

# ダイオキシン類調査における品質管理マニュアル(案)

平成 17 年 3 月

国土交通省河川局河川環境課



## 目次

1. はじめに.....	1
2. マニュアルの位置づけ.....	2
3. ダイオキシン類調査の品質管理.....	3
3.1. 仕様書の作成.....	3
3.1.1 総則.....	3
3.1.2 業務内容.....	3
3.1.3 品質管理書類の作成.....	5
3.1.4 採取方法.....	5
3.1.5 分析方法.....	6
3.1.6 品質管理.....	6
3.1.7 その他.....	8
3.2. 請負機関の選定.....	8
3.3. 業務の発注及び打合せ.....	8
3.4. 品質管理計画書の要求.....	8
3.5. 品質管理計画書の内容確認.....	11
3.6. 試料の採取・測定の指示.....	11
3.7. 測定結果の一次報告の要求.....	11
3.7.1 一次報告の内容.....	11
3.7.2 一次報告の提出期限.....	11
3.8. 測定結果の一次報告の確認.....	11
3.9. 精査対象検体の抽出.....	12
3.9.1 対象グループの分け方.....	13
3.9.2 高濃度検体の抽出.....	13
3.9.3 スクリーニングによる抽出.....	13
3.10. 品質管理報告書(雛型)の確認.....	15
3.10.1 品質管理報告書(雛型)の提出.....	15
3.10.2 報告書全体の確認事項.....	15
3.10.3 報告書の個別資料(①～⑩)の確認事項.....	15
3.11. 品質管理報告書の要求.....	17
3.12. 品質管理報告書の予備精査.....	17
3.12.1 品質管理報告書の様式.....	17
3.12.2 品質管理報告書の内容確認.....	18
3.13. 精査.....	23
3.14. データの確定.....	23

4. 用語集【50音順】.....	31
別添-1 品質管理報告書フォーマット .....	37
別添-2 品質管理報告書の入力方法.....	59
別添-3 品質管理報告書(共通資料)の作成方法 .....	79
別添-4 品質管理報告書フォーマットー検量線 .....	83

## 1. はじめに

国土交通省河川局河川環境課では、全国の一級河川直轄管理区間において、ダイオキシン類の水質・底質中の実態を把握するとともに、河川における今後の監視や汚染除去方策等の在り方について検討資料を得ることを目的として、平成 10 年度から毎年、「全国一級河川におけるダイオキシン類に関する実態調査」を実施してきた。これまでのダイオキシン類調査では、全国の一級河川直轄管理区間ごとに各地方整備局(北海道開発局を含む)が業務発注し、個別に調査機関の選定、現場調査並びに測定工程を管理してきたが、測定結果の品質管理については、学識経験者からなる「ダイオキシン類精度管理委員会」において実施されてきた。

現在、国土交通省では、省内の複数の部署にまたがる業務の簡素化及び省力化の推進に取り組んでおり、ダイオキシン類調査についても、調査機関の選定から現場調査、測定、品質管理、データの確定に至る調査の全工程を各地方整備局から発注される業務の中で完結できるよう、方向転換を図っている。このような状況を受けて、国土交通省では、今後、品質管理を含めたダイオキシン類調査の全工程を各地方整備局で実施していくに当たり、これまでのダイオキシン類調査における精度管理委員会で培った手法及び知見を、「ダイオキシン類調査における品質管理マニュアル(案)」として文書化し、まとめることになった。

マニュアルの作成に当たっては、平成 10 年度より実施している、「全国一級河川におけるダイオキシン類に関する実態調査」における精度管理委員会で培った方法及び知見に加えて、ダイオキシン類にかかわる既存の各種試験所認定制度における品質管理の手法を参考として、ダイオキシン類調査における品質管理の項目及び方法等について素案を作成し、それらの内容について検討を行った。

本マニュアルは、現時点におけるダイオキシン類調査にかかわる品質管理の知見及び経験に基づいてとりまとめたものであるが、ダイオキシン類調査の品質管理については、現在、各方面で検討が続けられている。このため、今後の検討結果の積み重ねや新たな品質管理手法の開発動向、並びにダイオキシン類に関する今後の社会動向等を踏まえて、有効と判断された手法については、今後も積極的に取り入れ、逐次、本マニュアルを改訂していくこととしている。

平成 17 年 3 月

国土交通省河川局河川環境課

## 2. マニュアルの位置づけ

ダイオキシン類による水質の汚濁及び底質の汚染にかかわる環境基準がダイオキシン類対策特別措置法(平成 12 年 1 月施行)により制定されたことを受けて、国土交通省河川局河川環境課は、ダイオキシン類の常時監視を行う際の調査方針及び技術的手法をとりまとめ、平成 15 年 6 月に「河川、湖沼等におけるダイオキシン類常時監視マニュアル(案)」(以降、「常時監視マニュアル」とする)として策定した。この常時監視マニュアルでは、河川、湖沼等から採取した水質及び底質のダイオキシン類の分析は、水質については日本工業規格「工業用水・工場排水中のダイオキシン類の測定方法 JIS K 0312 (2004)」(以降、「JIS K 0312 (2004)」とする)、また、底質については「ダイオキシン類に係る底質調査測定マニュアル」(平成 12 年 3 月、環境庁)に従って行うこととしている。また、これらの規格に従って試料採取、測定されたダイオキシン類の分析結果について客観的な評価を行い、その信頼性を確保していくために、常時監視マニュアルでは、河川管理者から業務を委託された請負機関がダイオキシン類調査を行う際、調査機関内における品質管理が不可欠であり、外部機関によって確認されることが望ましいとしている。本マニュアルは、国土交通省河川局河川環境課が平成 10 年度から実施してきた「全国一級河川におけるダイオキシン類に関する実態調査」における精度管理委員会で培われた知見に基づいて、各地方整備局(北海道開発局を含む)がダイオキシン類調査における品質管理を実施していくための手法を詳細にとりまとめたものである。

### 3. ダイオキシン類調査の品質管理

地方整備局(北海道開発局を含む)は、以下の項目に沿ってダイオキシン類調査における品質管理を進め、データを確定することとする。その品質管理の流れを図-1に示す。なお、品質管理を行うに当たっては、地方整備局では学識経験者等の有識者の意見を聞きながら作業を進めていくことが望ましい。また、調査を実施する機関においては、内部品質管理を実施していることを前提とする。

#### 3.1. 仕様書の作成

地方整備局は、ダイオキシン類調査にかかわる仕様書を作成する。仕様書には以下の内容が明記されていることが望ましい。本マニュアルは、品質管理の手法について示しているため、仕様書の内容には、品質管理にかかわる事項のみについて記載している。なお、品質管理上、仕様書の作成は重要である。

##### 3.1.1 総則

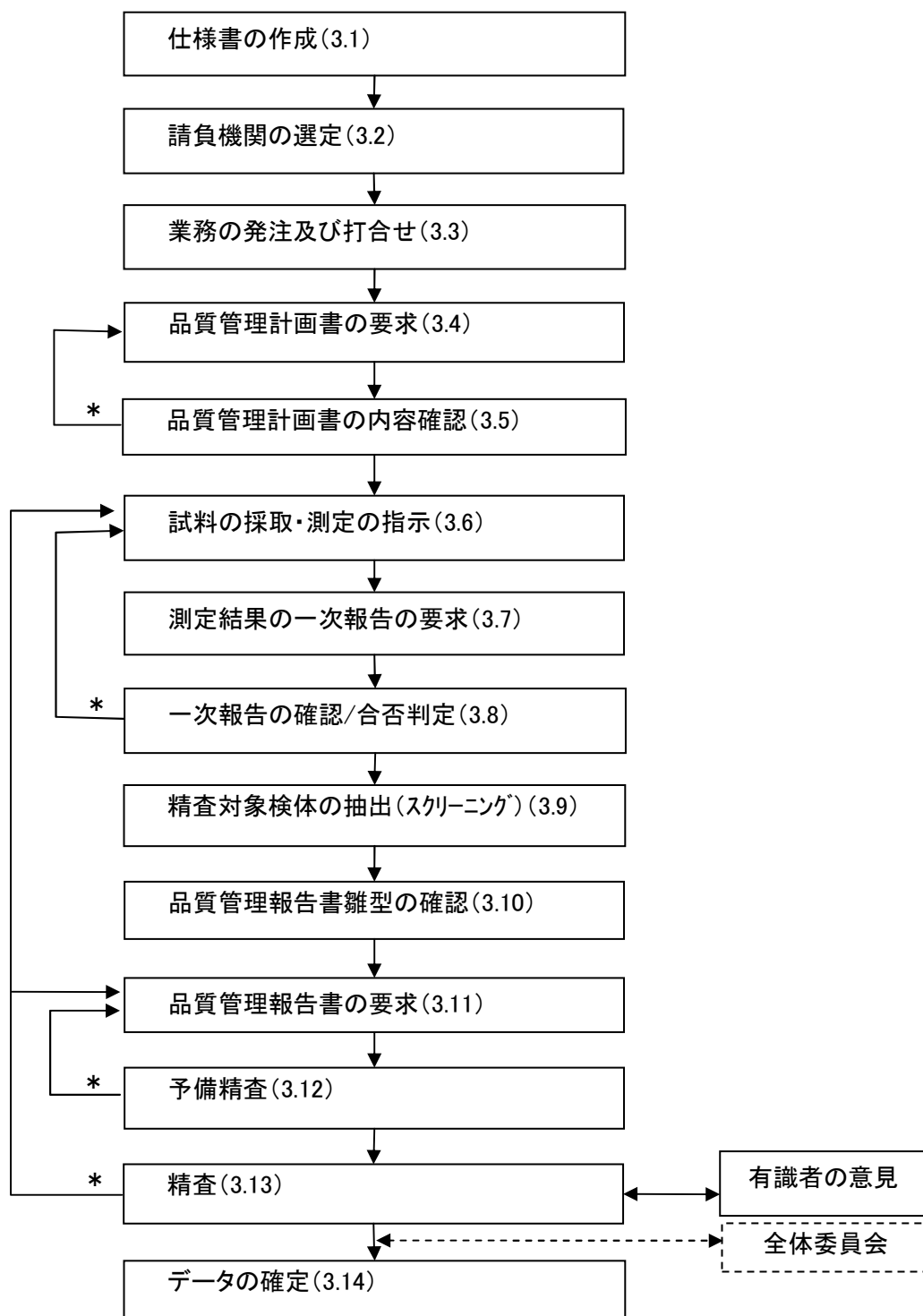
総則として、次の項目について明記されていることが望ましい。

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

##### 3.1.2 業務内容

業務内容として、次の項目について明記されていることが望ましい。

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



(注)：括弧内の数値は、章の項目番号。

\*：必要に応じて資料の修正及び再提出を求める。

図-1 ダイオキシン類調査における品質管理の流れ



### 3.1.3 品質管理書類の作成

品質管理書類には、次の項目若しくは留意点が明記されていることが望ましい。

- 1) 品質を保証し管理するための計画書(品質管理計画書)の提出期日
- 2) 品質管理計画書(3.1.3 参照)の作成方法
- 3) 品質管理計画書の提出部数
- 4) 品質管理計画書の発注者が承認後、試料採取を開始
- 5) 分析測定終了後、品質管理報告書の一次報告(「①この検体の情報」及び「②測定分析結果(試料)」)
- 6) 品質管理報告書の作成方法
- 7) 品質管理報告書とともに提出する共通資料(Injectionリスト、検量線、分析フロー等)と各検体に関する事項(試料ごとのクロマトグラム等)の提出方法。表紙には以下の事項を記入する。
  - (ア) 共通資料のファイル
    - ① 「共通資料」であることを記入する。
    - ② 調査年度、調査時期(秋期等)
    - ③ 分析機関名
  - (イ) 各試料ファイル
    - ① 調査年度、調査時期(秋期等)
    - ② 試料番号及び地点名
- 8) 品質管理報告書は、印刷物と電子ファイルで、必要部数提出。ただし電子ファイルの方にはクロマトグラムは不要であることを明記する。
- 9) 品質管理計画書や品質管理報告書の再提出を求める場合があることを記載する。

### 3.1.4 採取方法

試料の採取については、次の留意点若しくは項目について明記されていることが望ましい。

- 1) 採取方法は、水質については「JIS K 0312 (2004)」、底質については「ダイオキシン類に係る底質調査測定マニュアル」(平成 12 年 3 月、環境庁)に従う。
- 2) 採水に用いる試料採取容器等の手配、洗浄、並びに汚染防止の措置方法
- 3) 水質のトラベルブランク測定の実施
- 4) 天候、河川状況による試料採取予定の変更
- 5) 採取した試料の分析機関への送付方法
- 6) 試料の採取量
- 7) 同一地点で複数回にわたり試料を採取した場合の試料の取扱い方
- 8) 試料採取時に測定・記録する項目

- 9) 分析結果に応じた再調査の可能性

### 3.1.5 分析方法

分析については、次の項目若しくは留意事項について明記されていることが望ましい。

- 1) 分析結果の報告期限(概ね試料受領から2か月以内を目安とする)
- 2) 報告する化合物(表-1)
- 3) 各 2,3,7,8-位塩素置換異性体及びダイオキシン様 PCB (DL-PCB) の検出下限(表-2)
- 4) 毒性当量 (TEQ) の算出方法
- 5) 共通試料の分析
- 6) 分析状況等の報告
- 7) 調査結果のとりまとめ方
- 8) 分析結果に応じた、試料の再分析、再計算の可能性

### 3.1.6 品質管理

品質管理については、次の項目若しくは留意事項について明記されていることが望ましい。

- 1) 二重測定、操作ブランク及びトラベルブランク測定の実施及びその頻度
- 2) 精査結果に応じた品質管理計画書(3.4 及び 3.5 参照)及び品質管理報告書(3.11 及び 3.12 参照)の再提出の可能性
- 3) 測定結果については、自社内で十分精査し報告する。内部品質管理・保証の上で、分析結果がデータとして採用することが不適切であると判断された場合は、発注者と協議の上、再分析を行うものとする。
- 4) 試料の再採取、再分析、再計算等の可能性
- 5) 国土交通省から指示があった場合は、その試料の一部及び実際に分析に用いた標準溶液及び内標準溶液を指定した場所に提出することとする。
- 6) 立入検査の実施及び検査項目(①試料採取、調査分析状況についての現場調査、②品質管理体制、文書管理、調査分析の実施状況についての聞き取り調査、③実際の分析データに関する野帳、記録、クロマトグラム、計算過程等の調査)
- 7) 分析試料の保管期間
- 8) 保管試料の廃棄に当たっては発注者の承諾を必要とする。
- 9) 試料の採取及び分析に係る資料の保管期間

表-1 実測濃度と毒性当量を報告する化合物

化合物の名称		実測濃度	毒性当量	
P C D D S	四塩素化物	1,3,6,8-TeCDD	○	-
		1,3,7,9-TeCDD	○	-
		2,3,7,8-TeCDD	○	○
		TeCDDs	○	-
	五塩素化物	1,2,3,7,8-PeCDD	○	○
		PeCDDs	○	-
	六塩素化物	1,2,3,4,7,8-HxCDD	○	○
		1,2,3,6,7,8-HxCDD	○	○
		1,2,3,7,8,9-HxCDD	○	○
		HxCDDs	○	-
	七塩素化物	1,2,3,4,6,7,8-HpCDD	○	○
		HpCDDs	○	-
	八塩素化物	OCDD	○	○
Total PCDDs		○	○	
P C D F S	四塩素化物	1,2,7,8-TeCDF	○	-
		2,3,7,8-TeCDF	○	○
		TeCDFs	○	-
	五塩素化物	1,2,3,7,8-PeCDF	○	○
		2,3,4,7,8-PeCDF	○	○
		PeCDFs	○	-
	六塩素化物	1,2,3,4,7,8-HxCDF	○	○
		1,2,3,6,7,8-HxCDF	○	○
		1,2,3,7,8,9-HxCDF	○	○
		2,3,4,6,7,8-HxCDF	○	○
		HxCDFs	○	-
	七塩素化物	1,2,3,4,6,7,8-HpCDF	○	○
		1,2,3,4,7,8,9-HpCDF	○	○
HpCDFs		○	-	
八塩素化物	OCDF	○	○	
Total PCDFs		○	○	
D L - P C B	四塩素化物	3,3',4,4'-TeCB (#77)	○	○
		3,4,4',5-TeCB (#81)	○	○
	五塩素化物	3,3',4,4',5-PeCB (#128)	○	○
	六塩素化物	3,3',4,4',5,5'-HxCB (#169)	○	○
	Total DL-PCB ノンオルト体		○	○
	五塩素化物	2,3,3',4,4'-PeCB (#105)	○	○
		2,3,4,4',5-PeCB (#114)	○	○
		2,3',4,4',5-PeCB (#118)	○	○
		2',3,4,4',5-PeCB (#123)	○	○
	六塩素化物	2,3,3',4,4',5-HxCB (#156)	○	○
		2,3,3',4,4',5-HxCB (#157)	○	○
2,3',4,4',5,5'-HxCB (#167)		○	○	
七塩素化物	2,3,3',4,4',5,5'-HpCB (#189)	○	○	
Total DL-PCB モノオルト体		○	○	
Total (PCDDs+PCDFs+DL-PCB)		○	○	

(注1) 「○」について品質管理報告書にて値を報告する。

(注2) DL-PCBの括弧内は、IUPAC No。

表-2 ダイオキシン類の各異性体の検出下限

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

### 3.1.7 その他

- 1) 業務全般に関して
- 2) 機密の厳守
- 3) 成果品
- 4) その他

### 3.2. 請負機関の選定

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

### 3.3. 業務の発注及び打合せ

ダイオキシン類調査を業務として発注した後、調査開始前に請負者と業務の仕様内容について再確認を行うことが望ましい。打合せでは、特に、仕様を満足しない内部品質管理項目を含むデータは受け取らないこと、品質管理報告書の内容に関しては記入要領に従うこと、並びに過去に見受けられた品質管理上の問題点となった内容を含む品質管理報告書を提出しないこと等について、請負者に周知する。

### 3.4. 品質管理計画書の要求

地方整備局は、ダイオキシン類調査の請負機関に、調査にかかわる品質管理計画書の作成とその提出を求める。品質管理計画書には、例えば表-3 に示した項目が含まれていることが望ましく、その作成に当たっては、既存の各種試験所認定制度(注 1)における品質管理項目を参考とすることができる。試料の採取を請け負う機関と分析を請け負う機関が異なる場合、それぞれの機関に、担当作業にかかわる部分について品質管理計画書の作成と提出を求める。また、調査全体を請け負った機関が、調査の一部(例えば、試料の採取)を第三の機関に業務委託する場合は、調査を請け負った機関に調査全体に関する品質管理計画書の作成及び提出を求める。

表-3 品質管理計画書の記載内容一覧

番号	記載項目・内容		採取・分析機関	分析機関	採取機関
(1)		<b>業務概要</b>			
	①	業務名	○	○	○
	②	業務期間	○	○	○
	③	発注機関名	○	○	○
	④	(ア) 受注機関名	管理技術者、業務担当者	○	○
		(イ)	連絡先 (TEL, FAX, e-mail)	○	○
	⑤	(ア) 外注分析機関名	管理技術者、業務担当者	○	○
		(イ)	連絡先 (TEL, FAX, e-mail)	○	○
	⑥	(ア) 採取地点等	試料採取地点	○	○
		(イ)	試料採取予定日時	○	○
(2)		<b>品質保証・管理の概要</b>			
	①	概要 (フロー図)	試料採取から分析、データの確認、報告書作成までのフロー図。再分析の手順を含む (採水の場合は試料の採取から分析機関への搬入まで)	○	○
	②	(ア) 品質保証・管理の組織・体制	責任者の区分 (統括責任者：ダイオキシン類調査業務全体の責任者、品質管理者：測定を実施する者とは別に品質保証・品質管理について管理する者、技術管理者：測定技術に関する責任者、測定担当者) 以上の内容に該当する担当者を記載	○	○
		(イ)	経験年数 (統括責任者、品質管理者、技術管理者、測定担当者のダイオキシン業務に係った経験年数)。特に品質管理者、技術管理者は、担当業務に精通していること	○	○
		標準作業手順書	(試料採取、試料取り扱い、輸送、保管、事前準備、測定分析、データ解析、等) の目次、内容	○	○
		記録管理	記録の識別、保存期間、確認、修正電磁的方法による管理を含む	○	○
		試験所間比較試験への参加実績	結果概要 (過去2年以内)	○	○
		施設	施設概要図、管理概要	○	○
		異常値対応	品質管理上問題があると認められたときの対処法の概要	○	○
	③	(ア) 定量下限値及び検出下限値	水質・底質試料の定量下限値及び検出下限値 (留意事項の記載事項を満足すること)	○	○
		(イ)	確認頻度	○	○
	④	外注機関に対する管理体制	分析組織の体制、文書管理、分析施設 (クリーンルーム等) の状況、内部監査・見直し、品質保証・管理、クロスチェックへの参加状況、担当者の教育訓練体制	○	○
	⑤	作業工程管理	各作業の記録 (野帳・記録簿・点検表等) の作成と記録類の保存整理方法、実施工程管理表の添付	○	○
(3)		<b>試料採取計画</b>			
	①	(ア) 試料採取計画の概要	採取方法 (記入にあたっては、留意事項の記載事項を考慮すること)	○	○
		(イ)	使用器具及び容器 (器具名及び材質、容器の容量及び材質)	○	○
		(ウ)	採取量 (記入にあたっては、留意事項の記載事項を考慮すること)	○	○
		(エ)	試料の調整方法 (記入にあたっては、留意事項の記載事項を考慮すること)	○	○
	②	試料運搬方法	遮光、破損対策を記載	○	○
	③	試料保管方法	遮光・保冷の状況を記載	○	○
	④	サンプリング可否判断条件	採取を中止する時の天候、流況等の条件または発注者からの指示	○	○
	⑤	トラベルプランク試験実施計画	実施地点、試験用試料とその扱い (分析のみ実施する機関については、試料の準備を記載)	○	○
	⑥	二重測定試料採取計画	全検体に占める割合と実施地点	○	○

表-3 品質管理計画書の記載内容一覧(続き)

番号		記載項目・内容	採取・分析機関	分析機関	採取機関
	⑦	現場野帳の内容	<b>野帳の添付</b> (現場責任者氏名、調査場所、日時、媒体の種類、採取方法、採取地点の状況、天候)	○	○
	⑧	(ア) 汚染対策	採取器具 (洗浄、材質、保管方法)	○	○
		(イ) 試料容器 (洗浄、材質、保管方法)	○	○	○
(4)		<b>前処理</b>			
	①	前処理方法概要 (フロー図)	○	○	
	②	(ア) スパイク	添加時期 (フロー図に記載でも可)、クリーンアップスパイクとシリンジスパイク	○	○
		(イ)	クリーンアップスパイク添加量 水質：原則として試料1Lあたり最大10pg、全量でも最大500pgとする。これ以上添加する場合は、理由を明記すること 底質：特に上限は定めがないが量を記載する	○	○
	③	(ア) 分画条件	確認試料 (分画試験に用いる試料 (焼却灰の抽出液等) または標準物質の記載)	○	○
		(イ)	確認頻度	○	○
	④	ラボコントロール試料の利用計画	試料の種類、確認頻度、評価基準	○	○
	⑤	(ア) 汚染対策	試薬 (試薬の等級又は純度の確認 (ブランク試験でも可))	○	○
		(イ)	器具 (洗浄、媒体別の分別)	○	○
		(ウ)	施設 (媒体別に処理が出来る施設 (クリーンルーム等) の設置状況)	○	○
	⑥	前処理済み測定液の保存方法	容器、遮光、保冷	○	○
	⑦	前処理操作履歴の記録	<b>記録表の添付</b> (試料名又はID番号、作業担当者名、作業日時、抽出法、クリーンアップ法、スパイク量、試水量、最終定容量)	○	○
(5)		<b>分析</b>			
	①	(ア) 使用機器	機器の名称	○	○
		(イ)	機器の性能 (分解能)	○	○
	②	(ア) GC-MSの点検	日常点検 (作動確認)、定期点検	○	○
		(イ) 点検項目	<b>点検表の添付</b> (点検者名、日時、GC-MSの真空度、各ポンプ、コンプレッサーの作動等)	○	○
	③	(ア) 測定分析条件の概要	分析対象異性体別の使用カラム	○	○
		(イ)	測定条件	○	○
	④	トレーサビリティの確保	標準物質のメーカー、希釈の方法	○	○
	⑤	(ア) 検量線	確認頻度	○	○
	⑥	(ア) 分析の有効性に関する判断基準	分解能	○	○
		(イ)	感度変動	○	○
		(ウ)	ロックマスの変動	○	○
		(エ)	保持時間の変動	○	○
		(オ)	RRFの変動	○	○
		(カ)	塩素同位体比	○	○
	⑦	(ア) 回収率	確認方法 (JIS、マニュアルに準拠)	○	○
		(イ)	評価基準とその対応	○	○
	⑧	(ア) 二重測定の評価方法	評価基準とその対応	○	○
	⑨	(ア) トラベルブランクの評価方法	評価基準とその対応	○	○
	⑩	(ア) 全操作ブランク	実施頻度	○	○
		(イ)	試験方法 (試料と同様に分析)	○	○
		(ウ)	評価基準とその対応	○	○
	⑪	汚染対策	濃度差がある試料の測定に対する汚染対策	○	○
	⑫	(ア) 定量計算	計算方法 (JIS、マニュアルに準拠)	○	○
		(イ)	計算値の確認方法 (再計算、再確認方法の記載)	○	○
	⑬	分析履歴の記録	<b>記録表の添付</b> (試料名又はID番号、測定者、使用機器、使用カラム、GC測定条件 (カラム槽温度、圧力)、MS測定条件 (インターフェース温度、イオン源温度、加速電圧、設定分解能)、測定質量数、注入量)	○	○
(6)		<b>結果の報告</b>			
	①	分析結果表の構成	<b>様式1</b> (試料名、各異性体の実測値、TEF、TEQ換算値)	○	○
	②	品質管理報告書の構成 (目次)	<b>記録表の添付</b> (調査遂行体制、媒体、分析結果表、仕様書、現場調査記録、試料受付記録表、標準溶液調整記録、前処理記録、MS分解能記録、GC-MS感度確認記録、試料測定順番リスト、検量線、RRF確認記録、検出下限値の確認、操作ブランク、二重測定、回収率、分析結果検査記録、クロマトグラム)	○	○
		その他	業務記録類の保存：業務終了後5年間(電磁媒体を認める) 秘密保持：データ保護も含む	○	○

○ は記載必要事項

### 3.5. 品質管理計画書の内容確認

地方整備局は、請負機関から提出された品質管理計画書の内容が仕様に記述されている要求項目を満足していることを確認する。品質管理計画書に問題が見られた場合は、修正及び再提出を要求する。

### 3.6. 試料の採取・測定の指示

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

### 3.7. 測定結果の一次報告の要求

全ての検体の測定が終了した時点で、地方整備局は、ブランク(操作ブランク、トラベルブランク)を含む全ての検体について、電子ファイルによる分析結果の一次報告の提出を求める。

#### 3.7.1 一次報告の内容

一次報告の内容は、個々の検体に関する別添-1「品質管理報告書」の「①この検体の情報」及び「②測定分析結果(試料)」とする。

#### 3.7.2 一次報告の提出期限

一次報告による測定結果は、可能な限り早急に報告するものとする。試料採取から通常約2か月を一次報告の提出期限の目安とする。

### 3.8. 測定結果の一次報告の確認

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

#### 1) ①この検体の情報(別添-1 参照)

- (ア) 発注した検体に関する情報と相違ないか。
- (イ) 記入漏れはないか。

#### 2) ②測定分析結果(別添-1 参照)

- (ア) 仕様で設定した検出下限が記入されているか。
- (イ) 実測濃度は有効数字 2 桁で記入されているか(数字の丸めの方法は JIS Z 8401 に準拠)検出下限と同じ桁数の場合は有効数字 1 桁で記入されているか。
- (ウ) 各 Total 濃度が、個々の値を加算した値になっているか。各 Total 濃度は次式

により求めることとされている。例えば Total (PCDDs+ PCDFs)の計算を、Total PCDDsと Total PCDFs の加算で求めてはならない。また、実測濃度が見かけ上有効数字 2 桁になっても、実際の計算を有効数字 3 桁以上の生データを用いて行くと、Total の数値が合わなくなることがある。

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

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

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

$$\text{DL-PCB ノンオルト体} = \#77 + \#81 + \#126 + \#169$$

$$\begin{aligned} \text{DL-PCB モノオルト体} &= \#105 + \#114 + \#118 + \#123 + \#156 + \#157 + \\ &\#167 + \#189 \end{aligned}$$

$$\begin{aligned} \text{Total DL-PCB} &= \#77 + \#81 + \#126 + \#169 + \#105 + \#114 + \#118 + \\ &\#123 + \#156 + \#157 + \#167 + \#189 \end{aligned}$$

- (エ) PCDDs/PCDFs の 2,3,7,8-位塩素置換異性体及び DL-PCB の各同族体の TEQ は有効数字 3 桁で記入されているか。Total (PCDDs+ PCDFs)、Total DL-PCB 及び Total (PCDDs+ PCDFs+ DL-PCB)の TEQ に関しては有効数字 2 桁で記入されているか。TEQ は有効数字 2 桁に丸めた実測濃度の値に TEF が積算されているか。例えば実測濃度が見かけ上有効数字 2 桁になっているが、実際の計算を有効数字 3 桁以上の生データを用いて行っている場合がある。有効数字 3 桁目が“0(ゼロ)”又は“5”になっているかを確認すると、チェックしやすい。
- (オ) TEQ の Total 濃度は(エ)の式と同様の計算で算出されているか。
- (カ) 回収率は規定範囲内(50~120%)に収まっているか。

### 3.9. 精査対象検体の抽出

提出された測定結果の一次報告の内容に問題がない場合、地方整備局は、全ての検体の中から一定の割合で精査対象とする検体を抽出する。精査対象として抽出する検体の割合は、国土交通省が実施した「全国一級河川におけるダイオキシン類に関する一斉調査」における品質管理の経験を踏まえて、5%以上の適切な値とする。

ここでは、抽出した検体を濃度レベルに応じて分類した後(3.9.2 参照)、各検体の異性体組成及び同族体組成を、既往の環境試料における特徴的なダイオキシン類の異性体組成及び同族体組成(注 7)と比較することによって、精査対象検体の抽出を行う(以降、「スクリーニング」とする)(3.9.3 参照)。



### 3.9.1 対象グループの分け方

一つの分析機関が請け負った調査の分析結果を一つのグループとして取り扱う。複数の媒体(水質・底質)について調査が実施されている場合、媒体ごとに個別のグループとして取り扱う。

### 3.9.2 高濃度検体の抽出

はじめに、測定結果の濃度が環境基準の2分の1以上(水質 0.5 pg-TEQ/L、底質 75 pg-TEQ/g)となる検体を選定し、それらがグループの総検体数の適切な割合以上(例えば 5%以上)であった場合でも、それら全てを精査対象とする。ただし、その場合は次の 3.9.3 によるスクリーニングによる抽出は行わない。高濃度検体がグループの総検体数の適切な割合未満(例えば 5%未満)であった場合は、3.9.3 スクリーニングによる抽出を行い、適切な割合(例えば 5%)になるよう、精査対象検体を抽出する。

### 3.9.3 スクリーニングによる抽出

3.9.2 において抽出された高濃度検体数がグループの総検体数のある割合未満(例えば 5%未満)であった場合、表-4 のスクリーニング項目と比較し、各項目から逸脱する検体を抽出する(スクリーニング)。

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

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

表-4 スクリーニング項目(注5)

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

出典:先山ら(2000)(注7)

### 3.10. 品質管理報告書(雛型)の確認

#### 3.10.1 品質管理報告書(雛型)の提出

品質管理報告書(本体)の提出に先立って、スクリーニングで抽出した精査対象検体の中から任意に選定した 1 検体分の品質管理報告書を雛型として請負者に提出させ、その記入内容に誤りがないか確認する。品質管理報告書(雛型)は、別添-2の「品質管理報告書の入力方法」を参考に、別添-1の様式に従って作成し、電子ファイル及び印刷物として提出を求める。試料のクロマトグラムに関しては、印刷物のみの提出で良い。

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

#### 3.10.2 報告書全体の確認事項

次の項目について不備がある場合は、再提出を求める。

- 1) ページが記入されているか。
- 2) 脱落ページがないか。

#### 3.10.3 報告書の個別資料(①～⑩)の確認事項

品質管理報告書(雛型)の各資料について以下の事項を確認する。

- 1) ①この検体の情報  
「3.8 測定結果の一次報告の確認」に従って確認する。
- 2) ②測定分析結果  
「3.8 測定結果の一次報告の確認」に従って確認する。
- 3) ③塩素同位体比の説明  
本項目は雛型の段階では確認しなくてよい。
- 4) ④使用内標準物質  
使用した内標準物質の添加絶対量及び識別番号が記入されているか。
- 5) ⑤回収率  
PCDDs/PCDFs 及び DL-PCB について回収率が記入されているか。
- 6) ⑥回収率の説明  
本項目は雛型の段階では確認しなくてよい。
- 7) ⑦定量に用いた内標準物質  
全ての化合物に対して「定量に使用した IS」欄に識別番号が記入されているか。
- 8) ⑧各 Injection の資料  
本項目以降、測定ごとに『「⑧」(「⑨」(「⑩」(「⑪」(「⑫」(「⑧～⑫」の条件で測定されたクロマトグラム(⑬)』、『「⑧」(「⑨」(「⑩」(「⑪」

(「⑫」(「⑧～⑫の条件で測定されたクロマトグラム (⑬)」) (・・・の順でとじられているか。

- 9) ⑨この Injection の測定対象化合物と GC/MS 測定分析条件  
(ア) 測定条件ごとの⑨を比較し、全化合物及び全異性体が測定できているか。  
(イ) 「定量対象化合物」欄以外の記入欄において、記入漏れはないか。ただし、特記事項については空欄でも良い。
- 10) ⑩この Injection の MS 測定分析条件  
⑨の“定量対象化合物”欄に●印のある同族体全てが“測定対象の名称”欄に記載されているか。
- 11) ⑪GC/MS 感度確認のクロマトグラム  
(ア) 各ピークの化合物名及び絶対量 (pg) が記載されているか。  
(イ) 各 Injection の測定条件に入っている化合物に関して、TeCDDs、TeCDFs、PeCDDs、PeCDFs、HxCDDs、HxCDFs、HpCDDs、HpCDFs、OCDD、OCDF、TeCBs、PeCBs、HxCBs、HpCBs の順でとじてあるか。  
(ウ) 各化合物に対するピークの S/N が記入されているか。
- 12) ⑫RRF の記録  
本資料は雛型の段階では確認しなくてよい。
- 13) ⑬クロマトグラム  
(ア) 1つの同族体について、試料、内標準物質それぞれ2つの選択イオンとロックマスの計5個のクロマトグラムが印刷されているか。ただし、5個のクロマトグラムの順番は問わない。  
(イ) 同族体名称が記入されているか。  
(ウ) 各 Injection の測定条件に入っている化合物に関して、TeCDDs、TeCDFs、PeCDDs、PeCDFs、HxCDDs、HxCDFs、HpCDDs、HpCDFs、OCDD、OCDF、TeCBs、PeCBs、HxCBs、HpCBs の順でとじてあるか。  
(エ) クロマトグラム上のピーク (TEF を持つ化合物のみ) に化合物名 (例えば“1,2,3,7,8-PeCDF”、“#126”など) が記入されているか。クロマトグラムピークに番号などを付記し、その番号に対応する化合物名称が別紙などから判別できればそれでも良い。  
(オ) 2,3,7,8-位塩素置換異性体及び DL-PCB のクロマトグラム上のピークが見にくい場合は、その付近の時間帯におけるクロマトグラムが拡大されているか (別紙でも可)。その際、縦方向の拡大率が記されているか。  
(カ) 横軸は時間になっているか。  
(キ) 測定日時が記されているか。ソフトウェアに印刷機能がない場合は手書きでも良い。

(ク) クロマトグラム上のピークの面積値が判明するか(TEFを持つ化合物のみでも良い)。クロマトグラム上に記入されていても良いし、別のシートに面が印刷され、クロマトグラムピークの番号などで関連付けられていればそれでも良い。

14) ⑭ 検算・回収率チェックシート

本項目は雛型の段階では確認しなくてよい。

15) ⑮ 塩素同位体比チェックシート

本項目は雛型の段階では確認しなくてよい。

### 3.11. 品質管理報告書の要求

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

### 3.12. 品質管理報告書の予備精査

地方整備局は、精査対象としてスクリーニングで抽出した検体の品質管理報告書の内容に関して、予備精査を行う。予備精査では、要求事項が満たされているか客観的な確認と整理を行う。

#### 3.12.1 品質管理報告書の様式

##### 3.12.1.1 個々の検体に関する資料

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

##### 3.12.1.2 共通資料

次に示す資料については、個々の検体に関する資料とは別に、共通資料として別添-3に従って作成し、提出を求める。

- 1) 分析フロー
- 2) 検量線(別添-4の表紙を使用)
- 3) Injectionリスト
- 4) 操作ブランク試験の結果
- 5) トラベルブランク試験の結果
- 6) カラムアサインの例

### 3.12.2 品質管理報告書の内容確認

スクリーニングで精査対象として抽出された検体の品質管理報告書の内容について、要求事項が満たされているか客観的な確認と整理(精査)を行う。スクリーニングにおいて異性体若しくは同族体組成が通常環境試料の典型的な特徴から逸脱していると判定された項目がある場合、必ずしも分析結果が間違っているとは限らないことに留意しながらその項目について重点的な精査を行う必要がある。

#### 3.12.2.1 報告書全体の確認事項

次の項目について不備がある場合は、再提出を求める。

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

#### 3.12.2.2 個々の検体に関する資料(①～⑮)の確認事項

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

予備精査において、再提出を求めた場合、最終的に提出された品質管理報告書の予備精査の結果を「予備精査結果」として整理する。

- 1) ①この検体の情報  
「3.8 測定結果の一次報告の確認」に従って確認する。不備があった場合は、修正及び再提出を求める。
- 2) ②測定分析結果  
「3.8 測定結果の一次報告の確認」に従って確認する。不備があった場合は、修正及び再提出を求める。
- 3) ③塩素同位体比の説明  
(ア) 「②測定分析結果」に「塩素同位体比が規定範囲内でなかった理由により棄却した化合物」が示されていた場合、その説明が記入されているかを確認する。記入されている場合は、「予備精査結果」の中に説明文をそのまま記入し、容認するか否かは精査で判断する。  
(イ) 「⑮塩素同位体比チェックシート」で該当箇所を確認する。塩素同位体比が規定範囲外であるが、説明もなく定量されている化合物があるなどの不備がある場合は、その旨を「予備精査結果」に記入する。
- 4) ④使用内標準物質  
(ア) PCDDs/PCDFs については、2,3,7,8-塩素置換異性体 17 種類が全て添加されているかを確認する。逸脱している場合は、その旨を

「予備精査結果」に記入する。

- (イ) DL-PCB については、全 12 種類（ノンオルト体 4 種類、モノオルト体 8 種類）が添加されているかを確認する。この項目は JIS 及び底質マニュアルの規格であるので、逸脱している場合は、その旨を「予備精査結果」に記入する。
- (ウ) 添加量が試料の濃度に対して、高濃度（試料に対して 100 倍以上）ではないかを確認する。高濃度であった場合、試料濃度に影響がある可能性が考えられるので、内標準物質の添加量と、試料の各化合物の中で実測濃度が最小であるもの（ND を除く）の濃度を「予備精査結果」に記入する。

5) ⑤回収率

- (ア) 規定範囲（50～120%）内であるかを確認する。逸脱している場合は、その化合物名称と回収率を「予備精査結果」に記入する。
- (イ) 同族体間の回収率の最大値と最小値の差が 30 ポイント以内であることを確認する。30 ポイントを超える場合は、最大と最小の各同族体名称と回収率を「予備精査結果」に記入する。
- (ウ) 同族体内の回収率の最大値と最小値の差が 15 ポイント以内であることを確認する。15 ポイントを超える場合は、最大と最小の各化合物名称と回収率を「予備精査結果」に記入する。
- (エ) ④使用内標準物質」に記載された添加量と⑬クロマトグラムとを比較した場合に矛盾がないかを確認する。例えば同じ同族体内に 3 種類の内標準物質が同量ずつ添加されていて、測定感度にもよるがクロマトグラム上である化合物のみピークが高かった場合、それが回収率に反映されているかなどを確認し、矛盾がある場合にはその旨を「予備精査結果」に記入する。

6) ⑥回収率の説明

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

7) ⑦定量に用いた内標準物質

「④使用内標準物質」に記入されている内標準物質の種類と本項目において記入されている内標準物質の整合性を確認する。整合性が取れない場合は再提出を求める。

8) ⑧各 Injection の資料

同じ化合物を複数の GC カラムで測定している場合で、定量値として採

用している測定が検体によって異なる場合、その理由が記述されているかを確認する。説明がされている場合は、「予備精査結果」の中に説明文をそのまま記入し、されていない場合は「説明なし」と記入する。容認するか否かは精査で判断する。

9) ⑨この Injection の測定対象化合物と GC/MS 測定分析条件

「3.10 品質管理報告書(雛形)の提出及び確認」における確認ができていれば良い。不備があった場合は、修正及び再提出を求める。

10) ⑩この Injection の MS 測定分析条件

以下の2項目は JIS 及び底質マニュアルの規格であるので、逸脱している場合は、その旨を「予備精査結果」に記入する。

(ア) 試料及び内標準物質の塩化物ごとに2つ以上の選択イオンとロックマスの質量が設定されているか。

(イ) 選択イオン検出のサンプリングの周期が1秒以下であるか。

11) ⑪GC/MS 感度確認のクロマトグラム

予備精査において、試料ごとに測定感度を確認することは困難であるため、試料と同時に測定した標準溶液のクロマトグラムから検出下限を算出し、大よその感度を確認する。計算方法は次式の通りである。まずピーク高さからノイズ幅から S/N を算出し、次に注入絶対量、注入量(⑨に記載)、最終容量及び試料量(共に⑭に記載)から S/N 3 の値を算出する。得られた検出下限を表-2 に示す値と比較し、仕様を満足しているか確認する。S/N に関しては、装置に付属しているソフトウェア等で計算できるものもあり、示された S/N 値を利用しても良い。仕様を満足していない場合は、その化合物の名称と計算された検出下限を「予備精査結果」に記入する。

$$S/N = \frac{\text{ピーク高さ(S)}}{\text{ノイズ幅(N)}} \quad (\text{注 7})$$

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

12) ⑫RRF の記録

RRF が 20%以上変動していないかを確認する。変動している場合はその旨を「予備精査結果」に記入する。

13) ⑬クロマトグラム

(ア) カラムアサインの例と比較し、TEF を持つ化合物で、分離が不十分なものがないか確認する。不十分なものがある場合、その化合物の毒性当量が Total TEQ に対して何%を占めるかを計算し、化合物名称と



もに「予備精査結果」に記入する。ただし、分離が不十分でも実測濃度が ND であった場合は指摘しない。

- (イ) 検出下限以上の値を持つピークであっても、ベースラインに近いピーク高さでないかを確認する。⑪で感度が十分であっても、実試料の測定時と感度が大幅に変動していることもあるので、ノイズレベルのピークであるのに ND になっていない場合は、その旨を「予備精査結果」に記入する。
- (ウ) ロックマスが大幅に変動している箇所(落ち込み、盛り上がり、リップルなど)はないか確認する。特に定量する化合物の溶出時間付近で落ち込みがあると、正確な定量ができない可能性があるため、そのような場合には「○○○(化合物名称)の溶出位置とロックマスの落ち込みが重なっている」というように「予備精査結果」に記入する。

#### 14) ⑭検算・回収率チェックシート

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

#### 15) ⑮塩素同位体比チェックシート

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

### 3.12.2.3 共通資料について

#### 1) 分析フローシート

次の 3 項目について不備があった場合は、修正及び再提出を求める。

- (ア) 試料から測定溶液の調製までの工程が含まれているか。
- (イ) 分析フローに名称が付けられ、その名称が各試料における品質管理報告書の「⑧各 Injection の資料」の「分析方法フローシートとの連鎖」欄に反映されているか。

(ウ) クリーンアップスパイク及びシリンジスパイクの化合物の名称、添加量が記載されているか。

## 2) 検量線

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

- (ア) 表紙の「検量線の名称」に名称が付けられているか。
- (イ) ページが記入されているか。
- (ウ) 各検量線に相対感度係数(RRF)と変動係数が記入されているか。
- (エ) どの検量線でどの化合物の定量をしたかが判明できるか。
- (オ) 直線から大幅に外れている値はないか。

## 3) Injection リスト

次の(ア)～(ウ)の項目について不備があった場合は、修正及び再提出を求める。(エ)のような測定を行っている場合は、該当する試料の TEQ とその前に測定した高濃度と思われる試料の TEQ を「予備精査結果」に記入する。

- (ア) Injection リストに名称が付けられ、その名称が各試料における品質管理報告書中の⑧～⑪の「Injection List との連鎖」欄に反映されているか。
- (イ) ページが記入されているか。
- (ウ) 当該業務に関係する検体及びその直前の測定試料の TEQ 濃度が記入されているか。
- (エ) 低濃度試料の前に高濃度試料の測定を行っていないか。

## 4) 操作ブランク試験

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

## 5) トラベルブランク試験

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

## 6) カラムアサインの例

PCDDs 及び PCDFs の測定では、TeCDDs、PeCDDs、HxCDDs、HpCDDs、OCDD、TeCDFs、PeCDFs、HxCDFs、HpCDFs、OCDF の全化合物について、採用する GC のカラム恒温槽温度プログラムに対応するクロマトグラムにおける溶出位置が判明しているか。また、DL-PCB の測定では、TeCBs、PeCBs、HxCBs、HpCBs、OoCBs、NoCBs、DeCB 含まれる全化合物について、採用する GC のカラム恒温槽温度プログラムに対応するクロマトグラムにおける溶出位置が判明しているか。要求しているアサインがなさ

れていない場合は、修正及び再提出を求める。

### 3.13. 精査

予備精査において整理された「予備精査結果」及び提出された品質管理報告書を基に、有識者の意見を踏まえて精査を行う。抽出検体について問題があった場合、当該検体について試料の再採取、再分析、再測定、再計算等の判定を行うとともに、予備精査において抽出されなかった検体についても同様の問題がないか分析機関に再確認を求める。抽出検体について問題がなければデータ確定の判定を行う。再分析等を行った場合は、再提出された品質管理報告書を精査し、問題がなければデータ確定の判定を行う。なお、必要に応じて、データの確定に先立ち、有識者を含む全体委員会（地方整備局及び北海道開発局）を開催し、精査結果に関する討議を行うことも想定される。

### 3.14. データの確定

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

### (注 1) 試験所認定制度

現在、我が国におけるダイオキシン類測定分析に関する試験所認定制度には、制定順に 1) ISO/IEC 17025: 1999 (JIS Q 17025: 2000)、2) 環境省ダイオキシン類環境測定調査受注資格、3) 特定計量証明事業者認定制度の 3 種類があり、これらの制度によって認定されている機関から分析機関等を選定する手法が考えられる。これら 3 つの認定制度の認定対象を表- 5 に示す。いずれの認定制度も、媒体(調査あるいは既存の測定分析マニュアル)ごとに認定がなされる。通常、河川及び湖沼の水質に関しては JIS K 0312 (2004)、河川及び湖沼の底質に関しては「ダイオキシン類に係る底質調査測定マニュアル」(平成 12 年 3 月、環境庁)が適用されている。

#### 1) ISO/IEC 17025: 1999 (JIS Q 17025: 2000)

ISO/IEC 17025:1999「General requirements for the competence of testing and calibration laboratories (試験所及び校正機関の能力に関する一般要求事項)」は、試験所及び校正機関を対象とした国際規格で、この認定を受けることにより、国際規格とのトレーサビリティが確保された、国際的に通用する試験所として認知されることになるため、技術力を証明する手段として有効である。ISO/IEC 17025:1999 は試験所及び校正機関が提供する製品・サービスではなく、その検査方法と技術を対象とする規格であり、検査方法が妥当であるか、不適合が発見された際には、工程をさかのぼって原因を把握できるかなどが審査対象となる。試験所及び校正機関が特定の試験又は校正を実施する能力があるものとして認定を受けようとする場合の一般要求事項は、大きく分けて、管理上の要求事項と技術的要求事項に分けられる。特に技術的要求事項は、ISO 9000 シリーズにはない、この規格特有のものである。

試験所は認定された項目の証書の発行においては、認定機関のロゴマークを付す。

#### 《認定機関》

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

認定試験所数: 17 機関 (平成 16 年 6 月 10 日現在)

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

認定機関参照先: <http://www.jcla.org/>

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

認定試験所数: 17 機関 (平成 16 年 8 月 20 日現在)

試験項目: ダイオキシン類

認定機関参照先: <http://www.jab.or.jp/>

表-5 3つの認定制度における認定対象媒体の例

媒体種類	試験規格の識別	ISO/IEC 17025 認定対象	特定計量 業務認定 対象	環境省業務受注 資格 認定対象
環境水	ダイオキシン類に係る水質調査マニュアル(平成10年環境庁環水規第191号)	○	○	○ (地下水含む)
	環境庁告示第68号(平成11年環境庁)(JIS K 0312:2004)	○	—	○
大気降下物	大気降下物中のダイオキシン類測定分析指針(平成10年環境庁)	○	—	○
水生生物	ダイオキシン類に係る水生生物調査暫定マニュアル(平成10年環境庁)	○	—	○
排ガス	JIS K 0311:2004 排ガス中のダイオキシン類の測定方法	○	○	○
水道水	水道原水及び浄水中のダイオキシン類調査マニュアル(平成11年厚生省)	○	—	○
	JIS K 0312:2004 工業用水・工業排水中のダイオキシン類の測定方法	○	—	○
	衛水第67号(平成11年厚生省)(JIS K 0312:1999)	○	—	○
工業用水・工業排水	JIS K 0312:2004 工業用水・工業排水中のダイオキシン類の測定方法	○	○	○
食品	食品中のダイオキシン類及びコプラナーPCBの測定方法暫定ガイドライン(平成11年厚生省)	○	—	—
食事試料	ダイオキシン類精密暴露調査 食事調査方法について(平成11年環境庁環境保健部環境リスク評価室)	—	—	○
土壌	ダイオキシン類に係る土壌調査測定マニュアル(平成12年環境庁)	○	○	○
灰	特別管理一般廃棄物及び特別管理産業廃棄物に係る基準の検定方法別表第一(平成4年厚生省告示第192号/最終改定:平成12年厚生省告示第634号)	○	—	○ (ばいじん、焼却灰 その他の燃え殻)
底質	ダイオキシン類に係る底質調査測定マニュアル(平成12年環境庁)	○	○	○
血液	血液中のダイオキシン類測定暫定マニュアル(平成12年厚生省)	○	—	○
母乳	母乳中のダイオキシン類測定暫定マニュアル(平成12年厚生省)	○	—	○
環境大気	ダイオキシン類に係る大気環境調査マニュアル(平成13年環境省)	○	○	○
作業環境大気	「空気中のダイオキシン類濃度の測定方法」(平成13年厚生労働省基発第401号の2「廃棄物焼却施設内作業におけるダイオキシン類ばく露防止対策について」の別添「廃棄物焼却施設内作業におけるダイオキシン類ばく露防止対策要綱」の別紙1)及び「ダイオキシン類に係る大気環境調査マニュアル」(平成13年環境省)	○	—	○
野生生物	野生生物のダイオキシン類蓄積状況等調査マニュアル(平成14年環境省)	○	—	○
水底土砂(溶出液)	環境省告示第68号(平成15年環境省)(JIS K 0312:2004)	○	—	—

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

《対象媒体》

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

2) 環境省ダイオキシン類環境測定調査受注資格制度

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

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

《認定機関》

①環境省

認定試験所数: 134 機関 (平成 16 年 7 月 7 日現在)

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

《対象媒体》

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

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

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

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

この認定基準は、国際整合性から国際規格 ISO/IEC 17025 (JIS Q 17025: 2000) に沿って具体化されている。認定には有効期限があり、3 年ごとに更新しなければならない。更に認定後も、継続的に能力があることを確認するため、認定の有効 3 年の間に 1 回、現地審査を実施するサーベイランス及び認定事業者と同時に同じ試料を分析させ、その結果で各々の事業者を評価する技能試験によるフォローアップが行われる。

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

#### 《認定機関》

##### ①NITE

認定試験所数: 113 機関 (平成 16 年 7 月 7 日現在)

試験項目: ダイオキシン類

認定機関参照先: <http://www.nite.go.jp/>

##### ②JCLA

認定試験所数: 13 機関 (平成 16 年 3 月 25 日現在)

試験項目: ダイオキシン類及びダイオキシン様 PCB

認定機関参照先: <http://www.jcla.org/>

##### ③JAB

認定試験所数: 24 機関 (平成 15 年 4 月 22 日現在 MLAP の認定業務を行っていない)

試験項目: ダイオキシン類

認定機関参照先: <http://www.jab.or.jp/>

#### 《対象媒体》

環境大気、排ガス、水質、土壌、底質等

#### (注 2) クロスチェック

試験機関に内容を伏せて次のような試料を配付し、分析結果と認証値等との比較(クロスチェック)によって、試験機関の能力を判定する方法がある。

##### 1)市販品

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

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

●ダイオキシン類・PCB 同族体分析用 海域底質標準物質

JSAC 0451 (低濃度)

JSAC 0452 (高濃度)

- ダイオキシン類・PCB 同族体分析用 河川底質標準物質

JSAC 0431 (低濃度)

JSAC 0432 (高濃度)

- ダイオキシン類分析用 フライアッシュ標準物質

JSAC 0501 (高濃度)

JSAC 0502 (低濃度)

- ダイオキシン類分析用 土壌標準物質

JSAC 0421 (低濃度)

JSAC 0422 (高濃度)

## ②Wellington Laboratories

- ダイオキシン類分析用 底質標準物質

DX-2 Reference Sediment

- ダイオキシン類分析用 湖沼底質標準物質

WMS-01 Reference Lake Sediment

## ③米国標準技術局 (NIST: National Institute of Standards and Technology)

- ダイオキシン類分析用標準試料

SRM1614 Dioxin (2,3,7,8-TeCDD) in Isooctane

## 2) 既知濃度・未知濃度試料

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

## 3) 標準溶液

市販の標準溶液をある決定した濃度になるようデカンやノナン等の溶媒で希釈・調製し、アンプル封入したものを各試験機関に配付する。各機関はその溶液を実試料と同様の測定条件で測定し、その溶液の調整濃度の理論値と分析結果を比較、あるいは各試験機関間で比較する手法がある。



**(注 3) 品質管理に係る調査への参加**

請負者は、例えば、表-6 に示すようなクロスチェックに関する調査に積極的に参加していることが望ましい。

表-6 既往のクロスチェック調査例  
(クロスチェック、ラウンドロビンスタディー、インターキャリブレーションスタディー)

調査の名称(実施機関)	実施年月	媒体
環境測定分析統一精度管理調査 (環境省)	H12.08	標準溶液、底質
	H13.11	灰
	H14.09	灰
	H15.09	灰
極微量物質研究会クロスチェック	H15.10	灰
水道水におけるダイオキシン類調査での精度 管理(北海道大学)	H14.11	水道水
	H15.12	水道水
ダイオキシン類クロスチェック (ダイオキシン類測定分析技術研究会)	H12.12	灰
	H14.04	底質
ダイオキシン類分析技術セミナー (社)日本分析化学会)	H12.08	灰
	H14.06	灰
ダイオキシン類分析技能試験 (社)日本分析化学会)	H14.06	底質
	H15.06	底質
フライアッシュ中ダイオキシン類分析 (社)日本分析化学会)	H12.12	灰
	H13.07	灰
Intercalibration on Dioxin in Food (FOLKEHELSA)	H13.03	食品、母乳、生物
International Intercalibration (Umea University)	H12.11	環境水、底質
	H13.11	底質
	H15.01	標準溶液、灰、土壌
International Intercalibration Study (Orebro University)	H14.02	灰、生物、標準溶液
MLAP 技能試験 (独)製品評価技術基盤機構)	H16.01	標準液

**(注 4) 品質管理報告書**

品質管理計画書及び品質管理報告書は、地方整備局での精査の際、検体ごとに複数部必要になることが想定されるため、その想定される必要部数(例えば地方整備局分や有識者分)をあらかじめ要求すると良い。

**(注 5)** スクリーニング項目は、あくまでも一般的に観測される事項であり、各項目で示す範囲を満たさないからといって、その結果を否定するようなものではない。

**(注 6)** KC-300 による汚染がある場合には、スクリーニング項目の 4 や 21 を満たさない場合がある。また、KC-400 による汚染がある場合には、項目の 26 を満たさない場合がある。なお、ここでの内容は、注 7 に示す文献で示されているものではない。

**(注 7)** 先山孝則, 太田壮一, 桜井健郎, 鈴木規之, 中野武, 橋本俊次, 松枝隆彦, 松田宗明, 渡辺功, 興嶺清志, 根津豊彦, 亀田洋(2000)ダイオキシン分析上の注意点. 第9回環境化学討論会講演要旨集, 234-235.

## 4. 用語集

### 【50 音順】

- (1) アサイン：クロマトグラム上の各応答(ピーク)に対応する化合物を識別すること。「溶出順位の決定」、あるいは「溶出位置の決定」ともいう。通常、測定に使用される GC カラムは、過去の文献等によって測定対象とする化合物についてのアサインがなされているものを使用する。同一の製品名称の GC カラムでも、長さ、内径、液相膜厚、ガスクロマトグラフ恒温槽温度条件等を変えると溶出位置のみでなく溶出順位も変化する場合がありますので注意が必要である。
- (2) 異性体：塩素の置換数が同じで置換位置だけを異にする個々の化合物。
- (3) 異性体組成：ダイオキシン類各異性体の存在比のこと。
- (4) インターキャリブレーションスタディー：複数機関による測定結果等について、統計的に判断して相互比較を行う試験。
- (5) 塩素同位体比：塩素の天然存在比は  $^{35}\text{Cl} : ^{37}\text{Cl} = 75.77 : 24.23$  である。したがって、塩素原子 1 個を持つ分子の質量スペクトルでは分子イオンピークとして  $\text{M}^+$  ( $^{35}\text{Cl}$  によるピーク) と  $\text{M}^+ + 2$  ( $^{37}\text{Cl}$  によるピーク) が  $75.77 : 24.23$  の割合で出現する。例えば、TeCDD は 4 つの塩素を持つが、4 つの塩素の中に含まれる  $^{35}\text{Cl}$  と  $^{37}\text{Cl}$  の割合は確率的に計算可能である(実際には、ダイオキシン類化合物を構成するほかの元素、すなわち、炭素、酸素、水素の同位体構成比も考慮しなければならない)。ダイオキシン類分析では、各同族体について、2 つの質量電荷比を測定するが (TeCDD では例えば 319.8965 と 321.8936)、理論的に計算された 2 つの質量電荷比のイオンの存在比が実測値 (2 つの質量電荷比の応答) の比にほぼ一致することで、目的のピークがダイオキシン類化合物であるか否かの判定(同定)を行う。
- (6) 回収率：通常、分析(前処理)における回収率を指している。前処理工程における、操作中の目的成分のロスを把握するために、試料にあらかじめ既知量の内標準物質 (IS) を加えておく。回収率は前処理操作の前に入れた IS (クリーンアップスパイク) と前処理終了後 (GC/MS 測定前) に入れた IS (シリンジスパイク) の比で求められる。ダイオキシン類分析に採用されている同位体内標準法は、回収率が定量結果に影響を与えないという特徴を持つ。
- (7) カラム→GC カラム
- (8) カラムアサイン→アサイン
- (9) クリーンアップスパイク→内標準物質
- (10) グループ：GC/MS 測定において、同時に測定する測定質量電荷比の数は少ないほど各測定質量電荷比の測定感度が上がる。例えば HpCDDs/Fs と OCDD/F を一つの GC カラム、1 回のインジェクションで測定するとき、はじめに HpCDDs/Fs のみを測定し、途中から OCDD/F の測定に切り替えるような手法が採用される場合がある。この切り替えた前後それぞれをグループといい、グループ分けすることをグルーピングという。
- (11) クロスチェック：複数の機関において同一試料を測定し、その測定結果を照合し、統計的手法で解析、評価することにより、調査方法、測定方法、あるいは測定結果の妥当性等について検

討する試験。

- (12) クロマトグラフィー： 化合物の性質の違いを利用して、目的とする化合物をよりわかる方法。また、その装置をクロマトグラフという。精製においては、ガラス製のクロマト管にシリカゲルその他を充てんしたものが使われる。ダイオキシン類分析では、シリカゲルカラムクロマトグラフィー又は多層シリカゲルカラムクロマトグラフィー、活性炭シリカゲルカラムクロマトグラフィー、アルミナカラムクロマトグラフィー等の組合せが用いられる。ガスクロマトグラフィー(GC)では、GC 分離カラム(キャピラリーカラム)による化合物の分離が行われる。
- (13) クロマトグラム： GC/MS 測定で得られる、時間軸と信号強度からなるチャートのこと。ダイオキシン類測定では、測定質量電荷比ごとにマスクロマトグラムが得られる。
- (14) 検出下限： 分析において目的成分の有無を判定できる最小値(濃度)のこと。これが小さいほど測定感度が高いことになる。下限値を求める方法として、JIS 等では下限値付近の濃度の標準試料を数回測定し、その値の標準偏差(ばらつき) $\sigma$ を求め、 $3\sigma$ を検出下限、 $10\sigma$ を定量下限としている。ほかに信号強度とノイズの比(S/N 比)も考慮し、いずれかの高い方を取る。本マニュアルで規定する「表記すべき最低濃度」は本文中の表-2 に示す値で、実際の検出下限は規定された検出下限を十分満足している必要がある。
- (15) 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、標準溶液などをあらかじめ作成し、濃度などと測定値との関係を示す曲線を求め、これを定量のために用いる。この関係を示す曲線を検量線という。
- (16) 校正機関： 測定値等の対応する数値との関係を特定の条件下で確立する一連の操作を行う機関。すなわち、特定された校正項目を対照に、必ずしも方法にこだわらず、既知の値との関係を正確に求める能力が要求される。
- (17) 実測濃度： 測定対象化合物の定量値(濃度)のこと。
- (18) シリンジスパイク→内標準物質
- (19) 操作ブランク→ブランク
- (20) ダイオキシン類： ダイオキシン類対策特別措置法で定められたテトラ、ペンタ、ヘキサ、ヘプタ、オクタクロロジベンゾーパラジオキシン、テトラ、ペンタ、ヘキサ、ヘプタ、オクタクロロジベンゾフラン及びダイオキシン様 PCB の総称。
- (21) 単位：水質(pg/L)。底質(pg/g)。pg(ピコグラム、 $10^{-12}$ g(1兆分の1グラム))
- (22) 同位体： 陽子の数が同じで中性子の数を異にする元素。すなわち同一の元素であって質量数が異なるもの。例えば炭素(C)の天然存在比は、 $^{12}\text{C}$ (質量数 12.000000)が 98.90%、 $^{13}\text{C}$ (質量数 13.003355)が 1.10%である。ダイオキシン類の内標準物質は人工的に  $^{13}\text{C}$ のみで構成される化合物を合成し、用いることが多い。
- (23) 同族体： 塩素の置換数が同じで置換位置を異にする化合物の一群。
- (24) 同族体組成：ダイオキシン類各同族体の存在比のこと。
- (25) 毒性等価係数(TEF)： 2,3,7,8-TeCDD 毒性等価係数(2,3,7,8-TeCDD toxic equivalency factor)。2,3,7,8-TeCDD の毒性を 1 として、他のダイオキシン類の毒性を 2,3,7,8-TeCDD の

毒性に換算(規格化)するための係数。

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

- (39) ラウンドロビンスタディー：複数の分析機関等の各試験所に全く同じと考えてよい試料を配布し、一斉に試験して測定結果を持ち寄って比較する、持ち回り試験。
- (40) リップル：クロマトグラム上に一定の時間周期で出現する電氣的ノイズ。このノイズが大きい場合、装置に何らかの不具合が生じていることが考えられる。
- (41) ロックマス： スキャンごとに質量数のずれを補正するために測定するイオン。ダイオキシン類分析では MS イオン源に PFK (パーフルオロケロセン) 等を微量流しながら PFK の質量数をモニターする。ロックマス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。
- (42) GC： GC (ガスクロマトグラフ) は、主に試料導入部、カラム恒温槽、そしてカラムからなる。試料導入部の方式や温度設定、カラム種類、そしてカラム恒温槽の昇温プログラムを用いることにより、分析対象成分の固定相との相互作用 (吸着、分配) を利用して分離・定量する。ダイオキシン類の測定においては通常、キャリアーガスとして高純度ヘリウムを用いる。
- (43) GC カラム： 内径 0.1~0.52mm、長さ 25~60m の熔融シリカ製のキャピラリー (毛管) カラム。内壁に薬液が塗布されており、これを液相と呼ぶ。
- (44) GC/MS： 定量と同定に用いるガスクロマトグラフ質量分析計。ガスクロマトグラフ (GC) で分離させた分析対象成分を質量分析計 (MS) で検出する。
- (45) PCDDs： ポリクロロジベンゾーパラージオキシン
- (46) PCDFs： ポリクロロジベンゾフラン
- (47) TeCDDs： テトラクロロジベンゾーパラージオキシン
- (48) PeCDDs： ペンタクロロジベンゾーパラージオキシン
- (49) HxCDDs： ヘキサクロロジベンゾーパラージオキシン
- (50) HpCDDs： ヘプタクロロジベンゾーパラージオキシン
- (51) OCDD： オクタクロロジベンゾーパラージオキシン
- (52) TeCDFs： テトラクロロジベンゾフラン
- (53) PeCDFs： ペンタクロロジベンゾフラン
- (54) HxCDFs： ヘキサクロロジベンゾフラン
- (55) HpCDFs： ヘプタクロロジベンゾフラン
- (56) OCDF： オクタクロロジベンゾフラン
- (57) 2,3,7,8-位塩素置換異性体： 2,3,7,8-位に置換塩素を持つ PCDDs 7 種及び PCDFs 10 種の計 17 化合物で次に示すもの。

(ア) PCDDs

- 2,3,7,8-テトラクロロジベンゾーパラージオキシン (2,3,7,8-TeCDD)
- 1,2,3,7,8-ペンタクロロジベンゾーパラージオキシン (1,2,3,7,8-PeCDD)
- 1,2,3,4,7,8-ヘキサクロロジベンゾーパラージオキシン (1,2,3,4,7,8-HxCDD)
- 1,2,3,6,7,8-ヘキサクロロジベンゾーパラージオキシン (1,2,3,6,7,8-HxCDD)

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

(イ)PCDFs

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

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

(59) TeCBs: テトラクロロビフェニル

(60) PeCBs: ペンタクロロビフェニル

(61) HxCBs: ヘキサクロロビフェニル

(62) HpCBs: ヘプタクロロビフェニル

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

(ア)ノンオルト体

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

(イ)モノオルト体

2,3,3',4,4'-ペンタクロロビフェニル[2,3,3',4,4'-PeCB (IUPAC No.105)]  
2,3,4,4',5-ペンタクロロビフェニル[2,3,4,4',5-PeCB (IUPAC No.114)]  
2,3',4,4',5-ペンタクロロビフェニル[2,3',4,4',5-PeCB (IUPAC No.118)]  
2',3,4,4',5-ペンタクロロビフェニル[2',3,4,4',5-PeCB (IUPAC No.123)]  
2,3,3',4,4',5-ヘキサクロロビフェニル[2,3,3',4,4',5-HxCB (IUPAC No.156)]

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

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

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

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

(65) Injection リスト: GC/MS 測定において測定試料名などを注入順に記したもの。連続で測定した場合、直前の試料の影響が残ることがあるため、注入の順番の記録は重要である。

(66) IUPAC: International Union of Pure and Applied Chemistry (国際純正および応用化学連合)

(67) MS: mass spectrometer。質量分析計。

(68) ND (not detected): 検出下限未満。

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

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

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

(72) STD: Standard の略で標準物質のこと。

(73) TEF→毒性等価係数

(74) TEQ→毒性当量

(75) WHO: World Health Organization (世界保健機関)



別添-1

品質管理報告書フォーマット

## この検体の情報

試料媒体	底質
地点番号	001
管理番号(事務局使用欄)	
調査の種類	実態調査
水系名	
河川名	
調査地点	
調査地点(緯度・経度)	
採取日(開始日)	
採取日(終了日)	
試料形態,分画条件の画分など	-
都道府県名	
実施主体	
担当地方整備局	
受託機関名称(試料採取)	
受託機関名称(測定分析)	
試料採取機関名称	
測定分析機関名称	

この検体の情報

試料媒体		底質
地点番号		001
	前日の天候	
	当日の天候	
水質	採取位置	
	採取水深(m)	
	測定試料量(水質:L)	
	状態(色)	
	状態(濁り)	
	状態(臭気)	
	水温( )	
	pH	
	SS(mg/L)	
	底質	測定試料量(底質:g)
堆積物の組成		
状態(色)		
強熱減量(%)		
4~6塩素化合物の定量に用いたカラム		
7,8塩素化合物の定量に用いたカラム		
DL-PCBの定量に用いたカラム		
対応する操作ブランク試験の名称		
トラベルブランク試験の名称		
対応する検量線の名称		
この冊子の総ページ数		

## 測定分析結果(試料)

<b>試料媒体</b>	<b>底質</b>
<b>地点番号</b>	<b>001</b>

	化合物の名称	検出下限 (pg/g)	実測濃度 (pg/g)	TEF	毒性等量 (pg-TEQ/g)	塩素同位体比	回収率	
							(%)	判定
P C D s	1,3,6,8-TeCDD			-	-		-	-
	1,3,7,9-TeCDD			-	-		-	-
	2,3,7,8-TeCDD			1				
	TeCDDs			-	-		-	-
	1,2,3,7,8-PeCDD			1				
	PeCDDs			-	-		-	-
	1,2,3,4,7,8-HxCDD			0.1				
	1,2,3,6,7,8-HxCDD			0.1				
	1,2,3,7,8,9-HxCDD			0.1				
	HxCDDs			-	-		-	-
	1,2,3,4,6,7,8-HpCDD			0.01				
	HpCDDs			-	-		-	-
	OCDD			0.0001				
	Total PCDDs			-	-		-	-
P C D F s	1,2,7,8-TeCDF			-	-		-	-
	2,3,7,8-TeCDF			0.1				
	TeCDFs			-	-		-	-
	1,2,3,7,8-PeCDF			0.05				
	2,3,4,7,8-PeCDF			0.5				
	PeCDFs			-	-		-	-
	1,2,3,4,7,8-HxCDF			0.1				
	1,2,3,6,7,8-HxCDF			0.1				
	1,2,3,7,8,9-HxCDF			0.1				
	2,3,4,6,7,8-HxCDF			0.1				
	HxCDFs			-	-		-	-
	1,2,3,4,6,7,8-HpCDF			0.01				
	1,2,3,4,7,8,9-HpCDF			0.01				
	HpCDFs			-	-		-	-
OCDF			0.0001					
Total PCDFs			-	-		-	-	
Total (PCDDs+PCDFs)				-	-		-	-
D L P C B	3,3',4,4'-TeCB (#77)			0.0001				
	3,4,4',5-TeCB (#81)			0.0001				
	3,3',4,4',5-PeCB (#126)			0.1				
	3,3',4,4',5,5'-HxCB (#169)			0.01				
	Total non-ortho PCBs			-	-		-	-
	2,3,3',4,4'-PeCB (#105)			0.0001				
	2,3,4,4',5-PeCB (#114)			0.0005				
	2,3',4,4',5-PeCB (#118)			0.0001				
	2',3,4,4',5-PeCB (#123)			0.0001				
	2,3,3',4,4',5-HxCB (#156)			0.0005				
	2,3,3',4,4',5'-HxCB (#157)			0.0005				
	2,3',4,4',5,5'-HxCB (#167)			0.00001				
	2,3,3',4,4',5,5'-HpCB (#189)			0.0001				
Total mono-ortho PCBs		-	-	-		-	-	
Total DL-PCB		-	-	-		-	-	
Total (PCDDs + PCDFs + DL-PCB)		-	-	-		-	-	

(備考) 次の場合、『塩素同位体比』の欄に適当な番号や記号などを記入し、詳しい説明を『塩素同位体比の説明』に記載して下さい。

- ・塩素同位体比が規定値の範囲外であるが定量した。
- ・塩素同位体比が規定値の範囲外であるが定量した化合物を含んでいる。

## 塩素同位体比の説明

試料媒体	底質
地点番号	001

説明
~

## 使用内標準物質 (試料)

試料媒体		底質				
地点番号		001				
クリーンアップスパイク/シリ ンジスパイクの別	識別 記号	化合物の名称	使用した 化合物に	添加絶対量(pg)	回収率の計算 に使用したシリ ンジスパイク の識別記号	
クリーンアップスパイク	1	<sup>13</sup> C-2,3,7,8-TeCDD				
	2	<sup>13</sup> C-1,2,3,7,8-PeCDD				
	3	<sup>13</sup> C-1,2,3,4,7,8-HxCDD				
	4	<sup>13</sup> C-1,2,3,6,7,8-HxCDD				
	5	<sup>13</sup> C-1,2,3,7,8,9-HxCDD				
	6	<sup>13</sup> C-1,2,3,4,6,7,8-HpCDD				
	7	<sup>13</sup> C-OCDD				
	8	<sup>13</sup> C-2,3,7,8-TeCDF				
	9	<sup>13</sup> C-1,2,3,7,8-PeCDF				
	10	<sup>13</sup> C-2,3,4,7,8-PeCDF				
	11	<sup>13</sup> C-1,2,3,4,7,8-HxCDF				
	12	<sup>13</sup> C-1,2,3,6,7,8-HxCDF				
	13	<sup>13</sup> C-1,2,3,7,8,9-HxCDF				
	14	<sup>13</sup> C-2,3,4,6,7,8-HxCDF				
	15	<sup>13</sup> C-1,2,3,4,6,7,8-HpCDF				
	16	<sup>13</sup> C-1,2,3,4,7,8,9-HpCDF				
	17	<sup>13</sup> C-OCDF				
	18	<sup>13</sup> C-3,3',4,4'-TeCB (#77)				
	19	<sup>13</sup> C-3,4,4',5-TeCB (#81)				
	20	<sup>13</sup> C-3,3',4,4',5-PeCB (#126)				
	21	<sup>13</sup> C-3,3',4,4',5,5'-HxCB (#169)				
	22	<sup>13</sup> C-2,3,3',4,4'-PeCB (#105)				
	23	<sup>13</sup> C-2,3,4,4',5-PeCB (#114)				
	24	<sup>13</sup> C-2,3',4,4',5-PeCB (#118)				
	25	<sup>13</sup> C-2',3,4,4',5-PeCB (#123)				
	26	<sup>13</sup> C-2,3,3',4,4',5-HxCB (#156)				
	27	<sup>13</sup> C-2,3,3',4,4',5'-HxCB (#157)				
	28	<sup>13</sup> C-2,3',4,4',5,5'-HxCB (#167)				
	29	<sup>13</sup> C-2,3,3',4,4',5,5'-HpCB (#189)				
		30				
		31				
		32				
		33				
		34				
		35				
		36				
		37				
		38				
		39				
		40				
シリンジスパイク	A				-	
	B				-	
	C				-	
	D				-	
	E				-	
	F				-	
	G				-	
	H				-	
	I				-	
	J				-	
	K				-	
	L				-	

## 回収率 (PCDDs, PCDFs)

<b>試料媒体</b>	<b>底質</b>
<b>地点番号</b>	<b>001</b>

化合物の名称	各測定条件(Injection)の回収率				判定
	条件 (%)	条件 (%)	条件 (%)	条件 (%)	

### PCDDs(化合物)

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

### PCDFs(化合物)

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

### PCDDs(同族体)

	TeCDDs	
P	PeCDDs	
C	HxCDDs	
D	HpCDDs	
D	OCDD	
s		
	PCDDs	

### PCDFs(同族体)

	TeCDFs	
P	PeCDFs	
C	HxCDFs	
D	HpCDFs	
F	OCDF	
s		
	PCDFs	

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

## 回収率 (DL-PCB)

<b>試料媒体</b>	<b>底質</b>				
<b>地点番号</b>	<b>001</b>				
化合物の名称	各測定条件(Injection)の回収率				判定
	条件 (%)	条件 (%)	条件 (%)	条件 (%)	

### DL-PCB (ortho位別)

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

### DL-PCB (塩素数別)

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

### DL-PCB (同族体)

TeCBs	
PeCBs	
HxCBs	
HpCBs	

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

non-ortho 体	
mono-ortho 体	



## 回収率の説明

試料媒体	底質
地点番号	001

説明

## 定量に用いた内標準物質(試料)

<b>試料媒体</b>	<b>底質</b>
<b>地点番号</b>	001

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

## 各Injectionの資料(試料)

試料媒体	底質
地点番号	001
分析方法フローシートとの連鎖	
Injection List との連鎖	
測定条件(Injection)名	

### 説明

--

このInjectionの測定対象化合物とGC/MS測定分析条件(試料)

試料媒体	底質
地点番号	001
分析方法フローシートとの連鎖	
Injection List との連鎖	

測定対象化合物																																										
<b>PCDDs</b> <table border="1"> <tr><td>TeCDDs</td></tr> <tr><td>PeCDDs</td></tr> <tr><td>HxCDDs</td></tr> <tr><td>HpCDDs</td></tr> <tr><td>OCDD</td></tr> </table> <table border="1"> <tr><td>2,3,7,8-TeCDD</td></tr> <tr><td>1,2,3,7,8-PeCDD</td></tr> <tr><td>1,2,3,4,7,8-HxCDD</td></tr> <tr><td>1,2,3,6,7,8-HxCDD</td></tr> <tr><td>1,2,3,7,8,9-HxCDD</td></tr> <tr><td>1,2,3,4,6,7,8-HpCDD</td></tr> </table> <table border="1"> <tr><td>1,3,6,8-TeCDD</td></tr> <tr><td>1,3,7,9-TeCDD</td></tr> </table>	TeCDDs	PeCDDs	HxCDDs	HpCDDs	OCDD	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	1,3,6,8-TeCDD	1,3,7,9-TeCDD	<b>PCDFs</b> <table border="1"> <tr><td>TeCDFs</td></tr> <tr><td>PeCDFs</td></tr> <tr><td>HxCDFs</td></tr> <tr><td>HpCDDs</td></tr> <tr><td>OCDD</td></tr> </table> <table border="1"> <tr><td>2,3,7,8-TeCDF</td></tr> <tr><td>1,2,3,7,8-PeCDF</td></tr> <tr><td>2,3,4,7,8-PeCDF</td></tr> <tr><td>1,2,3,4,7,8-HxCDF</td></tr> <tr><td>1,2,3,6,7,8-HxCDF</td></tr> <tr><td>1,2,3,7,8,9-HxCDF</td></tr> <tr><td>2,3,4,6,7,8-HxCDF</td></tr> <tr><td>1,2,3,4,6,7,8-HpCDF</td></tr> <tr><td>1,2,3,4,7,8,9-HpCDF</td></tr> </table> <table border="1"> <tr><td>1,2,7,8-TeCDF</td></tr> </table>	TeCDFs	PeCDFs	HxCDFs	HpCDDs	OCDD	2,3,7,8-TeCDF	1,2,3,7,8-PeCDF	2,3,4,7,8-PeCDF	1,2,3,4,7,8-HxCDF	1,2,3,6,7,8-HxCDF	1,2,3,7,8,9-HxCDF	2,3,4,6,7,8-HxCDF	1,2,3,4,6,7,8-HpCDF	1,2,3,4,7,8,9-HpCDF	1,2,7,8-TeCDF	<b>DL-PCB</b> <table border="1"> <tr><td>3,3',4,4'-TeCB (#77)</td></tr> <tr><td>3,4,4',5-TeCB (#81)</td></tr> <tr><td>2,3,3',4,4'-PeCB (#126)</td></tr> <tr><td>2,3,4,4',5-PeCB (#169)</td></tr> </table> <table border="1"> <tr><td>2,3',4,4',5-PeCB (#105)</td></tr> <tr><td>2',3,4,4',5-PeCB (#114)</td></tr> <tr><td>2,3,3',4,4',5-HxCB (#118)</td></tr> <tr><td>2,3,3',4,4',5'-HxCB (#123)</td></tr> <tr><td>2,3',4,4',5,5'-HxCB (#156)</td></tr> <tr><td>2,3,3',4,4',5,5'-HpCB (#157)</td></tr> <tr><td>2,2',3,3',4,4',5-HpCB (#167)</td></tr> <tr><td>2,2',3,4,4',5,5'-HpCB (#189)</td></tr> </table>	3,3',4,4'-TeCB (#77)	3,4,4',5-TeCB (#81)	2,3,3',4,4'-PeCB (#126)	2,3,4,4',5-PeCB (#169)	2,3',4,4',5-PeCB (#105)	2',3,4,4',5-PeCB (#114)	2,3,3',4,4',5-HxCB (#118)	2,3,3',4,4',5'-HxCB (#123)	2,3',4,4',5,5'-HxCB (#156)	2,3,3',4,4',5,5'-HpCB (#157)	2,2',3,3',4,4',5-HpCB (#167)	2,2',3,4,4',5,5'-HpCB (#189)
TeCDDs																																										
PeCDDs																																										
HxCDDs																																										
HpCDDs																																										
OCDD																																										
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																																										
1,3,6,8-TeCDD																																										
1,3,7,9-TeCDD																																										
TeCDFs																																										
PeCDFs																																										
HxCDFs																																										
HpCDDs																																										
OCDD																																										
2,3,7,8-TeCDF																																										
1,2,3,7,8-PeCDF																																										
2,3,4,7,8-PeCDF																																										
1,2,3,4,7,8-HxCDF																																										
1,2,3,6,7,8-HxCDF																																										
1,2,3,7,8,9-HxCDF																																										
2,3,4,6,7,8-HxCDF																																										
1,2,3,4,6,7,8-HpCDF																																										
1,2,3,4,7,8,9-HpCDF																																										
1,2,7,8-TeCDF																																										
3,3',4,4'-TeCB (#77)																																										
3,4,4',5-TeCB (#81)																																										
2,3,3',4,4'-PeCB (#126)																																										
2,3,4,4',5-PeCB (#169)																																										
2,3',4,4',5-PeCB (#105)																																										
2',3,4,4',5-PeCB (#114)																																										
2,3,3',4,4',5-HxCB (#118)																																										
2,3,3',4,4',5'-HxCB (#123)																																										
2,3',4,4',5,5'-HxCB (#156)																																										
2,3,3',4,4',5,5'-HpCB (#157)																																										
2,2',3,3',4,4',5-HpCB (#167)																																										
2,2',3,4,4',5,5'-HpCB (#189)																																										

GC/MSの識別		
GC-MSの識別	GC機種名	MS機種名
	GCメーカー名	MSメーカー名

GC/MS条件																															
<b>GCカラム</b> <table border="1"> <tr><td>GCカラム名称</td></tr> <tr><td>メーカー名</td></tr> <tr><td>内径(mm)</td></tr> <tr><td>膜厚(μm)</td></tr> <tr><td>長さ(m)</td></tr> </table>	GCカラム名称	メーカー名	内径(mm)	膜厚(μm)	長さ(m)	<b>注入方法など</b> <table border="1"> <tr><td>GC注入口温度( )</td></tr> <tr><td>注入量(μL)</td></tr> <tr><td>インターフェース温度( )</td></tr> </table> <table border="1"> <tr><td>質量校正</td></tr> <tr><td>質量校正用物質</td></tr> </table>	GC注入口温度( )	注入量(μL)	インターフェース温度( )	質量校正	質量校正用物質	<table border="1"> <tr><td>注入方法</td></tr> <tr><td>注入口圧力(psi)</td></tr> <tr><td>キャリアガス流量(mL/min)</td></tr> <tr><td>その他特記事項</td></tr> </table>	注入方法	注入口圧力(psi)	キャリアガス流量(mL/min)	その他特記事項															
GCカラム名称																															
メーカー名																															
内径(mm)																															
膜厚(μm)																															
長さ(m)																															
GC注入口温度( )																															
注入量(μL)																															
インターフェース温度( )																															
質量校正																															
質量校正用物質																															
注入方法																															
注入口圧力(psi)																															
キャリアガス流量(mL/min)																															
その他特記事項																															
<b>MS</b> <table border="1"> <tr><td>設定分解能</td></tr> <tr><td>イオン化エネルギー(eV)</td></tr> <tr><td>イオン化電流(μA)</td></tr> <tr><td>イオン源温度( )</td></tr> <tr><td>イオン加速電圧(kV)</td></tr> </table>	設定分解能	イオン化エネルギー(eV)	イオン化電流(μA)	イオン源温度( )	イオン加速電圧(kV)	<b>GCオープン温度</b> <table border="1"> <tr><td></td><td>min</td></tr> <tr><td></td><td>/min</td></tr> <tr><td></td><td>min</td></tr> <tr><td></td><td>/min</td></tr> <tr><td></td><td>min</td></tr> <tr><td></td><td>/min</td></tr> <tr><td></td><td>min</td></tr> <tr><td></td><td>/min</td></tr> <tr><td></td><td>min</td></tr> <tr><td></td><td>/min</td></tr> <tr><td></td><td>min</td></tr> </table> <table border="1"> <tr><td>その他特記事項</td></tr> <tr><td>Run Time (min)</td></tr> </table>		min		/min		min		/min		min		/min		min		/min		min		/min		min	その他特記事項	Run Time (min)	
設定分解能																															
イオン化エネルギー(eV)																															
イオン化電流(μA)																															
イオン源温度( )																															
イオン加速電圧(kV)																															
	min																														
	/min																														
	min																														
	/min																														
	min																														
	/min																														
	min																														
	/min																														
	min																														
	/min																														
	min																														
その他特記事項																															
Run Time (min)																															

**このInjectionのMS測定分析条件(試料) -その1-**

<b>試料媒体</b>	<b>底質</b>
-------------	-----------

<b>地点番号</b>	001
-------------	-----

分析方法フローシートとの連鎖	
----------------	--

Injection List との連鎖	
---------------------	--

**グループ**

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

**グループ**

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

試料媒体	底質
------	----

地点番号	001
------	-----

分析方法フローシートとの連鎖	
----------------	--

Injection List との連鎖	
---------------------	--

**グループ**

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

**グループ**

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

試料媒体	底質
------	----

地点番号	001
------	-----

分析方法フローシートとの連鎖	
----------------	--

Injection List との連鎖	
---------------------	--

**グループ**

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

**グループ**

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

## GC/MS感度確認のクロマトグラム

試料媒体	底質
地点番号	001
分析方法フローシートとの連鎖	
Injection List との連鎖	

### 説明



## RRFの記録(試料)

試料媒体	底質
地点番号	001
Injection List との連鎖	
対応する検量線の名称	

### 説明

--

## クロマトグラム(試料)

試料媒体	底質
地点番号	001
Injection List との連鎖	

説明

検算・回収率チェックシート

試料媒体

底質

地点番号

001

試料量(L, g)	最終容量(μL)	PCDDs/DFs:	non-ortho PCBs:	mono-ortho PCBs:
-----------	----------	------------	-----------------	------------------

化合物の名称等	D 粗抽出液 分割割合	ピーク面積		Qcsi IS添加量 (pg)	定量に 使用し たクリーン アップスバ イク	RRFcs <sup>(注1)</sup>	Ci 計算値 (pg/L, pg/g)	BL 操作ブランク値 (pg/L, pg/g)	Ci-BL 補正值 (pg/L, pg/g)	RRFRs	Dcsi IS添加後 の試料分 割割合	回収率 の計算 に使用 したシリ ンジスバ イク	回収率 (%)
		Ai 測定対象物質	Acsi 内標準物質										
PCDDs	1	2,3,7,8-TeCDD											
	2	1,2,3,7,8-PeCDD											
	3	1,2,3,4,7,8-HxCDD											
	4	1,2,3,6,7,8-HxCDD											
	5	1,2,3,7,8,9-HxCDD											
	6	1,2,3,4,6,7,8-HpCDD											
	7	OCDD											
PCDFs	8	2,3,7,8-TeCDF											
	9	1,2,3,7,8-PeCDF											
	10	2,3,4,7,8-PeCDF											
	11	1,2,3,4,7,8-HxCDF											
	12	1,2,3,6,7,8-HxCDF											
	13	1,2,3,7,8,9-HxCDF											
	14	2,3,4,6,7,8-HxCDF											
	15	1,2,3,4,6,7,8-HpCDF											
	16	1,2,3,4,7,8,9-HpCDF											
	17	OCDF											
DL-PCB	18	3,3',4,4'-TeCB (#77)											
	19	3,4,4',5'-TeCB (#81)											
	20	3,3',4,4',5'-PeCB (#126)											
	21	3,3',4,4',5,5'-HxCB (#169)											
	22	2,3,3',4,4'-PeCB (#105)											
	23	2,3,4,4',5'-PeCB (#114)											
	24	2,3',4,4',5'-PeCB (#118)											
	25	2',3,4,4',5'-PeCB (#123)											
	26	2,3,3',4,4',5'-HxCB (#156)											
	27	2,3,3',4,4',5'-HxCB (#157)											
	28	2,3',4,4',5,5'-HxCB (#167)											
	29	2,3,3',4,4',5,5'-HpCB (#189)											

シリンジスバイク	化合物の名称等	Arsi ピーク面積	Qrsi 添加量 (pg)
B			
C			
D			
E			

(注1) RRFcs についてどちらか使用した方法に をチェックして下さい。

<input type="checkbox"/>	本試料測定時の標準溶液のRRFを使用
<input type="checkbox"/>	本試料測定時以外の検量線等のRRFを使用

留意事項が  
あれば記入  
下さい

## 塩素同位体比チェックシート(試料)

<b>試料媒体</b>	<b>底質</b>
<b>地点番号</b>	<b>001</b>

	化合物の名称等	ピーク面積		から求め た塩素同位体 比( )	理論塩素同位 体比( )	理論比とのず れ( ) (%)
	2,3,7,8-TeCDD					
P	1,2,3,7,8-PeCDD					
C	1,2,3,4,7,8-HxCDD					
D	1,2,3,6,7,8-HxCDD					
D	1,2,3,7,8,9-HxCDD					
s	1,2,3,4,6,7,8-HpCDD					
	OCDD					
	2,3,7,8-TeCDF					
P	1,2,3,7,8-PeCDF					
C	2,3,4,7,8-PeCDF					
D	1,2,3,4,7,8-HxCDF					
D	1,2,3,6,7,8-HxCDF					
F	1,2,3,7,8,9-HxCDF					
s	2,3,4,6,7,8-HxCDF					
	1,2,3,4,6,7,8-HpCDF					
	1,2,3,4,7,8,9-HpCDF					
	OCDF					
	3,3',4,4'-TeCB (#77)					
	3,4,4',5-TeCB (#81)					
D	3,3',4,4',5-PeCB (#126)					
L	3,3',4,4',5,5'-HxCB (#169)					
i	2,3,3',4,4'-PeCB (#105)					
P	2,3,4,4',5-PeCB (#114)					
C	2,3',4,4',5-PeCB (#118)					
B	2',3,4,4',5-PeCB (#123)					
	2,3,3',4,4',5-HxCB (#156)					
	2,3,3',4,4',5'-HxCB (#157)					
	2,3',4,4',5,5'-HxCB (#167)					
	2,3,3',4,4',5,5'-HpCB (#189)					

## 別添-2

### 品質管理報告書の記入方法



## 品質管理報告書入力方法

1. 資料は ~ まであります。
2. 緑色の部分（セル）は、入力が必要な箇所です。
3. 青色の部分（セル）は、入力しなくてもリンクにより自動入力される箇所です。
4. 黄色の部分（セル）は、必要な場合入力する箇所です。
5. 上記3色以外の部分への入力や変更は絶対にしないで下さい。
6. 必要事項を入力した後、印刷物と電子媒体の両方を提出願います。
7. 実際の提出資料は白黒印刷で結構です。
8. 電子媒体で提出する際のファイル名の付け方は次に示すとおりです。

### (例) W001A00U-1-地整備局-1

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

- (a) 媒体： 水質の場合は“W”、底質の場合は“M”として下さい。
- (b) 地点番号： 同時に配布する調査地点一覧表の番号を必ず3桁で入れて下さい。
- (c) 調査種別： 実態調査の場合は“A”として下さい。
- (d) 試料採取層： 実態調査の場合は“00U”として下さい。
- (e) 検体情報： 試料の場合は“1”、トラベルブランクの場合は“BL”として下さい
- (f) 機関名略称： 測定分析機関の略称を全角4文字で入れて下さい。
- (g) データバージョン： 報告データの訂正等がある場合、1桁整数で提出順に入れて下さい。

[注]全角4文字で示す機関名略称以外は全て半角として下さい。

9. ~ 及び ~ は1検体につき1セット、 ~ は1回のInjectionにつき1セット必要です。そのため、1検体の資料は、 ~ 、 ~ 、 ~ 、 ~ …… の順に構成されることとなります。

## この検体の情報

1. 『試料媒体』には、水質、底質の識別を入力して下さい。
2. 『地点番号』には、ファイル名に使用した3桁の地点番号を入力して下さい(例 026)。
3. 『管理番号(事務局使用欄)』は、事務局使用欄ですので入力しないで下さい。
4. 『調査の種類』には、“実態調査”と入力して下さい。
5. 『水系名』には、水系名を入力して下さい。
6. 『河川名』には、河川名を入力して下さい。
7. 『調査地点』には、調査地点名を入力して下さい。また、緯度・経度も入力してください。
8. 『採取日』には、試料採取開始及び終了年月日を入力して下さい。2日にまたがらない場合は採取開始日のみで結構です。
9. 『試料形態、分画条件の画分など』には、“-”と入力して下さい。
10. 『都道府県名』には、試料を採取した都道府県名を入力して下さい。
11. 『実施主体』は、事務局使用欄ですので、変更しないで下さい。
12. 『担当地方整備局』には、担当地方整備局名を入力して下さい。
13. 『受託機関名称(試料採取)』には、試料採取に関わる契約機関名を入力して下さい。
14. 『受託機関名称(測定分析)』には、測定分析に関わる契約機関名を入力して下さい。
15. 『試料採取機関名称』には、試料採取機関名を入力して下さい。機関の識別が可能なように事業所名や部門名等まで入力して下さい。
16. 『測定分析機関名称』には、前処理からGC/MS測定を行った機関名を入力して下さい。機関の識別が可能なように事業所名や部門名等まで入力して下さい。
17. 『前日の天候』には、調査前日の主な天候について、『晴、曇、雨、大雨、雪』より1つ選んで入力して下さい。
18. 『当日の天候』には、調査当日の主な天候について、『晴、曇、雨、大雨、雪』より1つ選んで入力して下さい。
19. 『採取位置』には、試料の採取位置について、河川の場合は『流心(中央)、左岸、右岸、左岸・右岸の混合、左岸・流心・右岸の混合』から、湖や海の場合は『上層(表層)、中層、下層、上層・下層の混合、上層・中層の混合、中層・下層の混合、上層・中層・下層の混合』より1つ選んで入力してください。水質試料のみ入力して下さい。
20. 『採取水深』には、試料を採取した水深を0.1m単位で入力してください。水質試料のみ入力して下さい。
21. 『測定試料量(水質)』には、前処理に使用した水質試料量を0.1L単位で入力して下さい。
22. 『状態(色)』には、採取した試料の色を水質試料、底質試料共に入力して下さい。
23. 『状態(濁り)』には、採取した試料の濁りについて、『無、ややある、多い』より1つのみ選んで入力してください。水質試料のみ入力して下さい。
24. 『状態(臭気)』には、採取した試料の臭気について、臭気の種類に関して、『無臭、芳香性臭気、植物性臭気、土臭気・かび臭、魚貝臭、薬品性臭気、金属性臭気、腐敗性臭気、不快臭、その他』、臭気の強弱に関して、『無、微、中、強』よりそれぞれ1つ選んで入力してください。水質試料のみ入力して下さい。
25. 『水温』には、採取した試料の水温を0.1 単位で入力して下さい。水質試料のみ入力して下さい。



26. 『pH』には、採取した試料のpHを0.1単位で入力してください。水質試料のみ入力して下さい。
27. 『SS』には、採取した試料のSSを1mg/L単位で入力してください。水質試料のみ入力して下さい。
28. 『測定試料量（底質）』には、前処理に使用した底質試料量を0.1g単位で入力して下さい。
29. 『堆積物の組成』には、採取した試料の組成（性状）について、『小石混じり砂、砂、シルト混じり砂、砂混じりシルト、シルト』より1つのみ選んで入力してください。底質試料のみ入力して下さい。
30. 『強熱減量』には、強熱減量を0.1%単位で入力してください。底質試料のみ入力して下さい。
31. 測定に使用したカラムについて記入してください。複数記入しても構いません。『測定分析条件』と整合性が取れるようにしてください。
32. 『対応する操作ブランク試験の名称』には、対応する操作ブランク試験の名称を入力して下さい。
33. 『トラベルブランク試験の名称』には、この検体の評価に係るトラベルブランク試験の名称を入力して下さい。底質調査の場合、トラベルブランク試験は存在しませんので、“底質調査のため、トラベルブランクなし”と入力して下さい。
34. 『対応する検量線の名称』には、対応する検量線の名称を入力して下さい。
35. 『この冊子の総ページ数』には、この冊子の総ページ数（最終ページの番号）を入力して下さい。なお、資料には必ずページ数を打って下さい。

## 測定分析結果（試料）

最終的な測定分析結果表内における数値の取り扱い方法（まるめ方、まるめる段階、入力桁数加算の順序）が異なることにより、得られる結果（Total濃度やTEQなど）に差異が生じることを防ぐために規定してあります。

### 1. 有効数字のまるめ方

有効数字のまるめの方法は JIS Z 8401 に従って下さい。

### 2. 数値フォーマット

- (1) 緑色のセルには数値で入力して下さい。
- (2) 縦方向の小数点位置合わせは不要です。
- (3) 表示される有効数字は意味あるものとなるようにして下さい。
- (4) 数値を文字列として入力しないで下さい。

### 3. 数値の採用

- (1) 各化合物（クロマトグラム各ピーク）に関して、『仕様で設定した検出下限<sup>1</sup>』以上の化合物に関して濃度を算出して下さい。今回の結果には『定量下限値』という概念は必要ありませんのでご注意下さい。また、『科学的意味での検出下限』は検体毎に異なるはずですが、今回は『仕様で設定した検出下限』で統一して下さい。したがって『実際の検出下限』（『科学的意味での検出下限』）が『仕様で設定した検出下限』を下回る（実際の測定では『仕様で設定した検出下限』より低い濃度まで測定できている）という場合があるかもしれませんが、この場合でも、『仕様で設定した検出下限』未満は全て検出下限未満として取り扱って下さい。
- (2) 測定された2つのモニタリーオンのレスポンス（通常は面積値）の比が、理論塩素同位体存在比の規定値の範囲<sup>2</sup>に入っていなかった場合、その化合物の実測濃度は原則として“ND”<sup>3</sup>（半角大文字）として扱って下さい<sup>4</sup>（ただし、3.(3)及び3.(4)を参照下さい）。
- (3) 次の場合、対応するセルに“ ”などの識別（何でも良い）を入力し、『塩素同位体比の説明』に説明を記入して下さい。
  - a) 塩素同位体比が規定範囲内でなかった理由により棄却した化合物  
対象となる化合物は次の通りです。実測濃度の欄には半角大文字で“ND”と入力して下さい。  
2,3,7,8-位塩素置換異性体（17化合物）  
TEF(WHO,1998)を持たないが個別定量する3化合物  
（1,3,6,8-TeCDD、1,3,7,9-TeCDD、1,2,7,8-TeCDF）  
DL-PCB（12化合物）
  - b) 塩素同位体比が規定範囲内でなかった理由により棄却した化合物を含む項目  
対象となる項目は次の通りです。  
TeCDDs、PeCDDs、HxCDDs、HpCDDs、OCDD  
TeCDFs、PeCDFs、HxCDFs、HpCDFs、OCDF  
Total PCDDs、Total PCDFs、Total (PCDDs+PCDFs)

<sup>1</sup> 『仕様で設定した検出下限』は各検体における測定クロマトグラム上でS/N 3を満足している必要があります。

<sup>2</sup> 範囲は JIS に従って下さい。

<sup>3</sup> “N.D.”ではなく、“ND”をお願い致します。

<sup>4</sup> 塩素同位体比がここで示す理論値と規定範囲内で合致しない場合でも、例えば科学的知見による何らかの理由で定量した方がより現実的であると考えられる場合は定量して下さい。

DL-PCB ( mono-ortho PCBs )、DL-PCB ( non-ortho PCBs )、Total DL-PCB

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

2,3,7,8-位塩素置換異性体 ( 17化合物 )

TEF(WHO,1998)を持たないが個別定量する3化合物

( 1,3,6,8-TeCDD、1,3,7,9-TeCDD、1,2,7,8-TeCDF )

DL-PCB ( 12化合物 )

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

TeCDDs、PeCDDs、HxCDDs、HpCDDs、OCDD

TeCDFs、PeCDFs、HxCDFs、HpCDFs、OCDF

Total PCDDs、Total PCDFs、Total (PCDDs+PCDFs)

DL-PCB (mono-ortho PCBs)、DL-PCB (non-ortho PCBs)、Total DL-PCB

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

#### 4. 実測濃度

- (1) 2,3,7,8-位塩素置換異性体 ( 17化合物 )、TEF(WHO,1998)を持たないが個別定量する3化合物 ( 1,3,6,8-TeCDD、1,3,7,9-TeCDD、1,2,7,8-TeCDF ) 及びDL-PCB ( 12化合物 ) の各実測濃度を有効数字2桁に丸めて入力して下さい。有効数字以降 ( 3桁目以降 ) の数値は意味のない0 ( ゼロ ) となります。ただし、検出下限と同じ桁数の数値に関しては1桁表記となります。
- (2) 2,3,7,8-位塩素置換異性体 ( 17化合物 )、TEF(WHO,1998)を持たないが個別定量する3化合物 ( 1,3,6,8-TeCDD、1,3,7,9-TeCDD、1,2,7,8-TeCDF ) 及びDL-PCB ( 12化合物 ) の各々の実測濃度が『仕様で設定した検出下限』未満であった場合、これらの化合物に関する各々の実測濃度のセルには“ND”と入力して下さい。
- (3) PCDDs及びPCDFsに関しては、各同族体に含まれる異性体の総和濃度 ( TeCDDs、PeCDDs、HxCDDs、HpCDDs、TeCDFs、PeCDFs、HxCDFs及びHpCDFs ) を有効数字2桁で入力して下さい。各同族体に含まれる異性体の総和濃度は含まれる異性体のうち、『仕様で設定した検出下限』以上の化合物を積算して下さい<sup>5</sup>。
- (4) TeCDDs、PeCDDs、HxCDDs、HpCDDs、OCDDの濃度の総和をTotal PCDDsとして有効数字2桁で入力して下さい。
- (5) TeCDFs、PeCDFs、HxCDFs、HpCDFs、OCDFの濃度の総和をTotal PCDFsとして有効数字2桁で入力して下さい。
- (6) TeCDDs、PeCDDs、HxCDDs、HpCDDs、OCDD、TeCDFs、PeCDFs、HxCDFs、HpCDFs、OCDFの濃度の総和をTotal(PCDDs+PCDFs)として有効数字2桁で入力して下さい<sup>6</sup>。
- a) 各同族体に含まれる全ての異性体が『仕様で設定した検出下限』未満であった場合、その同

<sup>5</sup> 例えばTeCDDsの異性体で、『仕様で設定した検出下限』未満の化合物と『仕様で設定した検出下限』以上の化合物が出現した場合、TeCDDs濃度としては『仕様で設定した検出下限』以上の化合物の濃度を積算し、『仕様で設定した検出下限』未満の化合物は0(ゼロ)とし加算しないで下さい。『仕様で設定した検出下限』未満の化合物も最大見積濃度として加算することが正しいと考えられますが、使用するGC分離カラムの種類によって個別分離定量可能な化合物の種類が異なるため、最大見積もり濃度を統一した方法で算出することが事実上不可能であるのでこのように規定します。

<sup>6</sup> 『Total (PCDDs+PCDFs)実測濃度』を、『有効数字2桁で丸められた Total PCDDs 実測濃度』と『有効数字2桁で丸められた Total PCDFs 実測濃度』の和で入力しないで下さい。

族体の実測濃度の欄には“ND”と入力して下さい。

- b) PCDDsに含まれる全ての化合物が『仕様で設定した検出下限』未満であった場合、PCDDsの実測濃度の欄には“ND”と入力して下さい。
- c) PCDFsに含まれる全ての化合物が『仕様で設定した検出下限』未満であった場合、PCDFsの実測濃度の欄には“ND”と入力して下さい。
- d) PCDDsとPCDFsが共にNDであった場合、Total (PCDDs+PCDFs)の実測濃度の欄には“ND”と入力して下さい。
- e) IUPAC #77、# 81、#126、#169の実測濃度を積算し、DL-PCB (non-ortho PCBs)実測濃度として有効数字2桁で入力して下さい。
- f) IUPAC#105、#114、#118、#123、#156、#157、#167及び#189の実測濃度を積算し、DL-PCB (mono-ortho PCBs)実測濃度として有効数字2桁で入力して下さい。
- g) IUPAC #77、# 81、#126、#169、 #105、#114、#118、#123、#156、#157、#167及び#189の濃度を積算し、Total DL-PCB実測濃度として有効数字2桁で入力して下さい<sup>7</sup>。

## 5. TEQの算出

- (1) 有効数字2桁でまるめた2,3,7,8-位塩素置換異性体(17化合物)及びDL-PCB(12化合物)の各々の実測濃度にTEF(WHO,1998)を乗じ、TEQを算出して所定の欄に入力して下さい。各2,3,7,8-位塩素置換異性体及びDL-PCBのTEQは有効数字3桁で入力して下さい<sup>8</sup>。
- (2) 『仕様で設定した検出下限』以上の化合物に関しては、その濃度を用いてTEQを算出して下さい。『仕様で設定した検出下限』未満の化合物に関しては各々の化合物に対応する『仕様で設定した検出下限』の1/2にTEF(WHO,1998)を乗じたものを入力して下さい。
- (3) Total PCDDsのTEQは有効数字3桁で入力して下さい。
- (4) Total PCDFsのTEQは有効数字3桁で入力して下さい。
- (5) Total (PCDDs+PCDFs)のTEQは有効数字2桁で入力して下さい。
- (6) Total DL-PCB (non-ortho PCBs)のTEQは有効数字3桁で入力して下さい。
- (7) Total DL-PCB (mono-ortho PCBs)のTEQは有効数字3桁で入力して下さい。
- (8) Total DL-PCBのTEQは有効数字2桁で入力して下さい。
- (9) Total(PCDDs+PCDFs+DL-PCB)のTEQは有効数字2桁で入力して下さい。
- (10) 各実測濃度からPCDDs、PCDFs、DL-PCBのTotal TEQを算出するまでの過程で数値のまるめは行わないで下さい。

<sup>7</sup> 『Total DL-PCB 実測濃度』を、『有効数字2桁でまるめた DL-PCB (non-ortho PCBs) 実測濃度』と『有効数字2桁でまるめた DL-PCB (mono-ortho PCBs) 実測濃度』の和で入力しないで下さい。

<sup>8</sup> 実測濃度の有効数字は2桁ですが、各2,3,7,8-位塩素置換異性体及びDL-PCB各化合物の個別のTEQはあくまでも『Total TEQを算出するための途中の計算過程』を示しているという観点から、また最終測定分析結果表の実測濃度からTEQ算出までをトレース可能となるようにするという観点から3桁表示と致します(TEF(WHO,1998)に含まれる数字は0、1及び5のみであるので、4桁目は必ずゼロになり、最終結果表内での積算に矛盾が生じなくなります)。

## 使用内標準物質（試料）

1. 『使用した化合物に 』には、内標準物質(IS)として使用した化合物の欄に“ ”と入力して下さい。使用していない化合物の欄には“未使用”と入力して下さい。“未使用”の化合物に関しては『添加絶対量』、『回収率の計算に使用したシリンジスパイクの識別記号』に“-”と入力して下さい。
2. クリーンアップスパイクとして一覧に記載のない化合物を使用した場合は、識別記号30～40の『化合物の名称』に情報を入力して下さい。シリンジスパイクについては識別記号A～Lの『化合物の名称』に情報を入力して下さい。
3. 『添加絶対量』には、ISの添加絶対量を入力して下さい。
4. 『回収率の計算に使用したシリンジスパイクの識別記号』には、回収率の計算に使用したシリンジスパイクを『シリンジスパイク』のA～Lの識別記号で入力して下さい。
5. 化合物の名称の順番を良く確認して、対応を間違えないようにご注意下さい。
6. 仕様で要求している測定分析方法で規定された最低限の種類のISを使用していない場合、受付できませんのでご注意下さい。

## 回収率

1. 複数の測定条件で定量を行っている場合、その条件毎の回収率を入力して下さい。報告値として採用したものの右に“ ”と入力して下さい。
2. 『判定』には、回収率が規定範囲内であれば“○”、規定範囲外であれば“×”と入力して下さい。“×”の場合、このデータを棄却しなくて良い根拠を説明する別添資料を付けて下さい。『判定』でセルに色が無い箇所は事務局使用欄ですので入力しないで下さい。
3. 『～（同族体）』には、“ ”と入力した各ISの回収率の平均値を入力して下さい。
4. 『～（同族体）』の『PCDDs』には、『TeCDDs』、『PeCDDs』、『HxCDDs』、『HpCDDs』、『OCDD』の平均値を入力して下さい。『PCDFs』についても同様に入力して下さい。
5. 『PCDDs、PCDFs』には、『PCDDs』、『PCDFs』の平均値を入力して下さい。
6. 『DL-PCB』には、『TeCBs』、『PeCBs』、『HxCBs』、『HpCBs』の平均値を入力して下さい。
7. 『non-ortho PCBs』には、#77、#81、#126、#169の回収率の平均値を入力して下さい。『mono-ortho PCBs』には、#105、#114、#118、#123、#156、#157、#167、#189の回収率の平均値を入力して下さい。
8. 化合物の順番を良く確認して下さい。

## 定量に用いた内標準物質（試料）

1. 『定量に使用したIS』には、それぞれの化合物の定量に使用したISを右の表から選択して、識別番号を入力して下さい。複数のISを用いた場合、計算方法を明記して下さい。
2. 一覧にない化合物を使用した場合は、右の表の識別番号30～40の『化合物の名称』に化合物名を入力して下さい。

## 各Injectionの資料（試料）

1. 『分析方法フローシートとの連鎖』には、どのフローシートのどのカラムクロマトグラフ分画フラクションに対するInjectionかが分かるように情報を入力して下さい。
2. 『Injection Listとの連鎖』には、対応するInjectionリスト名を入力して下さい。
3. 『測定条件（Injection）名』には、“条件α”～“条件δ”と入力して下さい。『回収率』の『各測定条件（Injection）の回収率』と対応するように入力して下さい。
4. 同じ化合物を複数のGCカラムで測定している場合で、定量値として採用している測定が検体によって異なる場合、その理由を『説明』欄に記入するか、別途その場合分けの手法について記述したものを添付してください。なお、この場合のように方法に選択肢がある場合、品質管理計画書にその方法が記述されている事が必要です。



## このInjectionの測定対象化合物とGC/MS測定分析条件（試料）

1. このデータシートは1回のInjectionにつき1枚必要です。
2. 『定量対象化合物』には、この条件で定量した化合物に“ ”と入力して下さい。測定した化合物ではありません。
3. 『GC/MSの識別』には、使用したGC/MSを識別できる情報を入力して下さい。例えば“1号機”、“2号機”でも結構ですし、装置の製造番号や自社で定めている機材管理番号等でも結構です。
4. 『注入口圧力』について、コンスタントフローを採用している場合はInjection直前の圧力を入力して下さい。
5. 『キャリアガス流量』について、コンスタントプレッシャーを採用している場合はInjection直前の流量を入力して下さい。
6. 『設定分解能』に入力する値は、各Injectionの実測でなく、当初の設定値で結構です。
7. 『イオン加速電圧』には、測定質量電荷比のグループ内で最大の電圧を入力して下さい。振り幅は不要です。

## このInjectionのMS測定分析条件

1. 『測定質量電荷比』及び『測定対象の名称』には、測定した全ての質量電荷比及び測定対象の名称を入力して下さい。
2. ロックマス、ロックマスモニター（ロックマスチェック）、ダミー測定等も入力して下さい。
3. 質量電荷比は小数点以下4桁で入力して下さい。印刷されたクロマトグラムの質量電荷比と整合性がとれているか確認して下さい。
4. 磁場をスイッチングして複数のグループの測定を行っている場合は、グループの数分この表が必要となります。

## GC/MS感度確認のクロマトグラム

1. ここには、各測定において行われた感度確認のクロマトグラムの記録を添付して下さい。
2. Injectionリスト中で測定順番が試料に最も近い標準溶液で、濃度レベルが測定試料に近い物を TeCDDs、TeCDFs、PeCDDs、PeCDFs、HxCDDs、HxCDFs、HpCDDs、HpCDFs、OCDD、OCDF、TeCBs、PeCBs、HxCBs、HpCBs の順で綴じて下さい。勿論各Injectionの測定条件に入っていない化合物に関しては別のセットに回します。
3. 標準溶液について複数の濃度あるいは複数回の測定をし、その平均データで試料の濃度計算を行っている場合、代表的なものを1つ綴じて頂ければ結構です。試料の濃度計算を過去に測定した検量線のデータを用いて行っている場合でも標準溶液測定データが存在するはずですので、その記録を添付して下さい。
4. 綴じたときに情報が全て見えるように綴じしろ（縦左）を十分取って下さい。
5. 感度の記録ですので、Nativeに対応する測定質量電荷比2つの結果の内1つで結構です。
6. 1つの測定質量電荷比について1枚にして下さい。
7. クロマトグラム上のピーク（TEFを持つ化合物のみで結構です）に構造式を“1,2,3,7,8-PeCDF”、“#126”などのように記入してください。クロマトグラムピークに番号などを付記し、その番号に対応する化合物名称が別紙などから判別できればそれでも結構です。
8. 各化合物の絶対濃度を対応するピーク毎にpg単位で記入して下さい。
9. ベースラインを縦軸方向に拡大して、ピークのS/N比が判明するようにして下さい。例えばHpCDFs等のように複数の異性体ピークがクロマトグラム上に出現する場合、どの異性体に対するS/N比であるかが判明するようにして下さい。標準溶液中の各化合物濃度が大きく異なることはないのどれか1つの異性体についての情報が判明すれば結構です。
10. 縦軸の絶対レスポンスを印刷して下さい。相対レスポンスのみは不可です。
11. 測定の日時を印刷して下さい（ソフトウェアにその機能がない場合は不要です）。

## RRFの記録（試料）

1. のシートを表紙にして、RRFの変動の記録を添付して下さい。
2. 書式は問いませんが、『この検体を定量するのに使用した標準溶液中の各2,3,7,8-位塩素置換異性体及びDL-PCBのRRF』と『最も新しく測定された検量線における各2,3,7,8-位塩素置換異性体及びDL-PCBのRRF』が比較できるようなものとして下さい。
3. もし、検量線作成時以降全ての標準溶液の測定に関してRRFの変動を図化してまとめているようでしたら、それでも結構です。この場合、本検体の定量に使用した標準溶液の測定を表している箇所にマークを付ける等して判別できるようにして下さい。

## クロマトグラム（試料）

ここでは各測定において得られた当該検体のクロマトグラムの記録を添付して下さい。

1. クロマトグラムはA4サイズの中に最大5つまでとして下さい。縦横は問いません。綴じ代を考慮してください。
2. A4サイズ1枚にはTeCDDsなど1つの同族体に含まれる測定質量電荷比のモニターとロックマスモニターを印刷して下さい。仕様では Native と Labeled に関して、それぞれ『2つ以上』の質量数を測定することになっておりますので、5つのクロマトグラムは、通常、Native 2つ、Labeled 2つ及びロックマスモニター1つとなります（各測定質量電荷比の順番は問いません）。
3. PeCDDs等に関して3つ以上の質量電荷比を測定した場合、定量に使用したモニターチャンネルと塩素同位体比チェックに使用したモニターチャンネルを印刷して下さい。定量に使用しなかったモニターチャンネルのクロマトグラムは不要です（ただし『このInjectionのMS測定分析条件（試料）』の表には入力しておいて下さい）。
4. 例えば、あるカラムで 2,3,4,6,7,8-HxCDF のみを定量した場合、このカラムでの測定において得られたクロマトグラムに関しては HxCDFs の Native、Labeled、ロックマスモニターのみで結構です。ただし、印刷する時間軸や拡大の方法に関しては他と同様です。
5. 例えばTeCDDsのクロマトグラムとTeCDFsのクロマトグラムでロックマスモニターが重複する場合もあるかと思いますが、この場合でも対応するロックマスモニターは紙面1枚に1つ必ず入れるようにして下さい。2つのロックマスモニターを使用している場合、一つのクロマトグラムの中に2つの応答を入れて下さい。
6. 同族体名称をクロマトグラム上に記入して下さい。『TeCDDs』、『HxCBs』、『5塩素Dioxin』、『6塩素PCB』など識別可能であれば表記方法は問いません。1枚の印刷物には1つの同族体のみが印刷されているはずですので、どれか1つのクロマトグラムに記入してあれば結構です。またNative、Labeled、ロックマスの別を記入して下さい。書式は問いません（『Native』、『<sup>13</sup>C』、『IS』、『ロックマスモニター』など表記方法は問いません）。
7. 1枚の印刷物中では、ロックマスモニターも含めてクロマトグラムの横軸（時間軸）は必ず同じにして下さい。
8. クロマトグラムが見にくくなりますので、測定時間幅（データ取込時間幅）全域を印刷しないで下さい。その測定で定量した化合物のピークがクロマトグラムの時間軸内に入っていれば結構です。
9. 2,3,7,8-位塩素置換異性体及びDL-PCBのピーク形状が判明するように、その付近の時間帯におけるクロマトグラムを拡大して下さい。別の紙に印刷しても結構です。縦方向の拡大率が分かるようにして下さい。
10. クロマトグラム上のピーク（TEFを持つ化合物のみで結構です）に構造式を“1,2,3,7,8-PeCDF”、“#126”などのように記入してください。クロマトグラムピークに番号などを付記し、その番号に対応する化合物名称が別紙などから判別できればそれでも結構です。
11. クロマトグラム上のピークの面積値が判明するようにして下さい。クロマトグラム上に印刷してあっても結構ですし、連鎖可能であれば別のシートに印刷してあっても結構です。（TEFを持つ化合物のみで結構ですが Native 2つ、Labeled 2つ の全てに必要です）。
12. クロマトグラム上のピークは、面積値を計算した領域が判明するようにしてください（ベースラインはどこか？隣接したピークや完全分離していないピークの分割領域はどこか？）。
13. ソフトウェアスムージングが行われている場合、その情報を添付して下さい（どのようなスムージング処理によって面積値を算出したか？）。
14. 各クロマトグラムに測定質量電荷比を記入して下さい（ダイオキシン類の通常の測定にはMS分解能の観点からは科学的に意味あるものではありませんが、小数点以下4桁まで記入して下さい。『このInjectionのMS測定分析条件（試料）』の表に記入した測定質量電荷比と合っているかどうか確認して下さい）。

15. 横軸には時間を印刷して下さい (Scan No.はあってもなくても構いません)。
16. 縦軸の絶対レスポンスを印刷して下さい。相対レスポンスのみは不可です。
17. 測定の日時を印刷して下さい (ソフトウェアにその機能がない場合は不要です)。
18. TeCDDs、TeCDFs、PeCDDs、PeCDFs、HxCDDs、HxCDFs、HpCDDs、HpCDFs、OCDD、OCDF、TeCBs、PeCBs、HxCBs、HpCBsの順で綴じて下さい。
19. クロマトグラムとInjectionリストとの連鎖が判明するようにして下さい。
20. 装置付属のソフトウェアを利用してクロマトグラムを印刷して下さい。画面のハードコピーは不可です。

## 検算・回収率チェックシート

1. 『粗抽出液分割割合』には、クリーンアップスパイク添加前の粗抽出液分割割合を入力して下さい。分割割合は%ではなく小数点表示で入力して下さい。分割していない場合は“1”と入力して下さい。
2. 『ピーク面積』には、Native、Labeledそれぞれの測定質量電荷比2つの内、定量に使用した方のピーク面積値を入力して下さい。面積値は有効数字3桁以上で入力して下さい。
3. 『IS添加量』には、クリーンアップスパイクの添加量をpgで入力して下さい。
4. 『定量に使用したクリーンアップスパイク』には、定量に使用したクリーンアップスパイクの種類を、『化合物の名称』中の番号で入力して下さい。
5. 『RRFcs』には、定量に使用した対応するクリーンアップスパイクとの相対感度係数を入力して下さい。
6. 『計算値』には、補正を行う前の計算値を入力して下さい。
7. 『操作ブランク値』には、補正を行っている場合の操作ブランク値を入力して下さい。補正を行っていない、もしくは操作ブランクが検出されなかった場合は“-”と入力して下さい。
8. 『補正值』には、操作ブランク値で補正した値を入力して下さい。補正を行っていない（『計算値』と同じ）場合も値を入力して下さい。この値は基本的には『測定分析結果（試料）』と同じになります（例えば塩素同位体比が規定範囲外で結果を報告しない（NDとする）場合には『測定分析結果（試料）』と異なります）。
9. 『RRFRs』には、対応するシリンジスパイクとの相対感度係数を入力して下さい。
10. 『IS添加後の試料分割割合』には、クリーンアップスパイク添加後の試料分割割合を入力して下さい。分割割合は%ではなく小数点表示で入力して下さい。例えば、IS添加後に溶液の半量をその後の操作に供した場合、“0.5”と記入してください。分割していない場合は“1”と入力して下さい。
11. 『回収率の計算に使用したシリンジスパイク』には、回収率の計算に使用したシリンジスパイクの種類を、『化合物の名称』中の記号で入力して下さい。
12. 『回収率』には、回収率を入力して下さい。この値は『測定分析結果（試料）』と同じになります。
13. 『シリンジスパイク』の『化合物の名称』には、回収率の計算に使用したシリンジスパイクの名称を入力して下さい。『シリンジスパイク』の『ピーク面積』には、測定質量電荷比2つの内、回収率の計算に使用した方のピーク面積値を入力して下さい。面積値は有効数字3桁以上で入力して下さい。
14. 『添加量』には、シリンジスパイクの添加量をpgで入力して下さい。
15. 『（注1）』については、RRFcsについて使用した方法に“ ”と入力して下さい。
16. 『【参考】』には、計算式を入力して下さい。

## 塩素同位体比チェックシート（試料）

1. 『ピーク面積』には、各2,3,7,8-位塩素置換異性体及びDL-PCBに関して、2つの測定質量電荷比におけるレスポンス（ピーク面積値）を入力して下さい。2つの測定質量電荷比において、理論的に計算される同位体存在比の大きい方の測定質量電荷比に対応する面積値を へ入力して下さい。『 の資料作成方法』により、各クロマトグラムピークの面積値と同じ面積値が入力されることとなります。
2. 『 、 から求めた塩素同位体比（ ）』には、（ / ）の値を、小数点以下3桁まで入力して下さい。
3. 『理論塩素同位体比（ ）』には、 及び の測定質量電荷比に対応する理論塩素同位体比を、小数点以下3桁まで入力して下さい。数値 > 1となります。
4. 『理論比とのずれ（ ）』には、  
（『 と から求めた塩素同位体比（ ）』 - 『理論塩素同位体比（ ）』）×100 / 『理論塩素同位体比（ ）』  
を、小数点以下1桁まで入力して下さい（（ - ）×100 / ）。



## 別添-3

### 品質管理報告書（共通資料）の作成方法

## 品質管理報告書（共通資料）の作成方法

### 1 分析フローシート

次の事項に留意して、任意の書式で分析のフローシートを作成して下さい。

- ・ 試料から測定溶液の調製までの工程について、フローシートを作成して下さい。
- ・ 分析フローシートには名称を付けて下さい。また、クリーンアップにおけるカラムクロマトグラフの各フラクションにも名称を付けて下さい。例えば『分析フローシートNo.2、フラクションB』等のように『別添-1 品質管理報告書フォーマット』 ~ の『分析方法フローシートとの連鎖』の欄に記入可能なように名付けをお願いします。各インジェクションがどの方法で前処理された試料であるかを把握する為です。
- ・ 同じ媒体に関して複数の前処理方法が存在する場合（例えばカラムクロマトの条件変更、使用ISの変更等）、それぞれの前処理方法についてフローシートを作成して下さい。
- ・ 添加したクリーンアップスパイク及びシリンジスパイクについて、化合物の名称、添加した工程、添加した絶対量を記載して下さい。

### 2 検量線

次の事項に留意して、任意の書式で検量線に関する資料を作成して下さい。

- ・ 検量線の情報を1冊のファイルにまとめてページを打って綴じて下さい。
- ・ 『別添-4 品質管理報告書フォーマット-検量線』を表紙にして、それぞれの検量線に名称を付けて下さい。これらの名称は各検体、操作ブランク試験、トラベルブランク試験の表紙で利用します。
- ・ クロマトグラムは不要です。
- ・ 化合物毎にグラフを作成し、傾きと相関係数をグラフ中に記入して下さい。
- ・ その検量線でどの化合物を定量したかが判明するようにして下さい（例えばHxCDFの特定の化合物のみ、別のカラムで定量したような場合）。

### 3 インジェクションリスト

- ・ インジェクションリストを1冊のファイルにして綴じて下さい。
- ・ ページを打って、『別添-1 品質管理報告書フォーマット』 ~ でインジェクションリストとの連鎖が可能ないようにして下さい。
- ・ 各インジェクションリストが何の測定であるかが判明するようにしてください。
- ・ 当該業務に関係する検体及びその直前の測定試料についてインジェクションリストの適当な部分にTEQあるいはTotalの濃度等を記入して下さい。どの化合物に関する濃度であるかを忘れずに記入下さい。例えばダイオキシン様PCBのインジェクションの欄に示したTEQがダイオキシン類のそれかダイオキシン様PCBのみのそれか分かるようにしてください。あくまでも、おおよその濃度を把握する為の情報ですので、別契約の業務等に関してもその濃度を記入下さい。勿論検体名などの識別情報は消去してもかまいません。
- ・ 直前の測定が標準溶液であった場合、標準溶液の各異性体の濃度を記入下さい。別表に示してもかまいません。
- ・ 直前の測定がブランクであった場合、操作ブランク、トラベルブランク、標準溶液のブラ

ンクなどの識別を記入下さい。

- ・ 直前の測定が試料の二重測定やGC/MSの二重測定であった場合、それらがわかるように記入下さい。
- ・ インジェクションリストに直接書き込まずに、別表を作成してもかまいません。

#### 4 操作ブランク試験の結果

操作ブランクに関しては、『別添-1 品質管理報告書フォーマット』と同様に取りまとめて下さい。

#### 5 トラベルブランク試験の結果

トラベルブランクに関しては、『別添-1 品質管理報告書フォーマット』と同様に取りまとめて下さい。

#### 6 カラムアサインの例

- ・ PCDDs及びPCDFsの測定では、試料測定に採用するGCのカラム恒温槽温度プログラムに対応するクロマトグラムに、TeCDDs、PeCDDs、HxCDDs、HpCDDs、OCDD、TeCDFs、PeCDFs、HxCDFs、HpCDFs、OCDFの全化合物ついて溶出位置をアサインしてください。
- ・ ダイオキシン様PCBの測定では、試料測定に採用するGCのカラム恒温槽温度プログラムに対応するクロマトグラムにTeCBs、PeCBs、HxCBs、HpCBsに含まれる全化合物ついて溶出位置をアサインしてください。
- ・ これらは水、底質以外の媒体（例えばフライアッシュなど）のクロマトグラムにアサインしてもかまいません。



別添-4

品質管理報告書フォーマット - 検量線

## 検量線

検量線の名称	
--------	--

測定分析機関名称	
----------	--