

別 添 資 料

別添 1-1-1 (規格・マニュアル規定事項：第 2 章関連)

トラベルブランク及び二重測定の実施頻度等 (GC-MS 法)

対象項目 (媒体) [マニュアル名]	トラベルブランク	二重測定
<p>一般環境大気 [ダイオキシン類に係る大気環境調査マニュアル (平成 20 年 3 月環境省)]</p>	<ul style="list-style-type: none"> 試料採取から採取試料の運搬までに汚染が考えられる場合には必ず行う。汚染対策が確実に行われていることが確認できれば、毎回行わなくてもよいが、必要時にそのデータが提示できること。 トラベルブランク試験を行う場合は、一連の測定において試料数の 10% 程度の頻度で少なくとも 3 試料以上行い、その結果の平均値を求めて測定値の補正を行う。 	<ul style="list-style-type: none"> 同一の大気試料を同時に 2 台の装置で採取する。 可能であれば、一連の試料採取において 10% 程度の頻度で行う。 採取における信頼性を十分確保できることが確認できれば、この頻度で行わなくてもよいが、必要時にそのデータが提示できること。
<p>排出ガス [JIS K 0311-2008 (排ガス中のダイオキシン類の測定方法)]</p>	<ul style="list-style-type: none"> 試料採取から採取試料の運搬までに汚染が考えられる場合には必ず行う。汚染対策が確実に行われていることが確認できれば、毎回行わなくてもよいが、必要時にそのデータが提示できること。 トラベルブランク試験を行う場合は、少なくとも 3 試料以上行い、その結果の平均値を求めて測定値の補正を行う。 	<ul style="list-style-type: none"> 同一の試料ガスを同時に 2 台の装置で採取する。 可能であれば、10 回の試料ガス採取につき 1 回の頻度で行う。 信頼性を十分確保できることが確認できれば、この頻度で行わなくてもよいが、必要時にそのデータが提示できること。
<p>公共用水域水質・地下水質・排出水 [JIS K 0312-2008 (工業用水・工場排水中のダイオキシン類の測定方法)]</p>	<p>—</p>	<ul style="list-style-type: none"> 同一試料から 2 つ以上を測定する。 10 試料に 1 回の頻度で行う。
<p>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 21 年 3 月環境省)]</p>	<p>—</p>	<ul style="list-style-type: none"> 同一試料から 2 つ以上を測定する。 試料数の 10% 程度の頻度で行う。
<p>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 21 年 3 月環境省)]</p>	<p>—</p>	<ul style="list-style-type: none"> 同一試料から 2 つ以上を測定する。 試料数の 10% 程度の頻度で行う。
<p>ばいじん及び焼却灰 その他の燃え殻 [平成 16 年環境省告示第 80 号「ダイオキシン類対策特別措置法施行規則第二条第二項第一号の規定に基づき環境大臣が定める方法」] [平成 4 年厚生省告示第 192 号「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」]</p>	<p>—</p>	<p>—</p>

別添 1-1-2 (規格・マニュアル規定事項：第 2 章関連)

トラベルブランク及び二重測定の実施頻度等 (生物検定法)

対象項目 (媒体) [マニュアル名]	トラベルブランク	二重測定
<p>排出ガス</p> <p>[JIS K 0311-2008 (排ガス中のダイオキシン類の測定方法)]</p> <p>[排出ガス、ばいじん及び燃え殻のダイオキシン類に係る簡易測定法マニュアル (生物検定法) (平成 22 年 3 月環境省)]</p>	<ul style="list-style-type: none"> ・ 試料採取から採取試料の運搬までに汚染が考えられる場合には必ず行う。汚染対策が確実に行われていることが確認できれば、毎回行わなくてもよいが、必要時にそのデータが提示できること。 ・ トラベルブランク試験を行う場合は、少なくとも 3 試料以上行い、その結果の平均値を求めて測定値の補正を行う。 	<ul style="list-style-type: none"> ・ 同一の試料ガスを同時に 2 台の装置で採取する。 ・ 可能であれば、10 回の試料ガス採取につき 1 回の頻度で行う。 ・ 信頼性を十分確保できることが確認できれば、この頻度で行わなくてもよいが、必要時にそのデータが提示できること。
<p>ばいじん及び焼却灰 その他の燃え殻</p> <p>[排出ガス、ばいじん及び燃え殻のダイオキシン類に係る簡易測定法マニュアル (生物検定法) (平成 22 年 3 月環境省)]</p>	<p style="text-align: center;">—</p>	<ul style="list-style-type: none"> ・ 二重測定の実施が困難である場合を除き、測定試料数の 10% 程度の頻度で行う。 ・ 二重測定を行わない場合は、試料採取における信頼性について十分検討しておき、必要があればそのデータを提示できるようにしておく。

別添 1-2 (規格・マニュアル規定事項：第 2 章、第 3 章、第 4 章、第 5 章関連)

試料採取器具等の材質及び試料の運搬・保存条件 (GC-MS 法・生物検定法 共通)

対象項目 (媒体) [マニュアル名]	試料採取器具等の材質	運搬・保存条件
<p>一般環境大気 [ダイオキシン類に係る 大気環境調査マニュアル (平成 20 年 3 月環境省)]</p>	<p>【試料採取器具】 ・ハイボリウムエアサンプラのろ紙は石英繊維ろ紙を用いる。</p>	<p>【運搬】 ・遮光 【保存】 ・遮光</p>
<p>排出ガス [JIS K 0311-2008 (排ガス 中のダイオキシン類の測定 方法)]</p>	<p>【試料採取器具】 ・採取管は、排ガス温度の応じてほうけい酸ガラス製又は透明石英ガラス製のもの。 ・採取管部から採取ガスの露点温度以下に冷却されている部分までの連結導管は、ガラス製のものを用いる。それ以外の部分の連結導管及び接続には、ガラス製又はふっ素樹脂製のものを用い、接続部にグリースは使用しない。</p>	<p>【運搬】 ・遮光 【保存】 ・遮光</p>
<p>公共用水域水質・ 地下水質・排出水 [JIS K 0312-2008 (工業用 水・工場排水中のダイオキ シン類の測定方法)]</p>	<p>【試料容器】 ・特に断らない限りガラス製のものを用い、使用前にメタノール (又はアセトン) 及びトルエン (又はジクロロメタン) でよく洗浄したものを使用する。 ・栓は、スクリュウキャップなどで密栓できるものとする。(ゴム製、コルク製は使用不可。) 【採水器】 ・ガラス製、ステンレス製など、対象物質が採水器内壁に吸着しないものを用いる。</p>	<p>【運搬】 ・遮光 【保存】 ・0~10℃の暗所</p>
<p>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 21 年 3 月環境省)]</p>	<p>【採土用具】 ・金属製のもの 【試料容器】 ・ステンレス製等でダイオキシン類が吸着しにくく、密封が可能で遮光性がある容器に収める。</p>	<p>【保存】 ・冷暗所 (4℃程度) ・残試料を長期保存する場合は冷凍保存 (-5℃以下)</p>
<p>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 21 年 3 月環境省)]</p>	<p>【試料採取容器】 ・アルミ製バット等のダイオキシン類の吸着のない材質製のもの。 【保存容器】 ・密閉可能なガラス製容器</p>	<p>【運搬】 ・ポリエチレン袋等で密封し、クーラーボックス等に入れて氷冷する。 【保存】 ・遮光、4℃以下</p>
<p>ばいじん及び焼却灰 その他の燃え殻 [平成 16 年環境省告示第 80 号「ダイオキシン類対策 特別措置法施行規則第二条 第二項第一号の規定に基づ き環境大臣が定める方法」] [平成 4 年厚生省告示第 192 号「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」]</p>	<p>【試料採取容器】 ・アルミ製バット等のダイオキシン類の吸着のない材質製のもの。 【保存容器】 ・ガラス製等のダイオキシン類の吸着のない材質製のものであって、密封できるもの。</p>	<p>【保存】 ・保存容器を密封し、遮光された容器に収納する。</p>

別添 1-3 (法令等規定事項：第 2 章関連)

基準値と比較する際の毒性等量の算出方法における
定量下限値未満の数値の取り扱い(GC-MS 法)

対象項目 (媒体)	基準名	定量下限値未満の数値の取り扱い
一般環境大気	環境基準	定量下限未満検出下限以上の数値はそのままその値を用い、検出下限未満の数値は検出下限の 1/2 の値を用いて各異性体の毒性等量を算出する。
排出ガス	排出基準	定量下限未満の数値は 0 として各異性体の毒性等量を算出する。
公共用水域水質 地下水質	環境基準	定量下限未満検出下限以上の数値はそのままその値を用い、検出下限未満の数値は検出下限の 1/2 の値を用いて各異性体の毒性等量を算出する。
排出水	排出基準	定量下限未満の数値は 0 として各異性体の毒性等量を算出する。
土壌	環境基準	定量下限未満の数値は 0 として各異性体の毒性等量を算出する。 (あわせて、定量下限以上の値と定量下限未満で検出下限以上の値は、そのままその値を用い、検出下限未満のものは試料における検出下限の 1/2 の値を用いて各化合物の毒性等量を算出し、それらを合計して求めた値を参考値として付記する。)
底質	環境基準	定量下限未満検出下限以上の数値はそのままその値を用い、検出下限未満の数値は検出下限の 1/2 の値を用いて各異性体の毒性等量を算出する。 (ただし、底質環境基準を超え、対策を行うための汚染範囲確定のための調査の一環として測定を行う場合、定量下限未満のものは 0 として算出する。)
ばいじん及び 焼却灰その他 の燃え殻	特別管理 廃棄物の 基準※	定量下限未満の数値は 0 として各異性体の毒性等量を算出する。

※ 廃棄物焼却炉のばいじん等に基準値は無い。

別添2（第2章、第4章関連）

定期報告・期別報告（測定項目（媒体）別一覧表）

【一般環境大気、水質、底質・土壌】

※工程毎に日時が入った写真を作成し、作業を行った者の氏名を記載すること。

定期報告事項	一般環境大気	水 質	土壌・底質	GC-MS 法	生物 検定法
試料採取準備 段階	採取器具（PUF・ろ紙）の洗浄状況（洗浄日時・洗浄溶剤・溶剤使用量・保管状況）。	採取容器等（ガロン瓶・バケツ・ロート）の洗浄状況（洗浄日時・洗浄溶剤・溶剤使用量・保管状況）。	採取道具（採土器等、採泥器等）の洗浄状況（洗浄日時・洗浄溶剤・溶剤使用量・保管状況）。	○	—
サンプリング スパイク添加 時	PUF・ろ紙への添加時（スパイクの種類、添加量、添加日時、保存状況、移送状況）。	該当なし	該当なし	○	—
試料採取時	ハイボリウムエアサンプラーへのPUF・ろ紙の装着状況。稼働開始日時、吸引量等稼働状況。	採水地点（公共用水域・河川）の状況及び採水器を用いた採水状況、採水量。	採土地点付近の現況等及び採土間隔、採土量、密封遮光容器の状況。 採泥箇所（公共用水域）の状況及び採泥器を用いた採泥状況、試料の調製状況。	○	—
試料採取期間 中	採取期間中の稼働状況、日時、流量。	該当なし。	該当なし。	○	—
試料採取後	ハイボリウムエアサンプラーからPUF・ろ紙の回収状況。合計吸引量、稼働終了日時。	該当なし。	該当なし。	○	—
試料の搬送・ 受入・保管	試料搬送時の状況及び日時、試料受け入れ時の状況及び受入日時・番号、ならびに保管状況（保管庫全景及び庫内温度）。	試料搬送時の状況（冷温保管・遮光容器等）及び日時、試料受け入れ時の状況及び受入日時・番号、ならびに保管状況（保管庫全景及び庫内温度）。	試料搬送時の状況（冷温保管・密封容器等）及び日時、試料受け入れ時の状況及び受入日時・番号、ならびに保管状況（保管庫全景及び庫内温度）。	○	—

定期報告事項	一般環境大気	水 質	土壌・底質	GC-MS 法	生物 検定法
試料の調製 (自然風乾等)	該当なし。	クリーンアップスパイク添加後の試料番号と濾過状況。内標物質添加量及び添加状況。	金属製バットでの風乾状況(試料番号が分かるもの)、開始・終了時、温度、汚染防止の状況、篩い操作状況が分かる資料。	○	—
試料の前処理 (抽出操作)	前処理操作する試料の番号とクリーンアップスパイク添加量及び添加状況。ソックスレー抽出に用いた抽出溶媒の種類及び溶媒使用量、ならびに抽出開始時刻、抽出終了時刻。 抽出液の濃縮から粗抽出液の作成、分取・濃縮・抽出液作成までの過程が分かる資料。	前処理操作する試料の番号、固相抽出又は液-液抽出の開始時刻、抽出終了時刻。抽出後、分取する場合は分取状況。 固相抽出に用いた薬品の種類及び使用量。	測定対象の試料量、使用した内標物質の種類・量、溶媒抽出状況。	○	—
試料の前処理 (クリーンアップ)	抽出液の濃硫酸処理及びカラムクロマトグラフィーによる妨害物質除去状況が分かる資料。シリンジスパイクの種類及び添加量。	抽出液の硫酸処理及びカラムクロマトグラフ操作などによる精製状況が分かる資料。シリンジスパイクの種類及び添加量。	カラムクロマトグラフィーによるクリーンアップ用いた溶媒の種類・量が分かる資料。	○	—
試験操作 (共通事項)	GC-MS 条件に関する資料【(1) 分解能 10,000 以上、(2) 使用したカラムの種類、(3) MS 調整状況、(4) SIM 測定状況：ロックマス変動、(5) 検量線作成状況(使用した内標準物質の種類・量、相対検量線作成方法)】			○	—
試料の測定 (同定及び定量)	モニターチャンネルが 2 チャンネルでピーク面積の比が標準物質と同じでイオン強度比が±15%以内である資料。各化合物の定量状況及び濃度の算出状況が分かる資料。	モニターチャンネルが 2 チャンネルでピーク面積の比が標準物質と同じでイオン強度比が±15%以内である資料。各化合物の定量状況及び濃度の算出状況が分かる資料。	モニターチャンネルが 2 チャンネルでピーク面積の比が標準物質と同じでイオン強度比が±15%以内である資料。各化合物の定量状況及び濃度の算出状況が分かる資料。	○	—
回収率	クリーンアップ・サンプリングスパイクの回収率が範囲内である資料。	クリーンアップスパイクの回収率が範囲内である資料。	クリーンアップスパイクの回収率が範囲内である資料。	○	—

定期報告事項	一般環境大気	水 質	土壌・底質	GC-MS 法	生物 検定法
検出下限値・ 定量下限値	装置、測定方法、試料、試料測定時の 算出方法を示した資料。	装置、測定方法、試料、試料測定時の 算出方法を示した資料。	装置、測定方法、試料、試料測定時の 算出方法を示した資料。	○	—
ブランク試験 等	操作ブランク、トラベルブランク、二 重測定を実施した資料。	操作ブランク、二重測定を実施した資 料。	操作ブランク、二重測定を実施した資 料。	○	—
クロマトグラ ム	TEF を持つ化合物のピークアサインさ れたクロマトグラム。	TEF を持つ化合物のピークアサインさ れたクロマトグラム。	TEF を持つ化合物のピークアサインさ れたクロマトグラム。	○	—
濃度の表示	各化合物の濃度及び毒性等量の算出方 法。	各化合物の濃度及び毒性等量の算出方 法。	各化合物の濃度及び毒性等量の算出方 法。	○	—
試料の保管及 び廃棄	測定終了後の試料の保管状況及び廃棄 の状況。	測定終了後の試料の保管状況及び廃棄 の状況。	測定終了後の試料の保管状況及び廃棄 の状況。	○	—

※1 自動前処理装置を用いる場合は、試料番号を明確にし、装置装着前・装着後の状況を添付すること。

※2 自動前理装置を用いる場合、ガラス器具等の高濃度・低濃度別の使い分けが分かる資料を添付すること。

【排出ガス、ばいじん】

※工程毎に日時が入った写真を作成し、作業を行った者の氏名を記載すること。

定期報告事項	排出ガス	ばいじん・焼却灰その他の燃え殻	GC-MS 法	生物 検定法
試料採取準備 段階	<p>試料採取器具・装置については品質管理計画書に、JIS K 0311 本文 5.2 試料ガス採取装置に記載されている条件『1 排ガス流速に対する相対誤差-5～+10%で等速吸引での試料ガスの採取。2 DXN 類についての十分な捕集率。3 DXN 類の二次生成・分解のないこと。4 試料採取後から抽出操作まで DXN 類の損失がない。5 ダストなどによる汚染、他の大気混入等がない。』を満足することを明記し、その装置の写真（二重測定を含む）を添付すること。なお、追加捕集部から DXN 類が検出されないことを確認する。</p> <p>また、試料採取装置・器具の洗浄状況（吸着剤の精製・充填採取器具の洗浄日時・洗浄溶剤・溶剤使用量、ろ紙・吸収液準備状況）の報告。</p>	採取道具（スコップ、シャベル、バット、ふるい等）、保存容器の洗浄状況（洗浄日時・洗浄溶剤・溶剤使用量・遮光された保管状況）。	○	○
サンプリング スパイク添加 時	<p>充填材あるいは樹脂への添加時（スパイクの種類、添加量、添加日時、保存状況、移送状況）の報告。</p> <p>生物検定法については、定期的に JIS K 0311 に基づく GC-MS 法による測定を行い、サンプリングスパイクの回収率が 70～130%の範囲内であることを確認していることを報告。生物検定法で測定する排出ガス試料については、測定に影響を及ぼすサンプリングスパイクを添加しない。</p>	該当なし。	○	○
試料採取時	<p>試料採取装置設置状況の写真。</p> <p>等速度吸引条件（温度、ガス組成、水分、全圧、静圧（流速）、採取装置の漏れ試験、その他 CO₂、O₂ の連続測定）稼働開始日時、吸引量等稼働状況。</p>	1 ばいじん及び燃え殻が分離して排出される場合は、それぞれ別に採取している状況。2 ばいじん又は燃え殻を処理したものを採取している状況。ばいじんのふるい分け状況、採取地点数、密封遮光容器の状況、野帳の写し。	○	○
試料採取中	等速吸引条件の確認、流速・流量の確認、採取装置の漏れ	該当なし。	○	○

定期報告事項	排出ガス	ばいじん・焼却灰その他の燃え殻	GC-MS 法	生物 検定法
	試験の状況及び稼働時間。			
試料採取後	採取装置及び器具（吸引ノズル、導管の洗浄、吸引液、ろ紙）の状況。等速吸引流量、吸引時間、吸引ガス量、補修ダスト量などの記録を記述した野帳の写し。	該当なし。	○	○
試料の搬送・受入・保管	試料搬送時の状況（遮光状況、揮発等による損失の有無）及び日時、試料受け入れ時の状況及び受入日時・番号、ならびに保管状況（保管庫全景及び庫内温度）。	試料搬送時の状況（遮光保管・密封容器等）及び日時、試料受け入れ時の状況及び受入日時・番号、ならびに保管状況（保管庫全景及び庫内温度）。	○	○
試料の調製（自然風乾等）	該当なし。	ふるい分け状況、風乾状況（試料番号が分かるもの）、開始・終了時。乳鉢の洗浄状況、乳鉢での粉碎状況。	○	○
試料の前処理（抽出操作）	前処理操作する試料の番号とろ紙の塩酸処理状況、液体補修部と吸着捕集部にそれぞれの回収率がわかるようにそれぞれクリーンアップスパイクを添加し、添加量及び添加状況。 ソックスレー抽出に用いた抽出溶媒の種類及び溶媒使用量、ならびに抽出開始時刻、抽出終了時刻。 抽出液の濃縮から粗抽出液の作成、分取・濃縮・抽出液作成までの過程が分かる資料 生物検定法については、測定に影響を及ぼすクリーンアップスパイクを添加しない。	測定対象の試料量 20g～100g、使用したクリーンアップスパイクの種類・量、溶媒抽出状況。 試料の塩酸処理及び洗浄状況。 ソックスレー抽出に用いた抽出溶媒の種類及び溶媒使用量、ならびに抽出開始時刻、抽出終了時刻。 抽出液の濃縮から粗抽出液の作成、分取・濃縮・抽出液作成までの過程が分かる資料。 生物検定法については、測定に影響を及ぼすクリーンアップスパイクを添加しない。	○	○
試料の前処理（クリーンアップ）	抽出液の濃硫酸処理及びカラムクロマトグラフィーによる妨害物質除去状況が分かる資料。シリンジスパイクの種類及び添加量（生物検定法は該当しない）。	抽出液の濃硫酸処理及びカラムクロマトグラフィーによる妨害物質除去状況が分かる資料。シリンジスパイクの種類及び添加量（生物検定法は該当しない）。	○	○
試験操作	GC-MS 条件に関する資料【（1）分解能 10,000 以上、（2）使用したカラムの種類、（3）MS 調整状況、（4）SIM 測定		○	—

定期報告事項	排出ガス	ばいじん・焼却灰その他の燃え殻	GC-MS 法	生物 検定法
(共通事項)	状況：ロックマス変動、(5) 検量線作成状況 (使用した内標準物質の種類・量、相対検量線作成方法)】			
試料の測定 (同定及び定量)	モニターチャンネルが2チャンネルでピーク面積の比が標準物質と同じでイオン強度比が±15%以内である資料。各化合物の定量状況及び濃度の算出状況が解る資料。 試料測定時に測定試料番号がわかるようなインジェクションリスト。 生物検定法については、各測定系が測定に使用する上で問題がないことを確認できる資料。実測濃度と測定量(毒性等量)の算出状況がわかる資料。	モニターチャンネルが2チャンネルでピーク面積の比が標準物質と同じでイオン強度比が±15%以内である資料。各化合物の定量状況及び濃度の算出状況が解る資料。 試料測定時に測定試料番号がわかるようなインジェクションリスト。 生物検定法については、各測定系が測定に使用する上で問題がないことを確認できる資料。実測濃度と測定量(毒性等量)の算出状況がわかる資料。	○	○
回収率	クリーンアップスパイク、サンプリングスパイク(液体捕集部・吸着捕集部)の回収率が範囲内である資料。	クリーンアップスパイクの回収率が範囲内である資料。	○	—
検出下限値・ 定量下限値	装置、測定方法、試料、試料測定時の算出方法を示した資料。	装置、測定方法、試料、試料測定時の算出方法を示した資料。	○	○
ブランク試験 等	操作ブランク、トラベルブランク、二重測定を実施した資料。	操作ブランク、二重測定を実施した資料。	○	○
クロマトグラム	TEFを持つ化合物のピークアサインされたクロマトグラム。	TEFを持つ化合物のピークアサインされたクロマトグラム。	○	—
濃度の表示	各化合物の濃度及び毒性等量の算出方法。 生物検定法については、実測濃度、換算係数及び測定量(毒性等量)の算出方法。	各化合物の濃度及び毒性等量の算出方法。 生物検定法については、実測濃度、換算係数及び測定量(毒性等量)の算出方法。	○	○
試料の保管及 び廃棄	測定終了後の試料の保管状況及び廃棄の状況。	測定終了後の試料の保管状況及び廃棄の状況。	○	○

※1 自動前処理装置を用いる場合は、試料番号を明確にし、装置装着前・装着後の状況を添付すること。

※2 自動前理装置を用いる場合、ガラス器具等の高濃度・低濃度別の使い分けが分かる資料を添付すること。

別添 3-1-1 (第 2 章関連)

国内の外部機関又は海外施設に関する事前の審査項目 (GC-MS 法)

審査項目
(1) ダイオキシン類の環境測定の実施可能性 (1次審査)
1. 実施可能な測定項目 (媒体)・作業の範囲・対応可能な測定方法
2. 組織の整備状況等に関する資料
①組織の整備状況
組織の機構図
②施設の整備状況
③装置・器具の整備状況
④安全管理
3. 業務実績 (過去 3 年程度)
4. 再委託の有無
(2) 精度管理に関する取組 (2次審査)
1. 品質管理システムに関する事項
①不適切な操作が行われた場合の対処方法
②内部監査
③教育、訓練
④文書の管理
⑤標準作業手順書
⑥業務の進行管理
⑦品質管理者による品質管理の実施方法
2. 試薬等に関する事項
①試薬、標準物質 (溶液) の管理状況の概要を記述した資料
3. 試料採取に関する事項
①試料採取計画
②試料採取における配慮事項
4. 試料の前処理に関する事項
①試料の受入検査及び保存・管理の実施状況
②試料前処理計画
③試料前処理における配慮事項
5. GC-MS による測定に関する事項
①GC-MS による試料の測定計画
②GC-MS の点検・調整の状況
③検量線
④装置の検出下限・定量下限
⑤測定方法の検出下限・定量下限
⑥操作ブランク試験、トラブルブランク試験、二重測定の測定
⑦内標準物質のクロマトグラム
⑧各異性体の分離
6. 簡易測定法導入時の確認試験 (簡易測定法のみ)
7. 比較試験 (簡易測定法のみ)
8. ダイオキシン類に係る試験所間比較試験への参加実績
9. 精度管理に関するその他の取組

[参照元] 外部精度管理指針 別表 3-1

※ 審査は、1次審査と2次審査を2段階で行う他、同時に行っても良い。

別添 3-1-2 (第 2 章関連)

国内の外部機関又は海外施設に関する事前の審査項目 (生物検定法)

審査項目
(1) ダイオキシン類の環境測定の実施可能性 (1次審査)
1. 実施可能な測定項目 (媒体)・作業の範囲・対応可能な測定方法
2. 組織の整備状況等に関する資料
①組織の整備状況
組織の機構図
②施設の整備状況
③装置・器具の整備状況
④安全管理
3. 業務実績 (過去 3 年程度)
4. 再委託の有無
(2) 精度管理に関する取組 (2次審査)
1. 品質管理システムに関する事項
①不適切な操作が行われた場合の対処方法
②内部監査
③教育、訓練
④文書の管理
⑤標準作業手順書
⑥業務の進行管理
⑦品質管理者による品質管理の実施方法
2. 試薬等に関する事項
①試薬、標準物質 (溶液) の管理状況の概要を記述した資料
3. 試料採取に関する事項
①試料採取計画
②試料採取における配慮事項
4. 試料の前処理に関する事項
①試料の受入検査及び保存・管理の実施状況
②試料前処理計画
③試料前処理における配慮事項
5. 生物検定法による測定に関する事項
①計測機器の点検の状況
②測定系の準備 (細胞又はキットの準備)
③生物検定法による試料の測定計画
④検量線及び感度変動の管理図による確認
⑤標準物質における検出下限及び定量範囲
⑥試料における検出下限・定量下限
⑦操作ブランク試験、トラベルブランク試験及び二重測定
⑧換算係数の確認
⑨回収率の確認
⑩試料の測定及び濃度の算出
6. ダイオキシン類に係る試験所間比較試験への参加実績
7. 精度管理に関するその他の取組

[参照元] 外部精度管理指針 別表 3-2

※ 審査は、1次審査と2次審査を2段階で行う他、同時に行っても良い。

別添 3-2 (第 2 章関連)

国際規格等の取得状況一覧

規格名称	認定又は認証 年月日	更新年月日又 は有効期限	概要あるいは区分等
特定計量証明事業者認定制度 (MLAP)			
ISO 17025 : 試験所品質システム			
ISO 9001 : 品質マネジメントシステム			
ISO 14001 : 環境マネジメントシステム			

別添 3-3-1 (第 2 章関連)

業務範囲マトリックス (GC-MS 法)

測定項目 (媒体)	作業の範囲					対応可能な 測定方法	備考
	試料採取	試料からの抽出	クリーンアップ	GC-MS 測定	定量結果の確定等		
一般環境大気							
降下ばいじん							
公共用水域水質							
地下水質							
土壌							
底質							
野生生物							
水生生物							
排出ガス							
排水							
ばいじん及び焼却灰その他の燃え殻							
血液							
食事試料							

注 1 : 実施可能な測定項目 (媒体) 及び作業の範囲の欄に○を付けるとともに、対応可能な測定方法 (例 : JIS K 0311) を記述する。なお、再委託する作業がある場合には、△を付け、備考に再委託先の機関名及び簡単な説明を記述する。

2 : 測定項目 (媒体) については、必要に応じ、追加・修正・削除する。なお、測定項目 (媒体) 中の水生生物は、野生生物に含まれるものであるが、別掲とした。

別添 3-3-2 (第 2 章関連)

業務範囲マトリックス (生物検定法)

測定項目 (媒体)	作業の範囲					対応可能な 測定方法	備考
	試料採取	試料からの抽出	クリーンアップ	生物検定法測定	定量結果の確定等		
排出ガス							
ばいじん及び焼却灰その他の燃え殻							

注 1 : 実施可能な測定項目 (媒体) 及び作業の範囲の欄に○を付けるとともに、平成 17 年環境省告示第 92 号のうち対応可能な測定方法を記述する。なお、再委託する作業がある場合には、△を付け、備考に再委託先の機関名及び簡単な説明を記述する。

2 : 測定項目 (媒体) については、必要に応じ、削除する。

別添 3-4-1 (第 2 章関連)

業務実績一覧 (GC-MS 法)

年 度		年度		年度		年度	
従 事 者 数	GC-MS 保有台数	名	台	名	台	名	台
		測定数	一人あ たり測 定数	測定数	一人あ たり測 定数	測定数	一人あ たり測 定数
合 計							

※ 過去 3 年間の業務実績 (全測定項目 (媒体)) を記載する。

別添 3-4-2 (第 2 章関連)

業務実績一覧 (生物検定法)

測定方法名 (告示番号)							
年 度		年度		年度		年度	
従 事 者 数	インキュ ベーター 保有台数	名	台	名	台	名	台
		測定数	一人あ たり測 定数	測定数	一人あ たり測 定数	測定数	一人あ たり測 定数
合 計							

- ※ 過去 3 年間の業務実績 (全測定項目 (媒体)) を記載する。
- ※ 複数の測定方法を扱っている場合、方法ごとに本表を作成する。
- ※ インキュベーター保有台数は、レポータージーンアッセイ法のみ記載のこと。

別添 3-5-1 (第 2 章、第 4 章関連)

品質保証・品質管理結果報告書に関するチェックリスト (GC-MS 法)

★印は優先的に確認すべき項目

チェック事項 (該当しない場合は右欄の対応ページに必ず「-」 を記入し、行を削除しないこと。) ※ () 内は、精度管理指針の章番号を示す。	対応 ページ 章番号	確認事項
1 一般的事項		
1-1 表題及び報告書の管理番号		・表題、管理番号が記載されているか。
1-2 目次		★「精度管理指針」別紙 2 に記載の項目が記載されているか。
1-3 報告書の性格等に関する説明		・報告書の性格等に関する説明が記載されているか。
1-4 業務を実施した機関の名称及び住所		・受注者の名称及び住所が記載されているか。
1-5 実施したダイオキシン類測定業務の概要		・業務の概要(業務名、目的、数量等)が記載されているか。
1-6 統括責任者の職名及び氏名並びにその署名及び署名を行った日付		・統括責任者の職名及び氏名が記載されているか。
1-7 業務の工程毎の実施期間		・業務の工程等が記載されているか。
1-8 品質管理者、技術管理者及び測定担当者の職名・氏名		・品質管理者、技術管理者及び測定担当者の職名、氏名が記載されているか。 ・それぞれの責任分野(職務内容)が記載されているか。
1-9 依頼者の名称及び住所		・依頼者の名称及び住所が記載されているか。
1-10 他機関との業務の分担(該当する場合)		・業務の分担(再委託を含む)を行った場合は、業務分担の内容及び責任関係が明確にされているか。 ・他機関は、適切な精度管理ができる体制であるか。(委託先の選定の際に MLAP 又は ISO17025 の取得により審査項目を簡略化した場合は、他機関も同様の認定を取得しているか、適切な精度管理ができる体制であるか確認すること。)
1-11 ページの脱落がないことが確認できる各ページの表記		・各ページにページ番号が記載されているか。
1-12 最終ページに関する表記		・最終ページに関する表記があるか。
2 試料採取		
2-1 事前調査の記録(第 2 部第 2 章 1 (1))		・事前調査の記録があるか。(ただし事前調査の実施は任意)

<p style="text-align: center;">チェック事項 (該当しない場合は右欄の対応ページに必ず「-」 を記入し、行を削除しないこと。) ※()内は、精度管理指針の章番号を示す。</p>	<p style="text-align: center;">対応 ページ 章番号</p>	<p style="text-align: center;">確認事項</p>
<p>2-2 試料採取の記録 (第2部第2章3)</p>		<p>★採取記録が添付されているか。「精度管理指針」第2部第2章3(1), (2)に示された項目が記載されているか。</p>
<p>2-3 トラベルブランク試験及び二重測定のための試料採取の実施状況 (第2部第2章4)</p>		<p>★二重測定の実施頻度は全試料の10%程度で実施されているか。 ★一般環境大気試料、排出ガス試料ではトラベルブランク試料の採取が計画書のとおり に実施されているか。実施されていない場合、過去の実績を参照するなどの合理的な 理由に基づいているか。 ★実施されている場合、実施地点などの記録は残されているか。</p>
<p>3 試料の前処理</p>		
<p>3-1 試料の受入検査 (第2部第3章2 (1))</p>		<p>・記録簿に①～⑥が記載されているか。 ①試料が搬入された日時及び受入検査を実施した日時、②受入検査の実施者、③試料 搬入の手段及び状態、④容器の種類及び大きさ、⑤試料の性状、⑥その他の特記事項</p>
<p>3-2 抽出操作を行うまでの試料の保存・管理 (第2部第3章2 (2))</p>		<p>★試料の保管は規格・マニュアルに従った条件(別添1-2)で保管されているか。 ・試料保管記録簿(もしくは類似の記録)に①及び②が記載されているか。 ①試料の管理番号、②試料の保管場所、保管期間、保管方法(冷蔵・冷凍など)</p>
<p>3-3 試料からの抽出 (第2部第3章2 (3))</p>		<p>★クリーンアップスパイクの添加が実施され、種類・添加量を記録しているか。 ★土壌・底質試料では、抽出後にクリーンアップスパイクの添加が認められている。そ の場合でもクリーンアップスパイクの添加が実施され、種類・添加量を記録してい るか。 ・実施記録簿に①～⑥が記載されているか。 ①実施者、②処理日、③試料の性状及び量、④使用した器具(洗浄・保管状況)、⑤抽 出操作の方法・条件(溶媒の種類、量、抽出時間等)、⑥クリーンアップスパイクの種 類、量及び添加時期 ・同時期に処理を行った、媒体・濃度の高低が確認できる試料リスト。 ・特別な方法を用いた場合には、その理由、内容及び妥当性確認(比較検討結果、引用 文献等)の記録があるか。</p>
<p>3-4 試料抽出液のクリーンアップ (第2部第3章2 (4))</p>		<p>・記録簿に①～⑤が記載されているか。 ①実施者、②日時、③使用した試料抽出液の量、④操作の方法及び条件、⑤使用試薬</p>

<p style="text-align: center;">チェック事項 (該当しない場合は右欄の対応ページに必ず「-」 を記入し、行を削除しないこと。) ※ () 内は、精度管理指針の章番号を示す。</p>	<p style="text-align: center;">対応 ページ 章番号</p>	<p style="text-align: center;">確認事項</p>
		<p style="text-align: center;">(吸着材等) の種類</p>
<p>3-5 測定用試料に併せて測定する試料の調製 (第2部第3章4)</p>		<ul style="list-style-type: none"> ・①～④について、実施している場合前処理記録があるか。 ①操作ブランク、②トラベルブランク (一般環境大気、排出ガスのみ)、③二重測定、④濃度既知試料
<p>4 GC-MS による測定</p>		
<p>4-1 GC-MS の日常点検、定期点検及びメンテナンス (第2部第4章2)</p>		<ul style="list-style-type: none"> ・GC-MS の日常点検の記録簿に①～③が記載されているか。 ①実施者及び日時、②各種消耗品、カラムの使用状況等、GC に関する事項、③冷却水、真空ポンプ、真空度等の MS に関する事項 ・GC-MS の定期点検の記録簿に①及び②が記載されているか。 ①実施者及び日時、②点検の実施状況 ・GC-MS のメンテナンスの記録簿に①～⑤が記載されているか。 ①イオン源の点検・交換、②レンズ系の点検・調整、③インターフェイスラインの点検・洗浄、④フィラメントの交換、⑤その他
<p>4-2 GC-MS の調整 (第2部第4章3)</p>		<ul style="list-style-type: none"> ・GC-MS の調整記録簿に①～③が記載されているか。 ①GC の調整の実施者及び日時、カラムの取り付け、キャリアガスのチェック ②MS の調整の実施者及び日時、質量校正、分解能 ③GC-MS のピーク分離度、絶対感度
<p>4-3 検量線の作成 (第2部第4章4)</p>		<ul style="list-style-type: none"> ★検量線作成用標準液は1濃度に対して最低3回以上測定し、合計15点以上のデータがとられているか。 ★各標準物質とそれに対応するクリーンアップスパイク用内標準物質との相対感度の変動係数は10%を超える化合物がないか。 ★クリーンアップスパイク用内標準物質のシリンジスパイク用内標準物質に対する相対感度の変動係数は20%を超える化合物がないか。 ★排出ガス、一般環境大気について、サンプリングスパイク用内標準物質のクリーンアップスパイク用内標準物質に対する相対感度の変動係数は20%を超える化合物がないか。 ・検量線 (最小二乗法による一次直線回帰式) は切片が原点付近を通る直線になってい

<p style="text-align: center;">チェック事項 (該当しない場合は右欄の対応ページに必ず「-」 を記入し、行を削除しないこと。) ※ () 内は、精度管理指針の章番号を示す。</p>	<p style="text-align: center;">対応 ページ 章番号</p>	<p style="text-align: center;">確認事項</p>
		<p>るか。 ★以下の項目が検量線作成記録に記載されているか。 ①検量線作成者 ②検量線作成日 ③ピーク面積の強度比 (±15%以内) ④相対感度と変動係数</p>
<p>4-4 試料の測定 (第2部第4章5)</p>		<p>・試料の測定記録簿に①～⑥が記載されているか。 ①実施者、②測定日、③測定条件、④シリンジスパイクの種類及び量、⑤測定順番 (インジェクションリスト)、⑥試料注入量</p>
<p>4-5 検量線の確認及び感度変動の確認 (第2部第4章6)</p>		<p>・検量線の確認を1日の測定開始時に行っているか。 ・1日に1回以上、装置の感度変動 (RRcs と RRrs) の確認を行っているか。 ・検量線作成時の相対感度に対して、RRcs は10%以内、RRrs は20%以内か。 ・保持時間が一日に±5%以上、内標準物質との相対保持比が±2%以上変動していないか。</p>
<p>4-6 同定及び定量 (第2部第4章7)</p>		<p>★測定用試料中のシリンジスパイク内標準物質のピーク面積が標準液におけるシリンジスパイク内標準物質のピーク面積の70%以上か。 ★ピーク面積の強度比 (塩素同位体比) は理論値に対して15%以内 (定量下限未満では25%以内) か。</p>
<p>5 GC-MS 測定における定量結果の確定</p>		
<p>5-1 検出下限及び定量下限 (第2部第5章1)</p>		
<p>(1) 装置の検出下限及び定量下限の算出の経過及び算出の基礎データ</p>		<p>・装置の検出下限・定量下限及びその算出過程が記載されているか。 ・装置の検出下限は、測定方法に定めている検出下限以下であるか。</p>
<p>(2) 測定方法の検出下限及び定量下限の算出の経過及び算出の基礎データ</p>		<p>・測定方法の検出下限・定量下限及びその算出過程が記載されているか。</p>
<p>(3) 試料測定時の検出下限及び定量下限の算出の経過及び算出の基礎データ</p>		<p>・試料測定時の検出下限・定量下限及びその算出過程が記載されているか。 ・試料測定時の検出下限・定量下限は、目的とする検出下限・定量下限以下であるか。</p>
<p>(4) 検出下限及び定量下限の一覧表</p>		<p>★一般環境大気、排出ガス、環境水 (地下水を含む)、排出水の検出下限は環境基準・排出基準の1/30に設定されているか。</p>

<p>チェック事項 (該当しない場合は右欄の対応ページに必ず「-」 を記入し、行を削除しないこと。) ※()内は、精度管理指針の章番号を示す。</p>	<p>対応 ページ 章番号</p>	<p>確認事項</p>
		<p>★その他の測定項目（媒体）では、規格・マニュアルに規定された目標検出下限値が満たされているか。</p>
<p>5-2 回収率（第2部第5章2）</p>		
<p>(1) クリーンアップスパイク回収率</p>		<p>★クリーンアップスパイクの回収率が計算されており、規格・マニュアルに定められた範囲内（50%～120%）に入っているか。</p>
<p>(2) サンプルングスパイク回収率</p>		<p>★一般環境大気・排出ガス試料においてサンプルングスパイクの回収率が計算されており、規格・マニュアルに定められた範囲内（70%～130%）に入っているか。</p>
<p>5-3 ブランク試験（第2部第5章3及び4）</p>		
<p>(1) 操作ブランク試験の実施状況及び結果並びにその評価</p>		<p>★操作ブランク試験が定期的に行われているか。 ★土壌、底質については、操作ブランクが試料数の10%程度の頻度で行われているか。 ★操作ブランク値は十分に低い値になっているか（例えば定量下限値未満）。</p>
<p>(2) トラベルブランク試験の実施状況及び結果並びにその評価</p>		<p>★トラベルブランク値が定量下限値未満であるか。 ★排ガスについて、トラベルブランク試験結果の標準偏差の10倍から算出した濃度値が試料の測定値以下か。又はトラベルブランク値が試料の測定値以下か。 ★一般環境大気について、トラベルブランク試験結果の標準偏差の10倍から算出した濃度値が、測定値からトラベルブランク値を差し引いた値以下か。又はトラベルブランク値が試料の測定値以下か。</p>
<p>5-4 二重測定の実施状況及び結果並びにその評価 (第2部第5章5)</p>		<p>★2, 3, 7, 8位塩素置換異性体及びCo-PCBの定量下限値以上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。 ★土壌、底質については、毒性等量について平均値を求め、それぞれの毒性等量が平均値の±15%以内であるか。</p>
<p>5-5 濃度既知試料の測定による確認（第2部第5章6）</p>		
<p>(1) 濃度既知試料の由来等</p>		<p>・認証値もしくは分析機関平均値が存在する試料を分析しているか。 ・自社で準備した試料であれば、複数回分析を行い、一定の分析値が得られた試料であるか。</p>
<p>(2) 今回の測定結果と過去の測定結果との比較</p>		<p>・分析結果が、認証値又は分析平均値と比べて大きく離れていないか。</p>

<p>チェック事項 (該当しない場合は右欄の対応ページに必ず「-」 を記入し、行を削除しないこと。) ※ () 内は、精度管理指針の章番号を示す。</p>	<p>対応 ページ 章番号</p>	<p>確認事項</p>
		<ul style="list-style-type: none"> ・ 室間標準偏差がある場合、分析結果が認証値又は分析平均値±標準偏差の 2 倍以内の範囲内に収まっているか。 ・ Z スコアを計算している場合、2 以内に収まっているか。
<p>5-6 測定用試料の定量結果の確定状況（確定できない結果が生じた場合には、その旨を記述し、その内容等は第 6 の 3 において記述する。）</p>		<p>★同定されたダイオキシン類のピーク面積の対応するクリーンアップスパイク用内標準物質のピーク面積に対する比が、検量線範囲の最も高い濃度比におけるピーク面積比の平均値以下か。（検量線の範囲内で定量を行っているか。）</p>
<p>6 結果の報告等</p>		
<p>6-1 測定結果（第 2 部第 6 章 1）</p>		<p>★測定結果の一覧表について、数値の丸め方は適切か。</p>
<p>6-2 毒性等量（第 2 部第 6 章 2）</p>		
<p>(1) 使用した毒性等価係数</p>		<p>・ 適切な毒性等価係数（TEF）が使用されているか。</p>
<p>(2) 毒性等量の算出結果</p>		<p>★総毒性等量の算出方法が規格・マニュアルに従った方法で計算されているか。</p>
<p>6-3 異常値・欠測値（第 5 の 6 で確定できないとされた結果について、その原因等の記述）（第 2 部第 6 章 3）</p>		<p>・ 5-6 で定量結果として確定できていない場合に、異常値・欠測値となった具体的な理由が記述されており、可能な範囲で原因究明・対応策が記述されているか。</p>
<p>6-4 試料等の保存（第 2 部第 6 章 4）</p>		<p>・ 再測定に備えた試料保管の手順ができていないか。</p>
<p>7 添付文書</p>		
<p>7-1 組織図</p>		<ul style="list-style-type: none"> ・ 組織図内の責任者・担当者が、提出された記録・文書類との整合性が取れているか。 ・ 取れていない場合には、読み替え表（又はそれに相当する文書）や、組織の変更履歴などがわかる文書類が添付されているか。
<p>7-2 全クロマトグラム</p>		<ul style="list-style-type: none"> ★ピーク形状は問題ないか。 ★適切なピークの積分（積分開始と終了、ベースライン高さ）が実施されているか。
<p>7-3 ロックマスチャネル変動の確認資料</p>		<p>★定量対象ピークの保持時間に、ロックマス強度が 20% を超える変動が起きていないか。</p>
<p>7-4 分解能確認資料</p>		<p>・ 分解能は 10,000 以上か。</p>
<p>7-5 インジェクションリスト</p>		<p>・ 高濃度試料の直後に低濃度試料を測定していないか。</p>

別添 3-5-2 (第 2 章、第 4 章関連)

品質保証・品質管理結果報告書に関するチェックリスト (生物検定法)

★印は優先的に確認すべき事項

チェック事項 (該当しない場合は右欄の対応ページに必ず「-」 を記入し、行を削除しないこと。) ※ () 内は、精度管理指針の章番号を示す。	対応 ページ 章番号	確認事項
1 一般的事項		
1-1 表題及び報告書の管理番号		・表題、管理番号が記載されているか。
1-2 目次		★「手引き」別紙 2 に記載の項目が記載されているか。
1-3 報告書の性格等に関する説明		・報告書の性格等に関する説明が記載されているか。
1-4 業務を実施した機関の名称及び住所		・受注者の名称及び住所が記載されているか。
1-5 実施したダイオキシン類測定業務の概要		・業務の概要 (業務名、目的、数量等) が記載されているか。
1-6 統括責任者の職名及び氏名並びにその署名及び署名を行った日付		・統括責任者の職名及び氏名が記載されているか。
1-7 業務の工程ごとの実施期間		・業務の工程等が記載されているか。
1-8 品質管理者、技術管理者及び測定担当者の職名並びに氏名		・品質管理者、技術管理者及び測定担当者の職名、氏名が記載されているか。 ・それぞれの責任分野 (職務内容) が記載されているか。
1-9 依頼者の名称及び住所		・依頼者の名称及び住所が記載されているか。
1-10 他機関との業務の分担 (該当する場合)		・業務の分担 (再委託を含む) を行った場合は、業務分担の内容及び責任関係が明確にされているか。 ・他機関は、適切な精度管理ができる体制であるか。(委託先の選定の際に MLAP 又は ISO17025 の取得により審査項目を簡略化した場合は、他機関も同様の認定を取得しているか、適切な精度管理ができる体制であるか確認すること。)
1-11 ページの脱落がないことが確認できる各ページの表記		・各ページにページ番号が記載されているか。
1-12 最終ページに関する表記		・最終ページに関する表記があるか。
2 試料採取		
2-1 事前調査の記録 (第 2 部第 2 章 1 (1))		・事前調査の記録があるか。(ただし事前調査の実施は任意)

<p style="text-align: center;">チェック事項 (該当しない場合は右欄の対応ページに必ず「-」 を記入し、行を削除しないこと。) ※ () 内は、精度管理指針の章番号を示す。</p>	<p style="text-align: center;">対応 ページ 章番号</p>	<p style="text-align: center;">確認事項</p>
<p>2-2 試料採取の記録 (第2部第2章3)</p>		<p>★採取記録が添付されているか。「手引き」第2部第2章3(1),(2)に示された項目が記載されているか。</p>
<p>2-3 トラベルブランク試験及び二重測定のための試料採取の実施状況 (第2部第2章4)</p>		<p>★排出ガス試料については、定期的に JIS K 0311 に基づく測定を行い、サンプリングスパイクの回収率が70%~130%の範囲内であることを確認しているか。 ★二重測定の実施頻度は全試料の10%程度で実施されているか。 ★排出ガス試料ではトラベルブランク試料の採取が計画書のとおりを実施されているか。実施されていない場合、過去の実績を参照するなどの合理的な理由に基づいているか。 ★実施されている場合、実施地点などの記録は残されているか。</p>
<p>3 試料の前処理</p>		
<p>3-1 試料の受入検査 (第2部第3章2(1))</p>		<p>・記録簿に①~⑥が記載されているか。 ①試料が搬入された日時及び受入検査を実施した日時、②受入検査の実施者、③試料搬入の手段及び状態、④容器の種類及び大きさ、⑤試料の性状、⑥その他の特記事項</p>
<p>3-2 抽出操作を行うまでの試料の保存及び管理 (第2部第3章2(2))</p>		<p>★試料の保管は規格・マニュアルに従った条件(別添1-2)で保管されているか。 ・試料保管記録簿(もしくは類似の記録)に①及び②が記載されているか。 ①試料の管理番号、②試料の保管場所、保管期間、保管方法(冷蔵・冷凍など)</p>
<p>3-3 試料からの抽出 (第2部第3章2(3))</p>		<p>・実施記録簿に①~⑤が記載されているか。 ①実施者、②処理日、③試料の性状及び量、④使用した器具(洗浄・保管状況)、⑤抽出操作の方法・条件(溶媒の種類、量、抽出時間等) ・同時期に処理を行った、媒体・濃度の高低が確認できる試料リスト。 ・特別な方法を用いた場合には、その理由、内容及び妥当性確認(比較検討結果、引用文献等)の記録があるか。</p>
<p>3-4 試料抽出液のクリーンアップ (第2部第3章2(4))</p>		<p>・記録簿に①~⑤が記載されているか。 ①実施者、②日時、③使用した試料抽出液の量、④操作の方法及び条件、⑤使用試薬の種類</p>
<p>3-5 測定用試料に併せて測定する試料の調製 (第2部第3章4)</p>		<p>・①~⑥について、実施している場合前処理記録があるか。 ①操作ブランク、②トラベルブランク(排出ガスのみ)、③二重測定、④濃度既知試料、</p>

<p>チェック事項 (該当しない場合は右欄の対応ページに必ず「-」 を記入し、行を削除しないこと。) ※ () 内は、精度管理指針の章番号を示す。</p>	<p>対応 ページ 章番号</p>	<p>確認事項</p>
		<p>⑤換算係数の確認のための試料、⑥回収率の確認のための試料</p>
<p>4 生物検定法による測定</p>		
<p>4-1 計測機器の点検 (第2部第4章2)</p>		<p>・①～④について、実施記録があるか。 ①日常点検 (実施者、日時、消耗品に関する事項)、②定期点検 (実施者、日時、点検の実施状況)、③メンテナンス (光源等の点検・交換)、インキュベーター等の温度制御機能の点検・修理)、④問題が発生した時の処置 (問題の内容・処理)</p>
<p>4-2 測定系の準備 (第2部第4章3)</p>		<p>・測定系の準備の記録簿に①～④が記載されているか。 ①凍結保存されているもの：解凍作業の実施者及び日時、作業内容、測定に使用する上で問題がないことの確認記録 ②冷蔵保存されているもの：開封等作業の実施者及び日時、作業内容、測定に使用する上で問題がないことの確認記録 ③常温保存されているもの：開封等作業の実施者及び日時、作業内容、測定に使用する上で問題がないことの確認記録 ④細胞の管理状況 (遺伝子組換え培養細胞を用いたレポータージーンアッセイに限る)：継代等の操作記録、培養条件の確認及び雑菌汚染等の有無の確認、細胞活性が維持されていることの確認</p>
<p>4-3 検量線の作成 (第2部第4章4)</p>		<p>★以下の項目が検量線作成記録に記載されているか。 ①検量線作成者、②検量線作成日、③測定条件、④計測値 (発光・吸光・蛍光等の強度)、⑤測定方法で定められている近似式及びその算出過程 ★作成された検量線がマニュアルで定められている範囲や測定点数であるか。</p>
<p>4-4 試料の測定 (第2部第4章5)</p>		<p>・試料の測定記録簿に①～⑥が記載されているか。 ①実施者、②測定日、③測定条件、④測定の順番、⑤測定に供した試料量、⑥測定値 (発光・吸光・蛍光等の強度)</p>
<p>4-5 検量線の確認及び感度変動の管理図による確認 (第2部第4章6)</p>		<p>★検量線作成用標準液及び濃度既知試料に対して、測定量 (毒性等量) の管理図が作成されているか。 ★管理限界を超えている、基準値に対して一定の方向に偏る傾向がないか。</p>
<p>4-6 検出下限等算出用検量線の作成 (第2部第4</p>		<p>・6ヶ月以内に検出下限及び定量範囲を求めるための検量線が作成されているか。</p>

<p>チェック事項 (該当しない場合は右欄の対応ページに必ず「-」 を記入し、行を削除しないこと。) ※ () 内は、精度管理指針の章番号を示す。</p>	<p>対応 ページ 章番号</p>	<p>確認事項</p>
<p>章 7)</p>		<ul style="list-style-type: none"> ・以下の項目が検量線作成記録に記載されているか。 ①検量線作成者、②検量線作成日、③測定条件、④測定値（発光・吸光・蛍光等の強度）、⑤測定方法で定められている近似式及びその算出過程
<p>5 生物検定法における定量結果の確定及び結果の報告</p>		
<p>5-1 検出下限及び定量範囲を算出するための測定データ及びその算出の過程(第2部第5章1)</p>		<ul style="list-style-type: none"> ★6 ヶ月以内の標準物質による検出下限及び定量範囲を算出するための測定データ及びその算出の過程が記載され、マニュアルの規定どおりか。 ★試料における検出下限及び定量範囲を算出するための測定データ及びその算出の過程が記載され、マニュアルの規定どおりか。
<p>5-2 実測濃度(第2部第5章2)</p>		<ul style="list-style-type: none"> ・定量範囲内で測定しているか。(希釈倍率は適切か。) ・実測濃度の算出過程が記載されているか。
<p>5-3 測定量(毒性等量)(第2部第5章3)</p>		
<p>(1) 使用した換算係数</p>		<ul style="list-style-type: none"> ・使用した換算係数が記載されているか。 ★排出ガス試料については、定期的に JIS K 0311 に従い抽出までを行った抽出試料(ただし、生物検定に影響を及ぼすサンプリングスパイク及び抽出工程でのクリーンアップスパイクの添加は行わない)を分割し、片方は JIS K 0311 に定められた方法により測定量(毒性等量)を求め、残りは、生物検定法における実測濃度を求め、両者の実測濃度を比較して、換算係数を算出しているか。 ★ばいじん及び燃え殻試料については、定期的に平成4年厚生省告示第192号別表第一(第一号関係)(2)に準拠した方法に従い抽出までを行った抽出試料(ただし、同表ウ(イ)の内標準物質の添加の操作は行わない)を分割し、片方は厚生省平成4年告示第192号別表第一(第一号関係)(2)に準拠した方法により測定量(毒性等量)を求め、残りは、生物検定法における実測濃度を求め、両者の実測濃度を比較して、換算係数を算出しているか。
<p>(2) 測定量(毒性等量)の算出結果</p>		<ul style="list-style-type: none"> ・測定量(毒性等量)の算出過程が記載されているか。
<p>5-4 再測定の記録(第2部第5章4)</p>		<ul style="list-style-type: none"> ・再測定が生じた際の理由が記載されているか。 ・原因追及のための再測定を行い、その結果が記載されているか。
<p>5-5 操作ブランク試験の実施状況及び結果並びに</p>		<ul style="list-style-type: none"> ★操作ブランク試験が定期的に実施されているか。

<p style="text-align: center;">チェック事項 (該当しない場合は右欄の対応ページに必ず「-」 を記入し、行を削除しないこと。) ※ () 内は、精度管理指針の章番号を示す。</p>	<p style="text-align: center;">対応 ページ 章番号</p>	<p style="text-align: center;">確認事項</p>
<p style="text-align: center;">その評価 (第2部第5章5)</p>		<p>★操作ブランク値は十分に低い値になっているか (例えば定量下限値未満)。</p>
<p>5-6 トラベルブランク試験の実施状況及び結果並びにその評価 (第2部第5章6)</p>		<p>★トラベルブランク値が定量下限値未満であるか。 ★評価方法がマニュアルに従った方法で実施されているか。</p>
<p>5-7 二重測定の実施状況及び結果並びにその評価 (第2部第5章7)</p>		<p>★二重測定は測定試料数の10%程度の頻度で行っているか。 ★同一の生物検定法における定量下限以上の測定量 (毒性等量) の平均値を求め、各々の測定量の差が平均値の30%以内であるか。</p>
<p>5-8 濃度既知試料の測定による確認 (第2部第5章8)</p>		<p>★濃度既知試料の測定が定期的 (少なくとも1年以内) に実施されているか。</p>
<p>(1) 濃度既知試料の由来等</p>		<ul style="list-style-type: none"> ・認証値もしくは分析機関平均値が存在する試料を分析しているか。 ・自社で準備した試料であれば、複数回分析を行い、一定の測定量 (毒性等量) が得られた試料であるか。
<p>(2) 今回の測定結果と過去の測定結果との比較</p>		<ul style="list-style-type: none"> ・今回の測定結果は一定の範囲 (当該濃度の±30%以内、又は標準偏差の2倍以内) に入っているか。
<p>5-9 換算係数の確認 (第2部第5章9)</p>		<p>★6ヶ月以内のGC-MS法によって得られた測定量 (毒性等量) と生物検定法で得られた実測濃度により算出された換算係数とマニュアルに記載された換算係数が大きく乖離していないか、又は相関は良いか。</p>
<p>5-10 回収率の確認 (第2部第5章10)</p>		<p>★6ヶ月以内のGC-MS法による回収率の測定結果があるか。 ★回収率は50%~120%の範囲に入っているか。</p>
<p>5-11 異常値及び欠測値 (第2部第5章の1~10で確定できないとされた結果について、その原因等の記述) (第2部第5章11)</p>		<ul style="list-style-type: none"> ・データが確定できていない場合に、異常値・欠測値となった具体的な理由が記述されており、可能な範囲で原因究明・対応策が記述されているか。
<p>5-12 試料等の保存 (第2部第5章12)</p>		<ul style="list-style-type: none"> ・再測定に備えた試料保管の手順ができているか。
<p>6 添付文書</p>		
<p>6-1 組織図</p>		<ul style="list-style-type: none"> ・組織図内の責任者・担当者が、提出された記録・文書類との整合性が取れているか。 ・取れていない場合には、読み替え表 (又はそれに相当する文書) や、組織の変更履歴などがわかる文書類が添付されているか。
<p>6-2 全測定試料に関する生データ (測定機器から</p>		<ul style="list-style-type: none"> ・全測定試料に関する生データ (測定機器からの出力) があるか。

<p style="text-align: center;">チェック事項</p> <p>(該当しない場合は右欄の対応ページに必ず「-」を記入し、行を削除しないこと。)</p> <p>※ () 内は、精度管理指針の章番号を示す。</p>	<p style="text-align: center;">対応 ページ 章番号</p>	<p style="text-align: center;">確認事項</p>
<p style="text-align: center;">の出力)</p>		
<p>6-3 試料測定時のプレート内配置図等</p>		<p>・試料測定時のプレート内配置図等があるか。</p>

別添 4-1 (第 3 章関連)

品質保証・品質管理計画書に関するチェックリスト (GC-MS 法)

★印は優先的に確認すべき事項

チェック事項 (該当しない場合は右欄の対応ページに必ず「-」 を記入し、行を削除しないこと。) ※ () 内は、精度管理指針の章番号を示す。	対応 ページ 章番号	確認事項
1 一般的事項		
1-1 表題及び計画書の管理番号		共通 ・表題、管理番号が記載されているか。
1-2 目次		共通 ★「精度管理指針」別紙 1 に記載の項目が記載されているか。
1-3 計画書の性格等に関する説明		共通 ・報告書の性格等に関する説明が記載されているか。
1-4 業務を実施する機関の名称及び住所		共通 ・受注者の名称及び住所が記載されているか。
1-5 実施するダイオキシン類測定業務の概要		共通 ・業務の概要 (業務名、目的、数量等) が記載されているか。
1-6 統括責任者の職名及び氏名並びにその署名及び署名を行った日付		共通 ・統括責任者の職名及び氏名が記載されているか。
1-7 業務の工程毎の予定実施期間		共通 ・業務の工程等が記載されているか。
1-8 品質管理者、技術管理者及び測定担当者の職名・氏名		共通 ・品質管理者、技術管理者及び測定担当者の職名、氏名が記載されているか。 ・それぞれの責任分野 (職務内容) が記載されているか。 ・計量管理者が記載されているか。 (計量証明の場合)
1-9 依頼者の名称及び住所		共通 ・依頼者の名称及び住所が記載されているか。
1-10 他機関との業務分担 (該当する場合)		共通 ★他機関との業務の分担 (再委託を含む) を行う場合は、業務分担の内容及び責任関係が明確にされているか。 ★他機関は、適切な精度管理ができる体制であるか。(委託先の選定の際に MLAP 又は ISO17025 の取得により審査項目を簡略化した場合は、他機関も同様の認定を取得しているか、適切な精度管理ができる体制であるか確認すること。)
2 試料採取計画 (第 2 部第 2 章 1)		

<p>チェック事項 (該当しない場合は右欄の対応ページに必ず「-」 を記入し、行を削除しないこと。) ※()内は、精度管理指針の章番号を示す。</p>	<p>対応 ページ 章番号</p>	<p>確認事項</p>	
2-1 試料採取者		共通	<ul style="list-style-type: none"> 試料採取者が記載されているか。
2-1 試料採取予定日時		共通	<ul style="list-style-type: none"> 試料採取予定日時が記載されているか。 天候等によるサンプリング可否判断が記載されているか。
2-3 試料採取地点		共通	<ul style="list-style-type: none"> ★試料採取地点が具体的に(緯度経度又は見取り図等)記載されているか。(継続調査の場合は、過年度から変更は無いか。)
2-4 事前調査の有無(有の場合にはその概要)		共通	<ul style="list-style-type: none"> 事前調査を行う場合には、その概要が記載されているか。
2-5 試料採取器具・装置、使用する試薬等		共通	<ul style="list-style-type: none"> ★試料採取器具等の洗浄方法、汚染防止対策が記載されているか。 複数地点で同一の試料採取器具・装置を使用する場合、試料間汚染防止のための器具等の洗浄方法が記載されているか。 使用する試薬の種類及び等級が記載されているか。 ★試料採取器具等は、規格・マニュアルに規定された材質のもの(別添 1-2 参照)が使用されているか。
		一般環境大気	<ul style="list-style-type: none"> ハイボリウムエアサンプラの流量校正の記録が記載されているか。
		排出ガス	<ul style="list-style-type: none"> ①ダスト捕集に必要な機材、②ダイオキシン類を捕集する吸収瓶、吸着材カラム、吸収液など、③冷却用の氷又はドライアイス、④採取後の捕集系の洗浄に必要な試薬(メタノール又はアセトン、及びトルエン又はジクロロメタン)が記載されているか。 ガスメータの流量検証の記録が記載されているか。 電源の確保は可能か。
		底質	<ul style="list-style-type: none"> エクマンバージ型採泥器を基本とし、これによる採取が困難な場合にはこれに準ずる採泥器の使用が記載されているか。
2-6 試料採取操作の概要		共通	<ul style="list-style-type: none"> ★試料の代表性をどのように確保するか具体的に記述されているか。 ★採取量が記載されているか。(一般環境大気、排出ガス以外は、再分析が可能な量となっているか。)

<p>チェック事項 (該当しない場合は右欄の対応ページに必ず「-」 を記入し、行を削除しないこと。) ※ () 内は、精度管理指針の章番号を示す。</p>	<p>対応 ページ 章番号</p>	<p>確認事項</p>
		<p>一般環境大気</p> <ul style="list-style-type: none"> ★サンプリングスパイクの添加時期、方法が記載されているか。 ・採取後の試料は、密閉して保管することとされているか。 ・電源の確保の方法が記載されているか。
		<p>排出ガス</p> <ul style="list-style-type: none"> ★サンプリングスパイクの添加時期、方法が記載されているか。 ・試料採取中に少なくとも 1 回は採取装置の漏れ試験を行うことが記載されているか。 ・採取後の試料は、密閉して保管することとされているか。 ・電源の確保の方法が記載されているか。
		<p>水質</p> <ul style="list-style-type: none"> ・試料容器の試料水による容器の洗浄は行わないことの記載があるか。(試料採取器具は試料水による洗浄が必要。) ・試料容器上部に空間を残すことの記載はあるか。 ・残留塩素に配慮しているか(残留塩素が存在する場合には、チオ硫酸ナトリウム五水和物を添加)。 ・水域で直接採水する場合は、作業実施者が巻き上げた底質の影響を受けないように上流側で採取する旨の記載があるか。 ・橋上から採取する場合にはロープが欄干に干渉して異物が混入しないための記載があるか(ロープが下流側へ流されることにより上流側での採水は欄干との干渉がおきやすいため、安全上問題がなければ下流側での実施が望ましい)。 ・船上から採取する場合には船からの油が混入しないように上流又は船首側で実施する記載があるか。 ・地下水を採水する場合、井戸の構造・深度・ストレーナー位置等が考慮されているか。 ・地下水を採水する場合、パージ(予備揚水)に関する記載があるか。
		<p>土壌</p> <ul style="list-style-type: none"> ・地表面から 5cm まで(農用地等では地表面から 30cm まで)の土壌について 5 地点混合方式で採取することの記載があるか。

<p>チェック事項 (該当しない場合は右欄の対応ページに必ず「-」 を記入し、行を削除しないこと。) ※ () 内は、精度管理指針の章番号を示す。</p>	<p>対応 ページ 章番号</p>	<p>確認事項</p>	
		<p>底質</p>	<ul style="list-style-type: none"> ・表層から 10cm 程度を 3 回以上採取し、それらを混合して試料とすることの記載があるか。 ・船上から採取する場合には船からの油が混入しないように上流又は船首側で実施する記載があるか。
		<p>ばいじん 燃え殻</p>	<ul style="list-style-type: none"> ・シャベル、スコップ等の採取具を用いて数箇所から採取し、アルミ製バット等に移し入れ、不燃物等の異物を取り除き、十分に均質化する旨の記載があるか。
<p>2-7 試料容器</p>		<p>共通</p>	<ul style="list-style-type: none"> ★試料採取容器の洗浄方法、汚染防止対策が記載されているか。 ★試料容器は、規格・マニュアルに規定された材質のもの（別添 1-2 参照）が使用されているか。
<p>2-8 採取後の輸送方法</p>		<p>共通</p>	<ul style="list-style-type: none"> ★試料の輸送方法は、規格・マニュアルに従った条件（別添 1-2 参照）となっているか。 ・容器等の破損防止の配慮がされているか。
<p>2-9 トラベルブランク試験及び二重測定の実施計画</p>		<p>共通</p>	<ul style="list-style-type: none"> ★二重測定を実施する試料採取地点が記載されているか（実施頻度については、別添 1-1-1 参照）。 ・二重測定に必要な試料量を採取する計画となっているか。
		<p>一般環境大気 排出ガス</p>	<ul style="list-style-type: none"> ★一般環境大気試料、排出ガス試料ではトラベルブランク試料の採取地点が記載されているか。試料採取を実施しない場合、過去の実績を参照するなどの合理的な理由に基づいているか。
<p>3 試料前処理計画（第 2 部第 3 章 1）</p>			
<p>3-1 受入検査（実施者、実施予定日時及び内容）</p>		<p>共通</p>	<ul style="list-style-type: none"> ・実施者、実施予定日時及び内容が記載されているか。 ・受入検査の方法が記載されているか。
<p>3-2 抽出操作を行うまでの試料の保存・管理（場所、方法、期間）</p>		<p>共通</p>	<ul style="list-style-type: none"> ★試料の保存方法は、規格・マニュアルに従った条件（別添 1-2 参照）となっているか。 ・汚染防止への配慮がされているか。

<p>チェック事項 (該当しない場合は右欄の対応ページに必ず「-」 を記入し、行を削除しないこと。) ※()内は、精度管理指針の章番号を示す。</p>	<p>対応 ページ 章番号</p>	<p>確認事項</p>	
		<p>排出ガス</p>	<p>・ろ過材などに補修されたダストについて、塩酸処理の記載があるか（燃え殻及びばいじんも同様。）</p>
		<p>土壌 底質</p>	<p>・風乾操作を行う場合、室温で実施されること（室温以上の加熱、送風等を行わないこと）が記載されているか。</p>
<p>3-3 抽出操作（実施者、開始予定日時、方法及び条件）</p>		<p>共通</p>	<p>・実施者、開始予定日時が記載されているか。 ・方法及び条件が記載されているか。（操作フローが記載されていること。）</p>
		<p>水質</p>	<p>・抽出法が記載されているか。 ・固相抽出の場合、破過防止への配慮がされているか。 ・分散型固相吸着-凝集剤を用いた抽出の場合、凝集剤が十分に凝集を起こすように pH 調整が配慮されているか。 ・高濃度試料への配慮がされているか。</p>
<p>3-4 添加するクリーンアップスパイクの種類、量及び添加時期</p>		<p>共通</p>	<p>★添加するクリーンアップスパイクの種類、量が記載されているか。 ★クリーンアップスパイクの添加時期が記載されているか（操作フローに記載されていること）。添加時期は規格・マニュアルの規定に従っているか。</p>
		<p>水質</p>	<p>・複数の容器に分けて採取されている試料を用いる場合、各容器にほぼ同じ量になるように添加する記載があるか。</p>
<p>3-5 試料抽出液のクリーンアップ（実施者、開始予定日時、方法及び条件）</p>		<p>共通</p>	<p>・実施者、開始予定日時が記載されているか。 ・方法及び条件が記載されているか。（操作フローが記載されていること。） ・硫黄分が多い試料に対して銅チップ処理が記載されているか。（一般環境大気を除く）</p>
<p>3-6 測定用試料に併せて測定を行う試料の調製</p>		<p>共通</p>	<p>・①操作ブランク、②トラベルブランク（一般環境大気、排出ガスのみ）、③二重測定、④濃度既知試料に関する記述があるか。</p>
<p>4 GC-MS による試料の測定（第2部第4章1）</p>			
<p>4-1 GC-MS の調整</p>		<p>共通</p>	<p>・GC-MS の調整について記載されているか。（カラムの取り付け、キャリアガスのチェック、質量校正、分解能、ピーク分離度、絶対感度等） ・日常点検・定期点検の項目・方法が記載されているか。</p>
<p>4-2 検量線の作成</p>		<p>共通</p>	<p>★検量線の作成方法、作成頻度が記載されているか。</p>

<p>チェック事項 (該当しない場合は右欄の対応ページに必ず「-」 を記入し、行を削除しないこと。) ※ () 内は、精度管理指針の章番号を示す。</p>	<p>対応 ページ 章番号</p>	<p>確認事項</p>	
<p>4-3 試料の測定</p>		<p>共通</p>	<ul style="list-style-type: none"> ・異性体別にカラムが記載されているか。 ・GC-MS の測定条件が記載されているか。 ・注入量が記載されているか。 ・高濃度試料・低濃度試料が混在した場合の配慮がされているか。
<p>4-4 検量線の確認及び感度変動に係る作業</p>		<p>共通</p>	<ul style="list-style-type: none"> ・1日に1回以上、RRcs (±10%以内)、RRrs (±20%以内) の変動が規定範囲内であることを確認する記載があるか。
<p>4-5 同定及び定量に係る作業</p>		<p>共通</p>	<ul style="list-style-type: none"> ★ピークのアサイン (クロマトグラム上のピークと化合物の対応付け) の方法が具体的に記述されているか。 ★ピーク面積強度比 (塩素同位体比) は±15%以内 (定量下限値以下は±25%以内) とされているか。 ・測定対象ピーク出現時のロックマスの変動が±20%以内であることを確認する記載があるか。
<p>4-6 比較試験に係る作業 (簡易測定法)</p>		<p>排出ガス ばいじん 燃え殻</p>	<ul style="list-style-type: none"> ・同一試料による GC-MS 法 (JIS K 0311 及び告示法) との比較試験を実施し、毒性等量が GC-MS 法との比で0.5~2.0の範囲内であることを確認する記載はあるか。 ・実施頻度は、試料数の5%とされているか。
<p>5 GC-MS 測定における定量結果の確定 (第2部第5章)</p>			
<p>5-1 検出下限及び定量下限の算定に係る作業</p>		<p>共通</p>	<ul style="list-style-type: none"> ・装置、測定方法、試料測定時の検出下限及び定量下限、またその算出方法が記載されているか。 ★一般環境大気、排出ガス、環境水 (地下水を含む)、排水の検出下限は環境基準・排水基準の1/30に設定されているか。 ★その他の測定項目 (媒体) では、規格・マニュアルに規定された目標検出下限値が満たされているか。
<p>5-2 算出された濃度の品質確認に係る作業</p>		<p>共通</p>	<ul style="list-style-type: none"> ・定量計算結果の確認方法について記載されているか。 ・測定用試料中のシリンジスパイクの内標準物質のピーク面積が標準液におけるシリンジスパイク内標準物質のピーク面積の70%以上であることを確認する記載があるか。

<p>チェック事項 (該当しない場合は右欄の対応ページに必ず「-」 を記入し、行を削除しないこと。) ※()内は、精度管理指針の章番号を示す。</p>	<p>対応 ページ 章番号</p>	<p>確認事項</p>	
<p>5-3 回収率の算定及び結果の確認に係る作業</p>		<p>共通</p>	<p>★クリーンアップスパイクの回収率が規格・マニュアルに定められた範囲内(50～120%)であることを確認する記載があるか。</p>
<p>5-4 操作ブランク試験、トラベルブランク試験、二重測定及び濃度既知試料の測定結果の算出並びにその確認に係る作業</p>		<p>一般環境大気 排出ガス</p>	<p>★サンプリングスパイクを実施する場合は、回収率が規格・マニュアルに定められた範囲内(70～130%)であることを確認する記載があるか。</p>
<p>5-5 比較試験結果の確認に係る作業(簡易測定法)</p>		<p>共通</p>	<p>★操作ブランク値は十分に低値であることを確認する記載があるか。 ★二重測定は、2, 3, 7, 8位塩素置換異性体及びCo-PCBの定量下限値以上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%以内であることを確認する記載があるか。 ・濃度既知試料は認証値もしくは分析機関平均値が存在する試料か。 ・自社で準備した試料の場合、複数回分析を行い、一定の分析値が得られた試料か。</p>
<p>5-6 測定用試料の定量結果の確定に係る作業</p>		<p>ばいじん 燃え殻</p>	<p>★トラベルブランク値は十分に低値であることを確認する記載があるか。</p>
<p>5-6 測定用試料の定量結果の確定に係る作業</p>		<p>共通</p>	<p>★操作ブランクが試料数の10%程度の頻度で計画されているか。 ・二重測定は、毒性等量について平均値を求め、それぞれの毒性等量が平均値の±15%以内であることを確認する記載があるか。</p>
<p>6 結果の報告等(第2部第6章)</p>		<p>ばいじん 燃え殻</p>	<p>・同一試料によるGC-MSを用いた方法と簡易測定法の比較試験を試料数の5%の頻度で行うことの記載があるか。</p>
<p>6-1 測定結果の表示</p>		<p>共通</p>	<p>・定量は検量線の範囲内で行い、これを越える場合の対応方法に関する記載があるか。(水質では予備試料から抽出をやり直す。排出ガスでは、サンプリングからやり直す。)</p> <p>・毒性等価係数(TEF)は適切か。 ★総毒性等量の算出方法は規格・マニュアルに従った方法であるか(別添1-3参照)。 ・数値の丸め方は記載されているか。</p>

<p style="text-align: center;">チェック事項</p> <p>(該当しない場合は右欄の対応ページに必ず「-」を記入し、行を削除しないこと。)</p> <p>※ () 内は、精度管理指針の章番号を示す。</p>	<p style="text-align: center;">対応 ページ 章番号</p>	<p style="text-align: center;">確認事項</p>	
<p>6-2 異常値・欠測値の処理</p>		<p style="text-align: center;">共通</p>	<ul style="list-style-type: none"> ・異常値・欠測値の判断基準・対処方法が記載されているか。
<p>6-3 試料等の保存</p>		<p style="text-align: center;">共通</p>	<ul style="list-style-type: none"> ・再分析・再測定に備えた試料等の保存・管理を行う計画となっているか。 ・前処理済みの測定液の保管方法について記載されているか。

別添 4-2 (第 3 章関連)

品質保証・品質管理計画書に関するチェックリスト (生物検定法)

★印は優先的に確認すべき事項

チェック事項 (該当しない場合は右欄の対応ページに必ず「-」 を記入し、行を削除しないこと。) ※ () 内は、手引きの章番号を示す。	対応 ページ 章番号	確認事項	
1 一般的事項			
1-1 表題及び計画書の管理番号		共通	・表題、管理番号が記載されているか。
1-2 目次		共通	★「手引き」別紙 1 に記載の項目が記載されているか。
1-3 計画書の性格等に関する説明		共通	・報告書の性格等に関する説明が記載されているか。
1-4 業務を実施する機関の名称及び住所		共通	・受注者の名称及び住所が記載されているか。
1-5 実施するダイオキシン類測定業務の概要		共通	・業務の概要 (業務名、目的、数量等) が記載されているか。
1-6 統括責任者の職名及び氏名並びにその署名及び署名を行った日付		共通	・統括責任者の職名及び氏名が記載されているか。
1-7 業務の工程毎の予定実施期間		共通	・業務の工程等が記載されているか。
1-8 品質管理者、技術管理者及び測定担当者の職名・氏名		共通	・品質管理者、技術管理者及び測定担当者の職名、氏名が記載されているか。 ・それぞれの責任分野 (職務内容) が記載されているか。
1-9 依頼者の名称及び住所		共通	・依頼者の名称及び住所が記載されているか。
1-10 他機関との業務分担及び責任の所在 (該当する場合)		共通	★他機関との業務の分担 (再委託を含む) を行う場合は、業務分担の内容及び責任関係が明確にされているか。 ★他機関は、適切な精度管理ができる体制であるか。(委託先の選定の際に ISO17025 の取得により審査項目を簡略化した場合は、他機関も同様の認定を取得しているか、適切な精度管理ができる体制であるか確認すること。)
2 試料採取計画 (第 2 部第 2 章 1)			
2-1 試料採取者		共通	・試料採取者が記載されているか。
2-1 試料採取予定日時		共通	・試料採取予定日時が記載されているか。

<p>チェック事項 (該当しない場合は右欄の対応ページに必ず「-」 を記入し、行を削除しないこと。) ※ () 内は、手引きの章番号を示す。</p>	<p>対応 ページ 章番号</p>	<p>確認事項</p>	
			<ul style="list-style-type: none"> ・天候等によるサンプリング可否判断が記載されているか。
<p>2-3 試料採取地点</p>		<p>共通</p>	<ul style="list-style-type: none"> ★試料採取地点が具体的に（緯度経度又は見取り図等）記載されているか。（継続調査の場合は、過年度から変更は無いかな。）
<p>2-4 事前調査の有無（有の場合にはその概要）</p>		<p>共通</p>	<ul style="list-style-type: none"> ・事前調査を行う場合には、その概要が記載されているか。
<p>2-5 試料採取器具・装置、使用する試薬等</p>		<p>共通</p>	<ul style="list-style-type: none"> ★試料採取器具等の洗浄方法、汚染防止対策が記載されているか。 ・複数地点で同一の試料採取器具・装置を使用する場合、試料間汚染防止のための器具等の洗浄方法が記載されているか。 ・使用する試薬の種類及び等級が記載されているか。 ★試料採取器具等は、規格・マニュアルに規定された材質のもの（別添 1-2 参照）が使用されているか。
		<p>排出ガス</p>	<ul style="list-style-type: none"> ・①ダスト捕集に必要な機材、②ダイオキシン類を捕集する吸収瓶、吸着材カラム、吸収液など、③冷却用の氷又はドライアイス、④採取後の捕集系の洗浄に必要な試薬（メタノール又はアセトン、及びトルエン又はジクロロメタン）が記載されているか。 ・ガスメータの流量検証の記録が記載されているか。 ・電源の確保が可能か。
<p>2-6 試料採取操作の概要</p>		<p>共通</p>	<ul style="list-style-type: none"> ★試料の代表性をどのように確保するか具体的に記述されているか。 ★採取量が記載されているか。（排出ガス以外は、再分析が可能な量となっているか。）
		<p>排出ガス</p>	<ul style="list-style-type: none"> ・試料採取中に少なくとも 1 回は採取装置の漏れ試験を行うことが記載されているか。 ・採取後の試料は、密閉して保管することとされているか。 ・電源の確保の方法が記載されているか。
		<p>ばいじん 燃え殻</p>	<ul style="list-style-type: none"> ・シャベル、スコップ等の採取具を用いて数箇所から採取し、アルミ製バット等に移し入れ、不燃物等の異物を取り除き、十分に均質化する旨の記載があるか。

<p>チェック事項 (該当しない場合は右欄の対応ページに必ず「-」 を記入し、行を削除しないこと。) ※ () 内は、手引きの章番号を示す。</p>	<p>対応 ページ 章番号</p>	<p>確認事項</p>	
<p>2-7 試料容器</p>		<p>共通</p>	<p>★試料採取容器の洗浄方法、汚染防止対策が記載されているか。 ★試料容器は、規格・マニュアルに規定された材質のもの（別添 1-2 参照）が使用されているか。</p>
<p>2-8 採取後の輸送方法</p>		<p>共通</p>	<p>★試料の輸送方法は、規格・マニュアルに従った条件（別添 1-2 参照）となっているか。 ・容器等の破損防止の配慮がされているか。</p>
<p>2-9 トラベルブランク試験及び二重測定の実施計画</p>		<p>共通</p>	<p>★二重測定を実施する試料採取地点が記載されているか（実施頻度については、別添 1-1-2 参照）。 ・二重測定に必要な試料量を採取する計画となっているか。</p>
		<p>排出ガス</p>	<p>★排出ガス試料ではトラベルブランク試料の採取地点が記載されているか。試料採取を実施しない場合、過去の実績を参照するなどの合理的な理由に基づいているか。</p>
<p>3 試料前処理計画（第2部第3章1）</p>			
<p>3-1 受入検査（実施者、実施予定日時及び内容）</p>		<p>共通</p>	<p>・実施者、実施予定日時及び内容が記載されているか。 ・受入検査の方法が記載されているか。</p>
<p>3-2 抽出操作を行うまでの試料の保存・管理（場所、方法、期間）</p>		<p>共通</p>	<p>★試料の保存方法は、規格・マニュアルに従った条件（別添 1-2 参照）となっているか。 ・汚染防止への配慮がされているか。</p>
		<p>排出ガス</p>	<p>・ろ過材などに補修されたダストについて、塩酸処理の記載があるか（燃え殻及びばいじんも同様。）</p>
<p>3-3 抽出操作（実施者、開始予定日時、方法及び条件）</p>		<p>共通</p>	<p>・実施者、開始予定日時が記載されているか。 ・方法及び条件が記載されているか。（操作フローが記載されていること。）</p>
<p>3-4 試料抽出液のクリーンアップ（実施者、開始予定日時、方法及び条件）</p>		<p>共通</p>	<p>・実施者、開始予定日時が記載されているか。 ・方法及び条件が記載されているか。（操作フローが記載されていること。） ・硫黄分が多い試料に対して銅チップ処理が記載されているか。</p>
<p>3-5 測定用試料に併せて測定を行う試料</p>		<p>共通</p>	<p>・①操作ブランク、②トラベルブランク（排出ガスのみ）、③二重測定、④濃度</p>

チェック事項 (該当しない場合は右欄の対応ページに必ず「-」 を記入し、行を削除しないこと。) ※ () 内は、手引きの章番号を示す。	対応 ページ 章番号	確認事項	
の調製			既知試料に関する記述があるか。
4 生物検定法による試料の測定計画 (第2部第4章1)			
4-1 計測機器の点検		共通	・ 日常点検・定期点検の項目・方法が記載されているか。
4-2 測定系の準備		共通	・ 凍結保存、冷蔵保存或いは常温保存されているものの開封作業や測定に使用する上で問題がないことが記録されているか。 ・ 細胞を使用する場合、継代等の操作記録、雑菌汚染等の有無の確認及び細胞活性が維持されていることが記録されているか。
4-3 検量線の作成		共通	★ 検量線の作成方法、測定方法で定められている近似式及びその算出過程が記載されているか。
4-4 試料の測定 4-6 測定に係る作業		共通	・ 測定の順番や対応が記載されているか。 ・ 測定に供した試料量が記載されているか。 ・ 最終検液量が記載されているか。
4-5 検量線の確認及び感度変動の管理図 による確認に係る作業		共通	・ 管理限界内であることを確認する記載があるか。 ・ 管理限界を超過した場合、その対応が記載されているか。
4-7 検出下限等算出用検量線の作成		共通	・ 少なくとも6ヶ月に1回、検出下限及び定量範囲を求めるために標準液について検量線を作成し、得られたデータが測定方法に定められた条件に合致していることを確認する記載があるか。
5 生物検定法における定量結果の確定と結果の報告 (第2部第5章)			
5-1 検出下限及び定量範囲の算出に係る 作業		共通	★ マニュアルに記載されている方法で、標準物質における検出下限、定量下限及び定量上限が設定されているか。 ★ 試料量と前処理を経た最終検液量の数値と、標準物質における検出下限及び定量下限から、試料における検出下限及び定量下限が算出されているか。
5-2 算出された濃度の精度確認に係る作 業		共通	・ 記録の不備、操作ミス及び定量範囲の逸脱等、再測定の必要が生じた場合、その理由を記して再測定を行うとともに、その原因を追及して理由を明確にする記載があるか。
5-3 実測濃度及び測定量 (毒性等量) の算		共通	・ 試料測定時の希釈倍率は、定量範囲内に複数点のデータが入るように設定され

<p>チェック事項 (該当しない場合は右欄の対応ページに必ず「-」 を記入し、行を削除しないこと。) ※ () 内は、手引きの章番号を示す。</p>	<p>対応 ページ 章番号</p>	<p>確認事項</p>	
<p>出結果の確認に係る作業</p>			<p>ているか。 ★マニュアルに記載されている方法で、実測濃度や測定量（毒性等量）が算出されているか。</p>
<p>5-4 操作ブランク試験、トラベルブランク試験、二重測定及び濃度既知試料の測定結果の算出並びにその確認に係る作業</p>		<p>共通</p>	<p>★操作ブランク値は十分に低値であることを確認する記載があるか。 ★二重測定は、定量下限値以上の測定量（毒性等量）についてその平均値を求め、個々の測定値が平均値の差が±30%以内であることを確認する記載があるか。 ★濃度既知試料は認証値もしくは分析機関平均値が存在する試料か。自社で準備した試料の場合、複数回分析を行い、一定の分析値が得られた試料か。</p>
<p>5-5 換算係数及び回収率の確認に係る作業</p>		<p>排出ガス 共通</p>	<p>★トラベルブランク値は十分に低値であることを確認する記載があるか。 ・6ヶ月に1回又は使用する試薬等の製造ロットが変わったときなどに、換算係数を算出して、マニュアル記載の換算係数と比較しているか。 ・6ヶ月に1回又は使用する試薬等の製造ロットが変わったときなどに、回収率を確認しているか。また、このときの回収率が、50%～120%の範囲に収まっているか。</p>
<p>5-6 異常値及び欠測値の処理</p>		<p>共通</p>	<p>・異常値・欠測値の原因等が記載されているか。また、必要な措置が講じられているか。</p>
<p>5-7 試料等の保存</p>		<p>共通</p>	<p>・再分析・再測定に備えた試料等の保存・管理を行う計画となっているか。 ・前処理済みの測定液の保管方法について記載されているか。</p>

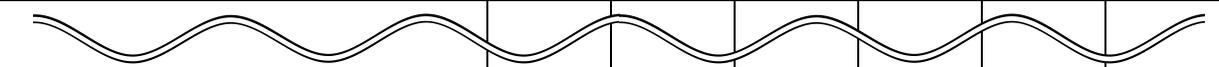
別添 5-1 (品質保証・品質管理結果報告書の確認例：第 2 章、第 4 章関連) (GC-MS 法)

例 1：検量線作成用標準液が 1 濃度に対して最低 3 回以上測定し、合計 15 点以上のデータがとられているかの確認

<確認ポイント>

- ・検量線作成用の標準液の種類を確認し、測定対象成分が 5 段階以上かを確認する。
- ・1 濃度に対して最低 3 回以上の測定結果 (面積値) が得られているかを確認する。

<検量線作成用標準液の例>

成分名	検量線 1 (pg/μL)	検量線 2 (pg/μL)	検量線 3 (pg/μL)	検量線 4 (pg/μL)	検量線 5 (pg/μL)	検量線 6 (pg/μL)
測定対象成分						
2,3,7,8-TeCDD	0.1	0.5	2	10	50	100
1,2,3,7,8-PeCDD	0.1	0.5	2	10	50	100
1,2,3,4,7,8-HxCDD	0.2	1	4	20	100	200
1,2,3,6,7,8-HxCDD	0.2	1	4	20	100	200
1,2,3,7,8,9-HxCDD	0.2	1	4	20	100	200
1,2,3,4,6,7,8-HpCDD	0.2	1	4	20	100	200
1,2,3,4,6,7,8,9-OCDD	0.5	2.5	10	50	250	500
2,3,7,8-TeCDF	0.1	0.5	2	10	50	100
1,2,3,7,8-PeCDF	0.1	0.5	2	10	50	100
2,3,4,7,8-PeCDF	0.1	0.5	2	10	50	100
1,2,3,4,7,8-HxCDF	0.2	1	4	20	100	200
1,2,3,6,7,8-HxCDF	0.2	1	4	20	100	200
1,2,3,7,8,9-HxCDF	0.2	1	4	20	100	200
2,3,4,6,7,8-HxCDF	0.2	1	4	20	100	200
1,2,3,4,6,7,8-HpCDF	0.2	1	4	20	100	200
1,2,3,4,7,8,9-HpCDF	0.2	1	4	20	100	200
1,2,3,4,6,7,8,9-OCDF	0.5	2.5	10	50	250	500
3,4,4',5-TeCB (#81)	0.1	0.5	2	10	50	100
3,3',4',4'-TeCB (#77)	0.1	0.5	2	10	50	100
3,3',4,4',5-PeCB (#126)	0.1	0.5	2	10	50	100
3,3',4,4',5,5'-HxCB (#169)	0.1	0.5	2	10	50	100
2',3,4,4',5-PeCB (#123)	0.1	0.5	2	10	50	100
2,3',4,4',5-PeCB (#118)	0.1	0.5	2	10	50	100
2,3,3',4,4'-PeCB (#105)	0.1	0.5	2	10	50	100
2,3,4,4',5-PeCB (#114)	0.1	0.5	2	10	50	100
2,3',4,4',5,5'-HxCB (#167)	0.1	0.5	2	10	50	100
2,3,3',4,4',5-HxCB (#156)	0.1	0.5	2	10	50	100
2,3,3',4,4',5'-HxCB (#157)	0.1	0.5	2	10	50	100
2,3,3',4,4',5,5'-HpCB (#189)	0.1	0.5	2	10	50	100
¹³ C-ラベル体 (クリーンアップスパイク)						
¹³ C ₁₂ -2,3,7,8-TeCDD	10	10	10	10	10	10
¹³ C ₁₂ -1,2,3,7,8-PeCDD	10	10	10	10	10	10
						
記載を省略。測定対象成分と同様、合計 29 化合物ある						
¹³ C-ラベル体 (シリンジスパイク)						
¹³ C ₁₂ -1,2,7,8-TeCDF	10	10	10	10	10	10
¹³ C ₁₂ -1,2,4,7,8-PeCDD	10	10	10	10	10	10
¹³ C ₁₂ -1,2,3,4,6,7-HxCDD	10	10	10	10	10	10
¹³ C ₁₂ -1,2,3,4,6,8,9-HpCDF	10	10	10	10	10	10
¹³ C ₁₂ -2,3',4',5-TeCB (#70)	10	10	10	10	10	10
¹³ C ₁₂ -2,3,3',5,5'-PeCB (#111)	10	10	10	10	10	10
¹³ C ₁₂ -2,2',3,4,4',5-HxCB (#138)	10	10	10	10	10	10
¹³ C ₁₂ -2,2',3,3',5,5',6-HpCB (#178)	10	10	10	10	10	10
¹³ C ₁₂ -ラベル体 (サンプリングスパイク)						
¹³ C ₁₂ -1,2,3,4-TeCDD	10	10	10	10	10	10
¹³ C ₁₂ -3,3',4',5'-TeCB (#79)	10	10	10	10	10	10

図示した例は 6 種類 (検量線 1~6) の標準液である。一般に市販されている標準液は、測定対象成分が各種溶液で段階的に設定され、クリーンアップスパイク、シリンジスパイク、サンプリングスパイクは各種溶液で一定の量が配合されていることが多い。

<その他留意点>

- ・検量線作成用標準液については、測定対象成分だけではなく、クリーンアップスパイク、シリンジスパイク、サンプリングスパイク（一般環境大気及び排出ガス測定を含む場合）も併せて表示を求める必要がある。
- ・測定対象成分については、Native や ¹²C 等と表記される場合もある。クリーンアップスパイクは CS、シリンジスパイクは RS や SyS、サンプリングスパイクは SS 等と表記される場合もある。

<検量線の濃度系列及び測定結果の例（TEF を有する 29 種類の化合物から 1 化合物を抜粋）>

上記の検量線 1 から検量線 5 までの 5 段階の標準液を 2 μL 使用した例

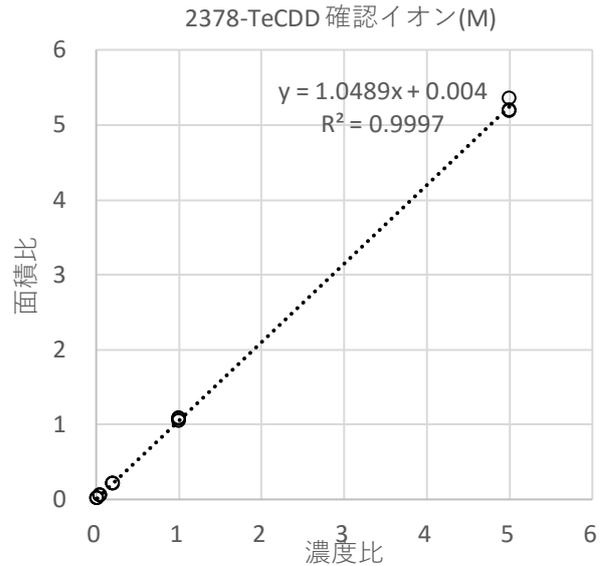
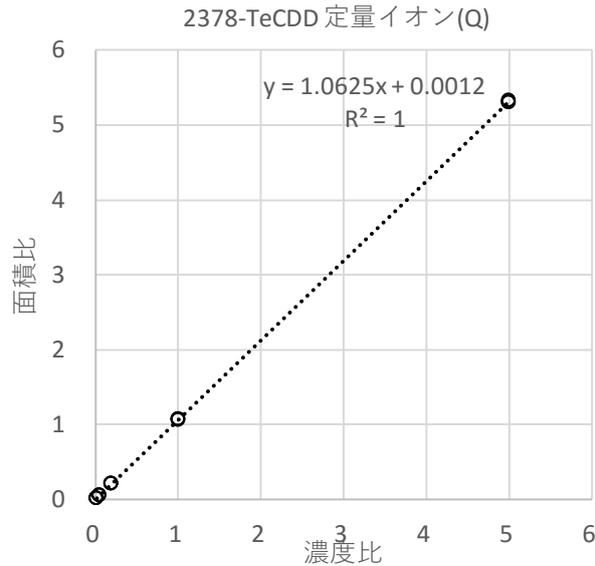
2378-TeCDD													
Native 注入量 (pg)	CS 注入量 (pg)	定量イオン(Q)				確認イオン(M)				RRcs(Q)	RRcs(M)		
		Native面積	CS面積	濃度比	面積比	Native面積	CS面積	濃度比	面積比				
0.2	20	984.5	89915.3	0.01	0.010949193	794	70713.9	0.01	0.0112	1.0949	1.1228		
0.2	20	958.9	89147	0.01	0.010756391	812.6	71299.2	0.01	0.0114	1.0756	1.1397		
0.2	20	947.2	84365.2	0.01	0.011227378	688.4	67259.8	0.01	0.0102	1.1227	1.0235		
1	20	3893.5	74657.7	0.05	0.052151352	3210.7	60670.6	0.05	0.0529	1.0430	1.0584		
1	20	4155.4	77008.9	0.05	0.053959997	3259.6	60897	0.05	0.0535	1.0792	1.0705		
1	20	3996.5	76514.2	0.05	0.052232135	3297	61758	0.05	0.0534	1.0446	1.0677		
4	20	15781.8	73655.4	0.2	0.214265349	12337.4	59024.2	0.2	0.2090	1.0713	1.0451		
4	20	15046.3	72629.7	0.2	0.207164562	11898.8	57512.7	0.2	0.2069	1.0358	1.0344		
4	20	14889.7	70453.2	0.2	0.211341713	11859.3	55392.7	0.2	0.2141	1.0567	1.0705		
20	20	78540.9	73775	1	1.064600474	62847.6	58773.7	1	1.0693	1.0646	1.0693		
20	20	77890.1	72283.7	1	1.077561055	61175.6	58301.8	1	1.0493	1.0776	1.0493		
20	20	75433.7	70660	1	1.067558732	60108.6	55693.3	1	1.0793	1.0676	1.0793		
100	20	383809.6	72331.7	5	5.306243321	301936	58228.4	5	5.1854	1.0612	1.0371		
100	20	383419.9	72323.6	5	5.301449319	304107	56768.4	5	5.3570	1.0603	1.0714		
100	20	376542.7	70650.6	5	5.329646174	294987.1	56771.2	5	5.1961	1.0659	1.0392		
		傾き		1.062		傾き		1.0489		平均RR		1.0681	1.0652
		切片		0.00119		切片		0.00404		標準偏差		0.021481225	0.031670941
		決定係数		0.99999		決定係数		0.99967		変動係数(%)		2.01%	2.97%

一定のクリーンアップスパイク (CS) に対して測定対象成分が 5 段階となっている。

各化合物について 2 種類の測定イオンで測定される。測定結果としてクロマトグラムの面積値が得られる。この例では 15 回の標準液の機器測定測定を通じて、面積値が得られている。

<その他留意点>

- ・最低限、TEF を有する 29 化合物についてのデータが取得されている。
- ・1 化合物につき 2 種類の測定イオン（例では定量イオン、確認イオンと表記）で測定される。
- ・濃度比と面積比から検量線グラフが作成されるが、直線から大きく外れる点が無いかや原点付近を通るかについて確認することも重要である（下図）。
- ・掲載した事例は 2 種類の測定イオンについてグラフを作成しているが、定量計算に片方の測定イオンのみを用いる場合には、そちら側の測定イオンにおける図のみの表示でもよい。



例 2: 各標準物質とそれに対応するクリーンアップスパイク用内標準物質との相対感度の変動係数が 10%以内に収まっていることを確認する。

<確認ポイント>

- ・ 検量線を作成するために測定された 15 点以上の測定結果から得られている個々の RRCs を基に確認を実施

<検量線の濃度系列及び測定結果の例 (TEF を有する 29 化合物のうち 1 化合物を抜粋) >

2378-TeCDD											RRCs(Q)	RRCs(M)
Native 注入量 (pg)	CS 注入量 (pg)	定量イオン(Q)				確認イオン(M)						
		Native面積	CS面積	濃度比	面積比	Native面積	CS面積	濃度比	面積比			
0.2	20	984.5	89915.3	0.01	0.010949193	794	70713.9	0.01	0.0112	1.0949	1.1228	
0.2	20	958.9	89147	0.01	0.010756391	812.6	71299.2	0.01	0.0114	1.0756	1.1397	
0.2	20	947.2	84365.2	0.01	0.011227378	688.4	67259.8	0.01	0.0102	1.1227	1.0235	
1	20	3893.5	74657.7	0.05	0.052151352	3210.7	60670.6	0.05	0.0529	1.0430	1.0584	
1	20	4155.4	77008.9	0.05	0.053959997	3259.6	60897	0.05	0.0535	1.0792	1.0705	
1	20	3996.5	76514.2	0.05	0.052232135	3297	61758	0.05	0.0534	1.0446	1.0677	
4	20	15781.8	73655.4	0.2	0.214265349	12337.4	59024.2	0.2	0.2090	1.0713	1.0451	
4	20	15046.3	72629.7	0.2	0.207164562	11898.8	57512.7	0.2	0.2069	1.0358	1.0344	
4	20	14889.7	70453.2	0.2	0.211341713	11859.3	55392.7	0.2	0.2141	1.0567	1.0705	
20	20	78540.9	73775	1	1.064600474	62847.6	58773.7	1	1.0693	1.0646	1.0693	
20	20	77890.1	72283.7	1	1.077561055	61175.6	58301.8	1	1.0493	1.0776	1.0493	
20	20	75433.7	70660	1	1.067558732	60108.6	55693.3	1	1.0793	1.0676	1.0793	
100	20	383809.6	72331.7	5	5.306243321	301936	58228.4	5	5.1854	1.0612	1.0371	
100	20	383419.9	72323.6	5	5.301449319	304107	56768.4	5	5.3570	1.0603	1.0714	
100	20	376542.7	70650.6	5	5.329646174	294987.1	56771.2	5	5.1961	1.0659	1.0392	
		傾き				傾き				平均RR	1.0681	1.0652
		切片				切片				標準偏差	0.021481225	0.031670941
		決定係数				決定係数				変動係数(%)	2.01%	2.97%

個々の RRCs の値から算出された変動係数が 10%以内になっているかを確認する。

<その他留意点>

- ・ 掲載した事例は 2 種類の測定イオンについて RRCs を算出しているが、定量計算に片方の測定イオンのみを用いる場合には、そちら側の質量電荷比における RRCs のみの表示でもよい。

- ・相対感度は、測定した2種類のイオンの面積合計値や面積平均値を用いて算出することも認められているので、相対感度を算出している測定値（面積値）が一貫しているか確認する。これは試料の測定においても同様である。

例3：クリーンアップスパイク用内標準物質のシリンジスパイク用内標準物質に対する相対感度の変動係数が20%以内に収まっていることを確認する。

例4：排出ガス、一般環境大気について、サンプリングスパイク用内標準物質のクリーンアップスパイク用内標準物質に対する相対感度の変動係数が20%以内に収まっていることを確認する。

<確認ポイント>

- ・検量線を作成するために測定された15点以上の測定結果から得られている個々のRRrs、RRssを基に確認を実施
- ・確認方法はRRcs（例2）と同じ

<その他留意点>

- ・一般的に検量線作成用標準液において、どの測定対象成分の濃度段階においてもシリンジスパイク、サンプリングスパイクともに、クリーンアップスパイクと同様に一定量が混合されている。
- ・シリンジスパイク、サンプリングスパイクの数はクリーンアップスパイクよりも少ない。大気のサンプリングスパイクは1化合物（¹³C₁₂-1234-TeCDD）のみであることが多い。

例5：測定用試料検液中のシリンジスパイク内標準物質のピーク面積は、その日に測定した標準液中シリンジスパイク内標準物質のピーク面積の70%以上になっているか確認

<確認ポイント>

- ・標準液と試料中のシリンジスパイク内標準物質のピーク面積を比較して、試料中の面積が70%以上となっていることを確認する。

<シリンジスパイクの面積の比較の例（分析に使用された1カラムでの例）>

シリンジスパイク化合物名	標準液中の面積	試料1面積値	比率(%)	試料2面積値	比率(%)
¹³ C ₁₂ -1,2,7,8-TeCDF	108149.5	117583.9	108.7	125312	96.3
¹³ C ₁₂ -1,2,4,7,8-PeCDD	72260.2	76241.2	105.5	77259.1	91.3
¹³ C ₁₂ -1,2,3,4,6,7-HxCDD	55370.2	60891	110	67359	101.3
¹³ C ₁₂ -1,2,3,4,6,8,9-HpCDF	55158	60106	109	66755	99.5
¹³ C ₁₂ -2,3',4',5-TeCB (#70)	116397	120708.7	103.7	120434.5	92.1
¹³ C ₁₂ -2,2',3,4,4',5-HxCB (#138)	71420.1	75749.4	106.1	82581.4	102.3

個々の試料におけるシリンジスパイクの面積が標準液の面積の70%以上かを確認する。

<その他留意点>

- ・シリンジスパイク内標準物質の面積値は分析に使用されたGCカラム（通常、ダイオキシン類の分析には2から3種類のカラムが使用される）毎に確認する必要がある。
- ・面積値の比率は「シリンジスパイク回収率」等と表記される場合があるが、後述のクリーンアップ

スパイクの回収率及びサンプリングスパイクの回収率とは異なるものである。

- ・シリンジスパイクの面積比率が 100%を超えるケースはよくあるが、測定溶液の最終濃縮のばらつきが主な原因であり、試料測定溶液がより濃縮された場合に数値が高くなる。この他、数値のばらつきはシリンジスパイク添加量のばらつきの他、標準液と試料の測定時の機器の感度の違いの影響等も受ける。

例 6：ピーク面積の強度比（塩素同位体比）は理論値に対して 15%以内（定量下限未満では 25%以内）かの確認

＜確認ポイント＞

- ・各クロマトグラムにおける定量対象化合物のピーク面積値の比率を算出する。この値が、化合物の元素の天然存在比から理論的に推定される比率の値と比較して、規定の範囲内に収まっているかを確認する。

＜ピーク面積の強度比の報告の例＞

化合物の名称等	モニターイオン	①	モニターイオン	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
		ピーク面積		ピーク面積				
P 2,3,7,8-TeCDD	M+2	8.760E+01	M	7.790E+01	1.125	1.291	-13	(○)
	M+2	1.899E+02	M	1.043E+02	1.821	1.611	13	○
C 1,2,3,4,7,8-HxCDD	M+2	1.189E+02	M+4	9.930E+01	1.197	1.240	-3	(○)
D 1,2,3,6,7,8-HxCDD	M+2	3.379E+02	M+4	2.667E+02	1.267	1.240	2	○
D 1,2,3,7,8,9-HxCDD	M+2	3.803E+02	M+4	3.268E+02	1.164	1.240	-6	○
s 1,2,3,4,6,7,8-HpCDD	M+2	6.074E+03	M+4	5.772E+03	1.052	1.035	2	○
OCDD	M+4	6.486E+04	M+2	5.814E+04	1.116	1.126	-1	○
P 2,3,7,8-TeCDF	M+2	1.398E+02	M	1.055E+02	1.325	1.289	3	(○)
	M+2	7.164E+02	M+4	4.857E+02	1.475	1.549	-5	○
P 2,3,4,7,8-PeCDF	M+2	1.136E+02	M+4	7.440E+01	1.527	1.549	-1	(○)
C 1,2,3,4,7,8-HxCDF	M+2	2.280E+02	M+4	1.852E+02	1.231	1.242	-1	(○)
D 1,2,3,6,7,8-HxCDF	M+2	1.287E+02	M+4	1.046E+02	1.230	1.242	-1	(○)
F 1,2,3,7,8,9-HxCDF	M+2	2.040E+01	M+4	2.840E+01	0.718	1.242	-42	-(ND)
s 2,3,4,6,7,8-HxCDF	M+2	1.798E+02	M+4	1.674E+02	1.074	1.242	-14	(○)
1,2,3,4,6,7,8-HpCDF	M+2	2.694E+03	M+4	2.503E+03	1.076	1.036	4	○
1,2,3,4,7,8,9-HpCDF	M+2	3.628E+02	M+4	3.615E+02	1.004	1.036	-3	(○)
OCDF	M+4	8.534E+03	M+2	7.596E+03	1.123	1.125	0	○
Co P C B 3,3',4,4'-TeCB (#77)	M+2	2.713E+03	M	2.087E+03	1.300	1.304	0	○
	M+2	1.524E+02	M	1.280E+02	1.191	1.304	-9	(○)
	M+2	1.792E+02	M+4	1.207E+02	1.485	1.532	-3	(○)
	M+2	1.290E+02	M+4	1.051E+02	1.227	1.227	0	-(ND)
	M+2	6.804E+03	M+4	4.259E+03	1.598	1.532	4	○
	M+2	4.510E+02	M+4	2.660E+02	1.695	1.532	11	(○)
	M+2	1.427E+04	M+4	9.083E+03	1.571	1.532	3	○
	M+2	2.687E+02	M+4	1.663E+02	1.616	1.532	5	(○)
	M+2	1.347E+03	M+4	1.088E+03	1.238	1.227	1	○
	M+2	3.743E+02	M+4	3.051E+02	1.227	1.227	0	(○)
	M+2	5.758E+02	M+4	4.890E+02	1.178	1.227	-4	○
	M+2	8.680E+01	M+4	7.740E+01	1.121	1.024	9	-(ND)

2つのモニターイオンの面積の比率

元素の天然存在比から論理的に推定される数値

左の数値のズレを算出し、検出下限以上の化合物に対して 15%以内か（定量下限未満の場合は 25%以内か）を判定する。上記の例は、検出下限以上定量下限未満の化合物の判定を括弧書き表示としている。

出典：「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」に示された報告様式を参考に表示

<その他留意点>

- ・ピーク面積の強度比の算出にあたり、分母分子のとり方が逆になっている場合もある。統一的な計算方法はないが、検体によって計算方法が変更される（例：分析機関が通常採用している計算では基準を満足しない検体について、計算方法を変えて報告する）ことは望ましくない。

例7：一般環境大気、排出ガス、環境水（地下水を含む）、排出水の検出下限について、環境基準・排出基準の1/30を満たしているかの確認

例8：その他の媒体で、規格・マニュアルに規定された目標検出下限が満たされているかの確認

<確認ポイント>

- ・検出下限が評価すべき基準（一般環境における項目：環境基準、排出源における項目：排出基準）の1/30を満たしていることを確認する。検出下限は化合物別に確認する。
- ・環境大気、土壌及び底質については検出下限の設定が分析マニュアルに示されている。

<環境大気における検出下限の設定>

本マニュアルにおいては、検出下限値、定量下限値及び操作ブランク値等の許容性を判断する基準として、「目標検出下限値」・「目標定量下限値」を採用している。目標検出下限値は、測定目的等に照らして決定されるが、本マニュアルにおいては原則として、ダイオキシン類に対して基準値(0.6pg-TEQ/m³)の1/30の濃度が検出できることとし、目標定量下限値についても同様に、基準値の1/10の濃度が定量できることとして表1に示すとおりとした。

表1 環境大気におけるダイオキシン類の目標検出下限値・目標定量下限値

目標定量下限値	目標検出下限値	環境大気基準値
0.06 (pg-TEQ/m ³)	0.02 (pg-TEQ/m ³)	0.6 (pg-TEQ/m ³)

表2 環境大気におけるダイオキシン類の目標検出下限値・目標定量下限値と毒性等量の計算例

同族体	毒性等価係数* (TEF)	定量下限値		検出下限値	
		濃度 (pg/m ³)	毒性等量 (pg-TEQ/m ³)	濃度 (pg/m ³)	毒性等量 (pg-TEQ/m ³)
TeCDDs	1	0.009	0.009	0.003	0.003
PeCDDs	1	0.009	0.009	0.003	0.003
HxCDDs	0.1(3)	0.02	0.006	0.007	0.0021
HpCDDs	0.01	0.02	0.0002	0.007	0.00007
OCDD	0.0003	0.03	0.000009	0.01	0.000003
TeCDFs	0.1	0.009	0.0009	0.003	0.0003
PeCDFs	0.03	0.009	0.00027	0.003	0.00009
	0.3	0.009	0.0027	0.003	0.0009
HxCDFs	0.1(4)	0.02	0.008	0.007	0.0028
HpCDFs	0.01(2)	0.02	0.0004	0.007	0.00014
OCDF	0.0003	0.03	0.000009	0.01	0.000003
Co-PCBs	0.1	0.02	0.0026128	0.007	0.00091448
	0.03				
	0.0001				
	0.0003				
全毒性等量	検出下限値	—	—	—	0.013
	定量下限値	—	0.039	—	—

()内は異性体数、*WHO-TEF(2006)

しかし、TEQのみでは、分析を実施する上で不便な面があるので、便宜上、表2の検出下限値及び定量下限値を目標検出下限値及び目標定量下限値としても良い。

個々の塩素化物の目標濃度として、表2の目標検出下限値を用いて毒性等量を算出すると、約0.013pg-TEQ/m³となり、表1に示した目標検出下限値は達成される(注2)。

表1の目標検出下限値が達成できれば、個々の異性体の検出下限値を必ずしも表2の値以下にする必要はない。また、実際の測定試料の濃度が高くて十分に測定できる場合にも、この表2の検出下限値にこだわる必要はない。

出典：「ダイオキシン類に係る大気環境測定マニュアル（平成20年3月改訂）環境省水・大気環境局総務課ダイオキシン対策室大気環境課」

<土壌の分析マニュアルにおける検出下限の設定>

	TeCDDs,PeCDDs TeCDFs,PeCDFs	HxCDDs,HpCDDs HxCDFs,HpCDFs	OCDD OCDF	Co-PCBs
目標検出下限	0.1 pg/g	0.2 pg/g	0.5 pg/g	0.2 pg/g
目標定量下限	0.3 pg/g	0.7 pg/g	1.7 pg/g	0.7 pg/g

出典：「ダイオキシン類に係る土壌調査測定マニュアル 平成21年3月 環境省水・大気環境局土壌環境課」

<底質の分析マニュアルにおける検出下限の設定>

	TeCDDs,PeCDDs TeCDFs,PeCDFs	HxCDDs,HpCDDs HxCDFs,HpCDFs	OCDD OCDF	Co-PCBs
目標検出下限	0.3 pg/g	0.6 pg/g	1.5 pg/g	0.6 pg/g
目標定量下限	1.0 pg/g	2.0 pg/g	5.0 pg/g	2.0 pg/g

出典：「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 環境省水・大気環境局水環境課」

<その他留意点>

- ・結果報告において記述される下限値は、規格・マニュアルに従った方法で、個々の成分（異性体）について検出下限値、定量下限値を求められたものを、「試料における検出下限」「試料における定量下限」としている。この下限値は結果の表中に記述することを、規格・マニュアルでは要求している。しかし、この試料における下限値の欄に、規格・マニュアルに記述のある目標定量下限や目標検出下限を記述している事例がしばしば見受けられるが、規格・マニュアルに従った方法の下限値への修正を求めることが必要である。通常、規格・マニュアルに従って求められた下限値は、成分ごとに異なる値になることがほとんどで、目標下限値のように一様な値になることは極めて少ない。

例9：クリーンアップスパイクの回収率が規格・マニュアル等に定められた範囲内（50～120%）に入っているかの確認

例10：一般環境大気、排出ガスについてサンプリングスパイクの回収率がマニュアル等に定められた範囲内（70～130%）に入っているかの確認

<確認ポイント>

- ・分析に使用されたクリーンアップスパイク（測定項目(媒体)：全項目）、サンプリングスパイク（測定項目：一般環境大気及び排出ガス）の全化合物を対象に、クリーンアップスパイクの回収率は50～120%、サンプリングスパイクの回収率は70～130%に入っているかを確認する。

<クリーンアップスパイク及びサンプリングスパイクの回収率の報告の例>

種別	成分名	例 1(良好)	例 2(不可)	例 3(不可)	例 4(不可)
CS	¹³ C ₁₂ -2,3,7,8-TeCDD	91%	48%	81%	71%
	¹³ C ₁₂ -1,2,3,7,8-PeCDD	103%	54%	88%	88%
	¹³ C ₁₂ -1,2,3,4,7,8-HxCDD	85%	62%	91%	83%
	¹³ C ₁₂ -1,2,3,6,7,8-HxCDD	83%	68%	81%	78%
	¹³ C ₁₂ -1,2,3,7,8,9-HxCDD	74%	72%	94%	81%
	¹³ C ₁₂ -1,2,3,4,6,7,8-HpCDD	80%	72%	63%	90%
	¹³ C ₁₂ -1,2,3,4,6,7,8,9-OCDD	85%	64%	42%	81%
	¹³ C ₁₂ -2,3,7,8-TeCDF	98%	132%	93%	84%
	¹³ C ₁₂ -1,2,3,7,8-PeCDF	85%	52%	91%	86%
	¹³ C ₁₂ -2,3,4,7,8-PeCDF	82%	59%	90%	94%
	¹³ C ₁₂ -1,2,3,4,7,8-HxCDF	75%	68%	85%	90%
	¹³ C ₁₂ -1,2,3,6,7,8-HxCDF	88%	79%	81%	86%
	¹³ C ₁₂ -1,2,3,7,8,9-HxCDF	72%	63%	74%	73%
	¹³ C ₁₂ -2,3,4,6,7,8-HxCDF	89%	73%	86%	79%
	¹³ C ₁₂ -1,2,3,4,6,7,8-HpCDF	85%	62%	74%	94%
	¹³ C ₁₂ -1,2,3,4,7,8,9-HpCDF	77%	53%	61%	88%
	¹³ C ₁₂ -1,2,3,4,6,7,8,9-OCDF	81%	51%	49%	76%
	¹³ C ₁₂ -3,4,4',5-TeCB (#81)	93%	84%	91%	79%
	¹³ C ₁₂ -3,3',4',4'-TeCB (#77)	90%	81%	94%	87%
	¹³ C ₁₂ -3,3',4,4',5-PeCB (#126)	105%	70%	83%	69%
	¹³ C ₁₂ -3,3',4,4',5,5'-HxCB (#169)	92%	61%	84%	64%
	¹³ C ₁₂ -2',3,4,4',5-PeCB (#123)	95%	81%	88%	71%
	¹³ C ₁₂ -2,3',4,4',5-PeCB (#118)	101%	75%	81%	80%
	¹³ C ₁₂ -2,3,3',4,4'-PeCB (#105)	98%	64%	89%	76%
	¹³ C ₁₂ -2,3,4,4',5-PeCB (#114)	87%	69%	90%	77%
	¹³ C ₁₂ -2,3',4,4',5,5'-HxCB (#167)	89%	73%	80%	81%
	¹³ C ₁₂ -2,3,3',4,4',5-HxCB (#156)	91%	69%	84%	83%
¹³ C ₁₂ -2,3,3',4,4',5'-HxCB (#157)	84%	80%	73%	74%	
¹³ C ₁₂ -2,3,3',4,4',5,5'-HpCB (#189)	93%	71%	87%	77%	
SS	¹³ C ₁₂ -1,2,3,4-TeCDD	94%	81%	88%	67%
	¹³ C ₁₂ -3,3',4,5-TeCB (#70)	83%	74%	100%	56%

CS：クリーンアップスパイク

SS：サンプリングスパイク

クリーンアップスパイク (CS) については、50~120%の範囲内に入っていることを確認する (例 1)。回収率が 50%を下回っている又は 120%を超えている場合には規定範囲を超えているので、分析結果としては不適となる (例 2、3)。
また、一般環境大気及び排出ガスで添加されるサンプリングスパイク (SS) は 70~130%の範囲以内に入っていることを確認する (例 1)。回収率が 70%を下回っている又は 130%を超えている場合には規定範囲を超えているので、分析結果としては不適となる (例 4)。

<その他留意点>

- ・回収率は、サンプリング及び分析過程の要因で低くなる傾向がある。回収率が 100%を超えることはしばしばあり、その原因は分析装置 (GC/HRMS) の感度の変動によるものや、サンプリングスパイク、クリーンアップスパイク、シリンジスパイクの添加誤差などが原因である。規定範囲内に収まっていれば精度管理上は問題ないと判断してよい。

例 11：環境大気について、トラベルブランク値が試料の測定値以下となっているか確認

<確認ポイント>

- ・トラベルブランク試験は一連の測定に置いて試料数の 10%以上の頻度で少なくとも 3 試料について実施されており、これらトラベルブランク試験結果の平均値と操作ブランク試験の結果を比較する。

<環境大気におけるトラベルブランク試験の結果の例>

		TB1 実測濃度 pg/m ³	TB2 実測濃度 pg/m ³	TB3 実測濃度 pg/m ³	TB 平均濃度 pg/m ³	TB 標準偏差	標準偏差×3	標準偏差×10	操作ブランク pg/m ³
PCDDs	2,3,7,8-TeCDD	<0.003	<0.003	<0.003	—	—	—	—	<0.003
	1,2,3,7,8-PeCDD	<0.003	<0.003	<0.003	—	—	—	—	<0.003
	1,2,3,4,7,8-HxCDD	<0.003	<0.003	<0.003	—	—	—	—	<0.003
	1,2,3,6,7,8-HxCDD	<0.003	<0.003	<0.003	—	—	—	—	<0.003
~~~~~									
Co-PCBs	3,3,4,4'-TeCB (#77)	(0.006)	(0.006)	(0.005)	0.0057	0.00058	0.0017	0.0057	(0.008)
	3,3,4,4',5-PeCB (#126)	<0.003	<0.003	<0.003	—	—	—	—	<0.003
	3,3,4,4',5,5'-HxCB (#169)	<0.003	<0.003	<0.003	—	—	—	—	<0.003
	2',3,4,4',5-PeCB (#123)	<0.003	<0.003	<0.003	—	—	—	—	<0.003
	2,3',4,4',5-PeCB (#118)	0.018	0.017	0.019	0.018	0.001	0.003	0.01	0.019
	2',3,3',4,4'-PeCB (#105)	(0.008)	(0.007)	(0.006)	0.007	0.001	0.003	0.01	(0.007)

TB：トラベルブランク

トラベルブランク試験結果の平均値が操作ブランク以下となっていることを確認する

<その他留意点>

- ・トラベルブランク試験結果の平均値が操作ブランクを超える場合には、環境大気、排ガスの各マニュアル等に示される対応が記録されている必要がある。

例 12 : 二重測定の確認 : 2, 3, 7, 8 位塩素置換異性体及び Co-PCB の定量下限値以上の測定値について  
その平均値を求め、個々の測定値が平均値の 30%以内であるかの確認

<確認ポイント>

- ・ TEF (毒性等価係数) を有する 29 化合物が評価対象。
- ・ 第 1 検体、第 2 検体の実測濃度がともに定量下限値以上の化合物が評価対象。

<底質の二重測定の評価例>

化合物の名称等	TEF	定量下 限 (pg/g)	実測濃度		平均値 (pg/g)	平均値 との乖離	判定	
			第 1 検体 (pg/g)	第 2 検体 (pg/g)				
P C D s	1,3,6,8-TeCDD	-	0.3	6.2	6.9	-		
	1,3,7,9-TeCDD	-	0.3	2.2	2.4	-		
	2,3,7,8-TeCDD	1	0.3	0.1	0.2	定量下限未満		
	TeCDDs	-	-	8.9	10	-		
	1,2,3,7,8-PeCDD	1	0.3	0.2	0.3	定量下限未満		
	PeCDDs	-	-	2.4	3.1	-		
	1,2,3,4,7,8-HxCDD	0.1	0.7	ND	ND	定量下限未満		
	1,2,3,6,7,8-HxCDD	0.1	0.7	0.3	0.4	定量下限未満		
	1,2,3,7,8,9-HxCDD	0.1	0.7	0.4	0.6	定量下限未満		
	HxCDDs	-	-	3.3	4.3	-		
	1,2,3,4,6,7,8-HpCDD	0.01	0.7	4.4	6.3	5.35	18%	○
	HpCDDs	-	-	7.9	11	-		
	OCDD	0.0003	1.7	55	84	69.5	21%	○
	Total PCDDs	-	-	78	110	-		
P C D F s	1,2,7,8-TeCDF	-	0.3	ND	ND	-		
	2,3,7,8-TeCDF	0.1	0.3	0.1	0.1	定量下限未満		
	TeCDFs	-	-	1.3	1.9	-		
	1,2,3,7,8-PeCDF	0.03	0.3	ND	0.1	定量下限未満		
	2,3,4,7,8-PeCDF	0.3	0.3	ND	ND	定量下限未満		
	PeCDFs	-	-	1	1.7	-		
	1,2,3,4,7,8-HxCDF	0.1	0.7	ND	0.2	定量下限未満		
	1,2,3,6,7,8-HxCDF	0.1	0.7	ND	ND	定量下限未満		
	1,2,3,7,8,9-HxCDF	0.1	0.7	ND	ND	定量下限未満		
	2,3,4,6,7,8-HxCDF	0.1	0.7	ND	ND	定量下限未満		
	HxCDFs	-	-	1.9	2.3	-		
	1,2,3,4,6,7,8-HpCDF	0.01	0.7	1.5	2	1.75	14%	○
	1,2,3,4,7,8,9-HpCDF	0.01	0.7	ND	0.3	定量下限未満		
	HpCDFs	-	-	4.4	5.7	-		
OCDF	0.0003	1.7	6.9	9.1	8	14%	○	
Total PCDFs	-	-	16	21	-			
Total (PCDDs+PCDFs)	-	-	93	130	-			
Co   P C B s	3,3',4,4'-TeCB (#77)	0.0001	0.7	2	2.2	2.1	5%	○
	3,4,4',5'-TeCB (#81)	0.0003	0.7	ND	ND	定量下限未満		
	3,3',4,4',5'-PeCB (#126)	0.1	0.7	ND	ND	定量下限未満		
	3,3',4,4',5,5'-HxCB (#169)	0.03	0.7	ND	ND	定量下限未満		
	Total non-ortho PCBs	-	-	2	2.2	-		
	2,3,3',4,4'-PeCB (#105)	0.00003	0.7	4.4	4.2	4.3	2%	○
	2,3,4,4',5'-PeCB (#114)	0.00003	0.7	0.2	0.2	定量下限未満		
	2,3',4,4',5'-PeCB (#118)	0.00003	0.7	9	8.6	8.8	2%	○
	2',3,4,4',5'-PeCB (#123)	0.00003	0.7	ND	ND	定量下限未満		
	2,3,3',4,4',5'-HxCB (#156)	0.00003	0.7	1.1	1.1	1.1	0%	○
	2,3,3',4,4',5'-HxCB (#157)	0.00003	0.7	0.3	0.3	定量下限未満		
	2,3',4,4',5,5'-HxCB (#167)	0.00003	0.7	0.5	0.5	定量下限未満		
	2,3,3',4,4',5,5'-HpCB (#189)	0.00003	0.7	ND	ND	定量下限未満		
	Total mono-ortho PCBs	-	-	16	15	-		
Total Co-PCB	-	-	18	17	-			
Total (PCDDs + PCDFs + Co-PCBs)	-	-	-	-	-			

個々の測定結果が平均値から 30%を超える化合物がないか確認する

### <その他留意点>

- ・ 2 検体の実測濃度だけではなく、定量下限値も表示を要求しておく判断しやすい。
- ・ 低濃度の検体は評価対象となる化合物が少なくなるため、複数地点での測定を委託する場合は過去の実績等から比較的高濃度の地点で二重測定の計画を求めることが望ましい。
- ・ 環境水や地下水など低濃度の検体の場合には評価対象となる化合物が殆どなくなることもある。

例 13：土壌、底質については、毒性等量について平均値を求め、それぞれの毒性等量が平均値の±15%以内に収まっていることの確認

#### <確認ポイント>

- ・ 全毒性等量 (Total TEQ) が評価対象。
- ・ 実測濃度の評価と異なり、評価対象外となる下限値は設定されていない。

### <底質の例>

水系名	河川名	調査地点	実測濃度		平均値 (pg-TEQ/g)	平均値 との乖離	判定
			第1検体 (pg-TEQ/g)	第2検体 (pg-TEQ/g)			
			〇〇	△△	□□	22	

個々の測定結果が平均値から 15%を超える乖離がないか確認する

### <その他留意点>

- ・ TEQ 値が±15%を満足していても個々の化合物で±30%を満足しているとは限らないので、土壌と底質については TEQ 値と各化合物実測濃度の両基準について確認が必要である。

例 14：同定されたダイオキシン類のピーク面積の対応するクリーンアップスパイク用内標準物質のピーク面積に対する比が、検量線範囲の最も高い濃度比におけるピーク面積比の平均値以下であるかの確認

#### <確認ポイント>

- ・ TEF (毒性等価係数) を有する 29 化合物に限らず、すべての化合物が評価対象。
- ・ 検量線作成用標準液測定結果 (最高濃度の標準液における測定対象成分とクリーンアップスパイクの面積比) 及び試料の測定結果 (測定対象成分とクリーンアップスパイクの面積比) を基に確認する。
- ・ 簡便な確認方法として、検量線情報 (最高濃度系列の測定対象成分とクリーンアップスパイクの面積比率) 及び試料のクロマトグラム (測定対象成分とクリーンアップスパイクのピーク高さの比率) から概略を推定することも可能である。

#### <簡便な確認方法の例>

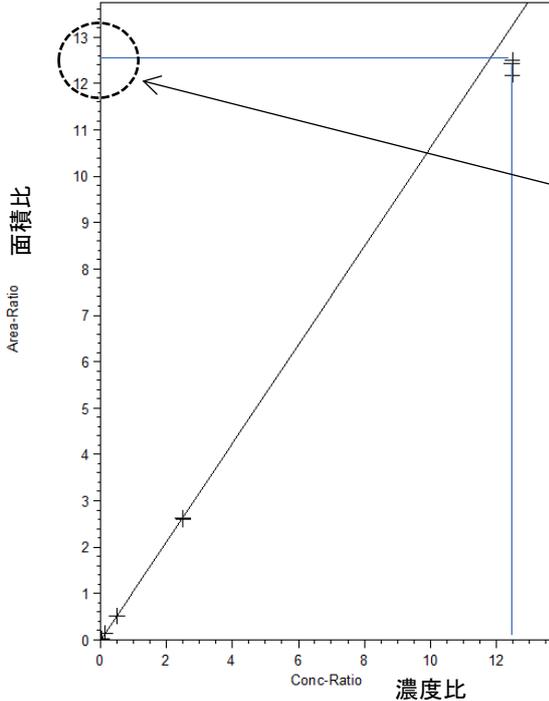
- 検量線情報 (最高濃度系列の測定対象成分とクリーンアップスパイクの面積比率) として検量線の最高濃度の比率を確認する

< OCDD の例 >

成分名		濃度1 (pg/μL)	濃度2 (pg/μL)	濃度3 (pg/μL)	濃度4 (pg/μL)	濃度5 (pg/μL)
測定対象成分	1,2,3,4,6,7,8,9-OCDD	0.5	2.5	10	50	250
クリーンアップスパイク	¹³ C ₁₂ -1,2,3,4,6,7,8,9-OCDD	20	20	20	20	20

検量線の最高濃度系列の比率：  
 $250\text{pg}/\mu\text{L} \div 20\text{pg}/\mu\text{L} = 12.5$

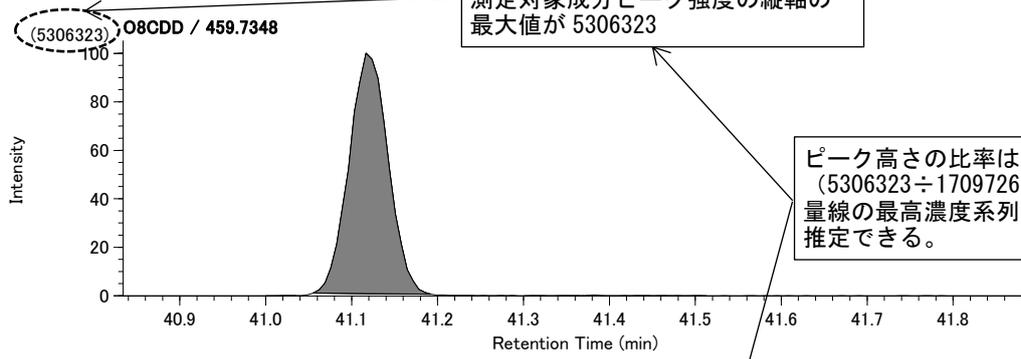
O8CDD / 12346789 / 459.7348  
 RRF = 1.0607 / SD = 0.0576



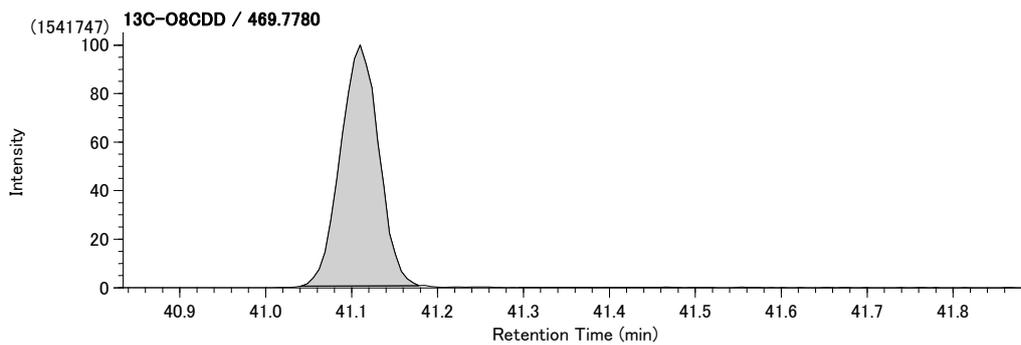
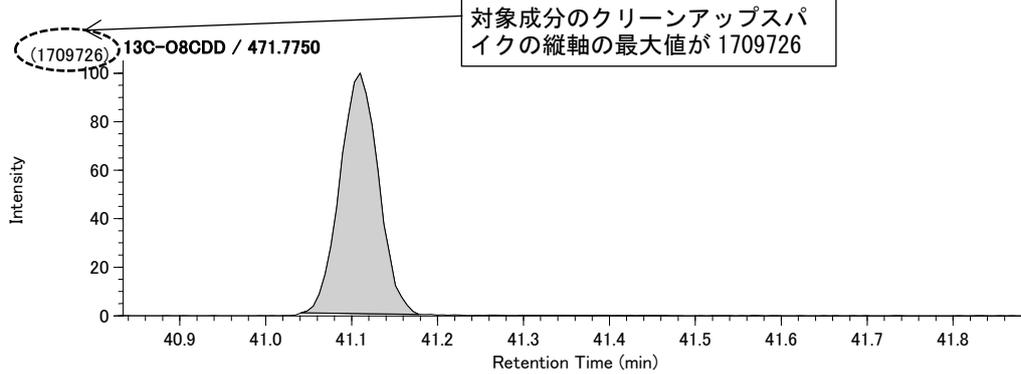
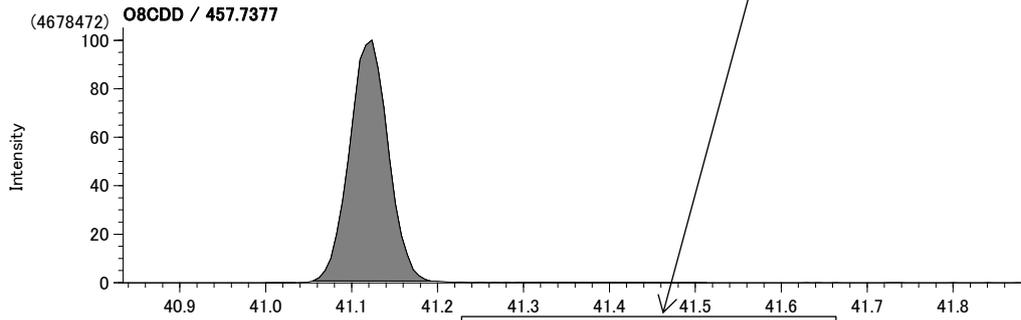
検量線より、縦軸の面積比の最大値を確認する。ダイオキシン類の検量線の場合、市販の検量線用標準液を使用した場合には、濃度比と面積比が1:1となるように調製されているものが多い。検量線から面積比は約“12.5”であることを確認するが、正確に12.5になっていなくても問題はなく、同程度であることを確認することよい。

- 試料のクロマトグラム(測定対象成分とクリーンアップスパイクのピーク高さの比率)を確認する。  
 以下のケース1は、ピーク高さの比率が約3.1であり検量線の範囲を超えていないと推定できる。  
 ケース2は、ピーク高さの比率が約21であり、検量線の範囲を超えていると推定できる。

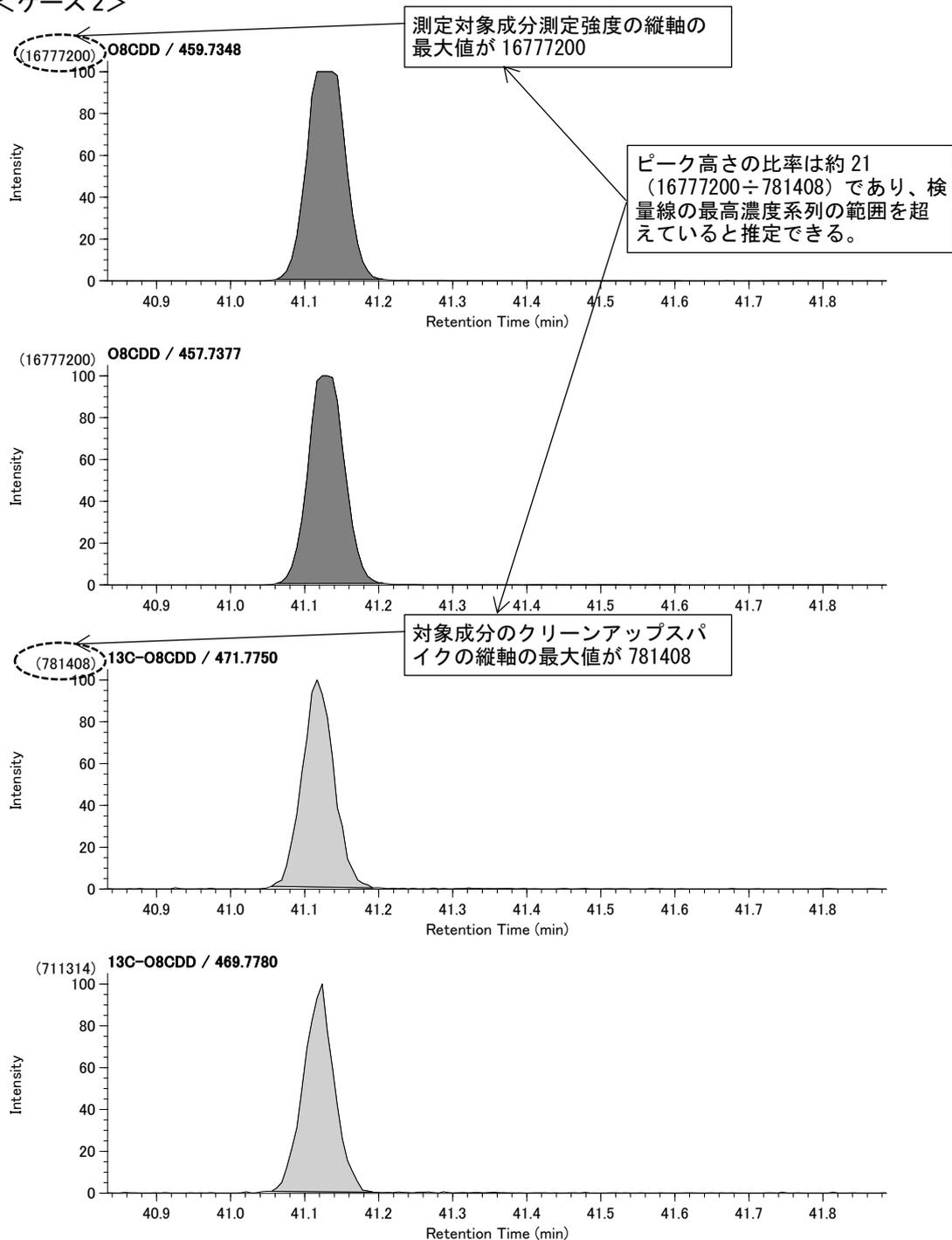
<ケース 1>



ピーク高さの比率は約 3.1  
(5306323 ÷ 1709726) であり、検量線の最高濃度系列の範囲内と推定できる。



<ケース 2>



<その他留意点>

- ・ 土壌、底質、排出ガス（主に小型焼却炉など）、ばいじん及び燃え殻の試料では、特定の化合物のみが極端に高濃度になる成分が含有される場合があり、確認が特に重要となる。
- ・ 土壌（水田・農耕地）、底質では、過去に使用された農薬（除草剤：PCP 及び CNP）に不純物として含まれていたダイオキシン類の影響により、4 塩素化体及び 8 塩素化体の PCDDs が極端に高濃度で検出されることがある。以下は河川の底質の測定例である。

化合物の名称等	検出下限 (pg/g-dry)	定量下限 (pg/g-dry)	実測濃度 (pg/g-dry)	TEF	毒性等量 (pg-TEQ/g-dry)	塩素同位体比	回収率	
							(%)	判定
1,3,6,8-TeCDD	0.1	0.3	6000	-	-	-	-	-
1,3,7,9-TeCDD	0.1	0.3	2200	-	-	-	-	-
2,3,7,8-TeCDD	0.1	0.3	0.3	1	0.300	○	83	○
TeCDDs	-	-	1100	-	-	○	-	-
1,2,3,7,8-PeCDD	0.1	0.3	3.7	1	3.70	○	94	○
PeCDDs	-	-	210	-	-	○	-	-
1,2,3,4,7,8-HxCDD	0.2	0.7	8.2	0.1	0.820	○	79	○
1,2,3,6,7,8-HxCDD	0.2	0.7	18	0.1	1.80	○	76	○
1,2,3,7,8,9-HxCDD	0.2	0.7	20	0.1	2.00	○	80	○
HxCDDs	-	-	340	-	-	○	-	-
1,2,3,4,6,7,8-HpCDD	0.2	0.7	550	0.01	5.50	○	84	○
HpCDDs	-	-	1400	-	-	○	-	-
OCDD	0.5	1.7	12000	0.0003	3.60	○	90	○
Total PCDDs	-	-	14000	-	17.7	-	-	-

PCPに含まれていたダイオキシン類の影響を強く受けるとOCDDが高濃度となる。

CNPに含まれていたダイオキシン類の影響を強く受けるとこれらの化合物が高濃度となる。

出典：「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」に示された報告様式を参考に表示

#### 例 15：クロマトグラムのピーク形状に問題がないかの確認

##### <確認ポイント>

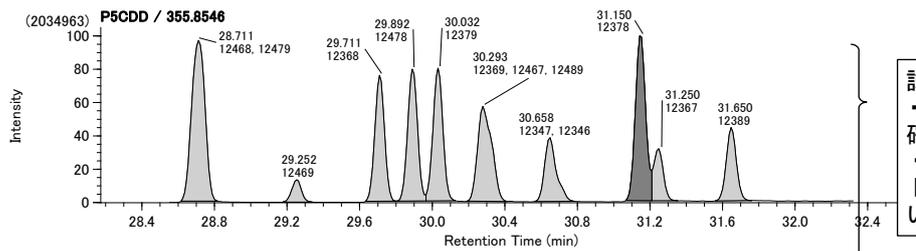
##### ○クロマトグラムの表示に係る確認

- ・最低限、TEFを有する化合物名（異性体名、成分名）がクロマトグラムに記載されている、あるいは記号を付して識別可能になっているかを確認する。また、保持時間（ピークの出現時間）が記載されているか。
- ・実際に測定した2つのイオンのクロマトグラムが記載されていること。（定量イオンのみや、2つのイオンの平均クロマトグラム、合算クロマトグラムは、イオン強度比の確認が出来ないため不適切。）
- ・ピーク強度に大きな差がある場合は、強度が小さなピークの形状が判別できない。最低限、TEFを有する化合物は必要に応じて当該箇所が拡大されているか。（別ページでもよい）

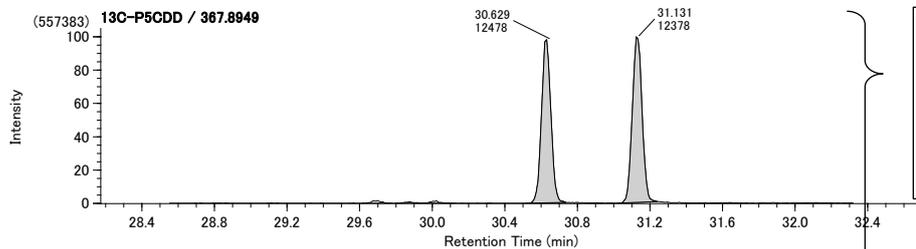
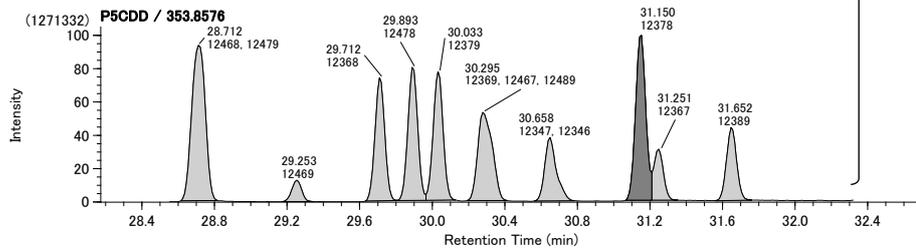
##### ○クロマトグラムのピーク形状の確認

- ・ピーク形状は、理想的にはガウス分布曲線（正規分布曲線）となる。極端に低濃度の場合を除いてガウス分布曲線に近い形状化を確認する。内標準物質のピークは基本的にはガウス分布曲線となる。
- ・原則として隣り合うピークの先端が確実に分かれている状態であること。特にTEFを有する化合物で単独定量されるものは分離状況を確認する。（ただしTEFを有する化合物と有さない化合物を分離せず報告することとなっている化合物については、分離している必要はない。）

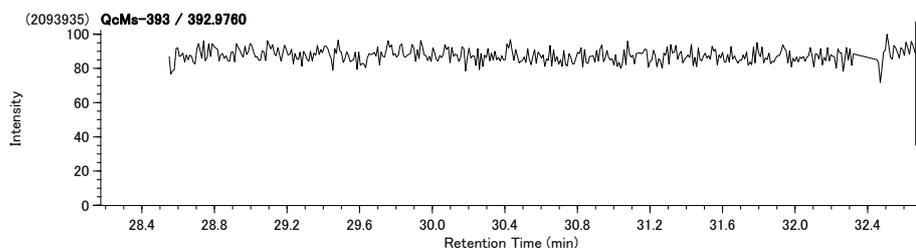
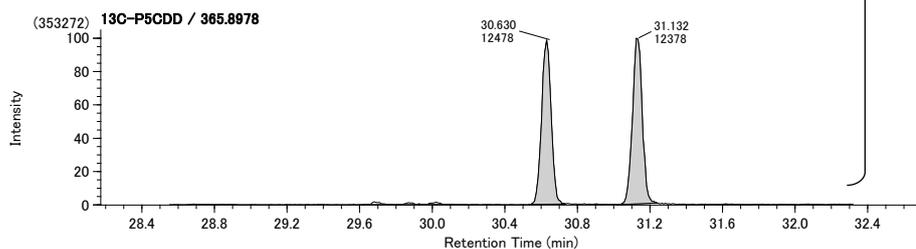
<良好なクロマトグラムの例>



試料のクロマトグラム  
 ・化合物名や保持時間が確認できる。  
 ・2つのイオンのクロマトグラムが掲載されている。

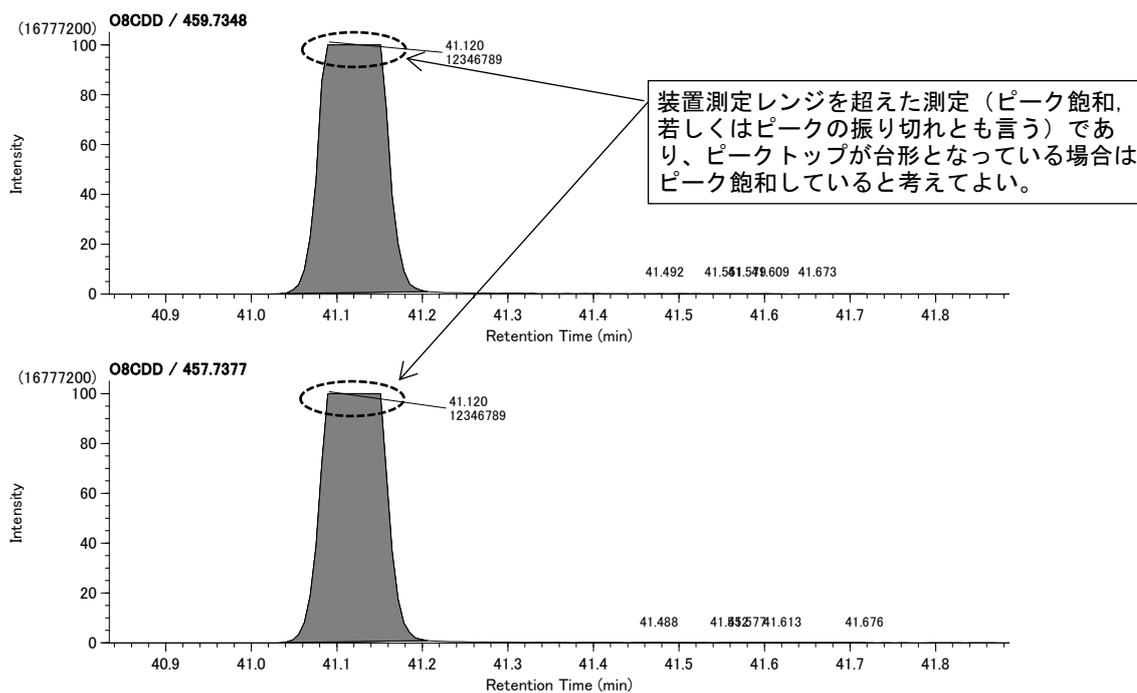


内標準物質のクロマトグラム  
 ・サンプリングスパイク、クリーンアップスパイク、シリンジスパイクが測定されている



ロックマスのクロマトグラム  
 ・MSの安定状況が確認できる。

### <ピーク形状に問題があるクロマトグラム：ピーク飽和の例>

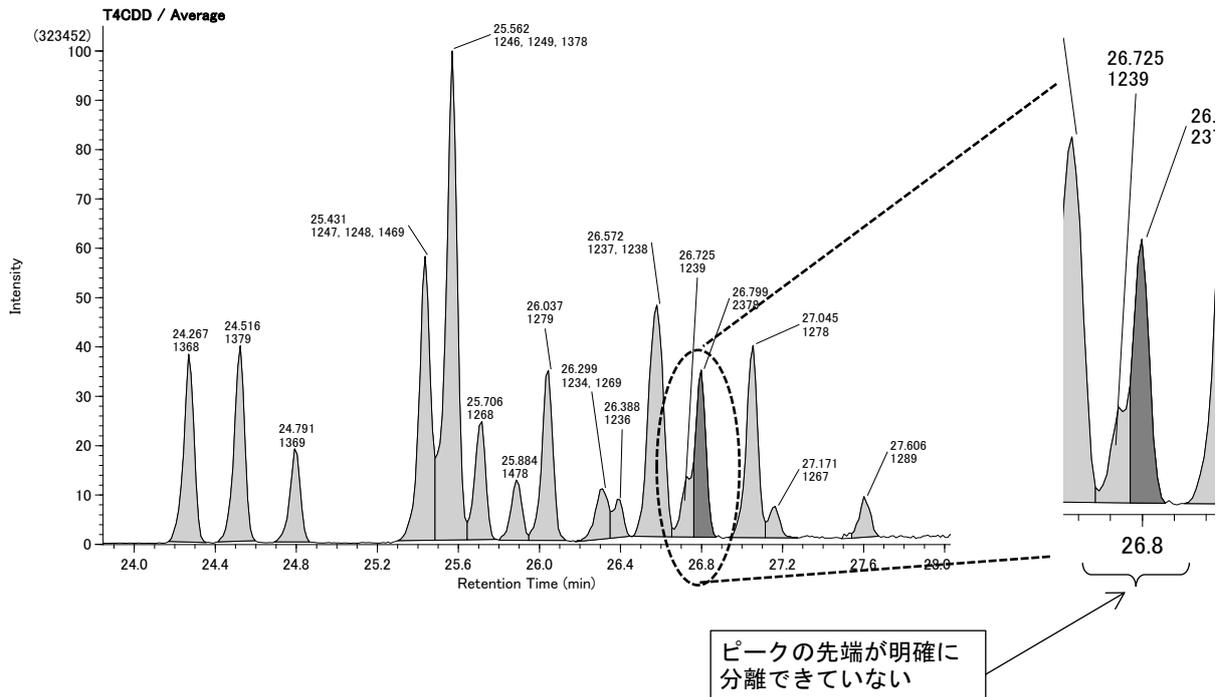


### <その他留意点>

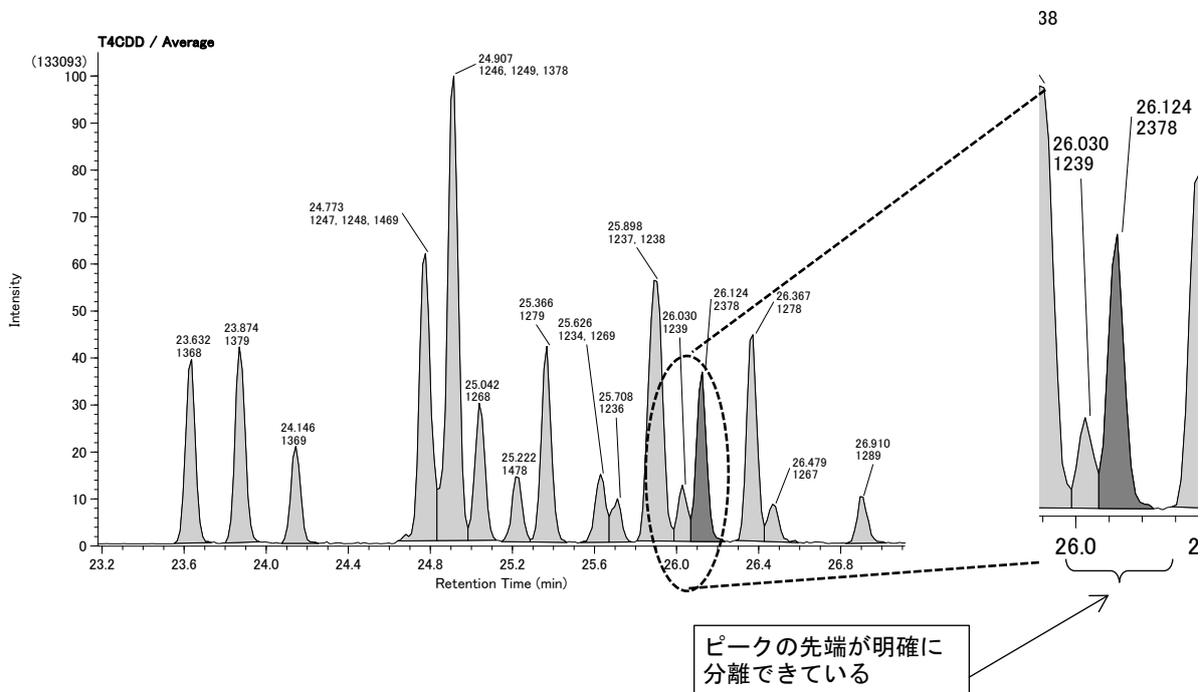
- 環境試料では、土壌及び底質でピーク飽和の傾向が現れやすく、特に4塩素化PCDDの最初の2つのピーク（1,3,6,8-TeCDD、1,3,7,9-TeCDD）と8塩素化PCDD（OCDD）は注意が必要である。

<ピーク形状に問題があるクロマトグラム：ピーク分離の例>

○ピーク分離が不十分なケース



○ピーク分離が良好なケース



<その他留意点>

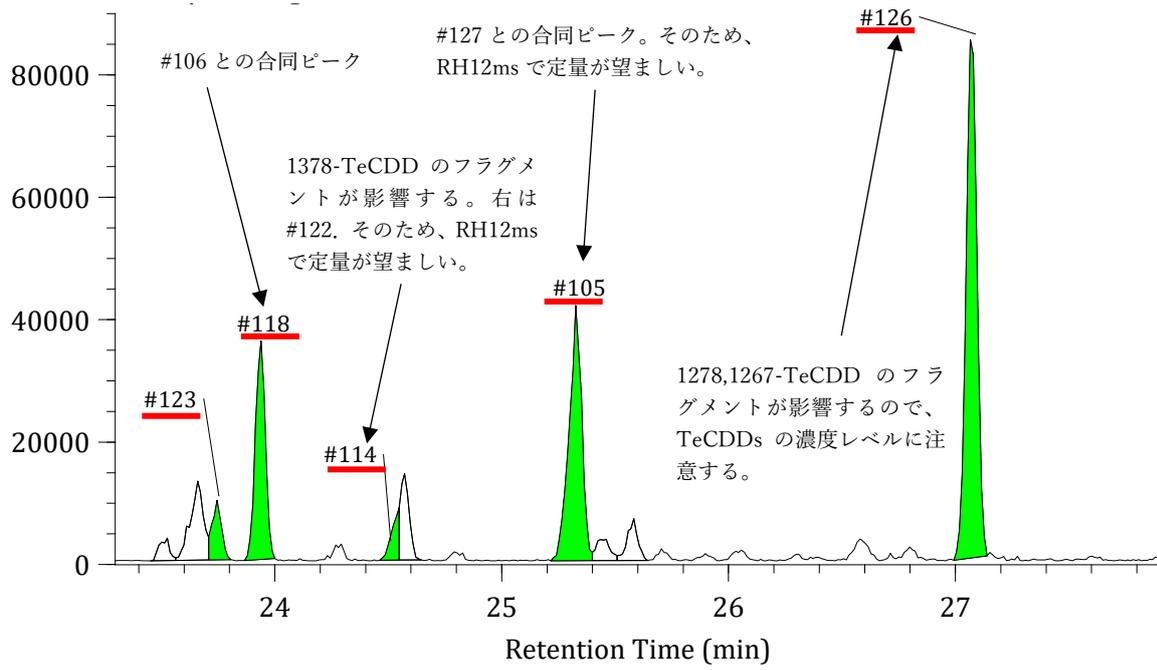
- ピーク分離が不十分なケースの原因として、GCの注入口の汚れやGCカラムの状態が良くない（劣化や汚れの蓄積など）場合が考えられる。
- ピークの分離状況に注意が必要な成分は、GCカラムの種類により異なる。次表にGCカラム毎に分

離状況の確認が特に重要な成分を示す。

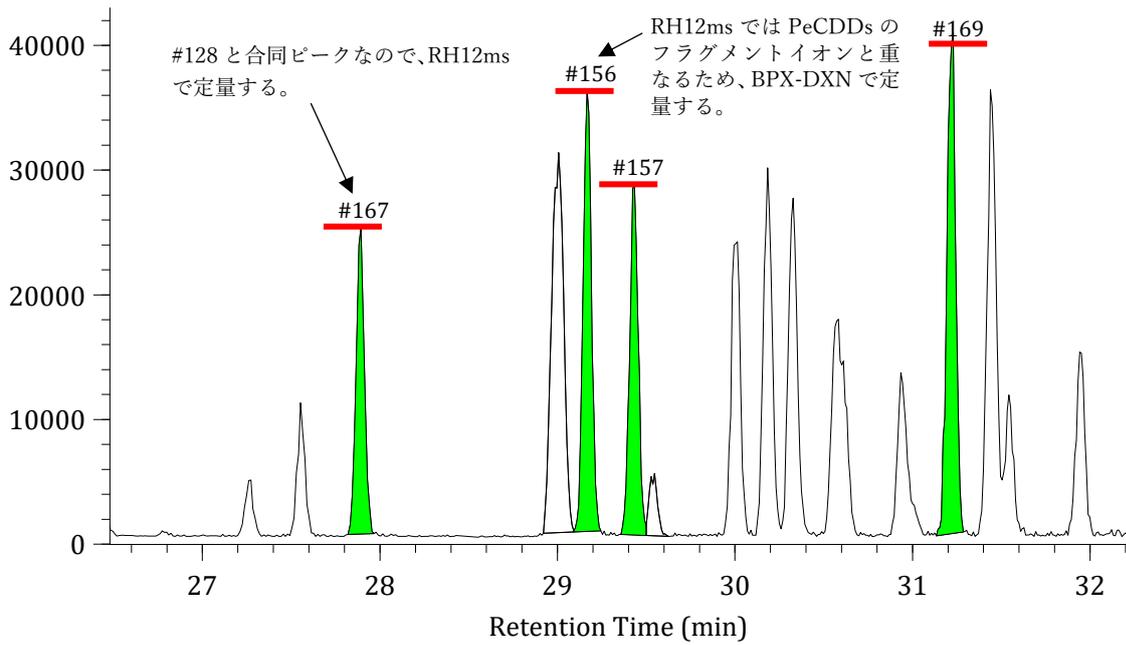
GC カラム	分離状況に注意が必要な化合物	隣接する化合物
BPX-DXN	2,3,7,8-TeCDD	1,2,3,9-TeCDD
	1,2,3,7,8-PeCDD	1,2,3,6,8-PeCDD
	1,2,3,7,8,9-HxCDD	1,2,3,4,6,7-HxCDD
	2,3,7,8-TeCDF	2,3,4,8-TeCDF, 1,2,7,9-TeCDF
	2,3,4,7,8-PeCDF*	1,2,3,6,8-PeCDF (分離しない)
	1,2,3,7,8,9-HxCDF*	1,2,3,4,8,9-HxCDF(分離しない)
	#126 (3,3',4,4',5-PeCB)	4 塩素化ダイオキシンの濃度が極端に高い場合には、フラグメントイオンの影響を受ける可能性がある。(BPX-DXN 例 1)
HxCBs	5 塩素化ダイオキシンのフラグメントイオンの影響を受ける可能性がある。(BPX-DXN 例 2)	
RH-12ms	1,2,3,4,7,8-HxCDF	1,2,4,6,8,9-HxCDF
	PeCBs	4 塩素化ダイオキシンの濃度が極端に高い場合には、フラグメントイオンの影響を受ける可能性がある。
SP-2331, CP-CIL88	2,3,7,8-TeCDD	1,4,7,8-TeCDD
	2,3,7,8-TeCDF	2,3,4,8-TeCDF
	1,2,3,7,8-PeCDF*	1,2,3,4,8-PeCDF(分離しない)
	1,2,3,4,7,8-HxCDF*	1,2,3,4,7,9-HxCDF(分離しない)
	1,2,3,7,8,9-HxCDF	1,2,3,7,8,9-HxCDF の左側のピーク (1,2,3,4,6,7,8-HpCDF のフラグメントイオン)
HT-8 PCB	#123 (2',3,4,4',5-PeCB)	#109+#107, #106
	#118 (2,3',4,4,5-PeCB)	#106

*: 分離できない成分については、結果の表内で同じ保持時間に出現している成分を含んでいる結果であることを明記していれば問題ない。

OBPX-DXN 例 1



OBPX-DXN 例 2



・GC カラムにより定量可能な成分が異なる。以下の表は、現在主に使用されている GC カラム別に定量されている化合物を示す。

成分名	SP-2331	BPX-DXN	DB-17	DB-5ms	RH-12ms	HT-8PCB
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	—	◎	◎	◎	◎	—*3
OCDD	—	◎	◎	◎	◎	—*3
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	—	◎	◎	◎	◎	—*3
1,2,3,4,7,8,9-HpCDF	—	◎	◎	◎	◎	—*3
OCDF	—	◎	◎	△*1	◎	—*3
3,3',4,4'-TeCB (#77)	—	◎	—	◎	◎	◎
3,4,4',5-TeCB (#81)	—	○	—	◎	◎	◎
2',3,4,4',5-PeCB (#123)	—	○	—	○	○	○
2,3',4,4',5-PeCB (#118)	—	×	—	×	◎	○
2,3,4,4',5-PeCB (#114)	—	×	—	◎	○	◎
2,3,3',4,4'-PeCB (#105)	—	×	—	△	○	◎
3,3',4,4',5-PeCB (#126)	—	○	—	◎	○*2	◎
2,3',4,4',5,5'-HxCB (#167)	—	×	—	◎	◎*2	◎
2,3,3',4,4',5-HxCB (#156)	—	×	—	◎	×	◎
2,3,3',4,4',5'-HxCB (#157)	—	◎	—	◎	◎	◎
3,3',4,4',5,5'-HxCB (#169)	—	◎	—	◎	◎	○
2,3,3',4,4',5,5'-HpCB (#189)	—	◎	—	◎	◎	◎

◎：単独定量可能

○：単独定量は可能だが、近隣のピークによる影響を受ける可能性がある。

△：GC 条件、カラム状態によって分離できないことがあり、注意が必要

×：単独定量は不可。

*1：¹³C ラベル化された OCDD のフラグメントイオンが干渉してくるが、分解能が 11600 以上で質量分離が可能。*2：この 2 つの成分は保持時間が近いため、測定条件により同時に測定できないことがある。*3：分析機関により測定（定量）を行っているところもある。

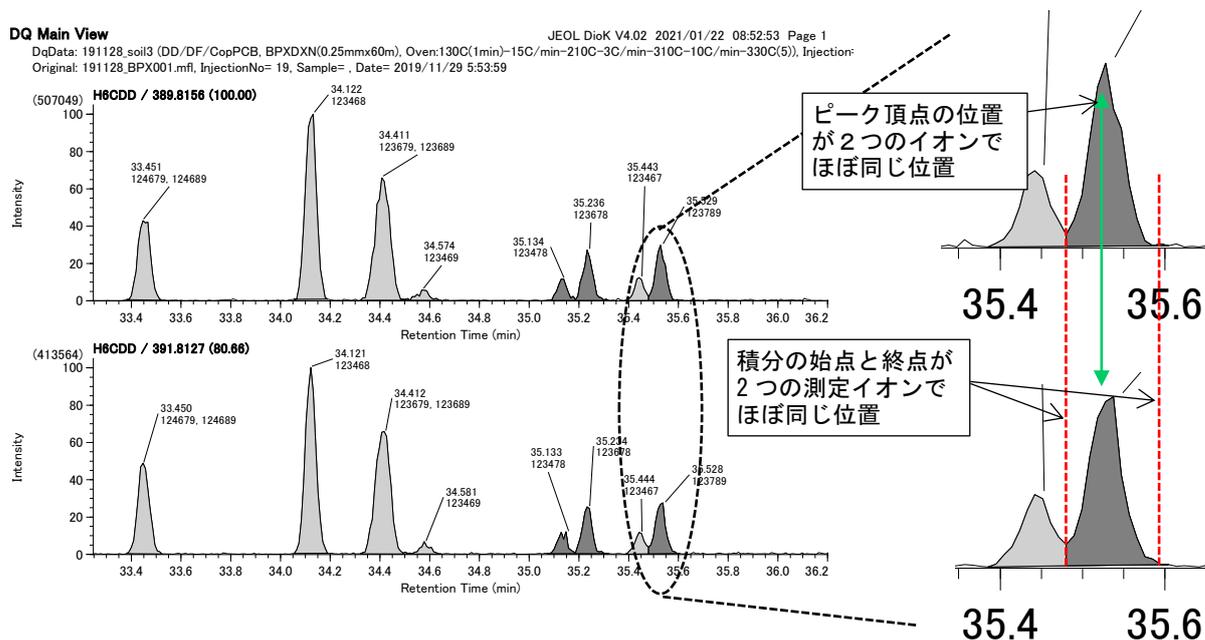
## 例 16：ピークの積分方法（積分開始と終了、ベースライン高さ）の適切さの確認

### <確認ポイント>

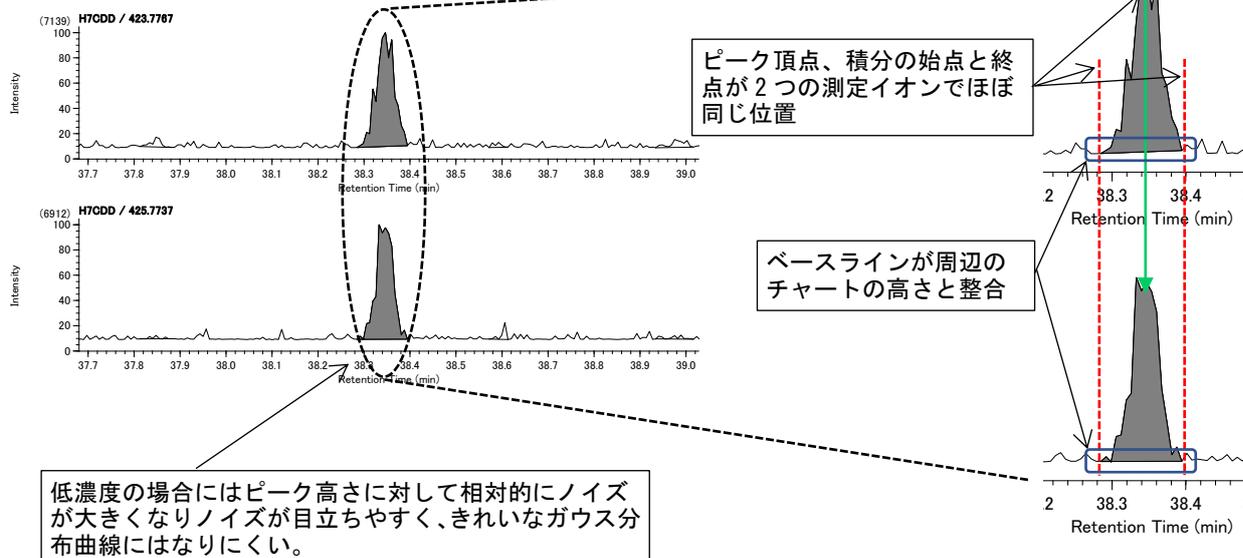
- ・クロマトグラムで得られたピーク形状に応じて面積値が積分されているかを確認する。具体的にはピーク出現前後のチャートの高さに着目し、ピークの立ち上がり箇所から終わりまで積分されているか、積分個所の底面（ベースライン）はピーク前後のチャートの高さと同程度であるかを確認する。
- ・測定している 2 つのイオンのクロマトグラムについて、ピーク頂点の位置や積分開始・終了位置の整合性についても確認する。

### <良好なピーク積分の例>

#### ○ある程度の濃度がある試料のクロマトグラムの例



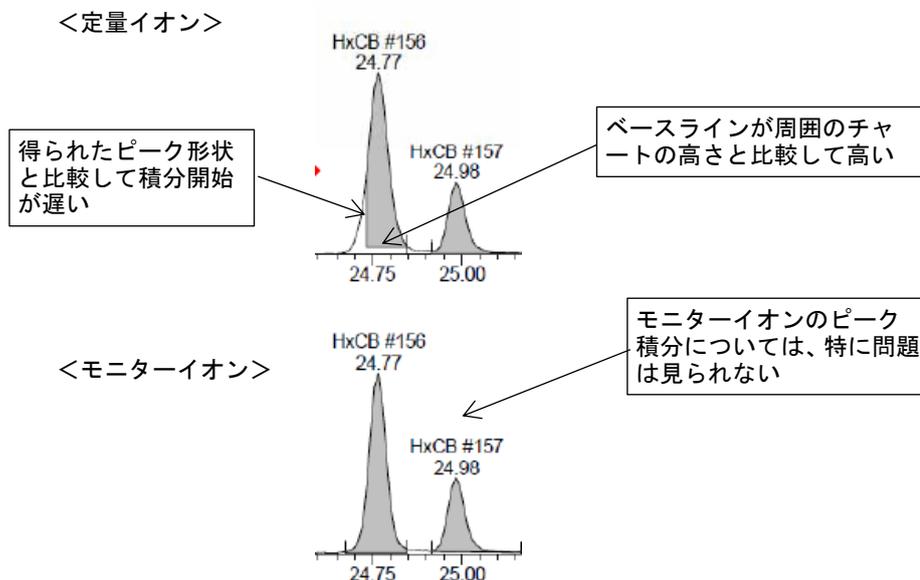
#### ○低濃度の試料のクロマトグラムの例



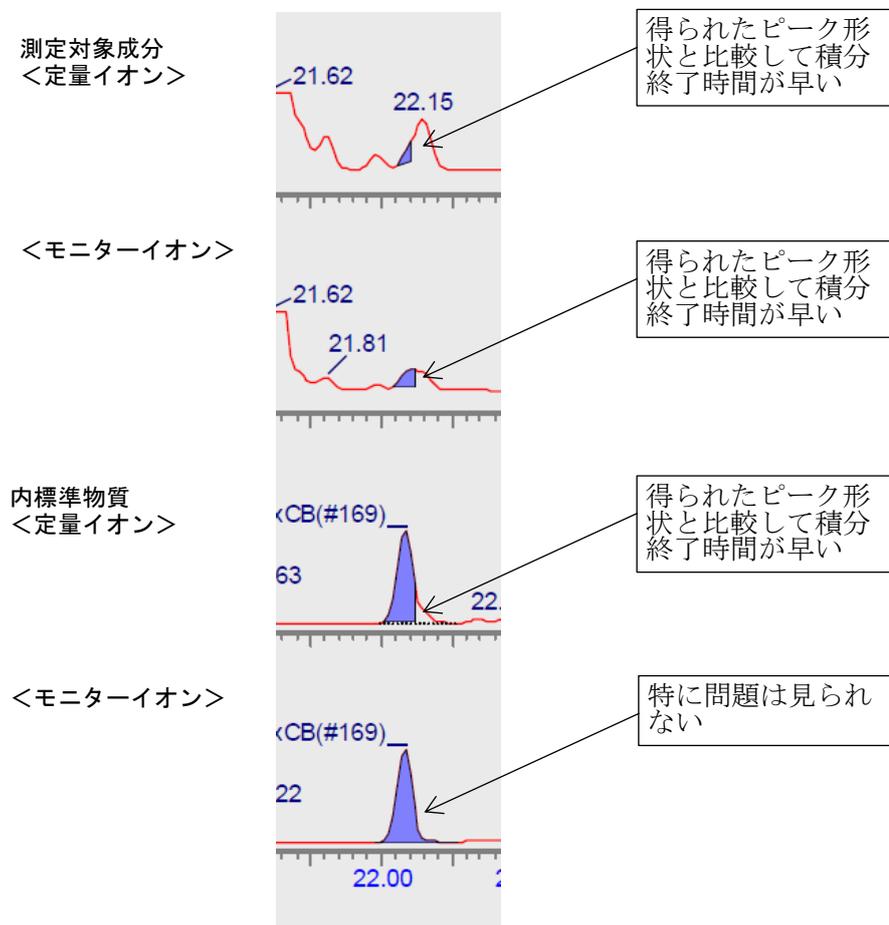
<ピーク積分に問題があるクロマトグラム>

- ・環境省 環境測定分析統一精度管理調査 調査結果説明会資料より抜粋。いずれも測定対象 (HxCB : 6 塩素化 PCB) に干渉している別の測定対象成分 (PeCDD : 5 塩素化ダイオキシン) の影響を受け、不適切な面積積分が行われたものである。

○例 1(平成 20 年度 調査結果説明会資料より)



○例 2(平成 21 年度 調査結果説明会資料より)



### <その他留意点>

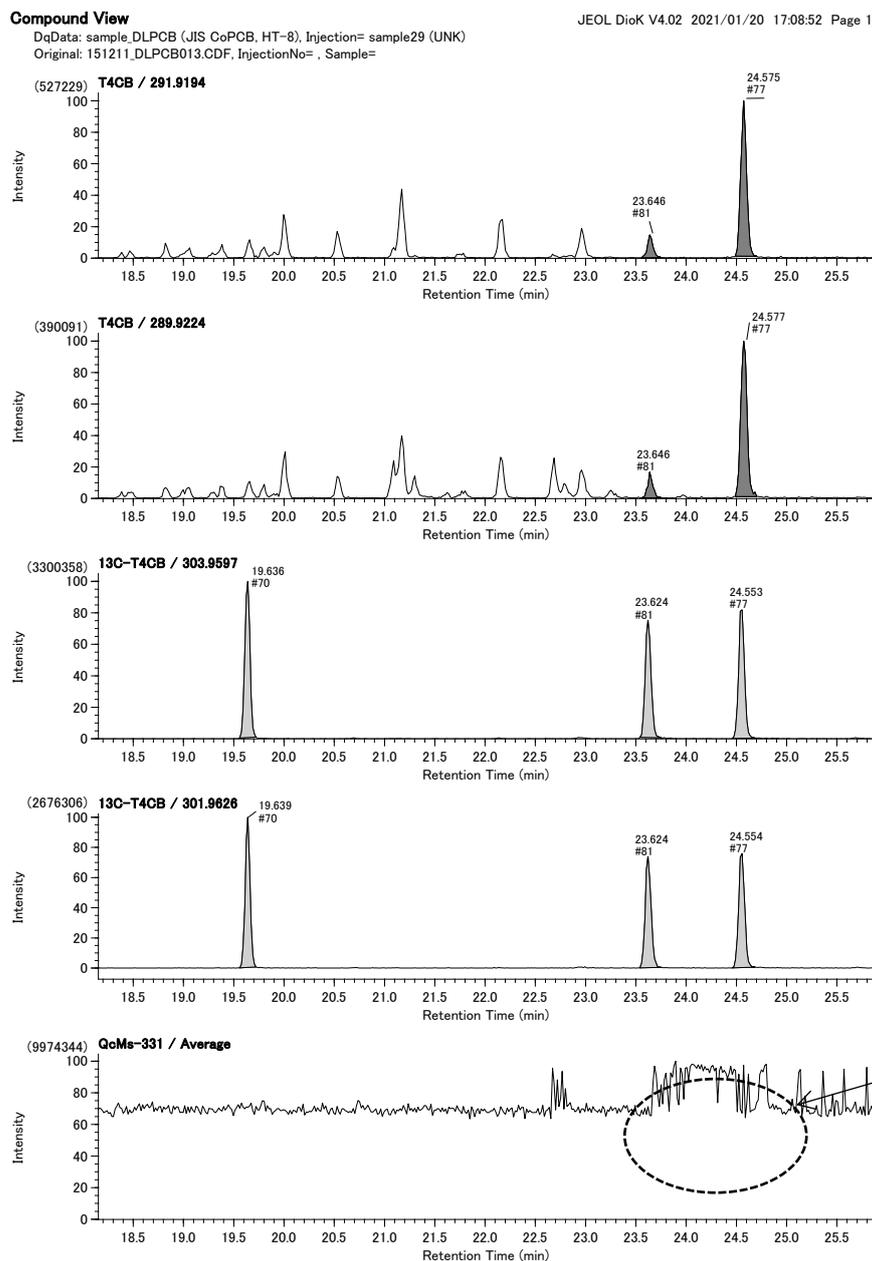
- 低濃度試料のクロマトグラムで示したとおり、低濃度の場合にはピーク高さに対して相対的にノイズが大きくなりノイズが目立ちやすくきれいなガウス分布曲線にはなりにくい。
- 得られたピーク形状に応じて適切に積分された場合でも、測定した2つのイオン強度比（塩素同位体比）が基準に収まらない場合がある。その理由として、主に以下の原因が考えられる。
  - ① 同じ保持時間に別の定量成分や妨害物質が干渉している
  - ② 質量分析計の測定条件により、規定のピークポイントが確保できていない
  - ③ 偶然の装置状態によりピークのポイントが取り損なわれた
- ①の場合は、GC の分離カラムの変更や前処理方法の検討等が必要な場合があるので、専門家へ助言を求めることが望ましい。②の場合は質量分析器の再調整を実施することで、③の場合には再度測定することで改善される場合がある。
- 不適切な積分については分析ソフトの自動処理結果の確認不足が考えられる。自動処理の積分が得られたピーク形状に整合していない場合は分析者によるマニュアル操作での修正が必要である。
- 不適切な積分は意図的に実施されることもある。例えば、測定値を小さく見積もりたい場合に、測定対象成分の定量イオン・モニターイオンの両方とも得られたピーク形状に対して不自然に小さく積分を行うことや、前処理のやり直しを回避するために、どちらか一方のイオンを得られたピーク形状に対して小さく積分して塩素同位体比を基準の範囲に収めるなどの操作が行われることがある。ピークの積分処理は直接分析結果に影響するので、とくに注意することが重要である。

## 例 17：定量対象ピークの保持時間に、ロックマス強度に 20%を超える変動がないかの確認

### <確認ポイント>

- ・ロックマスのクロマトグラムはほぼ一定であるかを確認する。
- ・ロックマス強度に 20%を超える変動が見られた場合には、定量対象ピークの出現時間帯と重なっていないかを確認する。

### <ロックマス強度の確認の例>



### <その他留意点>

- ・ロックマス強度は試料中に夾雑物が多く存在している場合や質量分析器内での偶然の放電現象等により大きく変動することがある。ロックマス強度が 20%を超えて変動している時間帯は機器の感度が大きく変動していることを示すため、その時間帯に出現したピークは定量に用いることはできない。

別添 5-2 (品質保証・品質管理結果報告書の確認例：第 2 章、第 4 章関連) (生物検定法)

例 1：検量線の作成

<確認ポイント>

- ・測定方法で定められている近似式及びその算出過程を確認する。
- ・作成された検量線がマニュアルで定められている範囲や測定点数であるか確認する。

<検量線の作成例>

例) 測定にダイオキシン類応答性組換え細胞 HIL6. 1c2 を用いたレポーター遺伝子アッセイ

標準物質 質量 (pg/well)	標準物質 濃度 (pg/ml)	標準物質 対数 変換値	標準物質 計測値
A	B= A/190*1000	C= LN(B*100)	RLU
23.75	<b>125</b>	9.43	<b>22880</b>
11.9	<b>62.5</b>	8.74	<b>19448</b>
5.94	<b>31.3</b>	8.05	<b>16471</b>
2.97	<b>15.6</b>	7.35	<b>12357</b>
1.48	<b>7.81</b>	6.66	<b>7517</b>
0.742	<b>3.91</b>	5.97	<b>4754</b>
0.371	<b>1.95</b>	5.27	<b>2114</b>
0.186	<b>0.977</b>	4.58	<b>1233</b>
0.0928	<b>0.488</b>	3.89	<b>434</b>

パラメーター			
$V_{max} =$	28631	$n =$	6.59
$K_m =$	7.75	$b =$	192

この測定方法では、測定方法に定められた近似式に (モデル式) にカーブフィットさせ、モデル式のパラメーターを求める。

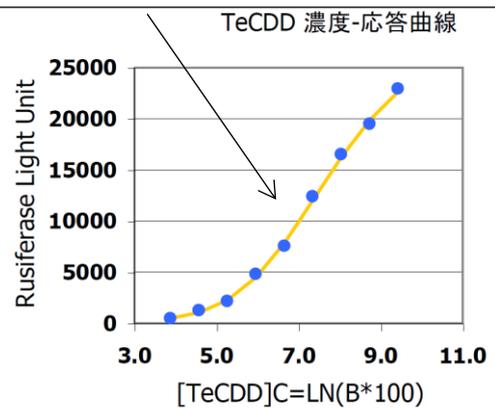


図 1 検量線作成及びパラメーターの例

例 2：検量線の確認及び感度変動の管理図による確認

<確認ポイント>

- ・検量線作成用標準液及び濃度既知試料に対して、測定量 (毒性等量) の管理図が作成されていることを確認する。
- ・管理限界 ( $\pm 2\sigma$ ) を超えている、基準値に対して一定の方向に偏る傾向がないことを確認する。

<管理図の作成例>

例) 測定にダイオキシン類応答性組換え細胞 HIL6. 1c2 を用いたレポーター遺伝子アッセイ

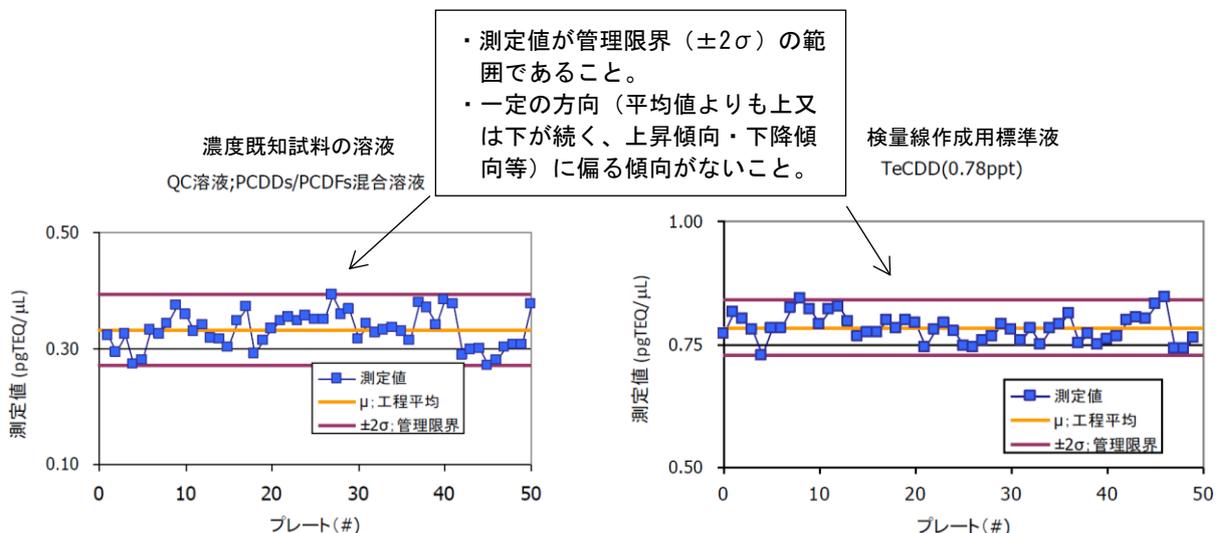


図 2-1 管理図例

例 3：検出下限及び定量範囲を算出するための測定データ及びその算出の過程の確認

<確認ポイント>

① 標準物質における検出下限及び定量範囲の算出

- ・検出下限等算出用標準物質による検量線の測定操作により得られた測定量（毒性等量）の定量値の変動係数（CV%）が 30%以下となる点を検出下限、20%以下となる点を定量下限とし、マニュアルに記載されている方法により算出された定量上限の間を定量範囲としているかを確認する。
- ・少なくとも 6 ヶ月以内に実施されていることを確認する。

② 試料における検出下限及び定量下限

- ・試料量と前処理を経た最終検液量の数値と、標準物質における検出下限及び定量下限から理論的に算出しているかを確認する。
- ・基準値等を考慮して評価しなければならない最小の濃度を決定し、その濃度の 1/30 以下に検出下限が設定されていることを確認する。

<標準物質における検出下限及び定量範囲の算出例>

例) 測定にダイオキシン類応答性組換え細胞 HIL6. 1c2 を用いたレポータージーンアッセイ

表 3-1 検出下限等算出用標準液の調整例

標準物質(1)	濃度(ng/mL)										
	STD0	STD1	STD2	STD3	STD4	STD5	STD6	STD7	STD8	STD9	STD10
2,3,7,8-TeCDD	25.0	12.5	6.25	3.13	1.56	0.781	0.391	0.195	0.0997	0.0488	0.0244

表 3-2 測定結果例 (n=5 測定)

検出下限：0.977(pg/mL) 定量範囲：1.95～62.5(pg/mL)

標準物質質量 (pg/well)	標準物質濃度 (pg/ml)	標準物質対数変換値	標準物質計測値	標準物質濃度 (n=5) (pgTEQ/ml)			
				平均	標準偏差(σ)	変動係数 (C.V.(%))	乖離度
A	B= A/190*1000	C= LN(B*100)	(RLU)				
47.5	<b>250</b>	10.13	<b>24560</b>	<b>257</b>	173	67.5	1.03
23.8	<b>125</b>	9.43	<b>23926</b>	<b>189</b>	106	56.0	1.51
11.9	<b>62.5</b>	8.74	<b>19727</b>	<b>62.2</b>	11.6	18.6	1.00
5.94	<b>31.3</b>	8.05	<b>15002</b>	<b>31.0</b>	5.54	17.9	0.99
2.97	<b>15.6</b>	7.35	<b>9696</b>	<b>15.5</b>	1.00	6.43	0.99
1.48	<b>7.81</b>	6.66	<b>5195</b>	<b>7.82</b>	0.338	4.33	1.00
0.742	<b>3.91</b>	5.97	<b>2597</b>	<b>4.17</b>	0.267	6.39	1.07
0.371	<b>1.95</b>	5.27	<b>1328</b>	<b>2.30</b>	0.303	13.1	1.18
0.186	<b>0.977</b>	4.58	<b>637</b>	<b>0.97</b>	0.260	26.8	0.99
0.0928	<b>0.488</b>	3.89	<b>364</b>	<b>ND</b>	—	—	—
0.0464	<b>0.244</b>	3.20	<b>271</b>	<b>ND</b>	—	—	—

変動係数が 20%以内を定量範囲とする。30%以内を検出下限とする。

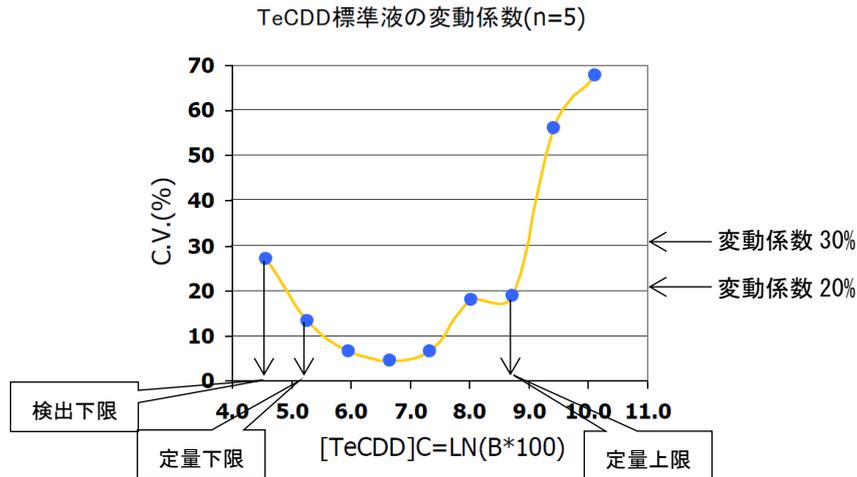


図 3-1 精度プロファイルの例

#### 例 4 : 使用した換算係数の確認

##### <確認ポイント>

- ・多数の試料 (n=20 以上がのぞましい) について、生物検定法での実測濃度と GC-MS 法での毒性等量を求め、GC-MS 法の毒性等量を生物検定法での実測濃度で除したものの平均値を換算係数としているか確認する。

##### <実測濃度から測定量 (毒性等量) を求める際の換算係数の導出例>

例) 測定にダイオキシン類応答性組換え細胞 HIL6.1c2 を用いたレポータージーンアッセイ

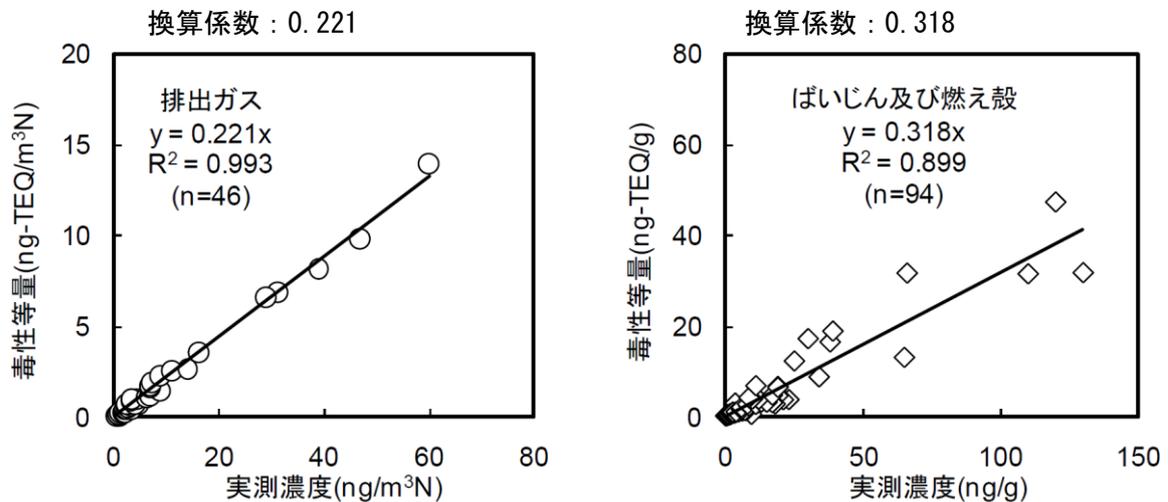


図 4-1 換算係数算出例

#### 例 5 : 操作ブランク試験の実施状況及び結果並びにその評価の確認

##### <確認ポイント>

- ・操作ブランクは十分に低値であることを確認する記載があるかを確認する。
- ・操作ブランクが検出されている場合は、検出されている要因を把握しており、実施可能な全ての低減化対応を行っているかを確認する。

## 例 6：トラベルブランク試験の実施状況及び結果並びにその評価

### <確認ポイント>

- ・トラベルブランク値が定量下限値未満であることを確認する。
- ・トラベルブランクが検出されている場合は、検出されている要因を把握しており、実施可能な全ての低減化対応を行っているかを確認する。

## 例 7：二重測定の実施状況及び結果並びにその評価の確認

### <確認ポイント>

- ・二重測定は、全試料の 10%程度の頻度で実施されているかを確認する。
- ・二重測定は、定量下限値以上の測定量（毒性等量）についてその平均値を求め、個々の測定値の差が±30%以内であることを確認する記載があるかを確認する。

## 例 8：濃度既知試料の測定による確認

### <確認ポイント>

- ・濃度既知試料の測定が定期的に行われていることを確認する。前処理に使用する精製カラムや分画カラムのロットごとに実施するのが望ましいが、少なくとも 1 年以内に実施されていることが必須である。
- ・排出ガス又はばいじん・燃え殻の濃度既知試料の測定においては、生物検定法で算出された測定量（毒性等量）が GC-MS 法で算出された測定量（毒性等量）と同程度であることを確認する。

### <留意点>

- ・European union Reference Laboratory による Proficiency tests の技能試験試料の測定においては、生物検定法で算出された実測濃度が認証値（又はこれと同等値）と同程度であることを確認する。また、当該技能試験に参加した際の評価基準である Z スコアが 2 以内であることを確認する。

## 例 9：換算係数の確認

### <確認ポイント>

- ・6 ヶ月以内に GC-MS 法によって得られた測定量（毒性等量）と生物検定法で得られた実測濃度により換算係数を算出し、マニュアルに記載された換算係数と大きく乖離していないか又は相関が良いか確認する。

### <換算係数のマニュアル参照箇所>

告示番号	測定方法	マニュアル参照箇所
第 1 の 1	前処理に、硫酸シリカゲルカラム及び活性炭カラムを使用し、測定に、ダイオキシン類応答性組換え細胞 H1L6.1c2 を用いたレポーター遺伝子アッセイを利用してダイオキシン類の毒性等量を測定する方法	p. 56
第 1 の 2	前処理に、硫酸シリカゲルカラム及び活性炭カラムを使用し、測定に、ダイオキシン類応答性組換え細胞 101 L を用いたレポーター遺伝子アッセイを利用してダイオキシン類の毒性等量を測定する方法	p. 75
第 1 の 3	前処理に、多層カラムを使用し、測定に、ダイオキシン類応答性組換え細胞 HeB5 を用いたレポーター遺伝子アッセイを利用してダイオキシン類の毒性等量を測定する方法	p. 95
第 1 の 4	前処理に、硫酸シリカゲル加熱還流法を利用し、測定に、ダイオキシン類応答性組換え細胞 H4 II E-luc を用いたレポーター遺伝子アッセイ	p. 113

	イを利用してダイオキシン類の毒性等量を測定する方法	
第1の5	前処理に、多層シリカゲルカラム及びアルミナカラムを使用し、測定に、ダイオキシン類応答性組換え細胞 DR-EcoScreen を用いたレポータージーンアッセイを利用してダイオキシン類の毒性等量を測定する方法	p. 135-p. 136
第1の6	前処理に、硫酸及び多層シリカゲルカラムを使用し、測定に、ダイオキシン類、アリール炭化水素受容体及びアリール炭化水素受容体核運搬タンパク質の複合体形成反応を利用してダイオキシン類の毒性等量を測定する方法	p. 159
第2の1	前処理に、多層シリカゲルカラム及び活性炭カラムを使用し、測定に、抗ダイオキシン類モノクローナル抗体及びプレート固相抗原を用いた間接競合酵素免疫測定法を利用してダイオキシン類の毒性等量を測定する方法	p. 180
第2の2	前処理に、多層シリカゲルカラム及び活性炭カラムを使用し、測定に、磁性ビーズ固定化抗ダイオキシン類モノクローナル抗体及び酵素標識抗原を用いた直接競合酵素免疫測定法を利用してダイオキシン類の毒性等量を測定する方法	p. 202
第2の3	前処理に、多層シリカゲルカラム及びアルミナカラムを使用し、測定に、抗ダイオキシン類モノクローナル抗体及びプレート固相抗原を用いた間接競合酵素免疫測定法を利用してダイオキシン類の毒性等量を測定する方法	p. 225-p. 226
第2の4	前処理に、多層シリカゲルカラム及びアルミナカラムを使用し、測定に、抗ダイオキシン類モノクローナル抗体及び抗原固相化ビーズを用いた結合平衡除外法を利用してダイオキシン類の毒性等量を測定する方法	p. 252

#### 例 10：回収率の確認

##### <確認ポイント>

- ・6ヶ月以内のGC-MS法による回収率が50%～120%の範囲に入っていることを確認する。

##### <留意点>

- ・生物検定法においては、試料の採取から前処理操作に至るまでの回収率を標準物質の添加などによって確認することは困難であるため、高分解濃GC-MSによる回収率の確認が必要となる。生物検定法によって得られた実測値を毒性等量に換算する際に用いる換算係数には、既に抽出及び前処理操作における回収率が考慮されている。

別添 6-1 (第 4 章関連)

立入による査察の項目及び提出を求める資料 (GC-MS 法)

★印は優先的に確認すべき項目

項 目 ※ 外部精度管理指針 別表 4-1 に対応	確認内容
1. 品質管理システムの運営状況	<p>(1) 内部監査の実施状況</p> <p>★直近に実施された内部監査報告書の確認。</p> <ul style="list-style-type: none"> <li>・組織が整備され、組織図に明示されているか。</li> <li>・文書管理手順が定められ、適切に運用されているか。</li> </ul> <p>★内部監査は組織図に従い正しく実施されているか。</p> <ul style="list-style-type: none"> <li>・不適切な操作が行われた場合の対処方針及びその事例。</li> <li>・ダイオキシン類測定に係る試験所間比較試験への参加状況。</li> <li>・精度管理に関する国際規格等の取得状況。</li> </ul> <p>(2) 教育、訓練の実施状況</p> <ul style="list-style-type: none"> <li>・教育、訓練は適切に実施されているか。</li> </ul> <p>(3) 標準作業手順書の整備状況</p> <ul style="list-style-type: none"> <li>・標準作業手順書は整備されているか。</li> </ul>
2. 施設及び試薬等に関する事項	<p>(1) 施設の管理状況</p> <p>★試料保管庫、前処理室、GC-MS 測定室が分離して配置され、汚染防止対策がされているか。</p> <p>★作業上の安全対策、環境汚染の防止対策が講じられているか (前処理室からの排水、排気は、活性炭処理、HEPA フィルター等で処理されているか、活性炭、HEPA フィルターの交換状況、GC-MS 測定室の温度・湿度・差圧の管理状況、排水及び排気中の DXN 測定結果、廃棄物マニフェスト)。</p> <p>(2) 試薬、標準物質 (溶液) の管理状況</p> <p>★標準物質は、①使用期限内か、②保管場所は冷蔵庫か、③重量管理を実施しているか。</p> <ul style="list-style-type: none"> <li>・試薬調整の標準作業手順書及び実施状況。</li> </ul>
3. 受託業務の実施体制等	<p>(1) 受託業務の実施体制</p> <p>★1. の組織機構図と整合しているか。</p> <p>(2) 受託業務の進捗状況及び進行管理の実施状況</p> <p>★進捗状況は、品質保証・品質管理計画書と整合しているか。</p> <p>(3) 品質管理者による品質管理の実施状況</p> <p>★受託業務に係る品質管理者による品質管理の実施状況又は今後の実施予定 (測定担当者、技術管理者、品質管理者に変更があった場合、内部監査実施の有無を確認)。</p>
4. 受託業務の試料採取に関する事項	<p>(1) 装置・器具の管理状況</p> <p>★試料採取器具・装置は濃度別に区分され、適切に管理され、使用時に洗浄されているか。</p> <p>(2) 試料採取の実施状況</p> <ul style="list-style-type: none"> <li>・事前調査結果記録、試料採取計画どおり実施されているか。</li> </ul>

項目 ※ 外部精度管理指針 別表 4-1 に対応	確認内容
	<p>★試料採取記録があるか（試料採取時の野帳の確認）。</p> <p>★一般環境大気・排出ガス試料採取時にサンプリングスパイクが添加されているか。</p> <p>(3) 不適切な操作の発生状況 ・ 不適切な操作の発生状況とその是正措置の確認。</p>
5. 受託業務の試料の前処理に関する事項	<p>(1) 装置・器具の管理状況</p> <p>★試料前処理に用いる器具・装置は濃度別に区分され、適切に洗浄、管理されているか。</p> <p>(2) 試料の受入検査の実施状況</p> <p>★採取した試料を測定機関まで搬入する場合の配慮事項（温度・遮光等の措置）が実施されているか。</p> <p>・ 試料の受け入れが適切に行われているか（試料の受入検査記録を確認）。</p> <p>(3) 試料の保存・管理の実施状況</p> <p>・ 試料は規格・マニュアルに規定された条件で、汚染が無いように保存・管理されているか。</p> <p>★試料は高濃度・低濃度の測定項目（媒体）別に保管されているか。</p> <p>・ 試料はラベル等により識別が行われているか。</p> <p>(4) 試料の前処理の実施状況</p> <p>・ 試料の前処理記録があるか（試薬の使用状況、洗浄に用いたカラム及び充填材の種類及び使用状況の記録、カラム洗浄記録）。</p> <p>★試料の前処理の実施状況は、品質保証・品質管理計画書と整合しているか。標準作業手順書（SOP）どおりに作業を行っているか。</p> <p>★シリンジスパイク、クリーンアップスパイクの添加時期が規格・マニュアルと整合しているか。</p> <p>・ カラム洗浄に際し通過速度が適切か。</p> <p>(5) 不適切な操作の発生状況 ・ 不適切な操作の発生状況とその是正措置の確認。</p>
6. 受託業務の GC-MS による測定に関する事項	<p>(1) 測定の実施状況</p> <p>★測定の実施状況は、品質保証・品質管理計画書と整合しているか。標準作業手順書（SOP）どおりに作業を行っているか。</p> <p>★試料の測定に際して用いたインジェクションリスト（試料名、日付・時刻が把握できるもの）</p> <p>★GC-MS の日常点検、定期点検基準及び実施状況（日常点検：分解能、ピーク分離度及び絶対感度、ロックマスチャンネル変動の調整基準及び点検日報、定期点検：機器メーカーによる定期点検報告書）</p> <p>★検量線及びそのクロマトグラム（検量線感度変動の確認用資料（内標準物質を含めた各ピークの同定とシグナル強度</p>

<p style="text-align: center;">項 目</p> <p>※ 外部精度管理指針 別表 4-1 に対応</p>	<p style="text-align: center;">確認内容</p>
	<p>が確認できるもの))</p> <ul style="list-style-type: none"> <li>★内標準物質（使用したサンプリングスパイク、クリーンアップスパイク、シリンジスパイク）のクロマトグラム（内標準物質の各ピーク強度が確認できる資料及びピーク時の説明）</li> <li>★サンプリングスパイク回収率及びクリーンアップスパイク回収率（各スパイクの回収率が各測定方法に定められた基準内に入っているか。） <ul style="list-style-type: none"> <li>・品質保証・品質管理計画書において、操作ブランク試験、トラベルブランク試験（一般環境大気・排出ガスのみ）及び二重測定が計画されている場合、実施結果は適切な範囲内であるか。</li> </ul> </li> <li>★装置の検出下限・定量下限（装置の検出下限・定量下限の算出過程及び装置の下限値の設定が適切である旨の文書）</li> <li>★測定方法の検出下限・定量下限（測定方法の検出下限・定量下限の算出過程及び装置の下限値の設定が適切である旨の文書）</li> <li>★各異性体の分離状況（全異性体の同定が記入され、TEFを持つ異性体の分離ピークが確認でき、ピーク面積が適切に処理されたことが分かるクロマトグラムの確認。）（クロマトグラムは必要に応じて部分拡大してもよい。）</li> </ul> <p>(2) 簡易測定法導入時の確認試験の実施状況（簡易測定法の場合）</p> <ul style="list-style-type: none"> <li>・比較試験の実施結果、簡易測定法導入時の確認試験の状況、結果及びその評価に関する資料があるか。</li> </ul> <p>(3) 不適切な操作の発生状況</p> <ul style="list-style-type: none"> <li>・不適切な操作の発生状況とその是正措置の確認</li> </ul>
<p>7. 再委託を行っている場合の再委託先に対する精度管理の実施状況</p>	<ul style="list-style-type: none"> <li>・再委託する理由、作業範囲、再委託先、再委託先の再々委託の有無、全体の業務管理の実施方法</li> <li>・再委託先に対する外部精度管理の実施状況（(本表 6・2) 外部精度管理指針に基づく査察を行った記録の確認）</li> </ul>

別添 6-2 (第 4 章関連)

立入による査察の項目及び提出を求める資料 (生物検定法)

★印は優先的に確認すべき項目

項 目 ※ 外部精度管理指針 別表 4-2 に対応	確認内容
1. 品質管理システムの運営状況	<p>(1) 内部監査の実施状況</p> <p>★直近に実施された内部監査報告書の確認。</p> <ul style="list-style-type: none"> <li>・組織が整備され、組織図に明示されているか。</li> <li>・文書管理手順が定められ、適切に運用されているか。</li> </ul> <p>★内部監査は組織図に従い正しく実施されているか。</p> <ul style="list-style-type: none"> <li>・不適切な操作が行われた場合の対処方針及びその事例。</li> </ul> <p>(2) 教育、訓練の実施状況</p> <ul style="list-style-type: none"> <li>・教育、訓練は適切に実施されているか。</li> </ul> <p>(3) 標準作業手順書の整備状況</p> <ul style="list-style-type: none"> <li>・標準作業手順書は整備されているか。</li> </ul>
2. 施設及び試薬等に関する事項	<p>(1) 施設の管理状況</p> <p>★試料保管庫、前処理室、生物検定法の試験実施施設が分離して配置され、汚染防止対策がされているか。条例による運用規則が定められている場合は、規則を遵守しているか。</p> <p>★レポータージーンアッセイ法による試験実施施設の場合は、培養細胞の保存、保存処理、前処理及び測定等を行うための専用区域を有しているか。(測定に用いられる試薬の調整並びに保管、器具・機器の滅菌、維持管理、保管等が施設内で行えることの確認。)</p> <p>★作業上の安全対策、環境汚染の防止対策が講じられているか(前処理室からの排水、排気は、活性炭処理、HEPA フィルター等で処理されているか、活性炭、HEPA フィルターの交換状況、生物検定法試験室の温度・湿度・差圧の管理状況、排水及び排気中の DXN 測定結果、廃棄物マニフェスト)。</p> <p>(2) 試薬、標準物質(溶液)の管理状況</p> <p>★試薬、細胞又はキットの入手情報・品質保証書の保存・管理状況は、委託先選定の審査時提出された資料と整合しているか。</p> <p>★細胞又はキットの保存場所、保存方法、汚染防止への配慮、温度・湿度の記録、分散保管状況の確認。</p>
3. 受託業務の実施体制等	<p>(1) 受託業務の実施体制</p> <p>★1. の組織機構図と整合しているか。</p> <p>(2) 受託業務の進捗状況及び進行管理の実施状況</p> <p>★進捗状況は、品質保証・品質管理計画書と整合しているか。</p> <p>(3) 品質管理者による品質管理の実施状況</p> <p>★受託業務に係る品質管理者による品質管理の実施状況又は今後の実施予定(測定担当者、技術管理者、品質管理者に変更があった場合、内部監査実施の有無を確認)。</p>

<p style="text-align: center;">項 目</p> <p>※ 外部精度管理指針 別表 4-2 に対応</p>	<p style="text-align: center;">確認内容</p>
<p>4. 受託業務の試料採取に関する事項</p>	<p>(1) 装置・器具の管理状況</p> <p>★試料採取器具・装置は濃度別に区分され、適切に管理され、使用時に洗浄されているか。</p> <p>(2) 試料採取の実施状況</p> <p>★事前調査結果記録、試料採取計画どおり実施されているか。</p> <ul style="list-style-type: none"> <li>・トラベルブランク、二重測定は、試料採取計画どおりに実施されているか。</li> </ul> <p>★試料採取記録があるか（試料採取時の野帳の確認）。</p> <p>(3) 不適切な操作の発生状況</p> <ul style="list-style-type: none"> <li>・不適切な操作の発生状況とその是正措置の確認。</li> </ul> <p>★一般環境大気・排出ガス試料採取時にサンプリングスパイクが添加されていないか。（サンプリングスパイクは添加しない。）</p>
<p>5. 受託業務の試料の前処理に関する事項</p>	<p>(1) 装置・器具の管理状況</p> <p>★試料前処理に用いる器具・装置は濃度別に区分され、適切に洗浄、管理されているか。</p> <p>(2) 試料の受入検査の実施状況</p> <p>★採取した試料を測定機関まで搬入する場合の配慮事項（温度・遮光等の措置）が実施されているか。</p> <ul style="list-style-type: none"> <li>・試料の受け入れが適切に行われているか（試料の受入検査記録を確認）。</li> </ul> <p>(3) 試料の保存・管理の実施状況</p> <p>★試料は規格・マニュアルに規定された条件で、汚染が無いように保存・管理されているか。</p> <p>★試料は高濃度・低濃度の測定項目（媒体）別に保管されているか。</p> <ul style="list-style-type: none"> <li>・試料はラベル等により識別が行われているか。</li> </ul> <p>(4) 試料の前処理の実施状況</p> <p>★試料の前処理の実施状況は、品質保証・品質管理計画書と整合しているか。標準作業手順書（SOP）どおりに作業を行っているか。</p> <p>★試料からの抽出操作の記録の確認（抽出溶媒の種類、量及び抽出時間）</p> <p>★試料抽出液のクリーンアップは、測定方法に応じ規格・マニュアルに規定する方法で実施されているか。試薬の使用状況、洗浄に用いたカラム及び充填材の種類、使用状況、カラム洗浄状況の記録）</p> <ul style="list-style-type: none"> <li>・測定用試料に併せて測定を行う試料の調整状況（操作ブランク試験・トラベルブランク試験・二重測定のための試料、濃度既知試料、換算係数確認試料、回収率確認試料の調整記録）</li> </ul> <p>★GC-MS 法による換算係数、回収率の確認が実施されているか。</p> <p>(5) 不適切な操作の発生状況</p> <ul style="list-style-type: none"> <li>・不適切な操作の発生状況とその是正措置の確認。</li> </ul>

項 目 ※ 外部精度管理指針 別表 4-2 に対応	確認内容
6. 受託業務の生物検定法による測定に関する事項	<p>(1) 測定の実施状況</p> <ul style="list-style-type: none"> <li>★測定の実施状況は、品質保証・品質管理計画書と整合しているか。標準作業手順書（SOP）どおりに作業を行っているか。</li> <li>★吸光度計、インキュベーター等、測定に用いる装置の日常・定期点検、メンテナンスの実施状況</li> <li>★培養細胞又はキットの準備について、保存（凍結・冷蔵、常温）状態から使用可能な状態までの操作（解凍、開封）を行った状況（作業者、解凍操作・開封作業の記録）。測定に使用する上で問題がないことの確認状況。</li> <li>★細胞の管理状況（継代等の操作記録、培養条件、雑菌汚染の有無、細胞活性の維持の確認）（測定方法に応じて該当すると判断される場合）</li> <li>★検量線の作成状況（操作者、測定日、測定条件、測定順、計測値、近似式及び算出過程の記録）。</li> <li>★試料の測定状況（測定者、測定日、測定条件、測定順、使用した試料量、計測値（発光、吸光、蛍光等強度）の記録）。</li> <li>★感度変動の管理図による確認状況（検量線作成用標準液及び濃度既知試料の測定で得られたデータから測定量（毒性等量）を求め、管理図に記録しているか）。管理図による管理限界は変動係数で 20%以内に収まっているか。（管理限界を超えていることが確認された場合は、改善が実施されているか。）</li> <li>・品質保証・品質管理計画書において、操作ブランク試験、トラベルブランク試験（排出ガスのみ）及び二重測定が計画されている場合、実施結果は適切な範囲内であるか。</li> <li>★回収率の確認結果は妥当か（GC-MS 法により 6 か月に 1 回は回収率の測定を実施し、回収率が 50%～120%の範囲にあること）。</li> </ul> <p>(3) 不適切な操作の発生状況</p> <ul style="list-style-type: none"> <li>・不適切な操作の発生状況とその是正措置の確認</li> </ul>

別添 7-1 (参考資料 : 第 2 章関連)

国内の外部機関又は海外施設に関する事前の審査書類及び書類作成上の注意事項 (GC-MS 法)

(1) ダイオキシン類の環境測定の実施可能性 (1次審査)

外部精度管理指針の審査項目	精度管理指針との対応	審査書類	書類作成上の注意事項	審査の趣旨・観点
1. 外部機関等が実施可能な対象項目・作業の範囲・対応可能な測定方法				
		1 別添 3-3-1 業務範囲マトリックス		実施可能な業務の範囲を確認する。 発注する業務に対して齟齬の無いことの確認。 対応する分析法 (JIS・環境省マニュアル等) が適切であることの確認。 ※ 受注者が分析法を勝手に変更したり、指定された以外の方法を使わないことを受注者自身に宣言させる意味。
2. 組織の整備状況等の概要				
①組織の整備状況  組織の機構図	第 1 部第 1 章 1. 組織	1 統括責任者(統括管理者)、品質管理者、技術管理者(計量管理者)及び測定担当者の氏名、職務等を規定した書類	統括責任者(統括管理者)、品質管理者、技術管理者(計量管理者)及び測定担当者の氏名、担当する業務及び経験等も記載する。	品質管理システムの適正な運営を確保するために必要な組織体制が整っているかを確認する。 適正な能力を持った人による実施、実施者以外の適正な品質管理能力を持った人による確認が行われていることの確認。 ※ 責任の所在の明確化、分析値を保証させる意味。
		1-1 兼務の有無・内容		
		2 職員毎の教育訓練、業務経験履歴		
		3 組織の機構図(氏名の記載があるもの)	測定分析に係る組織の機構図と責任分担別担当人数も記載する。内部監査実施後に内部監査者を変更している場合には、内部監査実施時点の組織の機構図も添付する。	
②施設の整備	第 2 部第 1 章	1 施設配置状況(施設全体の配置、	各部屋(前処理室、測定室等)の用途や温	分析工程や試料の濃度(低濃度用と高

外部精度管理指針の審査項目	精度管理指針との対応	審査書類	書類作成上の注意事項	審査の趣旨・観点
備状況	5. 施設	試料の移動経路等の配慮を解説) 1-1 施設平面図・配置図 1-2 濃度別施設分離状況 1-3 濃度別保管室の詳細・配慮事項 1-4 濃度別保管室に代わる対処法 1-5 濃度別前処理室の有無・配慮事項 1-6 濃度別前処理室に代わる対処法 1-7 施設の写真 1-8 施設の温度、湿度、差圧に関する記述 1-9 GC-MS 台数の記述 1-10 高濃度、低濃度試料の測定に対する配慮事項	度・湿度・差圧を明示し、間取り図及び写真を添付するとともに、高分解能 GC-MS の保有台数も記述する。また、高濃度試料と低濃度試料の区分方法は詳細に記述し、汚染防止の観点から講じている対策についても記述する。なお、処理装置等の設置位置も明記する。	濃度用の区別) に配慮した施設であるか、汚染防止対策についても確認する。 (例え極微量であっても) 試料の発散・付着・残留・混入が無いように考慮されていることの確認。 バックグラウンド濃度上昇による検出下限の上昇(悪化) や不正確な分析の未然防止。作業環境の保全。 ※ 正しい分析値を得るための意識があるか、それがハードウェア(施設) 的な対策に表れているか。
③器具・装置の整備状況	第2部第1章 3. 器具 4. 装置	1 器具・装置の管理方法の概要 2 項目・項目濃度ごとの配慮事項 3 試料採取器具・装置・消耗品一覧表 4 試料採取器具・装置・消耗品の使用・保管記録簿 5 試料採取器具・装置・消耗品の洗浄・交換記録簿 6 試料前処理工具・装置・消耗品一覧表 7 試料前処理工具・装置・消耗品の使用・保管記録簿	・資料は測定項目ごとに作成する。 ・試料採取、試料の前処理及び GC-MS による測定に使用する器具・装置の管理を実施した記録を提出する。 ・全ての器具・装置に関するメーカー名、製品名等を記載した一覧表及び洗浄等の処理の状況が分かる資料も添付する。 ・器具・装置の整備状況が確認できる写真も添付する。 ・GC-MS 本体の管理状況については、「(2)5 ①GC-MS の点検・調整の状況」に記載する	必要な器具・装置を保有しているか、管理が適切に行われているかを確認する。 発注する業務の種類と量に即した(見合った) 機材・器具・機器の確認。 器具類の使いまわしによる汚染(試料の残留) 等の不具合の未然防止。 ※ 正しい分析値を得るための意識があるか、それがハードウェア(器具・装置・消耗品) 的な対策に表れているか。

外部精度管理指針の審査項目	精度管理指針との対応	審査書類	書類作成上の注意事項	審査の趣旨・観点
		8 試料前処理器具・装置・消耗品の洗浄・交換記録簿		
		9 GC-MS 測定に係る器具・装置・消耗品一覧表		
		10 GC-MS 測定に係る器具・装置・消耗品の使用・保管記録簿		
		11 GC-MS 測定に係る器具・装置・消耗品の洗浄・交換記録簿		
		12 保管・整備状況を示す写真		
④安全管理		1 作業に携わる職員の安全管理	ダイオキシン類の分析により生じた廃棄物の種類、量、処理（保管を含む。）、処分等の状況についても記載する。	作業員の安全面へ措置、廃棄物の管理等が適切に行われているかを確認する。労働者、周辺環境、廃棄物の廃棄に至るまで責任を持てる機関であることの確認（企業の信頼性）の確認。 ※ 受注者の意識の高さを知る意味。
	2 環境への汚染防止対策を記述した書類			
	3 廃棄物の処理について記述した書類			
	3-1 廃棄物発生量一覧			
	3-2 マニフェスト等の添付			
3. 業務実績				
		1 別添 3-4-1 業務実績一覧（過去 3 年程度）	年度ごとに測定項目以外も含む全項目の検体数（測定数）を記載する。なお、測定担当者一人あたりの測定検体数も記述する。	発注業務に対応する業務実績を確認する。 ※ 人員・装置・設備に対して多すぎず、少なすぎず。少なければ経験不足の可能性、多すぎれば品質管理がおろそかになる恐れがある。
4. 再委託の有無				
	第 1 部第 1 章 6. 他機関との業務の分担	1 外注に関する規定	外注した業務分担の内容を記載し、試料採取から定量結果の確定に至るまでの品質管理者の責任関係を明示し、その根拠となる資料を添付する。また、外部精度管理指	外注先との業務分担の内容及び責任関係が明確にされているか、外部委託指針に基づく査察が行われているかを確認する。
		1-1 他機関との業務分担に関する記述		
		1-2 外注に係る品質管理者の責任		

外部精度管理指針の審査項目	精度管理指針との対応	審査書類	書類作成上の注意事項	審査の趣旨・観点
		範囲に関する記述 2 外部査察結果報告書	針に基づく査察資料も添付する。	提出する分析値の品質に対して最終的には受注者が責任をもつ（認識がある）ことの確認。 ※ 責任の分担と所在の明確化、最終責任は受注者に（発注者にも）あることを認識しているか。

(2) 精度管理に関する取組 (2次審査)

外部精度管理指針の審査項目	精度管理指針との対応	審査書類	書類作成上の注意事項	審査の趣旨・観点
1. 品質管理システムに関する事項				
①不適切な操作が行われた場合の対処方法	第1部第1章 2. 不適切な操作等が行われた場合の対処方法 第2部第4章 2. GC-MSの点検 6. 検量線の確認及び感度変動の確認 第6章 3. 異常値・欠測値の発生原因等	1 不適切対処方法書（不適切対処方法に関する規定） 2 不適切対処報告書（不適切対処に対する対応記録）	品質管理上問題があると認めた場合の対処方法書 及び講じた措置の記録、報告書等を添付する。	品質管理上問題があると認めた場合の対処方法が定められ、それに基づいて適切な対応が行われているかを確認する。 品質管理への取り組みが日常的（実際に）行われていることの確認。 ※ 日頃から品質管理への努力が続けられており、形骸化していないか。
②内部監査	第1部第1章 3. 内部監査	1 監査の実施に関する規定 1-1 責任分担に関する記述 1-2 計画・結果の承認手続きに関する記述 1-3 監査頻度に関する記述 1-4 年間計画に関する記述	・1年以内の内部監査報告書を提出する。 直近1年以内に内部監査を実施していない場合には、昨年度の内部監査報告書と本年度策定の内部監査実施計画書を提出する。 ・内部監査報告書を踏まえた対応がある場	品質管理が適切に行われていることを確認するための事項が定められ、それに基づいて1年に1回以上監査が行われているか、内部監査の指摘に対する改善措置の記録等を確認する。 正しい役職により適切に監査が行わ

外部精度管理指針の審査項目	精度管理指針との対応	審査書類	書類作成上の注意事項	審査の趣旨・観点
		2 直近の内部監査報告書 2-1 監査の項目一覧 3 監査で指摘された事項に対する事後処理に関する書類 3-1 指摘事項に関する記述 3-2 改善報告書 3-3 フォローアップ監査の実施状況	合には、その概要を記述した資料を追加する。	れているかの確認。 ※ 監査が形骸化していないか、なれ合いになっていないか。
③教育、訓練	第1部第1章 4. 教育、訓練等	1 教育訓練規定（教育訓練項目を含む） 2 教育訓練計画 3 教育訓練履歴 4 研修記録報告書の代表例（外部での研修の記録を含む）	ダイオキシン類分析に関する機関内・外における研修も記述し、その記録を添付する。	職務の遂行に当たり必要な教育、訓練等が計画的に実施されているかを確認する。 適切に業務・職務を果たせるような教育が適時に行われ、適材適所の人材配置が行われているかの確認。 ※ 分析技能の向上と品質管理の意識向上に努めているか。
④文書の管理	第1部第1章5. 文書の管理等	1 文書管理規定（管理手順、責任分担を示したもの）（作成日、保存期間を含むもの） 2 管理文書一覧（指針別表2との関係を示したもの） 3 実際の管理文書の一例 4 電子媒体管理規定	指針に基づき作成する。なお、指針別表2も参照する。電子媒体に保存している文書・データの取り扱いについても記述する。	文書・記録の作成及び維持管理の手順が定められ、それに基づいて文書管理が行われているかを確認する。品質管理の遂行が円滑かつ確実に実施できるような文書の作成と管理の確認。 ※ 問題を迅速に発見し、的確に原因に遡り可能な文書の作成・記録・保管がされているか。
⑤標準作業手順書	第1部第2章 1. 標準作業手順書	1 標準作業手順書の目次 2 測定フロー図（試料採取～データの確定）	・測定に関する事項が検証できる資料とする。 ・「5②GC-MSによる試料の測定計画」に記	公定法に基づく標準作業手順書が定められているかを確認する。 受注する媒体に応じ、適切な公定法に

外部精度管理指針の審査項目	精度管理指針との対応	審査書類	書類作成上の注意事項	審査の趣旨・観点
		2-1 「(5)②GC-MSによる試料の測定計画」と異なる測定条件を定めている場合、その測定条件 2-2 クリーンアップスパイクの添加位置と添加時期 2-3 サンプルングスパイクの添加位置と添加時期 2-4 二重測定に関する記述 2-5 トラベルブランクに関する記述 2-6 シリンジスパイクに関する記述	述した測定条件と異なる条件を定めている場合には、その測定条件も記載する。	沿った分析手順が文書として整備されていることを確認。 場合によっては標準作業手順書の中身を確認する（経験者・専門家） ※ 第三者にも作業の流れがイメージできるか、不自然さがないか。
⑥業務の進行管理	第1部第2章 2.業務の進行管理	1 業務の進行管理に関する規定（責任分担、承認手続き含む） 2 全体進行管理記録表 3 業務進行管理記録個表（技術管理者の確認印又はサインのあるもの）	具体的に進行管理を行う管理表及び実施した記録も提出する。	技術管理者が業務の進行状況を把握し、適切な管理が行われているかを確認する。 正しい役職により適時に進行がチェックされているかを確認。 ※ 進行管理が形骸化していないか、問題の発生を早期に発見でき、技術的管理者が適時に介入できるような進行管理か。
⑦品質管理者による品質管理の実施方法	第1部第1章 6.他機関との業務の分担 第3章 1.品質保証・品質管理計画書	1 品質保証・品質管理の概要 2 品質保証・品質管理結果報告書（試料採取から定量結果の確定までの一連の実報告書）【1例のみ】 2-1 管理の実態がわかる書類	・少なくとも一つの測定項目を含むダイオキシン類の測定で指針別紙に基づき作成した品質保証・品質管理結果報告書の一例を添付する。なお、当該報告書は、一連の報告書を提出する。また、品質保証・品質管理計画書等を引用する場合は、同計画	品質保証・品質管理結果報告書の1例について、精度管理指針別紙2の内容を確認する。 恐らく、本資料をもって委託先の選定に関する審査することになる。 最終報告値が適切な時期、場所、方法

外部精度管理指針の審査項目	精度管理指針との対応	審査書類	書類作成上の注意事項	審査の趣旨・観点
	2. 品質保証・品質管理結果報告書 第2部第2章 4. トラベルブランク試験及び二重測定 第4章 7. 同定及び定量 第5章 2. 回収率 3. 操作ブランク試験 4. トラベルブランク試験 5. 二重測定 第6章 1. 測定結果の表示 2. 毒性等量の算出 別紙1、別紙2	2-2 組織の機構図 2-3 検出下限量下限一覧表 2-4 回収率一覧表 2-5 異常値・欠測値の取り扱いに係る文書 2-6 添付文書(クロマトグラム等)	書等を添付する。 ・品質保証・品質管理結果報告書については、精度管理指針別紙2に記載されている目次に従い、作成する。なお、資料タイトルは別紙2の目次の表記と合わせる。	で採取され、適切な方法で運搬、保管され、適切な装置・器具・方法で処理、測定されたことが第三者にも追跡確認でき、受注者内部でも品質管理が適切に実施されていることを確認。 ※ 受注者が自信をもって報告値を示し、その過程を説明できる書類になっているか、発注者が安心して受け取れる報告書か、つまり、受注者、発注者ともにその報告値に責任を持てるかという意味。
2. 試薬等に関する事項				
①試薬、標準物質(溶液)の管理状況の概要を記述した資料	第2部第1章 1. 試薬 2. 標準物質(溶液)	1 一般試薬管理台帳 1-1 一般試薬一覧表 2 一般試薬使用記録簿 3 試薬調製記録簿(作業、調製作業日、作業内容の記録) 4 樹脂等洗浄記録簿 5 標準試薬管理台帳 5-1 標準物質一覧表 6 標準試薬使用記録簿	使用試薬類一覧表にメーカー名、製品名等指針に定められた必要な事項を記載するとともに管理簿及び使用簿の写し等記録類も添付し、作業の状況も明確になる資料とする。	試薬、標準物質の管理、使用状況が記録されているかを確認する。 使用する試薬、標準試薬の調整、保管が適切で品質が管理されているかの確認。 ※ 分析値算出の基準(原器)になる標準試薬の扱いが妥当か、その品質管理が適切に行われているか、各試薬は分析値の品質に支障がないように管

外部精度管理指針の審査項目	精度管理指針との対応	審査書類	書類作成上の注意事項	審査の趣旨・観点
		7 標準試薬濃度一覧		理されているか。
		8 標準試薬の濃度を証明する書類		
		9 標準物質の管理状況写真		
3. 試料採取に関する事項				
①試料採取計画 ②試料採取における配慮事項	第2部第2章 1. 試料採取計画 2. 試料採取の実行に係る判断 3. 試料採取の記録 4. トラベルブランク試験及び二重測定 第2部第5章 2. 回収率 4. トラベルブランク試験 別紙3～8	1 試料採取計画の概要と配慮事項 2 試料採取計画書の実例 3 試料採取実施記録簿の実例（試料採取の場所、方法、量、採取容器、輸送方法に関する記録） 3-1 サンプルングスパイクの種類と添加量 3-2 トラベルブランクに関する記述 3-3 サンプルングスパイクの回収率の算出方法と評価基準に関する記述	・計画において試料の輸送の方法についても記述し、指針第2部第2章を参考に試料採取の記録に係る様式、その実例及び写真も添付する。また、想定される受注業務の試料採取に際して精度管理の観点から測定項目毎の特性を踏まえて、特に配慮する事項について具体的に記述する。 ・外部機関に委託している場合には、外部機関における上記の事項が分かる資料を提出する。	適切に試料採取が行われているか、また配慮事項（汚染防止対策、温度管理等）を試料採取記録（現地野帳）の実例とともに確認する。 発注媒体に則し、適切に試料の採取時期、場所、方法を採用しそれを適切に実施していることの確認。 ※ 受注者の計画、判断、遂行能力が適切であるか、その管理ができているか、それが第三者にも説明できているか（第三者にも理解し過程を追跡できる記録か）。
4. 試料の前処理に関する事項				
①試料の受入検査及び保存・管理の実施状況	第2部第3章 2. 試料の前処理に係る共通の事項 第6章 4. 試料等の保存	1 試料の受入検査、保存・管理方法の概要及び発送に関する事項 2 試料の受入検査書 3 試料の保存・管理台帳の実録（分析処理年月日の記録があるもの） 4 試料の発送記録 5 抽出にいたるまでの処理方法及びその記録	指針第2部第3章2に基づき、汚染防止の観点を盛り込んだ保存管理等の具体的な内容も記載する。	試料採取から前処理までの間における保管・管理方法を確認する。汚染防止対策及び試料の識別が行われているかも確認する。 試料の紛失や取り違い、不適切な放置が無いよう処理されていることの確認。 ※ 試料の管理にまで注意が行き届き、責任の所在も明確か。
②試料前処理計画③試	第2部第3章 1. 試料前処理計画	1 試料前処理計画の概要と配慮事項	・指針第2部第3章1及び2に基づき、試料の前処理の記録に係る様式及びその実	適切に試料の前処理が行われているか、また配慮事項を試料前処理記録簿

外部精度管理指針の審査項目	精度管理指針との対応	審査書類	書類作成上の注意事項	審査の趣旨・観点
料の前処理における配慮事項	2. 試料の前処理に係る共通的事項 3. 試料の前処理に係る測定項目別の個別事項 4. 測定用試料に併せて測定を行う試料の調製 第5章 2. 回収率 別紙3～8	1-1 抽出法	例を添付する。また、想定される受注業務の試料の前処理に際して精度管理の観点から測定項目毎の特性を踏まえて、特に配慮する事項について具体的に記述する。 ・JIS やマニュアルに具体的に記載のない方法を採用する場合には、バリデーションデータを示す。 ・カラムクリーンアップ等の精製工程を全自動で実施する装置(例:自動前処理装置)を使用している場合には、自ら実施した装置導入時の確認試験の結果について、妥当性を判断した基準及びクロマトグラムとともに提出する。	の実例とともに確認する。JIS やマニュアルに記載のない方法(自動前処理装置等)を使用する場合には、妥当性確認を行ったデータが必要である。発注媒体に則し、適切に試料の方法を採用し、それを適切に実施していることの確認。申請している方法と標準作業手順、記録に矛盾や齟齬の無いことの確認。 ※ 受注者の遂行能力が適切であるか、その管理ができていないか、それが第三者にも説明できているか(第三者にも理解し過程を追跡できる記録か)。
		1-2 クリーンアップ法		
		1-3 JIS やマニュアルに具体的に記載のない抽出法又はクリーンアップ法の場合には、バリデーションデータ		
		2 試料前処理記録簿の実例		
		2-1 操作を行った者		
		2-2 クリーンアップスパイクの種類と添加量		
		2-3 吸着剤の種類と量		
		2-4 溶媒の種類と量		
		2-5 クリーンアップスパイクの回収率の算出方法と評価基準に関する記述		
5. GC-MS による測定に関する事項				
①GC-MS の点検・調整の状況	第2部第4章 2. GC-MS の点検 3. GC-MS の調整 6. 検量線の確認及び感度変動の確認	1 GC-MS の点検・調整の概要	GC-MS 本体の日常点検、定期点検及びメンテナンスの項目及びその実施状況を記載した資料、問題が発生した時の処置並びに停電や故障時等への処置を記載した資料も提出する。	GC-MS 本体の日常点検、定期点検及びメンテナンスが行われている状況を確認する。 仕様を満たす測定が可能のように、常日頃から装置が整備されているか、必要に応じてメーカー等のサポートを受ける体制が整っているかの確認。 ※ 分析値の品質を確保すべく、装置を良い状態に保つ努力を継続しているか。
		2 GC-MS 点検記録簿の実例		
		3 GC-MS 調整記録簿の実例		
		4 日常の検量線及び感度変動の確認結果		
		4-1 確認操作で得られた相対感度と検量線作成時の相対感度との比較		
		4-2 保持時間の変動		
		4-3 内標準物質との相対保持比の変動		
②GC-MS による試料の	第2部第4章 1. GC-MS による試	1 GC-MS による試料の測定計画の概要	・データ数値及びクロマトグラムを検証するために必要な測定条件を記載する。	適切に GC-MS による測定が行われているかを確認する。トラベルブランク

外部精度管理指針の審査項目	精度管理指針との対応	審査書類	書類作成上の注意事項	審査の趣旨・観点
測定計画	料の測定計画 4. 検量線の作成 5. 試料の測定 第5章 3. 操作ブランク試験 4. トラベルブランク試験 5. 二重測定 6. 濃度既知試料の測定	1-1 GC-MS 測定条件 (1) カラムの種類 (2) モニターイオンのグルーピング (3) 定量イオン 1-2 クリーンアップスパイクの種類と添加量 1-3 サンプリングスパイクの種類と添加量 1-4 二重測定に関する記述 1-5 トラベルブランクに関する記述 1-6 シリンジスパイクに関する記述 1-7 標準品の種類 1-8 注入量	<ul style="list-style-type: none"> <li>・想定される受注業務の測定条件を記述する。なお、「5③検量線～⑧各異性体の分離」は、原則、ここに記載した測定条件と同一の条件で行った測定結果を添付するものとし、やむを得ず「5③検量線～⑧各異性体の分離」に、ここに記載した測定条件と異なる条件で測定した結果を添付する場合には、その理由及び測定条件を測定項目ごとに明記する。</li> <li>・指針第2部第5章3～6の操作ブランク試験、測定計画の概要を記述するとともに、トラベルブランク試験、二重測定、濃度既知試料の測定の実施計画を含む資料も添付する。</li> </ul>	<p>試験、二重測定、濃度既知試料の測定についても確認をする。</p> <p>仕様を満たす測定方法、測定条件を採用していることの確認。</p> <p>申請している方法と書かれた計画に矛盾や齟齬の無いことの確認。</p> <p>※ 申請方法（公定法、JIS など）と提出書類（申請書類、品質結果報告書）の内容に食い違いがないか、つまり「すべきこと」を「する」と書いてあるかという意味。</p>
③検量線	第2部第4章4. 検量線の作成	1 検量線の算出過程・算出方法 1-1 「②GC-MS による試料の測定計画」と異なる GC-MS の測定条件を使用している理由及びその測定条件 1-2 標準品の種類 1-3 注入量 1-4 ピーク高さ又は面積 2 検量線のグラフ（相対検量線） 2-1 検量線作成時の RRF と RRF 変動係数 3 クロマトグラム（2チャンネル） 3-1 測定年月日	<ul style="list-style-type: none"> <li>・測定項目と同じ項目について過去に行った測定（過去2年以内で可能な限り新しいもの）に基づき作成する。なお、「5②GC-MS による試料の測定計画」に記載した GC-MS の測定条件と異なる条件での測定結果を添付する場合には、その理由及びデータ数値及びクロマトグラムを検証するために必要な測定条件も記載する。</li> <li>・クロマトグラムは、小濃度の1例のみを提出する。</li> <li>・クロマトグラムは、複数チャンネルの平均結果ではなく、すべてモニターチャンネルが確認でき、測定年月日、試料内容、主要</li> </ul>	<p>適切に検量線の作成、感度変動の確認がおこなわれているかを確認する。</p> <p>装置ごと条件ごとに測定対象物質の全ての検量線が作成され、定期的に変更され、測定点のばらつきが小さく、検量線（回帰直線）上に測定値（点）が乗っているか確認。</p> <p>検量線の図、その測定値一覧表の値、根拠となるクロマトグラムに矛盾や齟齬がないかの確認。</p> <p>※ 検量線は分析値算出のための「定規」であるが、装置の状態や測定条件によって変わるので、その都度かつ適</p>

外部精度管理指針の審査項目	精度管理指針との対応	審査書類	書類作成上の注意事項	審査の趣旨・観点
		3-2 ピークのアサイン	<p>ピーク (TEF を持つもの) の高さ又は面積を記載し、測定項目ごとにピークアサイン及び標準物質の絶対注用量を記入したものを提出する。</p> <ul style="list-style-type: none"> <li>・ここでのいう検量線は相対検量線である。</li> </ul>	<p>時に更新する必要がある。また、検量線に不備があったり、間違っただ検量線を使えば、間違っただ分析値を導くことになる。このことを受注者が理解しているか、それを第三者 (発注者) がトレースできる資料になっているか。</p>
<p>④装置の検出下限・定量下限 ⑤測定方法の検出下限・定量下限</p>	<p>第2部第5章 1. 検出下限及び定量下限 (1) 装置の検出下限及び定量下限 (2) 測定方法の検出下限及び定量下限 (3) 試料測定時の検出下限及び定量下限</p>	<p>1 装置の下限値の算出過程・算出方法</p> <p>1-1 「②GC-MS による試料の測定計画」と異なる GC-MS の測定条件を使用している理由及びその測定条件</p> <p>1-2 標準品の種類</p> <p>1-3 注用量</p> <p>1-4 ピーク高さ又は面積</p> <p>2 装置の下限値算出に用いたクロマトグラム (2チャンネル)</p> <p>2-1 ピークのアサイン</p> <p>2-2 測定年月日</p> <p>3 測定方法の下限値の算出過程・算出方法</p> <p>3-1 「②GC-MS による試料の測定計画」と異なる GC-MS の測定条件を使用している理由及びその測定条件</p> <p>3-2 標準品の種類</p> <p>3-3 注用量</p> <p>3-4 ピーク高さ又は面積</p>	<p>・対象項目と同じ項目について過去に行った測定 (過去2年以内で可能な限り新しいもの) に基づき作成する。なお、「5②GC-MS による試料の測定計画」に記載した GC-MS の測定条件と異なる条件での測定結果を添付する場合には、その理由及びデータ数値及びクロマトグラムを検証するために必要な測定条件を記載する。</p> <p>・検出下限・定量下限の算出に用いたクロマトグラムを提出し、あわせてクロマトグラムから検出下限値・定量下限値それぞれを導くに至った過程を示す。</p> <p>・クロマトグラムは、装置、測定方法及び試料測定時の各々について、複数回の繰り返し測定で得られたクロマトグラムのうち、1例のみを提出する。</p> <p>・クロマトグラムは複数チャンネルの平均結果ではなく、すべてモニターチャンネルが確認でき、測定年月日、試料内容、主要ピーク (TEF を持つもの) の高さ又は面積を記載し、対象項目ごとにピークアサイン及び標準物質の絶対注用量を記入したも</p>	<p>検出下限・定量下限が適切に設定、測定され、目的の下限値を満たしているかを確認する。</p> <p>仕様を満たす検出下限となっているか、その算出方法は指定する方法 (もしくは申請された方法) と合致しているかの確認。具体的には、下限値の算出に用いられた測定値とその根拠となるクロマトグラムが添付されているか、それらに齟齬や矛盾はないかの確認。</p> <p>※ 分析値の品質を確保するためには、測定対象物質の全ての検出下限は、評価すべき値よりも十分に小さくなくてはならない (原則として 1/30 以下)。</p>

外部精度管理指針の審査項目	精度管理指針との対応	審査書類	書類作成上の注意事項	審査の趣旨・観点
		4 測定方法の下限值算出に用いたクロマトグラム (2チャンネル) 4-1 ピークのアサイン 4-2 測定年月日 5 試料の下限値の算出過程・算出方法 6 試料測定時の下限値の算出過程・算出方法 6-1 「②GC-MSによる試料の測定計画」と異なるGC-MSの測定条件を使用している理由及びその測定条件 6-2 ノイズ幅 6-3 注入量 7 試料測定時の下限値算出に用いたクロマトグラム (2チャンネル) 7-1 ピークのアサイン 7-2 測定年月日 8 各定量下限・検出下限の比較一覧表 9 目標定量下限・検出下限	のを提出する。	
⑥操作ブランク試験、トラベルブランク試験、二重測定	第2部第2章 4. トラベルブランク試験及び二重測定 第3章 4. 測定用試料に併せて測定を行う試	1 操作ブランク、トラベルブランク、二重測定の算出過程 1-1 「②GC-MSによる試料の測定計画」と異なるGC-MSの測定条件を使用している理由及びその測定条件 1-2 操作ブランク試験結果	・測定項目と同じ項目について過去に行った測定 (過去2年以内で可能な限り新しいもの) に基づき作成する。なお、「5②GC-MSによる試料の測定計画」に記述したGC-MSの測定条件と異なる条件での測定結果を添付する場合には、その理由及びデータ数値及びクロマトグラムを検	操作ブランク試験、トラベルブランク試験は結果が十分に低値であるか、二重測定結果は再現性が良いかについて確認を行う。 ブランク値の求め方が仕様を満足しているか、指定する方法 (もしくは申請された方法) と合致しているかの確

外部精度管理指針の審査項目	精度管理指針との対応	審査書類	書類作成上の注意事項	審査の趣旨・観点
	料の調製 第5章 3. 操作ブランク試験 4. トラベルブランク試験 5. 二重測定 6. 濃度既知試料の測定	1-3 トラベルブランク試験結果 1-4 二重測定結果（各測定結果、 平均値、平均値からのずれを 算出した結果及びそれぞれの 測定に対応したクロマトグラ ムを添付。） 2 各測定結果のクロマトグラム （2チャンネル） 2-1 ピークのアサイン 2-2 注入量 2-3 ピーク高さ又は面積 2-4 測定年月日（時刻を含む） 2-5 同時に測定したロックマスの 変動を示すクロマトグラム	証するために必要な測定条件を記載する。 ・測定項目ごとに実施した操作ブランク試 験、トラベルブランク試験、二重測定の結 果を提出する（二重測定に関する資料に ついては、各測定結果、平均値、平均値 からのずれを算出した結果及びそれぞ れの測定に対応したクロマトグラムを添付 して提出する。）。 ・クロマトグラムには、同時に測定された ロックマスの変動を示すクロマトグラム を併せて掲載し提出する。なお、各々のク ロマトグラムを分割表記する場合には、そ れぞれのクロマトグラムの対応を明確に する。 ・クロマトグラムは複数チャンネルの平均結 果ではなく、すべてモニターチャンネルが確 認でき、測定年月日（時刻を含む）、試料 内容、主要ピーク（TEFを持つもの）の高 さ又は面積を記載し、測定項目ごとにピ ークアサイン及び標準物質の絶対注入量 を記入したものを提出する。	認。ブランクの分析値が目標定量下限 以下であることを確認（保証）してい ることを確認。 ※ 器具・試薬の汚染が分析値に影響 しないように品質管理されているか。 ブランク値測定値が十分低くコント ロールされているか。受注者自身がブ ランクレベルを認識し、品質管理上問 題ないということを自機関で確認し 保証しているか。
⑦内標準物 質のクロマ トグラム ⑧各異性体 の分離	第2部第4章 7. 同定及び定量	1 クロマトグラム（2チャンネル） 1-1 「②GC-MSによる試料の測定 計画」と異なるGC-MSの測定 条件を使用している理由及び その測定条件 1-2 内標準物質の種類と量 1-3 ピークのアサイン 1-4 注入量 1-5 ピークの高さ又は面積	・測定項目と同じ項目について過去に行っ た測定（過去2年以内で可能な限り新しい もの）に基づき作成する。なお、 「5②GC-MSによる試料の測定計画」に記 述したGC-MSの測定条件と異なる条件で の測定結果を添付する場合には、その理由 及びデータ数値及びクロマトグラムを検 証するために必要な測定条件を記載する。 ・クロマトグラムには、同時に測定された	内標準物質のクロマトグラムで各異 性体の分離状況を確認する。 ダイオキシン類には多数の異性体があるが、 毒性のある（TCDD毒性等価 係数：TEFをもつ）成分を区別し、正 確に定量することが求められている。 受注者がダイオキシンとそれ以外の もの、TEFを持つ異性体とそれ以外の 異性体を識別できる能力を持ってい

外部精度管理指針の審査項目	精度管理指針との対応	審査書類	書類作成上の注意事項	審査の趣旨・観点
		1-6 測定年月日（時刻を含む） 1-7 同時に測定したロックマスの変動を示すクロマトグラム	ロックマスの変動を示すクロマトグラムを併せて掲載し提出する。なお、各々のクロマトグラムを分割表記する場合には、それぞれのクロマトグラムの対応を明確にする。 ・クロマトグラムは複数チャンネルの平均結果ではなく、すべてのモニターチャンネルが確認でき、測定年月日（時刻を含む）、試料内容、主要ピーク（TEF を持つもの）の高さ又は面積を記載し、対象項目ごとにピークアサイン及び標準物質の絶対注入量を記入したものを提出する。	るかの確認。 ※ 定量すべきもの、すべきでないものが分かっているか、正しい定量を行うための成分（ピーク）の分離やピークの処理に気を配っているか、それらがクロマトグラムに表れているか（丁寧さを感じられるか）。
6. 簡易測定法導入時の確認試験（簡易測定法のみ）				
7. 比較試験（簡易測定法のみ）				
	第2部第4章 8. 簡易測定法による測定に係る特記事項 第5章 7. 比較試験	1 簡易測定法導入時の確認試験の結果概要 1-1 実施者及び実施年月日 1-2 測定条件（「(5)②GC-MSによる試料の測定計画」と異なるGC-MSの測定条件を使用している理由及びその測定条件） 1-3 確認試験の結果 2 1試料分のクロマトグラム 2チャンネル 2-1 内標準物質の種類と量 2-2 ピークアサイン 2-3 注入量 2-4 ピーク高さ又は面積	・申請項目と同じ項目について行った簡易測定法導入時の確認試験及び比較試験に基づき作成する（比較試験は、過去2年以内で可能な限り新しいものを対象とする）。 ・各試験結果のほかに確認試験及び比較試験における測定結果（各1試料分）について、従来法及び簡易測定法のクロマトグラム（2チャンネル）を添付すること。測定年月日（時刻を含む）、試料内容、主要ピーク（TEF を持つもの）の高さ又は面積を記載し、申請項目ごとにピークアサイン及び標準物質の絶対注入量を記入したものを提出すること。あわせて測定されたロックマスの変動を示すクロマトグラム	用いる簡易測定法による分析値が、通常のGC-MS分析値に対し、大きく異なることを確認する。 ※ 簡易測定法による結果の算出過程が提出資料から追跡可能であることを確認することは、従来法と変わりはない。

外部精度管理指針の審査項目	精度管理指針との対応	審査書類	書類作成上の注意事項	審査の趣旨・観点
		2-5 測定年月日（時刻を含む） 2-6 同時に測定したロックマスの変動を示すクロマトグラム（GC-QMS, GC-ITMS-MS を除く） 3 比較試験の結果概要 3-1 実施者及び実施年月日 3-2 測定条件（「(5)②GC-MS による試料の測定計画」と異なる GC-MS の測定条件を使用している理由及びその測定条件） 3-3 比較試験の結果 4 1 試料分のクロマトグラム 2 チャンネル 4-1 内標準物質の種類と量 4-2 ピークアサイン 4-3 注入量 4-4 ピーク高さ又は面積 4-5 測定年月日（時刻を含む） 4-6 同時に測定したロックマスの変動を示すクロマトグラム（GC-QMS, GC-ITMS-MS を除く）	（GC-QMS, GC-ITMS-MS を除く）も掲載し提出する。 ・土壌における簡易測定法導入時の確認試験の結果及び比較試験の結果については、毒性等量のみでなく、当該試験結果における「分析結果の評価」（「土壌のダイオキシン類簡易測定法マニュアル」P35 表-13. 参照）についても提出する。	
8. ダイオキシン類に係る試験所間比較試験への参加実績				
		1 ダイオキシン類に関する試験所間比較試験への参加実績一覧	参加した試験所間比較試験で必ずしも良好な成績が得られていない場合には、その原因についての考察を記述するとともに、改善のために講じた取組があれば記述する。	技能試験等への参加状況を確認する。 ※ 技能試験に積極的かつ継続的に参加するなどして分析技術の向上や維持に努めているか、品質管理の意識の高さを知る意味。
9. 精度管理に関するその他の取組				

外部精度 管理指針 の審査項目	精度管理指針 との対応	審査書類	書類作成上の注意事項	審査の趣旨・観点
		1 別表 3-2 国際規格等の取得状 況一覧	国際規格等の取得状況の有無及び取得の 場合は取得日も記述する。	MLAP、ISO 等の取得状況を確認する。 原則として、受注者選定のための要件 であるので、必ず確認。

別添 7-2 (参考資料 : 第 2 章関連)

国内の外部機関又は海外施設に関する事前の審査書類及び書類作成上の注意事項 (生物検定法)

(1) ダイオキシン類の環境測定の実施可能性 (1次審査)

外部精度管理指針の審査項目	手引きとの対応	審査書類	書類作成上の注意事項	審査の趣旨・観点
1. 外部機関等が実施可能な対象項目・作業の範囲・対応可能な測定方法				
		1 別添 3-3-2 業務範囲マトリックス		実施可能な業務の範囲を確認する。発注する業務に対して齟齬のないことの確認。 対応する分析方法 (JIS・環境省マニュアル等) が適切であることの確認。 ※受注者が分析方法を勝手に変更したり、指定された以外の方法を使わないことを受注者自身に宣言させる意味。
2. 組織の整備状況等の概要				
①組織の整備状況	第 1 部第 1 章 1. 組織	1 統括責任者 (統括管理者)、品質管理者、技術管理者 (計量管理者) 及び測定担当者の氏名、職務等を規定した書類	統括責任者、品質管理者、技術管理者及び測定担当者の氏名、担当する業務及び経験等も記載する。	品質管理システムの適正な運営を確保するために必要な組織体制が整っているかを確認する。 適正な能力を持った人による実施、実施者以外の適正な品質管理能力を持った人による確認が行われていることの確認。 ※ 責任の所在の明確化、測定量 (毒性等量) を保証させる意味。
		1-1 兼務の有無・内容		
		2 職員毎の教育訓練、業務経験履歴		
組織の機構図		3 組織の機構図 (氏名の記載があるもの)	測定分析に係る組織の機構図と責任分担別担当人数も記載する。内部監査実施後に内部監査者を変更している場合には、内部監査実施時点の組織の機構図も添付する。	
②施設の整備	第 2 部第 1 章	1 施設配置状況 (施設全体の配置、	・各部屋 (前処理室、測定室等) の用途や温	分析工程や試料の濃度 (低濃度用と高

外部精度管理指針の審査項目	手引きとの対応	審査書類	書類作成上の注意事項	審査の趣旨・観点
備状況	5. 施設	試料の移動経路等の配慮を解説)	度・湿度・差圧を明示し、間取り図及び写真を添付する。なお、処理装置等の設置位置も明記する。	濃度用の区別) に配慮した施設であるか、汚染防止対策についても確認する。
		1-1 施設平面図・配置図及び写真		(例え極微量であっても) 試料の発散・付着・残留・混入が無いように考慮されていることの確認。
		1-2 前処理室、測定室等の温度、湿度、差圧に関する記述	・特に、同一施設で GC-MS 法(従来法)での測定を行っている場合、内標準物質による汚染が生じないような施設であることを記述した資料を提出する。	バックグラウンド濃度上昇による検出下限の上昇(悪化)や不正確な分析の未然防止。作業環境の保全。
		1-3 クロスコンタミネーションへの配慮事項	・その他、レポータージーンアッセイ及び抗原抗体反応を利用した方法については、それぞれ手引きに基づく試験実施施設の配慮事項を記述して資料を提出する。	※ 正しい分析値を得るための意識があるか、それがハードウェア(施設)的な対策に表れているか。
		1-4 高濃度、低濃度試料の測定に対する配慮事項		
		1-5 レポータージーンアッセイによる試験実施施設についての配慮事項		
		1-6 抗原抗体反応を利用したキットによる試験実施施設についての配慮事項		
③器具・装置の整備状況	第2部第1章 3. 器具 4. 装置	1 器具・装置の管理方法の概要	・項目ごとに整理した一覧表等も添付する。なお、器具・装置の管理を実施した記録も提出する。	必要な器具・装置を保有しているか、管理が適切に行われているかを確認する。
		2 項目・項目濃度ごとの配慮事項		発注する業務の種類と量に即した(見合った)機材・器具・機器の確認。
		3 試料採取器具・装置・消耗品一覧表	・試料採取、前処理及び計測機器による測定に使用する全ての器具・装置に関するメーカー名、製品名等について手引きに基づき作成した一覧表及び洗浄等の処理の状況がわかる資料も添付する。また、器具・装置の整備状況が確認できる写真も添付する。	器具類の使いまわしによる汚染(試料の残留)等の不具合の未然防止。
		4 試料採取器具・装置・消耗品の使用・保管記録簿	・日常の管理状況の記録及び修理等の状況を記録した資料も提出する。	※ 正しい分析値を得るための意識があるか、それがハードウェア(器具・装置・消耗品)的な対策に表れているか。
		5 試料採取器具・装置・消耗品の洗浄・交換記録簿		
		6 試料前処理器具・装置・消耗品一覧表		
		7 試料前処理器具・装置・消耗品の使用・保管記録簿		
		8 試料前処理器具・装置・消耗品の洗浄・交換記録簿		・計測機器や培養機器等、使用する機器の日常点検、定期点検及びメンテナンスの項

外部精度 管理指針 の審査項目	手引き との対応	審査書類	書類作成上の注意事項	審査の趣旨・観点
		9 生物検定法に係る器具・装置・消耗品一覧表 10 生物検定法に係る器具・装置・消耗品の使用・保管記録簿(細胞の場合、インキュベーターを含む) 11 生物検定法に係る器具・装置・消耗品の洗浄・清掃・交換記録簿(細胞の場合、インキュベーターを含む) 12 保管・整備状況を示す写真 13 インキュベーターの故障等のトラブル対応に関する記述	目及びその実施状況を記載した資料、問題が発生した時の処置並びに項目及び停電や故障等への処置を記載した資料を提出する。なお、マイクロピペット等の精密な計量を要求される機器については、校正記録についても提出する。 ・細胞を使用する場合は、雑菌汚染やインキュベーターの故障等のトラブル対応及びインキュベーターの清掃等に関する資料を提出する。	
④安全管理	第2部第1章 6. 環境汚染の防止 及び作業員暴露の防止	1 環境への汚染防止対策を記述した書類 2 廃棄物の処理について記述した書類 2-1 廃棄物発生量一覧 2-2 マニフェスト等の添付 3 作業員暴露の防止について記述した書類	使用する器具や施設等の汚染防止に関する取組や、ダイオキシン類の生物検定法による一連の分析により生じた廃棄物の種類、量、処理(保管を含む。)、処分等の状況についても記載する。	作業員の安全面へ措置、廃棄物の管理等が適切に行われているかを確認する。労働者、周辺環境、廃棄物の廃棄に至るまで責任を持てる機関であることの確認(企業の信頼性)の確認。 ※ 受注者の意識の高さを知る意味。
3. 業務実績				
		1 別添3-4-2 業務実績一覧(過去3年程度)	過去3年間の業務実績(全項目)を記載する。複数の測定方法を扱っている場合、方法ごとに作成する。	発注業務に対応する業務実績を確認する。 ※ 人員・装置・設備に対して多すぎず、少なすぎず。少なければ経験不足の可能性、多すぎれば品質管理がおろそかになる恐れがある。
4. 再委託の有無				

外部精度管理指針の審査項目	手引きとの対応	審査書類	書類作成上の注意事項	審査の趣旨・観点
	第1部第1章 6. 他機関との業務の分担	1 外注に関する規定	外注した業務分担の内容を記載し、試料採取から定量結果の確定に至るまでの品質管理者の責任関係を明示し、その根拠となる資料を添付する。また、外部精度管理指針に基づく査察資料も添付する。	外注先との業務分担の内容及び責任関係が明確にされているか、外部委託指針に基づく査察が行われているかを確認する。 提出する分析値の品質に対して最終的には受注者が責任をもつ（認識がある）ことの確認。 ※ 責任の分担と所在の明確化、最終責任は受注者に（発注者にも）あることを認識しているか。
		1-1 他機関との業務分担に関する記述		
		1-2 外注に係る品質管理者の責任範囲に関する記述		
		2 外部査察結果報告書		

(2) 精度管理に関する取組 (2次審査)

外部精度管理指針の審査項目	手引きとの対応	審査書類	書類作成上の注意事項	審査の趣旨・観点
1. 品質管理システムに関する事項				
①不適切な操作が行われた場合の対処方法	第1部第1章 2. 不適切な操作等が行われた場合の対処方法 第2部第4章 2. 計測機器の点検 6. 検量線の確認及び感度変動の管理図による確認 第5章 11. 異常値及び欠測値の発生原因等	1 不適切対処方法書（不適切対処方法に関する規定）	品質管理上問題があると認めた場合の対処方法書を添付する。また、対処方法書に基づき講じている措置の概要を記述する。	品質管理上問題があると認めた場合の対処方法が定められ、それに基づいて適切な対応が行われているかを確認する。 品質管理への取り組みが日常的（実際に）行われていることの確認。 ※ 日頃から品質管理への努力が続けられており、形骸化していないか。
		2 不適切対処報告書（不適切対処に対する対応記録）		
②内部監査	第1部第1章 3. 内部監査	1 監査の実施に関する規定	・1年以内の内部監査報告書を提出する。 直近1年以内に実施された内部監査報告	品質管理が適切に行われていることを確認するための事項が定められ、そ
		1-1 責任分担に関する記述		

外部精度 管理指針 の審査項目	手引き との対応	審査書類	書類作成上の注意事項	審査の趣旨・観点
		1-2 計画・結果の承認手続きに関する記述 1-3 監査頻度に関する記述 1-4 年間計画に関する記述 2 直近の内部監査報告書 2-1 監査の項目一覧 3 監査で指摘された事項に対する事後処理に関する書類 3-1 指摘事項に関する記述 3-2 改善報告書 3-3 フォローアップ監査の実施状況	書が無い場合には、直近の内部監査報告書と本年度策定の内部監査実施計画書を提出する ・内部監査報告書を踏まえた対応がある場合には、その概要を記述した資料を追加する。	れに基づいて1年に1回以上監査が行われているか、内部監査の指摘に対する改善措置の記録等を確認する。 正しい役職により適切に監査が行われているかの確認。 ※ 監査が形骸化していないか、なれ合いになっていないか。
③教育及び 訓練等	第1部第1章 4. 教育及び訓練等	1 教育訓練規定（教育訓練項目を含む） 2 教育訓練計画 3 教育訓練履歴 4 研修記録報告書の代表例（技術提供元及び外部での研修の記録を含む）	ダイオキシン類分析に関する機関内・外における研修も記述し、その記録を添付する。	職務の遂行に当たり必要な教育、訓練等が計画的に実施されているかを確認する。 適切に業務・職務を果たせるような教育が適時に行われ、適材適所の人材配置が行われているかの確認。 ※ 分析技能の向上と品質管理の意識向上に努めているか。
④文書の管理	第1部第1章 5. 文書の管理等	1 文書管理規定（管理手順、責任分担を示したもの）（作成日、保存期間を含むもの） 2 管理文書一覧（手引き別表2との関係を示したもの） 3 実際の管理文書の一例 4 電子媒体管理規定	手引きに基づき作成する。なお、手引き別表2も参照する。電子媒体に保存している文書・データの取り扱いについても記述する。	文書・記録の作成及び維持管理の手順が定められ、それに基づいて文書管理が行われているかを確認する。品質管理の遂行が円滑かつ確実に実施できるような文書の作成と管理の確認。 ※ 問題を迅速に発見し、的確に原因に遡り可能な文書の作成・記録・保管がされているか。
⑤標準作業	第1部第2章	1 標準作業手順書の目次	測定に関する事項が検証できる資料とす	生物検定法マニュアルに基づく標準

外部精度管理指針の審査項目	手引きとの対応	審査書類	書類作成上の注意事項	審査の趣旨・観点
手順書	1. 標準作業手順書	2 測定フロー図（試料採取～データの確定）	る。目次及び申請項目に応じた項目ごとのフロー図を添付する。	作業手順書が定められているかを確認する。 受注する媒体に応じ、生物検定法マニュアルに沿った分析手順が文書として整備されていることを確認。 場合によっては標準作業手順書の中身を確認する（経験者・専門家） ※ 第三者にも作業の流れがイメージできるか、不自然さがないか。
		2-1 二重測定に関する記述		
		2-2 トラベルブランクに関する記述		
⑥業務の進行管理	第1部第2章 2. 業務の進行管理	1 業務の進行管理に関する規定（責任分担、承認手続き含む）	具体的に進行管理を行う管理表及び実施した記録も提出する。	技術管理者が業務の進行状況を把握し、適切な管理が行われているかを確認する。 正しい役職により適時に進行がチェックされているかを確認。 ※ 進行管理が形骸化していないか、問題の発生を早期に発見でき、技術的管理者が適時に介入できるような進行管理か。
		2 全体進行管理記録表		
		3 業務進行管理記録個表（技術管理者の確認印又はサインのあるもの）		
⑦品質管理者による品質管理の実施方法	第1部第3章 1. 品質保証・品質管理計画書 2. 品質保証・品質管理結果報告書 別紙1、別紙2	1 品質保証・品質管理の概要	・ダイオキシン類の測定で手引き別紙2に基づき作成した品質保証・品質管理結果報告書を添付する。なお、品質保証・品質管理計画書等を引用する場合は、同計画書等を添付する。 ・品質保証・品質管理結果報告書については、手引き別紙2に記載されている目次に従い、作成する。なお、資料タイトルは別紙2の目次の表記と合わせる。	品質保証・品質管理結果報告書の1例について、精度管理指針別紙2の内容を確認する。 恐らく、本資料をもって委託先の選定に関する審査することになる。 最終報告値が適切な時期、場所、方法で採取され、適切な方法で運搬、保管され、適切な装置・器具・方法で処理、測定されたことが第三者にも追跡確
		2 品質保証・品質管理結果報告書（試料採取から定量結果の確定までの一連の実報告書）【1例のみ】		
		2-1 管理の実態がわかる書類		
		2-2 検出下限量下限一覧表		
		2-3 異常値・欠測値の取り扱いに係る文書		

外部精度管理指針の審査項目	手引きとの対応	審査書類	書類作成上の注意事項	審査の趣旨・観点
		2-4 添付文書（組織の機構図、全測定試料に関する生データ（測定機器からの出力）、試料測定時のプレート内配置図等）		認でき、受注者内部でも品質管理が適切に実施されていることを確認。 ※ 受注者が自信をもって報告値を示し、その過程を説明できる書類になっているか、発注者が安心して受け取れる報告書か、つまり、受注者、発注者ともにその報告値に責任を持てるかという意味。
2. 試薬等に関する事項				
①試薬等及び標準物質（溶液）の管理状況の概要を記述した資料	第2部第1章 1. 試薬等 2. 標準物質（溶液）	1 一般試薬管理台帳	使用試薬類一覧表にメーカー名、製品名等手引きに定められた必要な事項を記載するとともに管理簿及び使用簿の写し等記録類も添付し、作業の状況も明確になる資料とする。二次的な調製試薬についても、手引きに定められた必要な事項を記載するとともに管理簿及び使用簿の写し等記録類も添付し、作業の状況も明確になる資料とする。また、細胞又はキットの入手方法及び保管状況等、手引きに定められた必要な事項を記述した資料とする。	試薬、標準物質の管理、使用状況が記録されているかを確認する。 使用する試薬、標準試薬の調製、保管が適切で品質が管理されているかの確認。 ※ 分析値算出の基準（原器）になる標準試薬の扱いが妥当か、その品質管理が適切に行われているか、各試薬は分析値の品質に支障がないように管理されているか。
		1-1 一般試薬一覧表		
		2 一般試薬使用記録簿		
		3 二次的な試薬調製記録簿（作業者、調製作業日、作業内容の記録、使用期限、保存方法及び調製等に使用した試薬のトレーサビリティを確実にする情報）		
		4 樹脂等洗浄記録簿		
		5 標準試薬管理台帳		
		6 標準試薬使用記録簿		
		7 標準試薬濃度一覧		
		8 標準試薬の濃度を証明する書類		
		9 標準物質の管理状況写真		
		10 細胞又はキットの入手、保存方法等		
10-1 細胞又はキットの入手の情報（納入業者、担当者名、納入温度、時間及び梱包の破損の有無等）				

外部精度管理指針の審査項目	手引きとの対応	審査書類	書類作成上の注意事項	審査の趣旨・観点
		10-2 細胞の品質保証書 10-3 細胞又はキットの保存の情報 (保存場所、保存方法、汚染の配慮、温度及び湿度等) 10-4 停電、細胞保存容器からの液体窒素漏れ等の事態の備え 10-5 濃度既知試料管理台帳 10-6 濃度既知試料使用記録簿 10-7 濃度既知試料濃度一覧 10-8 濃度既知試料の濃度を証明する書類 10-9 濃度既知試料の管理状況写真		
3. 試料採取に関する事項				
①試料採取計画 ②試料採取における配慮事項	第2部第2章 1. 試料採取計画 2. 試料採取の実行に係る判断 3. 試料採取の記録 4. トラベルブランク試験及び二重測定 別紙3、別紙4	1 試料採取計画の概要と配慮事項 2 試料採取計画書の実例 3 試料採取実施記録簿の実例(試料採取の場所、方法、量、採取容器、輸送方法に関する記録) 3-1 トラベルブランクに関する記述 4 試料採取方法の妥当性確認結果	<ul style="list-style-type: none"> <li>・計画において試料の輸送の方法についても記述し、手引き第2部第2章及び別紙3～4を参考に試料採取の記録に係る様式、その実例及び写真も添付する。</li> <li>・想定される受注業務の試料採取に際して精度管理の観点から測定項目毎の特性を踏まえて、特に配慮する事項について具体的に記述する。</li> <li>・外部機関に委託している場合には、外部機関における上記の事項が分かる資料を提出する。</li> </ul>	<p>適切に試料採取が行われているか、また配慮事項(汚染防止対策、温度管理等)を試料採取記録(現地野帳)の実例とともに確認する。</p> <p>発注媒体に則し、適切に試料の採取時期、場所、方法を採用しそれを適切に実施していることの確認。</p> <p>※ 受注者の計画、判断、遂行能力が適切であるか、その管理ができているか、それが第三者にも説明できているか(第三者にも理解し過程を追跡できる記録か)。</p>
4. 試料の前処理に関する事項				
①試料の受入検査及び保存・管理	第2部第3章 2. 試料の前処理に係る共通的事項	1 試料の受入検査、保存・管理方法の概要及び発送に関する事項 2 試料の受入検査書	手引き第2部第3章2及び第5章11に基づき、汚染防止の観点を盛り込んだ保存管理等の具体的内容も記載する。	試料採取から前処理までの間における保管・管理方法を確認する。汚染防止対策及び試料の識別が行われてい

外部精度管理指針の審査項目	手引きとの対応	審査書類	書類作成上の注意事項	審査の趣旨・観点
の実施状況	第5章 12. 試料等の保存	3 試料の保存・管理台帳の実録(分析処理年月日の記録があるもの) 4 試料の発送記録 5 抽出にいたるまでの処理方法及びその記録		るかも確認する。 試料の紛失や取り違い、不適切な放置が無いよう処理されていることの確認。 ※ 試料の管理にまで注意が行き届き、責任の所在も明確か。
②試料前処理計画 ③試料の前処理における配慮事項	第2部第3章 1. 試料前処理計画 2. 試料の前処理に係る共通の事項 3. 試料の前処理に係る測定項目別の個別事項 4. 測定用試料に併せて測定を行う試料の調製 別紙3、別紙4	1 試料前処理計画の概要と配慮事項 1-1 抽出法 1-2 クリーンアップ法 2 試料前処理記録簿の実例 2-1 操作を行った者 2-2 吸着剤の種類と量 2-3 溶媒の種類と量	手引き第2部第3章1、2及び3に基づき具体的に記述する。また、想定される受注業務の試料の前処理に際して精度管理の観点から申請項目毎の特性を踏まえて、特に配慮する事項及びその前処理に関する記録について具体的に記述する。	適切に試料の前処理が行われているか、また配慮事項を試料前処理記録簿の実例とともに確認する。申請している方法と標準作業手順、記録に矛盾や齟齬の無いことの確認。 ※ 受注者の遂行能力が適切であるか、その管理ができているか、それが第三者にも説明できているか(第三者にも理解し過程を追跡できる記録か)。
5. 生物検定法による測定に関する事項				
①計測機器の点検の状況	第2部第4章 2. 計測機器の点検	1 生物検定法に用いる機器の点検・調整の概要 2 生物検定法に用いる機器の点検記録簿の実例 3 生物検定法に用いる機器の調整記録簿の実例(マイクロピペット等については、校正記録を含む)	<ul style="list-style-type: none"> <li>項目ごとに整理した一覧表等も添付する。なお、器具・装置の管理を実施した記録も提出する。</li> <li>試料採取、前処理及び計測機器による測定に使用する全ての器具・装置に関するメーカー名、製品名等について手引きに基づき作成した一覧表及び洗浄等の処理の状況がわかる資料も添付する。また、器具・装置の整備状況が確認できる写真も添付する。</li> <li>日常の管理状況の記録及び修理等の状況を記録した資料も提出する。</li> </ul>	計測機器の日常点検、定期点検及びメンテナンスが行われている状況を確認する。 仕様を満たす測定が可能のように、常日頃から装置が整備されているか、必要に応じてメーカー等のサポートを受ける体制が整っているかの確認。 ※ 分析値の品質を確保すべく、装置を良い状態に保つ努力を継続しているか。

外部精度 管理指針 の審査項目	手引き との対応	審査書類	書類作成上の注意事項	審査の趣旨・観点																								
			<p>・計測機器や培養機器等、使用する機器の日常点検、定期点検及びメンテナンスの項目及びその実施状況を記載した資料、問題が発生した時の処置並びに項目及び停電や故障等への処置を記載した資料を提出する。なお、マイクロピペット等の精密な計量を要求される機器については、校正記録についても提出する。</p> <p>・細胞を使用する場合は、雑菌汚染やインキュベーターの故障等のトラブル対応及びインキュベーターの清掃等に関する資料を提出する。</p>																									
②測定系の準備(細胞又はキットの準備)	第2部第4章 3. 測定系の準備	<table border="1"> <tr> <td data-bbox="611 754 645 778">1</td> <td data-bbox="645 754 1070 786">凍結保存されているもの</td> </tr> <tr> <td data-bbox="611 786 645 818">1-1</td> <td data-bbox="645 786 1070 818">解凍作業を行った者及び日時</td> </tr> <tr> <td data-bbox="611 818 645 898">1-2</td> <td data-bbox="645 818 1070 898">凍結保存されている培養細胞又はキットの解凍操作</td> </tr> <tr> <td data-bbox="611 898 645 978">1-3</td> <td data-bbox="645 898 1070 978">操作が測定に使用する上で問題がないことの確認記録</td> </tr> <tr> <td data-bbox="611 978 645 1010">2</td> <td data-bbox="645 978 1070 1010">冷蔵保存されているもの</td> </tr> <tr> <td data-bbox="611 1010 645 1090">2-1</td> <td data-bbox="645 1010 1070 1090">開封等作業を行った者及び日時</td> </tr> <tr> <td data-bbox="611 1090 645 1121">2-2</td> <td data-bbox="645 1090 1070 1121">開封等の作業</td> </tr> <tr> <td data-bbox="611 1121 645 1201">2-3</td> <td data-bbox="645 1121 1070 1201">測定に使用する上で問題がないことの確認記録</td> </tr> <tr> <td data-bbox="611 1201 645 1233">3</td> <td data-bbox="645 1201 1070 1233">常温保存されているもの</td> </tr> <tr> <td data-bbox="611 1233 645 1313">3-1</td> <td data-bbox="645 1233 1070 1313">開封等作業を行った者及び日時</td> </tr> <tr> <td data-bbox="611 1313 645 1345">3-2</td> <td data-bbox="645 1313 1070 1345">開封等の作業</td> </tr> <tr> <td data-bbox="611 1345 645 1425">3-3</td> <td data-bbox="645 1345 1070 1425">測定に使用する上で問題がないことの確認記録</td> </tr> </table>	1	凍結保存されているもの	1-1	解凍作業を行った者及び日時	1-2	凍結保存されている培養細胞又はキットの解凍操作	1-3	操作が測定に使用する上で問題がないことの確認記録	2	冷蔵保存されているもの	2-1	開封等作業を行った者及び日時	2-2	開封等の作業	2-3	測定に使用する上で問題がないことの確認記録	3	常温保存されているもの	3-1	開封等作業を行った者及び日時	3-2	開封等の作業	3-3	測定に使用する上で問題がないことの確認記録	<p>方法に応じ、凍結保存されているもの、冷蔵保存されているもの、常温保存されているもの、細胞の管理状況について記述した該当する資料を提出する。</p>	<p>凍結保存されている培養細胞及びキットの保存及び使用状況を確認する。仕様を満たす測定が可能なように、培養細胞については管理状況やその継代回数が品質管理上問題のない範囲内で試験に使用していること、キットについては使用期限を厳守する等測定に必要とされる状態にあることをそれぞれ確認する。必要に応じてメーカー等のサポートを受ける体制が整っているかの確認。</p> <p>※ 分析値の品質を確保すべく、培養細胞やキットを良い状態に保つ努力を継続しているか。</p>
1	凍結保存されているもの																											
1-1	解凍作業を行った者及び日時																											
1-2	凍結保存されている培養細胞又はキットの解凍操作																											
1-3	操作が測定に使用する上で問題がないことの確認記録																											
2	冷蔵保存されているもの																											
2-1	開封等作業を行った者及び日時																											
2-2	開封等の作業																											
2-3	測定に使用する上で問題がないことの確認記録																											
3	常温保存されているもの																											
3-1	開封等作業を行った者及び日時																											
3-2	開封等の作業																											
3-3	測定に使用する上で問題がないことの確認記録																											

外部精度管理指針の審査項目	手引きとの対応	審査書類	書類作成上の注意事項	審査の趣旨・観点
		4 細胞の管理状況 4-1 細胞の管理状況 4-2 培養条件の確認及び雑菌汚染等の有無の確認 4-3 細胞活性が維持されていることの確認		
③生物検定法による試料の測定計画 ⑧換算係数の確認	第2部第4章 1. 生物検定法による試料の測定計画 5. 試料の測定 6. 検量線の確認及び感度変動の管理図による確認 第5章 1. 検出下限及び定量下限 5. 操作ブランク試験 6. トラベルブランク試験 7. 二重測定 8. 濃度既知試料の測定 9. 換算係数の確認	1 生物検定法による試料の測定計画の概要 1-1 生物検定法測定条件 1-2 操作ブランクに関する記述 1-3 トラベルブランクに関する記述 1-4 検量線の確認に関する記述 1-5 感度変動の管理図による確認 1-6 二重測定に関する記述 1-7 検出下限及び定量範囲に関する記述 1-8 検出下限等算出用検量線に関する記述 1-9 濃度既知試料の測定に関する記述 1-10 換算係数の確認に関する記述	<ul style="list-style-type: none"> <li>・手引き第2部第4章1及び第5章5～9の操作ブランク試験、測定計画の概要を記述するとともに、トラベルブランク試験、二重測定、濃度既知試料の測定及び換算係数の確認に関する実施計画を含む資料も添付する。</li> <li>・データ数値を検証するために必要な測定条件も記載する。</li> </ul>	<p>適切に生物検定法による測定が行われているかを確認する。トラベルブランク試験、二重測定、濃度既知試料の測定、換算係数についても確認をする。</p> <p>仕様を満たす測定方法、測定条件を採用していることの確認。</p> <p>申請している方法と書かれた計画に矛盾や齟齬の無いことを確認。</p> <p>※ 申請方法（マニュアル、JISなど）と提出書類（申請書類、品質結果報告書）の内容に食い違いがないか、つまり「すべきこと」を「する」と書いてあるかという意味。</p>
④検量線及び感度変動の管理図による確認	第2部第4章 4. 検量線の作成 6. 検量線の確認及び感度変動の管理図による確認 7. 検出下限等算	1 検量線の算出過程・算出方法 1-1 測定条件 1-2 標準品の種類 1-3 作成者及び作成年月日 1-4 根拠となる測定値データ及び近似式	<ul style="list-style-type: none"> <li>・同じ項目について過去に行った測定（過去6ヶ月以内で可能な限り新しいもの）に基づき作成する。管理図を検証するために必要な測定条件及び測定データも記載する。</li> <li>・なお、管理限界については十分なサンプル</li> </ul>	<p>適切に検量線の作成、感度変動の確認がおこなわれているかを確認する。</p> <p>検量線作成用標準液について、測定時の同一ロット内において測定を行い、得られたデータが測定条件に合致していること、得られたデータで検量線</p>

外部精度管理指針の審査項目	手引きとの対応	審査書類	書類作成上の注意事項	審査の趣旨・観点
	出用検量線の作成	2 管理図 2-1 管理図の実際の例 2-2 感度変動が認められた場合の対応) 2-3 管理限界の算出過程・算出方法 2-4 根拠となる測定値データ 3 検出下限等算出用検量線の算出過程・算出方法 3-1 測定条件 3-2 標準品の種類 3-3 作成者及び作成年月日 3-4 根拠となる測定値データ及び近似式	<p>ル数から算出した値を記載することとし、管理限界を逸脱したときの措置と対応策についても記載する。</p>	<p>が作成されているか確認。検量線の図、その測定値一覧表の値、根拠となる測定値に矛盾や齟齬がないかの確認。</p> <p>※ 検量線に不備があったり、間違った検量線を使えば、間違った分析値を導くことになる。このことを受注者が理解しているか、それを第三者（発注者）がトレースできる資料になっているか。</p>
⑤標準物質における検出下限及び定量範囲 ⑥試料における検出下限・定量下限	第2部第5章 1. 検出下限及び定量範囲	1 標準物質についての検出下限及び定量範囲の算出 1-1 測定条件 1-2 標準物質の種類 1-3 測定者及び測定年月日 1-4 標準品についての検出下限及び定量範囲の算出過程・算出方法 1-5 根拠となる測定値データ 2 試料についての検出下限及び定量下限 2-1 測定者及び測定年月日 2-2 試料の検出下限及び定量下限の算出過程・算出方法 2-3 根拠となる測定値データ	<p>・検出下限値及び定量範囲を検証するために必要な測定条件及び測定データについても記載する。</p> <p>・検出下限及び定量下限については、原則として実測濃度を記載することとするが、誤解のないようにその旨記載すると共に、単位についても併せて記載すること。</p> <p>第2部第5章 1. (1)及び(2)の両方について提出する。</p>	<p>検出下限・定量下限が適切に設定、測定され、目的の下限値を満たしているかを確認する。</p> <p>仕様を満たす検出下限となっているか、その算出方法は指定する方法（もしくは申請された方法）と合致しているかの確認。具体的には、下限値の算出に用いられた測定値とその根拠となる測定データが添付されているか、それらに齟齬や矛盾はないかの確認。</p> <p>※ 分析値の品質を確保するためには、試料についての検出下限は、評価すべき値よりも十分に小さくなくてはならない。</p>

外部精度管理指針の審査項目	手引きとの対応	審査書類	書類作成上の注意事項	審査の趣旨・観点
⑦操作ブランク試験、トラベルブランク試験及び二重測定	第2部第2章 4. トラベルブランク試験及び二重測定 第3章 4. 測定用試料に併せて測定を行う試料の調製 第5章 5. 操作ブランク試験 6. トラベルブランク試験 7. 二重測定 8. 濃度既知試料の測定 9. 換算係数の確認	1 操作ブランク、トラベルブランク、二重測定の算出過程 1-1 測定条件 1-2 操作ブランク試験結果 1-3 トラベルブランク試験結果 1-4 二重測定結果 2 濃度既知試料の測定結果 3 換算係数の確認 4 操作ブランク、トラベルブランクの管理規定（規定を超過した場合の対応策も含む。）	・申請項目ごとに過去に行った測定（過去6ヶ月以内で可能な限り新しいもの）に基づき作成すること。測定項目ごとに実施した操作ブランク試験、トラベルブランク試験、二重測定、濃度既知試料の測定、換算係数の確認の結果を提出する。また、それらの結果の数値を検証するために必要な測定条件及び測定データも記載する。 ・なお、上記の測定結果に関する管理規定及び規定値を逸脱したときの対応策についても記載する。	操作ブランク試験、トラベルブランク試験は結果が十分に低値であるか、二重測定結果は再現性が良いか、濃度既知試料の測定結果は当該濃度の±30%以内又は標準偏差の2倍以内になっているかについて確認を行う。 ブランク値の求め方が仕様を満足しているか、指定する方法（もしくは申請された方法）と合致しているかの確認。 ブランクの分析値が十分に低いこと、検出される場合においてブランク値測定値の低減を図っていることを確認（保証）していることを確認。 ※ 器具・試薬の汚染が分析値に影響しないように品質管理されているか。 ブランク値測定値が十分低くコントロールされているか。受注者自身がブランクレベルを認識し、品質管理上問題ないということを自機関で確認し保証しているか。
⑨回収率の確認	第2部第5章 10. 回収率の確認	（受注資格審査の書類に該当箇所無し）	（受注資格審査の書類に該当箇所無し）	_____
⑧試料の測定及び濃度の算出	第2部第4章 5. 試料の測定 第5章 2. 実測濃度 3. 測定量（毒性等	1 実試料の測定及び濃度の算出 1-1 測定条件 1-2 測定者及び測定年月日 1-3 測定時のプレートレイアウト（試料配置）	申請項目ごとに過去に行った測定（過去6ヶ月以内で可能な限り新しいもの）に基づき作成する。なお、算出結果の数値を検証するために必要な測定条件及び測定データも記載する。	適切に、実測濃度を算出して、換算係数を用いて、測定量（毒性等量）を算出しているかを確認。

外部精度 管理指針 の審査項目	手引き との対応	審査書類	書類作成上の注意事項	審査の趣旨・観点
	量)の算出 4. 再測定 11. 異常値及び欠 測値の発生原因等	1-4 測定時の計測データ(発光量、 吸光度) 1-5 定量に用いた計測データの選 定 1-6 実測濃度、測定量(毒性等量) の算出過程(用いた換算係数 の分かるもの) 1-7 再測定の状況の分かるもの 1-8 異常値及び欠測値の発生原因 等の状況の分かるもの		
6. ダイオキシン類に係る試験所間比較試験への参加実績				
		1 ダイオキシン類に関する試験所 間比較試験への参加実績一覧	参加した試験所間比較試験で必ずしも良 好な成績が得られていない場合には、その 原因についての考察を記述するとともに、 改善のために講じた取組があれば記述す る。試験所間比較については、実測濃度を 報告している場合、誤解のないようにその 旨記載すると共に、単位についても併せて 記載すること。	技能試験等への参加状況を確認する。 ※ 技能試験に積極的かつ継続的に参 加するなどして分析技術の向上や維 持に努めているか、品質管理の意識の 高さを知る意味。
7. 精度管理に関するその他の取組				
		1 別添 3-2 国際規格等の取得状 況一覧	国際規格等の取得状況の有無及び取得の 場合は取得日も記述する。	MLAP、ISO等の取得状況を確認する。 原則として、受注者選定のための要件 であるので、必ず確認。(生物検定法 では MLAP は要件ではない。)