

汚泥肥料のサンプリング検査計画書

1. 作成及び更新年月日

作成 平成 年 月 日
更新 平成 年 月 日

2. 対象事業場名

3. 肥料の種類、名称

_____ 肥料「_____」

4. 品質管理責任者

5. 検査対象ロット

ほぼ同一性状とみなせる同一発生源に由来する量の汚泥肥料を1ロットとする。

本事業場においては、

1日の操業時間に乾燥機で処理を行い、出荷用ヤードにたい積された汚泥肥料を1ロットとする。

1バッチ（同じ原料を使用して、同じ一定期間に、同じ生産条件で生産した汚泥肥料）を1ロットとする。

1日に袋詰めした分又は1回に出荷する袋数を1ロットとする。

トラックでバラ出荷する際の、1回に出荷する量（トラック1台分）を1ロットとする。

6. 対象とする重金属

ひ素・カドミウム・水銀・ニッケル・クロム・鉛

7. 年間の検査回数

毎年 ____月、 ____月の ____回検査を実施する。

8. サンプリングの実施

8. 1 使用する器具

下図1に規定している40号のインクリメントスコップ（JIS K 0060-1992「産業廃棄物のサンプリング方法」付表1）を使用する。

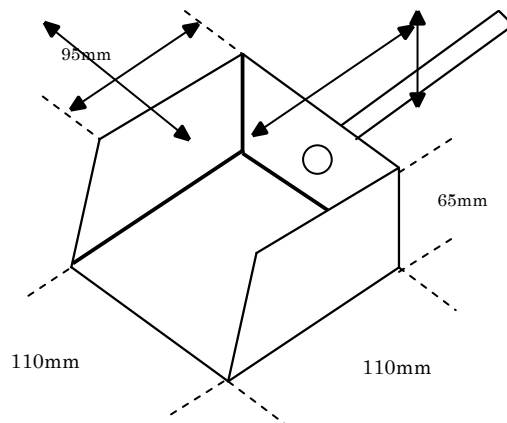


図1 40号インクリメントスコップ

8. 2 インクリメントの採取方法

40号インクリメントスコップで当て板を用いて1動作（一すくい）で一定量を採取する。

8. 3 採取箇所数

同一ロットの4箇所から1インクリメントずつ採取する。
一すくいではほぼ同一質量を採取する。



図2 インクリメント採取法

8. 4 サンプルング方法の選定、サンプルング場所の指定

簡易トップサンプルング法により行う。出荷用ヤードにたい積された1ロットの汚泥肥料の表層のランダムな4箇所からインクリメントを採取する。

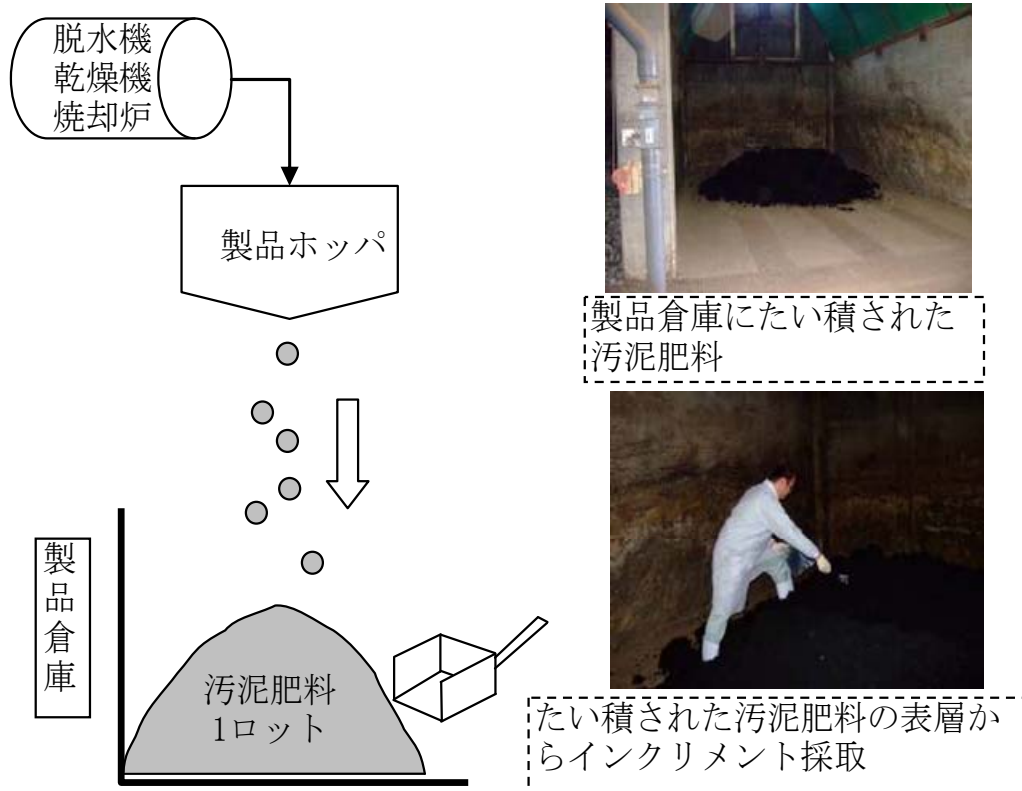


図3 簡易トップサンプルング法の実施図

8. 5 混合試料の作成

1ロットから採取したインクリメント試料全部を一つの容器（ビニール袋など）に入れ、よく混合して混合試料とする。

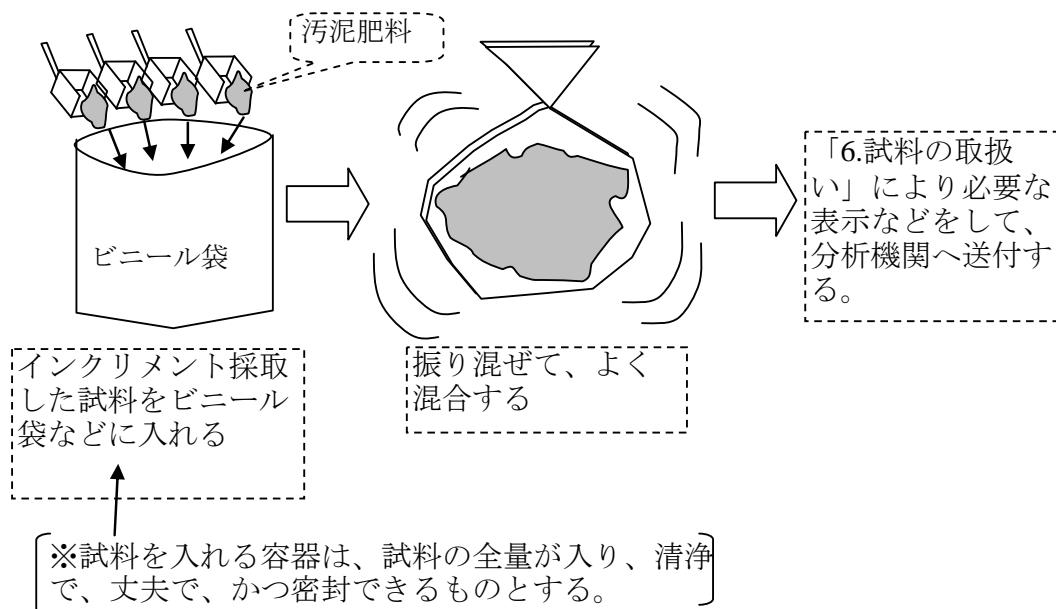


図4 混合試料の作成

9. 試料の取扱い

9. 1 試料容器

厚手のビニール袋に試料を入れ、空気が極力入らないようにして袋上部をねじり、輪ゴムを使用して密封する。破れ防止のため、更にビニール袋に入れ二重にする。

9. 2 試料の表示

試料は密封して送付する。包装には、次の項目を表示する。

- (1) 肥料の名称
- (2) 生産年月日
- (3) 試料採取の年月日
- (4) 試料採取の場所
- (5) 試料採取者名
- (6) 試料採取方法
- (7) その他



図5 試料容器の表示

9. 3 試料の送付及び保管

採取した試料は直ちに発送を行う。

試料の送付にあたっては、試料容器を密封し、容器が破損したり、気密が破れたり、異物が混入したりしないように丈夫な包装をし、試料の表示をする。この場合、表示が損傷しないようにする。

9. 4 試料取扱時の注意

試料の採取に際しては、使用する器具の清掃を十分に行い、試料に異物が混入しないよう注意する。

10. サンプリング時の作業者の安全確保

- (1) サンプリングは安全確保を第一として行い、危険が伴うようなサンプリング方法は行わない。
- (2) 皮膚を露出しない服装とし、安全帽、安全靴、手袋、マスクを着用し、危険防止・病原性微生物の感染防止に努める。

11. 試料調製・分析

11. 1 試料調製

試料の調整は次により分析機関に委託する。

(1) 試料の粉砕

試料は、超遠心粉砕機を用いて最大粒径を1 mm以下となるまで全量を粉砕し、混合し均質な分析用試料を調製する。

1 1. 2 分析方法

肥料等試験法により重金属の分析を実施する。

1 1. 3 分析の精度管理

分析は分析機関に委託する。なお、委託契約の際に自主管理基準値を伝えるとともに、分析法を指示するほか、次の条件を付す。確認のため契約に際しては分析所に別紙を交付し回答を行わせるものとする。

(1) 分析所の技能

- ①表 1 に掲げる分析の分析所の技能を確保できる施設、機器を使用すること。
- ②真度を確認するために汚泥肥料と類似した認証標準物質を分析し、分析値と認証値の差が室間再現標準偏差の 2 倍を超えないこと。

表 1 分析の性能基準の目標値

	ひ素	カドミウム	水銀	ニッケル	クロム	鉛
基準値 (mg/kg)	50	5	2	300	500	100
検出限界 (mg/kg)	5	0.5	0.2	30	50	10
定量限界 (mg/kg)	10	1	0.4	60	100	20
併行精度 (%)	5	5	5	5	5	5

(2) 内部精度管理の実施

- ①真度を確認するために汚泥肥料と類似した認証標準物質を分析し、分析値と認証値の差が室間再現標準偏差の 3 倍を超えないこと。また、連続した測定値のかたよりが同一方向で室間再現標準偏差の 2 倍を超えないこと。
- ②空試験の試験成績が異常値を示さないこと。

(3) 分析結果の報告は分析依頼日から 3 週間以内とする。報告には重金属の濃度とともに検出限界、定量限界、併行精度及び認証標準物質分析の結果を付すこと。

ただし、自主管理基準値を超える分析値が確定した場合は、直ちに報告すること。

別紙

分析所への確認事項

次の項目について、可否の回答をお願いします。

1. 乾燥

汚泥肥料について乾燥が実施できるか。 可 否

2. 粉砕

乾燥品を全量 1 mm 以下に均質に粉砕できるか。 可 否

3. 分析法

肥料等試験法により分析が行えるか。 可 否

4. 分析所の技能

次の精確さで分析が行えるか。 可 否

①技能

	ひ素	カドミ ウム	水銀	ニッケ ル	クロム	鉛
許容値 (mg/kg)	50	5	2	300	500	100
検出限界 (mg/kg)	5	0.5	0.2	30	50	10
定量限界 (mg/kg)	10	1	0.4	60	100	20
併行精度 (%)	5	5	5	5	5	5

①真度を確認するために汚泥肥料と類似した認証標準物質を分析し、分析値と認証値の差が室間再現標準偏差の 2 倍を超えないこと。

5. 精度管理

次の精度管理が行えるか。 可 否

①真度を確認するために汚泥肥料と類似した認証標準物質を分析し、分析値と認証値の差が室間再現標準偏差の 3 倍を超えないこと。また、連続した測定値のかたよりが室間再現標準偏差の 2 倍を連続して超えないこと。超えた場合は後の一連の試験成績を採用しない。

②空試験の試験成績が異常値を示さないこと。

6. 報告

報告には重金属の濃度とともに検出限界、定量限界及び認証標準物質分析の結果を付すことができるか。 可 否

7. 分析期間

3週間以内に報告が行えるか。 可 否

8. 不適合時の報告

分析値の確定後直ちに自主管理基準値との比較が行え、超過した場合は直ちに報告ができるか。 可 否

自主管理基準値		(単位：mg/kg)
重金属名	自主管理基準値	許容値(参考)
ひ素	48	50
カドミウム	4.7	5
水銀	1.8	2
ニッケル	290	300
クロム	480	500
鉛	97	100

注：基準値は乾物当たりの数値である。

以上に相違ありません。

平成 年 月 日

会社名

12. 分析報告書の内容の確認

分析機関から分析値の報告があった場合は、その分析値が妥当であるかどうかの確認を行う。確認する項目は下記のとおり。

なお、分析値に疑義がある場合は、分析機関に確認を行う。

- (1) 肥料等試験法で分析を実施されているか。
- (2) 分析値の単位は適切か。有効数字は2桁か。
- (3) 乾物換算はされているか。(許容値は乾物換算値である。)
- (4) 検出限界、定量限界及び精度が求めた条件に合致しているか。
- (5) 過去の分析値に比べて異常な数値となっていないか。
- (6) 分析の性能基準及び認証標準物質での精度管理が適切であったか。

1.3. 自主管理基準値

1.3.1 自主管理基準値の設定

自主管理基準値は次のとおりとする。

表2 自主管理基準値 (単位：mg/kg)

重金属名	自主管理基準値	許容値 (参考)
ひ素	48	50
カドミウム	4.7	5
水銀	1.8	2
ニッケル	290	300
クロム	480	500
鉛	97	100

1.3.2 自主管理基準値との比較

分析値の確認の結果、異常がなければ分析結果と自主管理基準値との比較を行う。

1.4. 不適合時の措置

1.4.1 不適合発生時の連絡

自主管理基準値との比較の結果、不適合と判定された場合は_____に連絡する。

1.4.2 製品の措置

不適合が発生した場合、_____は製品については次の処置を講じる。

- (1) 当該製品の在庫について早急に出荷の停止の措置を講じる。
- (2) 出荷した当該製品について出荷先に連絡を行い回収の措置を講じる。
- (3) 在庫及び回収した製品については廃棄物として適正に処理を行う。
- (4) 不適合となった原因について調査を実施する。また、必要に応じて改善措置を講じる。
- (5) 在庫及び回収した製品の処理の内容、原因究明の結果及び改善措置等を記載した報告書を作成し、作成日から5年間、品質管理責任者において専用のファイルで保管する。

1 4. 3 独立行政法人農林水産消費安全技術センターへの報告

不適合の判明時及び報告書作成後には速やかに、独立行政法人農林水産消費安全技術センターに報告を実施する。

1 5. 教育訓練

- (1) 品質管理責任者を肥料の品質保全に関する講習会に年1回参加させる。
- (2) 品質管理責任者は(1)の内容を踏まえて重金属検査に従事する職員に対し、講習を行う。
- (3) 品質管理責任者は(1)及び(2)について記録し、その作成の日から5年間、専用のファイルで保存する。

1 6. 実施状況の自己点検

1 6. 1 自己点検の実施

_____は年1回、次の項目について点検を実施する。

- (1) 製品の重金属検査がサンプリング検査計画書に基づき実施されているか記録を点検する。
- (2) 不適合となった製品がある場合には1 4. 2により適切に措置されているか記録を点検する。
- (3) 検査に必要な教育訓練が計画的に実施されているか記録を点検する。
- (4) 点検の結果、実施・運用に改善が必要な場合は所要の措置を行う。
- (5) _____は点検の結果の記録を作成し、作成日から5年間、保存する。

1 6. 2 検査計画の改善

自己点検に併せてサンプリング検査計画の内容について次の点検を行う。

- (1) 変動の把握
 - ①重金属の含有量について変化はないか。
 - ②年間の変動に変化はないか。
 - ③重金属の含有量が急激に変動していないか。
- (2) (1)において変化が確認された場合には生産方法や原料の変更等について調査を行い、次の観点をつまえてサンプリング検査計画等の改善を実施する。
 - ①年間での変動が大きくなった場合は年間のサンプリング検査回数を増やす。
 - ②最も高濃度になると予想される時期に重点的にサンプリング検査を見直しをする。
 - ③原料や生産方法が、変動に影響している場合は、変動や含有量を小さくするよ

うに改善する。

- (3) 所要の改善を行った場合には、当該措置の記録を作成し、作成日から5年間、品質管理責任者において保存する。

17. 記録の作成及び保管

サンプリング検査、不適合発生時の製品の措置、教育訓練及び実施状況の自己点検の記録は別添様式1～4により行うものとする。作成した報告書は専用のファイルで保管して、5年間保存する。

18. 非定常時の製品の対応

メンテナンスの実施前後の製品については、個別に重金属含有量の検査を実施する。

様式1

サンプリング及び分析結果の記録書

報告 年 月 日
報告者

1. サンプリング実施日
2. サンプリング実施者
3. サンプリング方法
4. 採取場所
5. 生産年月日、ロット番号
6. 原料・受入元
7. 分析値
8. 成分名及び判定結果
9. 品質管理責任者の承認
10. その他

様式2

教育訓練の実施記録書

報告 年 月 日
報告者

1. 実施年月日、参加者
2. 実施主体、場所
3. 教育訓練の内容
4. その他

様式3

不適合時の処置記録書

報告 年 月 日

報告者

1. 不適合の判明年月日
2. ロット番号、対象数量
3. 不適合の内容
4. 在庫の出荷の停止の措置、措置年月日
5. 当該製品の出荷先、連絡年月日及び回収の措置
6. 在庫及び回収した製品の保管
7. 在庫品及び回収品の廃棄物として処理経過
8. 不適合となった原因について調査結果
9. 改善の措置

様式4

自己点検記録書

報告 年 月 日

報告者

1. 実施日
2. 実施者
3. サンプルング及び分析結果の記録書の点検結果
4. 不適合時の処置記録書の点検結果
5. 教育訓練の実施記録書の点検結果
6. サンプルング、不適合時の措置及び教育訓練に関する是正の有無及び改善処置の内容
7. 重金属の変動の把握結果及びそれをふまえたサンプルング検査計画への反映