

3.2.2.2 採取試料数

各媒体に関する試料数.

3.2.2.3 試料採取に関わる付帯情報

3.2.2.3.1 ガス

(1)排ガス温度

(2)排ガス水分量

(3)静圧

(4)流速

(5)排ガス組成

等速吸引を算出する為に必要な項目でよい.

(6)湿りガス流量

(7)乾きガス流量

(8)一酸化炭素濃度の連続記録

一酸化炭素濃度の連続記録は試料採取開始1時間以上前から行う.

(9)酸素濃度の連続記録

(10)排ガス採取時のダスト捕集部の温度の記録

排ガス採取時の採取管ダスト捕集部の温度が120℃以下であることの記録. 連続記録でなくとも良いが一定時間おきに記録を取ったもの.

(11)ダスト濃度

3.2.2.3.2 固形分

(1)試料の性状等

3.2.2.3.3 水

(1)色, におい等

3.2.2.4 試料採取時の写真

印画紙の原本でなくても良い(カラーコピーあるいはデジタル画像の印刷物でも良い).

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

ここで示す情報は PCDDs, PCDDs 及び Co-PCB の実測濃度算出にあたっては直接関係しないが, 施設がどのような状況で稼働していたときに試料が採取されたかを把握するためのものである. 施設を管理あるいは運用する機関が報告書を作成する機関にこれらの情報を提供し, 報告書を作成する機関が保管する. 勿論, ここで示す各項目の内, データを得ることができない項目については必要ない.

(1)炉形式

- (2)使用開始年
- (3)施設改造の有無とその内容及び期日
- (4)調査期間中の稼働開始及び終了時間
- (5)埋火の有無
- (6)調査対象炉番号
- (7)設計処理能力
- (8)燃焼室熱負荷
- (9)火格子燃焼率
- (10)ガス冷却方式
- (11)負荷率
 - ボイラーによる冷却機能がある場合、測定時の蒸発量あるいは定格蒸発量との割合
- (12)燃焼炉メーカー名
- (13)煙突高さ
- (14)煙突口径
- (15)設計排ガス温度
- (16)煙突出口設計排ガス量
- (17)ごみの組成（物理組成）
- (18)ごみの水分
- (19)低位発熱量
- (20)年間焼却量
- (21)年間実稼働日数
- (22)年間飛灰量
- (23)二次燃焼空間
- (24)滞留時間
- (25)二次燃焼用空気吹き込み量
- (27)再燃焼バーナー
- (28)自動燃焼制御装置
- (29)排ガス処理設備の有無と方式（煤塵）
- (30)排ガス処理設備の有無と方式（塩化水素）
- (31)排ガス処理設備の有無と方式（SOx）
- (32)排ガス処理設備の有無と方式（NOx）
- (33)飛灰・焼却灰分離貯留設備の有無と方式
- (34)飛灰処理方法
- (35)焼却灰処理方法
- (36)燃焼室温度管理方法

- (37)一酸化炭素濃度管理方法
- (38)酸素濃度管理方法
- (39)集塵機入り口排ガス温度管理の方法
- (40)立ち上げ時間の短縮の実施の有無
- (41)燃しきり停止の実施の有無
- (42)炉出口温度（連続測定の記事録）
- (43)煙突出口温度（連続測定の記事録）
- (44)集塵機入口温度（連続測定の記事録）
- (45)排ガス中の一酸化炭素濃度（連続測定の記事録）
- (46)排ガス中の酸素濃度（連続測定の記事録）
- (47)焼却量の記事録

調査日における焼却物投入の記事録

3.3 試料確認の記事録

試料採取後、試験機関に試料が入る段階（試料の受付）における試料の確認記事録。これには次の内容が含まれていること。

- (1)試料を確認した日時
- (2)試料を確認した職員の所属と氏名
- (3)試料が搬送された手段
- (4)試料が搬送された状態

例えば、遮光、冷蔵、冷凍などの情報。

- (5)試料の媒体

元来の試料の媒体名称、排ガス、焼却灰、集塵灰、排などの識別。

- (6)試料の形状

例えば、XAD-2樹脂、円筒濾紙などの識別。

- (7)試料の入っていた容器の種類・性状・サイズ
- (8)保管する場合、その保管場所・保管方法
- (9)運送業者を利用した場合、その配送伝票の複製。
- (10)試料の測定分析検体としての識別（管理番号¹⁰など）

3.4 測定分析

3.4.1 分析室の管理記事録

どのような実験室環境で測定分析が行われたかが判明するように実験室の環境を客観的に判断可能な記事録¹¹。

3.4.2 使用器具

¹⁰ 試料が測定分析機関あるいは実験室に搬入、確認された段階で識別（管理番号）を決定する。

¹¹ 例えば使用する分析室の清浄度や温度を、測定器を用い計測し記事録したもの等。

測定分析に使用した器具（ガラス器具類等）に関して次の内容を記載する。

- (1)メニスカスなどに関しては誤差等に関わる性能
- (2)洗浄方法などの準備方法

3.4.3 使用機器・装置

測定分析に使用した機器・装置（天秤、オープン、ロータリーエバポレーター、GC-MS等）に関して次の内容を記録・保管する。

- (1)メーカー名
- (2)品名，型式，製造番号などの識別
- (2)仕様概略

3.4.4 使用試薬

使用した試薬類（各種試薬，XAD-2樹脂，円筒濾紙等）に関して次の内容を記載する。

- (1)メーカー
- (2)製品名
- (3)等級
- (4)精製・調整等をおこなった場合はその方法

3.4.5 標準物質及び内標準物質

使用した標準物質及び内標準物質に関して次の内容を記載する。

- (1)メーカー名
- (2)製品名・商品名
- (3)製造番号 (Product No.や Lot No.等)
- (4)希釈，混合などの調整記録

調整前後の名称，調整場所，調整した日時，調整した職員の氏名，室温，使用した器具（シリンジ，メスフラスコなどの種類・規格・公差）

3.4.6 分析前処理の記録

行われた分析実験操作に関して次の内容を記載する。

- (1)試料の名称等の識別（管理番号等）
- (2)各前処理工程における担当分析者の所属・氏名
- (3)分析の各段階における操作日時
- (4)分析に供した量とその状態（湿重量か乾燥重量か）
- (5)各使用試薬の量
- (6)添加した同位体スパイクの種類，濃度及び量

3.5 GC-MSの記録

3.5.1 GC-MS日常点検記録

GC-MSの日常点検結果（冷却水，真空ポンプ，真空度，水漏れ，オイル漏れ，振動，臭い等の基本的な事項）の記録。

3.5.2 GC-MSメンテナンス記録

GC-MSに関して日常点検の範疇を超える点検・調整事項（修理、磁場調整等日常的には発生しない事柄）が存在すればその記録¹²。

3.5.3 GC-MS測定分析条件の記録

3.5.3.1 GC

3.5.3.1.1 メーカー名

3.5.3.1.2 製品名や型式

3.5.3.1.3 GCキャピラリーカラム

(1)メーカー名

(2)製品名

(3)液相の種類

(4)液相膜厚

(5)カラム長さ

(6)カラム内径

3.5.3.1.4 カラムオープン温度

3.5.3.1.5 注入口温度

3.5.3.1.6 カラムヘッド圧力

3.5.3.1.7 その他付属装置（オートサンプラー、大量注入装置等）を使用した場合はその情報

3.5.3.2 MS

3.5.3.2.1 メーカー名

3.5.3.2.2 製品名や型式

3.5.3.2.3 GCインターフェース温度

3.5.3.2.4 イオン源温度

3.5.3.2.5 トラップ電流

3.5.3.2.6 最大加速電圧

3.5.3.2.7 イオン化電流

3.5.3.2.8 測定質量数

3.5.3.2.9 磁場スイッチングを行っている場合、その組み合わせ

3.5.4 MS分解能の記録

測定時に必要なMS分解能が得られていることを確認できる記録。GC-MSソフトウェアによって印刷されたものが望ましい。

3.5.5 透過率の記録

設定分解能時のイオン透過率を記録・保管する。

¹² メーカー等の報告書で良い。

3.5.6 GC分離能の記録

測定時に必要なGCカラム分離能が得られていることを確認できるクロマトグラムの記録。使用したキャピラリーカラム毎に必要な。分離を確認する化合物の組み合わせ、分離能等に関しては測定機関内で基準を決めておくこと。

3.5.7 GC-MS感度の記録

測定時に目標とする検出下限値あるいは定量下限値に対して必要なGC-MS感度が得られていることを確認できる記録（クロマトグラム等）。クロマトグラムからS/N比を確認できること¹³。

3.5.8 標準物質の塩素同位体比の確認

測定した標準物質中の各化合物に関して、測定した2つのモニターイオンのレスポンス比と理論比とを比較・確認できる記録。原則として同位体比の採用範囲は採用するマニュアルに従う。

3.5.9 測定順の記録（Injection List）

GC-MSによる測定の前順の記録。標準溶液、ブランク、操作ブランク、試料、二重測定（同一バイアルからのGC-MS測定）、二重測定（行っている場合は試料採取からの二重測定）等試料の測定前順の記録を保管する。この記録はGC-MSに付属するソフトウェアから加工することなしに印刷したものが望ましいが、同一のプロジェクトに含まれない試料に関する測定が存在する場合、その測定に関しては試料の識別を示さなくてもよい。

3.5.10 クロマトグラムの記録

標準溶液、最終溶媒ブランク、操作ブランク、試料に関して、測定した全ての質量数に関してのクロマトグラムを印刷物として保管する。

3.5.11 ロックマスモニターの記録

質量校正に用いるロックマスのモニタークロマトグラムを保管する。ロックマスモニタークロマトグラムは、定量するピークの出現する時間で大きな乱れがないこととする。

3.5.12 RRFの記録

検量線測定時の標準溶液各濃度におけるRRFと試料測定時の標準溶液におけるRRFとの比較結果を記録・保管する。検量線測定時の標準溶液各濃度におけるRRFの平均値±20%の範囲に試料測定時の標準溶液におけるRRF値が入っていること。

3.5.13 標準物質の濃度確認

¹³ 各測定質量数のレスポンスデータ取り込みに関してスムージング等の処理を行っているGC-MSの場合、S/N比を求めることができない。この場合、その装置の検出下限付近の濃度の標準溶液を5回以上測定し、その面積値の標準偏差から感度を確認する。

現在の所、我が国にはダイオキシン類の標準物質の国家基準が存在しないので、各機関で使用する標準物質濃度を国家基準にトレースすることは不可能である。そこで、異なった製造番号あるいはロット番号の標準物質（異なったメーカーを含むとよりいっそう良い）を測定し、各々の濃度が平均値との差で5%以内であることを確認する。なお、検定の対象としては TEF (WHO/IPCS-1998)を持つ 17種類の PCDDs 及び PCDFs 各2,3,7,8-位塩素置換異性体及び 12種類の Co-PCBsとする。

3.5.14 検量線の記録

検量線用標準溶液を測定した記録。

- (1) 測定日
- (2) 測定者測定時のGC-MS条件 (3.5.3に同じ)
- (3) 標準溶液の濃度 (^{12}C , ^{13}C)
- (4) 検量線1次回帰式のY切片¹⁴
- (5) RRF

3.6 計算

3.6.1 計算工程の記録

標準溶液の濃度、内部標準の添加量、GC-MS測定面積値、試料採取量から最終濃度までの計算過程がトレース可能である記録。

3.6.2 同位体比の確認記録

試料中の各化合物塩素同位体比と理論同位体比（あるいは同じ測定グループ内で測定された標準物質の塩素同位体比）との差が判明する記録。上記計算の工程に含まれていれば良い。同位体比の採用範囲は採用するマニュアルに従う。

3.6.2.1 回収率の確認記録

シリンジスパイクを用いて補正したクリーンアップスパイクの回収率の計算結果を確認できる記録。3.6.1の計算工程の記録に含まれていれば良い。回収率はクリーンアップスパイクとして使用した¹⁵化合物の中で各同族体毎に最低1種類の化合物において有効数字2桁で50%以上120%以下であることが望ましい¹⁶。

3.7 ブランク試験

3.7.1 同位体スパイクに含まれる ^{12}C 化合物ブランクレベルの検査記録

¹⁴ 検量線が1次式でおおよそ原点付近を通ることを証明するものであって、Y切片自体の数値が計算などに関係するわけではない。傾き(単位濃度に規格化した場合、RRFに相当する)は原点を通る1次式で示す。

¹⁵ クリーンアップスパイクとしてはTEF(WHO-1998)を持つ17種類の PCDDs 及び PCDFs 各2,3,7,8-位塩素置換異性体及び12種類の Co-PCBsすべてに関して用いることが望ましいが、現在のマニュアルでは強要事項ではない。

¹⁶ 試料の性状によってはこの範囲に入らない場合も考えられる。

使用する同位体スパイク中に存在する¹²C化合物が、用いる添加量で定量に影響を与えないことを確認した記録を記録する。使用する同位体スパイク全てについて行う。同位体スパイクを新たに調整した場合は新たに検査を行う。

3.7.2 全操作ブランク試験の記録

各媒体毎に分析検体数10に対して1以上の頻度で、全操作ブランク試験を実施する。全操作ブランク試験は原則として前処理からGC-MS測定まで対応する試料と同一のバッチ処理でなければならないが、異なったプロジェクトを通じて発生する総試料数10に対して1以上の頻度で行えば良い。全操作ブランク値算出に当たっては、その全操作ブランク試験に対応する同一プロジェクトの試料内でもっとも試料採取量あるいは試料分析供与量の少ない検体のデータを用いて算出すれば良い。全操作ブランクが当初設定した目標とする定量下限値を満足できなかった場合、定量下限値は全操作ブランク値を考慮して問題とならない濃度へ修整する。ただし、プロジェクトが必要とするに必要な定量下限値を満足していない場合は再分析を行う。

3.7.3 トラベルブランク

可能であれば、各媒体毎に分析検体数10に対して1以上の頻度で、トラベルブランク試験を実施することが望ましい。

トラベルブランクが当初設定した目標とする定量下限値を満足できなかった場合、定量下限値はトラベルブランク値を考慮して問題とならない濃度へ修整する。ただし、プロジェクトが必要とするに必要な定量下限値を満足していない場合は試料採取をやり直す。

3.8 2重測定

3.8.1 ガス

試料採取の段階で2つの排ガス試料を同時に採取し、個々に測定分析を行う。この操作は可能であれば試料採取数10に対して1以上の頻度で行うことが望ましい。得られた2つの結果のTotal TEQの平均値と各々の試料のTotal TEQの差が15%以内であること。ただし、得られたTotal TEQが定量下限値より計算されたTotal TEQの10倍以下の場合はこのかぎりでない。

3.8.2 固形分

採取した灰試料を乾燥させた状態で十分混合し、2つの試料を得、個々に測定分析を行う。この操作は試料採取数10に対して1以上の頻度で行う。この操作は可能であれば試料採取数10に対して1以上の頻度で行うことが望ましい。得られた2つの結果のTotal TEQの平均値と各々の試料のTotal TEQの差が15%以内であること。ただし、得られたTotal TEQが定量下限値より計算されたTotal TEQの10倍以下の場合はこのかぎりでない。

3.8.3 水

2回の測定分析が可能な水試料を採取し、個々に測定分析を行う。この操作は可能であれば試料採取数10に対して1以上の頻度で行うことが望ましい。得られた2つの結果のTotal TEQの平均値と各々の試料のTotal TEQの差が15%以内であること。ただし、得られたTotal TEQが定量下限値より計算されたTotal TEQの10倍以下の場合はこのかぎりでない。

3.8.4 GC-MS 2重測定

GC-MSによる2重測定を、分析検体数10に対して1以上の頻度で行う。GC-MSによる2重測定は試料媒体毎に行う必要はない（異なったどのような媒体の組み合わせでも同一のGC-MSの測定検体数10に対して1以上の頻度で行えばよい）。得られた2つの結果のTotal TEQの平均値と各々の試料のTotal TEQの差が15%以内であること。ただし、得られたTotal TEQが定量下限値より計算されたTotal TEQの10倍以下の場合はこのかぎりでない。

3.9 品質管理確認試料の測定記録

可能な媒体に関しては測定分析機関内で適当な品質管理確認試料(QCCS¹⁷)を準備し、定期的に測定分析を行いこの記録を保管する。

4 精度管理報告書

契約事項に精度管理報告書の提出が明記されている場合、ここで記述する内容でQA/QC・精度管理報告書を作成し依頼元へ提出する。

報告書として提出する場合、各項目の順序は規定しないし、また、複数の項目をとりまとめて一つの項目としても良い（最低限、ここで示す内容が含まれていればよい）なお、添付する資料は原則として原本の複製とする¹⁸。

4.1 一般的な情報

QA/QC・精度管理報告書には、次の情報が記載されていなければならない。

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¹⁹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。

¹⁷ Quality Control Check Sample：ここでは灰や土壌などが現実的である。

¹⁸ オリジナルの記録を新たにまとめ直したものを添付しないようにする。

¹⁹ 報告書を発行する機関と現場調査機関、測定分析機関は同一であることが望ましいが、これらの機関が

4.1.7 目次、各ページ及び総ページ数の識別²⁰。

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²¹。

4.2 各種記録

『3 記録として要求される項目』で示した項目全て、ただし他のプロジェクトに関係し、機密事項に該当する内容は必要ない²²。また、記録の量が膨大であるものに関しては実際の調査に関わる現実的な期間内のもののみで良い²³。

4.3 監査記録

記録する全ての情報が作成者以外の者により監査され、承認された記録。

4.4 測定分析結果表

当然であるが測定分析結果を添付する。

異なる場合、それぞれの機関¹⁹に関する名称及び住所を、それぞれの機関が行った作業内容と共に表記する。
²⁰ 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を行う。

²¹ 本報告書は個々の記録が継ぎ目のない連鎖によってリンクするものであるため、全ての内容が揃って初めて意味あるものとなる。したがって基本的には一部を複製することがあってはならないが、やむ終えず報告書の一部を複製する必要が生じた場合、報告書を作成した機関の文書による承諾が得られれば依頼者は複製を作成しても良いものとする。

²² 例えば測定分析機関が二重測定をいくつかの別の契約プロジェクトで共通して遂行した場合等。

²³ 例えばGC-MS日常点検記録等は調査に関係する期日付近のもののみで良いと考えられる。

第3章 外部精度管理システム

3-1 目的

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とともに社会的にも信頼性のあるデータが求められているため、各過程すべて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のあり方の現状と問題点について外部精度管理システムの面から検討を行う。

3-2 外部精度管理システムの推進

ダイオキシン類の調査、測定分析結果に関しては、社会的な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の標準化や情報としての質が問題である。分析データには客観性が求められ、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。このような精度管理に係わる事項について十分に成されているかを、チェックするシステムとしての体制を整備する必要があると考えられる。

3-3 外部精度管理システムのあり方

外部精度管理として、現在行われている、環境計量証明事業登録制度、環境庁の委託事業者への精度管理実施及びガイド-25の試験所認定について調べ、外部精度管理システムのあり方について検討する。

1) 環境計量証明事業登録制度

計量法第107条で濃度に係わる計量証明の事業を行おうとする者は、事業所ごとに、その所在地を管轄する都道府県知事の登録を受けなければならないとなっている。そのため、環境に係わる分析を行い、濃度証明書の発行を必要とする事業所はほとんどが登録している。ダイオキシン類の分析結果も環境計量証明の対象となっている場合は登録が必要になってくる。

事業登録するには登録の基準が設けられており、次の要件を満たすことが必要となっている。

① 計量証明用設備の設置

計量証明に使用する特定計量器その他の器具、機械又は装置が通産省令で定める一定の基準(性能・数量)に適合する事。

② 計量士等の配置

計量証明に係る業務に事業の区分に応じた「計量士等(一般計量士又は環境計量士)」を必ず1名以上は位置すること及び下記の事項の計量管理を実施できる立場にあること。

ア 計量器の整備

- イ 計量の正確の維持
- ウ 計量方法の改善
- エ 適正な計量の実施を確保するために必要な措置を講ずること

事業登録をする場合に計量証明設備の一覧表等必要事項を提出し、書類審査が行われたうえで申請書が受理され、さらに、事業所での確認審査が実施される。

登録がされると、事業の実施の方法を規定した「事業規定」を作成する。この「事業規定」には、下記の事項を規定し、計量証明の適正な実施の確保を図る。

- ① 計量証明の対象となる分野に関する事項
- ② 計量証明を実施する組織に関する事項
- ③ 計量の基準となる計量の方法に関する事項
- ④ 計量証明に使用する特定計量器その他の器具、機械又は装置の保管、検査及び整備の方法に関する事項
- ⑤ 計量証明の発行に関する事項
- ⑥ 計量証明の実施記録及び計量証明書等の保存に関する事項
- ⑦ ①～⑥の項目のほか計量証明の事業に関して必要な事項

また、各項目の詳細については、別途「事業規定細則」にそれぞれ定める必要がある。

このように、「事業規定」や「事業規定細則」で機器等の管理基準等を定め、計量士によって管理されるようになっている。また、2年に一回以上立ち入り検査が実施される制度になっている。

2) 環境庁の精度管理

環境庁が行っているダイオキシン類調査の外部制度管理として、受託業者にデータの信頼性確保のため以下に示すシステムを実施している。

- ① 調査方法の統一
調査分析機関に、環境庁の調査マニュアルに基づいた統一した方法で調査・分析を行うこととしている。
- ② 測定データの品質を保証・管理するための計画書の提出
試料採取、前処理、分析、データ整理、報告書等作成の各段階における精度管理の計画書の提出。
- ③ 試料採取現場・分析現場への立ち入り検査(査察)
試料採取及び試料分析現場への立入検査を行い、試料採取及び分析がマニュアル及び精度管理計画書に基づいて実施されているかを確認する。

共通試料について、実試料と同一の方法で分析し、その分析結果及び測定条件を記載した調査票を報告させる。

⑤ 調査分析機関によるデータのチェック

調査分析機関は、分析値を報告する際には、精度管理計画書に沿って十分な内部チェックを行い、データの修正が無いようにする。

万が一いったん報告されたデータの修正等が必要になった場合には、文書等で修正内容をすみやかに連絡すること。この際修正理由を必ず添付すること。

⑥ 報告書等の提出及びデータの保管

調査結果の報告書の内容は、調査方法や調査結果に加え調査結果に関する精度保証・管理（QA・QC）レポート等を添付すること。環境庁はQA・QCレポート内容等を審査し、適切な精度管理が行われていることを確認する。

⑦ サンプルの一部保管

精度管理上不適切な部分があった場合あるいは詳細な確認を実施する必要があると判断された場合は、調査機関に詳細な調査・分析関連データの提出を求める。また、分析結果がデータとして採用することが不相当と判断される場合は、再分析を求める。このために、再分析用として試料の一部を一定期間保管しておく。万が一分析操作等の失敗などにより保管試料の一部または全部を分析等に供する必要性が生じた場合、その都度報告し指示を受ける。

⑧ 審査組織

上記②から⑥の審査においては、専門家より構成される審査組織を設置する。

これら精度管理に関する業務を外部に委託し、そこで、審査組織を設置し、内部精度管理項目の検討、実施状況の監視や査察時の調査項目の検討及び現地査察の実施を行っている。また、共通試料分析データ等の審査も行っている。

3) ガイド 25 試験所認定制度

我が国でもガイド 25 による試験所認定制度が動き出し、ダイオキシン類分析試験所としての認定を受けている分析機関が出てきている。これは、ISO規格のガイド 25 試験所認定に基づく要求事項を満足している試験所を認定する制度である。

以下にISO/IECガイド25の要求事項を示す。

・管理システムの要求事項

1. 品質管理システム
2. 組織及び経営
3. 文書及び情報の管理
4. 依頼入札及び契約の確認

・技術的要求事項

1. 職員
2. 施設及び環境状況
3. 試験・校正の方法
4. 設備

- | | |
|----------------------|------------------|
| 5. 試験・校正の下請負契約 | 5. 測定の特リサビリティ |
| 6. サービス及び供給品の調達 | 6. サンプリング |
| 7. 依頼者へのサービス及び供給品の調達 | 7. 試験・校正品目の取り扱ひ |
| 8. 不適合業務の管理 | 8. 試験・校正結果の品質の保証 |
| 9. 是正処置 | 9. 結果の報告 |
| 10. 予防処置 | 10. 記録 |
| 11. 記録 | |
| 12. 内部監査 | |
| 13. マネージメント・レビュー | |

試験所認定審査は、管理システム及び技術について審査が行われる。また、認定を受けた後、フォローアップ審査が毎年実施される。

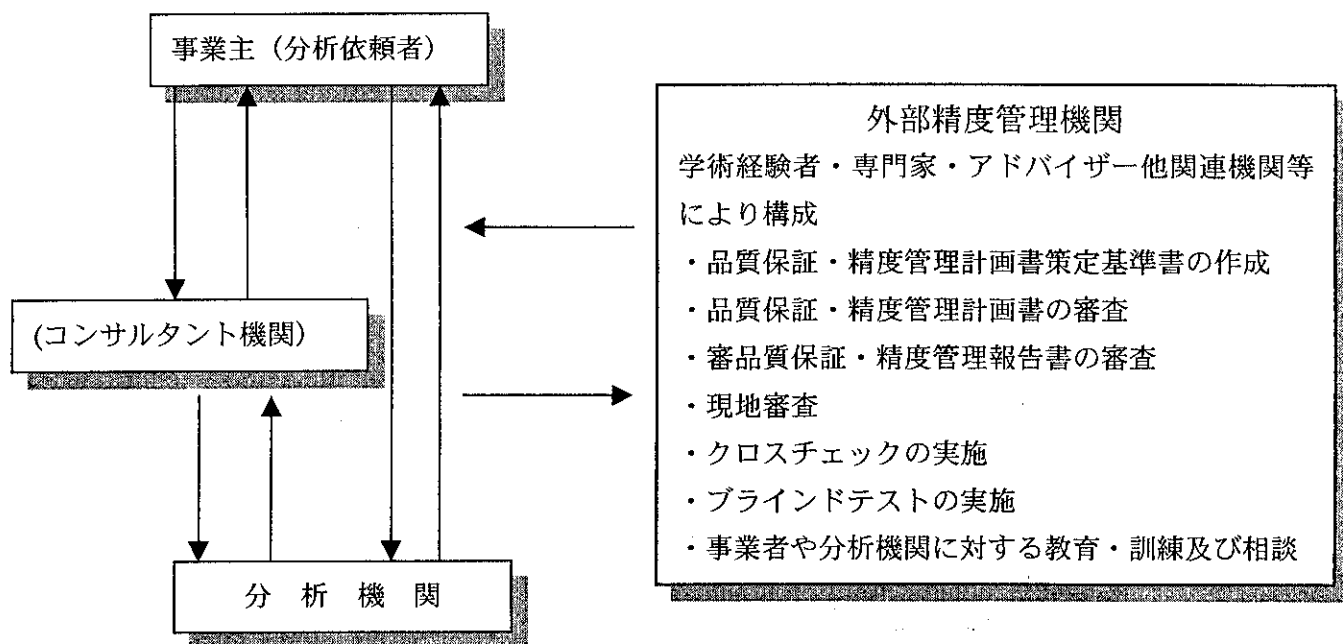
ガイド 25 の試験所認定を受けた分析機関は、これらの要求事項を満足していることから、精度管理された信頼ある分析機関であると認められることになる。しかし、日本の認定制度の現状では、技術試験等の実施や技術者の技能判断基準等の整備が遅れていることから、十分に評価されるには時間がかかると考えられる。

この様に、環境計量証明事業登録制度、環境庁の精度管理体制及びガイド 25 の試験所認定制度の実情を検討した結果、今後のダイオキシン類分析に関する精度管理システムとして、外部に審査機関を設け、ダイオキシン類排出施設及び測定分析機関を審査監視する外部精度管理システムが必要と考えられる。

また、この審査機関で、クロスチェックの実施やブラインドテストの実施等を行うことも必要と思われる。

3-4 外部精度管理システム案

外部精度管理システムの一例を概略図に示す。



(1) ダイオキシン類測定調査過程における外部精度管理機関のフロー

(下線の部分が外部精度管理機関の役割)

- ① 事業主による調査計画概要の立案
- ② コンサルタント機関及び外部精度管理機関への依頼
- ③ 外部精度管理機関による「品質保証・精度管理計画書策定基準書」の作成
- ④ 事業主による「調査計画書」及び「品質保証・精度管理計画書策定基準書」を提示し公開入札
- ⑤ 分析機関の提出した「品質保証・精度管理計画」の審査。結果をコンサルタント機関を通じ事業主に報告
- ⑥ 事業主は、「品質保証・精度管理計画書」の審査結果も加え、分析機関を選定
- ⑦ 分析機関による調査の開始
- ⑧ コンサルタント機関及び外部精度管理機関による分析機関への現地査察。審査結果は事業主に報告

- ⑨ 調査終了後、分析機関による「調査結果報告書」及び「品質保証・精度管理報告書」の提出
- ⑩ 外部精度管理機関による「品質保証・精度管理報告書」の審査。結果は事業主に報告。
- ⑪ 事業主が、調査の品質保証の一端として、クロスチェックまたはブラインドテストを実施する場合、外部精度管理機関は、これらのテストの計画立案、実施、結果報告の審査を行い、その結果をコンサルタント機関を通じて事業主に報告
- ⑫ 事業主が分析結果を受理

(2) 外部精度管理機関の位置づけ

外部精度管理機関を事業主や分析機関が自ら設置するのか、独立した機関にするのか大きな問題である。また、独立した機関の場合、公的な機関とするのか、ガイド25の認定機関のように民間の機関とするのが問題となる。審査の強制力をどのようにするかによって官民どちらがよいか検討を要する。また、規模、組織体制及び審査員の資格等についても検討が必要である。

以下に、事業主が自ら設置する場合と独立した場合の外部精度管理機関の組織及び構成について、利点及び問題点を記述する。

- ① 事業主が精度管理事業のすべてを独立した外部精度管理機関へ委託する。この場合、組織の構成は、外部精度管理機関のみとなる。
 利点：全国で統一された精度管理が可能となる。
 問題点：統一精度管理基準が公に示される必要がある。
 外部精度管理機関の法的(行政的)裏付けが必要(認可制等)。
 外部精度管理機関を公的なものとするか、民間を加えたものにするかは検討する必要がある。
 精度管理機関職員の技術面の育成が必要(また、資格制度をつくる)。
- ② 事業主が自ら設置する。この場合、組織の構成は、事業主、学識経験者、専門家、アドバイザー、コンサルタント機関(分析機関を含む)等が考えられる。
 利点：事業主の組織が大きく調査規模も大きな場合に適しており、事業主或いは調査の目的に応じた十分な精度管理が可能である。
 問題点：精度管理の判断基準が、各機関で異なる場合が出てくる。小規模調査の場合で事業主の精度管理への理解が低い場合は、十分な精度管理がなされない(精度管理の形骸化)可能性がある。

(3) 外部精度管理機関の役割

外部制度管理機関の役割については、(1)で概略を述べたが、さらに詳細に述べる。

① 「品質保証・精度管理計画書策定基準書」(仮称)の策定

本基準書は、分析機関から提出される「品質保証・精度管理計画書」に盛り込まれる項目及びその基準を示したものである。「品質保証・精度管理計画書策定基準書」の詳細については、次年度に検討する。

② 「品質保証・精度管理計画書」の審査

本計画書は、「品質保証・精度管理計画書策定基準書」に基づき、分析機関から事業主に提出されるもので、この計画書には、分析機関が実際に行う、サンプリングから報告書作成に至るまでの各工程・操作方法が記述され、測定結果の品質・精度を保証する各項目についてその方法や判定基準が記述されているものである。外部精度管理機関は、この計画書に記されている各工程・操作方法及び各精度管理項目の方法や判定基準について審査する。万一、不備な点があれば、コンサルタント機関を通じ事業主に連絡すると共に、分析機関に「品質保証・精度管理計画書」の再提出を求める。精度管理計画書の記載例を付属資料で示す。…一例であり、完全版でないことを明記する。

なお、精度管理報告書に記載されるべき事項及びその評価基準については、次年度検討し、精度管理計画書策定のマニュアル化を検討する。

③ 現地審査

外部精度管理機関は、分析機関が、提出した「品質保証・精度管理計画書」の通り、各工程の操作が正確に行われていることを確認するために、事業主の委託を受け、コンサルタント機関と共に、分析機関に立ち入り審査を行う。審査項目は、分析機関の組織・検査体制について、試料保存室・前処理室・機器分析室等各施設の整備状況について、また測定機器の管理状況について視察する。また、サンプリングから報告書作成に至る記帳類について、全操作がトレース出来るよう記録されているか、すなわち、「いつ」、「誰が」、「どこで」、「何のために」、「何を」、「どの様にしたか」がきちんと記録されているかを審査する。さらに、得られた測定結果が、各精度管理項目の判定基準に適合しているかを審査する。現地審査において、「品質保証・精度管理計画書」に記載された状況・工程・方法・装置・記帳・判定基準など異なっていれば、それに基づき実施するよう指導する。また、精度管理に関し、不十分であると判断される点についても助言する。外部精度管理機関は、現地調査の結果及び必要措置をコンサルタント機関を通じ事業主に報告する。

なお、現地審査に関する審査事項については、次年度検討し、外部精度管理機関現地審査のマニュアル化を検討する。

④ 報告書及び精度管理報告書の審査

調査終了時において、分析機関より、「測定結果報告書」と共に、「品質保証・精度管理報告書」が提出される（「品質保証・精度管理報告書」の詳細については、「第2章 内部精度管理マニュアル」参照）。外部精度管理機関は、この「品質保証・精度管理報告書」に提出書類の不備がないか、精度管理各項目の基準は満たされているか、記録類の検査が二重三重に行われ最終的にデータ確定が行われているかを審査する。また、測定結果の内、クロスコンタミが推測されるデータや、各媒体において通常認められる濃度や組成と異なる特異データについては、分析機関に、サンプリングからデータの確定まで、操作の手順をトレースさせ過ちのないことを再確認させると共に、外部精度管理機関においても、提出された「品質保証・精度管理報告書」を基に同様の確認審査を実施する。

以上の審査の結果、提出書類の不備・欠落、また精度管理項目の基準が満たされていない場合、また分析上に何らかの問題点があった場合は、再測定を含め（必要であれば再サンプリングから）、分析機関に測定結果及び「品質保証・精度管理報告書」の再提出を求める。審査の結果は、コンサルタント機関を通じ事業主に報告する。

なお、具体的な審査方法及び判定基準の詳細については、次年度検討しマニュアル化を計る。

⑤ クロスチェック、ブラインドテスト試験の実施

ダイオキシン類測定分析では試料採取から分析全般にわたる極めて高度な精度・正確さが要求される。ダイオキシン類測定分析機関が、どの程度の精度管理を実施しているか、またその測定データが適切であるか、さらに技術レベルが十分であるかを把握するために、第三者機構により外部精度管理の維持向上をはかる必要がある。そのために、標準溶液や標準試料を測定分析させるクロスチェック及びごみ焼却等の廃棄物処理施設からのダイオキシン類排出実態調査に関連させて、請け負った分析機関が分析したと同じ分析試料を複数の分析機関で分析し、その請け負った分析機関を評価するブラインドテスト試験を実施する。

標準溶液及び標準試料を用いたクロスチェックは、

- ア) 現在実施されているのは、同一試料について2回別々に抽出を行い、各抽出液について2回別々にクリーンアップを実施し、合計4データを提出する方法が多い。
- イ) 標準品溶液の結果から各分析機関が日常使用している標準品の濃度の確認が出来る。つまり、標準品のメーカー、ロットの違いと共に、作成方法、希釈等の調整誤差が把握でき、標準品の管理方法についても調査可能である。
- ウ) 実試料の結果からは、抽出効率を含む再現性、粗抽出液以降の前処理及び機器分析の再現性、機器分析部分のみの再現性について確認可能である。

なお、全体のレベルアップのためにもクロスチェックの結果は公表されるべきである。さらに積極的にクロスチェックに参加する体制を構築する必要がある。

ブラインドテストは、通常の日常業務の一環として分析試料が流れるように実施する。具体的方法については自治体や関係機関との緊密な連絡が必要である。

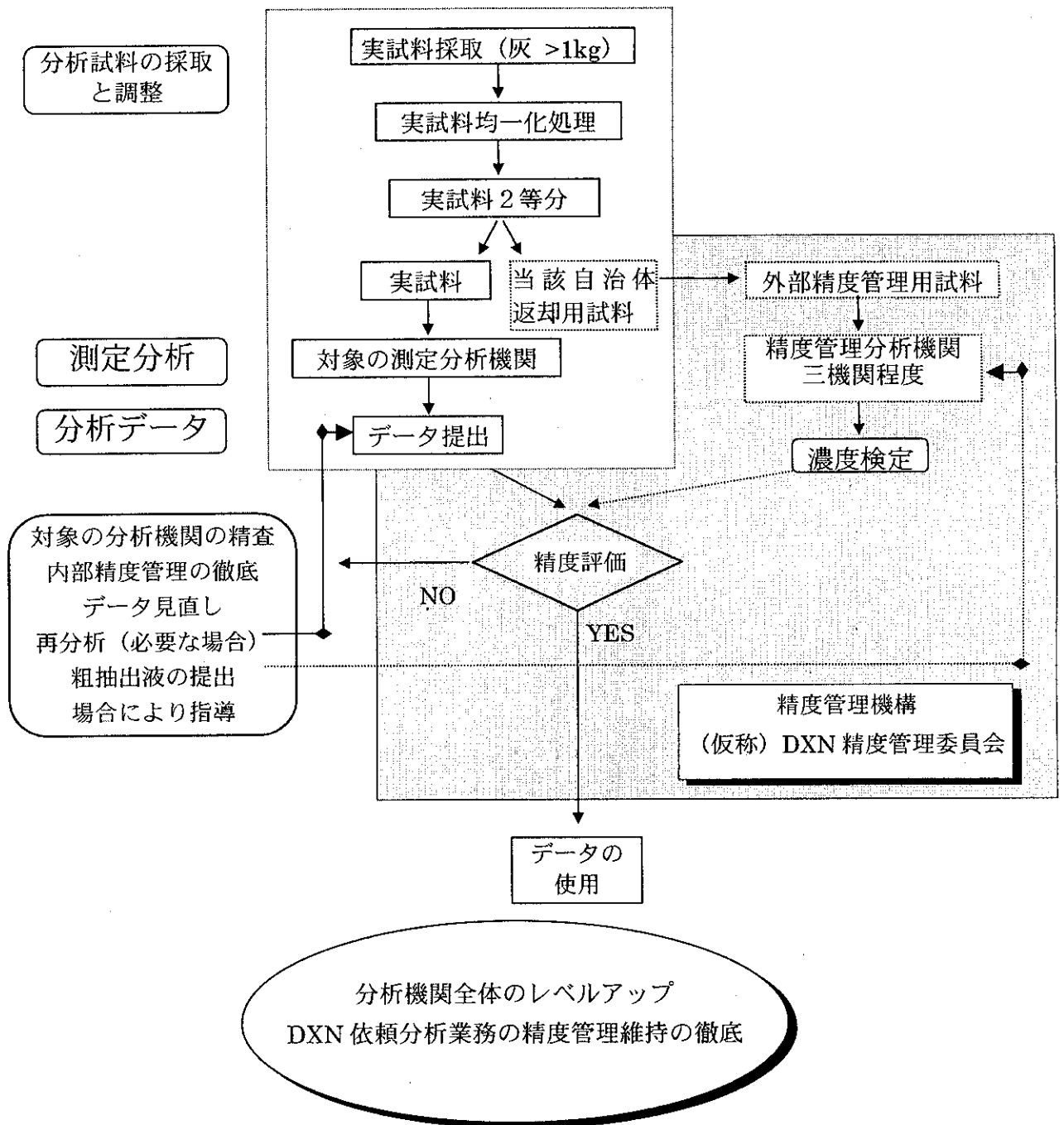
ア) 実際に日常業務としてどの程度の精度管理を行っているかを確認する。

イ) 精度管理を監督指導する第三者機関の設置が必要である。

ウ) 委託者の仕様書の中にブラインドテストの実施について盛り込む事でも一定の注意の喚起になると思われる。

エ) 試料や粗抽出液の一定期間保存義務と、残りを提出する可能性があることを事前に伝える必要がある。

オ) 報告書への精度管理関連の要求事項を明確に記載する必要がある。



分析システムにおける外部精度管理(ブラインドテスト)の概念図
(第1案)