ダイオキシン類の環境測定を外部に委託する場合の信頼性の確保に関する指針の運用に当たっての注意事項

環境省　水・大気環境局　総務課

令和３年４月

ダイオキシン類の環境測定に係る精度管理検討ワーキングループ

委員名簿

氏　名	所　属
○ 橋本　俊次	（国研）国立環境研究所　環境計測研究センター 応用計測化学研究室
岩切　良次	環境省　環境調査研修所
櫻井　健郎	（国研）国立環境研究所　環境リスク・健康研究センター リスク管理戦略研究室
鈴木　　剛	（国研）国立環境研究所　資源循環・廃棄物研究センター
山林　右二	元東大阪市　上下水道局　下水道部　排水設備課　水質指導係

（順不同、敬称略、○：座長）　　※所属は参加当時のものである。

目　次

第 1 章　　はじめに 1
1.1　概要 1
1.2　本注意事項で扱う測定項目（媒体）及び測定方法について 1
1.3　本注意事項の実施について 1
1.4　実施手順に係る留意点 2
第 2 章　　国内の外部機関又は海外施設に関する事前の審査にかかる注意事項 5
2.1　入札公告時における注意事項 5
2.2　事前の審査時における注意事項 10
第 3 章　　委託の際に外部機関等へ要求する事項にかかる注意事項 17
3.1　品質保証・品質管理計画書における注意事項 17
第 4 章　　外部機関等に委託する場合に講じる措置にかかる注意事項 22
4.1　品質保証・品質管理報告書の審査における注意事項 22
4.2　査察における注意事項 26
第 5 章　　外部機関等に委託する場合に講じるその他の措置にかかる注意事項 31
5.1　試料採取への立会における注意事項 31
5.2　クロスチェック等における注意事項 32

認定制度の解説
用語集

【別添資料】
別添 1-1-1　トラベルブランク及び二重測定の実施頻度等（GC-MS 法）・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・ 1
別添 1-1-2　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）・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・ 2
別添 1-2　　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）・・ 3
別添 1-3　　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）・・ 4
別添 2　　定期報告・期別報告（測定項目（媒体）別一覧表）・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・ 5
別添 3-1-1　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）・・・・・・・・・・・・・・・・ 11
別添 3-1-2　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）・・・・・・・・・・・・・・ 12
別添 3-2　　国際規格等の取得状況一覧・・ 13
別添 3-3-1　業務範囲マトリックス（GC-MS 法）・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・ 14
別添 3-3-2　業務範囲マトリックス（生物検定法）・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・ 15
別添 3-4-1　業務実績一覧（GC-MS 法）・・ 16
別添 3-4-2　業務実績一覧（生物検定法）・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・ 17
別添 3-5-1　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）・・・・・・・・・・・・・・ 18
別添 3-5-2　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）・・・・・・・・・・・・・ 24

別添 4-1　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） …… 30
別添 4-2　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） …… 37
別添 5-1　品質保証・品質管理結果報告書の確認例（GC-MS 法） …… 42
別添 5-2　品質保証・品質管理結果報告書の確認例（生物検定法） …… 67
別添 6-1　立入による査察の項目及び提出を求める資料（GC-MS 法） …… 72
別添 6-2　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） …… 75
別添 7-1　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） …… 78
別添 7-2　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） …… 93

第1章　はじめに

1.1　概要

ダイオキシン類の測定･分析については、超微量の物質の測定等、高度な技術を要することから、精度管理が極めて重要である。

環境省では、ダイオキシン類の環境測定における的確な精度管理を実現するため、ダイオキシン類の環境測定を担当する機関等が自ら講ずべき措置等を定めたものとして、「ダイオキシン類の環境測定に係る精度管理指針」（平成 12 年 11 月 14 日策定、平成 22 年 3 月 31 日改訂。以下「精度管理指針」という。）及び「ダイオキシン類の環境測定に係る精度管理の手引き（生物検定法)」（平成 18 年 3 月 23 日策定、平成 22 年 3 月 31 日改訂。以下「手引き」という。）をとりまとめている。

また、国内の外部機関や海外施設（以下「外部機関等」という。）にダイオキシン類の環境測定を委託する場合の信頼性を確保するため、委託を行う者（以下「委託者」という。）が講ずべき措置等を定めたものとして、「ダイオキシン類の環境測定を外部に委託する場合の信頼性の確保に関する指針」（平成 13 年 3 月 30 日策定、平成 22 年 3 月 31 日改訂。以下「外部精度管理指針」という。）をとりまとめている。

一方、精度管理指針及び手引きの普及を図り、ダイオキシン類の環境測定の信頼性を確保するための措置の一環として、平成 13 年度から環境省が実施するダイオキシン類の環境測定を伴う請負調査については、環境省が測定分析機関の受注資格審査を行った上で、競争入札等への参加を認めることとしてきたところである。この受注資格審査については、審査開始から約 20 年が経過し、近年は審査合格率が高水準になったこと等を踏まえ、当初の目的である精度管理指針及び手引きの普及並びに測定分析機関が提出するデータの品質水準の底上げに関して一定の成果を上げたと考えられることから、令和元年度の審査を最後に廃止された。

これに合わせ、受注資格審査における知見を、外部精度管理指針の運用に当たっての注意事項としてまとめた。本注意事項は、委託者（国及び地方公共団体、関係機関、民間法人等）が発注するダイオキシン類環境測定業務に活用されることを目的としている。

1.2　本注意事項で扱う測定項目（媒体）及び測定方法について

本注意事項では、ダイオキシン類対策特別措置法等に基づく基準値のある測定項目（媒体）として、測定される機会が多い一般環境大気、公共用水域水質、地下水質、土壌、底質、排出ガス、排出水、ばいじん及び焼却灰その他の燃え殻を念頭に知見のとりまとめを行った。

その他の測定項目（媒体）として、降下ばいじん、野生生物、水生生物、血液、食事試料、水道原水及び上水、母乳、食品、作業環境、臍帯が挙げられるが、これらについてもダイオキシン類の環境測定を委託する場合、本注意事項を参考にすることが望ましい。

また、測定方法は環境省が定めるマニュアル及び JIS 等に定められている高分解能ガスクロマトグラフ質量分析計による測定方法（以下「GC-MS 法」という。）並びに簡易測定法（GC-MS 法、生物検定法）を扱う。

1.3　本注意事項の実施について

委託者が一般環境測定における品質管理システムを導入している場合でも、ダイオキシン類

測定については外部精度管理指針に基づく品質管理を実施することが重要である。

委託者が、現時点で外部精度管理を実施することができていない場合、精度管理の基本的考え方である ISO の『デミングサイクル（PDCA)』の手法について、委託者自らが品質改善を目的とした組織の構築から始めるのが適当である。具体的には、次のような手順がある。

① 外部機関等に対して入札前の段階での事前審査に、委託者が審査チームを組織する等し、外部機関等が入札付与に適した機関であることを書面審査し、MLAP・ISO17025 の審査登録後、適正に精度管理が実施されているかを確認する。
② 次に、入札結果が確定したのち、契約する外部機関等に、事前調査・試料採取から測定結果証明書（定量結果の確定）の提出にいたるまでの時系列の品質管理の手順を定めた品質管理計画書（紙文書又は電子文書）を提出させる。（計画：Plan）
③ 試料採取への立ち合い、品質管理計画書で計画された試料採取方法、試料搬送方法で実施されていること等を確認する。これ以降の試料の前処理、GC-MS 測定、定量結果の確定までは外部機関等で行われるので、実施状況についてはメール等で進捗状況の確認（実施状況が確認できる紙文書又は電子文書）を行う。（実行：Do）
④ なお、技術管理責任者が定量結果を確定し、品質管理責任者が定量結果等に問題がないことを確認した上、統括管理責任者が作成した品質管理結果報告書（紙文書又は電子文書）の提出を受ける。（評価：Check）
⑤ また、委託者として、受領した品質管理結果報告書について、審査を行う。品質管理結果報告書に記載された内容が、品質管理計画書に基づき委託内容（規格・マニュアル）等を満足しているか、履行期限を遵守しているか、GC-MS 測定に伴う資料は整理・説明が適切になされているか等を確認し、指摘事項があれば利害関係者としてその旨、外部機関等に通知のうえ見直しを求め、見直しがない場合も含めて書面で外部機関等に外部査察を行う旨の通知を行う。見直しを求めた場合は、適切に再測定を行ったこと、資料整理・説明が適切になされること、管理体制が適切であることの外部査察を行う。（改善：Act）

以上のように委託者は、外部機関等の品質管理が適切に機能していることを確認し、委託者としても自らの組織の品質管理の仕組みが機能していることを確認することが重要である。

1.4　実施手順に係る留意点

実施手順※1 については、委託内容（業務内容)、実施期間、委託候補機関数等によりその手順が異なること、また手順の一部を省略することや手順を前後させることも考えられる。

参考として、環境省が環境測定分析全般（一般環境大気、水質、底質、土壌、廃棄物等）を対象として、地方自治体が環境測定分析業務を外部に委託するに当たり、精度管理を確保するために確認すべき項目・内容等を示した、「環境測定分析を外部に委託する場合における精度管理に関するマニュアル（平成 22 年 7 月策定)」における例をあげておく。

・事前調査を細かく行って、委託期間中に行う確認を簡略化する。
・事前調査を行わず（又は簡略化して)、委託期間中に調査・確認（提出される実施計画書等

を確認）する。

・委託期間中に行う調査のうち、委託元が実施する外部精度管理※2 を事前調査として実施する。

※1　委託候補機関の事前調査、業務仕様書等（入札等の前に提示する委託候補機関への要求事項）の作成、委託機関の選定、委託機関への委託期間中に行う調査・確認、委託機関の結果（測定値等）の確認。

※2　ここではクロスチェック（技能試験等）の意味で使用されている。

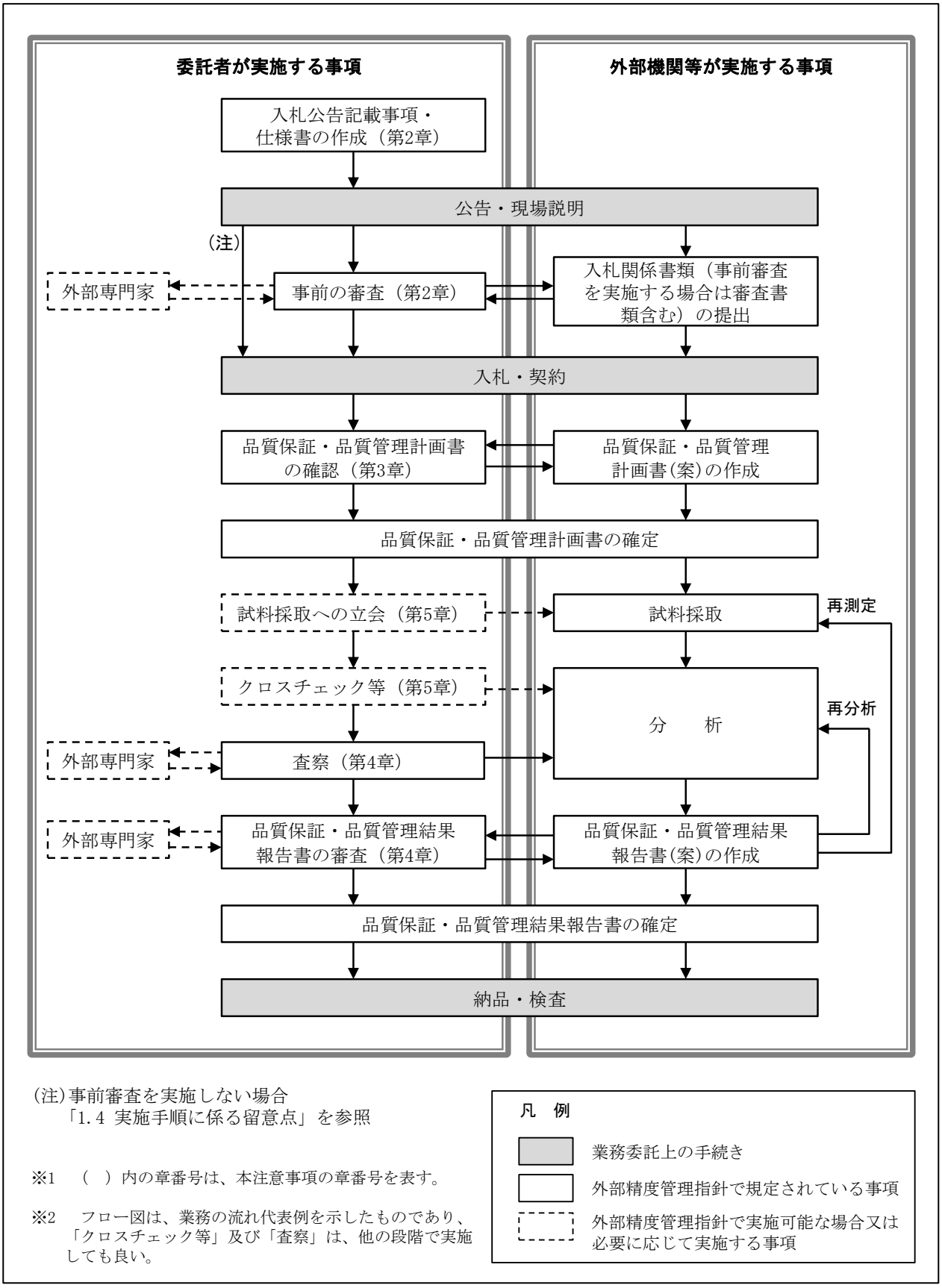


図 1.1　業務の流れと本注意事項との関係

第2章　国内の外部機関又は海外施設に関する事前の審査にかかる注意事項

2.1　入札公告時における注意事項

2.1.1　入札公告において要求すべき事項について

委託業務の入札公告では、入札参加資格及び事前審査を実施する場合は審査に必要な書類等の提出を記載する必要がある。

具体的には以下の資料の提出を求めることが考えられる。

- 特定計量証明事業者認定制度（MLAP：Specified Measurement Laboratory Accreditation Program、以下「MLAP」という）及びISO/IEC 17025（試験所及び校正機関の能力に関する一般要求事項、以下「ISO17025」という）の認定を入札参加資格とする場合は、認定証の写し
- その他の参加資格を設定する場合に必要となる資料
- 外部精度管理指針に定める事前審査を行う場合は、審査に必要な資料（外部精度管理指針1を参照）

また、外部精度管理指針で求められている外部機関等との委託契約に際し要求する事項（内部精度管理の実行、精度管理計画書の提出、査察、精度管理報告等、再測定）について、実施要領又は業務仕様書等（以下「業務仕様書等」という。）に記載する（外部精度管理指針2.委託の際に外部機関等へ要求する事項参照）。

事前審査が難しい場合には、入札参加資格としてMLAP又はISO17025の認定を有することを含めるとともに、外部機関等との委託契約に際し要求する事項について業務仕様書等に記載し、委託契約後に確認することが適切な精度管理の実施において重要である。

2.1.2　業務仕様書等に記載する事項について

ダイオキシン類の環境測定の精度（品質）管理を行う上で重要となる以下の事項については、業務委託の業務仕様書等に明記しておくことが望ましい。

(1)　測定対象物質

ダイオキシン類（PCDDs、PCDFs及びコプラナーPCB[1]）であることを明記する。

(2)　測定地域・地点

測定地域・地点について記載する。

(3)　測定項目（媒体）

ダイオキシン類の測定項目（媒体）を記載する。

(4)　測定内容

測定の実施時期、検体数を記載する。トラベルブランク（一般環境大気、排出ガスのみ）及び二重測定についても検体数を記載する。(トラベルブランク、二重測定の頻度等については、

[1] 本資料ではこの後は略称のCo-PCBを使用する。DL-PCBと表記される場合もあるが、意味は同じでありどちらを使用してもよい。

別添 1-1-1 及び 1-1-2 を参照。）

(5)　測定方法の詳細

測定方法は、表 2.1 の規格・マニュアルによって行う旨の記載を行う。また、規格・マニュアルにおいて試料における目標検出下限・目標定量下限が示されていない測定項目（媒体）では、評価しなければならない濃度（一般に基準値）を明示し、試料における検出下限を評価しなければならない濃度の 1/30 以下となるように設定する旨を記載する。

(6)　毒性等量の算出に関する事項

毒性等量（TEQ）の算出に用いる毒性等価係数（TEF）は、ダイオキシン類対策特別措置法施行規則及び測定項目（媒体）の分析方法にかかる規格・マニュアルに示されているものを用いる旨を記載する。また、TEQ の算出方法（定量下限未満の数値の取り扱い）を記載する。（基準値と比較する際の TEQ の算出方法における定量下限値未満の取り扱いについては、別添 1-3 を参照。）

(7)　試料採取に関する事項

試料採取野帳に記載すべき事項、試料採取時の写真撮影等について記載する。（試料採取野帳に記録すべき事項は、精度管理指針又は手引きの第 2 部第 2 章 3 を参照。試料採取器具の材質及び試料の運搬・保存条件については、別添 1-2 を参照。）試料採取を委託者が行う場合は、以下に示す例のように精度管理の責任の所在を明確にする。

責任の所在の整理例

- 試料採取に必要な器具・容器・ろ紙・PUF 等は、適切に管理されたものを外部機関等が準備し、委託者への引き渡し時に受領書を受け取る。委託者は、試料受渡しとともに採取状況（気象条件、日時、採取場所等）及び現場写真の情報提供を行い、その際試料受渡書を外部機関等に交付する。試料の輸送、受入れ以降の精度管理は外部機関等が行う。
- 委託者が行う試料採取に外部機関等が立会う場合において、採取状況（気象条件、日時、採取場所等）及び現場写真を外部機関等が作成し、現場にて試料を受け取る。試料の輸送、受入れ以降の精度管理は外部機関等が行う。

(8)　内部精度管理に関する事項

内部精度管理については、精度管理指針又は手引きに規定されている事項又はこれに準ずる内容、並びに関係する規格・マニュアル（表 2.1 参照）にもとづき実施することを外部機関等は実施計画書に明記する旨を記載する。

(9)　精度管理計画書の提出に関する事項

外部機関等は、精度管理指針又は手引きの第 1 部第 3 章 1 の品質保証・品質管理計画書又はこれに準ずる文書を提出する旨を記載する。（準ずる文書の場合、精度管理指針又は手引きの別紙 1 との対比表を作成のうえ該当ページ番号の記載を求める。）

(10)　査察に関する事項

委託の期間中に立入による査察を実施すること、外部機関等はその実施を受け入れること

を記載する。

立入による査察を実施しない場合は、定期報告・期別報告を求める旨を記載し、定期報告・期別報告の内容、時期について記載する。別添 2 に定期報告・期別報告事項を測定項目（媒体）別に例示した。

(11) 精度管理報告等に関する事項

外部機関等は、結果報告に合わせて、精度管理指針又は手引きの第 1 部第 3 章 2 の品質保証・品質管理結果報告書又はこれに準ずる報告書を提出することを求める旨を記載する。（準ずる文書の場合、精度管理指針又は手引きの別紙 2 との対比表を作成のうえ、該当ページ番号の記載を求める。）

また必要に応じて測定値が求められた過程を検証するため、精度管理指針又は手引きに定める記録又はこれに準ずるものを提出し、説明を求める旨を記載する。

速報値の報告に関しては、測定項目（媒体）にかかる基準値と比較し、必要に応じて委託者に報告する旨を記載することが望ましい。

(12) 再測定に関する事項

外部機関等に明らかな瑕疵があり、再測定の必要性が認められる場合には、外部機関等と協議を行った上で再測定を行うことを求める旨を記載する。そのための試料の保存等を含め外部機関等が実施計画書に明記するよう求める旨を記載する。

(13) 技能試験結果の提出

精度管理計画書等の内容確認や査察の実施判断等において技能試験結果を参考にする場合には、技能試験結果の提出について業務仕様書等に記載する。

(14) 再委託の可否

再委託の可否を業務仕様書等に記載する。また、再委託する場合についても精度管理指針又は手引きの要求事項が確実に実施されるよう記載する。

表 2.1　ダイオキシン類の試料採取及び測定方法に関する規格・マニュアル

測定項目（媒体）	規格・マニュアル		MLAP認定対象	ISO17025認定対象
	区　分	名　　称		
一般環境大気	GC-MS 法	ダイオキシン類に係る大気環境調査マニュアル（環境省）	○	○
公共用水域水質	試料採取	JIS K 0094（工業用水・工場排水の試料採取方法）	○	○
	GC-MS 法	JIS K 0312（工業用水・工場排水中のダイオキシン類の測定方法）		○
地下水質	試料採取	JIS K 0094（工業用水・工場排水の試料採取方法）	○	○
	GC-MS 法	JIS K 0312（工業用水・工場排水中のダイオキシン類の測定方法）		○
土壌	GC-MS 法	ダイオキシン類に係る土壌調査測定マニュアル（環境省）	○	○
	簡易測定法（GC-MS 法）	土壌のダイオキシン類簡易測定法マニュアル（環境省）	－	○
底質	GC-MS 法	ダイオキシン類に係る底質調査測定マニュアル（環境省）	○	○
	簡易測定法（GC-MS 法）	底質のダイオキシン類簡易測定法マニュアル（環境省）	－	○
排出ガス	試料採取	JIS K 0095（排ガス試料採取方法）	○	○
	試料採取	JIS Z 8808（排ガス中のダスト濃度の測定方法）		○
	GC-MS 法	JIS K 0311（排ガス中のダイオキシン類の測定方法）		○
	簡易測定法（GC-MS 法）	排出ガス、ばいじん及び燃え殻のダイオキシン類簡易測定法マニュアル（機器分析法）（環境省）	－	○
	簡易測定法（生物検定法）	排出ガス、ばいじん及び燃え殻のダイオキシン類簡易測定法マニュアル（生物検定法）（環境省）	－	○
排出水	試料採取	JIS K 0094（工業用水・工場排水の試料採取方法）	○	○
	GC-MS 法	JIS K 0312（工業用水・工場排水中のダイオキシン類の測定方法）		○
ばいじん及び焼却灰その他の燃え殻	GC-MS 法	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」（環境省）	－	○
	GC-MS 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」（厚生省）	－	○
	簡易測定法（GC-MS 法）	排出ガス、ばいじん及び燃え殻のダイオキシン類簡易測定法マニュアル（機器分析法）（環境省）	－	○
	簡易測定法（生物検定法）	排出ガス、ばいじん及び燃え殻のダイオキシン類簡易測定法マニュアル（生物検定法）（環境省）	－	○
降下ばいじん	GC-MS 法	大気降下物中のダイオキシン類測定分析指針（環境庁）	－	○
野生生物	GC-MS 法	野生生物のダイオキシン類蓄積状況等調査マニュアル（環境省）	－	○

測定項目 （媒体）	規格・マニュアル		MLAP 認定対象	ISO17025 認定対象
	区　分	名　　称		
水生生物	GC-MS 法	ダイオキシン類に係る水生生物調査暫定マニュアル（環境省）	－	○
血液	GC-MS 法	血液中のダイオキシン類測定暫定マニュアル（厚生省）	－	○
食事試料	GC-MS 法	食品中のダイオキシン類の測定方法暫定ガイドライン（厚生労働省）	－	○
水道原水及び浄水	GC-MS 法	水道原水及び浄水中のダイオキシン類調査マニュアル（厚生労働省）	－	○
母乳	GC-MS 法	母乳中のダイオキシン類測定暫定マニュアル（厚生省）	－	○
食品	GC-MS 法	食品中のダイオキシン類の測定方法暫定ガイドライン（厚生労働省）	－	○
作業環境	GC-MS 法	平成 13 年 4 月 25 日 基発第 401 号の 2「廃棄物焼却施設内作業におけるダイオキシン類ばく露防止対策について」別添「廃棄物焼却施設内作業におけるダイオキシン類ばく露防止対策要綱」 別紙１「空気中のダイオキシン類濃度の測定方法」（厚生労働省）	－	○
臍帯	GC-MS 法	臍帯のダイオキシン類分析に関する暫定マニュアル（環境省）	－	○

2.2　事前の審査時における注意事項

2.2.1　分析機関の認定制度について

ダイオキシン類の環境測定業務を受託する分析機関の技術的能力及び信頼性を審査・認定する制度として、MLAP 及び ISO17025 がある。MLAP は、国際整合性の観点から ISO17025 に沿って具体化されているため、この 2 つの認定制度は類似の審査内容となっている（当該認定制度の詳細については「認定制度の解説」を参照)。

このような MLAP 又は ISO17025 の認定を取得している場合には、事前の審査における一部の審査項目を省略することも可能である。

2.2.2　事前審査事項について

外部精度管理指針では、委託しようとするダイオキシン類環境測定（試料採取及び分析）の実施可能性についての審査（1 次審査）として、外部機関等が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、これらを実施するための組織の整備状況等の概要及びこれまでの実績を調査し、これにより実施可能性があると認めた外部機関等に対し、精度管理に関する取組についての審査（2 次審査）として、当該外部機関等が自ら講じているダイオキシン類の環境測定に係る精度管理の実施状況等を調査すると規定されている。なお、1 次審査と 2 次審査は同時に行うことができる。

事前の審査（別添 3-1-1、3-1-2 参照）に当たっての参考として、受注資格審査における審査書類及び審査書類作成上の注意点を別添 7-1 及び 7-2 にとりまとめた。

委託する測定項目（媒体）及び分析方法において MLAP 又は ISO17025 を取得している場合には、当該制度における審査項目の信頼性は担保されていると考えることも可能である。このため、委託業務における測定項目（媒体）及び分析方法が MLAP 又は ISO17025 の認定対象である場合には、当該認定を受けていることを要件とすることで、MLAP 又は ISO17025 の審査項目と同じ事前審査項目については省略することも考えられる。

なお、MLAP の対象外となる測定項目（媒体）である「ばいじん及び焼却灰その他の燃え殻」については、GC-MS 法で測定する場合、抽出前の作業（ふるい、風乾等）が「土壌」、「底質」の測定方法と共通しており、抽出以降の作業が「排出ガス」測定方法と共通している。そのため、審査対象機関が「土壌」又は「底質」、及び「排出ガス」の MLAP 又は ISO17025 の認定を取得している場合は、「ばいじん及び焼却灰その他の燃え殻」についても MLAP 又は ISO17025 の認定を取得している場合と同じく審査項目を省略することも考えられる。

事前の審査項目うち、MLAP 及び ISO17025 で実施していない一部の審査項目を含め、委託に当たって審査に含むべき事項を表 2.2 に示す。

なお、委託を予定する外部機関等において精度管理が実施できることを確認するために、可能ならば、当該機関等の訪問調査を行う。

表 2.2　事前審査に含むべき事項

審査項目 ※　番号は別添 3-1-1、3-1-2 に対応		審査書類
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	・業務範囲マトリックス （様式例：別添 3-3-1 及び 3-3-2）
	2. 組織の整備状況等に関する資料 ④安全管理（注 1）	・安全管理の観点から講じている取組の概要について記述した資料
	3. 業務実績（注 2）	・業務実績一覧 （様式例：別添 3-4-1 及び 3-4-2）
	4. 再委託の有無	・再委託することの有無について記述した資料
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 ② 内部監査 ⑦ 品質管理者による品質管理の実施方法	・内部監査報告書（注 3） ・精度管理指針又は手引きに定める「品質保証・品質管理結果報告書」又はこれに準ずる報告書（注 4）
	9.(7.)精度管理に関するその他の取組（注 5）	・関連する国際規格の取得状況など精度管理に関係するその他の取組に関する資料（様式例：別添 3-2）

（注 1）ISO17025 では審査内容に含まれていない。

（注 2）委託する業務と同一の測定項目（媒体）及び測定方法による過去 3 年の業務実績。

（注 3）「精度管理指針又は手引きの第 1 部第 1 章 3 内部監査」又は「ダイオキシン類に係る特定計量証明事業の認定基準（平成 14 年経済産業省告示第 77 号）第 1 項八内部監査」に定める文書で直近 1 年以内に実施されたもの。これ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。

（注 4）・報告書は過去 3 年以内に作成されたもので直近のものを提出する。
- 報告書は委託する業務と同一の測定項目（媒体）及び測定方法（規格・マニュアル）を対象としたものとする。
- 品質保証・品質管理結果報告書に準ずる文書を提出する場合には、精度管理指針又は手引きの別紙 2 との対比表を作成のうえ該当ページ番号を記載する。
- 少なくとも一つの測定項目（媒体）を含むダイオキシン類の測定で精度管理指針又は手引きの別紙 2 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。また、品質保証・品質管理計画書等を引用する場合は、同計画書等を添付する。
- 業務実績が無い場合には、標準試料等の自社分析結果を用いて作成した報告書でも可。

（注 5）MLAP 及び ISO17025 で審査内容に含まれていない。

表 2.2 の品質管理者による品質管理の実施方法の審査については、品質管理者による品質管理の実施方法の概要を記述した資料として、精度管理指針又は手引きに定める「品質保証・品質管理結果報告書」又はこれに準ずる報告書を審査する。

品質保証・品質管理結果報告書は、精度（品質）管理に係る直近の業務体制及び業務実績を把握し、当該外部機関等が委託業務を適正に遂行できることを審査する上で極めて重要である。提出された品質保証・品質管理結果報告書に、外部精度管理指針で求められている審査項目についての記載があるか確認するため、委託者は品質保証・品質管理結果報告書と併せて別添 3-5-1 又は 3-5-2 のチェックリストの提出を求めることが望ましい。

提出された品質保証・品質管理結果報告書の審査に当たって、優先的に確認すべき事項を表 2.3 及び表 2.4 にまとめた。これらの項目に不備が認められる場合には、当該外部機関等に資料の追加提出を求める、当該外部機関等を委託先として選定しない等の措置を行う。なお、委託者自身による審査が困難な場合には、外部専門家(有識者)等へ審査を委託することも有効である。

表 2.3　優先的に確認すべき品質保証・品質管理結果報告書の項目（GC-MS 法）

項目名 ※　精度管理指針第 1 部第 3 章 2 別紙 2 に対応		確認事項
1　一般的事項	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。
2 試料採取	2-2　試料採取の記録	・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。
	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	・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。
3　試料の前処理	3-2　抽出操作を行うまでの試料の保存・管理	・試料の保存は規格・マニュアルに従った条件（別添 1-2 参照）で保管されているか。
	3-3　試料からの抽出	・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。
4　GC-MS による測定	4-3 検量線の作成	・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

項目名 ※ 精度管理指針第 1 部第 3 章 2 別紙 2 に対応		確認事項
		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。 ・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
	4-6 同定及び定量	・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。
5 GC-MS による定量結果の確定	5-1 検出下限及び定量下限 (4)検出下限及び定量下限の一覧表	・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。 ・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。
	5-2 回収率 (1)クリーンアップスパイク回収率	・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。
	5-2 回収率 (2)サンプリングスパイク回収率	・一般環境大気・排出ガス試料においてサンプリ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。
	5-3 ブランク試験 (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	・操作ブランク試験が定期的に実施されているか。 ・土壌、底質については、操作ブランクが試料数の 10%程度の頻度で実施されているか。 ・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）。
	5-3 ブランク試験 (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	・トラベルブランク値が定量下限値未満であるか。 ・排出ガスについて、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。
	5-4　二重測定の実施状況及び結果並びにその評価	・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。

項目名 ※ 精度管理指針第 1 部第 3 章 2 別紙 2 に対応		確認事項
		・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。
	5-6 測定用試料の定量結果の確定状況	・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。）
6 結果の報告等	6-1 測定結果	・測定結果の一覧表について、数値の丸め方は適切か。
	6-2 毒性等量 (2)毒性等量の算出結果	・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。
7 添付文書	7-2 全クロマトグラム	・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。
	7-3 ロックマスチャンネル変動の確認資料	・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。

表 2.4　優先的に確認すべき品質保証・品質管理結果報告書の項目（生物検定法）

項目名 ※　手引き第 1 部第 3 章 2 別紙 2 に対応		確認事項
1　一般的事項	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。
2 試料採取	2-2　試料採取の記録	・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。
	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	・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。
3　試料の前処理	3-2　抽出操作を行うまでの試料の保存・管理	・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。
4　生物検定法による測定	4-3 検量線の作成	・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。
	4-5　検量線の確認及び感度変動の管理図による確認	・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。
5　生物検定法による定量結果の確定及び結果の報告	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	・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。

項目名 ※ 手引き第 1 部第 3 章 2 別紙 2 に対応		確認事項
	5-3 測定量（毒性等量） (1)使用した換算係数	・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。
	5-5 操作ブランク試験の実施状況及び結果並びにその評価	・操作ブランク試験が定期的に実施されているか。 ・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）。
	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	・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。
	5-7 二重測定の実施状況及び結果並びにその評価	・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。
	5-8 濃度既知試料の測定による確認	・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。
	5-9 換算係数の確認	・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。
	5-10 回収率の確認	・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。

第3章　委託の際に外部機関等へ要求する事項にかかる注意事項

3.1　品質保証・品質管理計画書における注意事項

外部精度管理指針において、入札等により決定した外部機関等との委託契約に際し、精度管理の観点から要求する事項の一つに、精度管理計画書として精度管理指針又は手引きの第1部第3章1の品質保証・品質管理計画書又はこれに準ずる文書の提出がある。

提出された品質保証・品質管理計画書に精度管理指針又は手引きで求められている記載項目が適切に記入されているか確認するためのチェックリストを別添4-1、4-2に示した。また、優先的に確認する事項を表 3.1及び表 3.2にまとめた。再委託を行う計画となっている場合は、再委託先の外部機関等についても要求事項が担保されているかを確認する。

また、委託者は外部機関等に対し、以下の事項を実施計画書等に明記するよう求める。

・内部精度管理（外部機関等が自ら講じているダイオキシン類の環境測定に係る精度管理）は、精度管理指針又は手引きに規定されている事項又はこれに準ずる内容を遵守して実施する。
・内部精度管理を経て報告した測定結果であっても、外部機関等に明らかな瑕疵があり、委託者が再測定※の必要性を認める場合には、委託者と協議した上で再測定を行う。(再測定の実施に備えるための試料の保存等についても記載する。)

※　再測定：試料採取、前処理、GC-MS（又は生物検定法）による測定のいずれかの工程に遡り、再度実施すること。

表 3.1　優先的に確認すべき品質保証・品質管理計画書の項目（GC-MS 法）

項目名 ※　精度管理指針第 1 部第 3 章 1 別紙 1 に対応		確認事項
第 1 一般的事項	1-2 目次	・「精度管理指針」別紙 1 に記載の項目が記載されているか。
	1-10 他機関との業務分担（該当する場合）	・他機関との業務分担（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。）
第 2 試料採取計画	2-3 試料採取地点	・試料採取地点が具体的に（緯度経度又は見取り図等）が記載されているか。（継続調査の場合は、過年度から変更は無いか。）
	2-5 試料採取器具・装置、使用する試薬等	・試料採取器具等の洗浄方法、汚染対策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。
	2-6 試料採取操作の概要	・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。） ・一般環境大気、排出ガス試料において、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。
	2-7 試料容器	・試料採取容器の洗浄方法、汚染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。
	2-8 採取後の輸送方法	・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。
	2-9 トラベルブランク試験及び二重測定の実施計画	・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）。 ・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。
第 3 試料前処理	3-2 抽出操作を行うま	・試料の保存方法は、規格・マニュアルに従った条

項目名 ※ 精度管理指針第1部第3章1別紙1に対応		確認事項
計画	での試料の保存・管理(場所、方法、期間)	件（別添1-2参照）となっているか。
	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	・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。
第4 GC-MSによる試料の測定	4-2 検量線の作成	・検量線の作成方法、作成頻度が記載されているか。
	4-5 同定及び定量に係る作業	・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。
第5 GC-MS測定における定量結果の確定	5-1 検出下限及び定量下限の算定に係る作業	・一般環境大気、排出ガス、環境水（地下水含む)、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。 ・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。
	5-3 回収率の算定及び結果の確認に係る作業	・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%）であることを確認する記載があるか。 ・一般環境大気、排出ガスでは、サンプリングスパイクを実施する場合は、回収率が規格･マニュアル等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。
	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	・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。 ・一般環境大気、排出ガスでは、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。 ・土壌、底質については、操作ブランクが試料数の10%程度の頻度で計画されているか。
第6 結果の報告等	6-1 測定結果の表示	・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）。

表 3.2　優先的に確認すべき品質保証・品質管理計画書の項目（生物検定法）

項目名 ※　手引き第 1 部第 3 章 1 別紙 1 に対応		確認事項
第 1 一般的事項	1-2 目次	・「手引き」別紙 1 に記載の項目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）	・他機関との業務分担（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 IS017025 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。）
第 2 試料料採取計画	2-3 試料採取地点	・試料採取地点が具体的に（緯度経度又は見取り図等）が記載されているか。（継続調査の場合は、過年度から変更は無いか。）
	2-5 試料採取器具・装置、使用する試薬等	・試料採取器具等の洗浄方法、汚染対策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。
	2-6 試料採取操作の概要	・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。）
	2-7 試料容器	・試料採取容器の洗浄方法、汚染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。
	2-8 採取後の輸送方法	・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。
	2-9 トラベルブランク試験及び二重測定の実施計画	・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）。 ・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。
第 3 試料前処理計画	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）	・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。
第 4 生物検定法	4-3 検量線の作成	・検量線の作成方法、測定方法で定められている近

項目名 ※　手引き第1部第3章1別紙1に対応		確認事項
による試料の測定計画		似式及びその算出過程が記載されているか。
第5 生物検定法における定量結果の確定と結果の報告	5-1 検出下限及び定量下限の算出に係る作業	・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。
	5-3 実測濃度及び測定量(毒性等量)の算出結果の確認に係る作業	・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。
	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	・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。 ・排出ガス試料では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。

第4章　外部機関等に委託する場合に講じる措置にかかる注意事項

4.1　品質保証・品質管理報告書の審査における注意事項

4.1.1　委託者が優先的に審査すべき事項

委託者は外部機関等に対し、発注した業務についての精度管理指針又は手引きの第1部第3章2の品質保証・品質管理結果報告書又はこれに準ずる文書の提出を求め（原則として5年間保存)、審査を行うよう外部精度管理指針に規定されている。

品質保証・品質管理結果報告書に必要事項が記入されているかを確認するため、委託者は品質保証・品質管理結果報告書と併せて別添3-5-1又は3-5-2のチェックリストの提出を求める。品質保証・品質管理結果報告書の審査に当たっては、「2.2.2　事前審査事項について」における審査と同様に、表 2.3及び表 2.4に示す優先的に確認すべき項目の審査を行う。このとき必要に応じて、審査項目に対する品質保証・品質管理結果報告書の記載内容の説明を求める。

外部機関等に明らかな瑕疵があり、再測定の必要性が認められる場合には、委託者は外部機関等と協議を行った上で再測定を求める。再測定の可能性が想定される例を表 4.1及び表 4.2に示す。このような場合には、委託者は外部機関等へ追加説明を求め、許容できるか否かを判断する。なお、委託者自身による判断が困難な場合には、外部の専門家等へ審査を委託することも有効である。

表 4.1　再測定の可能性が想定される例（GC-MS法）

項目名 ※　精度管理指針第1部第3章2別紙2に対応		判定基準・留意点
4　GC-MSによる測定	4-3 検量線の作成	・検量線作成用標準液が1濃度に対して3回未満の測定がある、又は合計15点未満のデータしかとられていない。 ・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%を超える化合物がある。 ・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%を超える化合物がある。 ・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%を超える化合物がある。
	4-6 同定及び定量	・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%未満である。 ・ピーク面積の強度比（塩素同位体比）が理論値に対して15%（定量下限未満では25%）を超えている。

項目名 ※　精度管理指針第1部第3章2別紙2に対応		判定基準・留意点
5 GC-MSによる定量結果の確定	5-1 検出下限及び定量下限 (4)検出下限及び定量下限の一覧表	・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が満たされていない。 ・その他の測定項目（媒体）で、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ない。
	5-2 回収率 (1)クリーンアップスパイク回収率	・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%）に入っていない。
	5-2 回収率 (2)サンプリングスパイク回収率	・一般環境大気・排出ガス試料においてサンプリング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（70%～130%）に入っていない。
	5-3 ブランク試験 (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	・操作ブランク試験が定期的に実施されていない。 ・土壌、底質については、操作ブランクが試料数の10%程度の頻度で実施されていない。 ・操作ブランク値が定量下限値以上である。
	5-3 ブランク試験 (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	・トラベルブランク値が定量下限値以上である。 ・排出ガスについて、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を超えている。又はトラベルブランク値が試料の測定値を超えている。 ・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を超えている。又はトラベルブランク値が試料の測定値を超えている。
	5-4　二重測定の実施状況及び結果並びにその評価	・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%を超えている。 ・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%を超えている。
	5-6 測定用試料の定量結果の確定状況	・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を超えている。（検量線の範囲外で定量を行っている。）
7　添付文書	7-2　全クロマトグラム	・ピーク形状に問題がある。 ・ピークの積分（積分開始と終了、ベースライン高さ）が適切でない。
	7-3 ロックマスチャンネル変動の確認資料	・定量対象ピークの保持時間に、ロックマス強度に20%を超える変動が見られる。

表 4.2　再測定の可能性が想定される例（生物検定法）

項目名 ※　手引き第1部第3章2別紙2に対応		判定基準・留意点
4 生物検定法による測定	4-3 検量線の作成	・以下の項目が検量線作成記録に記載されていない。 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はない。
	4-5 検量線の確認及び感度変動の管理図による確認	・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ない。 ・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ある。
5 生物検定法による定量結果の確定及び結果の報告	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	・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マニュアルの規定から外れている。 ・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マニュアルの規定から外れている。
	5-3 測定量（毒性等量） (1)使用した換算係数	・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ない。 ・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ない。
	5-5 操作ブランク試験の実施状況及び結果並びにその評価	・操作ブランク試験が定期的に実施されていない。 ・操作ブランク値が定量下限値以上である。
	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	・トラベルブランク値が定量下限値以上である。 ・評価方法がマニュアルに従った方法で実施されていない。

項目名 ※　手引き第1部第3章2別紙2に対応		判定基準・留意点
	5-7　二重測定の実施状況及び結果並びにその評価	・二重測定が測定試料の 10%程度の頻度で行われていない。 ・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%を超えている。
	5-8 濃度既知試料の測定による確認	・濃度既知試料の測定が 1 年以上実施されていない。
	5-9 換算係数の確認	・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る又は相関が悪い。
	5-10 回収率の確認	・6 ヶ月以内の GC-MS 法による回収率の測定結果が無い。 ・回収率が 50%～120%の範囲に入っていない。

4.1.2　その他の審査事項

表 2.3 又は表 2.4 に示す項目が判断基準に満足していることを確認後、その他の項目についても審査を行う。品質保証・品質管理結果報告書の全て内容を審査（精査）することは、高度に技術的・専門的知識が必要であることから、外部専門家に委託することも有効と考えられる。

また、多くの検体の分析結果がある場合には、全ての検体について審査することが困難であることも想定される。その場合は、以下に示す観点から優先的に審査する検体を抽出することも考えられる。

① 濃度が基準値を超過した検体
② 濃度が基準の 1/2 を超過した検体（他に基準を超える検体がない場合）
③ 過去の結果と比較して大きな変化が見られる検体
④ 無作為抽出で選定された検体

4.2　査察における注意事項

4.2.1　査察について

外部精度管理指針では委託者は、委託の期間中 1 回以上、外部機関に対して立入による査察を行うよう求められている。立入による査察を行うには、高度の技術的・専門的知識が必要とされることから、外部専門家（有識者）等の同行又は代行を依頼することも考えられる。

なお事前調査時に実地調査を行っていない場合は、委託契約後可及的速やかに査察を実施することが望ましい。また、実地調査を行っている場合で、かつある程度まとまった検体数の分析を委託している場合には、その約 1/3 検体について測定が終わっている段階において、査察を実施する。

あるいは、別添 2 に例示する定期報告・期別報告を求め、これを確認した上で、品質保証・品質管理結果報告書の提出を受け、そののち表 4.3 又は表 4.4 の内容その他確認したい事項（配慮事項に関する具体の取り組み状況、濃度別保管、前処理状況など）をオンラインで確認し（オンライン査察)、これをもって査察を実施したものとすることも可能である。

査察の項目及び査察時に提出を求める資料は、別添 6-1 又は 6-2 のとおりである。立入に代えて審査を実施する場合には、別添 6-1 又は 6-2 の項目を提示し、対応する資料の請求及びその補足説明の聴取を行う。

立入による査察を行う場合に優先的に確認すべき内容を表 4.3 及び表 4.4 に示す。委託者は、査察の記録を作成するとともに、不適切な操作が認められた場合には、その是正措置等について外部機関等と協議し、必要な措置を講じさせる。査察の記録は、原則として 5 年間保存する。

表 4.3　立入による査察において優先的に確認すべき内容（GC-MS 法）

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	(1) 内部監査の実施状況 ・直近に実施された内部監査報告書の確認。 ・内部監査は組織図に従い正しく実施されているか。
2.　施設及び試薬等に関する事項	(1) 施設の管理状況 ・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。 ・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)。 (2) 試薬、標準物質（溶液）の管理状況 ・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。
3.　受託業務の実施体制等	(1) 受託業務の実施体制 ・1.の組織機構図と整合しているか。

	(2) 受託業務の進捗状況及び進行管理の実施状況 ・進捗状況は、品質保証・品質管理計画書と整合しているか。 (3) 品質管理者による品質管理の実施状況 ・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)。
4. 受託業務の試料採取に関する事項	(1) 装置・器具の管理状況 ・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。 (2) 試料採取の実施状況 ・試料採取記録があるか（試料採取時の野帳の確認)。 ・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。
5. 受託業務の試料の前処理に関する事項	(1) 装置・器具の管理状況 ・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。 (2) 試料の受入検査の実施状況 ・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。 (3) 試料の保存・管理の実施状況 ・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。 (4) 試料の前処理の実施状況 ・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。 ・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。
6. 受託業務の GC-MS による測定に関する事項	(1) 測定の実施状況 ・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。 ・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） ・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） ・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が確認できるもの）） ・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） ・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。） ・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） ・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） ・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。）

表 4.4　立入による査察において優先的に確認すべき内容（生物検定法）

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	(1) 内部監査の実施状況 ・直近に実施された内部監査報告書の確認。 ・内部監査は組織図に従い正しく実施されているか。
2. 施設及び試薬等に関する事項	(1) 施設の管理状況 ・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。 ・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。） ・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）。 (2) 試薬、標準物質（溶液）の管理状況 ・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。 ・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。

3. 受託業務の実施体制等	(1) 受託業務の実施体制 ・1.の組織機構図と整合しているか。 (2) 受託業務の進捗状況及び進行管理の実施状況 ・進捗状況は、品質保証・品質管理計画書と整合しているか。 (3) 品質管理者による品質管理の実施状況 ・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)。
4. 受託業務の試料採取に関する事項	(1) 装置・器具の管理状況 ・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。 (2) 試料採取の実施状況 ・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。 ・試料採取記録があるか（試料採取時の野帳の確認)。 (3) 不適切な操作の発生状況 ・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。）
5. 受託業務の試料の前処理に関する事項	(1) 装置・器具の管理状況 ・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。 (2) 試料の受入検査の実施状況 ・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。 (3) 試料の保存・管理の実施状況 ・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。 ・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。 (4) 試料の前処理の実施状況 ・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。 ・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） ・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） ・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。
6. 受託業務の生物検定法による測定に関する事項	(1) 測定の実施状況 ・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。 ・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 ・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 ・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） ・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)。 ・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)。 ・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。） ・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)。

第5章　外部機関等に委託する場合に講じるその他の措置にかかる注意事項

5.1　試料採取への立会における注意事項

5.1.1　試料採取への立会について

試料採取は精度（品質）管理上重要であることから、可能ならば委託者は外部機関等が行う試料採取に立会い、試料採取が適切に実施されていることを確認する。試料採取への立会における確認項目の例を表 5.1 に示す。

表 5.1　試料採取への立会における確認項目例

項　目	確認内容
(1) 採取地点の状況	・前日まで及び当日の天候や周辺の状況等から試料採取に問題のない状態であるか。 ［水質］河川流量、濁りの状態、河川工事等 ・採取作業の安全性に問題はないか。 ・野焼きや火災等、近隣で通常とは異なるダイオキシン類の発生源がないか。
(2) 試料採取器具･装置・容器等	・試料採取器具・装置・容器等は、規格・マニュアルに規定された材質のもの（別添 1-2 参照）で、品質保証・品質管理計画書に記載されたものが使用されているか。 ・試料採取器具・装置・容器等は洗浄され、汚染防止対策が行われているか。 ・複数地点で同一の試料採取器具・装置を使用する場合、試料間の汚染防止のために器具等の洗浄を行っているか。
(3) 試料採取操作	・試料採取操作は、試料の代表性が確保され、品質保証・品質管理計画書のとおりに適切に行われているか。 ［一般環境大気］ハイボリウムエアサンプラの設置場所、流量及び採取時間 ［排出ガス］排出ガス流速に対して等速吸引、採取装置の漏れ試験の実施、その他（CO、O_2）の連続測定 ［水質］河川では原則的に流心で採取、地下水では必要に応じてパージ（予備揚水）を行い原則的にストレーナーの位置で採取 ［底質］表層から 10cm 程度を 3 回以上採取して混合 ［土壌］表層から 5cm まで（農用地等では 30cm まで)、5 地点混合方式 ［ばいじん燃え殻］数箇所から採取し、不燃物等の異物を取り除き、十分に均質化する ・水質では、試料採取器具（ステンレス製バケツ・柄杓等）を使用する場合は試料水で共洗いしているか。なお、試料容器（ガロン瓶）は共洗いをしてはならない。 ・試料採取時の汚染防止のための配慮を行っているか。 ［水質］河川では採取者の上流側で採取、地下水では採取用のロープやホースへの周辺土壌の付着防止

項　目	確認内容
	［一般環境大気］ハイボリウムエアサンプラの排気による粉塵・土壌等の巻き上がりの吸引防止。 発電機を使用する場合、その排気の吸引防止。 ・再分析が可能な量を採取しているか（一般環境大気、排出ガス以外）。 ・二重測定の実施地点では、二重測定用の試料を採取しているか。 ・一般環境大気、排出ガスでは、サンプリングスパイクを添加しているか（GC-MS 法の場合）。その添加部位は規格・マニュアルに準拠しているか。 ・一般環境大気、排出ガスでは、トラベルブランクを実施しているか（実施する計画となっている場合）。 ・試料採取器具や容器の取り違えが無いよう注意が払われているか。 ・試料採取中・後の周辺住民や環境への配慮がされているか。（騒音、汚染の抑止、原状復帰など）
(4) 記録等	・試料採取野帳等に必要事項を記録しているか。 ・試料の識別（ラベル等）が適切に行われているか。 ・試料採取時の写真を撮影しているか。
(5) 試料の輸送	・規格・マニュアルに規定されているとおりの条件（別添 1-2 参照）で輸送を行っているか。 ・容器等の破損防止の配慮がされているか。 ・試料容器等は個別に密封され、漏れや汚染が無いように配慮がされているか。

5.2　クロスチェック等における注意事項

外部精度管理指針において、委託者は必要に応じクロスチェック等を実施し、外部機関等による環境測定が適切に実施されていることを確認することが求められている。

クロスチェックに代えて、外部機関等が参加したクロスチェックや技能試験等の結果を確認することも有効である。なお、MLAP 及び ISO17025 の認定においては、技能試験等への参加が必須となっている。

表 5.2　ダイオキシン類分析を扱う技能試験・クロスチェック

実施機関名	名　称	分　野	ダイオキシン類の 測定項目（媒体）
公益社団法人 日本分析化学会	技能試験	ダイオキシン類、食品成分、プラスチック成分、トレーサビリティと不確かさ、放射能、土壌中無機成分、河川水中の無機成分	底質、模擬排水、ばいじん、土壌、フライアッシュ ＊年 1 回実施。近年は「底質又は土壌」「模擬排水」「ばいじん又はフライアッシュ」が、3 年周期で実施されている。
社団法人 日本環境測定分析協会	MLAP 技能試験	ダイオキシン類	ばいじん(H30)、土壌(H27) ＊MLAP 認定事業者を対象として、3 年に 1 回実施。
	極微量物質研究会(UTA 研)クロスチェック	ダイオキシン類、PCB	ばいじん、模擬大気、灰、底質、土壌 ＊極微量物質研究会(UTA 研)会員による年 1 回のクロスチェックを実施。
環境省	環境測定分析統一精度管理調査	環境（ばいじん、水質、底質、土壌、大気、排ガス等）	底質(H28,H19,H18）、土壌(H23）、ばいじん(H21,H20)、ばいじん抽出液(H17) ＊近年、ダイオキシン類を対象とした調査の頻度は少ない。
European Union Reference Laboratory (EURL)	Proficiency tests	ダイオキシン類、PCB	食品、飼料 ＊分析方法として、高分解能 GC-MS 法及びその他の GC-MS 法、生物検定法が認められている。

＜参考＞

技能試験とは

複数の試験所で同じサンプルの試験を実施し、事前に定めた評価基準に従って、参加試験所の試験の成績を判定するもので ISO/IEC 17043（JIS Q 17043）(適合性評価-技能試験に対する一般要求事項)に基づくものを「技能試験」と呼んでいる。MLAP 及び ISO/IEC 17025 の認定及び認定の継続においては、技能試験（又は試験所間比較）の参加結果が技術能力の根拠の一つとして審査される。

技能試験における報告値の評価

技能試験では、報告値の評価は「ｚスコア」で行われる。下記の評価基準に照合して報告値を評価することができる。

ｚスコアによる評価基準

	$\lvert z \rvert \leqq 2$	満足
$2 <$	$\lvert z \rvert < 3$	疑わしい
$3 \leqq$	$\lvert z \rvert$	不満足

クロスチェックを委託者が独自に行う場合は、「環境測定分析を外部に委託する場合における精度管理に関するマニュアル」（平成 22 年 7 月）を参考に下記に示す方法が考えられる。この場合、クロスチェックへの参加機関は、委託者の状況に応じ、複数の委託先の外部機関等とする。複数の委託先が無い場合は、地方環境研究所とのクロスチェックとすることも考えられる。

① 実試料を分割して実施する方法

委託者（又は地方環境研究所等）が実試料を多量に採取し、それを必要な数に分割して、参加機関に配付する。参加機関は分析結果を委託者に提出する。この方法では、試料の濃度が未知のため結果の評価が難しくなる場合もある。

② 実試料を同時採取して実施する方法

参加機関（及び地方環境研究所等）が実試料を同時に採取し、分析結果を委託者に提出する。この方法では、試料採取を含めた評価が可能であるが、濃度未知のため結果の評価が①よりもさらに難しくなる場合もある。

③ 標準液を調製して実施する方法

委託者（又は地方環境研究所等）が標準液を調製し、参加機関に配付する。参加機関は分析結果を委託者に提出する。この方法では、試料の濃度が既知のため、結果の評価が容易となる。

④ 濃度既知試料を用いて実施する方法

市販の標準試料（認証値等が付与された試料）、又は過去に同様の調査を行い、残っている濃度既知の試料を参加機関に配付する。この方法では、試料の濃度が既知のため結果の評価が容易となる。

認定制度の解説

MLAP（特定計量証明事業者認定制度）

特定計量証明事業者認定制度 (MLAP; Specified Measurement Laboratory Accreditation Program)は、ダイオキシン類などの極微量物質の計量証明の信頼性の向上を図るため、平成 13 年 6 月の計量法の改正により導入された認定制度である。ダイオキシン類などの証明事業を行おうとする者は、独立行政法人製品評価技術基盤機構（NITE）の組織内にある認定センター（IAJapan）に認定の申請をして、特定計量証明事業者の認定を受けることができる。認定基準は ISO/IEC 17025 に沿っているが、計量法に基づく独自の制度であるため ISO/IEC 17025 と異なっている部分もある。

計量証明事業を行う場合は、都道府県の登録を受けなければならない。大気、水又は土壌中のダイオキシン類の濃度（計量証明事業の区分では「特定濃度」という。）の計量証明事業登録を受ける場合は、MLAP の認定を受けていることが条件となる。

ISO/IEC 17025（試験所及び校正機関の能力に関する一般要求事項）

ISO/IEC 17025（日本産業規格では、JIS Q 17025）は、試験所及び校正機関が特定の試験又は校正を実施する能力があるものとして認定を受けようとする場合の一般要求事項を規定したものである。ISO/IEC 17025 に基づき試験所・校正機関の技術能力及び管理システム能力を第三者（認定機関）によって確認する仕組みを「試験所認定」という。認定は試験所全体に対してではなく、試験項目等毎に行われる。日本の認定機関としては、独立行政法人製品評価技術基盤機構（NITE）の組織内にある認定センター（IAJapan）及び公益財団法人日本適合性認定協会（JAB）がある。この他に同様の認定を日本で行う海外認定機関がある（例えば、ペリージョンソン ラボラトリー アクレディテーション インク（PJLA）等）。認定機関が締結する国際的な相互承認協定（MRA）により、認定を受けた試験所の試験データは他国での受け入れが容易となる。

用語集

本注意事項で使用されている専門用語について、ダイオキシン類測定の外部精度管理を実施する上で特に理解を深めることが望ましい用語について解説する。各用語の厳密な定義については規格・マニュアル等を参照されたい。

ここでは、ダイオキシン類に係る一般的な用語、測定に係る用語をカテゴリ別に解説する。

＜ダイオキシン類に係る一般的な用語＞

用語	解説
PCDD	ポリ塩化ジベンゾーパラージオキシンのことで、ダイオキシン類対策特別措置法においてダイオキシン類として定義されている。複数ある異性体を総称する場合には PCDDs と表記される。塩素原子の数・置換位置により 75 種類の化合物があるが、ダイオキシン類としての毒性を有しているのは 7 種類である。
PCDF	ポリ塩化ジベンゾフランのことで、ダイオキシン類対策特別措置法においてダイオキシン類として定義されている。複数ある異性体を総称する場合には PCDFs と表記される。塩素原子の数・置換位置により 135 種類の化合物があるが、ダイオキシン類としての毒性を有しているのは 10 種類である。
コプラナーPCB	コプラナーポリ塩化ビフェニルのことで、ダイオキシン類対策特別措置法においてダイオキシン類として定義されている。名称が意味する構造以外のポリ塩化ビフェニル（PCB）も含まれるが、詳細は「関係省庁共通パンフレット　ダイオキシン類　2012」を参照のこと。複数ある異性体を総称する場合にはコプラナーPCBs、Co-PCBs、DL-PCBs と表記される。PCB は 209 の化合物があるが、ダイオキシン類としての毒性を有しているのは 12 種類である。
Co-PCB	Coplanar PCB の略称である。
DL-PCB	Dioxin-Like PCB（ダイオキシン様 PCB）のことで、意味はダイオキシン類対策特別措置法においてダイオキシン類として定義されているコプラナーPCB と同じである。
毒性等価係数	最も毒性が強い 2,3,7,8-TeCDD の毒性を 1 として他のダイオキシン類の仲間の毒性の強さを換算した係数のこと。TEF（Toxic Equivalency Factor）と表記されることもある。TEF は、WHO（世界保健機関）により直近で 2006 年に改正されており、29 種類の化合物に対して 1～0.00003 までの数値が設定されている。
2,3,7,8 位塩素置換異性体	PCDDs、PCDFs のうち、TEF を有する化合物のこと。17 種類の化合物がある。
毒性等量	ダイオキシン類全体の毒性の強さを示す量であり、TEQ（Toxic Equivalent）と表記される。環境基準や排出基準等は TEQ で設定されている。GC-MS 法では毒性を有する 29 種類の化合物の測定された量や濃度に、それぞれの TEF を乗じた上で足し合わせて求める。生物検定法では生物検定法により測定される濃度と GC-MS 法によって求めた濃度との関係から得られる換算係数を用いて TEQ を求める。

＜ダイオキシン類測定に係る用語－試料採取、分析測定関連＞

ダイオキシン類の測定の流れは、「試料採取」、「前処理」、「分析」の順で実施される。

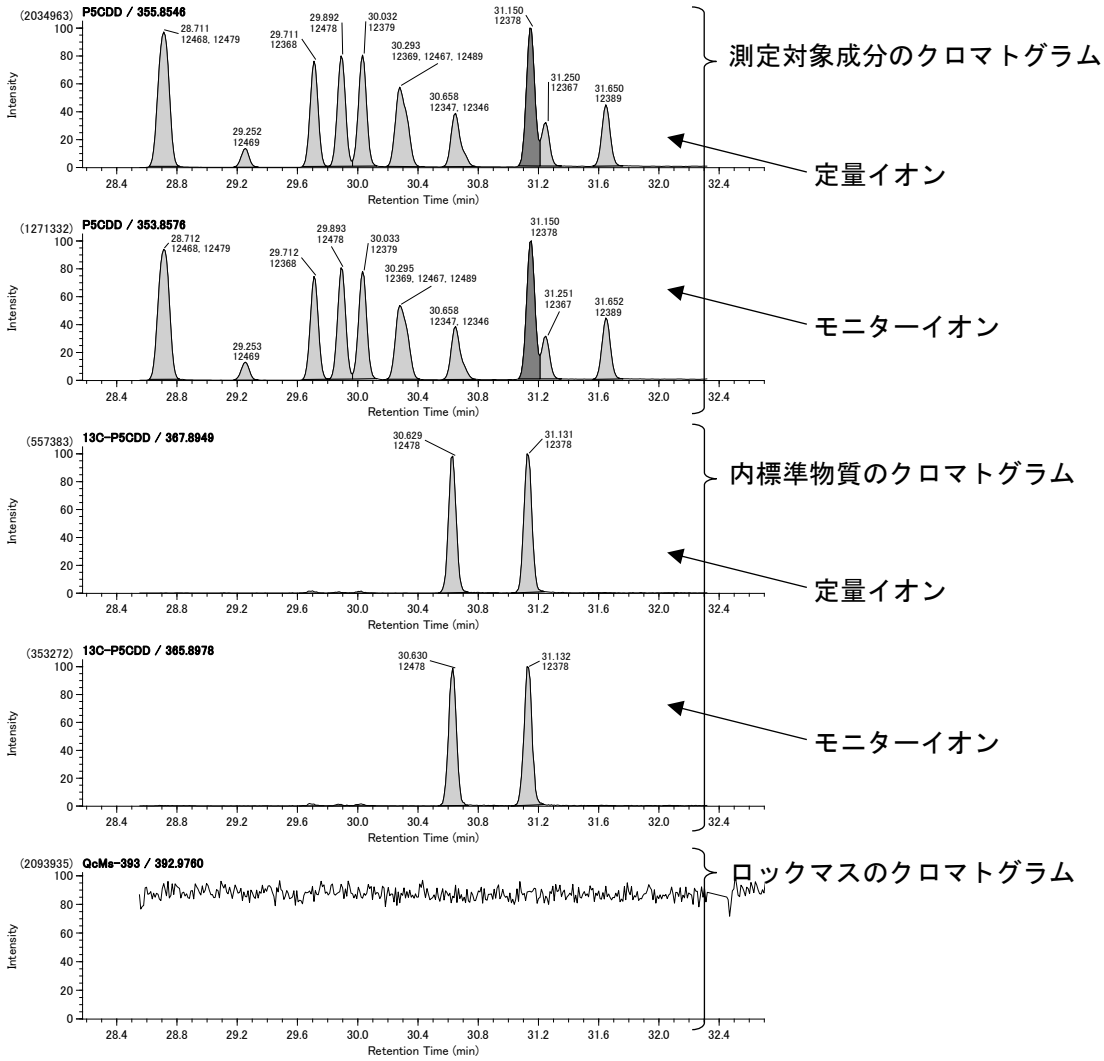
試料採取では、気体成分（排出ガス、一般環境大気）は専用の機器を使用するため、これらが正しく操作されているかに加えて、定期的に点検・校正されているかも重要である。

用語	解説
等速吸引	排出ガス中のダイオキシン類はガス中だけでなく粒子にも付着していることから、粒子状物質濃度が実際の排出ガスと等しくなるように試料を採取しなければならない。このために試料採取器具の吸引ノズルは排出ガスの流れに直面させるとともに、吸引速度を排出ガスと等しくする必要があり、このような試料採取を等速吸引という。吸引流速が排出ガスの流速と等しくなっているかは圧力測定に

	より確認している。
ハイボリウムエアサンプラ	環境空気中に浮遊する粉じんの濃度測定の試料採取に使用される機器。ダイオキシン類測定では、24 時間平均値を求める場合は、700L/min 程度の高流量で 24 時間採取する。週平均値を求める場合は、700L/min 程度の高流量で 24 時間採取する操作を 7 回繰り返すか、100L/min 程度の中流量で 7 日間の連続採取を行う。
前処理	前処理では、機器分析で使用する機器で測定できるように、分析の妨害となる物質の除去や濃度調整を行う。ダイオキシン類測定の前処理の主な内容は抽出操作（試料からダイオキシン類を液体に取り出す)、クリーンアップ操作（抽出した液体からダイオキシン類分析の妨害となる物質を除去する)、濃縮操作（機器で測定できるレベルまで濃度を高める）からなる。
抽出操作	前処理の 1 過程である。ダイオキシン類分析では固体には主にソックスレー抽出、液体は液－液抽出が行われる。抽出方法は測定項目（媒体）ごとの規格・マニュアルで指定されており、これ以外の方法を採用する場合には分析機関による検証結果により妥当性が確認されている必要がある（メーカーや他機関による資料等を参照させることで適用することは不可能である。)。
GC-MS 法	GC-MS はガスクロマトグラフ（GC）と試料成分の構造解析及び極微量分析に優れている質量分析計（MS）とを直結した装置で、GC と MS のそれぞれの特徴を生かした分析機器であり、ダイオキシン類測定に適用されている。使用する GC と MS の組み合わせにより、簡易測定法も位置付けられている。
生物検定法	物質の量や構成成分、効力を、その物質を与えられた生物の反応から推定する方法。バイオアッセイ(生物学的定量法)ともいう。ダイオキシン類測定では簡易測定法として導入されている。測定方法としてレポータージーンアッセイ、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、直接競合酵素免疫測定法、間接競合酵素免疫測定法、結合平衡除外法が利用されたものが公定法に位置付けられている。

＜ダイオキシン類測定に係る用語－クロマトグラム関連＞

GC-MS による機器分析で得られるクロマトグラムは、ダイオキシン類の同定や定量等に必要な基礎情報が得られる重要なものである。試料測定結果のクロマトグラムは以下のように 5 個のクロマトグラムを同時に比較しながら確認することが効率的であり、分析機関が使用しているソフトウェアで出力が可能な場合には、指定することが望ましい（5 つのクロマトグラムの並び順は問わない)。



用語	解説
クロマトグラム	GC-MS による測定で得られたチャートであり、横軸は時間、縦軸は MS で得られた強度（応答）が得られる。ダイオキシン類が化合物毎にピークとなって現れる。
質量電荷数比（m/z）	MS では測定対象物質をイオン化して検出するが、イオン化した際の分子量（重さ）と電荷数の比のこと。m/z とも表記される。ダイオキシン類測定では m/z を短時間の間に繰り返し変化させることで、同時に複数の m/z のクロマトグラムを得ている。それぞれの m/z をチャンネルと呼ぶこともある。ダイオキシン類分析では、測定対象成分（濃度を求める対象のダイオキシン類。炭素原子が全て ^{12}C からなるダイオキシン類）と内標準物質（炭素原子として ^{13}C を使用して人工的に合成したダイオキシン類で、分析のために添加される）、ロックマス（MS の安定性を確認するための物質）が設定される。
測定対象成分	炭素原子が全て ^{12}C で構成されたダイオキシン類のこと。測定対象のダイオキシン類を示す。自然界には ^{12}C が約 99%、^{13}C が約 1%の比率で存在しているが、ダイオキシン類は炭素原子を 12 個有しているため、自然界で最も多く存在するダイオキシン類は炭素の全てが ^{12}C で構成されたものである。Native と表記されることもある。
内標準物質	炭素原子が全て ^{13}C 又は塩素原子が全て ^{37}Cl で人工的に合成されたダイオキシン類のこと。「ラベル体」、「Labeled」、「^{13}C」、「^{37}Cl」等と表記されることもある。ダイオキシン類濃度の定量や回収率などの精度管理の目的で一定量が添加される（試料中で濃度既知となる）。内標準物質にはサンプリングスパイク（一般環境大気及び排出ガスのみが対象）、クリーンアップスパイク、シリンジスパイク

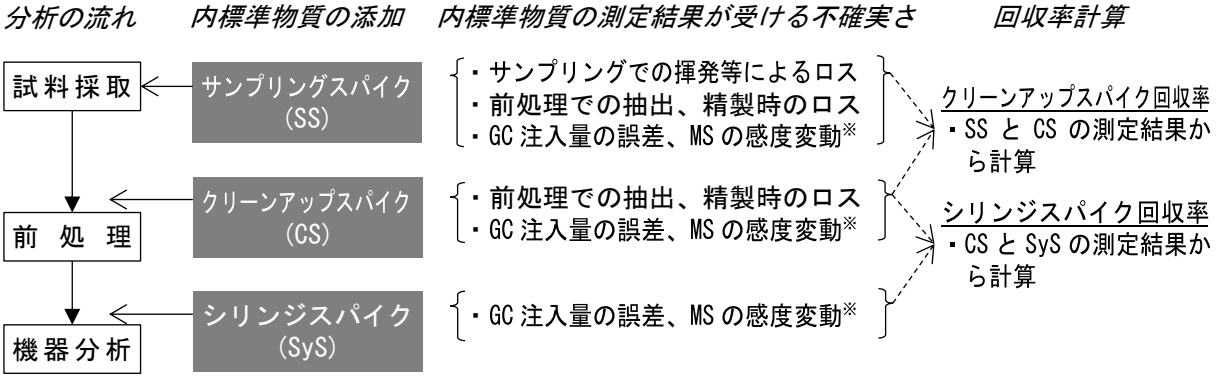
	がある。これらは試料採取段階、前処理の抽出前の段階、GC-MS 測定の直前の段階で添加されるが、それぞれ区別するために別々の化合物が使用される。測定対象成分と構造が同一の場合には、化学的性質は同じだが重さが異なるため、GC（化学的性質を利用した時間的な分離）では同じ時間で通過し、MS（質量電荷数比を利用した分離）で両者を選別して別々のチャンネルのクロマトグラムにピークが得られる。 なお、生物検定法は化学的性質を利用して測定するものであるため、内標準物質を区別することはできないことから、内標準物質は添加しない。
定量イオン	測定対象成分、内標準物質ともに、最低 2 つの質量電荷数比が設定されて測定が行われる。測定されるダイオキシン類は塩素原子を 4 つ以上有しているが、自然界では ^{35}Cl が約 76%、^{37}Cl が約 24%の比率で存在しており、^{35}Cl と ^{37}Cl の組合せによって同じ構造でも様々な重さのダイオキシン類が存在している。これらのうち、一般には存在量が多い 2 種類の重さに着目して質量電荷数比が設定され測定されている。定量イオンとは設定されている質量電荷数比で存在割合が多い方を示している。「1st チャンネル」と呼ばれることもある。
モニターイオン	設定されている質量電荷数比で存在割合が少ない方を示している。「確認イオン」、「2nd チャンネル」と呼ばれることもある。
ロックマス	ダイオキシン類の測定では PFK（パーフルオロケロセン）が使用されている。MS イオン源に PFK を微量導入しながら試料とともに PFK を測定し、一定の強度が得られていることを確認する。ロックマスのクロマトグラムが変動している場合、装置の調整や前処理における精製が不十分である可能性がある。特に、ロックマスモニターの変動が定量対象化合物ピークと重なる場合、定量対象化合物の正確な応答が得られていない可能性があり注意が必要である。
ピークのアサイン	クロマトグラム上の各ピークに対応する化合物を識別すること。分析の効率化等の目的で GC 測定条件（昇温条件等）が変更されることがあるが、ピークの分離状況や出現順位が変化する場合があるので注意が必要である。
ノイズ	クロマトグラムでピークが出現していない箇所でのチャートの微細な振動の振れ幅
ベースライン	クロマトグラムのピーク高さを求める上での基準となる高さであり、ノイズの中央値の高さ
ピーク高さ	クロマトグラムのベースラインにおけるノイズの中央値とピークの頂点との距離。
ピーク面積	クロマトグラムピークの始まりから終わりにわたって、ピーク高さを積分したもの。
保持時間	クロマトグラムにおいて、GC に試料を導入後、特定成分のピークの頂点が現れるまでの時間のこと。リテンションタイムや溶出時間ともいう。
フラグメントイオン	MS では測定対象物質をイオン化するが、イオン化した際に一部の原子や分子が分離することがあり、これによって生じた重さが小さくなった物質のイオンのこと。例えば 7 塩素化 PCB のイオン化で塩素原子が 1 つ外れた場合には、フラグメントイオンとして 6 塩素化 PCB と同じ質量電荷数比を持つイオンが生じるため、6 塩素化 PCB のクロマトグラム上にフラグメントイオンが出現する。フラグメントイオンが本来測定したい物質の保持時間に出現すると分析の妨害となる。
塩素同位体比	ダイオキシン類として期待されるクロマトグラムのピークをダイオキシン類として同定するための条件として利用されている。自然界では ^{35}Cl が約 76%、^{37}Cl が約 24%の比率で存在しており、例えば塩素原子を 4 個持つダイオキシン類では、^{35}Cl を 3 個と ^{37}Cl を 1 個持っている確率が最も高く、^{37}Cl を 0 から 4 個持つダイオキシン類のそれぞれの存在割合は確率計算で推定できる。定量イオンと確認イオンの 2 つのクロマトグラムで得られたピーク面積を比較して、理論的に推定される比率（理論塩素同位体比）と比較して一定の基準に入っていれば、ダイオキシン類として同定可能となる。基準を満足できない場合は、定量イオン又はモニ

	ターイオンのどちらかに、ダイオキシン類と同じ保持時間かつ質量電荷数比の物質が検出されていることを示す。この場合には前処理の改善等で分析の妨害となる物質を除去する必要がある。ダイオキシン類分析では塩素原子の安定同位体に着目していることから、m/z を M や M+2、M+4 と表現することが多い。ここで、M は ^{37}Cl が 0 個、M+2 は ^{37}Cl を 1 個、M+4 は ^{37}Cl を 2 個持っている化合物を測定するために設定されている。

＜ダイオキシン類測定に係る用語－精度管理関連＞

ダイオキシン類測定では内標準物質の回収率や汚染の混入の程度、測定結果の再現性等の精度管理項目が設定されている。

内標準物質の回収率については、GC-MS 法の精度管理項目の一つであり、以下の図において、分析の流れと添加段階、測定結果が受ける影響（不確実さ）を含めて以下の図で補足する。



※通常の測定では試料を約 20～40μL 程度（約 1 滴相当）に濃縮し、ここから 1～2μL 程度が GC-MS 測定に使用される。この濃縮量や注入量を厳密に制御することは不可能である。さらに、分析機器（MS）も感度は一定ではない（同じ量が注入されても同じ大きさのピークになるとは限らない）ため、測定の直前にシリンジスパイクを添加して GC-MS に注入した量と MS の感度の変動を補正している。

用語	解説
サンプリングスパイク	一般環境大気や排出ガスといった気体状の試料は捕集材に付着・吸着させ、捕集材を測定に使用する。サンプリングスパイクは捕集材に添加され、試料採取時の揮発等によるダイオキシン類のロスの状況を確認するために添加される内標準物質である。サンプリングスパイクは揮発性が高い化合物が選定される。
クリーンアップスパイク	クリーンアップスパイクはダイオキシン類の定量計算や前処理におけるダイオキシン類のロスの状況を確認するために前処理の前に試料に添加される内標準物質である。TEF を有する化合物を中心に選定される場合が多く、土壌や底質の測定マニュアルでは TEF を有する全 29 化合物のクリーンアップスパイクを使用することが要求されている。
シリンジスパイク	シリンジスパイクは測定溶液の GC への注入量の状況及び測定時の MS の感度変動を把握するために GC-MS 測定の直前の段階で測定溶液に添加される内標準物質である。
回収率	試料採取段階又は前処理段階でのダイオキシン類のロスの状況を内標準物質の測定結果から把握する。サンプリングスパイクの回収率はサンプリングスパイクとクリーンアップスパイクのピーク面積値から、クリーンアップスパイクの回収率はクリーンアップスパイクとシリンジスパイクのピーク面積値から計算する。シリンジスパイクも回収率として説明される場合があるが、これは標準液測定時のシリンジスパイク面積値と試料測定時のシリンジスパイクの面積値の比のことを示している。

二重測定	試料採取、前処理操作及び測定操作における総合的な信頼性を確認するために、同一試料を 2 回測定し、得られた結果を比較評価する方法。
トラベルブランク	試料採取準備時から採取試料の運搬までの汚染の有無を確認するためのものであり、試料採取操作以外は試料と全く同様に扱い、持ち運んだものについて、測定を行うことにより実施する。一般環境大気や排出ガスでは捕集材にダイオキシン類を付着・吸着させるが、試料採取作業時以外でも大気中に存在するダイオキシン類に汚染されやすいため、これを確認するために実施されている。
操作ブランク	測定用試料の調製又は GC-MS への導入操作などに起因する汚染を確認し、測定に支障のない測定環境を設定するために行うものである。一般には試料の前処理に用いるのと同じ試薬を同じ量用いて前処理操作及び GC-MS 測定を試料と同様に行う。
検出下限	測定対象の化学物質の存在を高い信頼性で検出できる最小量のこと。
定量下限値	安定した精度で測定対象の化学物質を定量できる濃度又は量のこと。
検量線	機器分析において、ある成分の特定の性質に着目して定量分析を行う際に、標準溶液等をあらかじめ作成し、濃度等と測定値との関係を示す曲線（多くの場合は直線）を求め、これを定量のために用いる。この関係を示す曲線を検量線という。
相対感度	基準にする成分の単位量当たりのピーク面積に対する分析種の単位量当たりのピーク面積との比のこと。ダイオキシン類分析では検量線作成用標準液を使用した測定を通じて、RRss、RRcs、RRrs の 3 種類の相対感度を求める。
RRss	検量線作成用標準液の測定結果より求めた、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こと。サンプリングスパイクの回収率の計算で使用する。
RRcs	検量線作成用標準液の測定結果より求めた、測定対象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こと。ダイオキシン類濃度の定量計算で使用する。
RRrs	検量線作成用標準液の測定結果より求めた、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こと。クリーンアップスパイクの回収率の計算で使用する。