

## ダイオキシン類水質・土壌環境調査委託業務実施要領

この要領は、北海道（以下「委託者」という。）が、（以下「受託者」という。）に委託する、ダイオキシン類水質・土壌環境調査委託業務を円滑かつ効率的に処理するために必要な事項を定める。

### 1 目的

ダイオキシン類対策特別措置法第 27 条に基づき、水質（底質を含む。）及び土壌のダイオキシン類による汚染の状況について調査測定を行う。

### 2 業務の内容

#### (1) 調査測定対象物質

ダイオキシン類（ポリクロロジベンゾ-パラ-ジオキシン（PCDDs）、ポリクロロジベンゾフラン（PCDFs）及びコプラナー-ポリクロロビフェニル（Co-PCBs））

#### (2) 調査地点等

次の調査地点において、アについては地下水又は土壌を各 1 試料、イについては水質及び底質を各 1 試料採取し、分析を行う。

なお、調査地点、調査時期等の詳細については、委託者が別に指示する。

#### ア 地下水質・土壌

区分	調査地点（地点名）
地下水質	江別市（工栄町地区）
	千歳市（泉沢地区）
	小樽市（住ノ江地区）
	共和町（発足地区）
土壌	札幌市（新陵東小学校グラウンド）
	江別市（いきいき公園）
	石狩市（青葉公園）
	当別町（川下地区）
	新篠津村（新篠津小学校グラウンド）
	小樽市（末広公園）

#### イ 公共用水域（水質・底質）

区分	調査水域（地点名）
河川	佐呂間別川下流域（佐呂間大橋）
	安平川下流域（勇払橋）
海域	十勝海域（ST-1 上層）

#### (3) 調査測定内容

##### ア 土壌調査

受託者は、「土壌のダイオキシン類簡易測定マニュアル」（平成 21 年(2009 年)3 月環境省水・大気環境局土壌環境課）又は「ダイオキシン類に係る土壌環境調査測定マニュアル」（平成 21 年(2009 年)3 月、環境省水・大気環境局土壌環境課）に準じて採取し、分析を行う。

なお、土壌については、土性、土色、強熱減量の測定も併せて行う。

##### イ 地下水調査

受託者は、「水質汚濁防止法の一部を改正する法律の施行について」（平成元年(1989 年)9 月 14 日付け環水管第 189 号環境庁水質保全局長通達、平成 9 年(1997 年)3 月 13 日改定）の別紙「地下水調査方法」に準じて調査測定を行う。

また、採水に当たり「ダイオキシン類の測定のための地下水の採水に係る留意事項」（平成 12 年(2000 年)4 月 26 日付け環水企第 231 号環境庁水質保全局企画課海洋環境・廃棄物対策室長、地下水・地盤環境室長通知）に留意して採水し、日本産業規格 K0312 により分析する。

なお、地下水については、採取地下水の状態（色、濁り、臭い等）、水温、pH、SS(mg/l)、及び電気伝導度(mS/m)の測定も併せて行う。

#### ウ 水質調査

受託者は、「水質調査方法」（昭和 46 年(1971 年)9 月 30 日付け環水管第 30 号環境庁水質保全局長通達）に準じて採水し、日本産業規格 K0312 に定める方法により測定する。

なお、水質については、採取水の状態（色、濁り、臭い等）、水温、pH、SS(mg/l)、及び電気伝導度(mS/m)の測定も併せて行う。

#### エ 底質調査

受託者は、「ダイオキシン類に係る底質調査測定マニュアル」（平成 21 年(2009 年)3 月、環境省水・大気環境局水環境課）のほか、「ダイオキシン類対策特別措置法に基づく底質環境基準の施行について」（平成 14 年(2002 年)7 月 22 日付け環水企第 117 号、環水管第 170 号環境省環境管理局水環境部長通知）の記の第三の二「測定方法について」のイ及びウを参考として調査測定を行う。

なお、底質については、堆積物の組成、色、強熱減量の測定も併せて行う。

### 3 調査測定の精度管理

#### (1) 精度管理に関する方針

ダイオキシン類の環境測定における的確な精度管理を実現することにより、受託者が行う調査測定の信頼性を確保するため、環境省が定める「ダイオキシン類の環境測定に係る精度管理指針」（平成 12 年(2000 年)11 月 14 日(平成 22 年(2010 年)3 月改訂)環境省）及び「ダイオキシン類の環境測定を外部に委託する場合の信頼性の確保に関する指針」（平成 13 年(2001 年)3 月 30 日(平成 22 年(2010 年)3 月改訂)環境省。以下「外部精度指針」という。）等に準じて精度管理を行う。

#### (2) 精度管理計画書の提出

受託者は、本業務の受託後 10 日以内に別記 1 による精度管理計画書を作成し、委託者に 2 部を提出する。

#### (3) 精度管理計画書の審査

委託者は、受託者から提出された精度管理計画書を審査し、必要に応じて補足資料等の提出を求めるほか、記載事項の修正等について受託者と協議する。

#### (4) 精度管理報告の提出

受託者は、概ね 9 月までに調査測定を完了した測定結果（以下「前期測定結果」という。）を、10 月末までに委託者に 2 部を提出する。

委託者は、受託者から提出された前期測定結果の中から任意の試料を指定し、受託者は、指定された試料について当該指定を受けた日から 14 日以内に別記 2 による精度管理報告書を作成し、委託者に 2 部を提出する。

#### (5) 精度管理報告の審査

委託者は、受託者から提出された精度管理報告書を審査し、必要に応じて補足資料等の提出を求めるほか、記載事項の修正等について受託者と協議する。

#### (6) 外部精度管理（クロスチェック）

委託者は、委託者が別途業務委託する受託者とともに、受託者が行う任意の調査測定地点においてクロスチェック用の試料採取を行い、当該受託者による分析結果と受託者が行った分析結果について比較検討を行う。

なお、比較検討の結果、分析結果に大幅な相違が生じるなど、受託者の調査測定に疑義が生じた場合には、受託者と協議の上、必要に応じて受託者は再度調査測定を行う。

#### (7) 査察

委託者は、委託期間中において、受託者に特段の事情がある場合を除き、必要に応じて立入による査察を行う。

なお、査察の項目は外部精度指針の別表4に準じて行う。

#### (8) 二重測定及びトラベルブランク

受託者は、「ダイオキシン類による大気汚染、水質汚濁及び土壌汚染に係る環境基準について」（平成11年(1999年)12月27日環境庁告示第68号）の別表に規定される測定方法によりトラベルブランク試験のための操作及び二重測定のための試料採取を行い、その実施状況を記録する。

### 4 成果品の提出

受託者は、委託者の指示に従い、次の事項について調査結果報告書として取りまとめ、令和5年(2023年)3月3日までに委託者に2部を提出する。

また、委託者が別途指定する仕様により作成したCD-R等の電子媒体2式を提出する。

(調査結果報告書記載事項)

ア 調査地点

イ 試料採取、分析方法

ウ 分析値

エ 精度管理に関する事項(別記2)

オ 委託者から品質管理上の改善措置を求められた場合は、それに対して行った改善措置の詳細な方法、結果及びその評価

カ その他調査に関する事項

### 5 その他

その他必要な事項については、委託者が受託者と協議の上、定める。

## 精度管理計画書の記載事項

### 1 業務概要

- (1) 業務名
- (2) 業務期間
- (3) 発注機関
- (4) 受注機関（業務責任者、連絡先等）

### 2 品質保証・品質管理に関する一般的事項

- (1) 操作手順全体のフロー図（試料採取、分析、データ確定、再分析を含む手順全体の概要）
- (2) 精度管理に関する組織
- (3) 施設概要（図面を添付）
- (4) ダイオキシン分析に係る試験所認定制度の認定の有無（有の場合はその概要）
- (5) 試験所間比較試験への参加実績と結果概要
- (6) 標準作業手順書の目次（項目、内容が確認できるもの）
- (7) 定量下限値、検出下限値等の各種下限値の算出方法と確認頻度
- (8) 品質管理上、問題があると認められた場合の対処方法
- (9) 記録管理方法（電子媒体による管理を含む）

### 3 試料採取計画

- (1) 操作手順のフロー図（試料採取の操作に係る詳細な内容が分かるもの）
- (2) 採取方法、採取量、試料の保存方法
- (3) 使用する器具、容器の仕様等
- (4) 試料の運搬方法
- (5) サンプルング可否の判断基準
- (6) トラベルブランクの実施計画
- (7) 二重測定の実施計画
- (8) 現場野帳

### 4 試料前処理計画

- (1) 操作手順のフロー図（抽出、クリーンアップ、分画等、試料前処理の操作に係る詳細な内容が分かるもの）
- (2) 試料の受入と保管の方法
- (3) スパイクの操作に関する説明（種類、添加量、添加時期等）
- (4) 汚染防止対策（試料前処理の操作段階に係るもの）
- (5) 前処理記録表に関する説明（記録の内容、管理等）

### 5 試料測定計画

- (1) 使用機器の仕様等
- (2) GC/MS の定期点検、日常点検の内容と頻度
- (3) GC/MS の日常点検記録表
- (4) 測定分析条件の概要
- (5) 検量線に関する説明（作成方法、頻度、標準物質の種類）
- (6) 分析の有効性に関する判断基準（分解能、感度変動、ロックマス、保持時間、RRF、塩素同位体比）
- (7) 回収率の評価方法
- (8) 二重測定の評価方法
- (9) トラベルブランクの評価方法
- (10) 操作ブランクの評価方法
- (11) 汚染防止対策（試料測定の前段階に係るもの）
- (12) 定量計算に関する説明
- (13) 抽出液、最終溶液の保管方法
- (14) 分析記録表に関する説明（記録の内容、管理等）

## 精度管理報告書の記載事項

## 1 結果報告に関する一般的事項

- (1) 検体の情報に関する説明
  - ア 試料媒体
  - イ 地点番号等
  - ウ 調査の種類
  - エ 調査地点
  - オ 調査区分
  - カ 採取日時 (開始日時)
  - キ 採取日時 (終了日時)
  - ク 実施主体
  - ケ 試料採取機関名
  - コ 試料分析機関名
  - サ 対応する操作ブランク試験の名称及び番号
  - シ 対応するトラベルブランク試験の名称及び番号
  - ス 対応する検量線の名称及び番号
  - セ 二重測定の実施の有無
- (2) 測定分析結果
- (3) 各観測データ
  - ア 排出ガス (排ガス温度、酸素濃度、一酸化炭素濃度、水分量、排出ガス量 (乾き))
  - イ ばいじん及び焼却灰その他燃え殻 (試料採取方法、測定試料の量)
  - ウ 排出水 (採取当日及び前日の天候、気温、水温、臭気、色相、透視度、pH、残留塩素濃度、排水量)
- (4) 使用内標準物質の添加絶対量及び種類
- (5) 回収率の結果及び評価
- (6) 各異性体及び同族体濃度の定量に用いた内標準物質の対応表

## 2 試料採取報告

- (1) 精度管理計画書の記載事項の3試料採取計画の(1)から(8)のそれぞれの事項に関する結果報告
- (2) 計画と内容が異なる場合は、その詳細及び変更した理由

## 3 試料前処理報告

- (1) 精度管理計画書の記載事項の4試料前処理計画の(1)から(5)のそれぞれの事項に関する結果報告
- (2) 計画と内容が異なる場合は、その詳細及び変更した理由

## 4 試料測定報告

- (1) 精度管理計画書の記載事項の5試料測定計画の(1)から(14)のそれぞれの事項に関する結果報告
- (2) 計画と内容が異なる場合は、その詳細及び変更した理由
- (3) 添付資料 ; GC/MS のインジェクションリスト

## 5 その他特記事項

- (1) 回収率が定められた範囲内でなかった場合の取扱い
- (2) クリーンアップスパイク内標準物質の回収率が異性体によってばらつきが大きい場合、その原因と評価の妥当性についての説明
- (3) その他調査に関する特記事項

## 6 添付資料

- 提出される精度管理報告書の内容を勘案し、必要に応じ受託者に次の資料の提出を求める
- (1) GC/MS の感度変動の確認および妥当性についての説明
  - (2) 感度確認のクロマトグラム
  - (3) 試料のクロマトグラム
  - (4) 対応する検量線のクロマトグラム
  - (5) 対応する操作ブランクのクロマトグラム
  - (6) 対応する検出・定量下限 (装置及び測定方法) 算定の各クロマトグラム

\* 解析ソフトに Diok を使用している場合は、その Method Data を CD 及び MO で提出すること。