

## 第 6 回 MLAP 技能試験実施手順書(ダイオキシン類)

### 1. 適用範囲

この実施手順書は、計量法に基づく MLAP 事業者（測定媒体：大気中のダイオキシン類、水又は土壌中のダイオキシン類）を対象とした技能試験を、円滑に実施するために必要な事項を定めたものです。

### 2. 実施機関

この技能試験に関係する機関等は次のとおりです。

実施機関 (一社)日本環境測定分析協会 MLAP 技能試験実行委員会

### 3. 技能試験の実施根拠

この技能試験は、「ダイオキシン類に係る特定計量証明事業の認定基準(平成 14 年経済産業省告示第 77 号)の第 1 項の十 計量証明の品質の監視」に基づき実施するものです。

### 4. スケジュール

この技能試験は次のスケジュールで実施します。

- a) 技能試験試料の配付 平成 30 年 5 月 29 日 (火) から 6 月 1 日 (金)
- b) 試験結果報告期限 平成 30 年 8 月 3 日 (金) 24 : 00 まで
- c) 報告書発行 平成 31 年 1 月予定

### 5. 配付試料等

次の試料を技能試験試料として、各参加事業者に 1 本配付します。

- ・形状と内容量：褐色ガラス瓶入りばいじん試料、約 40 g
- ・試料の均質性：実施機関にて確認しています。
- ・試料の保管：参加事業者の規定に従って保管してください。

試料には、下記の書類が同封されています。

- 1) 別紙 1「受領確認書」
- 2) 別紙 2「第 6 回 MLAP 技能試験試料測定実施要領」
- 3) 「請求書」及び「払込取扱票」

### 6. 試料等の受取確認

試料等を受け取った参加事業者は、内容を確認して、別紙 1 の「受取確認書」に必要事項を記入し、(一社)日本環境測定分析協会 MLAP 技能試験実行委員会事務局宛に FAX で送付してください。

なお、試料に異常が認められた場合は、必要に応じて試料を交換します。

### 7. 測定方法等

参加事業者は、別紙 2 の「第 6 回 MLAP 技能試験試料測定実施要領」に従って測定を行ってください。

### 8. 測定結果の報告等

報告内容については、下記(1)の定量値は(一社)日本環境測定分析協会（以下、日環協）ウェブサイト「MLAP 技能試験ページ」の結果入力システムに入力し、(2)以降の分析条件等については、同様のページにファイルを掲載しますので、ファイルをダウンロードして数値等必要事項を

入力したものを電子メールにて事務局（mlaptest@jemca.or.jp）宛に送信してください。

なお、結果入力システムの入力方法及び分析方法等の入力ファイルの掲載については、別途事務局より参加責任者宛に電子メールにて案内を送付します。

(1) 定量結果

（算出した試料中の化合物濃度  $C_i$  ; 有効数字 3 桁で入力、定量下限未満かつ検出下限値以上は ( ) 付で入力、検出下限値未満は ND で入力）

(2) 含水率

(3) 前処理方法の詳細

(4) GC-MS 測定条件の概要

(5) スパイクの添加量と回収率

(6) 相対感度と検量線範囲

(7) ブランク値及び試料における検出下限と定量下限

結果の入力において、計算間違い、記入ミス、転記ミスがないよう、十分注意してください。定量結果の単位は pg/g-dry になりますので、桁数の間違いがないように注意してください。定量結果は水分補正した値を報告してください。

9. 結果の評価・検討

各参加事業者から提出された定量値に基づいて、統計解析（ロバスト法  $z$  スコア）による定量値の評価を行います。

なお、メジアンが参考濃度値（あらかじめ濃度を確認しています。）と大きく乖離する等のため、 $z$  スコアによる評価が適当でないと判断される場合には、その該当する異性体について  $z$  スコアの評価を行わない場合があります。

$z$  スコアの算出及び評価基準は次のとおりです。

a)  $z$  スコアの算出

$$z = (x_i - \bar{x}) / s$$

$x_i$  : 参加事業者のデータ,  $\bar{x}$  : メジアン(\*),  $s$  : 正規四分位数範囲(\*)

\*: 異常なデータにより全体の統計値が影響を受けにくくするため、平均値及び標準偏差の代わりにメジアン及び正規四分位数範囲を使用する頑健な手法(Robust 法)を用います。

b) 評価基準

本結果は  $z$  スコアにより評価を行います。

$z$  スコアの絶対値が 3 以上の場合は、測定の実施において何らかの問題があった可能性を示しているとみなします。

10. 報告書

統計解析後、結果をとりまとめ、報告書を作成します。報告書は実施機関から全参加事業者宛に送付します。

なお、参加事業者の機密保持については、13.(1)に記載のとおりです。

11. 技能試験結果に関する問合せ等について

技能試験の評価結果について問合せ等がある場合には、(一社)日本環境測定分析協会 MLAP 技能試験実行委員会事務局宛に、正式文書で申請してください。

12. 結果の公表

報告書は、実施機関から MLAP 認定機関に提出する予定です。

### 13. 注意事項等

#### (1) 機密保持について

参加事業者には識別番号を付けます。識別番号は、配付した試料番号とは関連がありませんので注意してください。

技能試験の報告書では、参加事業者の情報はこの識別番号で記載され、機密を保持します。

#### (2) 結果の変造等

技能試験では、別紙 2 の「第 6 回 MLAP 技能試験試料測定実施要領」で指示している方法により測定を実施し、得られた測定結果を忠実に報告してください。また、最終報告書公表までに参加事業者間で測定結果についての情報交換は一切行わないでください。

#### (3) 問い合わせ

技能試験に関して不明な点等がありましたら、14. に示す連絡先に、原則としてメールにより問い合わせてください。

なお、質問内容によっては回答できないこともありますので、ご了承ください。

### 14. 申込・報告及び連絡先

技能試験に関しての不明点等の連絡及び結果の報告は下記にお願いいたします。

一般社団法人日本環境測定分析協会 MLAP 技能試験実行委員会事務局

住所：〒134-0084 東京都江戸川区東葛西 2-3-4

TEL：03-3878-2811、FAX：03-3878-2639、E-mail：mlaptest@jemca.or.jp

以上

送信先：一般社団法人日本環境測定分析協会  
MLAP 技能試験実行委員会事務局宛  
FAX：03-3878-2639

### 受領確認書

MLAP のダイオキシン類に係る技能試験の試料等を受領しましたので、下記のとおり連絡します。

#### 記

受取年月日：平成 30 年 月 日 ( )

#### 1. 試料

※試料番号：別紙2の「第6回 MLAP 技能試験試料測定実施要領 1. 試験試料」に示した試料番号(褐色ガラス瓶のシールに記載された(ばいじん-6-XXX))を照合し、その試料番号を下表に記入してください。

※異常の有無：下表の「有」又は「無」の該当する方を○で囲んでください。

試料番号	異常の有無
ばいじん-6-	有 ・ 無

2. 「第6回 MLAP 技能試験試料測定実施要領」

3. 「請求書」及び「払込取扱票」

連絡事項：※ 試料、試料番号に異常がある場合はその内容をご記入ください。

( )

事業者名(認定番号)： \_\_\_\_\_

部署名： \_\_\_\_\_

担当者名： \_\_\_\_\_ ， 印又はサイン

連絡先(TEL)： \_\_\_\_\_

(FAX)： \_\_\_\_\_

以上

## 第 6 回 MLAP 技能試験試料測定実施要領

## 1. 試験試料

ばいじん 1 本

到着後速やかに、受取確認のための試料番号の照合を行ってください。(別紙 1「受取確認書」参照)

## 2. 定量対象項目

試料中のダイオキシン類 (PCDDs、PCDFs 及び DL-PCB) を定量対象とし、表 1 に示す異性体及び同族体について定量を行ってください。

予想濃度 (1000~5000 pg-TEQ/g-dry)

表 1 分析対象とする化合物群

PCDDs	PCDFs	DL-PCB
2,3,7,8-TeCDD	2,3,7,8-TeCDF	3,4,4',5'-TeCB(#81)
1,2,3,7,8-PeCDD	1,2,3,7,8-PeCDF	3,3',4,4'-TeCB(#77)
	2,3,4,7,8-PeCDF	3,3',4,4',5'-PeCB(#126)
1,2,3,4,7,8-HxCDD	1,2,3,4,7,8-HxCDF	3,3',4,4',5,5'-HxCB(#169)
1,2,3,6,7,8-HxCDD	1,2,3,6,7,8-HxCDF	2',3,4,4',5'-PeCB(#123)
1,2,3,7,8,9-HxCDD	1,2,3,7,8,9-HxCDF	2,3',4,4',5'-PeCB(#118)
	2,3,4,6,7,8-HxCDF	2,3,3',4,4'-PeCB(#105)
1,2,3,4,6,7,8-HpCDD	1,2,3,4,6,7,8-HpCDF	2,3,4,4',5'-PeCB(#114)
	1,2,3,4,7,8,9-HpCDF	2,3',4,4',5,5'-HxCB(#167)
1,2,3,4,6,7,8,9-OCDD	1,2,3,4,6,7,8,9-OCDF	2,3,3',4,4',5'-HxCB(#156)
		2,3,3',4,4',5'-HxCB(#157)
		2,3,3',4,4',5,5'-HpCB(#189)
Total TeCDD	Total TeCDF	
Total PeCDD	Total PeCDF	
Total HxCDD	Total HxCDF	
Total HpCDD	Total HpCDF	
OCDD	OCDF	
Total PCDD	Total PCDF	

## 3. 試験方法

参加事業者が、特定計量証明事業者として認定を受けた認定機関に届けている標準作業手順書 (SOP) に基づき実施してください。ただし、ばいじんの塩酸処理については、JIS K 0311 : 2008「排ガス中ダイオキシン類の測定方法」(ろ過材などに捕集されたダストの方法)、または、これと同等な方法に準拠してください。

試料は 2 回 (m=2) 秤取し、別々に抽出・前処理を行ってください。クリーンアップした最終液について、GC-MS 測定を 2 回 (n=2) 実施して定量値を求めてください。従って、1 試料につき計 4 回の定量値を報告ください。

なお、標準物質 (クリーンアップスパイク、シリンジスパイクなど) 及び検量線は通常用いているものを使用してください。

## 4. 特記事項

今回の試験試料であるばいじんは、製鋼用の電気炉集塵灰です。製鋼用の電気炉集塵灰には金属成分が多いので、塩酸処理操作での反応状況を注意して確認し、反応終了時点について気

を付けてください。

## 5. 結果の報告

別紙3「第6回 MLAP 技能試験結果報告用紙」

下記の別紙3「第6回 MLAP 技能試験結果報告用紙」の①～②は、日環協ウェブサイトから直接入力<sup>\*</sup>をしてください。

なお、報告期限の平成 30 年 8 月 3 日（金） 24：00 を過ぎるとウェブサイトからの入力はできなくなりますので、入力作業は余裕を持って行い、締切時刻までに必ず完了してください。

・別紙3 ①表紙

・別紙3 ②ばいじん定量結果

技能試験のため、定量結果の単位は pg/g-dry とし、水分補正した値を有効数字 3 桁で表示してください。

また、別紙3の③～④は、日環協ウェブサイト「MLAP 技能試験ページ」の結果入力システムページ内に掲載しますので、ファイルをダウンロードして数値等必要事項を入力したものを、電子メールにて MLAP 技能試験実行委員会事務局 (mlaptest@jemca.or.jp) 宛送信してください。

なお、ファイルのメール送受信がご利用になれない場合は、EXCEL ファイルに入力し、電子媒体 (CD-ROM) を郵送して下さい。

送信先：E-mail mlaptest@jemca.or.jp

ファイル名は、「認定番号-MLAP-6T 結果報告用紙」としてください。

例：認定番号が N-9999-01 の場合、N-9999-01-MLAP-6T 結果報告用紙.xls

- ・別紙3 ③含水率（定量結果をドライベースで算出するため）
- ・別紙3 ④前処理方法の詳細
- ・別紙3 ⑤～⑨GC-MS 測定条件
- ・別紙3 ⑩・⑪スパイクの添加量及び回収率
- ・別紙3 ⑫・⑬相対感度と検量線範囲
- ・別紙3 ⑭ブランク値及び試料における検出下限と定量下限

## 6. 報告期限

平成 30 年 8 月 3 日（金） 24：00（必着）

報告期限を厳守してください。期限を過ぎますと、いかなる理由があっても結果の受け取りは致しません。

## 7. 提出書類の送り先及び本件に対する問い合わせ先

一般社団法人 日本環境測定分析協会 MLAP 技能試験実行委員会事務局

住所：〒134-0084 東京都江戸川区東葛西 2-3-4

TEL：03-3878-2811 FAX：03-3878-2639

E-mail：mlaptest@jemca.or.jp

以上

※別紙3の①～②の結果入力ページは、7月2日を目途に日環協ウェブサイトにて公開する予定です。同時に、別紙③～⑭の EXCEL ファイルもウェブサイトにて掲載する予定です。