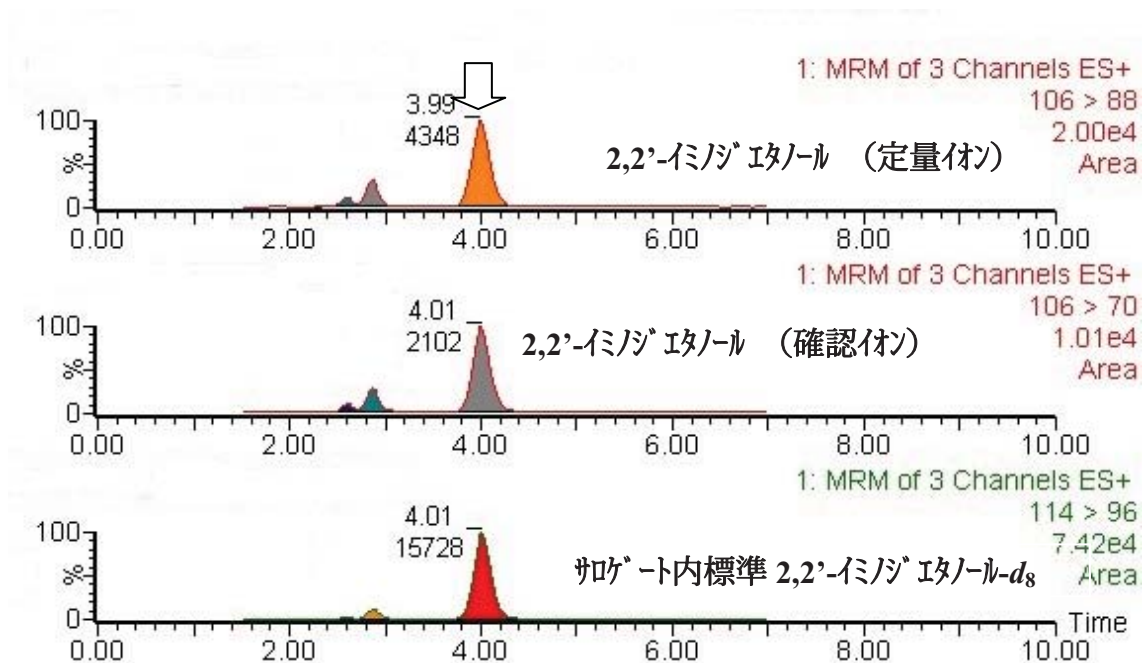


図5 2,2'-イミノジエタノールの標準液 10 ng/mL のクロマトグラム

[マススペクトル]

2,2'-イミノジエタノール及び 2,2'-イミノジエタノール- d_8 のマススペクトルを図 6、プレカーサーイオンに対するプロダクトイオンを図 7 に示す。

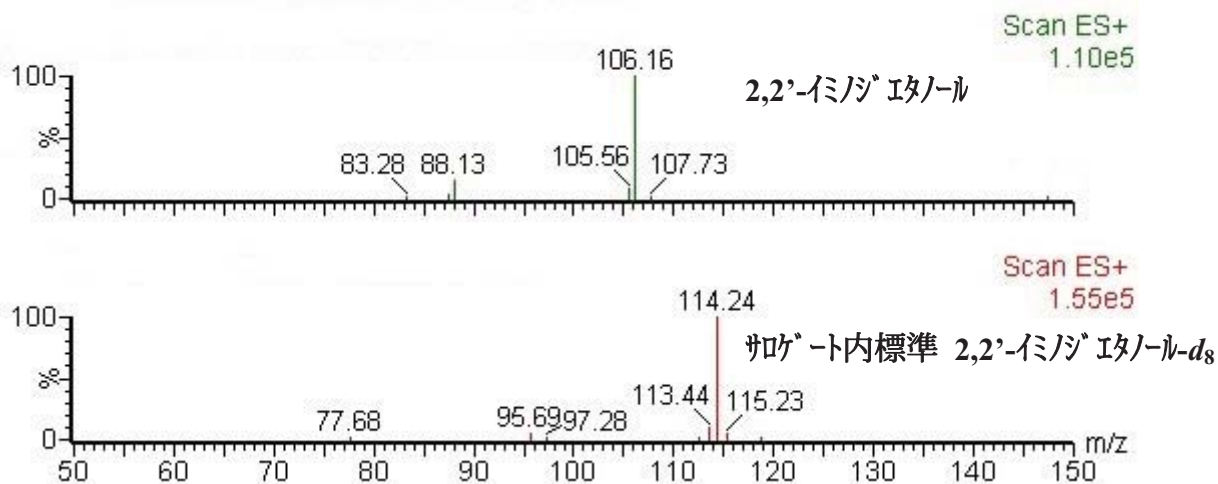


図 6 2,2'-イミノジエタノールのマススペクトル（上図）及び
2,2'-イミノジエタノール- d_8 のマススペクトル（下図）

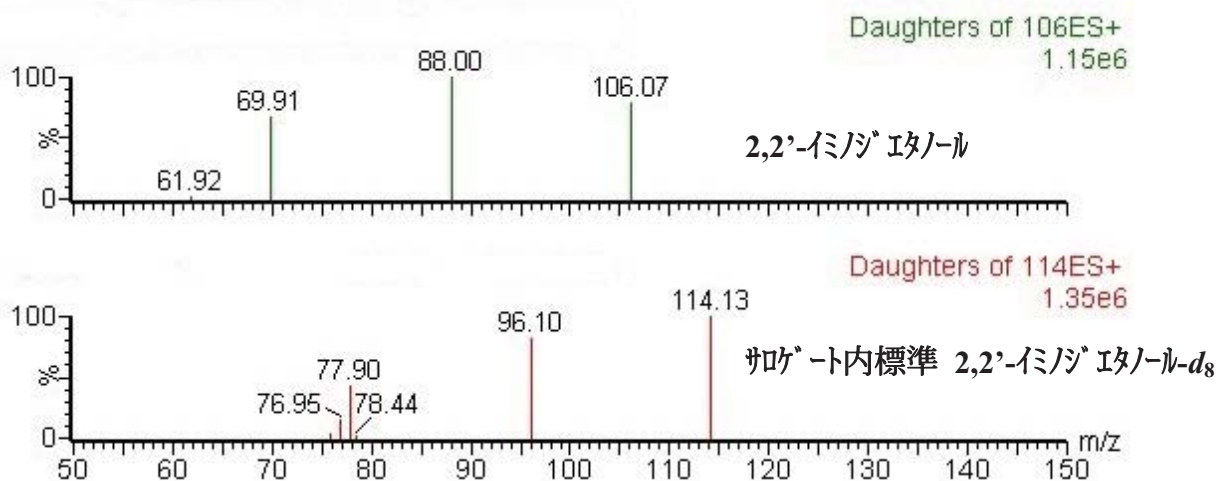


図 7 プレカーサーイオン 2,2'-イミノジエタノール : m/z 106（上図）及び
2,2'-イミノジエタノール- d_8 : m/z 114 に対するプロダクトイオン（下図）

〔操作ブランク試験〕

操作ブランク試験結果を表 6 に、クロマトグラムを図 8 に示す。

表 6 操作ブランクの試験結果

物質名	試料	試験数	検出濃度 ($\mu\text{g/L}$)
2,2'-イミノジエタノール	精製水	3	<0.014

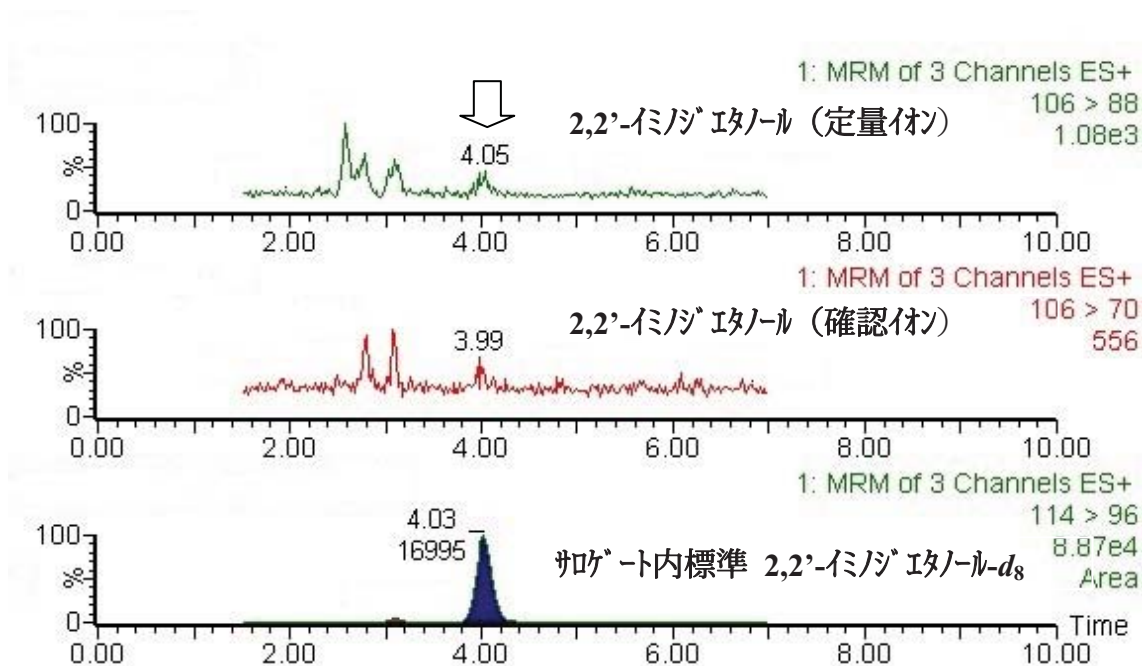


図 8 操作ブランク（精製水：試料量 100 mL）のクロマトグラム

〔添加回収試験〕

精製水、河川水（福田川）、海水（神戸港中央）への標準物質添加回収試験結果を表 7 に、クロマトグラムを図 9-1～9-4 に示す。

表 7 添加回収試験結果

物質名	試料	試料量 (相当量) (L)	添加量 (μg)	最終 液量 (mL)	試験 数	検出 濃度*1 (μg/L)	回収 率*1 (%)	変動 係数 (%)	サロゲート 回収率 (%)
2,2'- イミノ ジエタ ノール	精製水	0.100	無添加	10.0	3	<0.014	-	-	101
		0.100	0.120	10.0	5	1.11	93	0.9	109
	河川水	0.100	無添加	10.0	3	<0.014	-	-	99
		0.100	0.0100	10.0	7	0.104	104	3.6	100
		0.100	0.120	10.0	5	1.16	97	1.1	98
	海水	0.010	無添加	10.0	1	<0.14	-	-	72
		0.010	0.0100	10.0	7	1.14	114	3.2	71
		0.010	0.120	10.0	5	12.5	103	1.0	71

*1 検出濃度及回収率はサロゲート補正後の値

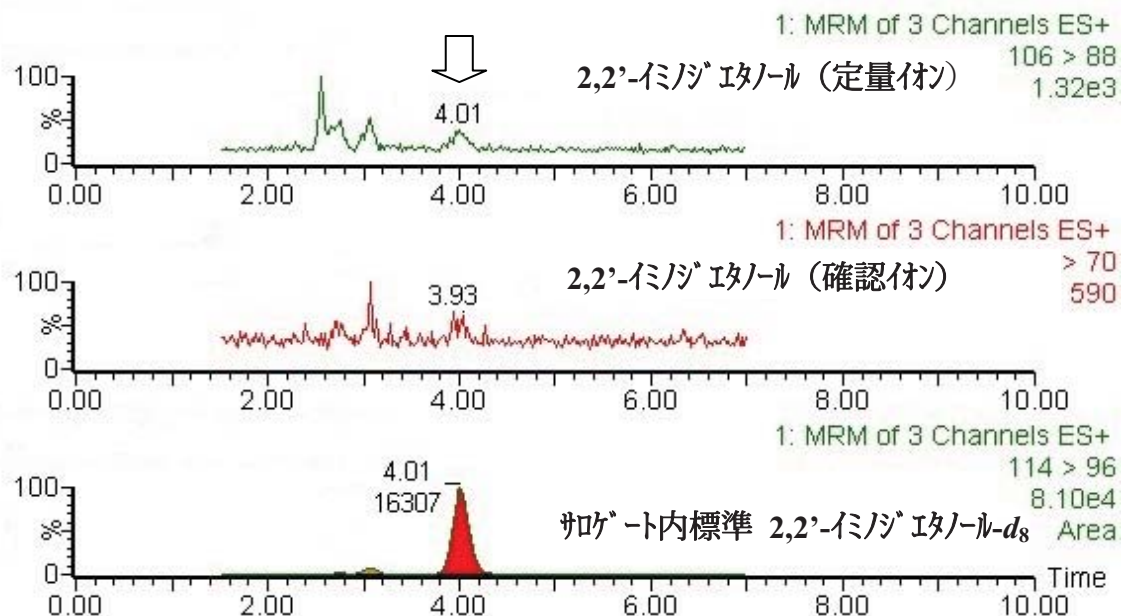


図 9-1 添加回収試験（河川水：試料量 100 mL）のクロマトグラム
（無添加試料）

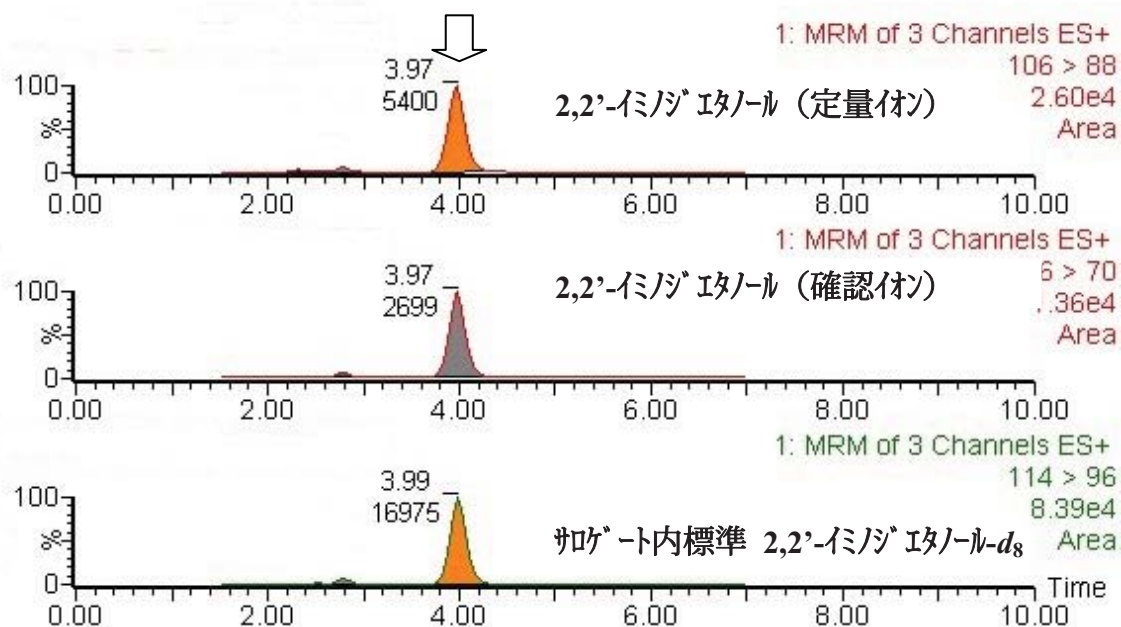


図 9-2 添加回収試験（河川水：試料量 100 mL）のクロマトグラム
（添加試料、0.120 µg）

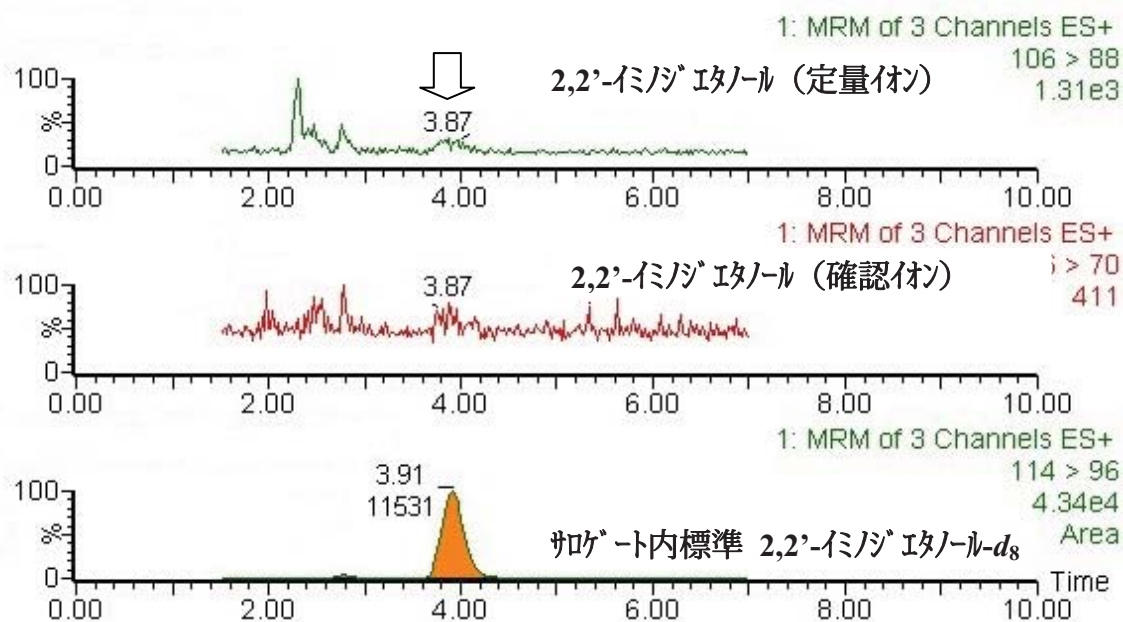


図 9-3 添加回収試験（海水：試料量 10 mL）のクロマトグラム
(無添加試料)

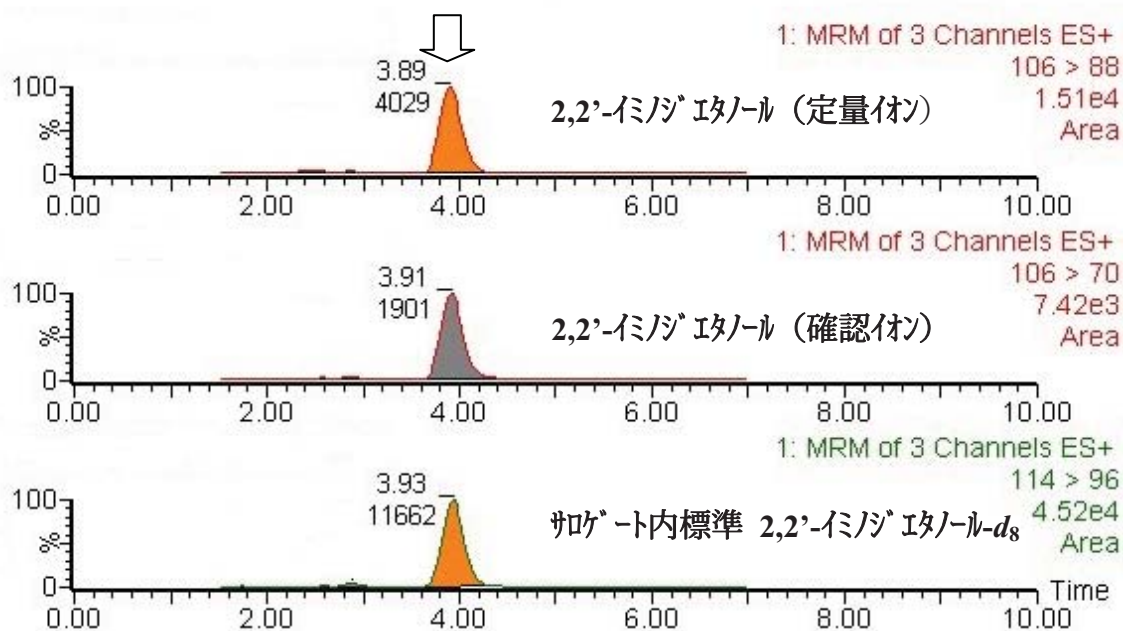


図 9-4 添加回収試験（海水：試料量 10 mL）のクロマトグラム
(添加試料、0.120 μ g)

〔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。

表 8 分解性スクリーニング試験結果

物質名	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
2,2'-イミノジ エタノール	5	10.0	106	92	-
	7	10.0	102	102	101
	9	10.0	100	100	-

〔保存性試験〕

試料、試験液及び標準液の保存性試験結果を表 9 に示す。

試料については【試料の採取及び保存】に示したように、2,2'-イミノジエタノールを添加した水質試料を、冷蔵保存した後、7 日後に測定した。試験液については、添加回収試験から得られた試験液を冷蔵保存し、14 日後に測定した。標準液については検量線用標準液を PP バイアルに入れて冷蔵保存し、1 ヶ月後に測定した。

表 9 保存性試験結果

物質名	試料名	初期 濃度 (ng/mL)	残存率(%)			
			7 日間	14 日間	1 ヶ月	
2,2'-イミノ ジエタノ ール	河川水	試料	1.20	88	-	-
	海水	試料	12.0	95	-	-
	河川水	試験液	11.6	-	98	-
	海水	試験液	12.5	-	96	-
		MDL の 10 倍程度	1.00	-	-	104
	標準液	検量線の間濃度	10.0	-	-	100
		検量線の最高濃度	100	-	-	97

〔環境試料の分析〕

本法を用いて神戸市内の河川水（福田川）及び海水（神戸港）を測定した結果、2,2'-イミノジエタノールはいずれも MDL 未満であった（前述の図 9-1、図 9-3）。

〔その他の検討結果〕

1. 固相抽出

(1) 試料水の pH が固相抽出(Oasis MCX)における 2,2'-イミノジエタノールの回収率に及ぼす影響について

河川水及び海水の pH を 3、5、7、8、9 に調整し、2,2'-イミノジエタノール 0.1 μg を添加し、固相抽出(Oasis MCX)をおこない、溶出後に 2,2'-イミノジエタノール- d_8 を添加し内部標準法で回収率を求めた。図 10 にその結果を示した。河川水では pH3-9 で回収率が約 85%以上となり、ほぼ一定であったが、海水では pH3 や pH9 では回収率が低く、pH5-8 で回収率が約 85%以上となり、ほぼ一定であった。このため、2,2'-イミノジエタノール分析においては、試料水は安全を見込んで、pH5~7 に調整してから固相抽出(Oasis MCX)することにした。

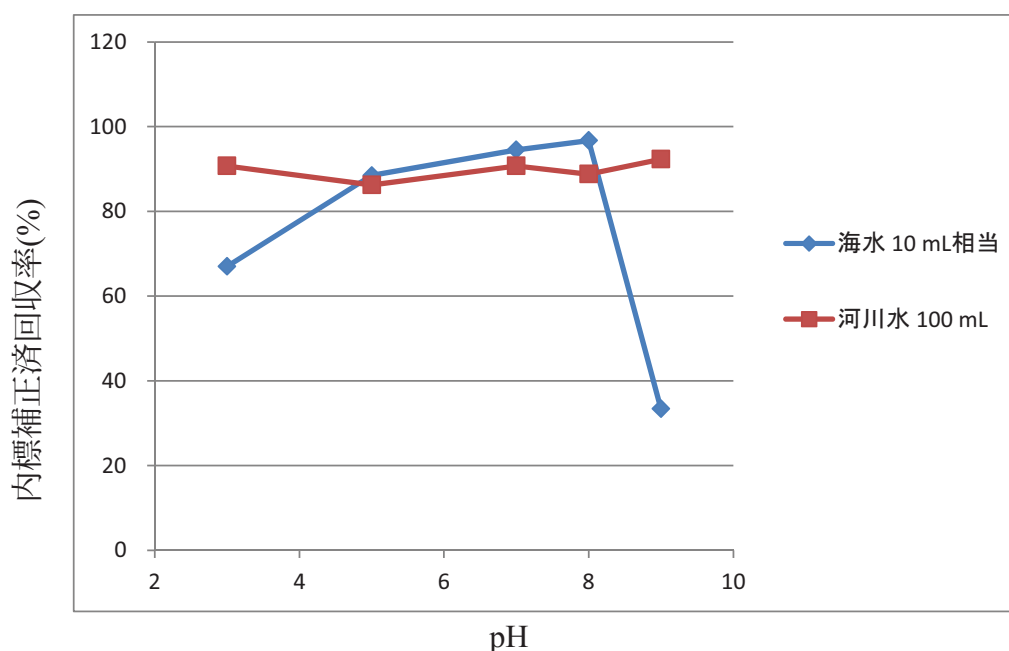


図 10 試料の pH が固相抽出における 2,2'-イミノジエタノールの回収率（内標補正済）に及ぼす影響

(2) Oasis MCX における溶出範囲について

精製水に 2,2'-イミノジエタノール 0.2 μg を添加した後、固相抽出(Oasis MCX)を行い、25%アンモニア水含有メタノール(5:95)で 2 mL ずつフラクションを取り、LC/MS/MS でフラクション毎の濃度を調べた。その結果、図 11 に示すように 2,2'-イミノジエタノールは 0-6 mL に溶出された。溶出が遅れる場合があることを考慮し、0-8 mL を分取することにした。

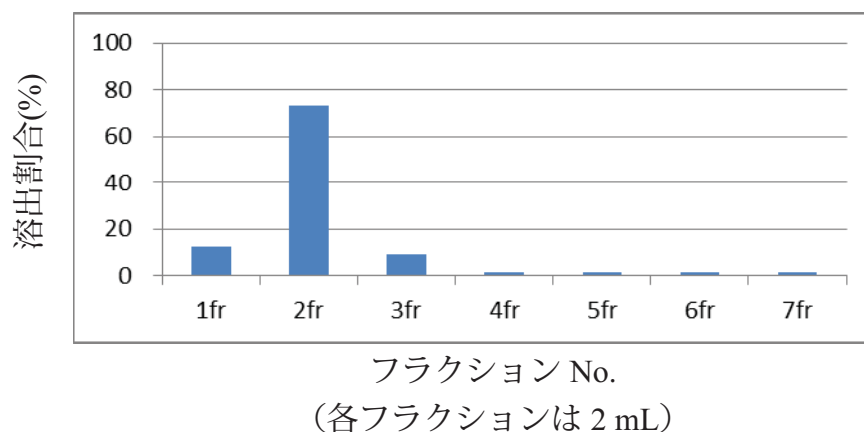


図 11 固相抽出(Oasis MCX)における 2,2'-イミノジエタノールの溶出状況

(3) 固相抽出(Oasis MCX)における海水負荷量が絶対回収率に及ぼす影響

固相抽出(Oasis MCX)における海水負荷量を 0、10、20、50、100 mL と変え、それぞれに 2,2'-イミノジエタノール 0.1 μg を加えた後、固相抽出を行い、その負荷量が絶対回収率に及ぼす影響について検討した。その結果を図 12 に示す。2,2'-イミノジエタノール及び 2,2'-イミノジエタノール- d_8 の絶対回収率がおおむね 70%以上になるよう海水負荷量は 10 mL とした。

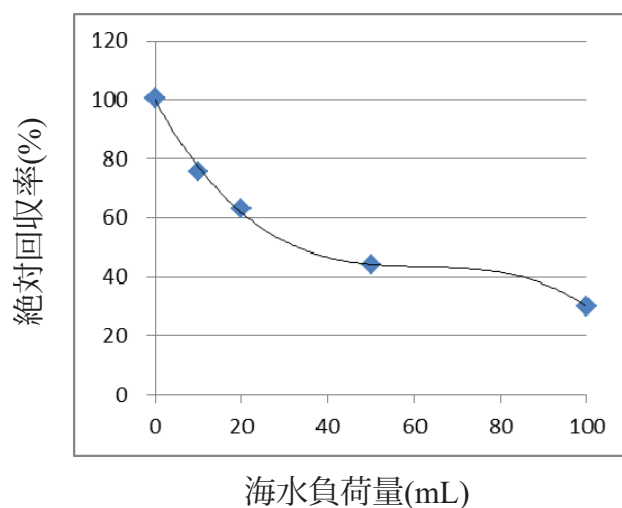


図 12 固相抽出(Oasis MCX)における海水負荷量が絶対回収率に及ぼす影響

(4) 海水での固相抽出(Oasis MCX)溶出液の最終定容量が回収率に及ぼす影響

海水を用いた場合の固相抽出(Oasis MCX)の溶出液を窒素吹付で 0.5 mL まで濃縮し、それをぎ酸/アセトニトリル(1:999)で 10 mL に定容しているが、その定

容量を変えることにより、最終定容量が回収率に及ぼす影響を調べ、図 13 に示す。その図より最終定容量が 10 及び 5 mL の時に良好な回収率が得られた。従って、念のため最終定容量は 10 mL とした。回収率が低下する原因は海水を試料とする場合には固相抽出を行っても固相からの溶出液の塩濃度は比較的高く（ナトリウムイオン：約 30 mg/L）、濃縮率を高めるとさらに塩濃度が高くなり、LC/MS/MS でイオン化障害が生じるものと推定される。

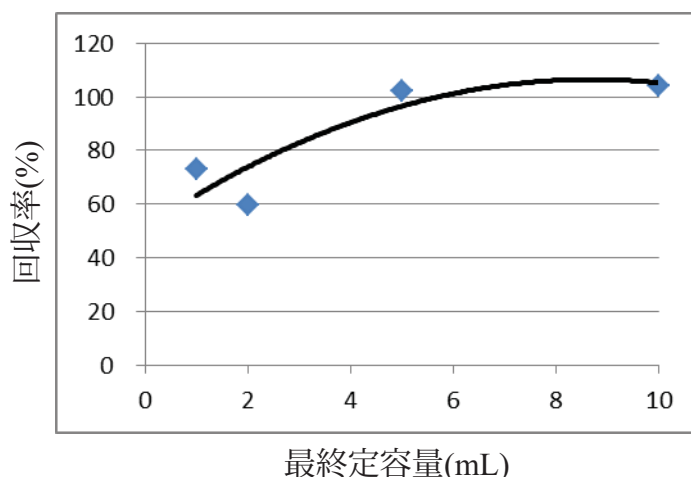


図 13 海水での固相(Oasis MCX)からの溶出液の定容量が回収率に及ぼす影響

【評価】

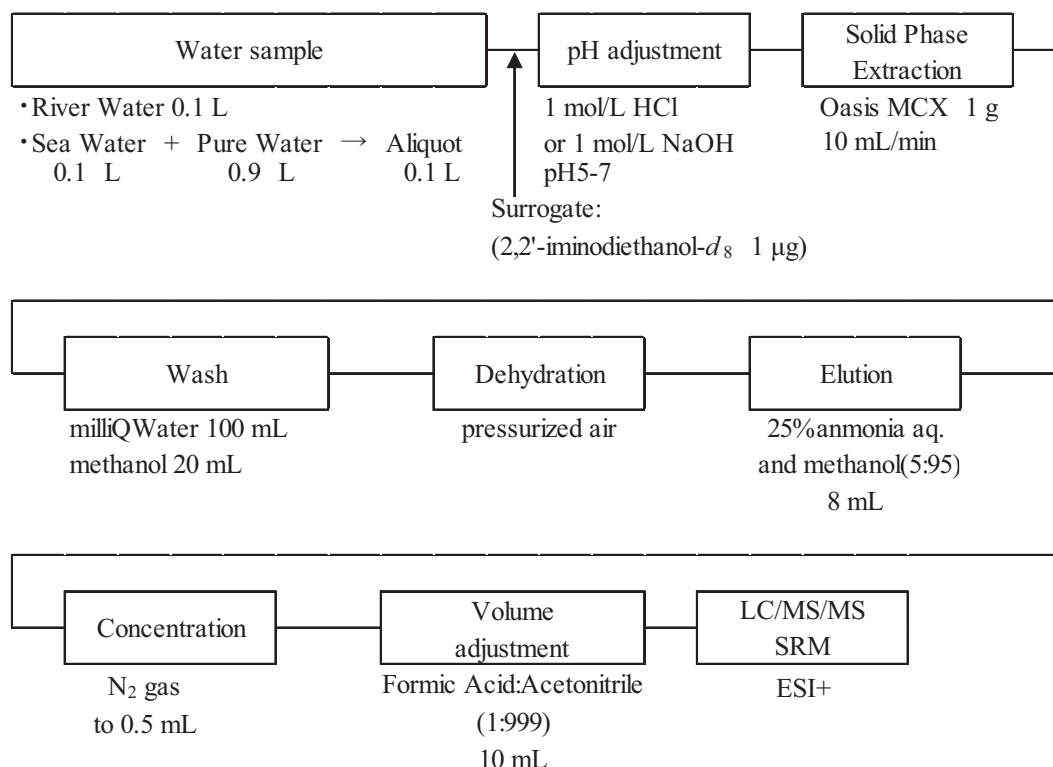
本分析法で用いた LC/MS/MS での 2,2'-イミノジエタノールの IDL は 0.089 ng/mL（試料換算濃度は河川水で 0.0089、海水で 0.089 $\mu\text{g/L}$ ）であり、0.1～100 ng/mL の範囲で検量線の直線性($r^2 > 0.99$)が確認された。固相抽出法による前処理を行う本分析法の MDL 及び MQL は河川水及び海水の順に 0.014 及び 0.037 $\mu\text{g/L}$ 、0.14 及び 0.37 $\mu\text{g/L}$ であった。河川水 100 mL 及び海水 10 mL 相当量に対象物質を 0.12 μg 添加した時の回収率は河川水及び海水の順に 97 及び 103%、変動係数は 1.1 及び 1.0%であった。本法で神戸市内河川及び神戸沿岸海域の海水各 1 検体を測定したところ、2,2'-イミノジエタノールはいずれも MDL 未満であった。以上の結果から、水質試料中に含まれる 0.1 $\mu\text{g/L}$ オーダーの 2,2'-イミノジエタノールの定量分析法に適用できるものと判断される。

【担当者連絡先】

所属先名称 ：神戸市環境保健研究所
所属先住所 ：〒650-0046 神戸市中央区港島中町 4-6
 TEL：078-302-6302、FAX：078-302-6291
担当者名 ：八木 正博、向井 健悟
E-mail ：masahiro_yagi@office.city.kobe.lg.jp
 kengo_mukai@office.city.kobe.lg.jp

2,2'-Iminodiethanol

This method provides a procedure for the determination of 2,2'-iminodiethanol in water samples by liquid chromatography-tandem mass spectrometry (LC/MS/MS). After 100 μL of 2,2'-iminodiethanol- d_8 (surrogate, 10 ng/ μL) is spiked into 100 mL of a water sample (in the case of sea water, 100 mL of that diluted 10-fold with purified water), the sample is passed through a preconditioned solid phase extraction cartridge (Oasis MCX). The extract is eluted with 8 mL of 25% ammonia aq. and methanol (5:95). The solution is analyzed by LC/MS/MS-SRM (ESI positive). Method detection limits (MDL) of 2,2'-iminodiethanol in river water and sea water were 0.014 and 0.14 $\mu\text{g/L}$, respectively. The averages of recoveries (and those of relative standard deviations) from 0.12 μg of 2,2'-iminodiethanol added to river water and sea water were 97% (1.1%) and 104% (1.0%), respectively. 2,2'-Iminodiethanol was not detected in river water and sea water (Kobe) by the method.



物質名	分析法フローチャート	備考
[1] 2,2'-イミノジエタノール	水質試料 ・河川水 0.100 L ・海水 0.100 L + 精製水 0.900 L → 分取 0.100 L pH調整 1 mol/L HCl or 1 mol/L NaOH pH5-7 固相抽出 Oasis MCX 1 g 10 mL/min サロゲート添加 (2,2'-イミノジエタノール-d_8 1.00 μg) 洗浄 精製水 100 mL メタノール 20 mL 脱水 加圧空気 溶出 25%アモニア水 含有メタノール(5:95) 8 mL 濃縮 窒素ガス気流下 0.5 mLまで 定容 キ酸：アセトリル (1:999) 10 mL LC/MS/MS SRM ESI+	分析原理: LC/MS/MS-SRM ESI-ポジティブ 検出下限値: 【水質】(μg/L) [1] 0.037(河川水) [2] 0.37(海水) 分析条件: 機器 LC: waters 2695 MS: waters Quattro micro API カラム XBridge Amide 2.1 mm $\times$ 100 mm, 3.5μm