

検量線の相関係数は 0.961~0.996、単純繰り返し測定 of 併行精度は、5~40ng/ml の全濃度領域で変動係数 CV=4~5%であった。また、日間バラツキは、5~10ng/ml で CV=6~7%、20~40ng/ml で CV=10~20%と高濃度側でやや変動が大きい結果となった。検量線は、測定 of 都度作成することが原則であるが、相対誤差 10~20%を許容すれば、少なくとも同一ロット of キットを短期間で使用する場合は、同一検量線(基準検量線)を使用することも可能である。

検出下限は、検量線用ブランク値 of 標準偏差 of 3 倍( $3\sigma_{BL}$ )とした時、試料液濃度で 2.5ng/ml であった。

5~100ppb(50~1000pg/well) of 濃度で各ダイオキシン類異性体 of 検量線を作成し、本キットにおける 2,3,7,8-TCDD 以外 of 異性体との交差反応性を調べた。2,3,7,8-TCDF で 67%、2,3,4,7,8-PCDF で 14% of 交差反応性が見られたが、他の異性体については 100ppb of 濃度においても抗体とほとんど結合していなかった。

表7-5-3. 交差反応性 of 確認

PCDDs/PCDFs	交差反応率(%)
2,3,7,8-TCDD	100
2,3,7,8-TCDF	67
1,2,3,4-TCDD	N.D.
1,3,6,8-TCDD	N.D.
1,2,3,4-TCDF	N.D.
2,4,6,8-TCDF	N.D.
1,2,3,7,8-PCDD	N.D.
1,2,3,7,8-PCDF	N.D.
2,3,4,7,8-PCDF	14
1,2,3,6,7,8-HCDF	N.D.
1,2,3,4,6,7,8-HCDD	N.D.
1,2,3,4,6,7,8-HCDF	N.D.

N.D. : <5%

機器分析においてサンプリングスパイクに良く用いられている 1,2,3,4-TCDD や 1,2,3,4-TCDF 等が本キット of 抗体と結合しないことから、サンプリングスパイクを含む粗抽出液を用いて本キットでのスクリーニング測定を行った後、機器分析が必要なサンプルについては同じ粗抽出液から前処理を行うことが可能と考えられた。

土壌4試料、灰2試料の粗抽出液を用いた測定を行った結果、GC/HRMSによる測定値と比較して約2~1000倍高い値が得られた。TR-FIA法においてもEIA法と同様にTEQ値が低い試料の場合、粗抽出液の段階ではダイオキシン類濃度に依存しない正の干渉を受けることが明らかとなった。そのため、これらの干渉不純物を除去する前処理法を組み合わせる必要がある。

粗抽出液を用いた測定では正の干渉を受けることがわかったため、硫酸処理および多層シリカゲルカラムによるクリーンアップ効果を調査した。その結果、土壌中干渉物質の影響は、硫酸処理によって1/2~1/10に、多層シリカゲルカラムでは1/20以下に低減できた。土壌の精製効果については、硫酸処理より多層シリカゲルカラムの方が良好な傾向を示した。

焼却灰については、硫酸処理と多層シリカゲルカラムの効果は同程度であったが、いずれも、試料によって精製効果が大きく異なる傾向が見られた。さらにデータ数を増加させて精製挙動を把握する必要がある。

また、本キットにおいて、正の干渉を及ぼしている夾雑物の非特異的吸着現象は、試料液の希釈倍率との間で比例関係が成立しない場合があり、試料供試量の変動によって測定値が変動する現象が認められるなど、硫酸処理や多層シリカゲルカラム処理だけでは不純物の妨害を十分に除去できない試料もあることから、さらなるクリーンアップ処理の強化やイムノアッセイ系自体に組み込まれている妨害成分の除去プロセスの最適化を検討して行くことが、今後の課題として挙げられる。イムノアッセイ操作における洗浄条件の最適化を新たな課題として検討して行くことは、イムノアッセイ系の原点である、抗原抗体反応という特異性をより生かすことにつながると期待される。

表7-5-4 クリーンアップ効果

試料		ソックスレー (ng-TEQ/g)	硫酸処理 (ng-TEQ/g)	多層カラム (ng-TEQ/g)	硫酸+多層 (ng-TEQ/g)
土壌① [0.003ng-TEQ/g] (居住地広場)	測定値	2.2	1.6	(0.3)	< 0.25
	GC/MS値との比(倍)	720	540	(100)	< 80
土壌② [0.022ng-TEQ/g] (焼却炉周辺)	測定値	5.3	(0.39)	< 0.25	< 0.25
	GC/MS値との比(倍)	240	(18)	< 11	< 11
土壌③ [0.12ng-TEQ/g] (汚泥)	測定値	69	4.5	—	< 0.25
	GC/MS値との比(倍)	570	37	—	< 2
土壌④ [2.6ng-TEQ/g] (処理土壌)	測定値	12	< 2.5	< 2.5	< 2.5
	GC/MS値との比(倍)	4.6	< 1	< 1	< 1
焼却灰① [0.060ng-TEQ/g] (新設炉)	測定値	78	< 0.6	< 0.6	< 0.6
	GC/MS値との比(倍)	1300	< 10	< 10	< 10
焼却灰② [28ng-TEQ/g]	測定値	144	21	46	15
	GC/MS値との比(倍)	5.1	0.75	1.6	0.53

検出下限: 2.5 ng/ml/試料液

## 5. 成果

3年間にわたり環境・廃棄物分野へのイムノアッセイの適用の可能性をダイオキシン市販キット、抗コプラナーPCBモノクローナル抗体、時間分解蛍光免疫測定法の原理によるキットを使用して、検討、評価した。標準物質を使用しての特異性、検出下限値、

再現性では概ね問題点はみられなかったが、実試料では試料中に混在すると推測される正の干渉がみられ、GC/HRMSによる測定値と比較すると高い値を示す傾向がみられた。また、免疫アッセイを使用する目的（スクリーニングか、定量値か）に応じて、適当な前処理法を選択する必要があると思われた。また前処理法も免疫アッセイの簡便性を活かすため、簡便な手法の開発が重要で、適当な前処理法と免疫アッセイの組み合わせで簡便法としての実効性を期待できる。

現時点での廃棄物分野における免疫アッセイの検討の状況を列挙すると以下のようになる。まず、ダイオキシンの免疫アッセイでは、飛灰等ではASE法による前処理との組み合わせで良好な結果を得ているが、今後、様々な環境マトリックスでの前処理方法の検討が課題となる。次にコプラナーPCBモノクローナル抗体を使用したPCB測定系の評価の結果、様々な環境マトリックスによる実試料での前処理を含む測定条件の検討が必要であることが分かった。最後に時間分解蛍光免疫測定法の評価では、実試料における測定値の正の誤差の原因究明とその対策としての前処理法の検討が課題である。環境・廃棄物分野への免疫アッセイ適用という総合的な視点も考えに入れながら個別の課題に取り組みたい。

本研究によって得られた種々の知見を総合し、3 ng-TEQ/gの基準が決められた焼却灰中のダイオキシン類含有量のスクリーニングが、現段階で実試料に適用できる可能性が高いケースと考えられた。その方法は、図7-5-5に示すように、高速溶媒抽出(ASE)法による抽出、硫酸シリカゲルの簡易カラムによるクリーンアップと免疫測定法を組み合わせや試験系であり、免疫測定法には酵素免疫測定法(ELISA)、時間分解蛍光免疫測定法(TR-FIA)のいずれも適用可能である。本試験系により、使用機器等に多検体同時測定(10検体程度)の工夫がなされれば、従来の公定法に比較して、測定時間は正味で1/8程度に短縮できる。その内訳は、A社のケースの試算であるが、ソックスレー抽出16時間に対してASEが数十分、濃縮・溶媒転換・クリーンアップについて公定法が約20時間に対して簡易法が約8時間、GC-MS分析及びデータ処理の約50時間に対して簡易法が数時間となった。また、大型の設備や広いスペースを必要としないため、移動実験車などへの搭載によりオンサイト分析も可能になると考えられる。

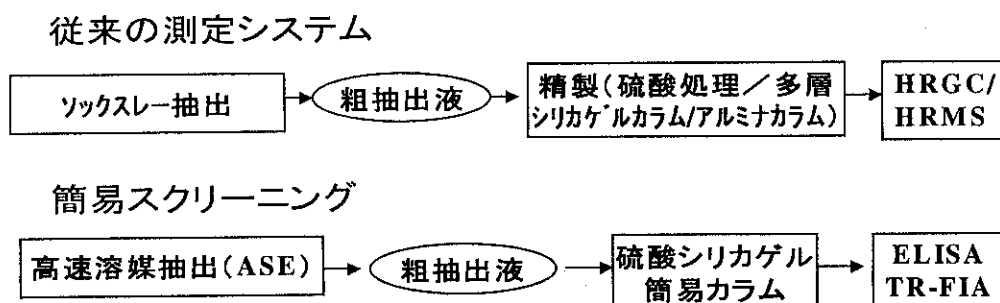


図7-5-5 焼却灰中のDXNsの簡易スクリーニング法の提案イメージ

# 廃棄物処理におけるダイオキシン類の排出メカニズムに関する研究 その3

有害性廃棄物の分析手法の総合化・簡素化に関する研究

分析精度管理部会

総括報告書（平成11年度）

総合報告書（平成9～11年度）

平成12年3月

財団法人 廃棄物研究財団

## はじめに

ダイオキシン類の測定分析は超微量レベルで分析となることから、試料採取から分析全般にわたる極めて高度な精度・正確さが要求されており、その分析精度を管理するための体制を整えることが求められている。

そこで、「有害廃棄物の分析手法の総合化・簡素化に関する研究」の研究テーマの1つとして、ダイオキシン類測定分析における精度管理のあり方について、内部精度管理と外部精度管理システムの両面から現状と問題点について検討したものである。

本研究の実施にあたっては、厚生省から厚生科学研究費補助金を受け、当財団内に学識経験者、地方公共団体及び民間企業からなる「有害廃棄物の分析手法の総合化・簡素化に関する研究委員会」を設置し、共同研究を行った。

ここに、本研究をご指導いただいた森田委員長をはじめ、参画された各委員並びに貴重なご意見・ご助言を頂いた関係各位に厚くお礼申し上げる次第である。

平成12年3月

財団法人 廃棄物研究財団  
理事長 山村 勝美

# 有害性廃棄物の分析手法の総合化・簡素化に関する研究

## 分析精度管理部会

### 委員及び参加企業名簿

(五十音順、○：幹事企業)

委員長	森田 昌敏	環境庁国立環境研究所地域環境研究部門	統括研究官
委員	酒井 伸一	京都大学環境保全センター	助教授
	田辺 信介	愛媛大学沿岸環境科学研究センター	教授
	中村 一夫	京都市環境局環境企画部地球環境政策課	課長
	宮田 秀明	摂南大学薬学部	教授
	渡辺 功	大阪府立公衆衛生研究所環境衛生課	主任研究員
参加企業	浅田 正三	(財)日本品質保証機構	
	○高菅 卓三	(株)島津テクノリサーチ	
	松村 徹	新日本気象海洋(株)	
事務局	八木 美雄	(財)廃棄物研究財団	技監
	諸頭 達夫	(財)廃棄物研究財団	企画部長
	立成 隆秀	(財)廃棄物研究財団	主任研究員

(平成 12 年 3 月末現在)

有害性廃棄物の分析手法の総合化・簡素化に関する研究

分析精度管理部会

総括報告書（平成11年度）



## 研究概要

### 和文要旨

ダイオキシン類の測定分析は超微量の分離定量分析であり、きわめて分析が難しいため分析値が誤差をもちやすい。一方、分析結果によっては、社会的な影響も大きく信頼性のあるデータを出すことが重要である。このため各過程において一貫した厳密な精度管理が要求される。このようなダイオキシン類の分析に係る精度管理システムのあり方について現状と問題点について内部（自主）精度管理システム、外部精度管理システムの両面から検討した。

本年度は昨年度に続き、内部分析精度管理システムについて詳細なマニュアル案を検討し、完成させ、また外部精度管理システムのあり方について現状と問題点を踏まえて検討を行った。一方、外部精度管理システムの一環として本委員会に参画の分析機関(20 機関)を対象に標準溶液(PCDD, PCDF 及びコプラナーPCB)、飛灰試料を用いたクロスチェックを実施した。さらに、一試行例として、ある自治体委託の飛灰試料によるブラインドテストを実施した。

分析精度の管理の上で、標準物質(溶液)の信頼性確保の重要性が指摘される。このため共通の標準物質(溶液)を用いて、クロスチェックの一部として分析機関間での相互比較を行なった。分析機関間のばらつきは概ね10%前後であった。コプラナーPCB混合標準溶液の場合PCDD, PCDF標準溶液よりも分析機関間のばらつきが大きくなったが11~17%程度の範囲であった。分析機関内での2回の試料調整による4回分析結果の再現性は平均で3%程度であったことから、主に機器分析に関する部分の再現性は良好であることが確認できた。いずれにせよ各分析機関が日常使用している標準品のメーカー、ロット、作成、希釈等の調整誤差の影響を考慮しても良好な結果であった。

飛灰のクロスチェックでは試料の由来及び濃度レベルの異なる3種類を分けて協力機関に配布し、抽出を含む再現性、粗抽出液以降の再現性について調査した。毒性等量(TEQ)で比較すると3種類の飛灰ともに8~12.4%程度の分析機関間のばらつきであった。詳細な異性体についてみると、PCDD, PCDFよりもコプラナーPCBの方がばらつきは大きかった。標準溶液では大きな差がなかったことから、抽出効率の差、前処理操作による妨害成分除去の差やGCカラムによる異性体分離や妨害成分の影響の有無等の差が結果に現われていると思われる。各分析機関内でのばらつきは標準溶液よりも大きくなったが、PCDD, PCDF異性体では概ね10%以内であった。飛灰試料の差には、内標準溶液を何種類用いているかといった点も影響する可能性がある。少なくともTEQへの寄与率の高い異性体についてはできるだけ内標準物質を使用すること、特に初期段階に使用することが望ましいと言える。ほぼすべての内標準を使用している分析機関は3機関であった。回収率はほぼ良好であった。

ある自治体委託の飛灰試料を用いたブラインドテストを試行した結果からは、今回は比較的良好な結果が得られ、日常業務として比較的精度管理が実施されているケースであったと判断される。今後もこのようなブラインドテストの事例調査を含め、総合的な精度管理体制を構築する必要がある。

## 英文要旨

Quality assurance (QA) and quality control (QC) of Dioxin analysis have been studied since analysis of dioxin requires not only ultra-high sensitive analysis but also extremely high accuracy. All the procedures from sampling, extraction, clean up, GC-MS analysis, identification, and quantification shall be conducted under strict quality control, which is outlined in the report.

QA/QC system and guidelines in dioxin analysis were reported in detail.

Interlaboratory calibrations of commercially available dioxin standards and flyash sample were conducted.

From the analytical result of standard solutions by several laboratories most of results are around 10% in relative standard deviation corresponding to same level of to the deviation of guaranteed concentration.

From the analytical result of flyash samples most of results are around 10% in relative standard deviation in TEQ, but some isomers especially for coplanar PCB were relatively high deviation.

The blind tests of flyash sample were tried that city office consigned for dioxin analysis in flyash sample. From the analytical result of flyash sample were relatively good in which case QA/QC system would be well conducted.

# 目次

はじめに	
委員会名簿	
研究概要（和文・英文）	頁
第1章 研究の目的	
1-1 目的	1
第2章 内部精度管理マニュアル	
2-1 目的	6
2-2 QA/QC・精度管理システム	7
2-3 記録として要求される項目	7
2-4 精度管理報告書	18
第3章 外部精度管理システム	
3-1 目的	20
3-2 外部精度管理システムの推進	20
3-3 外部精度管理システムのあり方	20
3-4 外部精度管理システム案	24
3-5 ダイオキシン類の測定分析を外部機関に委託する場合の 現状の問題点等	31
第4章 標準試薬の品質管理	
4-1 目的	32
4-2 実施方法	32
4-3 結果と考察	33
第5章 ブラインドテスト・クロスチェックについて	
5-1 目的	38
5-2 ブラインドテストの実施方法	38
5-3 ブラインドテストの結果	40
5-4 クロスチェックの実施方法	42
5-5 クロスチェックの結果及び考察	45
第6章 総合報告書（平成9年度～11年度）	
6-1 研究成果の概要（和文・英文）	61
6-2 研究目的	64
6-3 研究方法	65
6-4 研究結果と考察	66
6-5 結論	72
添付資料	73

## 第1章 研究の目的

ダイオキシン問題については、ダイオキシン類対策特別措置法が平成11年7月17日に公布、平成12年1月15日に施行され、ダイオキシン類にコプラナーPCBも含めて規制されることになり、排出削減に向けての対策が進んでいるところである。

ダイオキシン類の測定については、平成9年2月に「廃棄物処理におけるダイオキシン類標準測定分析マニュアル」(厚生省告示第234号(号外第239号平9年12月1日))が制定され、その後、環境庁からも「有害大気汚染物質測定方法マニュアル」をはじめ種類の媒体の調査マニュアルが出されている。平成11年9月には「排ガス中のダイオキシン類及びコプラナーPCBの測定方法」JIS K0311及び「工業用水・工場排水中のダイオキシン類及びコプラナーPCBの測定方法」JIS K0312の2つのJISが制定された。今後の調査に係わる基本的な部分はこのJISを用いることで実施されることとなった。

測定方法の流れとしてはより精度管理に重点を置く方向がある。

ダイオキシン類の調査、測定分析結果に関しては、その存在レベルが低いことと同時にきわめて微量で生体影響があることから、超微量の分析技術が要求される。また社会科学的側面での特殊性があるため信頼性のあるデータをいかに出すかが重要であり、測定手法およびデータに関する精度管理の充実やデータの品質が重要である。一般に分析データには客観性が求められ、測定方法論的な検討や、要求事項について十分に検討し押さえておくことが必要である。

このようなダイオキシン類の分析に係る精度管理について、そのシステムのあり方について内部(自主)精度管理、外部精度管理システムの両面から現状と問題点を踏まえて検討する必要がある、これら精度管理マニュアルの検討及び作成を行った。同時に、標準試薬の品質管理に関して標準試薬の検定、統一標準品の供給体制のあり方についての検討や、標準試料及び飛灰を用いたクロスチェックを実施し、その現状について解析した。また外部精度管理システムの一貫としてブラインドテストの試行を実施した。

## 第2章 内部精度管理マニュアル

内部精度管理マニュアル(案)を作成し、以降に示した。

# 品質保証(QA)/品質管理(QC)・精度管理マニュアル (案)

## 目次

- 1 はじめに
- 2 QA/QC・精度管理システム
  21. 機関における全体的な品質システム
  22. 文書管理
  23. 内部監査・見直し及び是正処置
  24. 職員への教育・訓練
  25. 職員の安全・衛生管理
  26. 施設・設備及び環境条件の監視と管理
  27. 標準物質の管理・トレーサビリティ
  28. 測定の実験室のトレーサビリティと校正・検証
  29. 参照標準及び測定・試験装置のチェック
  210. 計算及びデータ転送
  211. コンピュータシステムの管理
  212. 消耗品の購入・受入・保管
  213. 試験品目の識別・確認・保管・取扱い等
  214. 品質記録の管理
  215. 試験結果の報告
  216. 外注試験の識別
  217. 結果報告後の内容修正
  218. 機器の欠陥時の対応
  219. 電子的伝達方法
  220. 試験の下請外注契約管理
  221. 下請負契約者の評価記録
  222. 外部支援サービス及び供給品の調達・検証・供給業者の記録
  223. 苦情処理の方針・手順
- 3 記録として要求される項目
  31. 調査全体に関わる基本的な情報
    - 3.1.1 調査遂行体制の記録
    - 3.1.2 仕様書, 依頼書, 指示書, 契約書等
    - 3.1.3 連絡・調整情報の記録
    - 3.1.4 調査方法
  32. 現場調査
    - 3.2.1 現場使用調査機材等の記録
      - 3.2.1.1 機器・機材
      - 3.2.1.2 標準ガス
      - 3.2.1.3 試薬
    - 3.2.2 現場調査の記録
      - 3.2.2.1 試料採取方法

- 3.2.2.2 採取試料数
- 3.2.2.3 試料採取に関わる付帯情報
  - 3.2.2.3.1 ガス
  - 3.2.2.3.2 固形分
  - 3.2.2.3.3 水
- 3.2.2.4 試料採取時の写真
- 3.2.3 現場調査時における焼却施設の運転状況等の記録
- 33. 試料確認の記録
- 34. 測定分析
  - 3.4.1 分析室の管理記録
  - 3.4.2 使用器具
  - 3.4.3 使用機器・装置
  - 3.4.4 使用試薬
  - 3.4.5 標準物質及び内標準物質
  - 3.4.6 分析前処理の記録
- 35. GC-MS の記録
  - 3.5.1 GC-MS 日常点検記録
  - 3.5.2 GC-MS メンテナンス記録
  - 3.5.3 GC-MS 測定分析条件の記録
    - 3.5.3.1 GC
    - 3.5.3.2 MS
  - 3.5.4 MS 分解能の記録
  - 3.5.5 透過率の記録
  - 3.5.6 GC 分離能の記録
  - 3.5.7 GC-MS 感度の記録
  - 3.5.8 標準物質の塩素同位体比の確認
  - 3.5.9 測定順の記録 (Injection List)
  - 3.5.10 クロマトグラムの記録
  - 3.5.11 ロックマスモニターの記録
  - 3.5.12 RRF の記録
  - 3.5.13 標準物質の濃度確認
  - 3.5.14 検量線の記録
- 36. 計算
  - 3.6.1 計算工程の記録
  - 3.6.2 同位体比の確認記録
  - 3.6.3 回収率の確認記録
- 37. ブランク試験
  - 3.7.1 同位体スパイクに含まれる  $^{12}\text{C}$  化合物ブランクレベルの検査記録
  - 3.7.2 全操作ブランク試験の記録
  - 3.7.3 トラベルブランク
- 38. 2重測定
  - 3.8.1 ガス
  - 3.8.2 固形分
  - 3.8.3 水
  - 3.8.4 GC-MS 2重測定
- 39. 品質管理確認試料の測定記録

#### 4 精度管理報告書

##### 41. 一般的な情報

- 4.1.1 表題. 例えば、『QA/QC・精度管理報告書』のような記載.
- 4.1.2 報告書の個々の標識. 例えば報告書識別番号等.
- 4.1.3 報告書を発行する機関<sup>1</sup>の名称及び住所.
- 4.1.4 報告書の内容に全責任を持つ職員の所属機関, 署名, 肩書き(職名)または同等の識別.
- 4.1.5 報告書発行の日付.
- 4.1.6 依頼者(一般には報告書の提出先)が存在する場合, その名称及び住所.
- 4.1.7 目次. 各ページ及び総ページ数の識別.
- 4.1.8 報告書がどのような性格のものであるかを説明した文章.
- 4.1.9 報告書を作成した機関の文書による承諾なしに報告書の完全な複製を除き一部だけを複製しては成らない旨の記述.

##### 42. 各種記録

##### 43. 監査記録

##### 44. 測定分析結果表



## 品質保証(QA)/品質管理(QC)・精度管理マニュアル(案)

### 1 はじめに

ダイオキシン類<sup>1</sup>に係る調査<sup>2</sup>を行うにあたって、現在の科学技術レベルの範囲で確からしい値を得る為には、調査を実際に行う機関は一定水準以上の施設・設備や現場調査・測定分析に関わる技術を保有していることが必要であり、また、施設・設備、現場調査・測定分析に関わる全てを運用・管理するシステムを保有・運営していることも必要である。有形の工業製品と異なり、ダイオキシン類の測定データに関しては、最終測定値のみから結果の確からしさを確認することは困難である場合もある。そこで、品質保証(QA)/品質管理(QC)・精度管理<sup>3</sup>マニュアルを作成した。本マニュアルはダイオキシン類に関わる調査を行う機関が、一定水準以上の測定分析結果を報告することが可能となるように、機関が完備すべきQA/QC・精度管理システムと調査に直接的あるいは間接的に関わる事項に対して、要求される項目について記述したものである。ダイオキシン類に関わる調査を行う全機関は、少なくともここで述べるQA/QC・精度管理システムを保有すると共に、これを運営・管理し、必要な情報を記録・保管しなければならない。

調査が依頼業務であり、契約事項にQA/QC・精度管理報告書<sup>4</sup>の提出が明記されている場合、本マニュアルに示す記録内容を『QA/QC・精度管理報告書』として依頼元へ提出することとする<sup>5</sup>。なお、本マニュアルではダイオキシン類測定分析結果の報告までを対象としており、得られたデータを用いた考察や解析等の部分に関しては含まない。

なお、本マニュアルは廃棄物関連施設のガス、固形物、水に関わる調査に関して定めたものである。

<sup>1</sup>ダイオキシン類：本マニュアルでは、テトラ、ペンタ、ヘキサ、ヘプタ及びオクタクロロジベンゾーパラジオキシン及びテトラ、ペンタ、ヘキサ、ヘプタ及びオクタクロロジベンゾフランとポリクロロビフェニルで表される化合物であって、化学構造上2,2',6及び6'で表記されるオルト位に配位する塩素数が2以下である化合物の内、WHOが1998年に示したTEFを持つ12種類の化合物を示す。

<sup>2</sup>ここで言う調査とは現場調査のみを示すのではなく、計画から測定分析結果の報告までの一連の内容を伴う行為を示す。

<sup>3</sup>精度管理には内部精度管理と外部精度管理がある。本マニュアルはこの内、内部精度管理について示したものである。内部精度管理は調査から報告書作成までのQA/QCに直接あるいは間接的に関係する事項に関して、調査機関が機関内で自主的に行う管理事項であり、基本的には、『いつ』・『誰が』・『どこで』・『何の為に』・『何を』・『どのように』行ったかが判明し、保管した記録から関係する全ての情報をトレースできることが条件となる。また、重さ、長さ、容積、温度などに関しては機関内で使用する基準が原則として最終的に国家基準にトレース可能であることが要求される。

<sup>4</sup>報告書の名称はこれと同一でなくても良い。

<sup>5</sup>報告書作成はコストを伴うものであるため、本報告書提出を契約事項の中に記載していなければ提出する必要はない。

## 2 QA/QC・精度管理システム

ダイオキシン類に関連する調査を行う機関は、少なくともここで記述する内容に関してのシステムを保有し、文書で管理しておくこと。また、このシステムが稼働していることを客観的に判断できる記録を保管しておかなければならない。

- 2.1 機関における全体的な品質システム
- 2.2 文書管理
- 2.3 内部監査・見直し及び是正処置
- 2.4 職員への教育・訓練
- 2.5 職員の安全・衛生管理
- 2.6 施設・設備及び環境条件の監視と管理
- 2.7 標準物質の管理・トレーサビリティ
- 2.8 測定の実験室のトレーサビリティと校正・検証
- 2.9 参照標準及び測定・試験装置のチェック
- 2.10 計算及びデータ転送
- 2.11 コンピュータシステムの管理
- 2.12 消耗品の購入・受入・保管
- 2.13 試験品目の識別・確認・保管・取扱い等
- 2.14 品質記録の管理
- 2.15 試験結果の報告
- 2.16 外注試験の識別
- 2.17 結果報告後の内容修正
- 2.18 機器の欠陥時の対応
- 2.19 電子的伝達方法
- 2.20 試験の下請外注契約管理
- 2.21 下請負契約者の評価記録
- 2.22 外部支援サービス及び供給品の調達・検証・供給業者の記録
- 2.23 苦情処理の方針・手順

## 3 記録として要求される項目

記録として保管しておく項目を示す。記録の種類によっては電子媒体による記録でも良いが必要に応じて印刷可能な状態としておくこと<sup>6</sup>。

### 3.1 調査全体に関わる基本的な情報

#### 3.1.1 調査遂行体制の記録

現場調査から報告書作成までに関係する各工程において責任を持つ各機関の責任者氏名、肩書きまたは同等の識別を含むこと。調査を行う機関が、

調査の一部あるいは全部を別の機関に委託する場合、事前に依頼者の了承を得るとともに報告書内に実際の各工程を遂行したそれぞれの機関の責任者氏名、肩書きまたは同等の識別を含むこと。

### 3.1.2 仕様書、依頼書、指示書、契約書等

調査から報告書作成までの方法に関しての手法や付帯情報<sup>7</sup>が記載されている文書が存在すれば、それらを記録・保管する。報告書を発行する機関と現場調査機関、測定分析機関が異なる場合、各機関同士で上述するような情報を含むものがあればこれらを記録・保管する。

### 3.1.3 連絡・調整情報の記録

調査に関連する機関内あるいは機関同士の連絡事項（手紙などの書類、テレックス、ファックス、電子的・電磁的媒体等の印刷物、電話での内容を記録したもの、会議・打ち合わせの内容を記録したもの）が存在すればこれらを記録・保管する。これらのものに関しては、原則として依頼者と調査機関の双方の承認が署名によってなされていることが望ましいが、双方の署名が揃っていない場合、依頼者による報告書の受理をもって承認がなされたこととする。

### 3.1.4 調査方法

既存のマニュアルに準じている場合、そのマニュアルの名称と共に『マニュアルに準拠』と記載すればよい。マニュアルと異なった手法を採用している場合はその標準作業手順(SOPs)等を記録・保管する<sup>8</sup>。

## 3.2 現場調査

### 3.2.1 現場使用調査機材等の記録

使用した調査機材、標準ガス、試薬に関する情報を記録・保管する。

#### 3.2.1.1 機器・機材

ガスメーター、一酸化炭素濃度計、酸素濃度計、ポンプ、フィルター、採取管などの使用した機材に関して次の情報を記録する。そのほか自動等速吸引装置などを使用した場合はそれについても記録・保管する。

(1)器機の名称

(2)メーカー名

(3)品名、型式、製造番号などの識別

(4)検定・校正の必要な機器に関してはその検定や校正結果

#### 3.2.1.2 標準ガス

---

<sup>6</sup> 承認されている記録が必要。

<sup>7</sup> 例えば分析方法の指定など。

<sup>8</sup> 調査あるいは測定分析を行う機関あるいは関係する団体・個人の所有する公開を希望しない知的所有権。

## (1) 品質保証(QA)/品質管理(QC)・精度管理<sup>1)</sup>マニュアル(案)

PCDDs、PCDFs 及び co-PCBs に係る調査を行い、現在の科学技術レベルから考えて不確実性の範囲を超えることのない値を得る為には、調査を実際に行う機関においては一定水準以上の設備<sup>2)</sup>や現場調査・測定分析に関わる技術が要求される。有形の工業製品と異なり、PCDDs、PCDFs 及び co-PCBs の測定データに関しては、最終測定値のみでは結果の確からしさを確認することは困難である場合も多い。そこで、本マニュアルは PCDDs、PCDFs 及び co-PCBs に関わる調査を行う機関が、一定水準以上の測定分析結果を得ることが可能となるように、調査に直接的あるいは間接的に関わる事項に対して、記録として要求される項目について記述したものである。PCDDs、PCDFs 及び Co-PCBs に関わる調査を行う全機関は、少なくともここで述べる項目に関する情報を記録・保管しなければならない。調査が依頼業務であるような場合、原則として本記録内容を QA/QC・精度管理報告書として依頼機関へ提出することとする<sup>3)</sup>。

- 1) 精度管理には内部精度管理と外部精度管理がある。本マニュアルではこの内、内部精度管理について示したものである。内部精度管理は調査から報告書作成までの QA/QC に直接あるいは間接的に関係する事項に関して、調査機関が機関内で自主的に行う管理事項であり、基本的には、『いつ』・『誰が』・『どこで』・『何の為に』・『何を』・『どのように』に行ったかが判明し、保管した記録から関係するすべての情報をトレースできることが条件となる。
- 2) 実験室、装置、器材など
- 3) 提出が契約事項の中に含まれていない場合は提出する必要はない。

### 1 一般的な情報

QA/QC・精度管理報告書には、少なくとも次の内容が含まれていること。

- 1.1 表題、例えば、本報告書が QA/QC・精度管理報告書である旨の記載。
  - 1.2 報告書がどのような性格のものであるかを説明した文章。
  - 1.3 報告書の個々の標識、例えば報告書番号など。
  - 1.4 調査機関の名称及び住所<sup>4)</sup>。
  - 1.5 報告書の内容に責任を持つ職員の署名と肩書き(職名)又は同等の識別、及び発行の日付。
  - 1.6 依頼者が存在する場合、その名称及び住所。
  - 1.7 各ページ及び全ページ数の識別<sup>5)</sup>。
  - 1.8 報告書を作成した機関の文書による承諾なしに報告書の完全な複製を除き一部だけを複製してはならない旨の記述<sup>6)</sup>。
- 4) 調査機関は法律上存在を確認できるものであること。
  - 5) 報告書の最終ページが判明する表記を行うと共に、途中ページが脱落したり、万一他の報告書と混同した場合識別可能な表記が必要である。