

統一試料を用いた精度管理調査結果 及び日常業務確認調査結果の概要 について

水道水質検査精度管理に関する研修会資料
平成28年3月10日
厚生労働省水道課水道水質管理室 川崎博康

統一試料を用いた精度管理調査について

■ 目的

水質検査に係る技術水準の把握と向上(平成12年度から毎年実施)

■ 参加機関

登録水質検査機関(H12～)、参加希望のあった水道事業者等(H14～)及び衛生研究所等(H15～)

■ 統一試料調査

全参加機関に一定濃度に調整した統一試料を送付して検査を実施

■ 実地調査

登録水質検査機関のうち精度不良の機関について、検査実施時の手順や検査環境等を実地調査で確認

■ 評価方法

～H21 Zスコア等によるS、A、B、Cの4段階評価

H22～ 実地調査の結果も踏まえた階層化評価

H27～ 参加する全機関の階層化評価を公表

これまでの統一試料調査の実施状況

年度	登録検査機関※	水道事業者	衛生研究所	対象検査項目※2
H12	143			鉄、鉛、マンガン、シマジン、チオベンカルブ
H13	153			鉛、クロム、シマジン、チオベンカルブ
H14	158	155		鉛、カドミウム、総トリハロメタン
H15	165	141	52	硝酸性窒素、フッ素、塩化イオン、テトラクロロエチレン、ブロモジクロロメタン
H16	186	97	25	臭素酸、クロロ酢酸、ジクロロ酢酸、トリクロロ酢酸
H17	199	115	35	アルミニウム、銅、1,4-ジオキサン、TOC
H18	203	148	44	ヒ素、セレン、四塩化炭素、トリクロロエチレン、ベンゼン
H19	204	135	44	鉄、フェノール類
H20	211	136	42	塩素酸、ジオスミン、2-メチルイソホルネオール(2-MIB)
H21	213	140	42	鉛、アルミニウム、ホルムアルデヒド
H22	220	139	44	カドミウム、フェノール類
H23	219	185	52	鉄、四塩化炭素
H24	215	186	54	ヒ素、テトラクロロエチレン
H25	214	160	48	ホウ素、クロロ酢酸
H26	210	184	54	マンガン、1,4-ジオキサン
H27	212	156	54	亜硝酸態窒素、ジオスミン、2-メチルイソホルネオール(2-MIB)

※1 H15までは登録検査機関ではなく、指定検査機関

※2 「～及びその化合物」は省略している

平成27年度調査結果の概要

■ 統一試料調査

- ・参加機関数:441機関

(登録水質検査機関:212 水道事業者等:175 衛生研究所等:54)

- ・対象検査項目:亜硝酸態窒素、ジェオスミン及び2-メチルイソボルネオール
- ・Grubbs検定で棄却となった機関及び検査方法告示からの逸脱が見られた機関は、原因考察及びその改善策を提出

■ 実地調査

- ・Grubbs検定で棄却となった登録水質検査機関のうち、検討会で実地調査が必要と判断された(11機関)について実施

■ 階層化評価

- ・統一試料調査及び実地調査の結果により、第1群・第2群・要改善に階層化

国の外部精度管理調査の結果(H27)

	項目	統計処理 対象機関数	Grubbs検定 棄却機関数	統計値が一定以上の機関数	
				Zスコア※1	変動係数※2
登録検査機関	亜硝酸態窒素	212	3(1.4%)	5(2.4%)	0(0%)
	ジオスミン	210	8(3.8%)	1(0.5%)	0(0%)
	2-MIB	210	10(4.8%)	6(2.9%)	0(0%)
水道事業者等	亜硝酸態窒素	169	14(8.3%)	13(7.7%)	0(0%)
	ジオスミン	156	8(5.1%)	2(1.3%)	0(0%)
	2-MIB	156	9(5.8%)	2(1.3%)	1(1%)
衛生研究所等	亜硝酸態窒素	52	4(7.7%)	8(15.4%)	1(2%)
	ジオスミン	26	2(7.7%)	0(0%)	0(0%)
	2-MIB	26	1(3.8%)	0(0%)	0(0%)

※1 Zスコアの絶対値が3以上の機関数

※2 変動係数が無機物10%,有機物20%を超えた機関数

登録検査機関について階層化評価した結果、第1群は355機関(80.5%)、第2群は54機関(12.2%)、要改善は32機関(7.3%)であった。

平成27年度の階層化評価

■ 分類方法

- 第1群 Grubbs検定で精度不良ではないとされた機関のうち、検討会で定める事項(→次スライド)に該当しない機関
- 第2群 Grubbs検定で精度不良ではないとされた機関のうち、検討会で定める事項に該当した機関
又は、Grubbs検定で精度不良とされた機関のうち、検討会で測定結果が適切と判断された機関
- 要改善 Grubbs検定で精度不良とされた機関のうち、測定結果が不適切と判断された機関

■ 各グループの取扱い

	機関名称	Zスコア	平均値、相対標準偏差
第1群	記載	記載	記載
第2群	記載	記載せず	記載
要改善	記載	算出対象外	記載

第1群と第2群の分類要件

■ 無機物・有機物共通

1. 測定対象物質を検査方法告示と異なる定量法で測定している
2. 空試験を実施していない
3. 標準液を用時調製していない
4. 検水の希釈倍率が不足しているため、検査方法告示に定める検水の濃度範囲の上限を超えている又は検量線が検査方法告示に定める検水の濃度範囲の上限を超えている

■ 有機物

5. 分析時に塩析を行っていない
6. 固相カラムの脱水作業を行っていない
7. 固相カラムの溶出溶媒又は溶出量が検査方法告示と異なる
8. 定容量の溶媒が検査方法告示と異なっている
9. 測定波長又は質量数が検査方法告示と大きく異なる
10. 内部標準物質の種類が検査方法告示と異なる
11. 内部標準物質の測定波長又は質量数が検査方法告示と異なる
12. 報告書の誤記入(測定方法の選択誤り)

※各項目の前の番号は、調査結果報告書の別表1～3における「実施要領等逸脱コード」に対応

実地調査の結果 ～改善すべき事項～ 1／3

- 精度不良に関する改善点の明確化及び是正処置
 - ・精度不良の原因の分析方法が不適切
 - ・特定された原因の(追加試験等による)確認が不十分
 - ・是正処置自体が不十分
 - ・組織のシステムとしての再発防止の手段が不十分
- 精度管理実施項目の検査実施標準作業書
 - ・検量線範囲が広すぎる、高濃度側に偏りがある
 - ・クロマトグラムの確認不足
 - ・標準作業書の一部が検査方法告示に準じていない
 - ・記述の誤りや不足がある等、整備が不十分
 - ・標準作業書から逸脱した検査を実施
 - ・水質検査部門管理者による標準作業書の運用実態の把握が不十分

実地調査の結果 ～改善すべき事項～ 2/3

- 試料の採取及び管理
 - ・採水日等の記載が無い又は不十分
 - ・試料の保存期間を決めておらず、廃棄の記録もない
 - ・高濃度試料と同一の冷蔵庫となっている
- 検査機器のメンテナンス
 - ・日常点検、定期点検の実施記録が適切になされていない
 - ・機器メーカーによる点検は機器故障時にしか実施しない
- 試薬等の管理体制
 - ・試薬等に開封日が明示されていない
 - ・毒劇物が他の試薬と同じ棚に収納されている
 - ・毒劇物の表示がされていない
 - ・ガスボンベが固定されていない

実地調査の結果 ～改善すべき事項～ 3/3

- 高濃度試料からの汚染防止措置及び試験室の管理
 - ・試料保管場所が区別されていない
 - ・使用器具、検査の区分がない
 - ・実験台の上が整頓されていない
 - ・バイアル瓶がオートサンプラー上に放置されている
- 内部精度管理
 - ・内部精度管理の実施内容(項目、対象者、方法等)が不十分
 - ・判定基準が不明確又は判定基準どおり行っていない。
 - ・信頼性確保部門管理者からの是正指示、検査部門管理者等による是正処置、信頼性確保部門管理者の是正の確認などの手続きについての記録書類が不十分

平成27年度日常業務確認調査について

■ 対象機関

外部精度管理調査における実地調査対象機関(11機関)

今年度の外部精度管理調査でZスコアが3以上となった機関を中心に、
これまでに日常業務確認調査の対象となっていない機関(12機関)

計23機関

■ 調査方法

以下の書類を事前に提出させ、それらの書類から対象機関の問題点等を整理し、現地調査で不適切な取組等ないか確認。

- ①日常業務確認調査チェックリスト (→ 業務管理要領を基に作成)
- ②各標準作業書
- ③教育訓練、不適合業務、内部監査、精度管理に係る規程
- ④教育訓練、不適合業務、内部監査、精度管理に係る記録類 等

日常業務確認調査の結果 1 / 4

項目	不適切な事例	参考となる取組
<p>文書の管理</p>	<ul style="list-style-type: none"> ・ISOと水道法の文書との相互関係がわかるように整理されていない。 ・電子媒体で管理する場合の、規定が無い。 ・外部文書について、リスト等を作成して管理していない。 ・文書中に余計な空白や不要な記号があり、読みづらい。 ・文書の配付及び旧版の撤去について、記録がない。 ・文書承認者と文書管理者の責任と権限について、規定されていない。 	
<p>検査室の管理</p>	<ul style="list-style-type: none"> ・酸処理用容器(酸バス)を台車に載せているが、荷台が小さく、その荷台から容器が若干はみ出ている。また、設置場所が試験室内の動線にかかると思われ、危険である。 ・入口に立ち入り制限の表示等がなく、部外者の立入り及び目的外使用の制限がなされていない。 ・検査室の管理状況を適宜確認し、空調機器も適切に管理していたが、記録は残されていない。 ・高濃度試料と水道水試料の分析時間帯を区別できていない。 ・高濃度試料の取り扱いと時間で区分しているが、検査場所の使用記録がないため、確認できない。 	
<p>機械器具の管理</p>	<ul style="list-style-type: none"> ・機械器具の管理について、水質検査部門管理者が管理できていない期間がみられた。 ・メーカーによる保守点検は行わず、故障の都度に修繕を実施していた。 ・点検項目、点検手順及び判定基準が明確化されていない。 ・保守点検記録が不十分。 ・各分析機器装置付近に標準作業書を配置されていない。 ・電子天秤の設置位置が、振動により表示が変化する。また、事務所に設置されている。 	

日常業務確認調査の結果 2/4

項目	不適切な事例	参考となる取組
試薬等の管理	<ul style="list-style-type: none"> ・規定どおり管理していない。 ・試薬の管理者が明確でない又は不明。 ・一般試薬(危険物を含む)について管理簿が作成されていない。 ・大腸菌の比色液を所有していない。 ・保管庫の棚の表示と実際に保管されている試薬が異なる。 ・容器に名称、純度又は濃度、保存方法、調製年月日、使用期限等を表示していない。 ・廃液が床に置いてあり、漏えい防止措置が講じられていない。 	<ul style="list-style-type: none"> ・試薬の納品管理、使用等を全てバーコードで管理している。
有毒・有害な物質及び危険物の管理	<ul style="list-style-type: none"> ・毒劇物の表示が不適切又はない。 ・管理者が明確でない又は不明。 ・危険物の保管について、消防法等に基づき適切に実施していない。 ・毒物の使用量の管理にあたって、風袋込みで重量管理していない。 ・ボンベが横倒しで設置されて、容易に転がる状況であり、固定されていない。 	
試料の取扱いの管理	<ul style="list-style-type: none"> ・試料取扱いに関する規則において、亜硝酸態窒素採取における、残留塩素の消去についての記載がない。 ・依頼書の一部が鉛筆で記入されている。 ・検体瓶に依頼者名が記載されるが、採水日の記載がない。 ・委託者が採水する場合に、採水時に添加すべき試薬を試料の受領後添加している。 	<ul style="list-style-type: none"> ・パソコンにより試料情報を管理。全検体について、バーコードでの管理がなされてる。 ・試験項目によって、容器がテープで色分けされている。

日常業務確認調査の結果 3 / 4

項目	不適切な事例	参考となる取組
水質検査の方法等の管理	<ul style="list-style-type: none"> ・標準作業書の改訂内容が不明。 ・標準作業書が、検量線作成範囲を超えているなど検査方法告示から逸脱している。操作の記述が無いなど不備がある。 ・標準作業書が検査方法告示通りであり、分析条件、装置の設定値等検査機関独自の操作が規定されていない。 ・検量線の原点強制通過を行っている。 ・妥当性評価を精製水でしか実施していない。 	
水質検査の結果の処理	<ul style="list-style-type: none"> ・感熱紙をそのまま保存しているため、5年間の保存期間中に読み取れなくなってしまう可能性がある。 ・再測定を行った際に、その理由が書かれていない。 ・水質検査部門管理者の水質検査結果の確認等が不十分。 	
水質検査結果書	<ul style="list-style-type: none"> ・水質検査結果書に、検査の方法、水質検査部門管理者の職及び氏名、定量下限値が明記されていない。 ・水質検査結果書の記載事項で抜けている項目がある。 ・再発行について規定と異なっている。また、規定はあるが、枝番等がなく再発行であることがわからないような様式になっている。 	
試料の保存	<ul style="list-style-type: none"> ・再検査に必要な量が規定されていない。 ・再検査に必要な量が確保されていない。 ・試料の保存や廃棄についての規定がなく、また、試料の廃棄の記録がない。 	
データの作成	<ul style="list-style-type: none"> ・データの保存、内容の変更についての規定がない。 ・データの保存、内容についての、記録が無い若しくは不十分。 	

日常業務確認調査の結果 4 / 4

項目	不適切な事例	参考となる取組
内部監査	<ul style="list-style-type: none"> ・信頼性確保部門の内部監査が行われていない又は独立した部門で行われていない。 ・内部監査は行われていたが、数年間文書の改訂が行われておらず、実態と合っていない部分がある。 ・監査が形骸化しており、有効に機能しているとは言えない状況。 ・監査記録は残っているが、文書規程に定めがない。 ・内部監査の結果報告について、一部記録が残されていない。 ・内部監査計画の作成日が不明である。 ・監査項目はわかるが、いつ、どの項目を監査するといった監査計画の全体像が見えない。 	
不適合業務及び是正処置等	<ul style="list-style-type: none"> ・不適合業務の責任者、業務開始の責任者、重大さの評価について規定がない。 ・不適合業務の是正を行った者や確認した者がわかるよう、押印等で記録が残されていない。また、確認日が記載されていない。 ・是正処置に係る対応について、確認した記録が残されていない。 ・委託者からの苦情や問い合わせについての帳簿が整備されていない。 	
精度管理	<ul style="list-style-type: none"> ・検査員の技能の評価に関する規定が無い。 ・規定どおり精度管理の計画が作成されていなかった。 ・どの月にどの項目を誰が実施するか、詳細な計画を立てていない。 ・報告書等を管理者が確認している形跡(押印等)が見られなかった。 ・結果の数値を一部鉛筆で記録している。 	<ul style="list-style-type: none"> ・生物学的検査の精度管理について、製薬会社に試料作成と評価を依頼。
外部精度管理調査	<ul style="list-style-type: none"> ・外部精度管理の不適合も不適合業務として処理していない。 ・外部精度管理の記録に、改善処置の確認書の作成者、確認者等の記録が残されていない。 	
教育訓練	<ul style="list-style-type: none"> ・教育訓練の計画表に実施日及び評価を確認した記録がなく、計画どおりに行われたことがわかりにくい。 ・教育訓練は実施されていたが、両部門管理者が確認している形跡(押印等)が見当たらない。 ・信頼性確保部門管理者等が必要な研修を受けていない。 	<ul style="list-style-type: none"> ・教育訓練により各検査員の技量を図り、検査可能か判断している。

水質検査の精度向上に向けて 1 / 3

■ 適切かつ実効性のある標準作業書の整備・運用の徹底

<課題>	<対応>
<p>標準作業書について、</p> <ol style="list-style-type: none">1) 検査方法告示のまま2) 検査方法告示に準じていない3) 実効性がない4) 形骸化している	<ul style="list-style-type: none">・標準作業書は、すべての検査員が同様の方法、かつ同等の精度で検査結果が出せるよう、具体的な操作手順、器具の使用方法等を記載した実効性のあるものを整備する。・精度管理の結果等を参考に、検査方法告示に準じているかを再度確認。 <p><u>部門管理者は定期的に見直しをする体制づくりを。</u></p> <ul style="list-style-type: none">・水質検査部門管理者等は、水質検査が標準作業書に基づき適切に実施されていることを確認すべき。 <p><u>標準作業書を基に作業を行わないと、何が悪かったのか遡れない。</u></p>

水質検査の精度向上に向けて 2/3

■ 分析機器、試薬類及び標準物質の適切な管理

<課題>	<対応>
分析機器の点検内容が良否のみにより判断・記録する項目のみ。	・機器の稼働や感度等の状態に関連する数値記録をとり、中長期的な経時変化を把握するなど、日常点検等を充実させる。 <u>日頃から点検記録を取らないと、異常に気付かない。</u>
試薬容器への記入事項が不足、管理簿を整備していない。	・試薬には、調整日、濃度、保管条件等、標準原液には購入日、開封日、保管条件等の必要事項を記入、管理簿にて使用量も含めた管理を行うことが望ましい。 <u>標準液が正しい濃度でない又試料が汚染されると正しい結果は得られない。</u>

水質検査の精度向上に向けて 3 / 3

- 検査結果のチェック体制の充実
- 内部・外部精度管理結果の検査体制へのフィードバックと是正処置の適切な取組
- 知識の蓄積と意識の向上を目的とする教育訓練の実施

<課題>	<対応>
<p>(精度管理結果不良等に対する)是正処置の取組が不十分である、また取組があっても記録や情報提供が不十分。</p>	<p>・精度不良に対する是正処置は、検査の品質の確保、向上という面から実施後まもなく効果を確認する。</p> <p><u>是正処置を検査員に任せきりにしないこと。組織として改善に取り組むこと。</u></p> <p>・信頼性確保部門管理者からの是正指示、検査部門管理者等による是正処置、信頼性確保部門管理者の是正の確認などの手続きについての記録を残すこと。</p> <p>・部門管理者は是正処置の実施内容を十分に理解のうえ、検査部門は適切な標準作業書の更新や教育訓練を実施、信頼性確保部門は精度管理の計画策定等に反映すること。</p> <p><u>必要な且つ適切な研修を計画・実施すること。</u></p>

平成28年度調査の実施予定について

- 対象検査項目：
 - 無機物：六価クロム化合物、銅及びその化合物
 - 有機物：ジクロロ酢酸、トリクロロ酢酸

- 統一試料購入費用：33,000円(送料込み、消費税抜き)
無機物又は有機物どちらかのみの場合は22,000円

- 今後のスケジュール(予定)：
 - 4月 実施細則送付、参加受付
 - 4月末 統一試料販売者のお知らせ
 - 5月末 統一試料送付
 - 8月 暫定結果の通知
→ 精度不良の機関に対し、原因・改善策の報告を求める
 - 10～12月 精度不良の登録水質検査機関に対する実地調査
 - 3月 調査結果の公表

- 精度管理結果の取扱い
 - 全参加機関について、全ての階層化評価の結果を公表します。
ご了承の上参加くださいますようお願いいたします。