

飛灰試料 酸処理・抽出

実施日		年 月 日
試料採取量		灰()g
含水率		n=1 ()%, n=2 ()%, 平均 ()%
2mol/L 塩酸の量		500+()mL
洗浄水の量		()mL
ろ紙洗浄溶媒	種類	1.アセトン 2.メタノール 3.その他()
	使用量	()mL
ろ液+洗液	量	()mL
	抽出溶媒	1.ジクロロメタン 2.その他()
	抽出回数	()回
	使用溶媒量	()mL
ソックスレー抽出	溶媒	1.アセトン 2.メタノール 3.その他()
	溶媒量	()mL
	時間・サイクル	()時間、毎時()サイクルで、()サイクル
抽出液定容容量		()mL

試薬・材料メモ

	メーカー	グレード
塩酸		
メタノール/アセトン		
トルエン		
ジクロロメタン		
無水硫酸ナトリウム		
その他		

飛灰試料 クリーンアップ(PCDDs、PCDFs用)

実施日	年 月 日～ 月 日	
クリーンアップ使用量	()mL 粗抽出液の()%相当	
内標準添加(クリーンアップスパイク)	別用紙に記入	
硫酸処理	1.行なった 2.採用しなかった	
	濃硫酸の量	()mL
	繰り返し回数	()回
硫酸シリカゲルクロマト	1. 行なった 2.採用しなかった	
多層シリカゲルクロマト	1.採用しなかった 2.多層シリカゲルクロマト処理を行った後アルミナカラムクロマト処理へ	
濃縮	装置の種類	1.KD 2.ロータリーエバポレーター 3.その他()
	濃縮時容量	
シリカゲルクロマト	1. 行なった 2.採用しなかった	
	ヘキサン使用量	()mL
	溶出時間	()min.
濃縮	装置の種類	1.KD 2.ロータリーエバポレーター 3.その他()
	濃縮時容量	
アルミナクロマト	1. 行なった 2.採用しなかった	
第1画分	溶媒	1.ジクロロメタン/ヘキサン(2:98) 2.その他()
	溶出量	()mL
第2画分	溶媒	1.ジクロロメタン/ヘキサン(1:1) 2.ジクロロメタン/ヘキサン(75:25) 3.その他()
	溶出量	()mL
その他の処理	1.なし 2.()に追加した 3.()の代わりに行った 2,3 のときはその内容	
濃縮	装置の種類	1.KD 2.ロータリーエバポレーター 3.その他()
	濃縮時容量	
転溶溶媒	種類	1.トルエン 2.ノナン 3.デカン 4.その他()
	量	()mL
内標準添加(シリンジスパイク)	別用紙に記入	
分析用試料溶液 定容量	()mL	

飛灰試料 クリーンアップ(COPCBs用)

実施日	年 月 日～ 月 日	
クリーンアップ使用量	()mL 粗抽出液の()%相当	
内標準添加(クリーンアップスパイク)	別用紙に記入	
硫酸処理	1.行なった 2.採用しなかった	
	濃硫酸の量	()mL
	繰り返し回数	()回
硫酸シリカゲルクロマト	1. 行なった 2.採用しなかった	
多層シリカゲルクロマト	1.採用しなかった 2.多層シリカゲルクロマト処理を行った後アルミナカラムクロマト処理へ	
濃縮	装置の種類	1.KD 2.ロータリーエバポレーター 3.その他()
	濃縮時容量	
シリカゲルクロマト	1. 行なった 2.採用しなかった	
	ヘキサン使用量	()mL
	溶出時間	()min.
濃縮	装置の種類	1.KD 2.ロータリーエバポレーター 3.その他()
	濃縮時容量	
アルミナクロマト	1. 行なった 2.採用しなかった	
第1画分	溶媒	1.ジクロロメタン/ヘキサン(2:98) 2.その他()
	溶出量	()mL
第2画分	溶媒	1.ジクロロメタン/ヘキサン(1:1) 2.ジクロロメタン/ヘキサン(75:25) 3.その他()
	溶出量	()mL
その他の処理	1.なし 2.()に追加した 3.()の代わりに行った 2,3 のときはその内容	
濃縮	装置の種類	1.KD 2.ロータリーエバポレーター 3.その他()
	濃縮時容量	
転溶溶媒	種類	1.トルエン 2.ノナン 3.デカン 4.その他()
	量	()mL
内標準添加(シリンジスパイク)	別用紙に記入	
分析用試料溶液 定容量	()mL	

試薬・材料メモ

	メーカー	グレード
硫酸		
無水硫酸ナトリウム		
トルエン		
ジクロロメタン		
ヘキサン		
ノナン(デカン)		
シリカゲル		
アルミナ		
シリカウール		
その他		

ガスクロマトグラフィー(PCDDs、PCDFs用)

条件1

実施日	年 月 日
装置の形式等	メーカー()
	形式()
	特別付属品()
分析1 対応物質	1.四塩化物 2.五塩化物 3.六塩化物 4.七塩化物 5.八塩化物 6. その他異性体用()
カラム1	名称(),メーカー()
	内径 mm、長さ mm、膜厚 μm
	使用履歴 概略 日
昇温条件1	初期温度 $^{\circ}\text{C}$ 、ホールド時間 分
	昇温速度 $^{\circ}\text{C}/\text{分}$ 、到達温度 $^{\circ}\text{C}$ 、ホールド時間 分
	昇温速度 $^{\circ}\text{C}/\text{分}$ 、到達温度 $^{\circ}\text{C}$ 、ホールド時間 分
	昇温速度 $^{\circ}\text{C}/\text{分}$ 、到達温度 $^{\circ}\text{C}$ 、ホールド時間 分
	最終温度 $^{\circ}\text{C}$ 、ホールド時間 分
試料注入1	注入量 μL 、マイクロシリンジサイズ μL
	注入口温度 $^{\circ}\text{C}$ 、注入方式
キャリアーガス(He)	カラムヘッド圧 kPa、カラム出口流量 mL/min.
添付クロマトグラム IDNo.	

条件2

実施日	年 月 日
装置の形式等	メーカー()
	形式()
	特別付属品()
分析1 対応物質	1.四塩化物 2.五塩化物 3.六塩化物 4.七塩化物 5.八塩化物 6. その他異性体用()
カラム1	名称(),メーカー()
	内径 mm、長さ mm、膜厚 μm
	使用履歴 概略 日
昇温条件1	初期温度 $^{\circ}\text{C}$ 、ホールド時間 分
	昇温速度 $^{\circ}\text{C}/\text{分}$ 、到達温度 $^{\circ}\text{C}$ 、ホールド時間 分
	昇温速度 $^{\circ}\text{C}/\text{分}$ 、到達温度 $^{\circ}\text{C}$ 、ホールド時間 分
	昇温速度 $^{\circ}\text{C}/\text{分}$ 、到達温度 $^{\circ}\text{C}$ 、ホールド時間 分
	最終温度 $^{\circ}\text{C}$ 、ホールド時間 分
試料注入1	注入量 μL 、マイクロシリンジサイズ μL
	注入口温度 $^{\circ}\text{C}$ 、注入方式
キャリアーガス(He)	カラムヘッド圧 kPa、カラム出口流量 mL/min.
添付クロマトグラム IDNo.	

条件3(PCDDs、PCDFs用)

実施日	年 月 日
装置の形式等	メーカー()
	形式()
	特別付属品()
分析1 対応物質	1.四塩化物 2.五塩化物 3.六塩化物 4.七塩化物 5.八塩化物 6. その他異性体用()
カラム1	名称(),メーカー()
	内径 mm、長さ mm、膜厚 μm
	使用履歴 概略 時間
昇温条件1	初期温度 $^{\circ}\text{C}$ 、ホールド時間 分
	昇温速度 $^{\circ}\text{C}/\text{分}$ 、到達温度 $^{\circ}\text{C}$ 、ホールド時間 分
	昇温速度 $^{\circ}\text{C}/\text{分}$ 、到達温度 $^{\circ}\text{C}$ 、ホールド時間 分
	昇温速度 $^{\circ}\text{C}/\text{分}$ 、到達温度 $^{\circ}\text{C}$ 、ホールド時間 分
	最終温度 $^{\circ}\text{C}$ 、ホールド時間 分
試料注入1	注入量 μL 、マイクロシリンジサイズ μL
	注入口温度 $^{\circ}\text{C}$ 、注入方式
キャリアーガス(He)	カラムヘッド圧 kPa、カラム出口流量 mL/min.
添付クロマトグラム IDNo.	

ガスクロマトグラフィー(COPCBs用)

条件1

実施日	年 月 日
装置の形式等	メーカー()
	形式()
	特別付属品()
分析1 対応物質	1.四塩化物 2.五塩化物 3.六塩化物 4.七塩化物 5. その他異性体用()
カラム1	名称(),メーカー()
	内径 mm、長さ mm、膜厚 μ m
	使用履歴 概略 日
昇温条件1	初期温度 $^{\circ}$ C、ホールド時間 分
	昇温速度 $^{\circ}$ C/分、到達温度 $^{\circ}$ C、ホールド時間 分
	昇温速度 $^{\circ}$ C/分、到達温度 $^{\circ}$ C、ホールド時間 分
	昇温速度 $^{\circ}$ C/分、到達温度 $^{\circ}$ C、ホールド時間 分
	最終温度 $^{\circ}$ C、ホールド時間 分
試料注入1	注入量 μ L、マイクロシリンジサイズ μ L
	注入口温度 $^{\circ}$ C、注入方式
キャリアーガス(He)	カラムヘッド圧 kPa、カラム出口流量 mL/min.
添付クロマトグラム IDNo.	

条件2

実施日	年 月 日
装置の形式等	メーカー()
	形式()
	特別付属品()
分析1 対応物質	1.四塩化物 2.五塩化物 3.六塩化物 4.七塩化物 5. その他異性体用()
カラム1	名称(),メーカー()
	内径 mm、長さ mm、膜厚 μ m
	使用履歴 概略 日
昇温条件1	初期温度 $^{\circ}$ C、ホールド時間 分
	昇温速度 $^{\circ}$ C/分、到達温度 $^{\circ}$ C、ホールド時間 分
	昇温速度 $^{\circ}$ C/分、到達温度 $^{\circ}$ C、ホールド時間 分
	最終温度 $^{\circ}$ C、ホールド時間 分
試料注入1	注入量 μ L、マイクロシリンジサイズ μ L
	注入口温度 $^{\circ}$ C、注入方式
キャリアーガス(He)	カラムヘッド圧 kPa、カラム出口流量 mL/min.
添付クロマトグラム IDNo.	

マススペクトロメトリー(PCDDs、PCDFs用)

条件1

実施日	年 月 日
装置の形式等	メーカー()
	形式()
	特別付属品()
使用分解能	
イオン化	方法 、電圧 V(eV)
	方法 、電圧 V(eV)
検出方式とデータ	SIM 周期
設定	m/zとチャンネル数、 各チャンネルのモニター時間(ms)、スイッチング周期

条件2

実施日	年 月 日
装置の形式等	メーカー()
	形式()
	特別付属品()
使用分解能	
イオン化	方法 、電圧 V(eV)
	方法 、電圧 V(eV)
検出方式とデータ	SIM 周期
設定	m/zとチャンネル数、 各チャンネルのモニター時間(ms)、スイッチング周期

条件3

実施日	年 月 日
装置の形式等	メーカー()
	形式()
	特別付属品()
使用分解能	
イオン化	方法 、電圧 V(eV)
	方法 、電圧 V(eV)
検出方式とデータ	SIM 周期
設定	m/zとチャンネル数、 各チャンネルのモニター時間(ms)、スイッチング周期

マススペクトロメトリー(COPCBs用)

条件1

実施日	年 月 日
装置の形式等	メーカー()
	形式()
	特別付属品()
使用分解能	
イオン化	方法 、電圧 V(eV)
	方法 、電圧 V(eV)
検出方式とデータ	SIM 周期
設定	m/z とチャンネル数、 各チャンネルのモニター時間 (ms)、スイッチング周期

条件2

実施日	年 月 日
装置の形式等	メーカー()
	形式()
	特別付属品()
使用分解能	
イオン化	方法 、電圧 V(eV)
	方法 、電圧 V(eV)
検出方式とデータ	SIM 周期
設定	m/z とチャンネル数、 各チャンネルのモニター時間 (ms)、スイッチング周期

定量(PCDD,PCDFs 用)

定量1 ガスクロマトグラフィー(条件)、マススペクトロメリー(条件)

検量線	濃度範囲: ng/mL～ ng/mL、点数: 繰り返し数:
標準物質	メーカー: 開封後の月数:
装置安定性	感度変動: %/、保持時間変動: %/

定量2 ガスクロマトグラフィー(条件)、マススペクトロメリー(条件)

検量線	濃度範囲: ng/mL～ ng/mL、点数: 繰り返し数:
標準物質	メーカー: 開封後の月数:
装置安定性	感度変動: %/、保持時間変動: %/

定量3 ガスクロマトグラフィー(条件)、マススペクトロメリー(条件)

検量線	濃度範囲: ng/mL～ ng/mL、点数: 繰り返し数:
標準物質	メーカー: 開封後の月数:
装置安定性	感度変動: %/、保持時間変動: %/

定量(COPCBs用)

定量1 ガスクロマトグラフィー(条件)、マススペクトロメリー(条件)

検量線	濃度範囲: ng/mL～ ng/mL、点数: 繰り返し数:
標準物質	メーカー: 開封後の月数:
装置安定性	感度変動: %/、保持時間変動: %/

定量2 ガスクロマトグラフィー(条件)、マススペクトロメリー(条件)

検量線	濃度範囲: ng/mL～ ng/mL、点数: 繰り返し数:
標準物質	メーカー: 開封後の月数:
装置安定性	感度変動: %/、保持時間変動: %/

飛灰試料 内標準物質の添加量と回収率

	内標準物質	クリーンアップスパイク		シリンジスパイク
		添加量(ng)	回収率(%)	添加量(ng)
TeCDDs	¹³ C ₁₂ -1,3,6,8-TeCDD ¹³ C ₁₂ -2,3,7,8-TeCDD ¹³ C ₁₂ -1,2,3,4-TeCDD			
PeCDDs	¹³ C ₁₂ -1,2,3,7,8-PeCDD			
HxCDDs	¹³ C ₁₂ -1,2,3,4,7,8-HxCDD ¹³ C ₁₂ -1,2,3,6,7,8-HxCDD ¹³ C ₁₂ -1,2,3,7,8,9-HxCDD			
HpCDD	¹³ C ₁₂ -1,2,3,4,6,7,8-HpCDD			
OCDD	¹³ C ₁₂ -1,2,3,4,6,7,8,9-OCDD			
TeCDFs	¹³ C ₁₂ -1,2,7,8-TeCDF ¹³ C ₁₂ -2,3,7,8-TeCDF			
PeCDFs	¹³ C ₁₂ -1,2,3,7,8-PeCDF ¹³ C ₁₂ -2,3,4,7,8-PeCDF			
HxCDFs	¹³ C ₁₂ -1,2,3,4,7,8-HxCDF ¹³ C ₁₂ -1,2,3,6,7,8-HxCDF ¹³ C ₁₂ -1,2,3,7,8,9-HxCDF ¹³ C ₁₂ -2,3,4,6,7,8-HxCDF			
HpCDFs	¹³ C ₁₂ -1,2,3,4,6,7,8-HpCDF ¹³ C ₁₂ -1,2,3,4,7,8,9-HpCDF			
OCDF	¹³ C ₁₂ -1,2,3,4,6,7,8,9-OCDF			
その他				
	¹³ C ₁₂ -3,4,4',5-TeCB(#81)			
	¹³ C ₁₂ -3,3',4,4'-TeCB(#77)			
	¹³ C ₁₂ -3,3',4,4',5-PeCB(#126)			
	¹³ C ₁₂ -3,3',4,4',5,5'-HxCB(#169)			
	¹³ C ₁₂ -2',3,4,4',5-PeCB(#123)			
	¹³ C ₁₂ -2,3',4,4',5-PeCB(#118)			
	¹³ C ₁₂ -2,3,3',4,4'-PeCB(#105)			
	¹³ C ₁₂ -2,3,4,4',5-PeCB(#114)			
	¹³ C ₁₂ -2,3',4,4',5,5'-HxCB(#167)			
	¹³ C ₁₂ -2,3,3',4,4',5-HxCB(#156)			
	¹³ C ₁₂ -2,3,3',4,4',5'-HxCB(#157)			
	¹³ C ₁₂ -2,3,3',4,4',5,5'-HpCB(#189)			
	¹³ C ₁₂ -2,2',3,4,4',5,5'-HpCB(#180)			
	¹³ C ₁₂ -2,2',3,3',4,4',5-HpCB(#170)			

添加方法 クリーンアップスパイク	溶媒の種類	1.アセトン 2.メタノール 3.その他()
	添加液量	()ml
添加方法 シリンジスパイク	溶媒の種類	1.トルエン 2.ノナン 3.デカン 4.その他()
	添加液量	()ml

アンブル試料 内標準物質の添加量と回収率

分取量	() μ L 内標準物質	クリーンアップスパイク		シリンジスパイク 添加量(ng)
		添加量(ng)	回収率(%)	
TeCDDs	$^{13}\text{C}_{12}$ -1,3,6,8-TeCDD $^{13}\text{C}_{12}$ -2,3,7,8-TeCDD $^{13}\text{C}_{12}$ -1,2,3,4-TeCDD			
PeCDDs	$^{13}\text{C}_{12}$ -1,2,3,7,8-PeCDD			
HxCDDs	$^{13}\text{C}_{12}$ -1,2,3,4,7,8-HxCDD $^{13}\text{C}_{12}$ -1,2,3,6,7,8-HxCDD $^{13}\text{C}_{12}$ -1,2,3,7,8,9-HxCDD			
HpCDD	$^{13}\text{C}_{12}$ -1,2,3,4,6,7,8-HpCDD			
OCDD	$^{13}\text{C}_{12}$ -1,2,3,4,6,7,8,9-OCDD			
TeCDFs	$^{13}\text{C}_{12}$ -1,2,7,8-TeCDF $^{13}\text{C}_{12}$ -2,3,7,8-TeCDF			
PeCDFs	$^{13}\text{C}_{12}$ -1,2,3,7,8-PeCDF $^{13}\text{C}_{12}$ -2,3,4,7,8-PeCDF			
HxCDFs	$^{13}\text{C}_{12}$ -1,2,3,4,7,8-HxCDF $^{13}\text{C}_{12}$ -1,2,3,6,7,8-HxCDF $^{13}\text{C}_{12}$ -1,2,3,7,8,9-HxCDF $^{13}\text{C}_{12}$ -2,3,4,6,7,8-HxCDF			
HpCDFs	$^{13}\text{C}_{12}$ -1,2,3,4,6,7,8-HpCDF $^{13}\text{C}_{12}$ -1,2,3,4,7,8,9-HpCDF			
OCDF	$^{13}\text{C}_{12}$ -1,2,3,4,6,7,8,9-OCDF			
その他				

バイアル試料 内標準物質の添加量と回収率

分取量	() μ L 内標準物質	クリーンアップスパイク		シリンジスパイク 添加量(ng)
		添加量(ng)	回収率(%)	
	$^{13}\text{C}_{12}$ -3,4,4',5-TeCB(#81)			
	$^{13}\text{C}_{12}$ -3,3',4,4'-TeCB(#77)			
	$^{13}\text{C}_{12}$ -3,3',4,4',5-PeCB(#126)			
	$^{13}\text{C}_{12}$ -3,3',4,4',5,5'-HxCB(#169)			
	$^{13}\text{C}_{12}$ -2',3,4,4',5-PeCB(#123)			
	$^{13}\text{C}_{12}$ -2,3',4,4',5-PeCB(#118)			
	$^{13}\text{C}_{12}$ -2,3,3',4,4'-PeCB(#105)			
	$^{13}\text{C}_{12}$ -2,3,4,4',5-PeCB(#114)			
	$^{13}\text{C}_{12}$ -2,3',4,4',5,5'-HxCB(#167)			
	$^{13}\text{C}_{12}$ -2,3,3',4,4',5-HxCB(#156)			
	$^{13}\text{C}_{12}$ -2,3,3',4,4',5'-HxCB(#157)			
	$^{13}\text{C}_{12}$ -2,3,3',4,4',5,5'-HpCB(#189)			
	$^{13}\text{C}_{12}$ -2,2',3,4,4',5,5'-HpCB(#180)			
	$^{13}\text{C}_{12}$ -2,2',3,3',4,4',5-HpCB(#170)			
添加方法 クリーンアップスパイク	溶媒の種類	1.アセトン 2.メタノール 3.その他()		
	添加液量	()ml		
添加方法 シリンジスパイク	溶媒の種類	1.トルエン 2.ノナン 3.デカン 4.その他()		
	添加液量	()ml		