



# 分析結果報告書 [10] 2/6

## <前処理>

抽出操作の有無	1. 実施した 2. 実施しなかった
試料量 (平均値) (mL)	( ) mL
抽出方法	1. 溶媒抽出 2. 固相抽出
溶媒抽出	
塩化ナトリウム添加量(g/検体)	( ) g/検体
溶媒の種類	1. ジクロロメタン 2. その他 ( )
抽出回数(回)	( ) 回
溶媒量: 抽出1回目(mL)	( ) mL
溶媒量: 抽出2回目(mL)	( ) mL
溶媒量: 抽出3回目(mL)	( ) mL
試験試料容器の洗込回数(回)	( ) 回
固相抽出	
固相の形状 注1)	1. 充填カートリッジ 2. ディスク 3. その他 ( )
充填剤の種類 注2)	1. スチレンジビニルベンゼン 2. メタクリレート・スチレンジビニルベンゼン 3. N含有メタクリレート・スチレンジビニルベンゼン 4. オクタデシルシリカゲル 5. オクチルシリカゲル 6. その他 ( )
コンディショニング方法	1. 極性溶媒 (アセトン又はメタノール) - 精製水 2. 無極性溶媒 (ジクロロメタン) - 極性溶媒 (アセトン又はメタノール) - 精製水 3. その他 ( )
試料通液方法	1. 減圧 (マニホールド使用) 2. 減圧 (固相抽出装置使用) 3. 加圧 (マニュアルでシリンジ使用) 4. 加圧 (固相抽出装置使用)
試料通液速度 (mL/min)	( ) mL/min
試験試料容器の洗いこみ	1. 実施した 2. 実施しなかった
洗いこみ溶媒	1. 精製水 2. 有機溶媒
洗いこみ回数	1. 1回 2. 2回 3. 3回以上
試料通液した固相の洗浄	1. 実施した 2. 実施しなかった
洗浄溶媒	1. 精製水 2. 有機溶媒
洗浄溶媒量(mL)	( ) mL
固相の脱水・乾燥	1. 実施した 2. 実施しなかった
固相の脱水・乾燥方法	1. 遠心分離 2. 遠心分離+マニホールドを使って室内空気吸引 3. 遠心分離+マニホールドを使って吸引しながら窒素ガス通気 4. その他 ( )
通液した固相の乾燥-遠心分離 (分)	( ) 分
通液した固相の乾燥-通気(分)	( ) 分
溶出溶媒	1. アセトン 2. ジクロロメタン 3. その他 (組み合わせ: )
溶出溶媒総量 (mL)	( ) mL
抽出液の脱水	1. 実施した 2. 実施しなかった
抽出液の脱水方法	1. 無水硫酸ナトリウムによる脱水 2. その他 ( )
クリーンアップ操作	1. 実施した 2. 実施しなかった
クリーンアップ方法	1. フロリジルカラム 2. シリカゲルカラム 3. その他 ( )
濃縮操作	1. 実施した 2. 実施しなかった
前処理後定容量 (最終検液量) (mL)	( ) mL
定容に用いた溶媒	1. アセトン 2. ジクロロメタン 3. その他 (組み合わせ: )

注1) ディスクには、ディスクを装着したシリンジ型固相を含む。

注2) Waters 社製固相 Oasis-HLB は N 含有メタクリレート・スチレンジビニルベンゼンの選択肢に含める。



# 分析結果報告書 [10] 4/6

<LC/MS(/MS)> (該当する場合に入力する)

LCメーカー	( )	
MSメーカー	( )	
MS装置型式 注1)	1. シングル四重極      2. タンデム四重極 (MS/MS)      3. イオントラップ 4. 飛行時間 (四重極-飛行時間を含む)      5. その他 ( )	
MSイオン化法	1. ESIポジティブ      2. ESIネガティブ      3. APCIポジティブ 4. APCIネガティブ      5. その他 ( )	
MSイオン検出法	1. SIM法      2. マスクロマトグラム法      3. SRM(MRM) 4. その他 ( )	
分離カラムタイプ	1. 逆相      2. 順相      3. HILIC      4. イオン交換      5. その他 ( )	
分離カラム基材	1. シリカゲル      2. ポリマー	
分離カラム充填剤官能基	1. C18      2. C8      3. 4級アンモニウム基      4. アミノ基 5. その他 ( )	
分離カラム内径 (mm)	( ) mm	
分離カラム長さ (mm)	( ) mm	
分離カラム粒子径 ( $\mu$ m)	( ) $\mu$ m	
ガードカラム	1. 使用した      2. 使用しなかった	
カラム温度 (°C)	( ) °C	
移動相A液	1. 精製水      2. ギ酸 ( ) v/v%      3. 酢酸 ( ) v/v% 4. ギ酸アンモニウム ( ) mmol      5. 酢酸アンモニウム ( ) mmol 6. その他 ( )	
移動相B液	1. アセトニトリル      2. メタノール      3. その他 ( )	
移動相混合条件	1. アイソクラティック      2. グラジエント	
移動相混合比率	時間 (min)	%B
初期条件 注2)	0 min	( ) %
	( ) min	( ) %
	( ) min	( ) %
	( ) min	( ) %
	( ) min	( ) %
	( ) min	( ) %
	( ) min	( ) %
移動相流速 (mL/min)	( ) mL/min	
注入量 ( $\mu$ L)	( ) $\mu$ L	
定量用イオン(m/z) 注3)	( )	
確認用イオン(1)(m/z) 注3)	( )	
確認用イオン(2)(m/z) 注3)	( )	

注1) サイエックス社製 LC/MS/MS (Q-trap) は、タンデム四重極 (MS/MS) とする

注2) アイソクラティックで測定した場合は、初期条件のみを記入する。グラジエント条件はクロマトグラムにも記入する。

注3) MS/MS を用いた場合は、「289>91」の様に記入する。

# 分析結果報告書〔10〕 5/6

## <標準液の作製>

標準原液	
調製方法	1. 混合標準液を購入      2. 単品標準液を購入      3. 原体から調製
原液・原体メーカー名	( )
使用時の濃度保証	1. 保証期間内      2. 保証期間超過
調製溶媒	1. ヘキサン      2. ジクロロメタン      3. アセトン      4. その他 ( )
調製・購入からの経過月 (月)	( ) 月
検量線作成用標準液	
調製方法	1. 混合標準液を希釈      2. 単品標準液を分取・混合希釈
含まれる農薬の種類	( ) 種
調製溶媒	1. ヘキサン      2. ジクロロメタン      3. アセトン      4. その他 ( )
調製からの経過日 (日) 注1)	( ) 日
サロゲート内標準液 注2)	
サロゲート内標準物質	1. 使用した      2. 使用しなかった
サロゲート内標準物質名	( )
調製方法	1. 標準液を購入      2. 原体から調製
サロゲート内標準物質メーカー名	( )
調製濃度 ( $\mu\text{g/L}$ )	( ) $\mu\text{g/L}$
調製溶媒	1. ヘキサン      2. ジクロロメタン      3. アセトン      4. その他 ( )
調製・購入からの経過日 (日)	( ) 日
内標準液 注2)	
内標準物質	1. 使用した      2. 使用しなかった
内標準物質名	( )
調製方法	1. 標準液を購入      2. 原体から調製
内標準物質メーカー名	( )
調製濃度 ( $\mu\text{g/L}$ )	( ) $\mu\text{g/L}$
調製溶媒	1. ヘキサン      2. ジクロロメタン      3. アセトン      4. その他 ( )
調製・購入からの経過日 (日)	( ) 日

注1) 標準原液を1点検量線作成用標準液として使用した場合は0を記入する。用時調製の場合は0を記入する。

注2) サロゲート内標準物質と内標準物質との違いに留意する。

## <検出下限値及び定量下限値>

装置検出下限値の算出	1. 実施した      2. 実施しなかった
装置検出下限値 ( $\mu\text{g/L}$ )	( ) $\mu\text{g/L}$
装置検出下限値算出方法 注1)	1. S/Nに基づく: 標準液濃度 ( ) $\mu\text{g/L}$ 、採用したS/N ( ) 2. 標準液の繰り返し測定値の標準偏差を用いた方法 ( $IDL = t(n-1, 0.05) \times \sigma_{n-1} \times 2$ 、又は $3\sigma$ で計算) : 標準液濃度 ( ) $\mu\text{g/L}$ 、繰り返し回数 ( ) 回 3. 装置ブランク試料繰り返し測定値の標準偏差を用いた方法 ( $3\sigma$ 法で計算) : 標準液濃度 ( ) $\mu\text{g/L}$ 、繰り返し回数 ( ) 回 4. その他 ( )
装置検出下限値の試料換算値 ( $\mu\text{g/L}$ ) 注2)	( ) $\mu\text{g/L}$
分析法検出下限値の算出	1. 実施した      2. 実施しなかった
分析法検出下限値 ( $\mu\text{g/L}$ )	( ) $\mu\text{g/L}$
分析法検出下限値算出方法 注1)	1. S/Nに基づく: 標準液濃度 ( ) $\mu\text{g/L}$ 、採用したS/N ( ) 2. 標準液の繰り返し測定値の標準偏差を用いた方法 ( $MDL = t(n-1, 0.05) \times \sigma_{n-1} \times 2$ 、又は $3\sigma$ で計算): 標準液濃度 ( ) $\mu\text{g/L}$ 、繰り返し回数 ( ) 回 3. 装置ブランク試料繰り返し測定値の標準偏差を用いた方法 ( $3\sigma$ 法で計算) : 標準液濃度 ( ) $\mu\text{g/L}$ 、繰り返し回数 ( ) 回 4. その他 ( )
分析法定量下限値の算出	1. 実施した      2. 実施しなかった
分析法定量下限値 ( $\mu\text{g/L}$ )	( ) $\mu\text{g/L}$
分析法定量下限値算出方法 注1)	1. 水質汚濁に係る人の健康保護に関する環境基準の10分の1として運用 2. 「水質管理目標設定項目の検査方法 (厚労省)」に記載されている定量下限値を引用 3. JIS K 0128 (用水・排水中の農薬試験方法)に記載されている定量範囲の下限値を引用 4. $10\sigma$ 法で計算: 標準液濃度 ( ) $\mu\text{g/L}$ 、繰り返し回数 ( ) 回 5. その他 ( )

注1) ここで  $\sigma$  は特定濃度の対象物質を繰り返し測定し、得られた標準偏差をさす。

注2) 装置検出下限値に試料の前処理における濃縮率を乗じた値を記入する。

# 分析結果報告書 [10] 6/6

## <検量線の作成>

定量方法	1. 絶対検量線法      2. 内標準法      3. サロゲート内標準法 4. その他 (            )
指示値	
指示値の種類	1. 面積      2. 高さ      3. その他 (            )
試料	(            )
空試験	(            )
検量線最低濃度	(            )
検量線最高濃度	(            )
サロゲート内標準 注1)	(            )
内標準 注1)	(            )
サロゲート内標準の平均回収率(%)	(            ) %
検量線	
種類	1. 直線 (重みづけなし) 2. 直線 (重みづけあり、重みづけ方法 (            )) 3. 2次曲線      4. 折れ線      5. 平均係数 6. その他 (            )
切片	1. 原点を通す      2. 原点を通さない
点数(点)	(            ) 点
最低濃度(μg/L)	(            ) μg/L
最高濃度(μg/L)	(            ) μg/L
濃度計算に用いた式 注2)	

注1) 該当する場合に記入する。

注2) 試料指示値:  $R_s$ 、内標準物質指示値:  $R_{is}$ 、サロゲート内標準指示値:  $R_{surrogate}$ 、ブランク試料の指示値:  $R_{blank}$ 、供試試料量  $V_{sample}$  (mL)、最終検液量:  $V_{final}$  (mL)、一次検量線の傾き:  $a_1$ 、検量線の切片:  $b_1$ 、二次検量線の二次係数:  $a_2$ 、一次係数:  $b_2$ 、切片:  $c_2$  の記号を使用する。

## <試料の保存>

共通試料保存方法	1. 冷蔵      2. その他 (            )
希釈試料保存方法	1. 冷蔵      2. その他 (            )

分析実施にあたっての留意した点及び問題と感じた点	
--------------------------	--

添付クロマトグラムのファイル名	
検量線データ	(            )
操作ブランクデータ	(            )
共通試料データ	(            )
精度管理用データ 注)	(            )

注) 下限値の算出、添加回収試験等。実施、添付した場合に記入する。