

ダイオキシン類調査における品質管理マニュアル(案)

令和元年 5 月

国土交通省 水管理・国土保全局 河川環境課

ダイオキシン類精度管理委員会 名簿

委員長 鈴木 規之 (国立環境研究所 環境リスク・健康研究センター センター長)

委員 櫻井 健郎 (国立環境研究所 環境リスク・健康研究センター リスク管理戦略研究室 室長)

〃 橋本 俊次 (国立環境研究所 環境計測研究センター 応用計測化学研究室 室長)

〃 松田 宗明 (元愛媛大学 農学部 環境計測学研究室 助手)

〃 松村 千里 (ひょうご環境創造協会 兵庫県環境研究センター 主席研究員)

事務局 光成 政和 (国土交通省水管理・国土保全局 河川環境課 課長)

〃 舟橋 弥生 (〃 河川環境保全調整官)

〃 榊井 正将 (〃 企画専門官)

〃 青地 絢美 (〃 水環境管理係長)

(順不同、敬称略)

委員会開催 第1回委員会 平成30年12月27日

第2回委員会 平成31年 2月28日

※委員、事務局の所属役職は、参加当時のものである。

目 次

1. はじめに.....	1
2. マニュアルの位置づけ.....	2
3. ダイオキシン類調査の品質管理.....	3
3.1 仕様書の作成.....	4
3.1.1 総則.....	4
3.1.2 業務内容.....	4
3.1.3 品質管理書類の作成における留意事項.....	5
3.1.4 試料の採取における留意事項.....	8
3.1.5 測定分析における留意事項.....	9
3.1.6 品質管理における留意事項.....	9
3.2 請負機関の選定.....	12
3.3 業務の発注及び打合せ.....	12
3.4 品質管理計画書の要求.....	12
3.5 品質管理計画書の内容確認.....	12
3.6 試料の採取・測定の指示.....	14
3.7 試料採取に係る記録の要求・確認.....	14
3.8 測定結果の一次報告の要求.....	15
3.8.1 一次報告の内容.....	15
3.8.2 一次報告の提出期限.....	15
3.9 測定結果の一次報告の確認.....	15
3.10 精査対象検体の抽出.....	16
3.10.1 高濃度検体の抽出.....	17
3.10.2 スクリーニングによる抽出.....	17
3.10.3 その他の方法による抽出.....	19
3.11 品質管理報告書(雛型)の要求・確認.....	19
3.11.1 品質管理報告書(雛型)の提出.....	19
3.11.2 報告書全体の確認事項.....	19
3.11.3 報告書の個別資料(①～⑨)の確認事項.....	19
3.12 品質管理報告書の要求.....	21
3.13 品質管理報告書の予備精査.....	21
3.13.1 品質管理報告書の様式.....	22
3.13.2 品質管理報告書の内容確認.....	22
3.14 精査.....	29
3.15 データの確定.....	29

4. 用語集【50音順】.....	36
別添-1 品質管理報告書提出様式	42
別添-2 品質管理報告書提出様式の作成方法	58
別添-3 品質管理報告書(共通資料)の作成方法	71
別添-4 品質管理報告書提出様式-検量線	82

1. はじめに

国土交通省河川局河川環境課では、全国の一級河川直轄管理区間において、ダイオキシン類の水質・底質中の実態を把握するとともに、河川における今後の監視や汚染除去方策等の在り方について検討資料を得ることを目的として、平成 11 年度から毎年「全国一級河川におけるダイオキシン類に関する実態調査」を実施してきた。これまでのダイオキシン類調査では、全国の一級河川直轄管理区間ごとに地方整備局及び北海道開発局(以下「地方整備局等」とする。)が業務発注し、個別に請負機関の選定、現場調査並びに測定工程を管理してきたが、測定結果の品質管理については、学識経験者からなる「ダイオキシン類精度管理委員会」において実施されてきた。

このような状況を受けて、国土交通省では、品質管理を含めたダイオキシン類調査の全工程を地方整備局等で実施していくにあたり、これまでのダイオキシン類調査における精度管理委員会で培った手法及び知見をとりまとめ、平成 17 年 3 月に「ダイオキシン類調査における品質管理マニュアル(案)」を策定し、平成 20 年 4 月に改定を行った。

今般、前回改定から 10 年が経過し、地方整備局等におけるマニュアル運用の中で得られた知見や課題を踏まえ、本マニュアルの改定を行った。

今後も、検討結果の積み重ねや新たな品質管理手法の開発動向、並びにダイオキシン類に関する今後の社会動向等を踏まえて、有効と判断された手法については、今後も積極的に取り入れ、随時、本マニュアルを改定していくこととしている。

令和元年 5 月

国土交通省 水管理・国土保全局 河川環境課

2. マニュアルの位置づけ

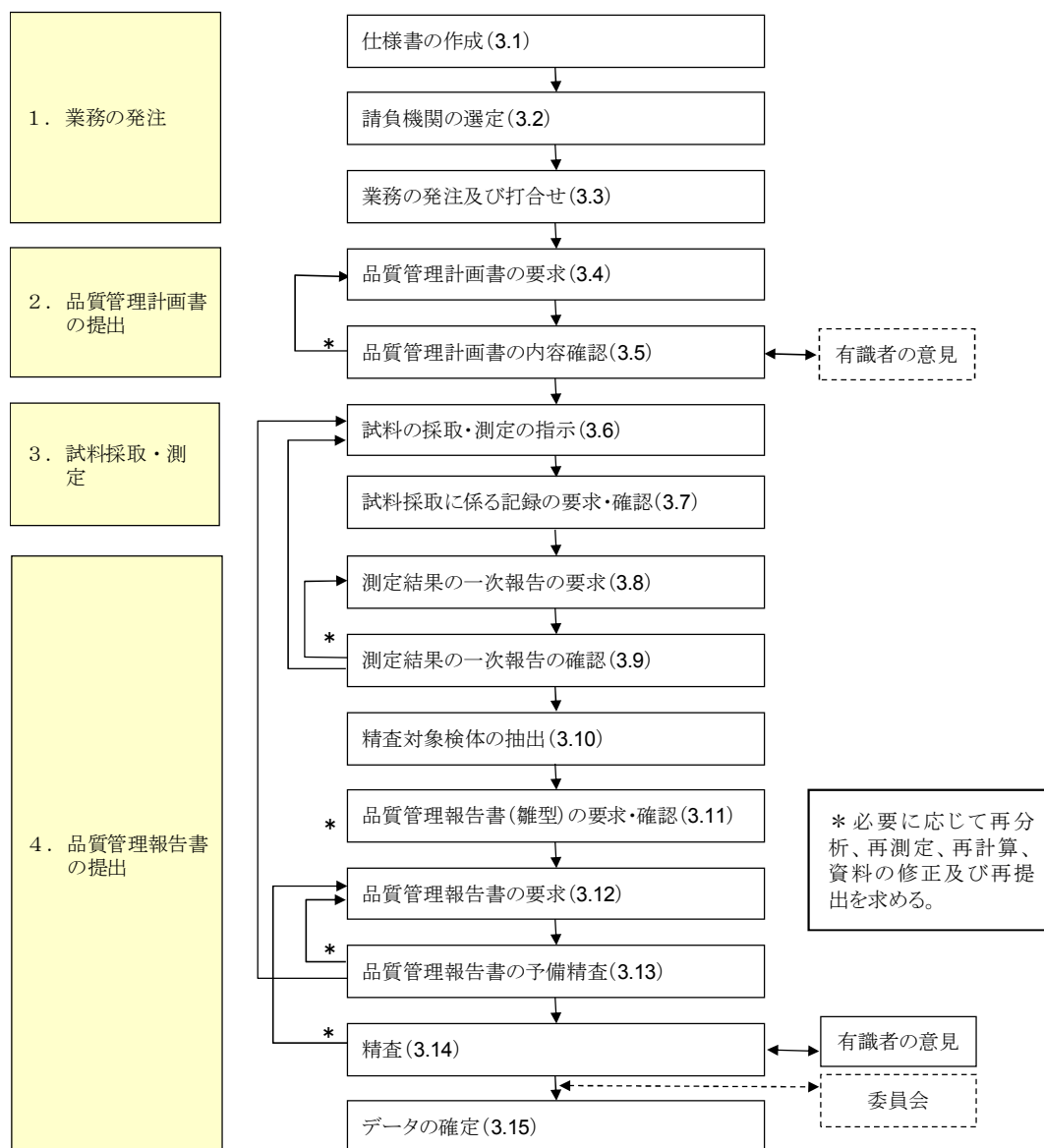
ダイオキシン類対策特別措置法(平成 12 年 1 月施行)に基づきダイオキシン類による水質の汚濁及び底質の汚染に係る環境基準が定められたことを受けて、国土交通省河川局河川環境課は、ダイオキシン類の常時監視を行う際の調査方針及び技術的手法をとりまとめ、平成 15 年 6 月に「河川、湖沼等におけるダイオキシン類常時監視マニュアル(案)」(以下「常時監視マニュアル」とする。)として策定し、平成 17 年 3 月に改定した。ダイオキシン類の常時監視における河川、湖沼等から採取した水質及び底質のダイオキシン類の分析は、水質については日本工業規格「工業用水・工業排水中のダイオキシン類の測定方法 JIS K 0312」、また、底質については「ダイオキシン類に係る底質調査測定マニュアル」(平成 21 年 3 月、環境省;以下「底質調査マニュアル」とする。)に従って行うこととしている。

また、常時監視マニュアルでは、「分析の濃度レベルが極めて低いこと等から、結果の信頼性を確保するためには、分析機関による品質管理が不可欠であり、外部機関によって確認されることが望ましい。」としている。

本マニュアルは、国土交通省河川局河川環境課が平成 11 年度より実施してきた「全国一級河川におけるダイオキシン類に関する実態調査」における精度管理委員会、及び地方整備局等でこれまでに培われた知見に基づいて、地方整備局等がダイオキシン類調査における外部機関による品質管理を実施していくための手法を詳細にとりまとめたものである。

3. ダイオキシン類調査の品質管理

地方整備局等は、以下の項目に沿ってダイオキシン類調査における品質管理を進め、データを確定することとする。その品質管理の流れを図-1に示す。なお、品質管理を行うにあたっては、地方整備局等では有識者の意見を踏まえ作業を進めていくことが望ましい。また、調査を実施する機関においては、内部品質管理を実施していることを前提とする。



※1:括弧内の数値は、章の項目番号。

※2:再測定等の手戻りの回避を図るため、仕様書に明記した場合には、「試料の採取・測定 3.6」の前の段階で、品質管理計画書に記載した方法で認証標準物質を測定した結果を用いた品質管理報告書の提出を要求し、品質管理報告書の予備精査及び精査を実施することも可能である。なお、認証標準物質を測定した結果については、既往の測定結果を用いることもできる。

図-1 ダイオキシン類調査における品質管理の流れ

3.1 仕様書の作成

地方整備局等は、ダイオキシン類調査に係る仕様書を作成する。仕様書は品質管理上重要であり、以下の内容が明記されていることが望ましい。本マニュアルは、品質管理の手法について示しているため、仕様書の内容のうち品質管理に係る事項のみを記載している。

3.1.1 総則

総則として次の項目について明記されていることが望ましい。

- 1) 仕様書の適用範囲
- 2) 業務の履行期間
- 3) 請負機関の資格内容を確認する書類の提出
- 4) 調査請負機関の資格
- 5) 請負機関の主任技術者の資格
- 6) 業務を担当する技術者
- 7) 品質管理書類の提出
- 8) 業務上必要となる図面、資料の貸与及び返還
- 9) 仕様書への疑義等
- 10) その他

3.1.2 業務内容

業務内容として次の項目について明記されていることが望ましい。なお、下記に示した4)～7)は調査遂行の上で重要であるため、留意事項として明記することが望ましい。

- 1) 業務の目的
- 2) 協議打合せの実施
- 3) 業務内容に関する説明会の実施
- 4) 品質管理書類の作成における留意事項(3.1.3 参照)
- 5) 試料の採取における留意事項(3.1.4 参照)
- 6) 測定分析における留意事項(3.1.5 参照)
- 7) 品質管理における留意事項(3.1.6 参照)
- 8) その他

3.1.3 品質管理書類の作成における留意事項

品質管理書類の作成について、次の項目を留意事項として明記することが望ましい。

1) 品質管理計画書の作成及び提出について

請負機関は、試料の採取、前処理、分析、データ処理、報告書作成等の各段階における品質を保証及び管理するための計画書(以下「品質管理計画書」とする。)を「品質管理計画書 記載内容一覧」(表-1)を参考に作成し、指定期日内かつ試料の採取前に提出する。提出部数については、発注者の指示に従うものとする。試料の採取及び分析は、品質管理計画書について発注者の承認を受けた後に行うものとする。

2) 一次報告について

請負機関は、全ての検体の測定分析終了後、ブランク(操作ブランク、試料容器ブランク)の測定結果及び、二重測定を含む全ての検体の測定結果について電子ファイルによる一次報告を提出する。一次報告とは、「ダイオキシン類品質管理報告書提出様式」を用いて作成する品質管理報告書(別添-1)の内、『①検体の情報』及び『②測定分析結果』のみを 1 検体 1 ファイルとして提出するものである。ファイル名の付け方は発注者の指示に従うものとする。

3) 品質管理報告書(雛形)について

請負機関は、発注者より指示された検体の品質管理報告書の提出に先立って、任意に選定した 1 検体について品質管理報告書を作成し、雛形として提出する。共通資料の雛形は提出しなくてもよい。発注者より、内容や作成方法について修正等の指示があった場合には、それに応じ、再提出するものとする。

4) 品質管理報告書について

請負機関は、個々の検体に関する品質管理報告書の作成を品質管理報告書(雛形)について発注者の承認を受けた後に行うものとする。品質管理報告書には、「個々の検体に関する資料」と「共通資料」とがある。発注者より指示された検体について、「個々の検体に関する資料」及びそれに対応する「共通資料」を作成し、優先的に提出する。最終的には、発注者の指示に従い、調査した全ての検体について品質管理報告書を提出するものとする。

表-1 品質管理計画書記載内容一覧

番号	記載項目・内容	試料採取・ 分析機関	分析 機関	試料採取 機関
(1)	業務概要			
①	業務名	○	○	○
②	業務期間	○	○	○
③	発注機関名	○	○	○
④	(ア) 受注機関名	管理技術者、業務担当者	○	○
	(イ)	連絡先(TEL、FAX、e-mail)	○	○
⑤	(ア) 外注分析機関名	管理技術者、業務担当者	○	○
	(イ)	連絡先(TEL、FAX、e-mail)	○	○
⑥	(ア) 採取地点等	試料採取地点	○	○
	(イ)	試料採取予定日時	○	○
(2)	品質管理の概要			
①	概要(フロー図)	試料採取から分析、データの確認、報告書作成までのフロー図。再分析の手順を含む(採水の場合は試料の採取から分析機関への搬入まで)	○	○
②	(ア) 品質保証・管理の組織・体制	責任者の区分(統括責任者:ダイオキシン類調査業務全体の責任者、品質管理者:測定を実施する者とは別に品質管理を行う者、技術管理者:測定技術に関する責任者、測定担当者)以上の内容に該当する担当者を記載	○	○
	(イ)	経験年数(統括責任者、品質管理者、技術管理者、測定担当者のダイオキシン業務に係った経験年数)。特に品質管理者、技術管理者は、担当業務に精通していること	○	○
③	標準作業手順書	(試料採取、試料取り扱い、輸送、保管、事前準備、測定分析、データ解析、等)の目次、内容	○	○
④	記録管理	記録の識別、保存期間、確認、修正電磁媒体による管理を含む	○	○
⑤	試験所間比較試験への参加実績	結果概要	○	○
⑥	施設	施設概要図、管理概要	○	○
⑦	異常値対応	品質管理上問題があると認められたときの対処法の概要	○	○
⑧	(ア) 検出下限	水質・底質試料の検出下限	○	○
	(イ)	検出下限の確認方法、検出下限の確認結果(標準物質の添加量、最終濃縮量、GC/MSの注入量等の条件を含む)	○	○
⑨	外注機関に対する管理体制	分析組織の体制、文書管理、分析施設(クリーンルーム等)の状況、内部監査・見直し、品質管理、クロスチェックへの参加状況、担当者の教育訓練体制	○	○
⑩	作業工程管理	各作業の記録(野帳・記録簿・点検表等)の作成と記録類の保存整理方法、実施工程管理表の添付	○	○
(3)	試料採取計画			
①	(ア) 試料採取計画の概要	採取方法	○	○
	(イ)	使用器具及び容器(器具名及び材質、容器の容量及び材質)	○	○
	(ウ)	採取量	○	○
②	試料運搬方法	遮光、破損対策を記載	○	○
③	試料保管方法	遮光・保冷の状況を記載	○	○
④	サンプリング可否判断条件	採取を中止する時の天候、流況等の条件または発注者からの指示	○	○
⑤	試料容器ブランク試験実施計画	試験用試料とその扱い(分析のみ実施する機関は、試料の準備を記載)	○	○
⑥	二重測定試料採取計画	全検体に占める割合と実施地点	○	○
⑦	現場野帳の内容	野帳の添付(現場責任者氏名、調査場所、日時、媒体の種類、採取方法、採取地点の状況、天候)	○	○
⑧	(ア) 汚染対策	採取器具(洗浄、材質、保管方法)	○	○
	(イ)	試料容器(洗浄、材質、保管方法)	○	○
(4)	前処理			
①	前処理方法概要(フロー図)		○	○
②	(ア) スパイク	添加位置(フロー図に記載でも可)、クリーンアップスパイクとシリジンスパイク	○	○
	(イ)	クリーンアップスパイク添加量	○	○

表-1 品質管理計画書記載内容一覧(続き)

番号		記載項目・内容		試料採取・ 分析機関	分析 機関	試料採 取機関
③	(ア)	分画条件	確認試料(分画試験に用いる試料(焼却灰の抽出液等)または標準物質の記載)	○	○	
	(イ)		確認頻度	○	○	
④	(ア)	ラボ QCM の利用計画	試料の種類、確認頻度、評価基準	○	○	
⑤	(ア)	汚染対策	試薬(ブランク試験)	○	○	
	(イ)		器具(洗浄、媒体別の分別)	○	○	
	(ウ)		施設(媒体別に処理が出来る施設(クリーンルーム等)の設置状況)	○	○	
⑥	(イ)	前処理済み測定液の保存方法	容器、遮光、保冷	○	○	
⑦	(イ)	前処理操作履歴の記録	記録表の添付(試料名又はID番号、作業担当者名、作業日時、抽出法、クリーンアップ法、スパイク量、試水量、最終定容量)	○	○	
(5)		分析				
①	(ア)	使用機器	機器の名称	○	○	
	(イ)		機器の性能(分解能)	○	○	
②	(ア)	GC/MS の点検	日常点検(作動確認)、定期点検	○	○	
	(イ)		点検項目	点検表の添付(点検者名、日時、GC/MS の真空度、各ポンプ、コンプレッサーの作動等)	○	○
③	(ア)	測定分析条件の概要	分析対象異性体別の使用カラム	○	○	
	(イ)		測定条件	○	○	
④	(イ)	トレーサビリティの確保	標準物質の帰属、希釈の方法	○	○	
⑤	(ア)	検量線	確認頻度、検量線の作成に使用した標準液濃度系列	○	○	
⑥	(ア)	分析の有効性に関する判断基準	分解能	○	○	
	(イ)		感度変動	○	○	
	(ウ)		ロックマスの変動	○	○	
	(エ)		保持時間の変動	○	○	
	(オ)		RRF の変動	○	○	
	(カ)		塩素同位体比	○	○	
⑦	(ア)	回収率	確認方法	○	○	
	(イ)		評価基準とその対応	○	○	
⑧	(イ)	二重測定の評価方法	評価基準とその対応	○	○	
⑨	(イ)	試料容器ブランクの評価方法	評価基準とその対応、実施方法	○	○	
⑩	(ア)	操作ブランク	実施方法	○	○	
	(イ)		試験方法(試料と同様に分析)	○	○	
	(ウ)		評価基準とその対応	○	○	
⑪	(イ)	汚染対策	濃度差がある試料の測定に対する汚染対策	○	○	
⑫	(ア)	定量計算	計算方法	○	○	
	(イ)		計算値の確認方法(再計算、再確認方法の記載)	○	○	
⑬	(イ)	分析履歴の記録	記録表の添付(試料名又はID番号、測定者、使用機器、使用カラム、GC測定条件(カラム槽温度、圧力)、MS測定条件(インターフェース温度、イオン源温度、加速電圧、設定分解能)、測定質量数、注入量)	○	○	
	(イ)		カラムアサインの例	○	○	
(6)		結果の報告				
①	(イ)	分析結果表の構成	試料名、各異性体の実測値、TEF、TEQ換算値	○	○	
②	(ア)	品質管理報告書の構成(目次)	(別添-1参照)	○	○	
	(イ)		業務記録類の保存 秘密保持:データ保護も含む	○	○	○

※: ○は記載必須事項

(a) 「個々の検体に関する資料」

「個々の検体に関する資料」は、「ダイオキシン類品質管理報告書提出様式(電子版)」を使用して作成し、そのまま電子ファイルとして提出する。調査地点番号、ファイル名の付け方は、発注者の指示に従うものとする。電子ファイルはコンピュータ処理を行うので、書式やシート名等を変更しないこととする。

印刷物に関し 1 検体を 1 冊としてとじることとする(複数の検体の資料をまとめて 1 冊にしない)。提出部数については発注者の指示に従うものとする。作成方法としては、電子ファイルの必要箇所を印刷し、クロマトグラム等の印刷物を追加した後、ページ番号を打ち、1 検体 1 冊とする。背表紙及び表紙に、調査年度(令和〇〇年度)、調査時期(秋期等)、媒体の種類、地点番号及び地点名、分析機関名を記載する。また二重測定の場合については背表紙及び表紙に、二重測定である旨の識別を標記する。

(b) 「共通資料」

「共通資料」は、下記①～⑨の 9 項目であり、別添-3 にもとづいて作成する。1 項目につき 1 冊としてとじることとする(①～⑨の資料をまとめて 1 冊にしない)。提出部数については、発注者の指示に従うものとする。背表紙及びとじたファイルの表紙に「共通資料」であること、①～⑨の項目の識別、調査年度(令和〇〇年度)、その共通資料を適用する調査時期の識別、分析機関名を記載する。

- ①分析方法フローシート
- ②検量線
- ③インジェクションリスト
- ④測定対象化合物と GC/MS 測定分析条件
- ⑤MS 測定分析条件
- ⑥GC/MS 感度確認のクロマトグラム
- ⑦操作ブランク試験の結果
- ⑧試料容器ブランク試験の結果
- ⑨カラムアサインの例

3.1.4 試料の採取における留意事項

仕様書に次の項目を試料の採取における留意事項として明記することが望ましい。

- 1) 採取方法は、水質については「JIS K 0312」、底質については「底質調査マニュアル」に従う。また、採取方法は「常時監視マニュアル」についても従う。
- 2) 試料容器には、分析を実施する機関が準備する褐色ガラスビン(ブランク試験等により結果に影響を与えないことを確認されたもの)を用いる。

- 3) 水質の試料容器ブランク試験を実施する。試料容器ブランク試験は、試料容器を準備する機関にて行い、試料と同様に品質管理報告書を作成して提出する。1 検体としてブランク試験に用いたビンの本数を明記する。
- 4) 採水に用いる試料採取容器等の手配、洗浄、並びに汚染防止の措置方法
- 5) 天候、河川状況による試料採取予定の変更
- 6) 採取した試料の分析機関への送付方法
- 7) 試料の採取量(例えば、二重測定実施地点においては、3 回分の試料量を採取し、1 回分を再分析用として保存する。)
- 8) 同一地点で複数回にわたり試料を採取した場合の試料の取扱い方
- 9) 試料採取時に測定・記録する項目
- 10) 分析結果に応じた再調査の可能性

3.1.5 測定分析における留意事項

仕様書に次の項目を測定分析における留意事項として明記することが望ましい。

- 1) 分析方法は、水質については「JIS K 0312」、底質については「底質調査マニュアル」に従う。
- 2) 分析結果の報告期限(おおむね試料受領から 2 か月以内を目安とする)
- 3) 報告する化合物(表-2「実測濃度と毒性等量を報告する化合物」)
- 4) 各 2,3,7,8-位塩素置換異性体及びダイオキシン様 PCB(DL-PCB)の検出下限(表-3)に規定される検出下限を下回るように調査を計画
- 5) 毒性等量(TEQ)の算出方法
- 6) 共通試料の分析
- 7) 分析状況などの報告
- 8) 操作ブランク試験結果の取扱い方を含む調査結果のとりまとめ方
- 9) 分析結果に応じた、試料の再分析、再計算の可能性

3.1.6 品質管理における留意事項

仕様書に次の項目を品質管理における留意事項として明記することが望ましい。

- 1) 測定結果については、請負機関内で十分精査し報告する。内部精度管理の上で分析結果がデータとして採用することが不適切であると判断された場合は、発注者と協議の上、再分析を行うものとする。
- 2) 二重測定(1 回以上、以後 10 検体ごとに 1 回追加)、操作ブランク(1 回以上、以後 10 検体ごとに 1 回追加)、試料容器ブランク試験(水質調査のみ。1 検体相当以上、以後 20 検体ごとに 1 検体相当を追加)を実施する。
- 3) 精査結果に応じた品質管理計画書(3.4 及び 3.5 参照)及び品質管理報告書(3.12 及び 3.13 参照)の再提出の可能性

- 4) 試料の再採取、再分析、再測定、再計算などの可能性
- 5) 立入検査の実施及び検査項目(①試料採取、調査分析状況についての現場調査、②品質管理体制、文書管理、調査分析の実施状況についての聞き取り調査、③実際の分析データに関する野帳、記録、クロマトグラム、計算過程等の調査)
- 6) 分析試料の保管期間
- 7) 保管試料の廃棄にあたる発注者の承諾
- 8) 試料の採取及び分析に係る資料の保管期間

表-2 実測濃度と毒性等量を報告する化合物

化合物の名称		実測濃度	毒性等量	
P C D D s	四塩素化物	1,3,6,8-TeCDD	○	—
		1,3,7,9-TeCDD	○	—
		2,3,7,8-TeCDD	○	○
		TeCDDs	○	—
	五塩素化物	1,2,3,7,8-PeCDD	○	○
		PeCDDs	○	—
	六塩素化物	1,2,3,4,7,8-HxCDD	○	○
		1,2,3,6,7,8-HxCDD	○	○
		1,2,3,7,8,9-HxCDD	○	○
		HxCDDs	○	—
	七塩素化物	1,2,3,4,6,7,8-HpCDD	○	○
		HpCDDs	○	—
	八塩素化物	OCDD	○	○
Total PCDDs		○	○	
P C D F s	四塩素化物	1,2,7,8-TeCDF	○	—
		2,3,7,8-TeCDF	○	○
		TeCDFs	○	—
	五塩素化物	1,2,3,7,8-PeCDF	○	○
		2,3,4,7,8-PeCDF	○	○
		PeCDFs	○	—
	六塩素化物	1,2,3,4,7,8-HxCDF	○	○
		1,2,3,6,7,8-HxCDF	○	○
		1,2,3,7,8,9-HxCDF	○	○
		2,3,4,6,7,8-HxCDF	○	○
		HxCDFs	○	—
	七塩素化物	1,2,3,4,6,7,8-HpCDF	○	○
		1,2,3,4,7,8,9-HpCDF	○	○
		HpCDFs	○	—
	八塩素化物	OCDF	○	○
	Total PCDFs		○	○
	Total PCDDs+PCDFs		○	○
D L P C B	四塩素化物	3,3',4,4'-TeCB (#77)	○	○
		3,4,4',5-TeCB (#81)	○	○
	五塩素化物	3,3',4,4',5-PeCB (#126)	○	○
	六塩素化物	3,3',4,4',5,5'-HxCB (#169)	○	○
	Total DL-PCB ノンオルト体		○	○
	五塩素化物	2,3,3',4,4'-PeCB (#105)	○	○
		2,3,4,4',5-PeCB (#114)	○	○
		2,3',4,4',5-PeCB (#118)	○	○
		2',3,4,4',5-PeCB (#123)	○	○
	六塩素化物	2,3,3',4,4',5-HxCB (#156)	○	○
		2,3,3',4,4',5-HxCB (#157)	○	○
2,3',4,4',5,5'-HxCB (#167)		○	○	
七塩素化物	2,3,3',4,4',5,5'-HpCB (#189)	○	○	
Total DL-PCB モノオルト体		○	○	
Total DL-PCB		○	○	
Total (PCDDs+PCDFs+DL-PCB)		—	○	

※1:「○」について品質管理報告書にて値を報告する

※2:DL-PCB の括弧内は IUPAC No.

表-3 各 2,3,7,8-位塩素置換異性体及びダイオキシン様 PCB(DL-PCB)の検出下限

ダイオキシン類異性体		水質 (pg /L)	底質 (pg /g)
PCDDs/Fs	Tetra~Penta CDDs/Fs	0.03	0.1
	Hexa~Hepta CDDs/Fs	0.07	0.2
	OctaCDD/CDF	0.2	0.5
DL-PCB		0.07	0.2

3.2 請負機関の選定

ダイオキシン類調査において調査結果に一定の品質を確保するためには、品質管理を実施する十分な能力及び経験を有する調査機関を請負機関に選定することが重要である。例えば、「既存の試験所認定制度(注 1)」を取得している機関、「クロスチェック(注 2)」、「品質管理に係る調査(注 3)」等に積極的に参加している機関が挙げられる。

3.3 業務の発注及び打合せ

ダイオキシン類調査を業務として発注した後、調査開始前に請負機関と業務の仕様内容について再確認を行うことが望ましい。打合せでは、特に、仕様を満足しない内部品質管理項目を含むデータは受け取らないこと、品質管理報告書の内容に関しては記入要領に従うこと、並びに過去に品質管理上問題となった内容に該当する場合には妥当性を説明できる資料とともに品質管理報告書を提出すること等について、請負機関に周知する。また、品質管理書類の作成方法、採取方法、分析方法等に関する留意事項についても説明する。

3.4 品質管理計画書の要求

地方整備局等は、ダイオキシン類調査の請負機関に、調査に係る品質管理計画書の作成とその提出を求める。品質管理計画書には、例えば表-1 に示した項目が含まれていることが望ましい。試料採取の請負機関(以下「試料採取機関」とする。)と分析を行う請負機関(以下「分析機関」とする。)が異なる場合、それぞれの機関に、担当作業に係る部分について品質管理計画書の作成と提出を求める。また、調査全体を請け負った機関(以下「試料採取・分析機関」とする。)が、調査の一部(例えば、試料の採取)を第三の機関に業務委託する場合は、調査を請け負った機関に調査全体に関する品質管理計画書の作成及び提出を求める。

3.5 品質管理計画書の内容確認

地方整備局等は、請負機関から提出された品質管理計画書の内容が仕様書に記述されている要求項目を満足していることを確認する。記載内容の妥当性に疑義が生じた場合には、必要に応じて、有識者の意見を踏まえて確認し、品質管理計画書に問題が見られた場合は、修正及び再提出を要求する。

品質管理計画書のうちの試料採取計画については、公定法で要求される事項が適切に実施されるか確認する。試料採取方法や採取に使用する器具の確認にあたっては、調査地点に合致する内容となっているかを確認する(例:橋上からの採水、渡渉での採水、船上からの採水では留意すべき点が異なるため、具体的に書かれているか確認する)。

分析機関に直ちに引き渡しできない場合には、試料が公定法の要求である 0~10℃の暗所で保管される計画であるかを確認する。試料採取の際に記録されるべき事項(表-4 参照)が記録されることになっているかを確認する。

品質管理計画書のうちカラムアサインの例(表-1(5)⑭)については、JIS K 0312 及び底質調査マニュアルにおける要求事項に従うが、具体的には別添-3の要求事項が記載されていることを確認する。

表-4 試料採取の際に記録されるべき事項

水質の試料採取で記録されるべき事項	底質の試料採取で記録されるべき事項
試料の名称	試料の名称
試料番号	試料番号
採取場所の名称	採取場所の名称
採取位置	採取位置
採取年月日及び時刻	採取年月日及び時刻
採取時の天候	採取時の天候
前日の天候	前日の天候
現場調査の担当責任者の所属及び氏名	現場調査の担当責任者の所属及び氏名
採取者の氏名	採取者の氏名
採取場所の状況（試料の水質に影響を与えると思われる事項。）	—
採取場所の略図	採取場所の略図
採取場所の緯度経度	採取場所の緯度経度
採取時の気温	—
採取時の水温	—
河川流量（近傍の観測所等の値でもよい）	—
試料の外観（試料の色、濁り等）	—
試料の臭気	—
透視度（必要に応じて）	—
pH	—
残留塩素（必要に応じて）	—
—	採取箇所の水深
—	底質の状態(堆積物、砂、泥等の別)
—	底質の状態(色)
—	底質の状態(底質に十分触れた間隙水の pH)
—	底質の状態(臭気)
—	底質の状態(その他)
採取深度	採取深度及び回数
—	調査器材の名称
—	調査器材のメーカー名
—	調査器材の品名、型式、製造番号等の識別
調査器材の洗浄記録	調査器材の洗浄記録
採水方法(使用した採水器の種類、大きさ)	—
写真（調査地点）	写真（調査地点）
写真（作業状況）	写真（作業状況）
写真（採取試料(採取した試料が全て記録されるように)）	写真（採取試料(採取した試料が全て記録されるように)）

3.6 試料の採取・測定の手順

3.5 において提出された品質管理計画書に問題がない場合、試料の採取及び測定を実施するよう請負機関に指示する。

3.7 試料採取に係る記録の要求・確認

試料採取に伴って記録された野帳記録、写真記録等の提出を求める。野帳記録等から試料採取時の現地の状況（流況や水の濁り等）を確認するとともに、漏れなく必要事項が記録されていること、品質管理計画書の記載のとおり採取作業が実施されていることを確認する。品質管理計画書に記載した方法と異なる方法で試料採取された場合には、その理由が記録されていることも確認する。記録に不備がある場合には修正及び再提出を求める。

3.8 測定結果の一次報告の要求

各期、全検体の測定が終了した時点で、地方整備局等は、ブランク(操作ブランク、試料容器ブランク)、二重測定を含む全ての検体について、電子ファイルによる分析結果の一次報告の提出を求める。

3.8.1 一次報告の内容

一次報告の内容は、個々の検体に関する別添－1「ダイオキシン類品質管理報告書提出様式」の「①検体の情報」及び「②測定分析結果」とする。

3.8.2 一次報告の提出期限

一次報告による測定結果は、可能な限り早急な報告を求める。試料採取から通常約2か月を一次報告の提出期限の目安とする。

3.9 測定結果の一次報告の確認

各検体の一次報告について、以下の項目を確認し、不備がある場合は修正及び再提出を求める。また、回収率については、規定範囲外であった場合、品質管理計画書に則した措置がなされているかについても確認し、不備がある場合には必要に応じて再分析、再測定、再計算を求める。

1) ①検体の情報(別添－1 参照)

(ア) 発注した検体に関する情報と相違ないか。

(イ) 記入漏れはないか。

2) ②測定分析結果(別添－1 参照)

(ア) 仕様で設定した検出下限が記入されているか。

(イ) 実測濃度は数字の丸めの方法を JIS Z 8401 に準拠するとともに、有効数字 2 けたで記入されているか。検出下限と同じけた数の場合は有効数字 1 けたで記入されているか。

※個々の Total の数値は有効数字 2 けたとして取扱うこと。なお、数字の丸めの方法は JIS Z 8401 に準拠するため、四捨五入による方法とは異なるので注意すること。

(ウ) 各 Total 濃度が、個々の値を加算した値になっているか。

※各 Total 濃度は次式により求めることとされている。

$$\text{Total PCDDs} = \text{TeCDDs} + \text{PeCDDs} + \text{HxCDDs} + \text{HpCDDs} + \text{OCDD}$$

$$\text{Total PCDFs} = \text{TeCDFs} + \text{PeCDFs} + \text{HxCDFs} + \text{HpCDFs} + \text{OCDF}$$

$$\begin{aligned} \text{Total (PCDDs + PCDFs)} = & \text{TeCDDs} + \text{PeCDDs} + \text{HxCDDs} + \text{HpCDDs} + \\ & \text{OCDD} + \text{TeCDFs} + \text{PeCDFs} + \text{HxCDFs} + \\ & \text{HpCDFs} + \text{OCDF} \end{aligned}$$

DL-PCB ノンオルト体 = #77 + #81+ #126 + #169

DL-PCB モノオルト体 = #105 + #114 + #118 + #123+ #156 + #157 +
#167 + #189

Total DL-PCB= #77 + #81+ #126 + #169 + #105 + #114 + #118+ #123+
#156 + #157 + #167 + #189

※例えば、Total (PCDDs+ PCDFs)を Total PCDDs と Total PCDFs の加算で求めてはならない。また、実測濃度が見かけ上有効数字 2 けたになっていても、実際の計算を有効数字 3 けた以上の生データを用いて行くと、Total の数値が合わなくなる場合がある。

(エ) PCDDs/PCDFs の 2,3,7,8-位塩素置換異性体及び DL-PCB の各同族体の TEQ は有効数字 3 けたで記入されているか。Total (PCDDs+ PCDFs)、Total DL-PCB 及び Total (PCDDs+ PCDFs+ DL-PCB)の TEQ に関しては有効数字 2 けたで記入されているか。TEQ は有効数字 2 けたに丸めた実測濃度の値に TEF が積算されているか。例えば実測濃度が見かけ上有効数字 2 けたになっているが、実際の計算を有効数字 3 けた以上の生データを用いて行っている場合がある。

(オ) TEQ の Total 濃度は(ウ)の式と同様の式で算出されているか。

(カ) 回収率は規定範囲内 (50~120%) に収まっているか。

(キ) 二重測定を実施している検体のうち 2,3,7,8-位塩素置換異性体及び DL-PCB で定量下限以上の検出された化合物の測定値について、その平均値を求め、個々の測定値が平均値の±30%以内であるか。

(ク) 底質について二重測定を実施している検体は、それぞれの毒性等量が平均値の±15%以内であるか。

(ケ) TEF を持つ化合物の実測濃度について、試料におけるクリーンアップスパイクと Native の濃度比が相対検量線の上限 (検量線作成の標準液の最高濃度から算出されるクリーンアップスパイクと Native の濃度比の上限) を超過していないか。

※相対検量線を外挿して定量した化合物があることが確認された場合には、相対検量線の範囲内での定量を求めるとし、再分析を要求する。

3.10 精査対象検体の抽出

提出された測定結果の一次報告の内容に問題がない場合、地方整備局等は、調査地点の特徴等を考慮し、精査対象とする検体を抽出する。なお、抽出を行う前段の処理として、1つの分析機関が請け負った調査の分析結果を 1 つのグループとし、複数の媒体 (水質・底質) について調査が実施されている場合、媒体ごとに個別のグループとして取り扱うものとする。精査対象として抽出する検体の割合は、国土交通省が実施した「全国一級河川における

ダイオキシン類に関する一斉調査」における品質管理の経験を踏まえて、5%以上の適切な値とする。

精査対象検体の抽出方法の一例を以下に示す。例えば、検体を濃度レベルに応じて分類した後(3.10.1 参照)、各検体の異性体組成及び同族体組成を、既往の環境試料における特徴的なダイオキシン類の異性体組成及び同族体組成と比較する(以下「スクリーニング」とする。)(3.10.2 参照)方法がある。

3.10.1 高濃度検体の抽出

はじめに、測定結果の濃度が環境基準の2分の1以上(水質 0.5 pg-TEQ/L 以上、底質 75 pg-TEQ/g 以上)となる高濃度検体を選定し、それらがグループの総検体数の適切な割合以上(例えば 5%以上)であった場合、それら全てを精査対象とする。ただし、その場合は次の 3.10.2 によるスクリーニングによる抽出は行わない。これら検体がグループの総検体数の適切な割合未満(例えば 5%未満)であった場合は、3.10.2 スクリーニングによる抽出を行い、適切な割合(例えば 5%)になるよう、精査対象検体を抽出する。

3.10.2 スクリーニングによる抽出

3.10.1 において抽出された高濃度検体数がグループの総検体数のある割合未満(例えば 5%未満)であった場合、表-5 のスクリーニング項目と比較し、各項目の内容に合致しない検体を抽出する。

例として、精査対象とする検体数の割合をグループの総検体数の 5%に設定したときのスクリーニングによる精査対象検体の選定方法を以下に示す。なお、精査対象検体数に端数が生じた場合は、切り上げて計算する。

- 1) 精査対象として抽出された検体数が、グループの総検体数の 5%未満となる場合
不足分の検体は、スクリーニングで抽出されなかった検体から TEQ が高い検体を優先して選定する。TEQ が同じ場合は、無作為抽出により選定する。
- 2) 精査対象として抽出された検体数が、グループの総検体数の 5%となる場合
抽出されたその全ての検体を精査対象とする。
- 3) 精査対象として抽出された検体数が、グループの総検体数の 5%以上となる場合
スクリーニングで抽出された検体の内、TEQ が高い検体を優先して総検体数の 5%とする。TEQ が同じ場合は、スクリーニングにより抽出された項目番号から TEQ への影響が大きい検体を優先して選定する。
- 4) スクリーニングにより項目番号が何も抽出されなかった場合
グループの総検体数の 5%となるよう、TEQ が高い検体から優先して選定する。TEQ が同じ場合は、無作為抽出により選定する。

表-5 スクリーニング項目^{※1}

項目番号	内容
1	1,3,6,8-TeCDD>1,3,7,9-TeCDD
2	1,2,3,4,7,8-HxCDD<1,2,3,6,7,8-HxCDD
3	#118>0
4 ^{※2}	#118>#105>#77>#126>#169
5	2,3,7,8-TeCDDがTeCDDsの5%以下
6	1,2,3,7,8-PeCDDがPeCDDsの10%以下
7	1,2,3,4,7,8-HxCDDがHxCDDsの10%以下
8	1,2,3,6,7,8-HxCDDがHxCDDsの10%以下
9	1,2,3,7,8,9-HxCDDがHxCDDsの10%以下
10	1,2,3,4,6,7,8-HpCDDがHpCDDsの30%以上、68%以下
11	2,3,7,8-TeCDFがTeCDFsの10%以下
12	1,2,3,7,8-PeCDFがPeCDFsの10%以下
13	2,3,4,7,8-PeCDFがPeCDFsの10%以下
14	1,2,3,7,8-PeCDFが2,3,4,7,8-PeCDFの50%以上200%以下
15	1,2,3,4,7,8-HxCDFがHxCDFsの15%以下
16	1,2,3,6,7,8-HxCDFがHxCDFsの15%以下
17	1,2,3,7,8,9-HxCDFがHxCDFsの10%以下
18	2,3,4,6,7,8-HxCDFがHxCDFsの20%以下
19	1,2,3,4,7,8,9-HpCDFがHpCDFsの15%以下
20	1,2,3,4,6,7,8-HpCDF>1,2,3,4,7,8,9-HpCDF
21 ^{※2}	DL-PCBの最大濃度は#118、次が#105
22	#156>#157>#169
23	#126が#77の25%以下
24	#169が#126の20%以下
25	#81が#77の20%以下
26 ^{※2}	#105が#118の60%以下
27	#123が#105の20%以下
28	#157が#156の50%以下
29	#169が#156の15%以下

出典：先山孝則，太田壮一，桜井健郎，鈴木規之，中野武，橋本俊次，松枝隆彦，松田宗明，渡辺功，興嶺清志，根津豊彦，亀田洋(2000)ダイオキシン分析上の注意点. 第9回環境化学討論会講演要旨集, 234-235.

※1: スクリーニング項目は、あくまでも一般的に観測される事項であり、各項目で示す範囲を満たさないからといって、その結果を否定するようなものではない。

※2: KC-300 による汚染がある場合には、スクリーニング項目の 4 や 21 を満たさない場合がある。また、KC-400 による汚染がある場合には、項目の 26 を満たさない場合がある。なお、ここでの内容は、出典の文献で示されているものではない。

3.10.3 その他の方法による抽出

その他の精査検体の抽出方法の例としては、以下の方法が挙げられる。

- 1) 過去から異性体組成に大きな変化が見られる地点や初めて逸脱したスクリーニング項目（表-5 参照）が出現した地点を抽出する。
- 2) 特に水質については低濃度の河川では各化合物の実測値の多くが ND となる場合もあるが、予備精査及び精査で確認対象とするピークが少なくなることもあるため、可能な限り ND となる異性体の数が少ない検体や、TEQ が比較的高い地点を選定する。
- 3) 過去データと比較する場合、ダイオキシン類調査を開始した平成 11 年度当時とは環境中へのダイオキシン類の排出量が大きく異なっている等があるため、10 年程度の範囲で検討する。

3.11 品質管理報告書(雛型)の要求・確認

3.11.1 品質管理報告書(雛型)の提出

品質管理報告書の提出に先立って、抽出した精査対象検体の中から任意に選定した 1 検体分の品質管理報告書を雛型として請負機関に提出させ、その記入内容に誤りがないかを確認する。品質管理報告書(雛型)は、別添-2 の「ダイオキシン類品質管理報告書提出様式の作成方法」を参考に、別添-1 の様式に従って作成し、電子ファイル及び印刷物として提出を求める。試料のクロマトグラムに関しては、印刷物のみの提出でよい。

以下の項目について提出された品質管理報告書(雛型)の内容を確認し、作成方法に誤りがある場合には、その修正及び再提出を求める。

3.11.2 報告書全体の確認事項

次の項目について不備がある場合は、再提出を求める。

- 1) ページ番号が記入されているか。
- 2) 脱落ページがないか。
- 3) 個々の資料が一冊ずつとじられているか。
- 4) 必要部数が提出されているか。
- 5) 資料の中身が判明するようラベルが付けられているか。

3.11.3 報告書の個別資料(①～⑨)の確認事項

品質管理報告書(雛型)の各資料について以下の事項を確認する。

- 1) ①検体の情報
「3.9 測定結果の一次報告の確認」に従って確認する。
- 2) ②測定分析結果

「3.9 測定結果の一次報告の確認」に従って確認する。

3) ②塩素同位体比の説明

本項目は雛型の段階では確認しなくてよい。

4) ③使用内標準物質

使用した内標準物質の添加絶対量及びシリンジスパイクの識別番号が記入されているか。

5) ④回収率

PCDDs/PCDFs 及び DL-PCB について回収率が記入されているか。

6) ④回収率の説明

本項目は雛型の段階では確認しなくてよい。

7) ⑤定量に用いた内標準物質

全ての化合物に対して「定量に使用した内標準物質」欄に化合物の識別番号が記入されているか。

8) ⑥この Injection の説明

本項目以降、測定ごとに「⑥」、「⑦」、・・・の順でとじられているか。

複合ピークから別条件で測定した単独ピークを差し引くことで TEF を持つ化合物を算出している場合、TEF を持たない化合物の定量に係る下記の情報を記載しているか。（「⑨検算シート」に詳細を記述している場合は、その旨が記載されていることでもよい。）

- ・TEF を持たない化合物の面積値(両チャンネル)
- ・塩素同位体比の判定結果
- ・RRFcs の決定方法及び算出過程
- ・実測濃度(②・・・の実測濃度)の算出過程

9) ⑦クロマトグラム

(ア) 1 つの同族体について、試料及び内標準物質それぞれ 2 つの選択イオンとロックマスモニターの計 5 個のクロマトグラムが印刷されているか。ただし、5 個のクロマトグラムの順番は問わない。

(イ) 同族体の名称が記入されているか。

(ウ) m/z が記入されているか。

(エ) 各 Injection の測定条件に入っている化合物に関して、TeCDDs、TeCDFs、PeCDDs、PeCDFs、HxCDDs、HxCDFs、HpCDDs、HpCDFs、OCDD、OCDF、TeCBs、PeCBs、HxCBs、HpCBs の順でとじてあるか。

(オ) TEF を持つ化合物についてクロマトグラム上のピークに化合物名(例えば“1,2,3,7,8-PeCDF”、“#126”等)が記入されているか。または、クロマトグラムピークに番号等を付記し、その番号に対応する化合物名称が別紙等から判別できるか。

- (カ) 複合ピークから別条件で測定した単独ピークを差し引くことで TEF を持つ化合物を算出している場合、TEF を持たない化合物の定量に係る情報を記載しているか。
- (キ) 2,3,7,8-位塩素置換異性体及び DL-PCB のクロマトグラム上のピークが見にくい場合は、その付近の時間帯におけるクロマトグラムが拡大され、縦方向の拡大率が記されているか。この拡大はピーク積分の妥当性が確認できるように、検出下限未満相当の場合にはノイズレベルが確認できる程度まで拡大されているか。別紙に掲載または別の拡大クロマトグラムに示す場合には、ピークの形状が判別しやすいように横軸(時間軸)が拡大されていてもよい。
- (ク) 横軸は時間になっているか。
- (ケ) 測定日時が記されているか。ソフトウェアに印刷機能がない場合は手書きでもよい。
- (コ) ダイオキシン類とみなされるピークについて、クロマトグラム上の面積値が判明するか。特に S/N 比が 3 以上のピークについてはクロマトグラム上の面積値が判明する必要がある。クロマトグラム上に面積が記入されているか、または、別のシートに面積が印刷され、クロマトグラムピークの番号等で関連付けられているか。なお、TEF を持つ化合物と持たない化合物の合算ピークから、別条件で測定した TEF を持たない化合物の単一ピークを差し引く場合には、TEF を持たない化合物の情報も必要である。
- (サ) ロックマスモニターの変動の縦軸が%表示になっているか。ロックマスモニターの変動があり、ソフトウェア等の都合により%表示ができない場合は、手書きで%が入力されているか。

10) ⑧塩素同位体比

本項目は雛型の段階では確認しなくてよい。

11) ⑨検算シート

本項目は雛型の段階では確認しなくてよい。

3.12 品質管理報告書の要求

品質管理報告書(雛型)の内容に問題がなければ、精査対象として抽出した全ての検体について、品質管理報告書を提出させる。なお、ここでは、精査対象として抽出した検体について優先的に品質管理報告書の提出を求めるが、最終的には調査した全ての検体について品質管理報告書の提出を求める。

3.13 品質管理報告書の予備精査

地方整備局等は、精査対象として抽出した検体の品質管理報告書の内容に関して、予備精査を行う。予備精査では、次段階の精査において状況を把握しやすいように、要求事項が満た

されているか客観的な確認と整理を行う。なお、公定法及び仕様書に示された基準に適合しない結果が提出された場合(例:塩素同位体比の基準を満足していない場合 等)には、品質管理計画書で分析機関が定めたとおり、再分析、再測定等が適切な段階から検証が行われているかを確認する。公定法の基準を満たしているにもかかわらず分析機関に対して再分析等を通じた検証を求める場合には、理由を明確にする必要がある。

3.13.1 品質管理報告書の様式

3.13.1.1 個々の検体に関する資料

個々の検体について、品質管理報告書(雛型)と同じ様式で作成した品質管理報告書を電子ファイル及び印刷物として提出を求める。

3.13.1.2 共通資料

個々の検体に関する資料とは別に、別添-3 に従って作成した共通資料の提出を求める。

- 1) 分析方法フローシート
- 2) 検量線(別添-4 の表紙を使用)
- 3) インジェクションリスト
- 4) 測定対象化合物と GC/MS 測定分析条件
- 5) MS 測定分析条件
- 6) GC/MS 感度確認のクロマトグラム
- 7) 操作ブランク試験の結果
- 8) 試料容器ブランク試験の結果
- 9) カラムアサインの例

3.13.2 品質管理報告書の内容確認

精査対象として抽出された検体の品質管理報告書の内容について、要求事項が満たされているか客観的な確認と整理(予備精査)を行う。スクリーニングにおいて異性体若しくは同族体組成が通常的环境試料における特徴と異なっていると判定された項目がある場合、必ずしも分析結果が間違っているとは限らないことに注意しながらその項目について重点的な精査を行う。

3.13.2.1 報告書全体の確認事項

次の項目について不備がある場合は、再提出を求める。

- 1) 検体ごとに品質管理報告書が個別の冊子としてとじられているか。
- 2) 要求した部数が提出されているか。

3.13.2.2 個々の検体に関する資料（①～⑨）の確認事項

「3.11 品質管理報告書(雛型)の要求・確認」に従って、書式や必要な情報が記入されているかを確認する。その後、品質管理報告書の各資料について以下の事項を確認(必要に応じて計算等)し、その結果を「予備精査結果」として電子ファイルに整理する。

原則として品質管理計画書に記載されていない方法を用いることはできないため、品質管理計画書の記載内容(特に、使用内標準物質や GC/MS 測定分析条件)に注意して品質管理報告書の記載内容を確認する。

1) ①検体の情報

「3.9 測定結果の一次報告の確認」に従って確認する。不備があった場合は、修正及び再提出を求める。

2) ②測定分析結果

「3.9 測定結果の一次報告の確認」に従って確認する。不備があった場合は、修正及び再提出を求める。

3) ②塩素同位体比の説明

(ア) 「②測定分析結果」の「塩素同位体比」の判定が「×(塩素同位体比が規定範囲内でなかった理由により棄却された)」であった場合、その説明が記入されているかを確認する。記入されている場合は、「予備精査結果」の中に説明文をそのまま記入し、容認するか否かは精査で判断する。

(イ) 「⑧塩素同位体比」で該当箇所を確認し、「②測定分析結果」並びに「②塩素同位体比の説明」に記載されている内容と整合が取れているかを確認する。塩素同位体比が規定範囲外であるが、説明もなく定量されている化合物がある等の不備がある場合は、その旨を「予備精査結果」に記入する。

4) ③使用内標準物質

(ア) PCDDs/PCDFs については、少なくとも塩素数ごとに 2,3,7,8-位塩素置換異性体を最低 1 種類ずつ、PCB についてはノンオルト体の DL-PCB を全種類、モノオルト体の DL-PCBs その他の PCB を塩素化物ごとに 1 種類ずつ添加されているかを確認する。逸脱している場合は、その旨を「予備精査結果」に記入する。(水質)

(イ) PCDDs/PCDFs については、2,3,7,8-位塩素置換異性体 17 種類が全て添加されているかを確認する。逸脱している場合は、その旨を「予備精査結果」に記入する。(底質)

(ウ) DL-PCB については、全 12 種類(ノンオルト体 4 種類、モノオルト体 8 種類)が添加されているかを確認する。この項目は底質調査マ

ニュアルの規格であるため、逸脱している場合はその旨を「予備精査結果」に記入する。(底質)

5) ④回収率

- (ア) 規定範囲(50~120%)内であることを確認する。逸脱している場合は、その化合物名称と回収率を「予備精査結果」に記入する。
- (イ) 同族体間の回収率の最大値と最小値の差が 30 ポイント以内であることを確認する。30 ポイントを超える場合は、最大と最小の各同族体名称と回収率を「予備精査結果」に記入する。
- (ウ) 同族体内の回収率の最大値と最小値の差が 15 ポイント以内であることを確認する。15 ポイントを超える場合は、最大と最小の各化合物名称と回収率を「予備精査結果」に記入する。

6) ④回収率の説明

「④回収率」において回収率が規定範囲外であったが値を採用した場合は、「④回収率の説明」において説明がされているかを確認する。説明がされている場合は、「予備精査結果」の中に説明文をそのまま記入し、されていない場合は「説明なし」と記入する。容認するか否かは精査で判断する。

7) ⑤定量に用いた内標準物質

「③使用内標準物質」に記入されている内標準物質の種類と本項目において記入されている内標準物質の整合性を確認する。整合性が取れてない場合は再提出を求める。

8) ⑥この Injection の説明

同じ化合物を複数の GC カラムで測定している場合で、定量値として採用している測定が検体によって異なる場合や、検量線範囲の超過により別条件として再分析を実施した場合、その理由が記述されているかを確認する。説明が記入されている場合は、「予備精査結果」の中に説明文をそのまま記入し、されていない場合は「説明なし」と記入する。容認するか否かは精査で判断する。

9) ⑦クロマトグラム

- (ア) カラムアサインの例と比較し、TEFを持つ化合物で、ピーク分離が不十分なものがないかを確認する。複合ピークから別条件で測定した単独ピークを差し引くことでTEFを持つ化合物を算出している場合、TEFを持たない化合物の定量に係る下記の情報が記載されていることを確認する。ピーク分離していない場合で他の異性体との合計量で定量している場合は、化合物名称とともに「予備精査結果」に記入する。ただし、分離が不十分でも実測濃度が ND であった場合は指摘しない。
- (イ) 検出下限以上の値を持つピークであっても、ベースラインに近いピーク

高さでないかを確認するノイズレベルのピークであるのに **ND** になっていない場合は、その旨を「予備精査結果」に記入する。

- (ウ) ロックマスモニターが大幅に変動している箇所(落ち込み、盛り上がり、リップル等)がないかを確認する。特に、定量する化合物の溶出時間付近で落ち込みがあると、正確な定量ができない可能性があるため、そのような場合には「○○○(化合物名称)の溶出位置とロックマスモニターの落ち込みが重なっている」のように「予備精査結果」に記入する。また、±20%以上の変動が見られる場合は、その理由について回答を求める。JIS K 0312 及び底質調査マニュアルでは±20%以上の変動が認められた場合には、その化合物について定量してはならないこととされているため、注意する。
- (エ) クロマトグラムにおけるピークの積分方法(得られたクロマトグラムの形状に応じて適切な幅、ベースラインの高さが設定されて積分されているか)の妥当性、試料及び内標準物質のクロマトグラム間の積分方法の整合性(2つのクロマトグラム間及び試料と内標準物質のクロマトグラムで統一性が確保されているか)、ピークの形状(テーリング、リーディング等)、ピーク分離に異常が見受けられる場合には、その旨を「予備精査結果」に記入する。
- (オ) クロマトグラムに定量対象以外のピークが見られる場合には、その旨を「予備精査結果」に記入する。また、その理由について回答を求める。

10) ⑧塩素同位体比

- (ア) 「⑦クロマトグラム」に記入された(別紙になっている場合もある)面積値と「⑧塩素同位体比」の面積値が合っているか確認する。不備があった場合は、修正及び再提出を求める。
- (イ) 塩素同位体比の理論値とのずれが±15%以内(検出下限の3倍以下の濃度では±25%以内)であるか確認する。詳細については「②塩素同位体比の説明」で確認しているが、**ND** の化合物を除いて他に塩素同位体比が外れている化合物がないか再度確認し、説明の記入漏れ等があった場合には「予備精査結果」に記入する。

11) ⑨検算シート

- (ア) 「⑦クロマトグラム」に記入された(別紙になっている場合もある)面積値と「⑨検算シート」の面積値が一致するかを確認する。不備があった場合は、修正及び再提出を求める。
- (イ) 「⑨検算シート」に示されている値を用いて計算し、「②測定分析結果」の定量値と一致するかを確認する。異なる場合はその旨を「予備精査結果」に記入する。

- (ウ) 「BL 操作ブランク値」が、共通資料として提出された「操作ブランク試験」における「⑨検算シート」で算出されている補正值(当該検体の試料量で濃度換算した値)と一致するかを確認する。異なる場合はその旨を「予備精査結果」に記入する。ただし、検出下限未満のブランク値は0とする。

3.13.2.3 共通資料の確認事項

1) 分析方法フローシート

次の(ア)～(カ)の項目について不備があった場合は、修正及び再提出を求める。

- (ア) 試料から GC/MS 測定溶液の調製までの工程が含まれているか。
- (イ) 同じ媒体について複数の前処理方法が存在する場合、それぞれの前処理方法について分析方法フローシートが添付されているか。また、品質管理計画書の記載内容と一致するか。
- (ウ) 分析方法フローシートに名称が付けられ、その名称が各検体の品質管理報告書における「⑥この Injection の説明」の「分析方法フローシートとの連鎖」欄に反映されているか。
- (エ) 分析方法フローにおいて、各フラクションに名称が付けられているか。
- (オ) クリーンアップスパイク及びシリンジスパイクの化合物の名称、添加量が記載されているか。
- (カ) 操作ブランク試験及び試料容器ブランク試験の操作方法が記載されているか。

2) 検量線

次の(ア)～(オ)の項目について不備があった場合は、修正及び再提出を求める。(カ)のような値があった場合には、「予備精査結果」にその旨記入する。

- (ア) 表紙の「検量線の名称」(別添-4)に名称が付けられているか。
- (イ) ページ番号が記入されているか。
- (ウ) 各検量線に相対感度係数(RRF)、変動係数、傾き、相関係数が記入されているか。
- (エ) 最低3回測定の計15点以上で作成されているか。(5段階濃度以上)
- (オ) どの検量線でどの化合物の定量をしたかが判明するか。
- (カ) 直線から大幅に外れている値はないか。

3) インジェクションリスト

次の(ア)～(ケ)の項目について不備があった場合は、修正及び再提出を求める。インジェクションリストに記載されていない場合、その他の方法で記載

されていてもよい。(キ)のような測定を行っている場合は、該当する試料の **TEQ** とその前に測定した高濃度と思われる試料の **TEQ** を「予備精査結果」に記入する。

- (ア) インジェクションリストに名称が付けられ、その名称が各検体の品質管理報告書における「⑥この **Injection** の説明」～「⑦クロマトグラム」の「**Injection List** との連鎖」欄に反映されているか。
- (イ) ページ番号が記入されているか。
- (ウ) 当該業務に係る検体及びその直前の測定試料の **TEQ** あるいは **Total** の濃度が記入されているか。
- (エ) 当該業務に係る検体の直前の測定が標準溶液であった場合、標準溶液の各異性体の濃度が記入されているか。
- (オ) 当該業務に係る検体の直前の測定がブランク試験であった場合、操作ブランク試験、試料容器ブランク試験、標準溶液のブランク等が識別できるか。
- (カ) 当該業務に係る検体の直前の測定が試料の二重測定や **GC/MS** の二重測定であった場合、それらが識別できるか。
- (キ) 低濃度試料の前に高濃度試料の測定を行っていないか。例えば、低濃度と高濃度の判断基準として、相対検量線の範囲内の濃度を低濃度、超えた場合を高濃度とする。
- (ク) 当該業務に係る検体の直前に異なる媒体を測定していないか。特に、水質の直前に底質等の異なる媒体や、底質の直前に土壌等の異性体組成が大きく異なることが想定される媒体を測定していないか。該当した場合には、分析機関に対し、分析機関が定めている許容濃度差に係る規定等の、影響の有無について確認を求める。
- (ケ) 相対感度の変動確認(標準液の測定)を **24** 時間に **1** 回以上の頻度となっているか。

4) 測定対象化合物と **GC/MS** 測定分析条件

「3.11 品質管理報告書(雛形)の要求・確認」における確認ができていればよい。不備があった場合は、修正及び再提出を求める。

試料測定時の内標準物質の **RRF** が、検量線作成時の内標準物質に比べて **±10%** 以上変動してないことを確認する。変動している場合はその旨を「予備精査結果」に記入する。

5) **MS** 測定分析条件

以下の **2** 項目は **JIS K 0312** 及び底質調査マニュアルの規格であるため、逸脱している場合はその旨を「予備精査結果」に記入する。

- (ア) 試料及び内標準物質の塩化物ごとに **2** つ以上の選択イオンとロックマ

スマニター用の質量が設定されているか。

- (イ) 選択イオン検出のサンプリング(サイクルタイム時間)の周期が 1 秒(sec)以内であるか。

6) GC/MS 感度確認のクロマトグラム

予備精査において、試料ごとに測定感度を確認することは困難であるため、試料と同時に測定した標準溶液のクロマトグラムから検出下限を算出し、おおよその感度を確認する。なお、算出した検出下限は、必ずしも実試料における測定感度を反映しているとは限らない。

計算方法は次式のとおりである。まず、ピーク高さ (S) とノイズ幅から S/N 比を算出し、次に注入絶対量 (pg) 、注入量 (μL) 、「測定対象化合物と GC/MS 測定分析条件」に記載)、最終容量及び試料量(ともに「⑨検算シート」に記載)から S/N 比が 3 となる値を算出する。得られた検出下限を表-3 に示す値と比較し、仕様を満足しているか確認する。 S/N 比に関しては、装置に付属しているソフトウェア等で計算できるものもあり、示された S/N 比を利用してもよい。仕様を満足していない場合は、その化合物の名称と計算された検出下限を「予備精査結果」に記入する。

$$S/N \text{ 比} = \frac{\text{ピーク高さ}(S)}{\text{ノイズ幅}(N)}$$

$$\text{検出下限}(pg/L, pg/g) = \frac{3 \times \text{注入絶対量}(pg) \times \text{最終容量}(\mu L)}{S/N \text{ 比} \times \text{注入量}(\mu L) \times \text{試料量}(L, g)}$$

7) 操作ブランク試験

試料と同様に品質管理報告書の確認を行い、値がある場合には、仕様の検出下限に対して何%であるかを「予備精査結果」に記入する。

8) 試料容器ブランク試験

試料と同様に品質管理報告書の確認を行い、値がある場合には、仕様の検出下限に対して何%であるかを「予備精査結果」に記入する。

9) カラムアサインの例

JIS K 0312 及び底質調査マニュアル、そして下記要求事項に従って資料が作成されているかを確認する。不備がある場合は、「予備精査結果表」に記入し、修正及び再提出を求める。

- (ア) PCDDs 及び PCDFs の測定では、TeCDDs、PeCDDs、HxCDDs、HpCDDs、OCDD、TeCDFs、PeCDFs、HxCDFs、HpCDFs、OCDF の全化合物について、採用する GC のカラム恒温槽温度プログラム(GC 昇温条件)に対応するクロマトグラムにおける溶出位置が判明して

いるか。2,3,7,8-位塩素置換異性体のみのアサインになっていないか。

- (イ) PCB の測定では、TeCBs、PeCBs、HxCBs、HpCBs、OcCBs、NoCBs、DeCB を含む全化合物について、採用する GC のカラム恒温槽温度プログラム(GC 昇温条件)に対応するクロマトグラムにおける溶出位置が判明しているか。DL-PCB のみのアサインになっていないか。
- (ウ) アサインを自機関で行ったのか、既存の報告を参照しているかが明記されているか。既存の報告を参照している場合、出典が明記されているか。
- (エ) GC カラムの種類が全く同じでも、既存の報告と GC 昇温条件が異なる場合、自機関でのアサインが必要である。これらは、水質や底質以外の媒体(例えばフライアッシュ等)のクロマトグラムにアサインされていてもよい。その場合、測定に用いたカラムや GC 条件と対応する定量化物の組合せが分かるように説明が記述されているか。
- (オ) 使用したカラムの名称、長さ、内径、GC のカラム恒温槽温度プログラム(GC 昇温条件)が明記されているか。

3.14 精査

有識者の意見を踏まえて、予備精査において整理された「予備精査結果」を基に、提出された品質管理報告書の精査を行う。

重点監視状態にある地点で調査を実施している場合であって冬期の精査を年度内に実施することが難しい場合には、秋期までの精査結果を踏まえて外部精度管理機関で精査を実施することができる。ただし、その場合でも、有識者による確認等が実施できるようにしておくとともに、次年度に課題等が引き継がれる必要がある。なお、冬期の検体を委員会に諮るために、試料採取時期を早める必要はない。

抽出検体について問題があった場合、当該検体について試料の再採取、再分析、再測定、再計算等の判定を行うとともに、予備精査において抽出されなかった検体についても同様の問題がないか分析機関に再確認を求める。再分析等を行った場合は、再提出された品質管理報告書を精査する。なお、必要に応じて、データの確定に先立ち、有識者及び全ての地方整備局等からなる全体委員会を開催し、精査結果に関する討議を行うことも想定される。

3.15 データの確定

「3.14 精査」において抽出検体の品質管理報告書の精査結果が良好であり、提出されたデータの確からしさが確認されたならば、予備精査の対象とならなかった検体の品質管理報告書についても良好であることとし、全てのデータを確定する。

(注 1) 試験所認定制度

現在、我が国におけるダイオキシン類測定分析に関する試験所認定制度には、制定順に 1)ISO/IEC 17025: 2005 (JIS Q 17025: 2005)、2)環境省ダイオキシン類環境測定調査受注資格、3)特定計量証明事業者認定制度の 3 種類があり、これらの制度によって認定されている機関から分析機関等を選定する手法が考えられる。これら 3 つの認定制度の認定対象を表-6 に示す。いずれの認定制度も、媒体(調査あるいは既存の測定分析マニュアル)ごとに認定がなされる。通常、河川及び湖沼の水質に関しては JIS K 0312、河川及び湖沼の底質に関しては「ダイオキシン類に係る底質調査測定マニュアル」(平成 20 年 3 月、環境省)が適用されている。

1) ISO/IEC 17025: 2005 (JIS Q 17025: 2005)

ISO/IEC 17025: 2005 「General requirements for the competence of testing and calibration laboratories (試験所及び校正機関の能力に関する一般要求事項)」は、試験所及び校正機関を対象とした国際規格で、この認定を受けることにより、国際規格とのトレーサビリティが確保された国際的に通用する試験所として認知されることになるため、技術力を証明する手段として有効である。ISO/IEC 17025: 2005 は、試験所及び校正機関が提供する製品・サービスではなく、その検査方法と技術を対象とする規格であり、検査方法に不適合が発見された際には、工程をさかのぼって原因を把握できるか等が審査対象となる。試験所及び校正機関が特定の試験又は校正を実施する能力があるものとして認定を受けようとする場合の一般要求事項は、大きく管理上の要求事項と技術的要求事項とに分けられる。特に、技術的要求事項は、ISO 9000 シリーズにはないこの規格特有のものである。

試験所は認定された項目の証書の発行においては、認定機関のロゴマークを付す。

《認定機関》

① 社団法人日本化学工業協会日本化学試験所認定機構 (JCLA: Japan Chemical Laboratory Accreditation)

試験項目: ダイオキシン類及びダイオキシン様 PCB (認定機関によって試験項目の記述が異なるが、認定内容は同一のものである)

認定機関参照先: <http://www.jcla.org/>

② 財団法人日本適合性認定協会 (JAB: The Japan Accreditation Board for Conformity Assessment)

試験項目: ダイオキシン類

認定機関参照先: <http://www.jab.or.jp/>

表-6 3つの認定制度における認定対象媒体の例

媒体種類	試験規格の識別	ISO/IEC 17025 認定対象	特定計量 業務認定 対象	環境省業務 受注資格 認定対象
環境水	環境庁告示第 68 号(平成 11 年環境庁)(JIS K 0312)	○	○	○ (地下水含む)
大気降下物	大気降下物中のダイオキシン類測定分析指針(平成 10 年環境庁)	○	—	○
水生生物	ダイオキシン類に係る水生生物調査暫定マニュアル(平成 10 年環境庁)	○	—	○
排ガス	JIS K 0311: 2008 排ガス中のダイオキシン類の測定方法	○	○	○
水道水	水道原水及び浄水中のダイオキシン類調査マニュアル(平成 19 年厚生労働省)	○	—	○
工業用水・工業排水	JIS K 0312 工業用水・工業排水中のダイオキシン類の測定方法	○	○	○
食品	食品中のダイオキシン類及びコプラナーPCB の測定方法暫定ガイドライン(平成 11 年厚生省)	○	—	—
食事試料	ダイオキシン類精密暴露調査 食事調査方法について(平成 11 年環境庁環境保健部環境リスク評価室)	—	—	○
土壌	ダイオキシン類に係る土壌調査測定マニュアル(平成 12 年環境庁)	○	○	○
灰	特別管理一般廃棄物及び特別管理産業廃棄物に係る基準の検定方法別表第一(平成 4 年厚生省告示第 192 号/最終改定:平成 16 年環境省告示第 31 号)	○	—	—
	ダイオキシン類対策特別措置法施行規則第 2 条第 2 項第 1 号の規定に基づき環境大臣が定める方法(平成 16 年環境省告示第 80 号)	○	—	○ (ばいじん、焼却灰 その他の燃え殻)
底質	ダイオキシン類に係る底質調査測定マニュアル(平成 20 年環境省)	○	○	○
血液	血液中のダイオキシン類測定暫定マニュアル(平成 12 年厚生省)	○	—	○
母乳	母乳中のダイオキシン類測定暫定マニュアル(平成 12 年厚生省)	○	—	○
環境大気	ダイオキシン類に係る大気環境調査マニュアル(平成 18 年環境省)	○	○	○
作業環境大気	「空气中のダイオキシン類濃度の測定方法」(平成 13 年厚生労働省基発第 401 号の 2「廃棄物焼却施設内作業におけるダイオキシン類ばく露防止対策について」の別添「廃棄物焼却施設内作業におけるダイオキシン類ばく露防止対策要綱」の別紙1))及び「ダイオキシン類に係る大気環境調査マニュアル」(平成 13 年環境省)	○	—	○
野生生物	野生生物のダイオキシン類蓄積状況等調査マニュアル(平成 18 年環境省)	○	—	○
水底土砂(溶出液)	環境省告示第 68 号(平成 15 年環境省)(JIS K 0312)	○	—	—

※:「○」は各規格で認定対象となっている試験規格の識別、「—」は認定対象外であることを示す。

《対象媒体》

環境大気、排ガス、環境水、水道水、工業用水・工場排水、土壌、水底土砂(溶出液)、灰、水生生物、野生生物、食品、大気降下物、作業環境大気、底質、血液、母乳等

2) 環境省ダイオキシン類環境測定調査受注資格制度

環境省では、平成 12 年 11 月に「ダイオキシン類の環境測定に係る精度管理指針(以下「指針」とする。)」を策定し、この指針の普及を図り、ダイオキシン類の環境測定の信頼性を確保するための措置の一環として、環境省が実施するダイオキシン類の環境測定を伴う請負調査の受注資格審査を平成 13 年度より実施している。環境省が実施するダイオキシン類の環境測定を伴う請負調査については、環境省が測定分析機関の受注資格審査を行い、受注資格があると認める機関に対して競争入札等への参加を認めることとしている。現在、受注資格審査は、前期と後期の年 2 回行われている。

環境省ダイオキシン類環境測定調査受注資格では試料採取のみあるいは測定分析のみについての資格取得が可能となっている。

《認定機関》

①環境省

試験項目:ダイオキシン類認定機関参照先:<http://www.env.go.jp/>

《対象媒体》

環境大気、排ガス、環境水、水道水、工業用水・工場排水、土壌、灰、水生生物、野生生物、大気降下物、作業環境大気、底質、血液、母乳、食事等

3) 特定計量証明事業者認定制度 (MLAP: Specified Measurement Laboratory Accreditation Program)

特定計量証明事業者認定制度は、ダイオキシン類等、極微量物質の計量証明の信頼性の向上を図るため、ppt(1兆分の1)やppq(1000兆分の1)といった極微量分析の精度を担保することを目的としたもので、平成 13 年 6 月の計量法の改正により導入された認定制度である。

大気、水又は土壌中のダイオキシン類濃度の計量証明を行おうとする計量証明事業所は、1年以上の実務経験のある環境計量士を置いた上で、経済産業大臣(実際は独立行政法人製品評価技術基盤機構(NITE: National Institute of Technology Evaluation)又は特定計量証明認定機関として大臣が指定した者)に申請をし、①適切な管理組織、②必要な技術能力、③適切な業務実施の方法の3点について審査を受け、特定計量証明事業者の認定を受けることができる。その後、都道府県の登録を受けることにより、ダイオキシン類の計量証明事業を行うことが認められる。2003年4月1日以降、認定を取得していない事業所はダイオキシン類

の計量証明を事業として行うことはできないことになっている。

この認定基準は、国際整合性から国際規格 ISO/IEC 17025: 2005 (JIS Q 17025: 2005) に沿って具体化されている。認定には有効期限があり、3 年ごとに更新しなければならない。さらに、認定後も継続的に能力があることを確認するため、認定の有効 3 年の間に 1 回、現地審査を実施するサーベイランス及び認定事業者と同時に同じ試料を分析させ、その結果で各々の事業者を評価する技能試験によるフォローアップが行われる。

認定された特定計量証明事業者は、「MLAP」をかたどる標章の付いた証書を発行できる。

《認定機関》

①NITE

試験項目:ダイオキシン類

認定機関参照先: <http://www.nite.go.jp/>

②JCLA

試験項目:ダイオキシン類及びダイオキシン様 PCB

認定機関参照先: <http://www.jcla.org/>

③JAB

試験項目:ダイオキシン類

認定機関参照先: <http://www.jab.or.jp/>

《対象媒体》

環境大気、排ガス、水質、土壌、底質等

(注 2) クロスチェック

試験機関に試料を配付し、付与値等と比較することにより、試験機関の能力を判定する方法がある。

1) 市販品

我が国において入手可能な標準試料には以下のようなものがある。これらには認証値が付されており、各試験機関の分析結果をその認証値と比較する方法がある。

①社団法人日本分析化学会 (JSAC: The Japan Society for Analytical Chemistry)

- ダイオキシン類・PCB 同族体分析用 海域底質認証標準物質
JSAC 0451 (低濃度)
JSAC 0452 (高濃度)
- ダイオキシン類・PCB 同族体分析用 河川底質認証標準物質

- JSAC 0431 (低濃度)
- JSAC 0432 (高濃度)
- ダイオキシン類分析用 フライアッシュ認証標準物質
- JSAC 0501 (高濃度)
- JSAC 0502 (低濃度)
- ダイオキシン類分析用 焼却炉ばいじん認証標準物質
- JSAC 0511 (高濃度)
- JSAC 0512 (低濃度)
- ダイオキシン類分析用 土壌認証標準物質
- JSAC 0421 (低濃度)
- JSAC 0422 (高濃度)
- ダイオキシン類分析用 排水認証標準物質
- JSAC 0311
- ダイオキシン類分析用 模擬排水認証標準物質
- JSAC 0321

2) 既知濃度・未知濃度試料

既にダイオキシン類濃度を測定してある実試料、あるいは未知濃度の実試料を各試験機関に配付し、各機関は各々の手法を用いて前処理・測定を行う。それらの分析結果を既知濃度と比較、あるいは各試験機関間で比較する手法がある。

試料を配付し結果を評価する手法においては、試料の調整方法結果の評価方法等に関する専門的知識が必要である。実施にあたっては専門家にアドバイスを受けることが望ましい。

また、下記規格が参考になる。

- ISO/IEC Guide 43-1: 1997
Proficiency testing by interlaboratory comparisons – Part 1: Development and operation of proficiency testing schemes
JIS Q 0043-1: 1998
試験所間比較による技能試験 第1部: 技能試験スキームの開発及び運営
- ISO/IEC Guide 43-2: 1997
Proficiency testing by interlaboratory comparisons – Part 2: Selection and use of proficiency testing schemes by laboratory accreditation bodies
JIS Q 0043-2: 1998
試験所間比較による技能試験 第2部: 試験所認定機関による技能試験スキームの選定及び利用
- ISO 13528: 2005
Statistical methods for use in proficiency testing by interlaboratory comparisons

3) 標準溶液

市販の標準溶液を所与の濃度になるようデカンやノナン等の溶媒で希釈・調製し、アンプル封入したものを各試験機関に配付する。各機関はその溶液を実試料と同

様の測定条件で測定し、その溶液の調整濃度の理論値と分析結果を比較、あるいは各試験機関間で比較する手法がある。ただし、PCB には「化学物質の審査及び製造等の規制に関する法律(化審法)、平成 16 年 4 月施行」が適用される。試料の配付に関しては本法を遵守すること。

(注 3) 品質管理に係る調査

請負者は、表-7 に示すような品質管理に係る調査に積極的に参加していることが望ましい。

表-7 既往のクロスチェック調査例

(クロスチェック、ラウンドロビンスタディー、インターキャリブレーションスタディー)

調査の名称(実施機関)	実施年
環境測定分析統一精度管理調査(環境省)	H12～
極微量物質研究会クロスチェック((社)日本環境測定分析協会)	H15～
ダイオキシン類分析技能試験((社)日本分析化学会)	H14～
MLAP 技能試験((独)製品評価技術基盤機構)	H16～

4. 用語集

【50音順】

- (1) アサイン：クロマトグラム上の各応答(ピーク)に対応する化合物を識別すること。「溶出順位の決定」、あるいは「溶出位置の決定」ともいう。通常、測定に使用される GC カラムは、過去の文献等によって測定対象とする化合物についてのアサインがなされているものを使用する。同一の製品名称の GC カラムでも、長さ、内径、液相膜厚、ガスクロマトグラフ恒温槽温度条件(昇温条件)等を変えると溶出位置のみでなく溶出順位も変化する場合があるので注意が必要である。
- (2) 異性体：塩素の置換数が同じで置換位置だけを異にする個々の化合物。
- (3) 異性体組成：ダイオキシン類各異性体の存在比のこと。
- (4) インジェクションリスト：GC/MS 測定において測定試料名等を注入順に記したものの。連続で測定した場合、直前の試料の影響が残ることがあるため、注入の順番の記録は重要である。
- (5) インターキャリブレーションスタディー：複数機関による測定結果等について、統計的に判断して相互比較を行う試験。
- (6) 塩素同位体比：塩素の天然存在比は $^{35}\text{Cl} : ^{37}\text{Cl} = 75.77 : 24.23$ である。したがって、塩素原子 1 個を持つ分子の質量スペクトルでは分子イオンピークとして M^+ (^{35}Cl によるピーク) と M^{+2} (^{37}Cl によるピーク) が $75.77 : 24.23$ の割合で出現する。例えば、TeCDD は 4 つの塩素を持つが、4 つの塩素の中に含まれる ^{35}Cl と ^{37}Cl の割合は確率的に計算可能である(実際には、ダイオキシン類化合物を構成するほかの元素、すなわち、炭素、酸素、水素の同位体構成比も考慮しなければならない)。ダイオキシン類分析では、各同族体について、2 つの質量電荷比を測定するが(TeCDD では例えば 319.8965 と 321.8936)、理論的に計算された 2 つの質量電荷比のイオンの存在比が実測値(2 つの質量電荷比の応答)の比にほぼ一致することで、目的のピークがダイオキシン類化合物であるか否かの判定(同定)を行う。
- (7) 回収率：通常、分析(前処理)における回収率を指している。前処理工程における、操作中の目的成分のロスを把握するために、試料にあらかじめ既知量の内標準物質(IS)を加えておく。回収率は前処理操作の前に入れた IS(クリーンアップスパイク)と前処理終了後(GC/MS 測定前)に入れた IS(シリジンスパイク)の比で求められる。ダイオキシン類分析に採用されている同位体内標準法は、回収率が定量結果に影響を与えないという特徴を持つ。
- (8) カラム→GC カラム
- (9) カラムアサイン→アサイン
- (10) クリーンアップスパイク→内標準物質
- (11) グループ：GC/MS 測定において、同時に測定する測定質量電荷比の数は少ないほど各測定質量電荷比の測定感度が上がる。例えば HpCDDs/Fs と OCDD/F を 1 つの GC カラム、1 回のインジェクションで測定するとき、はじめに HpCDDs/Fs のみを測定し、途中から OCDD/F の測定に切り替えるような手法が採用される場合がある。この切り替えた前後それぞれをグループといい、グループ分けすることをグルーピングという。

- (12) クロスチェック：複数の機関において同一試料を測定し、その測定結果を照合し、統計的手法で解析、評価することにより、調査方法、測定方法、あるいは測定結果の妥当性等について検討する試験。
- (13) クロマトグラフィー：化合物の性質の違いを利用して目的とする化合物をより分ける方法。また、その装置をクロマトグラフという。精製においては、ガラス製のクロマト管にシリカゲルその他を充てんしたものが使われる。ダイオキシン類分析では、シリカゲルカラムクロマトグラフィー又は多層シリカゲルカラムクロマトグラフィー、活性炭シリカゲルカラムクロマトグラフィー、アルミナカラムクロマトグラフィー等の組合せが用いられる。ガスクロマトグラフィー (GC) では、GC 分離カラム (キャピラリーカラム) による化合物の分離が行われる。
- (14) クロマトグラム：GC/MS 測定で得られる、時間軸と信号強度からなるチャートのこと。ダイオキシン類測定では、測定質量電荷比ごとにマスクロマトグラムが得られる。
- (15) 検出下限：分析において目的成分の有無を判定できる最小値 (濃度) のこと。これが小さいほど測定感度が高いことになる。下限値を求める方法として、JIS 等では下限値付近の濃度の標準試料を 5 回以上測定し、その値の標準偏差 (ばらつき) σ を求め、 3σ を検出下限、 10σ を定量下限としている。ほかに信号強度とノイズの比 (S/N 比) も考慮し、いずれかの高い方を取る。本マニュアルで規定する「表記すべき最低濃度」は本文中の表-3 に示す値で、実際の検出下限は規定された検出下限を十分満足している必要がある。
- (16) 検量線：機器分析において、ある成分の特定の性質に着目して定量分析を行う際に、標準溶液等をあらかじめ作成し、濃度等と測定値との関係を示す曲線を求め、これを定量のために用いる。この関係を示す曲線を検量線という。
- (17) 校正機関：測定値等の対応する数値との関係を特定の条件下で確立する一連の操作を行う機関。すなわち、特定された校正項目を対象に、必ずしも方法にこだわらず、既知の値との関係を正確に求める能力が要求される。
- (18) 実測濃度：測定対象化合物の定量値 (濃度) のこと。
- (19) 試料容器ブランク→ブランク値
- (20) シリンジスパイク→内標準物質
- (21) 操作ブランク→ブランク値
- (22) ダイオキシン類：ダイオキシン類対策特別措置法で定められたテトラ、ペンタ、ヘキサ、ヘプタ、オクタクロロジベンゾーパラジオキシン、テトラ、ペンタ、ヘキサ、ヘプタ、オクタクロロジベンゾフラン及びダイオキシン様 PCB の総称。
- (23) 単位：水質 (pg/L)。底質 (pg/g)。pg (ピコグラム、 10^{-12}g (1 兆分の 1 グラム))
- (24) 同位体：陽子の数が同じで中性子の数を異にする元素。すなわち同一の元素であって質量数が異なるもの。例えば炭素 (C) の天然存在比は、 ^{12}C (質量数 12.000000) が 98.90%、 ^{13}C (質量数 13.003355) が 1.10% である。ダイオキシン類の内標準物質は人工的に ^{13}C のみで構成される化合物を合成し、用いることが多い。
- (25) 同族体：塩素の置換数が同じで置換位置を異にする化合物の一群。
- (26) 同族体組成：ダイオキシン類各同族体の存在比のこと。

- (27) 毒性等価係数(TEF)：2,3,7,8-TeCDD 毒性等価係数(2,3,7,8-TeCDD toxic equivalency factor)。2,3,7,8-TeCDDの毒性を1として、他のダイオキシン類の毒性を2,3,7,8-TeCDDの毒性に換算(規格化)するための係数。
- (28) 毒性等量(TEQ)：2,3,7,8-TeCDD 毒性等量(毒性当量)(2,3,7,8-TeCDD toxic equivalent quantity)。ダイオキシン類各化合物の実測濃度と毒性等価係数(TEF)の積、あるいはその総和で示される。単位は、水質ではpg-TEQ/L、底質ではpg-TEQ/gである。
- (29) トラベルブランク→ブランク値
- (30) トレーサビリティ：測定結果が必要とされる真度・精度を満たすために、その測定機器の校正手段や分析、測定方法が、国際標準や国家標準等に対する連続した比較校正の流れの中に位置づけられていること。
- (31) 内部品質管理：分析機関等の試験所における品質管理とは、その測定技術等を一定のものに安定させ、かつ向上させるための様々な管理のことを指す。また、技術的側面だけでなく、業務遂行の質を高める総合的品質管理も含み、QC(Quality Control)あるいはQM(Quality Management)と表現される場合もある。試験所は、試験・校正の種類ごとに標準操作手順書(SOP: Standard Operating Procedure)等によってその手順を示し、適切な品質システムを構築し、実施し、維持しなければならない。
- (32) 内標準物質：IS(Internal Standard)。ある操作の前に添加しておき、それをマーカーとすることで定量計算等を行う目的で使用される物質。ダイオキシン類の分析においては、クリーンアップスパイク(CS: Cleanup Spike)及びシリンジスパイク(SS: Syringe Spike)という2種類のISを用いる。前処理操作前に添加するISをCS、前処理の最後(GC/MS測定の前)に添加するISをSSと呼ぶ。回収率は、シリンジスパイクに対するクリーンアップスパイクの応答(ピーク面積)比から求められる。
- (33) 二重測定：試料採取、前処理操作及び測定操作における総合的な信頼性を確認するために、同一試料を2回測定し、得られた結果を比較評価する方法。
- (34) ノイズ幅：ピークの近傍(ピークの半値幅の10倍程度の範囲)のノイズを計測し、その標準偏差の2倍をノイズ幅とする。あるいは、経験的にノイズの最大値と最小値との幅はおおよそ標準偏差の5倍となるため、その幅の2/5をノイズ幅とする。
- (35) 品質管理→内部品質管理
- (36) ピーク高さ：クロマトグラムのベースラインにおけるノイズの中央値とピークの頂点との距離。
- (37) ピーク面積：クロマトグラムピークの始まりから終わりにわたって、ピーク高さを積算したもの。
- (38) ブランク値：試料に対する操作と同様の操作を、試料が存在しない状態で行い、それによって得られた値。空試験値ともいう。試料に対する抽出操作から測定までを行い、得られた値を操作ブランク値と呼ぶ(その行為を操作ブランク試験という)。試料の容器自体のブランク試験を実施し、それによって得られた値を試料容器ブランク値と呼ぶ(その行為を試料容器ブランク試験という)。また、移送時における試料汚染状況を確認する目的で、試料採取用の容器等を採取地点に搬入し、試料採取をせずに持ち帰り、分析する場合もある。それによって得られる値をトラベルブランク値と呼ぶ(その行為をトラベルブランク試験という)。

- (39) ベースライン：クロマトグラムにおけるノイズの中央値。
- (40) 溶出位置：クロマトグラムにおいて、カラムに試料を導入後、特定成分のピークの頂点が現れるまでの時間のこと。保持時間、リテンションタイムともいう。
- (41) ラウンドロビンスタディー：複数の分析機関等の各試験所に全く同じと考えてよい試料を配付し、一斉に試験して測定結果を持ち寄って比較する、持ち回り試験。
- (42) リップル：クロマトグラム上に一定の時間周期で出現する電氣的ノイズ。このノイズが大きい場合、装置に何らかの不具合が生じていることが考えられる。
- (43) ロックマスモニター： スキャンごとに質量数のずれを補正するために測定するイオン。ダイオキシン類分析では MS イオン源に PFK(パーフルオロクロセン)等を微量流しながら PFK の質量数をモニターする。ロックマスモニターのクロマトグラムが変動している場合、装置の調整や前処理における精製が不十分である可能性がある。特に、ロックマスモニターの変動が定量対象化合物ピークと重なる場合、定量対象化合物の正確な応答が得られていない可能性があり注意が必要である。
- (44) GC： GC(ガスクロマトグラフ)は、主に試料導入部、カラム恒温槽、そしてカラムからなる。試料導入部の方式や温度設定、カラム種類、そしてカラム恒温槽の昇温プログラムを用いることにより、分析対象成分の固定相との相互作用(吸着、分配)を利用して分離・定量する。ダイオキシン類の測定においては通常、キャリアーガスとして高純度ヘリウムを用いる。
- (45) GC カラム： 内径 0.1～0.52 mm、長さ 25～60 m 熔融シリカ製のキャピラリー(毛管)カラム。内壁に薬液が塗布されており、これを液相と呼ぶ。
- (46) GC/MS： 定量と同定に用いるガスクロマトグラフ質量分析計。ガスクロマトグラフ(GC)で分離させた分析対象成分を質量分析計(MS)で検出する。
- (47) PCDDs： ポリクロロジベンゾーパラージオキシン
- (48) PCDFs： ポリクロロジベンゾフラン
- (49) TeCDDs： テトラクロロジベンゾーパラージオキシン
- (50) PeCDDs： ペンタクロロジベンゾーパラージオキシン
- (51) HxCDDs： ヘキサクロロジベンゾーパラージオキシン
- (52) HpCDDs： ヘプタクロロジベンゾーパラージオキシン
- (53) OCDD： オクタクロロジベンゾーパラージオキシン
- (54) TeCDFs： テトラクロロジベンゾフラン
- (55) PeCDFs： ペンタクロロジベンゾフラン
- (56) HxCDFs： ヘキサクロロジベンゾフラン
- (57) HpCDFs： ヘプタクロロジベンゾフラン
- (58) OCDF： オクタクロロジベンゾフラン
- (59) 2,3,7,8-一位塩素置換異性体： 2,3,7,8-一位に置換塩素を持つ PCDDs 7 種及び PCDFs 10 種の計 17 化合物で、次に示すもの。
- (ア) PCDDs
- 2,3,7,8-テトラクロロジベンゾーパラージオキシン (2,3,7,8-TeCDD)

1,2,3,7,8-ペンタクロロジベンゾ-パラ-ジオキシン (1,2,3,7,8-PeCDD)
1,2,3,4,7,8-ヘキサクロロジベンゾ-パラ-ジオキシン (1,2,3,4,7,8-HxCDD)
1,2,3,6,7,8-ヘキサクロロジベンゾ-パラ-ジオキシン (1,2,3,6,7,8-HxCDD)
1,2,3,7,8,9-ヘキサクロロジベンゾ-パラ-ジオキシン (1,2,3,7,8,9-HxCDD)
1,2,3,4,6,7,8-ヘプタクロロジベンゾ-パラ-ジオキシン (1,2,3,4,6,7,8-HpCDD)
オクタクロロジベンゾ-パラ-ジオキシン (OCDD)

(イ)PCDFs

2,3,7,8-テトラクロロジベンゾフラン (2,3,7,8-TeCDF)
1,2,3,7,8-ペンタクロロジベンゾフラン (1,2,3,7,8-PeCDF)
2,3,4,7,8-ペンタクロロジベンゾフラン (2,3,4,7,8-PeCDF)
1,2,3,4,7,8-ヘキサクロロジベンゾフラン (1,2,3,4,7,8-HxCDF)
1,2,3,6,7,8-ヘキサクロロジベンゾフラン (1,2,3,6,7,8-HxCDF)
1,2,3,7,8,9-ヘキサクロロジベンゾフラン (1,2,3,7,8,9-HxCDF)
2,3,4,6,7,8-ヘキサクロロジベンゾフラン (2,3,4,6,7,8-HxCDF)
1,2,3,4,6,7,8-ヘプタクロロジベンゾフラン (1,2,3,4,6,7,8-HpCDF)
1,2,3,4,7,8,9-ヘプタクロロジベンゾフラン (1,2,3,4,7,8,9-HpCDF)
オクタクロロジベンゾフラン (OCDF)

(60) PCBs: ポリクロロビフェニル。1 塩化物～10 塩化物、全 209 種類の化合物が存在する。

(61) TeCBs: テトラクロロビフェニル

(62) PeCBs: ペンタクロロビフェニル

(63) HxCBs: ヘキサクロロビフェニル

(64) HpCBs: ヘプタクロロビフェニル

(65) DL-PCB: DL は、dioxin-like(ダイオキシン様)の略である。従来は、コプラナーPCB (Co-PCBs)と呼ばれていたが、JIS K 0312 の改正に伴い、DL-PCB と改められた。ポリクロロビフェニル(PCBs)の中で TEF を持つ 12 化合物を指す。オルト位(ortho position: 2,2',6 及び 6')に置換塩素を持たない化合物(ノンオルト体)及びオルト位に置換塩素が 1 個ある化合物(モノオルト体)がある。なお、一般的に諸外国では、ノンオルト体のみをコプラナーPCB (Co-PCBs)と呼んでいる。

(ア)ノンオルト体

3,3',4,4'-テトラクロロビフェニル[3,3',4,4'-TeCB (IUPAC No.77)]
3,4,4',5-テトラクロロビフェニル[3,4,4',5-TeCB (IUPAC No.81)]
3,3',4,4',5-ペンタクロロビフェニル[3,3',4,4',5-PeCB (IUPAC No.126)]
3,3',4,4',5,5'-ヘキサクロロビフェニル[3,3',4,4',5,5'-HxCB (IUPAC No.169)]

(イ)モノオルト体

2,3,3',4,4'-ペンタクロロビフェニル[2,3,3',4,4'-PeCB (IUPAC No.105)]
2,3,4,4',5-ペンタクロロビフェニル[2,3,4,4',5-PeCB (IUPAC No.114)]
2,3',4,4',5-ペンタクロロビフェニル[2,3',4,4',5-PeCB (IUPAC No.118)]

2',3,4,4',5-ペンタクロロビフェニル[2',3,4,4',5-PeCB (IUPAC No.123)]

2,3,3',4,4',5-ヘキサクロロビフェニル[2,3,3',4,4',5-HxCB (IUPAC No.156)]

2,3,3',4,4',5'-ヘキサクロロビフェニル[2,3,3',4,4',5'-HxCB (IUPAC No.157)]

2,3',4,4',5,5'-ヘキサクロロビフェニル[2,3',4,4',5,5'-HxCB (IUPAC No.167)]

2,3,3',4,4',5,5'-ヘプタクロロビフェニル[2,3,3',4,4',5,5'-HpCB (IUPAC No.189)]

(66) EI: 電子衝撃イオン化法。MS のイオン化法の一つで、ガス状の化合物に電子をぶつけて目的成分をイオン化させる方法。

(67) IUPAC: International Union of Pure and Applied Chemistry (国際純正及び応用化学連合)

(68) MS: Mass spectrometer。質量分析計。

(69) ND: Not detected。検出下限未満。

(70) RRF: 相対感度係数(Relative Response Factor)。標準溶液を GC/MS 測定し、IS 及び Native それぞれの濃度とピーク面積の関係から求められる係数。検量線の傾きに相当する。

(71) SIM: 選択イオン検出。GC/MS で特定の質量電荷比のイオンを選んで測定する方法。

(72) S/N 比: GC/MS 測定におけるピークの信号強度(S: signal)とノイズ(N: noise)の比率。

(73) STD: Standard の略で標準物質のこと。

(74) TEF→毒性等価係数

(75) TEQ→毒性等量

(76) WHO: World Health Organization の略。世界保健機関。

別添－1

ダイオキシン類品質管理報告書
提出様式

①検体の情報

試料媒体	水質
地点番号	
管理番号(事務局使用欄)	
調査の種類	実態調査
水系名	
河川名	
調査地点	
調査地点(緯度・経度)	
採取日(開始日)	
採取日(終了日)	
試料形態, 分画条件の画分など	
都道府県名	
実施主体	国土交通省
担当地方整備局	
受託機関名称(試料採取)	
受託機関名称(測定分析)	
試料採取機関名称	
測定分析機関名称	
対応する操作ブランク試験の名称	
試料容器ブランク試験の名称	
対応する検量線の名称	
この冊子の総ページ数	

①検体の情報2

試料媒体	水質
------	----

地点番号	
------	--

	前日の天候	
	採取時の天候	
水質	採取位置	
	採取水深(m)	
	測定試料量(水質:L)	
	状態(色)	
	状態(濁り)	
	状態(臭気) ①	
	②	
	水温(°C)	
	pH	
	SS(mg/L)	
底質	測定試料量(底質:g)	
	状態(堆積物、砂、泥等の別)	
	状態(色)	
	強熱減量(%)	

4~6塩素化合物の定量に用いたカラム	①	
	②	
	③	
7,8塩素化合物の定量に用いたカラム	①	
	②	
	③	
DL-PCBの定量に用いたカラム	①	
	②	
	③	

②測定分析結果

試料媒体		水質							
地点番号									
化合物の名称等	検出下限 (pg/L)	定量下限 (pg/L)	実測濃度 (pg/L)	TEF	毒性等量 (pg-TEQ/L)	塩素同位体比	回収率		
							(%)	判定	
P C D D s	1,3,6,8-TeCDD	0.03	0.1		-	-	-	-	
	1,3,7,9-TeCDD	0.03	0.1		-	-	-	-	
	2,3,7,8-TeCDD	0.03	0.1		1			-	
	TeCDDs	-	-		-	-		-	
	1,2,3,7,8-PeCDD	0.03	0.1		1			-	
	PeCDDs	-	-		-	-		-	
	1,2,3,4,7,8-HxCDD	0.07	0.23		0.1			-	
	1,2,3,6,7,8-HxCDD	0.07	0.23		0.1			-	
	1,2,3,7,8,9-HxCDD	0.07	0.23		0.1			-	
	HxCDDs	-	-		-	-		-	
	1,2,3,4,6,7,8-HpCDD	0.07	0.23		0.01			-	
	HpCDDs	-	-		-	-		-	
	OCDD	0.2	0.7		0.0003			-	
	Total PCDDs	-	-		-	-		-	
P C D F s	1,2,7,8-TeCDF	0.03	0.1		-	-	-	-	
	2,3,7,8-TeCDF	0.03	0.1		0.1			-	
	TeCDFs	-	-		-	-		-	
	1,2,3,7,8/1,2,3,4,8-PeCDF	0.03	0.1		0.03			-	
	2,3,4,7,8-PeCDF	0.03	0.1		0.3			-	
	PeCDFs	-	-		-	-		-	
	1,2,3,4,7,8/1,2,3,4,7,9-HxCDF	0.07	0.23		0.1			-	
	1,2,3,6,7,8-HxCDF	0.07	0.23		0.1			-	
	1,2,3,7,8,9-HxCDF	0.07	0.23		0.1			-	
	2,3,4,6,7,8-HxCDF	0.07	0.23		0.1			-	
	HxCDFs	-	-		-	-		-	
	1,2,3,4,6,7,8-HpCDF	0.07	0.23		0.01			-	
	1,2,3,4,7,8,9-HpCDF	0.07	0.23		0.01			-	
	HpCDFs	-	-		-	-		-	
OCDF	0.2	0.5		0.0003			-		
Total PCDFs	-	-		-	-		-		
Total (PCDDs+PCDFs)	-	-		-	-		-		
DL P C B	3,3',4,4'-TeCB (#77)	0.07	0.23		0.0001			-	
	3,4,4',5'-TeCB (#81)	0.07	0.23		0.0003			-	
	3,3',4,4',5'-PeCB (#126)	0.07	0.23		0.1			-	
	3,3',4,4',5,5'-HxCB (#169)	0.07	0.23		0.03			-	
	Total non-ortho PCBs	-	-		-	-		-	
	2,3,3',4,4'-PeCB (#105)	0.07	0.23		0.00003			-	
	2,3,4,4',5'-PeCB (#114)	0.07	0.23		0.00003			-	
	2,3',4,4',5'-PeCB (#118)	0.07	0.23		0.00003			-	
	2',3,4,4',5'-PeCB (#123)	0.07	0.23		0.00003			-	
	2,3,3',4,4',5'-HxCB (#156)	0.07	0.23		0.00003			-	
	2,3,3',4,4',5'-HxCB (#157)	0.07	0.23		0.00003			-	
	2,3',4,4',5,5'-HxCB (#167)	0.07	0.23		0.00003			-	
	2,3,3',4,4',5,5'-HpCB (#189)	0.07	0.23		0.00003			-	
	Total mono-ortho PCBs	-	-		-	-		-	
Total DL-PCB	-	-		-	-		-		
Total (PCDDs + PCDFs + DL-PCBs)	-	-		-	-		-		

②塩素同位体比の説明

試料媒体	水質
地点番号	

説明

③使用内標準物質

試料媒体		水質				
地点番号						
クリーンアップスパイク/ シリンジスパイクの別	識別 記号	化合物の名称	使用した 化合物に ●	添加絶対量(μg)	回収率の計算 に使用した シリンジスパイク の識別記号	
クリーンアップスパイク	1	13C-2,3,7,8-TeCDD		-	-	
	2	13C-1,2,3,7,8-PeCDD		-	-	
	3	13C-1,2,3,4,7,8-HxCDD		-	-	
	4	13C-1,2,3,6,7,8-HxCDD		-	-	
	5	13C-1,2,3,7,8,9-HxCDD		-	-	
	6	13C-1,2,3,4,6,7,8-HpCDD		-	-	
	7	13C-OCDD		-	-	
	8	13C-2,3,7,8-TeCDF		-	-	
	9	13C-1,2,3,7,8-PeCDF		-	-	
	10	13C-2,3,4,7,8-PeCDF		-	-	
	11	13C-1,2,3,4,7,8-HxCDF		-	-	
	12	13C-1,2,3,6,7,8-HxCDF		-	-	
	13	13C-1,2,3,7,8,9-HxCDF		-	-	
	14	13C-2,3,4,6,7,8-HxCDF		-	-	
	15	13C-1,2,3,4,6,7,8-HpCDF		-	-	
	16	13C-1,2,3,4,7,8,9-HpCDF		-	-	
	17	13C-OCDF		-	-	
	18	13C-3,3',4,4'-TeCB (#77)		-	-	
	19	13C-3,4,4',5'-TeCB (#81)		-	-	
	20	13C-3,3',4,4',5'-PeCB (#126)		-	-	
	21	13C-3,3',4,4',5,5'-HxCB (#169)		-	-	
	22	13C-2,3,3',4,4'-PeCB (#105)		-	-	
	23	13C-2,3,4,4',5'-PeCB (#114)		-	-	
	24	13C-2,3',4,4',5'-PeCB (#118)		-	-	
	25	13C-2',3,4,4',5'-PeCB (#123)		-	-	
	26	13C-2,3,3',4,4',5'-HxCB (#156)		-	-	
	27	13C-2,3,3',4,4',5'-HxCB (#157)		-	-	
	28	13C-2,3',4,4',5,5'-HxCB (#167)		-	-	
	29	13C-2,3,3',4,4',5,5'-HpCB (#189)		-	-	
		30			-	-
		31			-	-
		32			-	-
		33			-	-
		34			-	-
		35			-	-
		36			-	-
		37			-	-
		38			-	-
		39			-	-
		40			-	-
シリンジスパイク	A			-	-	
	B			-	-	
	C			-	-	
	D			-	-	
	E			-	-	
	F			-	-	
	G			-	-	
	H			-	-	
	I			-	-	
	J			-	-	
	K			-	-	
	L			-	-	

④回収率 (PCDDs, PCDFs)

試料媒体	水質
-------------	-----------

地点番号	
-------------	--

化合物の名称等	各測定条件(Injection)の回収率					判定
	条件Ⅰ (%)	条件Ⅱ (%)	条件Ⅲ (%)	条件Ⅳ (%)	条件Ⅴ (%)	

PCDDs (化合物)

P	2,3,7,8-TeCDD										
C	1,2,3,7,8-PeCDD										
D	1,2,3,4,7,8-HxCDD										
D	1,2,3,6,7,8-HxCDD										
s	1,2,3,7,8,9-HxCDD										
	1,2,3,4,6,7,8-HpCDD										
	OCDD										
	1,3,6,8-TeCDD										

PCDFs (化合物)

P	2,3,7,8-TeCDF										
C	1,2,3,7,8-PeCDF										
D	2,3,4,7,8-PeCDF										
D	1,2,3,4,7,8-HxCDF										
F	1,2,3,6,7,8-HxCDF										
s	1,2,3,7,8,9-HxCDF										
	2,3,4,6,7,8-HxCDF										
	1,2,3,4,6,7,8-HpCDF										
	1,2,3,4,7,8,9-HpCDF										
	OCDF										

PCDDs (同族体)

	TeCDDs	
P	PeCDDs	
C	HxCDDs	
D	HpCDDs	
D	OCDD	
s	PCDDs	

PCDFs (同族体)

	TeCDFs	
P	PeCDFs	
C	HxCDFs	
D	HpCDFs	
F	OCDF	
s	PCDFs	

PCDDs, PCDFs	
--------------	--

④回収率 (DL-PCB)

試料媒体	水質
-------------	-----------

地点番号	
-------------	--

化合物の名称等	各測定条件(Injection)の回収率					判定
	条件 I (%)	条件 II (%)	条件 III (%)	条件 IV (%)	条件 V (%)	

DL-PCB(ortho位別)

non-ortho	3,3',4,4'-TeCB (#77)										
	3,4,4',5'-TeCB (#81)										
	3,3',4,4',5'-PeCB (#126)										
	3,3',4,4',5,5'-HxCB (#169)										
mono-ortho	2,3,3',4,4'-PeCB (#105)										
	2,3,4,4',5'-PeCB (#114)										
	2,3',4,4',5'-PeCB (#118)										
	2',3,4,4',5'-PeCB (#123)										
	2,3,3',4,4',5'-HxCB (#156)										
	2,3,3',4,4',5'-HxCB (#157)										
	2,3',4,4',5,5'-HxCB (#167)										
	2,3,3',4,4',5,5'-HpCB (#189)										

DL-PCB(塩素数別)

TeCBs	3,3',4,4'-TeCB (#77)										
	3,4,4',5'-TeCB (#81)										
PeCBs	2,3,3',4,4'-PeCB (#105)										
	2,3,4,4',5'-PeCB (#114)										
	2,3',4,4',5'-PeCB (#118)										
	2',3,4,4',5'-PeCB (#123)										
HxCBs	3,3',4,4',5'-PeCB (#126)										
	2,3,3',4,4',5'-HxCB (#156)										
	2,3,3',4,4',5'-HxCB (#157)										
HpCBs	2,3',4,4',5,5'-HxCB (#167)										
	3,3',4,4',5,5'-HxCB (#169)										
	2,3,3',4,4',5,5'-HpCB (#189)										

DL-PCB(同族体)

TeCBs	
PeCBs	
HxCBs	
HpCBs	

DL-PCB	
--------	--

non-ortho PCBs	
mono-ortho PCBs	

④回収率の説明

試料媒体	水質
地点番号	

説明

⑤ 定量に用いた内標準物質

試料媒体	水質
------	----

地点番号	
------	--

	化合物の名称等	定量に使用した内標準物質	識別番号	化合物の名称
P C D D s	1,3,6,8-TeCDD		1	13C-2,3,7,8-TeCDD
	1,3,7,9-TeCDD		2	13C-1,2,3,7,8-PeCDD
	2,3,7,8-TeCDD		3	13C-1,2,3,4,7,8-HxCDD
	TeCDDs		4	13C-1,2,3,6,7,8-HxCDD
	1,2,3,7,8-PeCDD		5	13C-1,2,3,7,8,9-HxCDD
	PeCDDs		6	13C-1,2,3,4,6,7,8-HpCDD
	1,2,3,4,7,8-HxCDD		7	13C-OCDD
	1,2,3,6,7,8-HxCDD		8	13C-2,3,7,8-TeCDF
	1,2,3,7,8,9-HxCDD		9	13C-1,2,3,7,8-PeCDF
	HxCDDs		10	13C-2,3,4,7,8-PeCDF
	1,2,3,4,6,7,8-HpCDD		11	13C-1,2,3,4,7,8-HxCDF
	HpCDDs		12	13C-1,2,3,6,7,8-HxCDF
	OCDD		13	13C-1,2,3,7,8,9-HxCDF
P C D F s	1,2,7,8-TeCDF		14	13C-2,3,4,6,7,8-HxCDF
	2,3,7,8-TeCDF		15	13C-1,2,3,4,6,7,8-HpCDF
	TeCDFs		16	13C-1,2,3,4,7,8,9-HpCDF
	1,2,3,7,8-PeCDF		17	13C-OCDF
	2,3,4,7,8-PeCDF		18	13C-3,3',4,4'-TeCB (#77)
	PeCDFs		19	13C-3,4,4',5'-TeCB (#81)
	1,2,3,4,7,8-HxCDF		20	13C-3,3',4,4',5'-PeCB (#126)
	1,2,3,6,7,8-HxCDF		21	13C-3,3',4,4',5,5'-HxCB (#169)
	1,2,3,7,8,9-HxCDF		22	13C-2,3,3',4,4'-PeCB (#105)
	2,3,4,6,7,8-HxCDF		23	13C-2,3,4,4',5'-PeCB (#114)
	HxCDFs		24	13C-2,3',4,4',5'-PeCB (#118)
	1,2,3,4,6,7,8-HpCDF		25	13C-2',3,4,4',5'-PeCB (#123)
	1,2,3,4,7,8,9-HpCDF		26	13C-2,3,3',4,4',5'-HxCB (#156)
HpCDFs		27	13C-2,3,3',4,4',5'-HxCB (#157)	
OCDF		28	13C-2,3',4,4',5,5'-HxCB (#167)	
DL P C B	3,3',4,4'-TeCB (#77)		29	13C-2,3,3',4,4',5,5'-HpCB (#189)
	3,4,4',5'-TeCB (#81)		30	
	3,3',4,4',5'-PeCB (#126)		31	
	3,3',4,4',5,5'-HxCB (#169)		32	
	2,3,3',4,4'-PeCB (#105)		33	
	2,3,4,4',5'-PeCB (#114)		34	
	2,3',4,4',5'-PeCB (#118)		35	
	2',3,4,4',5'-PeCB (#123)		36	
	2,3,3',4,4',5'-HxCB (#156)		37	
	2,3,3',4,4',5'-HxCB (#157)		38	
2,3',4,4',5,5'-HxCB (#167)		39		
2,3,3',4,4',5,5'-HpCB (#189)		40		

⑥このInjectionの説明(条件 I)

試料媒体	水質
地点番号	
分析方法フローシートとの連鎖	
Injection List との連鎖	
測定条件(Injection)名	条件 I

説明

--

⑦クロマトグラム(条件 I)

試料媒体	水質
地点番号	
Injection List との連鎖	

説明

⑧塩素同位体比

試料媒体	水質
-------------	-----------

地点番号	
-------------	--

	化合物の名称等	①		②		①②から求めた塩素同位体比	理論塩素同位体比	理論比からのずれ(%)	判定
		モニターイオン	ピーク面積	モニターイオン	ピーク面積				
P C D D s	2,3,7,8-TeCDD								
	1,2,3,7,8-PeCDD								
	1,2,3,4,7,8-HxCDD								
	1,2,3,6,7,8-HxCDD								
	1,2,3,7,8,9-HxCDD								
	1,2,3,4,6,7,8-HpCDD								
	OCDD								
P C D F s	2,3,7,8-TeCDF								
	1,2,3,7,8-PeCDF								
	2,3,4,7,8-PeCDF								
	1,2,3,4,7,8-HxCDF								
	1,2,3,6,7,8-HxCDF								
	1,2,3,7,8,9-HxCDF								
	2,3,4,6,7,8-HxCDF								
	1,2,3,4,6,7,8-HpCDF								
	1,2,3,4,7,8,9-HpCDF								
		OCDF							
DL P C B	3,3',4,4'-TeCB (#77)								
	3,4,4',5'-TeCB (#81)								
	3,3',4,4',5'-PeCB (#126)								
	3,3',4,4',5,5'-HxCB (#169)								
	2,3,3',4,4'-PeCB (#105)								
	2,3,4,4',5'-PeCB (#114)								
	2,3',4,4',5'-PeCB (#118)								
	2',3,4,4',5'-PeCB (#123)								
	2,3,3',4,4',5'-HxCB (#156)								
	2,3,3',4,4',5'-HxCB (#157)								
	2,3',4,4',5,5'-HxCB (#167)								
	2,3,3',4,4',5,5'-HpCB (#189)								

(その他)

化合物の名称等	判定
TeCDDs	
PeCDDs	
HxCDDs	
HpCDDs	
TeCDFs	
PeCDFs	
HxCDFs	
HpCDFs	

⑨ 検算シート

試料媒体	水質
地点番号	

試料量(L)	
PCDDs/DFs	:
non-ortho PCBs	:
mono-ortho PCBs	:

①

化合物の名称等	D 粗抽出液 分割割合	ピーク面積		Qcsi 内標準物質 添加量 (ng)	定量化に 使用した カーブ スライク	RRFcs	Ci 計算値 (ng/L)	BL 操作フランク値 (ng/L)	Ci-BL 補正值 (ng/L)	RRFs	Dcsi IS添加後の 試料分割 割合	回収率の 計算に 使用した シグナスハイク	回収率 (%)	
		Asi 測定対象物質	Acsi 内標準物質											
PCDDs	1	2,3,7,8-TeCDD	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	
	2	1,2,3,7,8-PeCDD	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	
	3	1,2,3,4,7,8-HxCDD	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	
	4	1,2,3,6,7,8-HxCDD	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	
	5	1,2,3,7,8,9-HxCDD	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	
	6	1,2,3,4,6,7,8-HpCDD	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	
PCDFs	7	OCDF	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	
	8	2,3,7,8-TeCDF	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	
	9	1,2,3,7,8-PeCDF	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	
	10	2,3,4,7,8-PeCDF	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	
	11	1,2,3,4,7,8-HxCDF	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	
	12	1,2,3,6,7,8-HxCDF	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	
	13	1,2,3,7,8,9-HxCDF	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	
	14	2,3,4,6,7,8-HxCDF	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	
	15	1,2,3,4,6,7,8-HpCDF	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	
	16	1,2,3,4,7,8,9-HpCDF	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	
	17	OCDF	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	
	DL-PCB	18	3,3',4,4'-TeCB (#77)	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-
		19	3,4,4',5'-TeCB (#81)	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-
20		3,3',4,4',5'-PeCB (#126)	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	
21		3,3',4,4',5',5'-HxCB (#169)	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	
22		2,3,3',4,4'-PeCB (#105)	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	
23		2,3,4,4',5'-PeCB (#114)	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	
24		2,3',4,4',5'-PeCB (#118)	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	
25		2,3,4,4',5'-PeCB (#123)	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	
26		2,3,3',4,4',5'-HxCB (#156)	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	
27		2,3,3',4,4',5'-HxCB (#157)	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	
28		2,3',4,4',5',5'-HxCB (#167)	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	
29		2,3,3',4,4',5,5'-HpCB (#189)	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	
シグナスハイク			化合物の名称等	Arsi ピーク面積		Qarsi 添加量(ng)								
	A													
	B													
	C													
	D													
	E													
	F													
	G													
	H													
	I													
	J													
	K													
L														

「計算方法について使用した方法にチェックして下さい。」

- 片方のモニタリングイオンを使用
- 両方のモニタリングイオンのピーク面積値の平均値を使用
- 両方のモニタリングイオンのピーク面積値の和を使用
- 両方のモニタリングイオンから求めた計算値の平均値を使用
- 全て半入力

②

化合物の名称等	D 粗抽出液 分離割合	ピーク面積		Qesi 内標準物質添 加量 (pg)	定量に 使用した クリーンアップ スライク	RRFcs	Ci 計算値 (pg/L)	BL 操作フランク値 (pg/L)	Ci-BL 補正值 (pg/L)	RRFts	Desi IS添加後の 試料分割 割合	回収率の 計算に 使用した スリクスライク	回収率 (%)	
		Ai 測定対象物質	Aesi 内標準物質											
PCDDs	1	2,3,7,8-TeCDD		-										
	2	1,2,3,7,8-PeCDD		-										
	3	1,2,3,4,7,8-HxCDD		-										
	4	1,2,3,6,7,8-HxCDD		-										
	5	1,2,3,7,8,9-HxCDD		-										
	6	1,2,3,4,6,7,8-HpCDD		-										
PCDFs	7	OCDF		-										
	8	2,3,7,8-TeCDF		-										
	9	1,2,3,7,8-PeCDF		-										
	10	2,3,4,7,8-PeCDF		-										
	11	1,2,3,4,7,8-HxCDF		-										
	12	1,2,3,6,7,8-HxCDF		-										
	13	1,2,3,7,8,9-HxCDF		-										
	14	2,3,4,6,7,8-HxCDF		-										
	15	1,2,3,4,6,7,8-HpCDF		-										
	16	1,2,3,4,7,8,9-HpCDF		-										
	17	OCDF		-										
	DL-PCB	18	3,3',4,4'-TeCB (#77)		-									
		19	3,4,4',5'-TeCB (#81)		-									
20		3,3',4,4',5'-PeCB (#126)		-										
21		3,3',4,4',5,5'-HxCB (#169)		-										
22		2,3,3',4,4'-PeCB (#105)		-										
23		2,3,4,4',5'-PeCB (#114)		-										
24		2,3,4,4',5'-PeCB (#118)		-										
25		2,3,4,4',5'-PeCB (#123)		-										
26		2,3,3',4,4',5'-HxCB (#156)		-										
27		2,3,3',4,4',5'-HxCB (#157)		-										
28		2,3,3',4,4',5,5'-HxCB (#167)		-										
29		2,3,3',4,4',5,5'-HpCB (#189)		-										
スリクスライク		化合物の名称等		Qesi 内標準物質 添加量(pg)										
	A													
	B													
	C													
	D													
	E													
	F													
	G													
	H													
	I													
	J													
	K													
L														

③

化合物の名称等	D 粗抽出液 分割割合	ピーク面積		Qesi 内標準物質添 加量 (pg)	定量に 使用した クリーンアップ スライク	RRFes	Ci 計算値 (pg/L)	BL 操作フランク値 (pg/L)	Ci-BL 補正值 (pg/L)	RRFfs	Desi IS添加後の 試料分割 割合	回収率の 計算に 使用した スリクスライク	回収率 (%)	
		Ai 測定対象物質	Asi 内標準物質											
PCDDs	1	2,3,7,8-TeCDD			-									
	2	1,2,3,7,8-PeCDD			-									
	3	1,2,3,4,7,8-HxCDD			-									
	4	1,2,3,6,7,8-HxCDD			-									
	5	1,2,3,7,8,9-HxCDD			-									
	6	1,2,3,4,6,7,8-HpCDD			-									
	7	OCDD			-									
	PODFs	8	2,3,7,8-TeCDF			-								
		9	1,2,3,7,8-PeCDF			-								
10		2,3,4,7,8-PeCDF			-									
11		1,2,3,4,7,8-HxCDF			-									
12		1,2,3,6,7,8-HxCDF			-									
13		1,2,3,7,8,9-HxCDF			-									
14		2,3,4,6,7,8-HxCDF			-									
15		1,2,3,4,6,7,8-HpCDF			-									
16		1,2,3,4,7,8,9-HpCDF			-									
DL-PCB	17	OCDF			-									
	18	3,3',4,4'-TeCB (#77)			-									
	19	3,4,4',5'-TeCB (#81)			-									
	20	3,3',4,4',5'-PeCB (#126)			-									
	21	3,3',4,4',5,5'-HxCB (#169)			-									
	22	2,3,3',4,4'-PeCB (#105)			-									
	23	2,3,4,4',5'-PeCB (#114)			-									
	24	2,3,4,4',5'-PeCB (#118)			-									
	25	2,3,4,4',5'-PeCB (#123)			-									
	26	2,3,3',4,4',5'-HxCB (#156)			-									
	27	2,3,3',4,4',5'-HxCB (#157)			-									
	28	2,3,4,4',5,5'-HxCB (#167)			-									
	29	2,3,3',4,4',5,5'-HxCB (#189)			-									
スリクスライク		化合物の名称等	Arsi ピーク面積		Qesi 添加量(pg)									
	A													
	B													
	C													
	D													
	E													
	F													
	G													
	H													
	I													
	J													
	K													
L														

④その他検算に関する説明

説明

--

別添－2

ダイオキシン類品質管理報告書
提出様式の作成方法

1 概要

品質管理報告書提出様式(電子版)は、入力された値の内容に矛盾や規格の逸脱があれば指摘し、必要な情報が満足していない場合は出力できないように作成されており、ダイオキシン類測定分析結果の品質管理を行う上で、必要な情報を満足した品質管理報告書を作成することが可能です。

2 特長

- 入力規制機能
入力値の矛盾がないよう基本的な規制をかけています。
検出下限より小さい値は **ND** に置き換え、数値項目への数値以外の文字入力の禁止等があります。
- エラーチェック機能
値の入力後、入力値の空白や数値の矛盾等の最終的なチェックを行い、レポート出力しません。
- 提出用印刷機能
エラーチェックで問題がなければ、値が入力されている全てのワークシートを、一括印刷することができます。

3 動作条件

本様式は **Excel 2010** 以降で動作します。
Excel のインストールされたパソコンを使用してください。
※**Excel** は、**Microsoft Excel** の略称として表記しています。

4 使用方法

本様式は、**Excel** のテンプレートファイルです。「ダイオキシン類品質管理報告書提出様式.xltm」を **Excel** から開いて使用してください。必ず **Excel** のマクロを有効にしてください。マクロを有効にしない場合は正しく動作いたしません。

※テンプレートファイルの詳細につきましては、**Excel** の取扱説明書を参照してください。

5. 入力方法の説明

5.1 全体

(1) シートの構成

シートは①～⑨まであります。

①～⑤及び⑧～⑨は 1 検体につき 1 セット、⑥～⑦は各測定条件につき 1 セット必要です。

(2) セル色の説明

セルの色は以下のように設定されていますが、実際の印刷は白黒で行ってください。

[緑]——入力可能(必須)

[桃]——プルダウンメニューから選択(必須)

[黄]——ほかの入力値を参照し自動入力(手入力不可)

[青]——自動で計算(手入力不可)

[灰]——入力可能(必要な場合のみ)

(3) ファイル名の付け方

1 検体につき 1 ファイルとして作成し、ファイル名を次のように付けてください。

(例) W001 秋 00U-1-分析機関-1

(a) (b) (c) (d) (e) (f) (g)

(a) 媒体：水質の場合は“W”、底質の場合は“M”としてください。

(b) 地点番号：発注者より指示される調査地点の番号(3けたの数字)を入力してください。ブランク試験の場合は“000”を入力してください。

(c) 調査種別：実態調査の場合は、調査時期が明らかとなるように、“春”、“夏”、“秋”、“冬”より1つ選んで入力してください。実態調査以外の調査の場合は“Z”を入力してください。

(d) 試料採取層：実態調査の場合は“00U”としてください。

(e) 検体情報：試料の場合は“1”、二重測定の場合は“2”、操作ブランクの場合は“SBL”、試料容器ブランクの場合は“BBL”としてください。

(f) 機関名略称：測定分析機関名の略称を全角4文字で入力してください。

(g) データバージョン：報告値の訂正等がある場合、1けた整数で提出順に入れてください。

[注] 全角 4 文字で示す機関名略称及び季節名以外は全て半角としてください。

5.2 『①検体の情報』の入力方法

(1) 試料媒体

プルダウンメニューから選択してください。

(2) 地点番号

ファイル名に使用した地点番号とその後に季節名を付けてください(例:450 春)。

- (3) **管理番号(事務局使用欄)**
記入しなくて結構です。
- (4) **調査の種類**
“実態調査”と入力してください。
- (5) **水系名**
水系名を入力してください。
- (6) **河川名**
河川名を入力してください。
- (7) **調査地点**
調査地点名を入力してください。また、緯度・経度も世界測地系及び 60 進法で入力してください。
- (8) **採取日**
試料採取開始及び終了年月日を入力してください。2 日にまたがらない場合は採取開始日のみで結構です。
- (9) **試料形態、分画条件の画分など**
“－”と入力してください。
- (10) **都道府県名**
試料を採取した都道府県名を入力してください。
- (11) **実施主体**
“国土交通省”と入力されていますので、変更しないでください。
- (12) **担当地方整備局**
担当地方整備局名を入力してください。
- (13) **受託機関名称(試料採取)**
試料採取に係る契約機関名を入力してください。
- (14) **受託機関名称(測定分析)**
測定分析にかかわる契約機関名を入力してください。
- (15) **試料採取機関名称**
実際に試料採取を行った機関名を入力してください。機関の識別が可能なように事業所名や部門名等まで入力してください。
- (16) **測定分析機関名称**
前処理から GC/MS 測定を行った機関名を入力してください。機関の識別が可能なように事業所名や部門名等まで入力してください。
- (17) **対応する操作ブランク試験の名称**
対応する操作ブランク試験の名称を入力してください。
- (18) **試料容器ブランク試験の名称**
この検体の評価に関する試料容器ブランク試験の名称を入力してください。底質調査の場合には存在しませんので、“底質調査のため、試料容器ブランクなし”と入力し

てください。

(19) 対応する検量線の名称

対応する検量線の名称を入力してください。

(20) この冊子の総ページ数

クロマトグラム等、電子ファイル以外の資料を含んだ品質管理報告書(印刷物)の総ページ数(最終ページの番号)を入力してください。なお、印刷物には必ずページ番号を打ってください。

(21) 前日の天候

調査前日の主な天候について、「晴、曇、雨、大雨、雪」より1つ選んで入力してください。

(22) 採取時の天候

調査当日の主な天候について、「晴、曇、雨、大雨、雪」より1つ選んで入力してください。

(23) 採取位置

試料の採取位置について、河川の場合は「流心(中央)、左岸、右岸、左岸・右岸の混合、左岸・流心・右岸の混合」から、湖や海の場合は「上層(表層)、中層、下層、上層・下層の混合、上層・中層の混合、中層・下層の混合、上層・中層・下層の混合」より1つ選んで入力してください。水質試料のみ入力してください。

(24) 採取水深

試料を採取した水深を0.1 m単位で入力してください。水質試料のみ入力してください。

(25) 測定試料量(水質)

前処理に使用した水質試料量を0.1 L単位で入力してください。

※一部異性体について別途再分析した結果を用いた際は「・・・のみ〇〇L」等但し書きをしてください。

(26) 状態(色)

採取した試料の色を水質試料、底質試料ともに入力してください。

(27) 状態(濁り)

採取した試料の濁りについて、「無、ややある、多い」より1つのみ選んで入力してください。水質試料のみ入力してください。

(28) 状態(臭気)

採取した試料の臭気について、①臭気の種類に関して「無臭、芳香性臭気、植物性臭気、土臭気・かび臭、魚貝臭、薬品性臭気、金属性臭気、腐敗性臭気、不快臭、その他」、②臭気の強弱に関して「無、微、中、強」よりそれぞれ1つ選んで入力してください。水質試料のみ入力してください。

(29) 水温

採取した試料の水温を0.1℃単位で入力してください。水質試料のみ入力してください。

い。

(30) **pH**

採取した試料の pH を 0.1 単位で入力してください。水質試料のみ入力してください。

(31) **SS**

採取した試料の SS を 1 mg/L 単位で入力してください。水質試料のみ入力してください。

(32) **測定試料量(底質)**

前処理に使用した底質試料(乾泥)量を 0.1 g 単位で入力してください。

※一部異性体について別途再分析した結果を用いた際は「・・・のみ〇〇g」等但し書きをしてください。

(33) **状態(堆積物、砂、泥等の別)**

採取した試料の状態(性状)について、「小石混じり砂、砂、シルト混じり砂、砂混じりシルト、シルト」より 1 つのみ選んで入力してください。底質試料のみ入力してください。

(34) **強熱減量**

強熱減量を 0.1% 単位で入力してください。底質試料のみ入力してください。

(35) **測定に使用したカラム**

測定に使用したカラムについて記入してください。複数記入してもかまいません。『測定対象化合物と GC/MS 測定分析条件』と整合性が取れるようにしてください。

5.3 『②測定分析結果』の入力方法

(1) **化合物の名称等**

TEF を持つ 2,3,7,8-位塩素置換異性体(17 化合物)及び DL-PCB(12 化合物)がほかの異性体と溶出時間がほぼ同一で分離していない場合、その異性体名を“化合物の名称等”欄に加筆してください。

(2) **検出下限**

試料媒体を切り替えると自動で入力されます。

(3) **定量下限**

試料媒体を切り替えると自動で入力されます。

(4) **実測濃度**

実測濃度を有効数字 2 けたで入力してください(数値の丸め方は JIS Z 8401 に従ってください)。検出下限以上定量下限以下の数値は自動でカッコが付きます。検出下限未満の数値は“0(ゼロ)”と入力してください(自動的に ND と表示されます)。

(5) **毒性等量**

自動で計算されます。

実測濃度が検出下限未満の場合は、試料における検出下限×1/2×TEF(WHO -2006)で計算されます。

(6) **塩素同位体比**

『⑧塩素同位体比』を参照して自動で入力されます。以下のような場合には、『②塩素同位体比の説明』に説明を記入してください。特に“×”がある場合は理由の記入がないと印刷が行えません。

(a) 塩素同位体比が規定範囲内でなかった理由により棄却した化合物対象となる化合物は次の通りです。

- ① 2,3,7,8-位塩素置換異性体(17化合物)
- ② TEF(WHO-2006)を持たないが個別定量する3化合物
(1,3,6,8-TeCDD、1,3,7,9-TeCDD、1,2,7,8-TeCDF)
- ③ DL-PCB(12化合物)

(b) 塩素同位体比が規定範囲内でなかった理由により棄却した化合物を含む項目対象となる項目は次の通りです。

- ① TeCDDs、PeCDDs、HxCDDs、HpCDDs、OCDD
- ② TeCDFs、PeCDFs、HxCDFs、HpCDFs、OCDF
- ③ Total PCDDs、Total PCDFs、Total (PCDDs+PCDFs)

(c) 塩素同位体比が規定範囲内でなかったが何らかの理由により定量した化合物対象となる化合物は次の通りです。実測濃度のセルには定量値を通常と同様に入力してください。

- ① 2,3,7,8-位塩素置換異性体(17化合物)
- ② TEF(WHO-2006)を持たないが個別定量する3化合物
(1,3,6,8-TeCDD、1,3,7,9-TeCDD、1,2,7,8-TeCDF)
- ③ DL-PCB(12化合物)

(d) 塩素同位体比が規定範囲内でなかったが何らかの理由により定量した化合物を含む項目対象となる項目は次の通りです。実測濃度のセルには定量値を通常と同様に入力してください。

- ① TeCDDs、PeCDDs、HxCDDs、HpCDDs、OCDD
- ② TeCDFs、PeCDFs、HxCDFs、HpCDFs、OCDF
- ③ Total PCDDs、Total PCDFs、Total (PCDDs+PCDFs)

(7) **回収率**

『④回収率』を参照して自動で入力されます。“×”がある場合には、『④回収率の説明』にその値を採用した、あるいは棄却した旨とその理由を記入してください。理由の記入がない場合、印刷を行えません。

5.4 『③使用内標準物質』の入力方法

(1) **化合物の名称**

一覧にない化合物を使用している場合は、クリーンアップスパイクについては識別記号30～40、シリンジスパイクについては識別記号C～Lに化合物の名称を

い。

(2) **使用した化合物に●**

デフォルトは●が選択されていますが、各化合物について使用していない場合はプルダウンメニューから空欄を選択してください。

(3) **添加絶対量**

内標準物質の添加絶対量を pg 単位で入力してください。

(4) **回収率の計算に使用したシリンジスパイクの識別記号**

回収率の計算に使用したシリンジスパイクの識別記号をプルダウンメニューから選択してください。

5.5 『④回収率』の入力方法

(1) **各測定条件(Injection)の回収率**

複数の測定条件を用いて定量を行っている場合、その条件ごとの回収率を入力してください。各測定条件の回収率の条件名は『⑥この Injection の説明』の測定条件(Injection)名と関連付けてください。報告値として採用した化合物について、右欄プルダウンメニューから●を選択してください。一覧にない化合物については灰色部分に化合物の名称等を入力し、必要事項を入力してください。

【入力規制】 3 けたまでの整数のみ入力できます。

(2) **判定**

自動で行われます。

(3) ***** (同族体) (***: PCDDs、PCDFs、DL-PCB)**

自動で計算されます。

(4) **DL-PCB (塩素数別)**

DL-PCB (ortho 位別)を参照して自動で入力されます。

5.6 『⑤定量に用いた内標準物質』の入力方法

(1) **化合物の名称等**

一覧にない化合物を使用している場合は識別番号 30～40 に内標準物質の化合物の名称を入力してください。

(2) **定量に使用した内標準物質**

各化合物について定量に使用した内標準物質の識別番号をプルダウンメニューから選択してください。複数の識別番号を選択した場合は、定量に必要な項目についてそれらの化合物の平均を使用したものとします。“その他”を選択すると、マウスで識別番号を選択できるようになります。

5.7 『⑥この Injection の説明』の入力方法

複数の測定条件を用いて定量を行っている場合、その条件ごとに入力してください(シート

は条件 I～V まであります)。

(1) **分析方法フローシートとの連鎖**

どのフローシートのどのカラムクロマトグラフの分画フラクションに対するインジェクションであるかが分かるように、情報を入力してください。

(2) **Injection Listとの連鎖**

対応するインジェクションリスト名を入力してください。

(3) **測定条件(Injection)名**

条件I～Vが入力されています。

『④回収率』の“各測定条件(Injection)の回収率”と対応するようにしてください。

(4) **定量対象化合物**

この条件で定量した化合物の右欄プルダウンメニューから●を選択してください(測定した化合物ではありません)。

(5) **GCカラム名称**

プルダウンメニューから選択してください。“その他”を選択すると手入力可能となります。

(6) **説明**

同じ化合物を複数のGCカラムで測定している場合で、定量値として採用している測定が検体によって異なる場合や、検量線範囲の超過により別条件として再分析を実施した場合等には、その理由を“説明”欄に記入してください。

一部異性体について別途再分析した結果を用いた際は、内容が分かるように明記するとともに、「再分析時の試料量、粗抽出液分割割合及びクリーンアップスパイクの添加時期」を記入してください。

複合ピークから別条件で測定した単独ピークを差し引くことでTEFを持つ化合物を算出する場合、TEFを持たない化合物の定量に係る下記の情報を記入してください。(「⑨検算シート」等に詳細を記述している場合は、その旨及び参照先を記入してください。)

- TEFを持たない化合物の面積値(両チャンネル)
- 塩素同位体比の判定結果
- RRFcsの決定方法及び算出過程
- 実測濃度(②・・・の実測濃度)の算出過程

5.8 『⑦クロマトグラム』の入力方法

複数の測定条件で定量を行っている場合、その条件ごとに作成してください(シートは条件 I～V まであります)。特記事項があれば“説明”欄に記入してください。印刷物の場合のみ、このシートを表紙として使用し、下記事項に注意してクロマトグラムを作成し、添付してください。

- (1) クロマトグラムはA4サイズの中に最大5個までとしてください。縦横は問いません。綴じ代を考慮してください。
- (2) A4サイズ1枚にはTeCDDs等1つの同族体に含まれる測定質量電荷比のモニターとロックマスモニターを印刷してください。仕様ではNativeとLabeledに関して、それぞれ『2つ

以上』の質量数を測定することになっています。5つのクロマトグラムは、通常、Native 2つ、Labeled 2つ及びロックマスモニター1つとなります(各測定質量電荷比の順番は問いません)。

- (3) PeCDDs等に関して3つ以上の質量電荷比を測定した場合、定量に使用したモニターチャンネルと塩素同位体比チェックに使用したモニターチャンネルを印刷してください。定量に使用しなかったモニターチャンネルのクロマトグラムは不要です(ただし『MS測定分析条件』の表には入力しておいてください)。
- (4) 例えば、あるカラムで2,3,4,6,7,8-HxCDFのみを定量した場合、このカラムでの測定において得られたクロマトグラムに関してはHxCDFsのNative、Labeled、ロックマスモニターのみで結構です。ただし、印刷する時間軸や拡大の方法に関しては他と同様です。
- (5) 例えば、TeCDDsのクロマトグラムとTeCDFsのクロマトグラムでロックマスモニターが重複する場合もあるかと思いますが、この場合でも、対応するロックマスモニターは紙面1枚に必ず1つ入れるようにしてください。2つのロックマスモニターを使用している場合、一つのクロマトグラムの中に2つの応答を入れてください。
- (6) 同族体名称をクロマトグラム上に記入してください。『TeCDDs』、『HxCBs』、『5塩素Dioxin』、『6塩素PCB』等識別可能であれば表記方法は問いません。1枚の印刷物には1つの同族体のみが印刷されているはずですので、どれか1つのクロマトグラムに記入してあれば結構です。またNative、Labeled、ロックマスの別を記入してください。書式は問いません(『Native』、『¹³C』、『IS』、『ロックマスモニター』等表記方法は問いません)。
- (7) 1枚の印刷物中では、ロックマスモニターも含めてクロマトグラムの横軸(時間軸)は必ず同じにしてください。
- (8) クロマトグラムが見にくくなりますので、測定時間幅(データ取込時間幅)全域を印刷しないでください。その測定で定量した化合物のピークがクロマトグラムの時間軸内に入っていれば結構です。
- (9) 2,3,7,8-位塩素置換異性体及びDL-PCBのピーク形状が判明するように、その付近の時間帯におけるクロマトグラムを拡大し、別の紙に印刷して下さい。縦方向(応答)の拡大率が分かるようにしてください。
- (10) クロマトグラム上のピーク(TEFを持つ化合物のみで結構です)に構造式を“1,2,3,7,8-PeCDF”、“#126”等のように記入してください。クロマトグラムピークに番号等を付記し、その番号に対応する化合物名称が別紙等から判別できればそれでも結構です。なお、どのピークを定量したか分かるように、定量した化合物のピークに○を付けて下さい。
- (11) クロマトグラム上のピークの面積値が判明するようにしてください。クロマトグラム上に印刷してあっても結構ですし、連鎖可能であれば別のシートに印刷してあっても結構です(TEFを持つ化合物のみで結構ですが、Native 2つ、Labeled 2つの全てに必要です)。
- (12) クロマトグラム上のピークは、面積値を計算した領域が判明するようにしてください(ベースラインはどこか? 隣接したピークや完全分離していないピークの分割領域はどこか?)。本件はTEFの有無にかかわらず記録を残してください。なお、塩素同位体比が満足しな

かったことによりダイオキシン類と同定しなかった場合でも、面積値を計算した領域は消去しないでください。検出下限未満の場合には、後段の『⑧塩素同位体比』で理論比からの外れが大きくなった場合でも不具合は生じません。

- (13) ソフトウェアスムージングが行われている場合、その情報を添付してください(どのようなスムージング処理によって面積値を算出したか?)。なお、試料と内標準物質のクロマトグラムでスムージング処理を変えないようにしてください。
- (14) 各クロマトグラムに測定質量電荷比を記入してください(ダイオキシン類の通常の測定にはMS分解能の観点からは科学的に意味あるものではありませんが、小数点以下4けたまで記入してください。『MS測定分析条件』の表に記入した測定質量電荷比と合っているかどうか確認してください)。
- (15) 横軸には時間を印刷してください(Scan No.の有無は問いません)。
- (16) 縦軸の絶対レスポンスを印刷してください。相対レスポンスのみは不可です。
- (17) ロックマスモニターの変動の縦軸を%表示にしてください。ロックマスモニターに変動があり、ソフトウェアの都合等により%表示ができない場合は、手書きで%を入力してもかまいません。
- (18) 測定の日時を印刷してください。印刷できない場合は手書きでもかまいません。
- (19) TeCDDs、TeCDFs、PeCDDs、PeCDFs、HxCDDs、HxCDFs、HpCDDs、HpCDFs、OCDD、OCDF、TeCBs、PeCBs、HxCBs、HpCBsの順でとじてください。
- (20) クロマトグラムとInjectionリストとの連鎖が判明するようにしてください。
- (21) 装置付属のソフトウェアを利用してクロマトグラムを印刷してください。画面のハードコピーは不可です。

5.9 『⑧塩素同位体比』の入力方法

- (1) **モニターイオン**
測定を行ったモニターイオンをプルダウンメニューから選択してください。
- (2) **ピーク面積**
選択したモニターイオンのピーク面積を入力してください。
- (3) **①②から求めた塩素同位体比**
自動で計算されます。
- (4) **理論塩素同位体比**
自動で計算されます。
- (5) **理論比からのずれ**
自動で計算されます。
- (6) **判定**
自動で行われます。
- (7) **その他**
同族体内の化合物の塩素同位体比が全て規定範囲内だった場合は○、塩素同位体比

が規定の範囲から外れた化合物を含む場合は×をプルダウンメニューから選択してください。

5.10 『⑨検算シート』の入力方法

(1) 試料量

試料量(L 又は g(乾泥))を入力してください。

(2) 最終容量

最終容量(μL)を入力してください。

(3) “RRFcs についてどちらか使用した方法にチェックしてください”

チェックした内容に従い、検算に使用する RRFcs の値を入力してください。

(4) “計算方法について使用した方法にチェックしてください”

選択するとセルの色が変化します。①～③の緑又は灰色セルのみ入力してください。

(5) 粗抽出液分割割合

内標準物質添加前の粗抽出液段階での分割割合を、 $100\%=1$ として入力してください。

※一部異性体について、抽出から別途再分析した結果を用いた際は、該当する異性体の欄に「再分析時の試料量 \div (粗抽出液分割割合) \div 当初の試料量」を計算し入力してください。

(6) シリンジスパイク

シリンジスパイクの名称を“化合物の名称等”に入力してください。異なる測定条件で同じ化合物を測定している場合は、同じ化合物名を測定回数に応じて入力してください。『③使用内標準物質』と記号が異なってもかまいません。

(7) ピーク面積

測定対象物質、内標準物質及びシリンジスパイクのピーク面積を入力してください。TEFを持つ 29 化合物全てすべての内標準物質を添加していない場合には、対応する内標準物質のピーク面積値を入力してください。

(例) HxCDDs の内 13C-1,2,3,7,8,9-HxCDD を添加せず、1,2,3,7,8,9-HxCDD の定量を 13C-1,2,3,4,7,8-HxCDD で行う場合。

→1,2,3,7,8,9-HxCDD の内標準物質のピーク面積欄(Acsi)には、13C-1,2,3,4,7,8-HxCDD のピーク面積を入力してください。

(8) 内標準物質添加量

『③使用内標準物質』を参照して自動で入力されます。

(9) 定量に使用したクリーンアップスパイク

『⑤定量に用いた内標準物質』を参照して自動で入力されます。

(10) 計算値

測定液あたりの量(pg)が自動で計算されます。

(11) 操作ブランク値

操作ブランク値で補正を行う場合、操作ブランク値を測定液あたりの量(pg)入力してく

ださい。補正を行わない場合は“0(ゼロ)”を入力してください。

(12) **補正值**

濃度が自動で計算されます。

(13) **RRFrS**

回収率の計算に使用した RRFrs を入力してください。

(14) **クリーンアップスパイク添加後の試料分割割合**

内標準物質添加後の分割割合を、100%=1 として入力してください。

(15) **回収率の計算に使用したシリンジスパイク**

シリンジスパイク欄から該当する記号を選択してください。この記号は検算シート用のもので、『③使用内標準物質』と記号が異なってもかまいません。

(16) **回収率**

自動で計算されます。

回収率は、定量に用いた内標準物質のピーク面積から算出されます。回収率のみ別の条件で測定したピーク面積等を用いることはできませんので、注意してください。

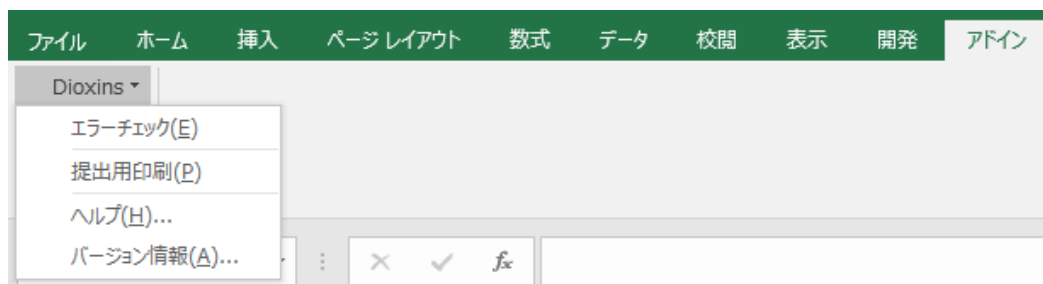
(17) **その他検算に関する説明**

検算過程で追加説明が必要な場合は『④その他検算に関する説明』欄に記入してください。

6. Dioxins メニューの説明

Excel のメニューバーに図のような Dioxins メニューがあり、全ての値の入力後、エラーチェック等が行えます。

【Dioxins メニュー】



(1) エラーチェック

値の入力後にエラーチェックを必ず行ってください。入力必須項目の空白等を検出してエラーレポート(ワークシート)を作成します。エラーがない場合は作成しません。エラーレポートには、エラーのあるワークシート名、アドレス、エラー内容が表示されますのでエラー箇所を修正してください。

【エラーレポート出力例】

シート名	アドレス	エラー内容
①検体の情報	C10	調査名が入力されていません
①検体の情報	C11	水系名が入力されていません
①検体の情報	C12	河川名が入力されていません
①検体の情報	C13	調査地点が入力されていません

(2) 提出用印刷

ワークシートを印刷します。印刷は、エラーチェックの結果、エラーがない状態でのみ可能です。値が入力されているワークシートを全て印刷します(入力されていない不要なシートは印刷しません)。品質管理報告書はこの“提出用印刷”で印刷したシートにクロマトグラムを加えることにより作成できます。①～⑤、⑥(条件Ⅰ)～⑦(条件Ⅰ)、⑥(条件Ⅱ)～⑦(条件Ⅱ)、……、⑧～⑨で構成されます。⑦の表紙の後にそれぞれのクロマトグラムを入れ、ページ番号を打ち、総ページ数を『①検体の情報』の該当欄に記入してください(ページ番号の記入は手書きでもかまいません)。

(3) ヘルプ

入力についての簡易説明が表示されます。

(4) バージョン情報

本ソフトウェアのバージョン情報が表示されます。

別添－3

品質管理報告書（共通資料）の作成方法

『共通資料』とは、下記 9 項目のことを指します。1 項目につき 1 冊としてとじてください(1.~9.の資料をまとめて 1 冊としないでください)。提出部数は、発注者の指示に従ってください。背表紙及びとじたファイルの表紙に「共通資料」であること、1.~9.の項目の識別、調査年度(令和〇〇年度)、その共通資料を適用する調査時期の識別、分析機関名を忘れずに記載してください。

1. 分析方法フローシート

次の事項に留意して、任意の書式で分析のフローシートを作成してください。

- ・ 試料から測定溶液の調製までの工程について、フローシートを作成してください。
- ・ 分析フローシートには名称を付けてください。また、クリーンアップにおけるカラムクロマトグラフの各フラクションにも名称を付けてください。例えば『分析フローシートNo.2、フラクションB』等のように品質管理報告書⑥~⑦の『分析方法フローシートとの連鎖』の欄に記入可能なような名称をお願いします。各インジェクションがどの方法で前処理された試料であるかを把握するためです。
- ・ 同じ媒体に関して複数の前処理方法が存在する場合(例えばカラムクロマトの条件変更、使用ISの変更等)、それぞれの前処理方法についてフローシートを作成してください。
- ・ 添加したクリーンアップスパイク及びシリンジスパイクについて、化合物の名称、添加した工程、添加した絶対量を記載してください。

2. 検量線

次の事項に留意して、任意の書式で検量線に関する資料を作成してください。

- ・ 検量線の情報を1冊のファイルにまとめてページ番号を打ってとじてください。
- ・ 別添-4を表紙にして、それぞれの検量線に名称を付けてください。これらの名称は各検体、操作ブランク試験、試料容器ブランク試験の表紙で利用します。
- ・ クロマトグラムは不要です。
- ・ 化合物ごとに検量線のグラフを作成し、相対感度係数(RRF)、変動係数、傾き、相関係数をグラフ中に記入してください。
- ・ 最低3回測定の内計15点以上(5段階濃度以上)で作成されていることが判明するよう、データ(化合物の名称、濃度、面積値等)を作成して添付してください。
- ・ その検量線でどの化合物を定量したかが判明するようになしてください(例えばHxCDFの特定の化合物のみ、別のカラムで定量したような場合)。

3. インジェクションリスト

- ・ インジェクションリストを1冊のファイルにとじてください。
- ・ ページを打って、品質管理報告書⑥～⑦で『Injection Listとの連鎖』が可能なようにしてください。
- ・ 各インジェクションリストが何の測定であるかが判明するようにしてください。
- ・ 当該業務に関係する検体及びその直前の測定試料についてインジェクションリストの適当な部分にTEQあるいはTotalの濃度等を記入してください。どの化合物に関する濃度であるかを忘れずに記入してください。例えば、ダイオキシン様PCBのインジェクションの欄に示したTEQがダイオキシン類のそれかダイオキシン様PCBのみのそれかが分かるようにしてください。あくまでも、おおよその濃度を把握するための情報ですので、別契約の業務等に関してもその濃度を記入してください。もちろん検体名等の識別情報は消去してもかまいません。
- ・ 直前の測定が標準溶液であった場合、標準溶液の各異性体の濃度を記入してください。別表に示してもかまいません。
- ・ 直前の測定がブランクであった場合、操作ブランク、試料容器ブランク、標準溶液のブランク等の識別を記入してください。
- ・ 直前の測定が試料の二重測定やGC/MSの二重測定であった場合、それらが分かるように記入してください。
- ・ インジェクションリストに直接書き込まずに、別表を作成してもかまいません。
- ・ 各インジェクションについて、24時間に1回以上の頻度で相対感度係数(RRFcs)の確認を実施したことが分かるように、標準液の測定記録を表示してください。
- ・ 相対感度係数(RRFcs)の確認結果(検量線測定時のRRFcsと試料測定時のRRFcsが確認可能な資料。検量線測定時からのRRFcsの変動の数値でもかまいません。)を巻末に添付してください。インジェクションリストと関連付けを行い、業務の対象検体に係る相対感度係数(RRFcs)の確認結果が全て判明するようにしてください。分析機関で定めている様式への記録結果を使用しても、別表を作成あるいは共通資料様式を活用してもかまいません。

共通資料様式を使用する場合、以下の内容に従ってください。

(1) 検量線から求めた RRF

検量線から求めた RRF を入力してください。

(2) 本試料測定時の標準溶液の RRF

本試料測定時の標準溶液の RRF を入力してください。

(3) 検量線から求めた RRF からのずれ

自動で計算されます。

(4) 判定

自動で行われます。

4. 測定対象化合物とGC/MS測定分析条件

複数の測定条件を用いて定量を行っている場合、その条件ごとに入力してください(シートは条件 I~V まであります)。

(1) 定量対象化合物

この条件で定量した化合物の右欄プルダウンメニューから●を選択してください(測定した化合物ではありません)。

(2) GC/MS の識別

GC/MS の識別を入力してください。

(3) GC 機種名

プルダウンメニューから選択してください。“その他”を選択すると手入力可能となります。

(4) GC メーカー名

GC 機種名を選択すると自動で入力されます。

(5) MS 機種名

プルダウンメニューから選択してください。“その他”を選択すると手入力可能となります。

(6) MS メーカー名

MS 機種名を選択すると自動で入力されます。

(7) GC カラム名称

プルダウンメニューから選択してください。“その他”を選択すると手入力可能となります。

(8) メーカー名

GC カラム名称を選択すると自動で入力されます。

(9) 内径

GC カラムの内径(mm)を入力してください。

【入力規制】 0.10~0.60 の範囲の数値のみ入力できます。

(10) 膜厚

GC カラムの膜厚(μm)を入力してください。未公開の場合は未記入で結構です。

【入力規制】 0.10~0.60 の範囲の数値のみ入力できます。

(11) 長さ

GC カラムの長さ(m)を入力してください。

【入力規制】 10~100 の範囲の数値のみ入力できます。

(12) GC 注入口温度

GC 注入口温度(°C)を入力してください。

【入力規制】 100~400 の範囲の数値のみ入力できます。

(13) 注入量

- 注入量(μL)を入力してください。
【入力規制】 0.1~100.0 の範囲の数値のみ入力できます。
- (14) **インターフェース温度**
インターフェース温度($^{\circ}\text{C}$)を入力してください。
【入力規制】 100~400 の範囲の数値のみ入力できます。
- (15) **注入方法**
プルダウンメニューから選択してください。
- (16) **注入口圧力**
Constant Pressure の場合のみ注入口圧力(psi)を入力してください。Constant Flow の場合は未記入で結構です。
【入力規制】 1.0~100.0 の範囲の数値のみ入力できます。
- (17) **キャリアガス流量**
Constant Flow の場合のみキャリアガス流量(mL/min)を入力してください。Constant Pressure の場合は未記入で結構です。
【入力規制】 0.1~10.0 の範囲の数値のみ入力できます。
- (18) **質量校正用物質**
質量校正に使用した物質を入力してください。
- (19) **設定分解能**
設定分解能を入力してください。
【入力規制】 10,000~20,000 の範囲の数値のみ入力できます。
- (20) **イオン化エネルギー**
イオン化エネルギー(eV)を入力してください。
【入力規制】 10.0~100.0 の範囲の数値のみ入力できます。
- (21) **イオン化電流**
イオン化電流(μA)を入力してください。
【入力規制】 100~1,000 の範囲の数値のみ入力できます。
- (22) **イオン源温度**
イオン源温度($^{\circ}\text{C}$)を入力してください。
【入力規制】 100~400 の範囲の数値のみ入力できます。
- (23) **イオン加速電圧**
イオン加速電圧(kV)を入力してください。
【入力規制】 5.0~10.0 の範囲の数値のみ入力できます。
- (24) **GC オープン温度**
GC オープン温度の昇温条件を入力してください。
【入力規制】 $^{\circ}\text{C}$: 30.0~400.0 の範囲の数値のみ入力できます。
min: 0.0~60.0 の範囲の数値のみ入力できます。
 $^{\circ}\text{C}/\text{min}$: 0.1~100.0 の範囲の数値のみ入力できます。

5. MS測定分析条件

複数の測定条件で定量を行っている場合、その条件ごとに入力してください(シートは条件Ⅰ～Ⅴまであります)。クロマトグラム上の各ピークの保持時間を考慮して時間分割によるグループング方式で測定を行っている(磁場をスイッチングして1インジェクションで複数グループを測定)場合は、全てのグループについて入力してください(グループは①～⑩まであります)。

(1) 測定対象の名称など

プルダウンメニューから選択してください。“その他”を選択すると手入力可能となります。

(2) 測定質量電荷比

測定した全ての質量電荷比を入力してください。ロックマス、ロックマスモニター、ダミー測定等も含みます。

【入力規制】 整数 3 けた小数点以下 4 けたの数値のみ入力できます。最後のけたが“0(ゼロ)”の場合でも、“0(ゼロ)”を入力してください。

(3) データ取込時間

データ取込時間(msec)を入力してください。

【入力規制】 整数 3 けたまでの数値のみ入力できます。

(4) 遅延時間

遅延時間(msec)を入力してください。

【入力規制】 整数 3 けたまでの数値のみ入力できます。

(5) サイクルタイム時間

自動で計算されます。

6. GC/MS感度確認のクロマトグラム

複数の測定条件で定量を行っている場合、その条件ごとに作成してください(シートは条件Ⅰ～Ⅴまであります)。特記事項があれば“説明”欄に記入してください。印刷物の場合のみ、このシートを表紙として使用し、下記事項に注意してクロマトグラムを作成し、添付してください。

(1) 各測定において行われた感度確認のクロマトグラムの記録を添付してください。

(2) Injectionリスト中で測定順番が試料に最も近い標準溶液で、濃度レベルが測定試料に近い物をTeCDDs、TeCDFs、PeCDDs、PeCDFs、HxCDDs、HxCDFs、HpCDDs、HpCDFs、OCDD、OCDF、TeCBs、PeCBs、HxCBs、HpCBsの順でとじてください。もちろん各Injectionの測定条件に入っていない化合物に関しては別のセットに回します。

(3) 標準溶液について複数の濃度あるいは複数回の測定をし、その平均データで試料の濃度計算を行っている場合、代表的なものを1つとじていただければ結構です。試料の

濃度計算を過去に測定した検量線のデータを用いて行っている場合でも標準溶液測定データが存在するはずですので、その記録を添付してください。

- (4) とじたときに情報が全て見えるように綴じ代(縦左)を十分取ってください。
- (5) 感度の記録ですので、**Native**に対応する測定質量電荷比2つの結果の内1つで結構です。
- (6) 1つの測定質量電荷比について1枚にしてください。
- (7) クロマトグラム上のピーク(TEFを持つ化合物のみで結構です)に構造式を“1,2,3,7,8-PeCDF”、“#126”等のように記入してください。クロマトグラムピークに番号等を付記し、その番号に対応する化合物名称が別紙等から判別できればそれでも結構です。
- (8) 各化合物の絶対濃度を対応するピーク毎にpg単位で記入してください。
- (9) ベースラインのNを縦軸方向に拡大して、ピークのS/N比が判明するようにしてください。例えば、HpCDFs等のように複数の異性体ピークがクロマトグラム上に出現する場合、どの異性体に対するS/N比であるかが判明するようにしてください。標準溶液中の各化合物濃度が大きく異なることはないのですでどれか1つの異性体についての情報が判明すれば結構です。
- (10) 1 pgあたりのS/N比を記入してください。
- (11) 縦軸の絶対レスポンスを印刷してください。相対レスポンスのみは不可です。測定の日時を印刷してください(ソフトウェアにその機能がない場合は手書きでもかまいません)。

7. 操作ブランク試験の結果

操作ブランクに関しては、『個々の検体に関する資料』と同様に取りまとめてください。操作ブランク試験の結果の評価を詳細に記載してください。操作ブランク値が高い場合には、考えられる要因について詳しく記述してください。ファイル名は発注者の指示に従い、複数ある場合はSBL1、SBL2等のように判別できるようにしてください。

8. 試料容器ブランク試験の結果

試料容器ブランク試験の結果は、『個々の検体に関する資料』と同様に取りまとめてください。ブランク値が高い場合には、考えられる要因について詳しく記述してください。ファイル名は発注者の指示に従い、複数ある場合はBBL1、BBL2等のように判別できるようにしてください。

9. カラムアサインの例

基本的にはJIS K 0312及び底質調査マニュアルにおける要求事項に従い、具体的には下記に注意しながら資料を作成してください。

- PCDDs/PCDFsに関しては、実際の試料の測定に用いたGC昇温条件において、Tetra～Octa CDD(s)/CDF(s)の全ての化合物の溶出位置がアサインされている資料を提出してください(2,3,7,8-位塩素置換異性体のみのアサインは不可です)。
- PCBに関しては、実際の測定に用いたGC昇温条件において、Tetra～Deca CB(s)を含む全化合物の溶出位置がアサインされている資料を提出してください(DL-PCBのみのアサインは不可です)。
- アサインを自機関で行ったのか、既存の報告を参照しているかを明記し、既存の報告を利用している場合は、出典を明記してください。
- GCカラムの種類が全く同じでも、既存の報告とGC昇温条件が異なる場合、自機関でのアサインが必要です。これらは、水質や底質以外の媒体(例えばフライアッシュ等)のクロマトグラムにアサインしてもかまいません。測定に用いたカラムやGC条件と対応する定量化合物の組合せが分かるように説明を記述してください。
- カラム名称・長さ・内径、GC昇温条件を明記してください。

RRF

試料媒体	水質				
化合物の名称等	条件名	検量線から求めた RRF	試料測定時の標準溶液のRRF	検量線から求めた RRFからのずれ(%)	判定
P C D D s	2,3,7,8-TeCDD				
	1,2,3,7,8-PeCDD				
	1,2,3,4,7,8-HxCDD				
	1,2,3,6,7,8-HxCDD				
	1,2,3,7,8,9-HxCDD				
	1,2,3,4,6,7,8-HpCDD				
OCDD					
P C D F s	2,3,7,8-TeCDF				
	1,2,3,7,8-PeCDF				
	2,3,4,7,8-PeCDF				
	1,2,3,4,7,8-HxCDF				
	1,2,3,6,7,8-HxCDF				
	1,2,3,7,8,9-HxCDF				
	2,3,4,6,7,8-HxCDF				
	1,2,3,4,6,7,8-HpCDF				
	1,2,3,4,7,8,9-HpCDF				
OCDF					
DL P C B	3,3',4,4'-TeCB (#77)				
	3,4,4',5'-TeCB (#81)				
	3,3',4,4',5'-PeCB (#126)				
	3,3',4,4',5,5'-HxCB (#169)				
	2,3,3',4,4'-PeCB (#105)				
	2,3,4,4',5'-PeCB (#114)				
	2,3',4,4',5'-PeCB (#118)				
	2',3,4,4',5'-PeCB (#123)				
	2,3,3',4,4',5'-HxCB (#156)				
	2,3,3',4,4',5,5'-HxCB (#157)				
	2,3',4,4',5,5'-HxCB (#167)				
	2,3,3',4,4',5,5'-HpCB (#189)				

5. MS測定分析条件(条件 I)

試料媒体	水質
分析方法フローシートとの連鎖	
Injection List との連鎖	

グループ①

No.	測定対象の名称など	測定質量電荷比	データ取込時間(msec)	遅延時間(msec)
1				
2				
3				
4				
5				
6				
7				
8				
9				
10				
11				
12				
13				
14				
15				
16				
17				
18				
19				
20				
21				
22				
23				
24				
25				
26				
27				
28				
29				
30				
			サイクルタイム時間(sec)	0.000

グループ②

No.	測定対象の名称など	測定質量電荷比	データ取込時間(msec)	遅延時間(msec)
1				
2				
3				
4				
5				
6				
7				
8				
9				
10				
11				
12				
13				
14				
15				
16				
17				
18				
19				
20				
21				
22				
23				
24				
25				
26				
27				
28				
29				
30				
			サイクルタイム時間(sec)	0.000

6. GC/MS感度確認のクロマトグラム(条件 I)

試料媒体	水質
分析方法フローシートとの連鎖	
Injection List との連鎖	

説明

別添－4

品質管理報告書提出様式－檢量線

