⑼　ＬＡＳ標準液（各10μg／ml）

ＬＡＳ標準原液各１mlをそれぞれ別の全量フラスコ100mlに採り、アセトニトリル・水混液を標線まで加えたもの（注４）

⑽　ＬＡＳ標準液（各0.1μg／ml）

ＬＡＳ標準液（各10μg／ml）各１mlをそれぞれ別の全量フラスコ100mlに採り、アセトニトリル・水混液を標線まで加えたもの

⑾　内標準原液（１mg／ml）

オクチルベンゼンスルホン酸ナトリウム（Ｃ８－ＬＡＳ）標準品100mgを全量フラスコ100mlに採り、メタノールを標線まで加えたもの

⑿　内標準液（１μg／ml）

内標準原液0.1mlを全量フラスコ100mlに採り、アセトニトリル・水混液を標線まで加えたもの

⒀　検量線標準液

ＬＡＳ標準液（各0.1μg／ml）を５～500μl及びＬＡＳ標準液（各10μg／ml）を10～100μlの範囲でそれぞれ別の目盛付き共栓試験管に段階的に採り、それぞれ、これらに内標準液50μlを加え、アセトニトリル・水混液を加えて約１mlとしたもの

（注１）　使用前に空試験を行い、測定を妨害するＣ10～Ｃ14－ＬＡＳ等による汚染がないことを確認する。ミネラルウォーターを用いてもよい。

（注２）　測定対象となるＣ10～Ｃ14－ＬＡＳ（以下「各対象物質」という。）の保持時間に相当する位置にピークがないことを確認する。

（注３）　市販の混合標準溶液を用いてもよい。この場合、各対象物質濃度が1000μg／mlの混合標準溶液を用いる。

（注４）　市販の混合標準溶液を用いてもよい。この場合、市販の混合標準溶液１mlを全量フラスコ100mlに採り、アセトニトリル・水混液を標線まで加えたものを用いる。

２　器具及び装置（注５）

⑴　固相カラム

内径10mm、長さ30～50mmのカートリッジ型のものであつて、カラム充てん剤として、シリカゲルに逆相系化合物を化学結合したもの又は合成吸着剤（多孔性のスチレンジビニルベンゼン共重合体又はこれと同等の性能を有するもの）を充てんしたもの（注６）

⑵　目盛付き共栓試験管

容量10～20mlのものであつて、１mlの目盛のあるもの

⑶　マイクロシリンジ

容量10～500μlのもの

⑷　高速液体クロマトグラフ・タンデム質量分析計（以下「ＬＣ／ＭＳ／ＭＳ」という。）

ⓐ　分離管

内径約２～６mm、長さ約50～250mmのステンレス鋼製のもの

ⓑ　充てん剤

オクタデシルシリル化シリカゲル（粒径２～５μm）を充てんしたもの又はこれと同等の分離性能を有するもの

ⓒ　移動相

アセトニトリルとギ酸（0.1ｖ／ｖ％）・ギ酸アンモニウム水溶液（50mmol／Ｌ）を体積比65対35の割合で混合し、超音波処理等で十分脱気したもの

ⓓ　流量

毎分約0.2mlとしたもの

ⓔ　カラム槽

温度を約40℃に保つことができるもの

ⓕ　質量分析計

エレクトロスプレーイオン化法（負イオンモード）が可能で、選択反応検出法でクロマトグラム測定が可能なもの

（注５）　ガラス器具類は、水で洗浄し、更にアセトン及びメタノールで洗浄した後、各対象物質による汚染がないことを確認してから使用する。

（注６）　カラム充てん剤は、あらかじめメタノール約10ml及び水約10mlを順次通して洗浄する。

３　試験操作

⑴　試験液の調製

ⓐ　試料（注７）を振り混ぜて均一化した後、500mlを採り、固相カラムに加圧又は吸引により毎分流速約20mlで流下させる。

ⓑ　試料容器を水５mlで洗い、洗液を固相カラムに通水し、約２分間窒素ガスを吹き付け、水分を除去する。

ⓒ　固相カラムの上端からメタノール５mlを穏やかに通し、各対象物質を溶出させ、目盛付き共栓試験管に受ける。

ⓓ　溶出液に窒素ガスを緩やかに吹き付けて、蒸発乾固させる。（注８）

ⓔ　内標準液50μlを加えた後、アセトニトリル・水混液で、約１mlに定容する。

⑵　空試験液の調製

水500mlを用いて、⑴と同様に操作して得られる液を空試験液とする。（注９）

⑶　分析

ⓐ　表に掲げる選択反応検出イオンを用い、モニターする。

表　選択反応検出イオン

物質名	プリカーサーイオン	プロダクトイオン
Ｃ10－ＬＡＳ	297	183
Ｃ11－ＬＡＳ	311	183
Ｃ12－ＬＡＳ	325	183
Ｃ13－ＬＡＳ	339	183
Ｃ14－ＬＡＳ	353	183
Ｃ８－ＬＡＳ	269	183

ⓑ　マイクロシリンジを用いて試験液５μlをＬＣ／ＭＳ／ＭＳに注入し、保持時間が検量線標準液の各対象物質の保持時間と一致していることを確認しておく。各対象物質のクロマトグラムのピークの位置は別図を参考にする。

ⓒ　保持時間に相当する位置のピークについて、ピーク面積を測定する。各対象物質と内標準物質のピーク面積の比を求める。

ⓓ　あらかじめ４により作成した検量線を用い、各対象物質と内標準物質の面積の比から各対象物質と内標準物質の濃度比を求める。

ⓔ　空試験液についても、ⓑ、ⓒ及びⓓの操作を行い、各対象物質と内標準物質の濃度比を求める。

ⓕ　次の式によつて試験液中の各対象物質の濃度（μg／Ｌ）を算出し、各対象物質の濃度の和をＬＡＳ濃度とする。

試料中の各対象物質の濃度（μg／Ｌ）＝（ａ－ｂ）×ｎ×（1000／試料量（ml））

この式において、ａ、ｂ及びｎは、それぞれ次の値を表す。

ａ　検量線から求めた各対象物質と内標準物質の濃度比

ｂ　空試験について検量線から求めた各対象物質と内標準物質の濃度比

ｎ　添加した内標準物質の質量（μg）