アナリティカルレポート

第3回海域底質中のダイオキシン類分析技能試験結果

石橋 耀一^{1,2}, 浅田 正三^{1,3}, 井垣 浩侑^{1,4}, 山田 修一^{1,5},
鶴田 暁^{1,6}, 志村 真^{1,7}, 柿田 和俊^{1,8}, 小野 昭紘¹,
坂田 衛^{®1}

Results of Proficiency Testing for Determination of Dioxins in Marine Sediment (3rd round) based on ISO/IEC Guide 43-1

Yo-ichi ISHIBASHI¹, Shozo ASADA¹, Hiroyuki IGAKI¹, Shu-ichi YAMADA¹,
Satoshi TSURUTA¹, Makoto SHIMURA¹, Kazutoshi KAKITA¹,
Akihiro ONO¹ and Mamoru SAKATA¹

¹ The Japan Society for Analytical Chemistry, 1-26-1, Nishigotanda, Shinagawa-ku, Tokyo 141-0031

(Received 11 August 2004, Accepted 7 November 2004)

The Japan Society for Analytical Chemistry carried out a third proficiency test for the determination of dioxins (polychlorodibenzo-*p*-dioxins, polychlorodibenzofurans and coplanar polychlorobiphenyls) in marine sediment. Proficiency testing of analytical laboratories is based on ISO/IEC Guide 43-1, "Proficiency testing by interlaboratory comparisons". This testing was carried out from May '02 to August '02, with the participation of 104 laboratories. The test results were: 37.05 pg-TEQ/g of total Dioxin concentration on average; 7% in robust coefficient of variation. A total of 9 labs have been estimated to be unsatisfactory due to their large *z* score in the robust method, over 3 in absolute value.

Keywords : dioxins; marine sediment; proficiency testing; *z* score.

1 はじめに

前報¹⁾²⁾で述べたように、我が国における化学分析の信頼性の確立と向上を図るため、(社)日本分析化学会は

1999年以来、(社)日本環境測定分析協会と協力してフライアッシュ中のダイオキシン類や水中の金属など環境分析を対象としてISO/IEC Guide 43-1 Proficiency testing by interlaboratory comparisons³⁾〔試験所(機関)間比較における技能試験〕に準拠する一連の技能試験を、分析・試験機関を対象として実施している。その試験の成果は、順次学会誌に報告する方針としていることは同じく前報¹⁾²⁾で述べたとおりである。

ここに報告するものは、2002年5月から8月にかけて実施された日本分析化学会が担当して実施した技能試験「第3回ダイオキシン類分析(土壌・底質類)」で得られた成果である。この技能試験への参加試験機関数は前回(第2回)より33機関増して104機関で、試験に用いた試料は海域底質から調製したものである。また、報告の共著者は前報¹⁾²⁾と同じく技能試験実行委員会の委員である。

¹ 社団法人日本分析化学会ダイオキシン類分析技能試験実行委員会: 141-0031 東京都品川区西五反田1-26-1 五反田サンハイツ304号

² 日本鋼管テクノサービス株式会社: 210-0855 神奈川県川崎市川崎区南渡田町1-1

³ 財団法人日本品質保証機構総合環境部門: 100-8308 東京都千代田区丸の内2-5-2 三菱ビル

⁴ 元 財団法人東レ科学振興会: (自宅)520-0843 滋賀県大津市北大路3-9-27

⁵ 日本総研株式会社: 430-0837 静岡県浜松市西島町1622

⁶ 環境テクノス株式会社: 804-0003 福岡県北九州市戸畑区中原新町2-4

⁷ JFEスチール株式会社スチール研究所: 210-0855 神奈川県川崎市川崎区南渡田町1-1

⁸ 株式会社日鐵テクノリサーチ: 213-0012 神奈川県川崎市高津区坂戸3-2-1 KSP-A101

Table 1 Chemical composition of homogenized marine sediment that taken out from 5 parts of the mixing vessel

Sample No.	Mn/ mg kg ⁻¹	Ni/ mg kg ⁻¹	Cu/ mg kg ⁻¹	Zn/ mg kg ⁻¹	Water content, %	Ignition loss, %
I-1	571	31.8	126	579	4.8	14.2
I-2	547	31.4	133	581	5.0	13.7
II-1	565	32.4	125	586	4.9	13.7
II-2	540	34.7	124	567	5.0	13.7
III-1	574	33.3	126	572	5.0	14.2
III-2	571	32.1	129	569	4.9	13.5
IV-1	555	33.9	132	571	5.0	13.6
IV-2	578	33.4	124	582	5.0	13.6
V-1	575	32.8	126	576	4.9	14.4
V-2	581	33.5	131	557	4.9	14.2
Average	565.86	32.93	127.58	573.86	4.94	13.88
σ_{n-1}	14.05684	1.024446	3.348456	8.675179	0.069921	0.329309
RSD, %	2.5	3.1	2.6	1.5	1.4	2.4

σ_{n-1} : Standard deviation; RSD: Relative standard deviation; Analytical method: ICP-atomic emission spectrometry for metallic elements; Drying condition for water content measurement: at 105°C for 2 h

Table 2 Particle size of homogenized marine sediment

Sample group No.	I	II	III	IV
Average particle size/ μm	4.5	4.9	4.9	4.7

2 技能試験の実施

日本分析化学会技能試験専門委員会は、試験計画の立案、手法の検討、試験結果の評価を担当している。また、委員会は関係部署への文書配布、試験試料の調製方法や試験方法から報告書の作成に至るまで、すべての手順の品質マニュアル⁴⁾を制定している。試験はすべてこのマニュアルによって実施している。

2・1 試験の経過

2002年3月初めに会告として技能試験の募集告知を行い、5月15日の締め切りまでに108試験機関の応募があった。このうち104試験機関からが試験結果が報告された。5月31日に試験試料の海域底質を各試験機関へ送付し、8月23日を分析結果報告の締め切りとした。この試料はB県沿岸湾内の海域底質から採取したものを、異物除去、乾燥、粒度調整、均質化を行ったものである。調製及び均質性確認は、環境テクノス(株)(北九州市)で行った。

集められた各試験機関の報告結果は統計処理を行った後、その結果を一次報告書として各試験機関に9月27日に送付し、入力値の誤り等の点検を受け、返送されたものについて作図・評価などの作業を経て、2002年10月31日付で報告書⁵⁾として完成させた。

2・2 試験方法

ダイオキシン類分析の手順書は、「JIS K 0312 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」を参考に作成し、配布した。これには上記規格は水が試料であるので、直ちに固液抽出又は液液抽出に入るよう記述してあるが、本試験では試料は粒状物質であるので代わってソックスレー抽出を行う。そのため、この点を変更したものである。以後のクリーンアップ以下の操作は規格と同じである。

今回の共同実験結果の統計計算は前報¹⁾²⁾と同様に、報告された分析値を統計的に処理し、各試験機関の結果の中央値からの離れ具合をロバスト法 z スコアで表示する ISO Guide 43-1 による方法を適用した。この方法では異常値も最後まで表示されるので、被試験機関に対し透明性が確保されるという利点がある。また、ロバスト法は試験値の中央約 50% のデータを基に平均値、標準偏差に相当する指標を計算するので、その外にある異常値の影響を受けない。これらの理由から当学会の実施する技能試験結果の解析ではこの方法を用いた。

ロバスト法 z スコアは次のように表される。

$$z = (\text{各試験機関の平均値} - \text{メディアン}) \div \text{NIQR}$$

ここに、メディアン：中央値。全体数が偶数のときは二つの中央値の平均値。NIQR：正規四分位範囲 (normalized interquartile range), $\text{IQR} \times 0.7413$, IQR (四分位範囲) とは上四分位数と下四分位数の差。

2・3 参加機関

参加機関数は 104 で、14 機関が財団法人等の公益法人、ほかは民間会社であった。

Table 3-1 Statistical analysis of the analytical results

(1) PCDD-PCDF isomers (unit for Average, Median, U95%, SD, NIQR: pg g^{-1})

	TEF	N	$ z \geq 3$	Average	Median	U95%	SD	NIQR	U95%CV%	RSD%	CV%rob
PCDD isomer											
2,3,7,8-Te	1	104	8	1.3625	1.0600	0.4866	1.6221	0.2706	36	119	26
1,2,3,7,8-Pe	1	104	9	5.1747	4.5373	1.4901	4.9671	0.7074	29	96	16
1,2,3,4,7,8-Hx	0.1	104	8	6.5636	5.0500	4.0818	13.6060	0.7027	62	207	14
1,2,3,6,7,8-Hx	0.1	104	7	14.0428	9.3400	14.0549	46.8496	1.3649	100	334	15
1,2,3,7,8,9-Hx	0.1	104	7	12.2939	8.7075	9.6453	32.1512	1.4678	78	262	17
1,2,3,4,6,7,8-Hp	0.01	104	5	174.8279	119.6000	169.7162	565.7205	14.8167	97	324	12
Oc	0.0001	104	3	2069.4625	2008.2500	328.7284	1095.7613	233.4168	16	53	12
PCDF isomer											
2,3,7,8-Te	0.1	104	3	24.8755	24.8450	1.1666	3.8888	2.6640	5	16	11
1,2,3,7,8-Pe	0.05	104	2	24.1032	23.7300	2.9094	9.6980	3.3868	12	40	14
2,3,4,7,8-Pe	0.5	104	4	18.8172	17.5700	3.4945	11.6483	2.2739	19	62	13
1,2,3,4,7,8-Hx	0.1	104	5	29.7295	27.2450	7.6445	25.4818	3.1468	26	86	12
1,2,3,6,7,8-Hx	0.1	104	7	20.7325	17.8425	8.7069	29.0232	2.0636	42	140	12
1,2,3,7,8,9-Hx	0.1	104	9	2.5952	1.8315	1.1864	3.9545	0.7255	46	152	40
2,3,4,6,7,8-Hx	0.1	104	7	26.3371	19.5625	20.8339	69.4463	2.3898	79	264	12
1,2,3,4,6,7,8-Hp	0.01	104	5	110.0854	91.0500	59.2028	197.3428	10.0446	54	179	11
1,2,3,4,7,8,9-Hp	0.001	104	3	24.3166	19.7175	13.3448	44.4828	3.0532	55	183	15
Oc	0.0001	104	4	243.4488	214.7000	81.7664	272.5548	25.7694	34	112	12
TEQ Dioxin		104	7	34.1916	29.9507	12.5718	41.9060	2.6621	37	123	9

TEF: Toxicity equivalency factor; N: Number of laboratories; z: z score; U95%: Uncertainty for average of whole data; SD: Standard deviation; NIQR: Normalized interquartile range; U95%CV%: U95%/average (%); RSD%: SD/average (%); CV%rob: NIQR/median (%); TEQ: Toxicity equivalency quantity

Table 3-2 Statistical analysis of the analytical results

PCDD-PCDF homologues (unit for Average, Median, U95%, SD, NIQR: pg g^{-1})

	N	$ z \geq 3$	Average	Median	U95%	SD	NIQR	U95%CV%	RSD%	CV%rob
PCDD homologue										
TeCDD	104	8	387.1918	373.7250	51.1685	170.5615	40.4194	13	44	11
PeCDD	104	6	206.4109	165.9500	117.5338	391.7795	20.8027	57	190	13
HxCDD	104	3	359.7101	239.0750	355.6514	1185.5045	37.3615	99	330	16
HpCDD	104	10	481.9606	394.0000	296.3863	987.9545	42.2819	61	205	11
OcCDD	104	3	2069.4625	2008.2500	328.7284	1069.7613	233.4168	16	53	12
Total PCDDS	104	6	3504.7359	3179.5500	1139.9413	3799.8043	269.8239	33	108	8
PCDF homologue										
TeCDF	104	7	561.5947	543.9500	43.9965	146.6550	86.7043	8	26	16
PeCDF	104	5	281.2298	265.3000	59.7788	199.2626	42.2263	21	71	16
HxCDF	104	6	230.3432	196.1500	109.9711	366.5702	26.8536	48	159	14
HpCDF	104	10	221.1949	181.9500	125.2865	417.6218	17.9209	57	189	10
OcCDF	104	4	243.4488	214.7000	81.7664	272.5548	25.7694	34	112	12
Total CDFs	104	4	1537.8113	1416.0750	407.2166	1357.3886	164.0126	26	88	12
Total homologues	104	5	5042.5472	4602.7250	1545.769	5152.562	404.1568	31	102	9

N: Number of laboratories; z: z score; U95%: Uncertainty for average of whole data; SD: Standard deviation; NIQR: Normalized interquartile range; U95%CV%: U95%/average (%); RSD%: SD/average (%); CV%rob: NIQR/median (%)

2・4 試料とその均質性

試験に用いた試料はB県の湾内海域から採取した海域底質を均質化したもので、その調製及び均質性の確認は以下に行った。

2・4・1 調製 原料の海域底質は海底200～300 mmの深さから採取して麻袋に詰め、重力脱水の後に異物除去及び風乾を行った。風乾後ボールミルで1時間粉碎し、次いで250 μm 及び106 μm の2段階電動振動式ふるい機にかけ、106 μm 目の通過分を集めた。各ふるいの不通過分

は、再度粉碎しふるい機にかけた。粒度調整品を回転式かくはん機を用い、90 rpm で1時間かくはんして均質化をはかった。

2・4・2 均質性確認 混合を終え均質化した海域底質は専用容器の5か所（中心及び4分割点の容器壁から5 cmの内側で1/2の深さ）からほぼ同量ずつ取り出し、各々を二等分して合計10個の試料について、粒度分布測定、成分分析及び含水率の測定を行って均質性を評価した。

Table 3-3 Statistical analysis of the analytical results

Coplanar PCBs (unit for Average, Median, U95%, SD, NIQR: pg g ⁻¹)											
	TEF	N	z ≥ 3	Average	Median	U95%	SD	NIQR	U95%CV%	RSD%	CV%rob
3,4,4',5-Te (81)	0.0001	104	8	65.6329	62.7000	5.1991	17.3304	9.1273	8	26	15
3,3',4,4'-Te (77)	0.0001	104	3	1474.3827	1491.0000	69.3012	231.0039	133.1560	5	16	9
3,3',4,4',5-Pe (126)	0.1	104	3	53.8853	54.1250	2.1549	7.1831	5.8748	4	13	11
3,3',4,4',5,5'-Hx (169)	0.01	104	10	16.7641	15.4875	1.7206	5.7354	2.0478	10	34	13
2',3,4,4',5-Pe (123)	0.0001	104	13	177.4060	162.2500	31.8352	106.1174	24.6390	18	60	15
2',3',4,4',5-Pe (118)	0.0001	104	4	6331.6435	6535.0000	315.2625	1050.8751	625.4719	5	17	10
2,3,3',4,4'-Pe (105)	0.0001	104	3	3045.2043	3131.7500	154.3814	514.6047	299.6705	5	17	10
2,3,4,4',5-Pe (114)	0.0005	104	10	205.2238	203.7500	13.7528	45.8426	23.8699	7	22	12
2,3',4,4',5,5'-Hx (167)	0.00001	104	7	228.9464	216.5000	24.4614	81.5381	29.3462	11	36	14
2,3,3',4,4',5-Hx (156)	0.0005	104	5	530.8785	542.2500	26.8381	89.4604	48.9258	5	17	9
2,3,3',4,4',5'-Hx (157)	0.0005	104	15	146.0713	126.8000	16.9573	56.5243	29.6613	12	39	23
2,3,3',4,4',5,5'-Hp (189)	0.0001	104	2	57.5977	57.4000	2.3936	7.9788	6.2603	4	14	11
TEQ CoPCB		104	2	7.1147	7.1565	0.2590	0.8635	0.6962	4	12	10
TEQ Dioxin + TEQ CoPCB		104	9	41.3064	37.0526	12.5805	41.9351	2.6970	30	102	7

TEF: Toxicity equivalency factor; N: Number of laboratories; z: z score; U95%: uncertainty for average of whole data; SD: Standard deviation; NIQR: Normalized interquartile range; U95% CV%: U95%/average (%); RSD%: SD/average (%); CV%rob: NIQR/median (%); TEQ: Toxicity equivalency quantity

各採取試料点における Mn, Ni, Cu, Zn の成分分析, 含水率及び強熱減量の結果を Table 1 に示す。化学分析において, 試料におけるばらつきと分析自体のばらつきの方を含むばらつきは, 一般に 1% 前後の濃度レベルでは重量分析で CV 3% 程度, 誘導結合プラズマ発光分光分析で 5% 程度 (JIS M シリーズの金属分析の例) であり, Table 1 におけるばらつきはそれより低い。これらの結果より, この技能試験に配布した試料の均質性は十分に高いものと考えられる。

なお, 参考のために採取した試料の 4 点から平均粒径を求めた。その結果を Table 2 に示す。平均粒径は 4.5 ~ 4.9 μm 付近にあり, 粉粒体の均質性は良好であった。粒度分布は 2-プロパノールを分散媒としたレーザー光散乱法により測定した。

3 試験結果の解析

3・1 海域底質分析結果

各試験機関から提出された報告値とその統計計算の詳細は技能試験報告書³⁾にすべて記録されている。全体量としては極めて膨大なものであるが, そのうち, ダイオキシン類の各成分の分析結果を集計したものを Table 3-1 ~ 3-3 に示した。Table に示された記号の意味は次のとおりである。

- (1) TEF: 国際毒性等価係数 (WHO/IPCS, 1997).
TEF × 定量値 = TEQ (毒性当量)。
- (2) N: 参加試験機関数 (データ数)。
- (3) |z| ≥ 3: ロバスト法 z スコアが 3 又はそれ以上であった機関数 (不満足な機関数)。
- (4) Average: 全データの総平均 (異常値を棄却しない従来法)。
- (5) Median: 全体の値の中央値 (2・2 参照)。
- (6) U95%: 全データの平均値の不確かさ (従来法)。次の式を用いて計算する。
$$U95\% = t \times SD \sqrt{N}$$

ここに t: Student の t 分布
- (7) SD: 全データの標準偏差 (従来法)。
- (8) NIQR: 標準化された四分位範囲 (2・2 参照)。
- (9) U95%CV%: U95%/Average を % 表示したもの。
- (10) RSD%: 相対標準偏差。SD/Average を % 表示したもの。
- (11) CV%rob: NIQR/Median を % 表示したもの (RSD のロバスト法による表現)。
- (12) TEQ Dioxin (Table 3-1): 表中の polychlorinated dibenzo-*p*-dioxin (PCDD) の 7 異性体, polychlorinated dibenzofuran (PCDF) の 10 異性体の TEQ 合計値。
- (13) TEQ CoPCB (Table 3-3): 表中の Coplanar poly-

Table 4 Number of laboratories in evaluation grade

 $|z| \leq 2$: satisfactory, $2 < |z| < 3$: questionable, $|z| \geq 3$: unsatisfactory, total number of labs: 104

Evaluation	Satisfactory $ z \leq 2$	Questionable and satisfactory		Unsatisfactory	
		$-3 < z < -2$	$2 < z < 3$	$z \leq -3$	$z \geq 3$
TEQ Dioxin	90	3	4	2	5
Total of homologue	91	4	4	4	1
TEQ CoPCB	95	3	4	2	0
TEQ Dioxin + TEQ CoPCB	88	3	4	3	6

Fig. 1 Robust z scores on TEQ Dioxin for all laboratories

chlorinated biphenyl (CoPCB) 12 種類の TEQ 合計値。

- (14) TEQ Dioxin + TEQ CoPCB (Table 3-3 及び 4):
TEQ Dioxin と TEQ CoPCB の和。

3.2 試験機関の評価結果

評価は ISO/IEC Guide 43-1 に従い、次のように行った。

- $|z| \leq 2$: 満足
 $2 < |z| < 3$: 疑わしい
 $|z| \geq 3$: 不満足

Table 3 に報告された分析結果から、a) PCDD, PCDF17 異性体の TEQ 合計 (TEQ Dioxin), b) PCDD, PCDF 同族体の濃度合計, c) コプラナー PCB12 種類の TEQ 合計 (TEQ CoPCB) 及び a) と c) の合計 (TEQ

Dioxin + TEQ CoPCB) について、各試験機関がこれらの区分についての z スコアをどのように獲得したかをまとめたものを Table 4 に示した。

3.3 試験結果の統計的評価

全試験機関の総合評価をみるためには、104 機関の各々について求めた異性体グループごとのロバスト法 z スコアを昇順のバーチャートにしたものから判断するのが一つの方法である。例として Dioxin (PCDD + PCDF) についてまとめたものを Fig. 1 に示した。横軸の番号は整理するに当たって付けた任意の番号で、試験機関名との対応は機関個々に知らされる。各試験機関はその番号から自分の位置を把握できる。

ダイオキシン技能試験第2回²⁾及び第3回(本報告)の全測定対象項目において、 $|z| \geq 3$ の不満足となった試験機関の比率を Fig. 2 に、ロバスト法 z スコアを Fig. 3 に示

Fig. 2 The ratio of number of unsatisfied laboratories to number of all labs

□: In the second proficiency testing; ■: In the third proficiency testing (this time)

Fig. 3 CV%rob values for each items

□: In the second proficiency testing; ■: In the third proficiency testing (this time)

Fig. 4 Robust z scores on 1,2,3,7,8,9-HxCDF

Fig. 5 Robust z scores on 2,3,3',4,4',5-HxCB(#157)

し、第2回²⁾のフライアッシュ及び今回の海域底質の各試料成分とzスコアの大小に関連があるかどうかの評価を行った。

今回の試験においてCV%robが20を超えた化合物はFig. 3より2,3,7,8-TeCDD、1,2,3,7,8,9-HxCDF及び2,3,3',4,4',5-HxCB(157)であるが、極めて濃度の低かった2,3,7,8-TeCDDを除いた二点について、全試験機関のロバ

スト法zスコアを昇順のバーチャートとしてFig. 4及び5に示した。

4 考 察

4・1 試験機関の総合評価

ダイオキシン類分析の指標となっているTEQ Dioxin + TEQ CoPCBのzスコアについては、今回（第3

回)の結果はTable 4に示したとおり、 $|z| \geq 3$ で「不満足」な試験機関の数は104か所中9か所(8.7%)、 $2 < |z| < 3$ で「疑わしい」試験機関は7か所(6.7%)、 $|z| \leq 2$ で「満足」な試験機関は88か所(84.6%)であった。前回²⁾(第2回)に比べて「不満足」な試験機関の比率が増加(前回²⁾は4.2%)している。

4・2 第2回技能試験との比較

分析成分ごとの不満足な結果となった試験機関の比率をFig. 2に示したが、前回²⁾と今回の比較において、今回のほうが不満足な試験所の比率が高かった。一方、成分ごと及び合計値(TEQ)のCV%robを前回²⁾の結果と比較したFig. 3によると、今回のほうが全般的に良好であった。

4・3 特定ピークのzスコアの偏り

Fig. 4及び5のパターンで見られることは、zスコアがプラス側に偏っていること、すなわち、測定誤差がプラス側に多く出ていることである。これは、ガスクロマトグラフィーにおいてこれらのピークには他成分との重なりがありながらその分離が不十分のまま定量値を得ていることを示唆する。その原因を究明し対策を立てる必要がある。

4・4 CV%robと $|z| \geq 3$

試料中のダイオキシン類の含有量は0.037 ng/gで、前回技能試験²⁾(試料:フライアッシュ)におけるその1.75 ng/gより相当に低い。今回の試験における不満足試験機関数が前回²⁾に比べて増加したのはこのためであろうかと考えられる。

一方、異常値を棄却した後計算されるCV%robはFig.

3で見られるように、45データ中38データは前回²⁾より小さい。つまり、全体としてはむしろ向上しているといえる。このことより試料濃度が変化しても測定精度には影響は現れていない、と判断できる。したがって、「不満足」試験数の増加は試料の不均一などによるものではない。ちなみに当該試験機関からの報告(特記事項など)には、抽出不良、機器異常、クロマト分離不十分、自動定量ソフトの設定ミスなどが見られた。

5 おわりに

この事業の計画と遂行に関与され助言をいただいた関係各位及び参加された分析機関に厚く感謝の意を表する。

文 献

- 1) 石橋耀一, 浅田正三, 井垣浩侑, 山田修一, 鶴田暁, 志村 真, 柿田和俊, 小野昭紘, 坂田 衛: 分析化学 (*Bunseki Kagaku*), **53**, 1347 (2004).
- 2) 石橋耀一, 浅田正三, 井垣浩侑, 山田修一, 鶴田暁, 志村 真, 柿田和俊, 小野昭紘, 坂田 衛: 分析化学 (*Bunseki Kagaku*), **54**, 167 (2005).
- 3) ISO/IEC Guide43-1: 1997 (E) Proficiency testing by interlaboratory comparisons—Part 1: Development and operation of proficiency testing schemes (1997) {対応する日本の規格 JIS Q 0043-1 “試験所間比較による技能試験 第1部: 技能試験スキームの開発及び運営”, (1998)}.
- 4) 日本分析化学会分析信頼性委員会編: 技能品質マニュアル, 第1版 (日本分析化学会文書番号 QM-001), (1999).
- 5) 日本分析化学会: ISO/IEC ガイド 43-1 に基づく技能試験報告書—土壌・底質類中のダイオキシン類分析, (2002-10-31, 報告書番号 JSAC/PTP-3).