

分析結果報告書〔8〕 2/6

＜ブランクレベル低減化＞

ガラス器具 LAS 分析用と他物質分析用を分けた 洗浄に洗剤を使用せず湯で洗浄した	1. はい 2. いいえ 1. はい 2. いいえ
実験手袋材質	1. ポリエチレン 2. ニトリル 3. ラテックス 4. その他 ()
固相カラム使用前洗浄 メタノールに一晩浸漬した その他の処置を行った	1. はい 2. いいえ 1. はい：方法 () 2. いいえ
固相抽出 (固相カラム取り付け位置)	1. 希釈試験液容器→通液用チューブ→固相カラム→シリンジポンプ 2. 希釈試験液容器→通液用チューブ→シリンジポンプ→固相カラム 3. 希釈試験液容器→固相カラム→通液用チューブ→シリンジポンプ
LC リテンションギャップカラム	1. 使用した 2. 使用しなかった
使用した溶媒の規格 注)	()

注) 分かる範囲で記入する

＜測定用試験液の調製＞

試料量 (mL) (希釈済みのもの) (平均値)	() mL
試料の pH 調節	1. 調節する：pH：() 2. 調節しない
添加した塩酸濃度 (mol/L)	() mol/L
塩酸添加量 (mL)	() mL/試料
抽出方法	1. 固相抽出 2. 溶媒抽出 3. その他 ()
固相抽出 固相の形状 充填剤の種類	1. カートリッジ 2. その他 () 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 ()
方法 平均通液速度 (mL/分)	1. 吸引 2. 加圧 3. その他 () () mL/分
固相の脱水 実施の有無 脱水方法	1. 実施した 2. 実施しなかった 2. 窒素ガス吹き付け 2. 室内空気吸引 3. 遠心分離の後窒素ガス吹き付け 4. 遠心分離のみ 5. 窒素ガスを通しながらポンプ吸引 6. その他 ()
溶出 溶媒の種類 溶出量 (mL)	1. アセトン 2. メタノール 3. その他 () () mL
溶出液の転溶 実施の有無 転溶方法	1. 実施した 2. 実施しなかった 1. 濃縮してアセトニトリル・水混液に転溶 2. その他 ()
溶出液の脱水 実施の有無 脱水方法	1. 実施した 2. 実施しなかった 1. 乾固して再溶解 2. 無水硫酸ナトリウムによる脱水 3. その他の方法 ()
定容量 (測定用試験液量) (mL)	() mL

分析結果報告書〔8〕 3/6

<LC/MS/MS>

<LC> メーカー 型式	1. アジレント 2. ウォーターズ 3. 島津製作所 4. サーモフィッシャー 5. その他 () ()
試料注入量(μL)	() μL
カラム 充填剤 種類 粒子径 内径(mm) 長さ(mm)	1. ODS 2. C8 3. その他 () () μm(平均の粒径を記入する) 1. 2.1mm 2. 3.0mm 3. その他 () mm 1. 50mm 2. 100mm 3. 150mm 4. その他 () mm
移動相 A液 B液 移動相混合条件	1. ギ酸・ギ酸アンモニウム水溶液 2. 酢酸アンモニウム水溶液 3. その他 () 1. アセトニトリル 2. メタノール 3. その他 () 1. アイソクラティック 2. グラジエント
流量(mL/分)	() mL/分
カラム槽温度(℃)	1. 40℃ 2. その他 ()℃
<MS/MS> メーカー 型式	1. Sciex 2. ウォーターズ 3. アジレント 4. 島津製作所 5. サーモフィッシャー 6. その他 () ()
イオン化方法	1. ESI ネガティブ 2. その他 ()
検出方法	1. SIM 2. SRM(MRM) 3. その他 ()

<定量用質量数>

物質名	定量用質量数 注)	確認用質量数 注)
C10-LAS	()	()
C11-LAS	()	()
C12-LAS	()	()
C13-LAS	()	()
C14-LAS	()	()

注) SIM 法またはマスキロマトグラム法で定量した場合は、定量イオン(m/z)、確認イオン(m/z)を、SRM 法で定量した場合は、定量トランジション(プリカーサイオン(m/z) > プロダクトイオン(m/z) 記入する (「163>107」の様に記入する)。定量する場合に2種類のイオンまたはトランジションのレスポンスの含量を用いた場合は、両イオンの(m/z)又はトランジションを“+”で記入する(「135+149」の様に記入する)。確認用トランジションを測定しなかった場合は空欄とする

<標準原液>

標準原液調製方法	1. 入手した標準品を購入、秤量、溶解して標準原液を調製 2. 標準原液を購入	
物質名	メーカー名 注)	Lot 番号
C10-LAS	1. 関東化学 2. 富士フィルム和光純薬 3. その他 () 4. 自作(原体メーカー)	()
C11-LAS	1. 関東化学 2. 富士フィルム和光純薬 3. その他 () 4. 自作(原体メーカー)	()
C12-LAS	1. 関東化学 2. 富士フィルム和光純薬 3. その他 () 4. 自作(原体メーカー)	()
C13-LAS	1. 関東化学 2. 富士フィルム和光純薬 3. その他 () 4. 自作(原体メーカー)	()
C14-LAS	1. 関東化学 2. 富士フィルム和光純薬 3. その他 () 4. 自作(原体メーカー)	()

注) 製造会社名を選択する(「販売会社ではない」ことに注意する)。

<検出下限値及び定量下限値>

物質名	装置検出下限値 注)	分析法検出下限値 注)	分析法定量下限値 注)
C10-LAS (μg/L)	() ng	() μg/L	() μg/L
C11-LAS (μg/L)	() ng	() μg/L	() μg/L
C12-LAS (μg/L)	() ng	() μg/L	() μg/L
C13-LAS (μg/L)	() ng	() μg/L	() μg/L
C14-LAS (μg/L)	() ng	() μg/L	() μg/L
LAS (μg/L)	() ng	() μg/L	() μg/L

注) 装置検出下限値は GC/MS への注入量 (ng)、分析法検出下限値・分析法定量下限値は試料中の濃度 (μg/L) として示す。

分析結果報告書〔8〕4/6

<検出下限値及び定量下限値の算出方法>

装置検出下限値算出方法 注)	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 3σ 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 (3σ 法で計算) : 繰り返し回数 () 回 4. その他 ()
分析法検出下限値算出方法 注)	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 3σ 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 (3σ 法で計算) : 繰り返し回数 () 回 4. その他 ()
分析法定量下限値算出方法 注)	1. 水生生物保全環境基準の10分の1として運用 2. 「水質汚濁に係る環境基準」に記載されている定量下限値を引用 4. 10σ 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) ここで σ 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。

<定量方法>

定量方法	1. 絶対検量線法 2. 標準添加法 注1) 3. 内標準法 注2) 4. サロゲート物質を用いた内標準法 注2) 5. その他 ()
内標準物質 使用の有無	1. 使用する 2. 使用しない
種類	1. C8-LAS(オクチルベンゼンスルホン酸) 2. その他 ()
調製溶媒	1. アセトニトリル 2. メタノール 3. アセトン 4. その他 ()
内標準物質濃度 ($\mu\text{g/mL}$)	() $\mu\text{g/mL}$
添加量 (mL) 注3)	() mL/試料
サロゲート物質 使用の有無	1. 使用する 2. 使用しない
種類	物質名 () 回収率 () %
調製溶媒	1. アセトニトリル 2. メタノール 3. その他 ()
サロゲート物質濃度 ($\mu\text{g/mL}$)	() $\mu\text{g/mL}$
添加量 (mL) 注3)	() mL/試料

注1) 標準添加法は、試料最終検液(抽出試料)にその濃度と同程度～数倍程度相当の標準液を段階的に添加・調製した試料を分析し検量線を作成し、検量線が横軸と交差する濃度の絶対値を試料濃度とする方法である。

注2) 検量線の縦軸に、内標準法はLASと内標準物質のレスポンス比を、サロゲート法は、LASとサロゲート物質のレスポンス比を用いる。

注3) 単位に注意して記入、マイクロシリンジで添加した場合には、mLに換算すること

<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	
--------------------------	--

計算式	
-----	--

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。

