

# 精度管理の留意点について (1) 無機物

水道水質検査精度管理に関する研修会  
平成28年3月10日

講師：水道水質検査精度管理検討会委員  
宮田雅典（大阪市水道局）

# 平成27年度 統一試料調査の結果（無機物）

## 1. 調査概要

統計分析結果

## 2. 検査の実施状況

水質基準に関する省令の規定に基づき厚生労働大臣が定める方法（平成15年厚生労働省告示第261号）  
（以下、告示法）との比較

## 3. 検査の注意点

# 平成27年度 統一試料調査の結果（無機物）

## 1. 調査概要

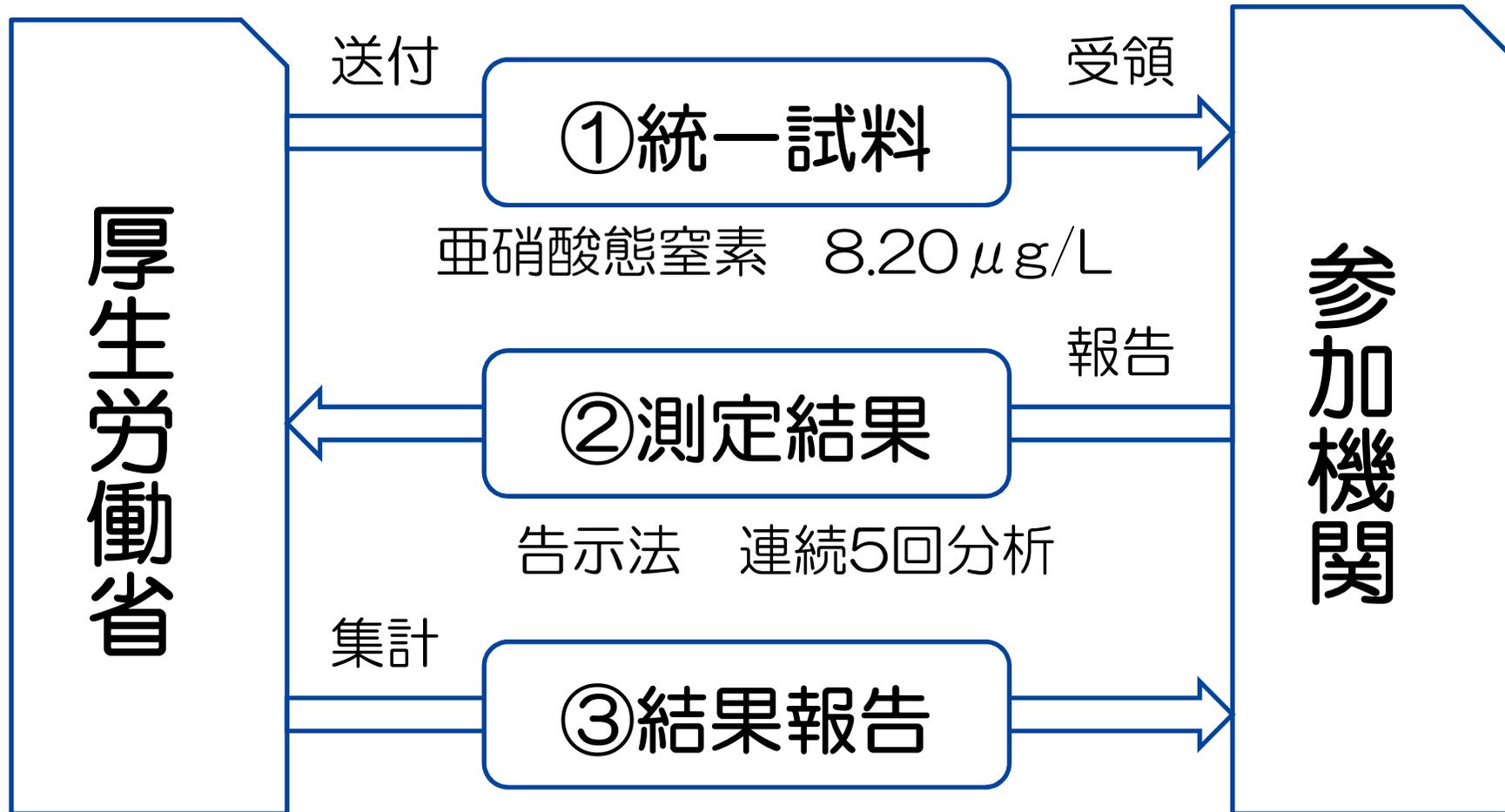
統計分析結果

## 2. 検査の実施状況

水質基準に関する省令の規定に基づき厚生労働大臣が定める方法（平成15年厚生労働省告示第261号）  
（以下、告示法）との比較

## 3. 検査の注意点

# 調査概要



# 検査方法

## 告示法

- 別表第13

イオンクロマトグラフ（陰イオン）による一斉分析

陰イオン(硝酸態窒素、フッ素、塩化物イオン)と一斉分析

- 別表第16の2

イオンクロマトグラフ法

塩素酸と一斉分析

# 統計分析結果

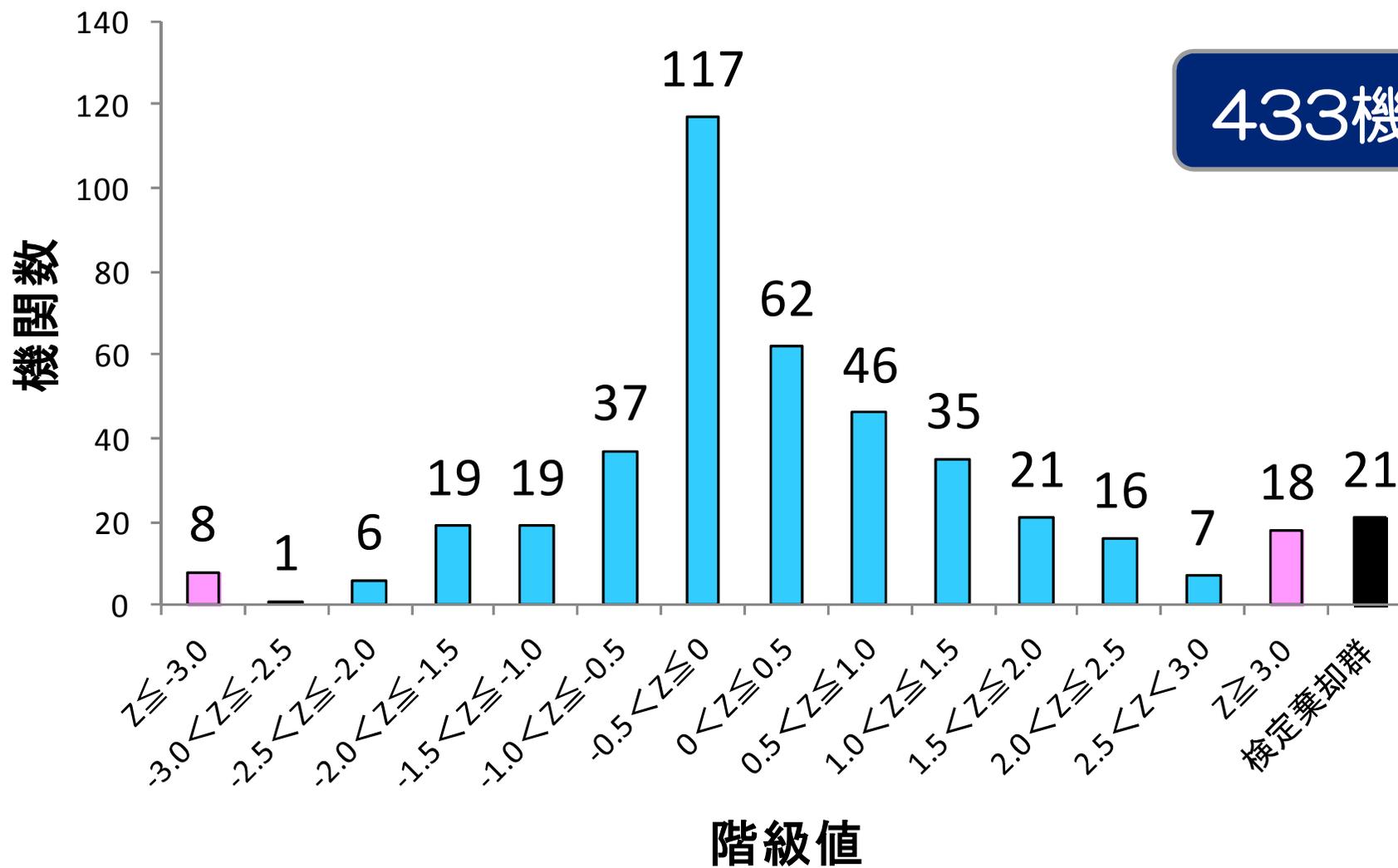
## 433機関

設定濃度 ( $\mu\text{g/L}$ )	平均値 ( $\mu\text{g/L}$ )	中央値 ( $\mu\text{g/L}$ )	設定濃度に対する 平均値の割合 (%)
8.20	8.11	8.06	99.0

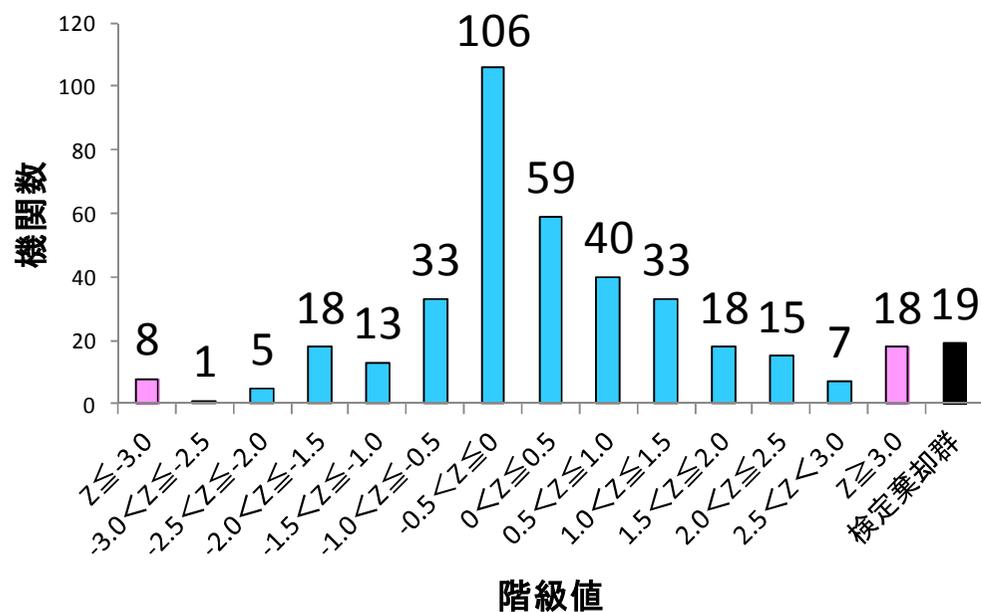
最大値 ( $\mu\text{g/L}$ )	最小値 ( $\mu\text{g/L}$ )	標準偏差 (SD)	相対標準偏差 (RSD)
9.21	6.93	0.329	4.1

# ヒストグラム(全体)

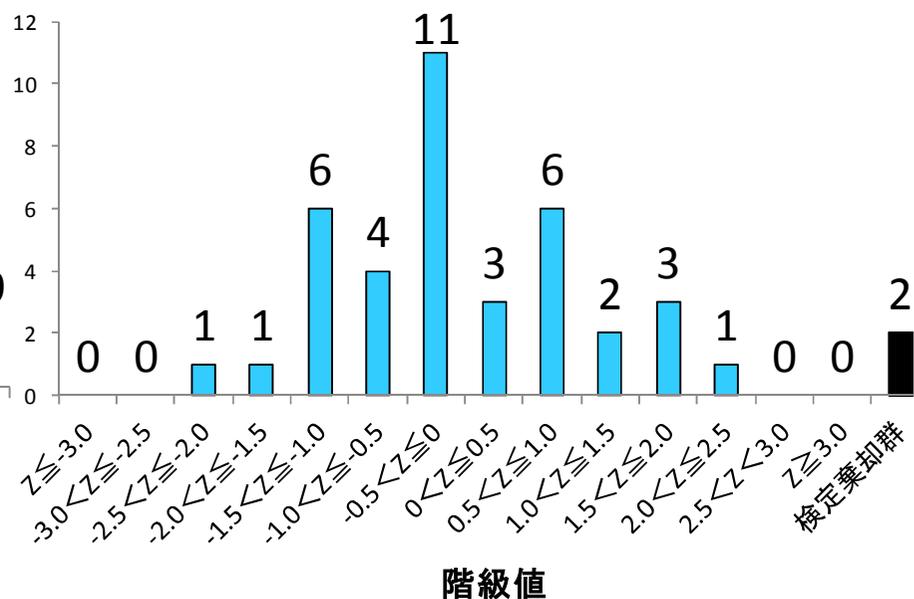


# ヒストグラム(検査方法別)

別表第13 (393機関)

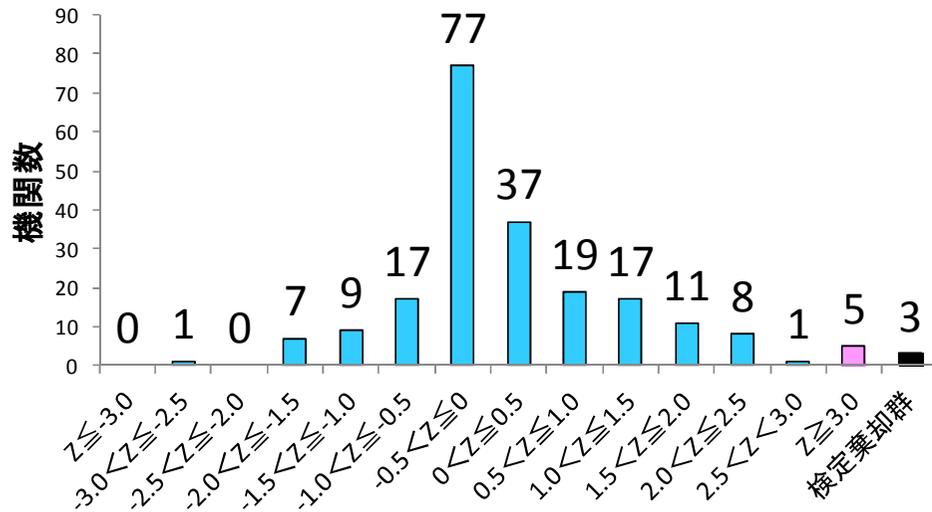


別表第16の2 (40機関)

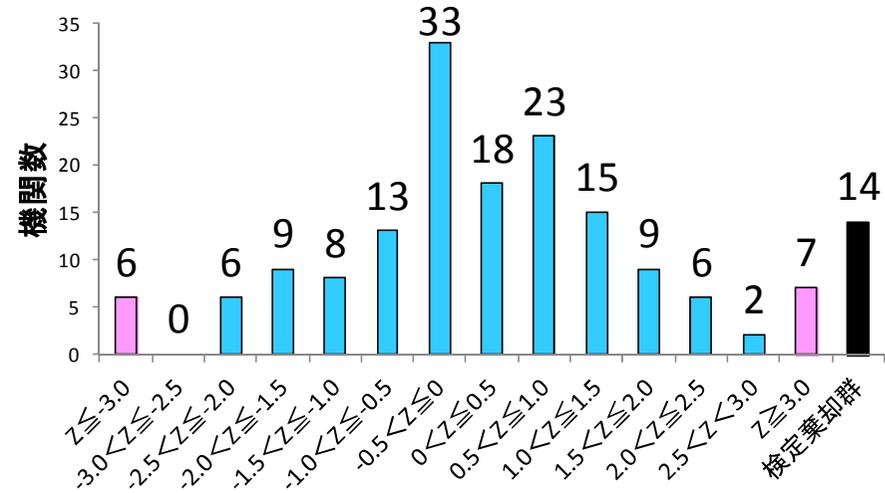


# ヒストグラム(検査機関別)

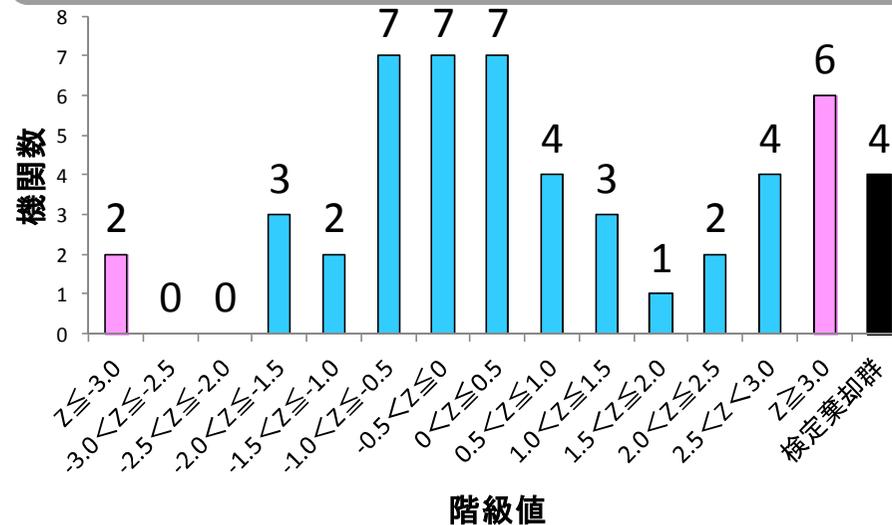
登録水質検査機関 212機関



水道事業者等 169機関



衛生研究所等 52機関



# 平成27年度 統一試料調査の結果（無機物）

## 1. 調査概要

統計分析結果

## 2. 検査の実施状況

水質基準に関する省令の規定に基づき厚生労働大臣が定める方法（平成15年厚生労働省告示第261号）  
（以下、告示法）との比較

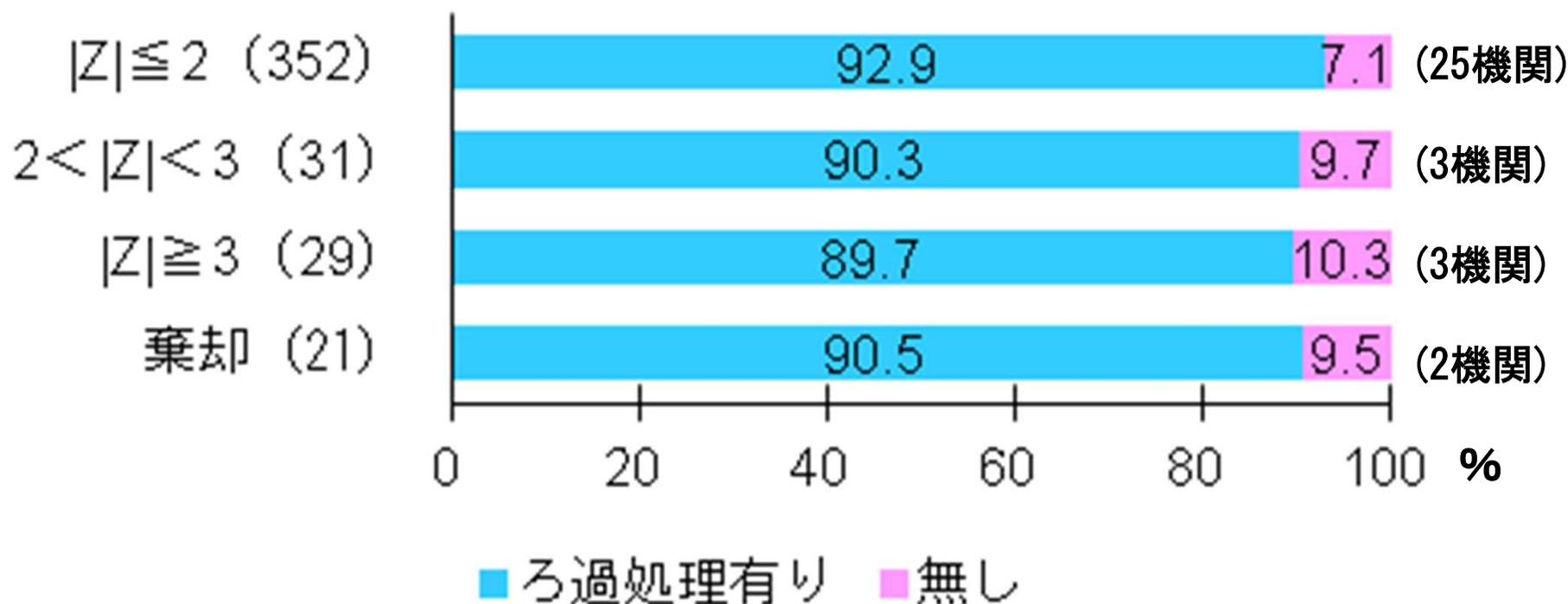
## 3. 検査の注意点

# 検査の実施状況

1. 前処理におけるろ過処理
2. 定量法
3. 空試験
4. 標準原液濃度
5. 標準液の用時調製
6. 標準原液の種類
7. 検量線の濃度範囲

# 1. 前処理におけるろ過処理

告示では、メンブランフィルターでろ過し、初めのろ液10mlを捨て、次のろ液を試験溶液に



## 2. 定量法

告示では、  
ICによる絶対検量線法を用いる

全機関で、絶対検量線法を使用

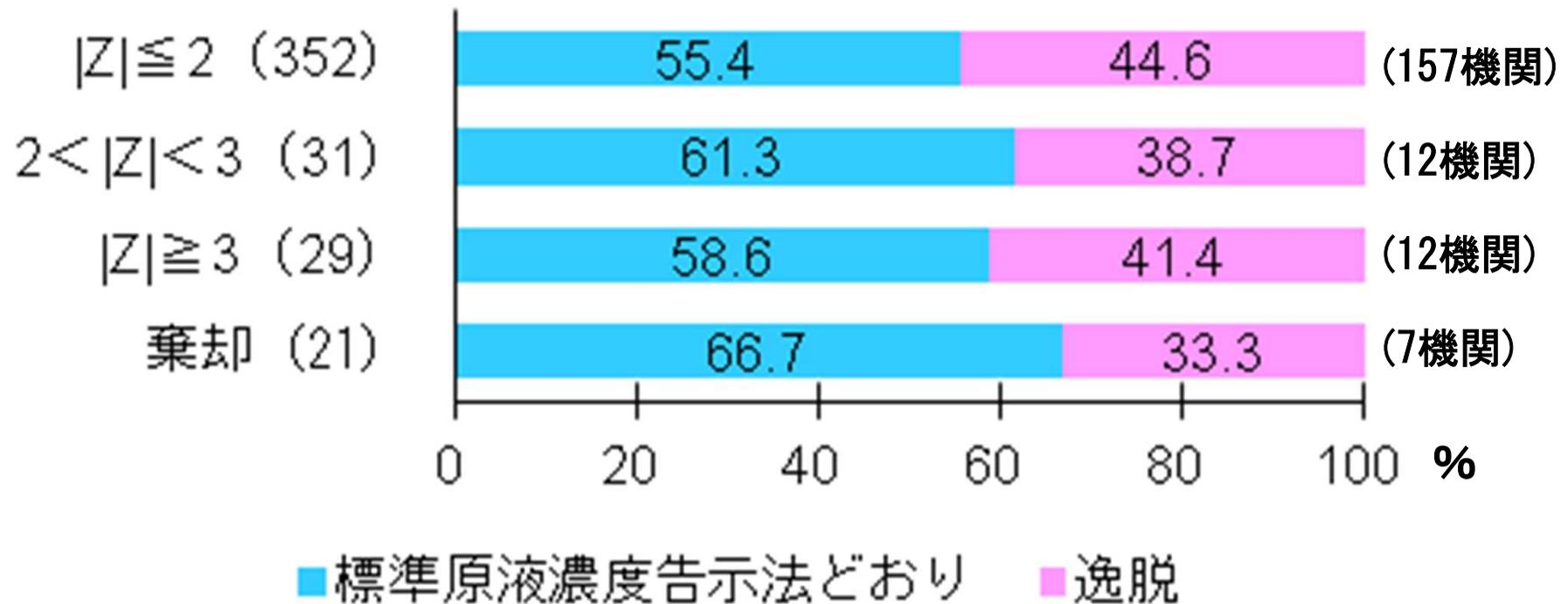
## 3. 空試験

告示では、空試験の実施を規定

433 機関中、2機関が空試験未実施

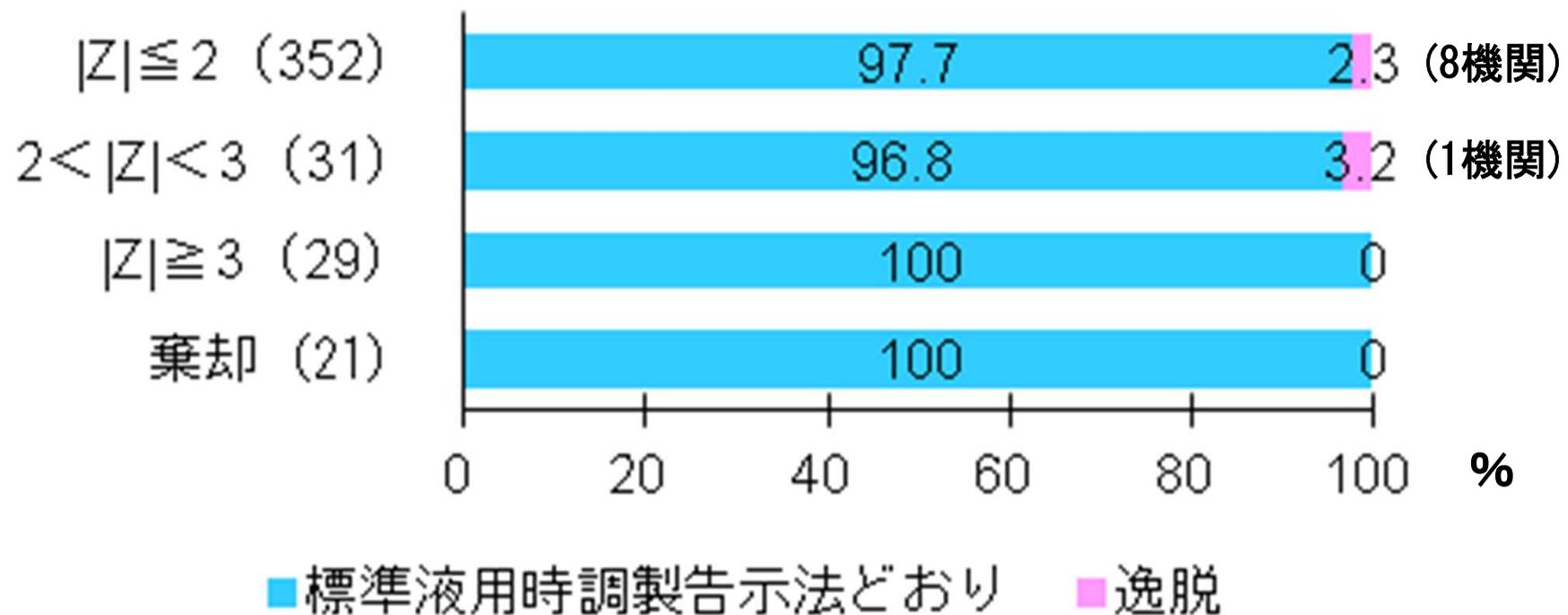
# 4. 標準原液濃度

告示では、1000mg/Lと規定



## 5. 標準液の用時調製

告示では、使用の都度調製と規定

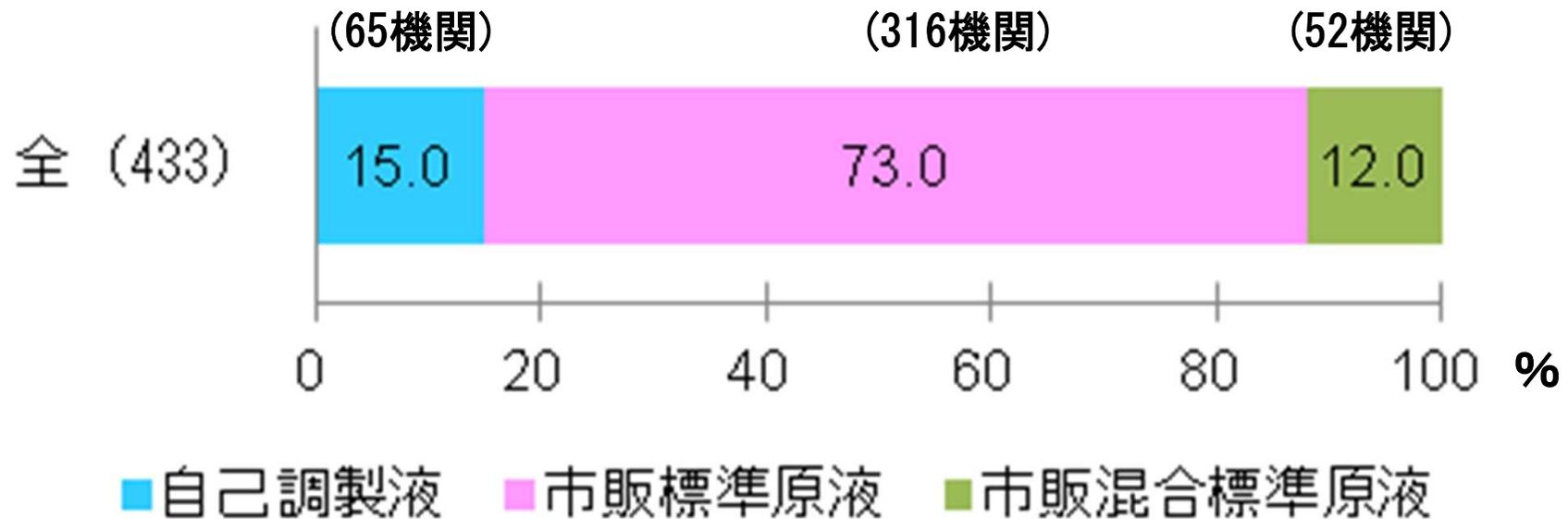


## 6. 標準原液の種類

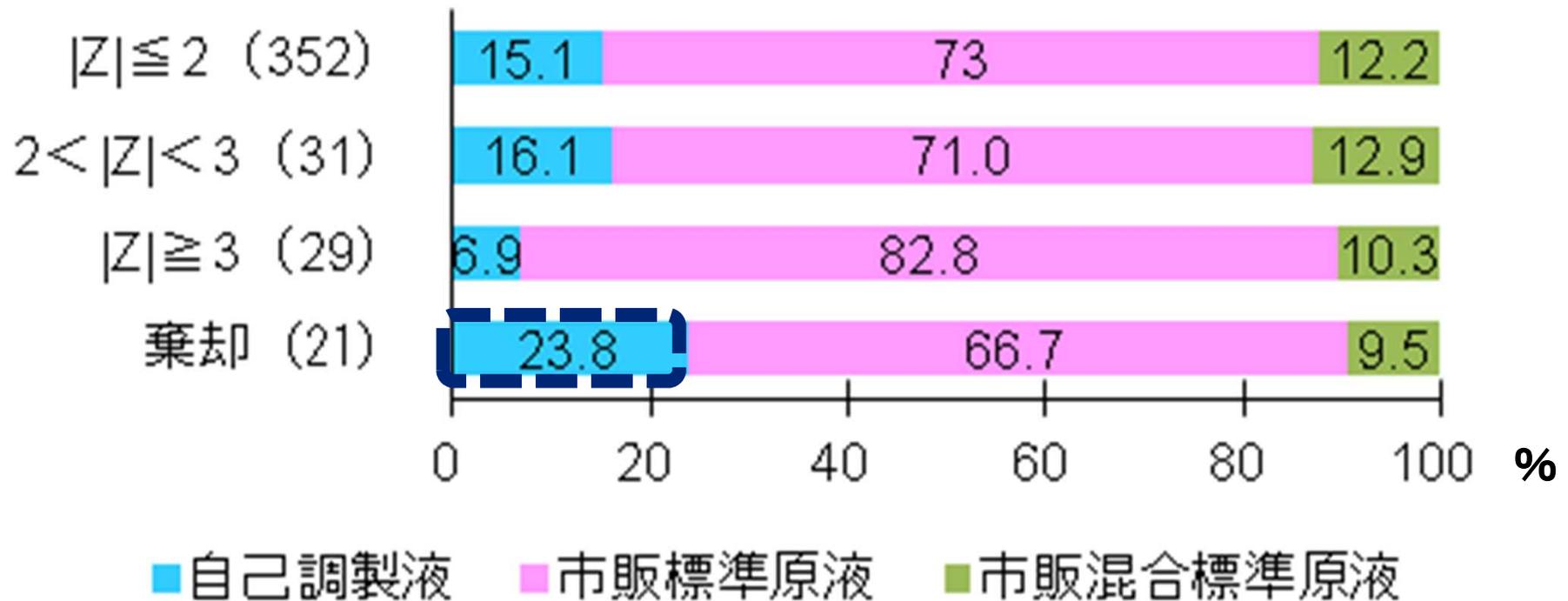
告示では、自己調製のみ規定

なお、条件付きで市販標準原液使用可

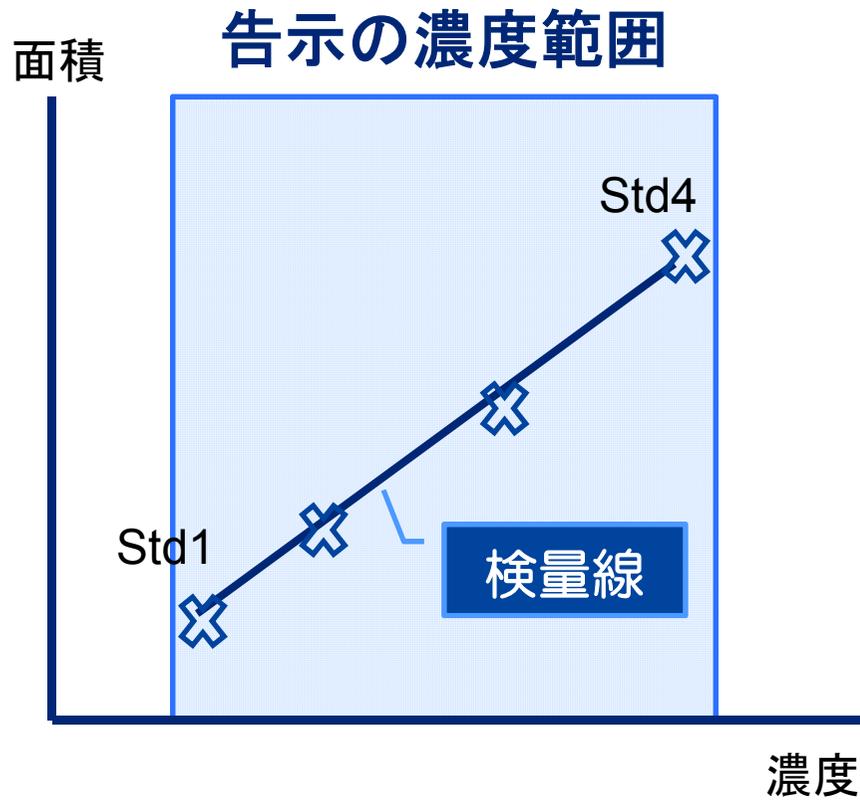
\* 証明書 かつ \* 告示と同じ濃度



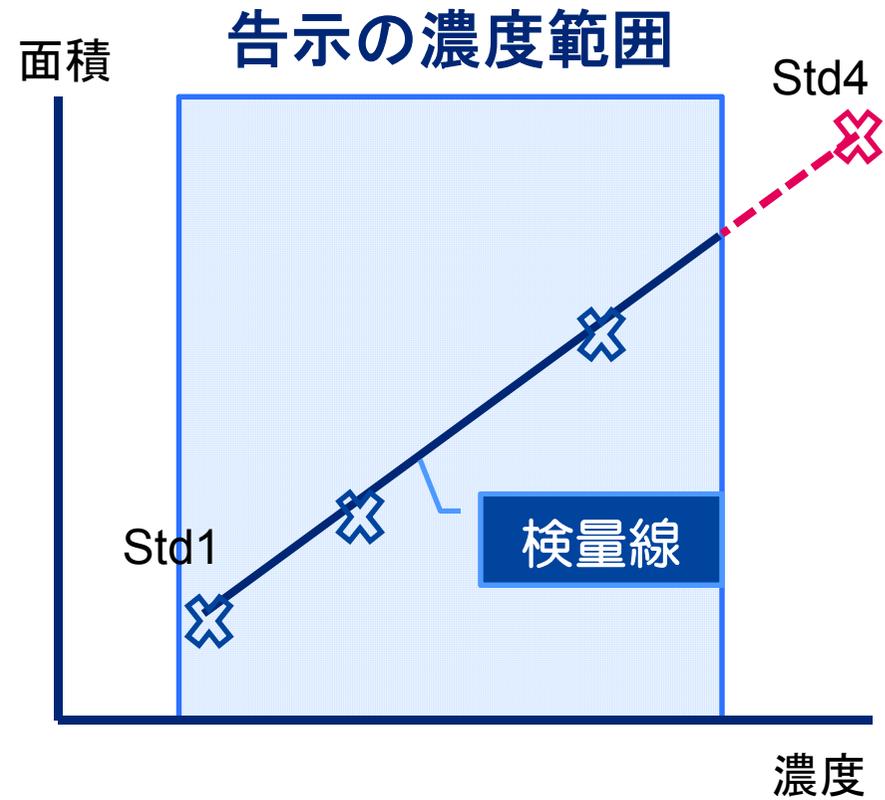
## 6. 標準原液の種類



# 7. 検量線の濃度範囲

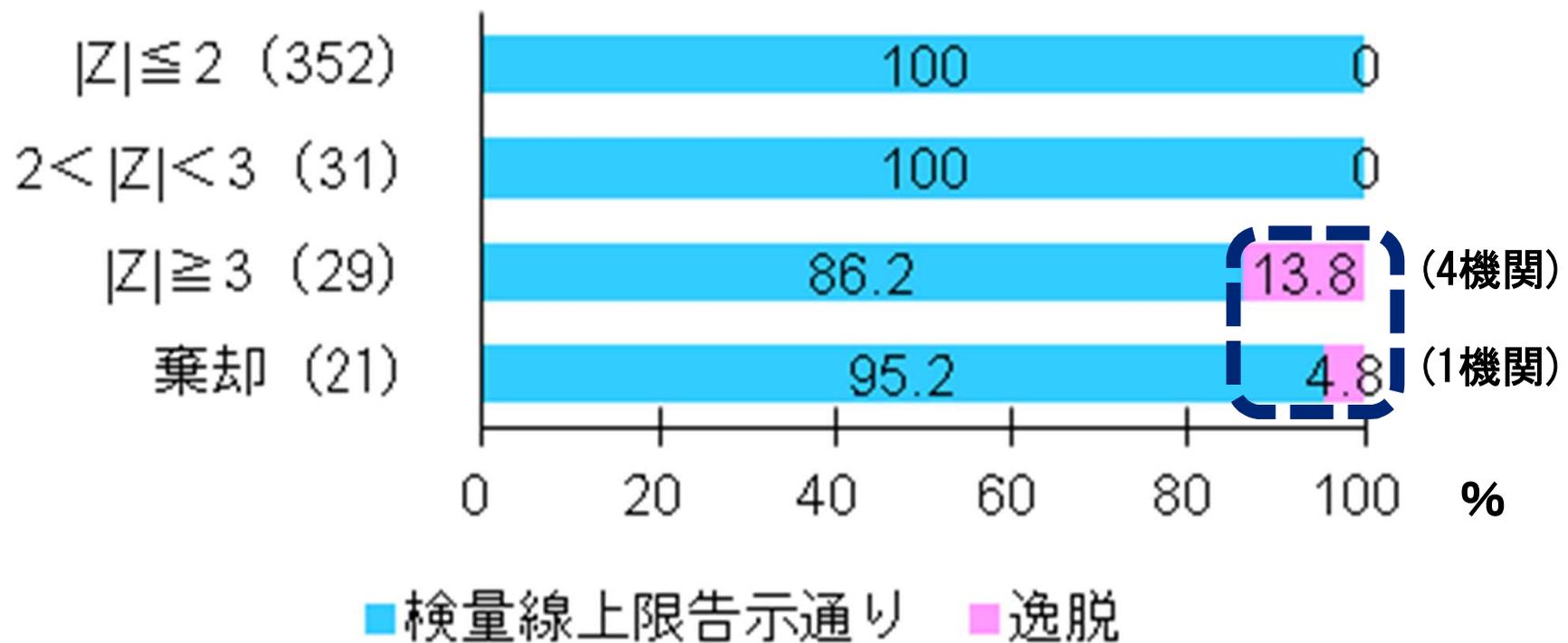


適



不適

# 7. 検量線の濃度範囲



# 平成27年度 統一試料調査の結果（無機物）

## 1. 調査概要

統計分析結果

## 2. 検査の実施状況

水質基準に関する省令の規定に基づき厚生労働大臣が定める方法（平成15年厚生労働省告示第261号）  
（以下、告示法）との比較

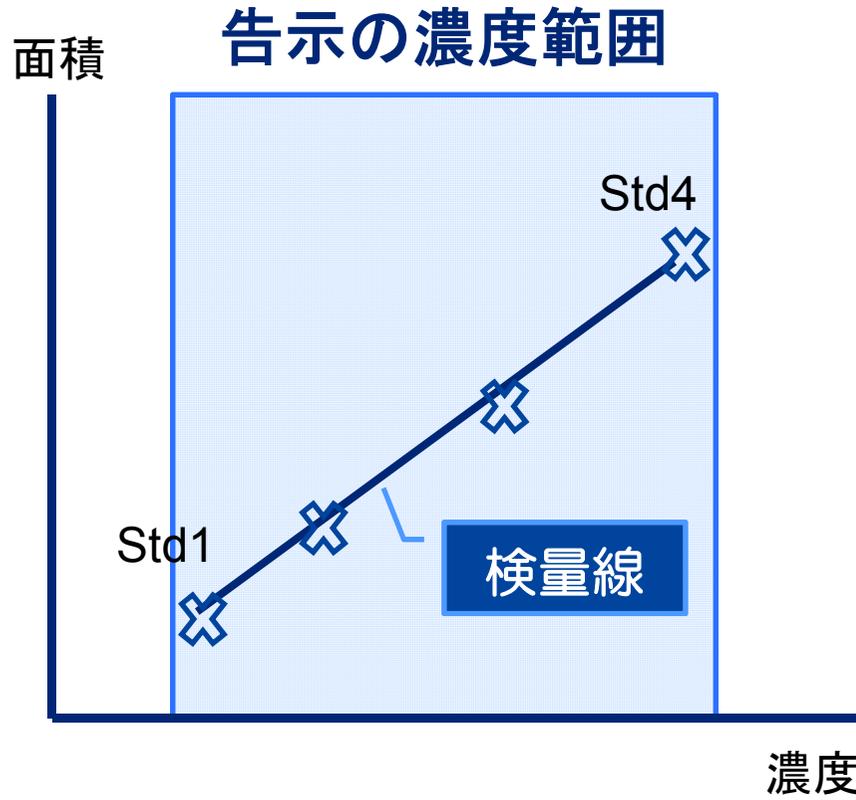
## 3. 検査の注意点

# 検査の注意点

- 統一試料の測定結果に問題があった対象機関が考えた原因と改善策
- 実地調査結果
- 日常検査で逸脱が起こり易い注意点

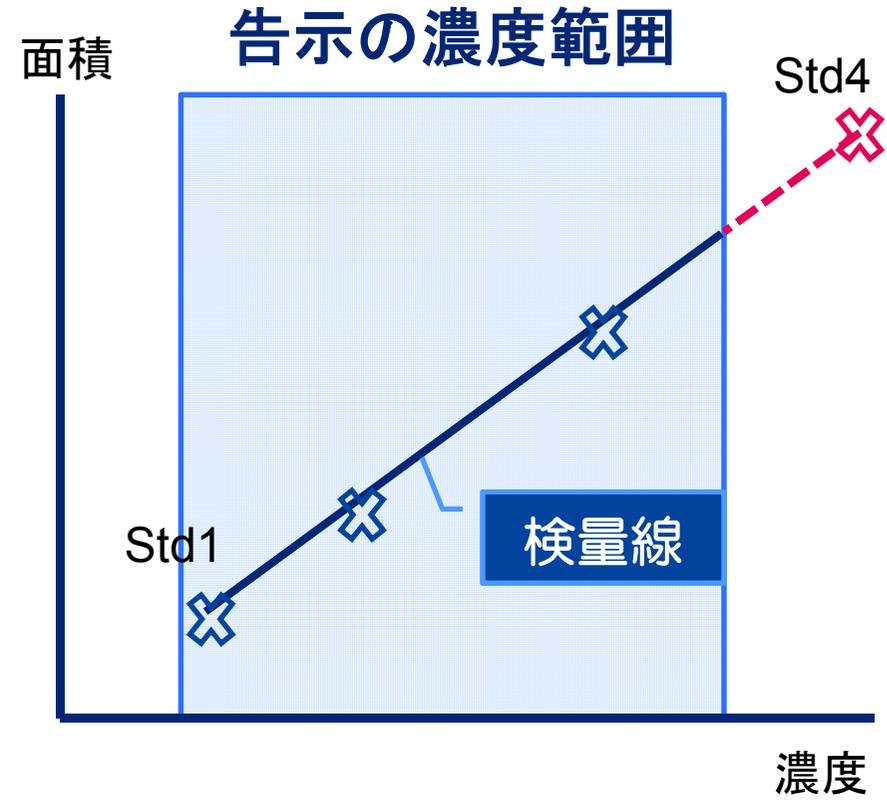
等

# 検量線の注意点1



適

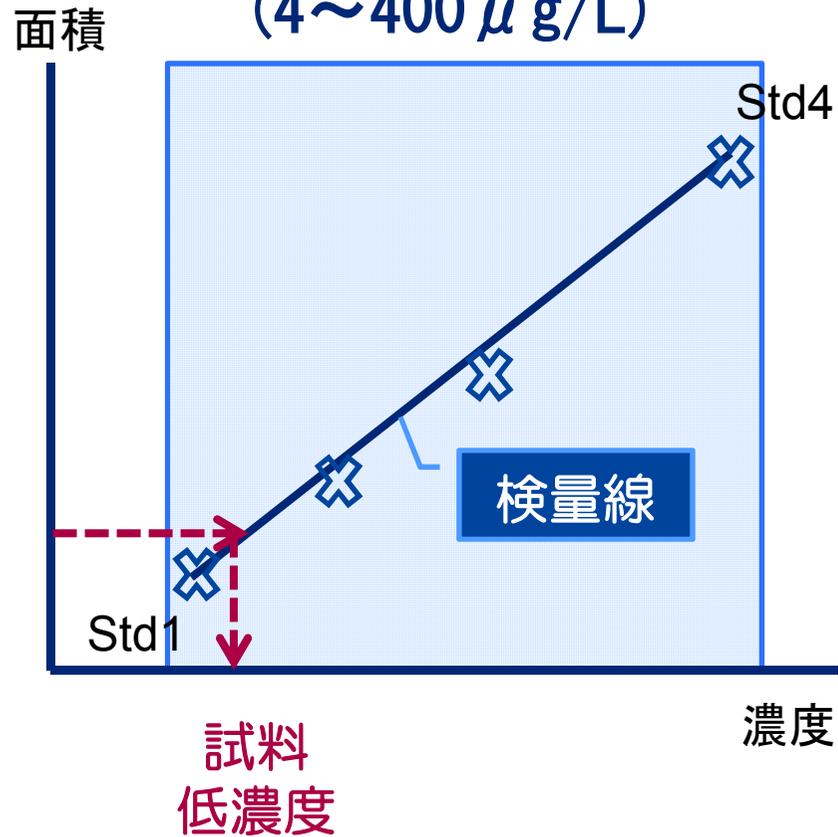
告示法の逸脱



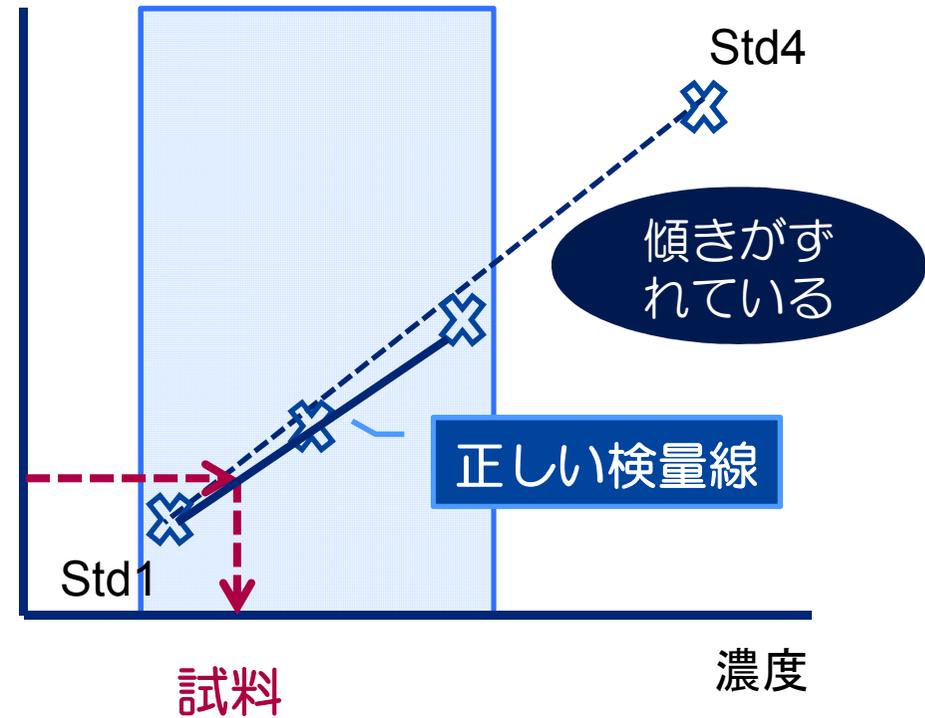
不適

# 検量線の注意点2

告示の濃度範囲  
(4~400  $\mu\text{g/L}$ )

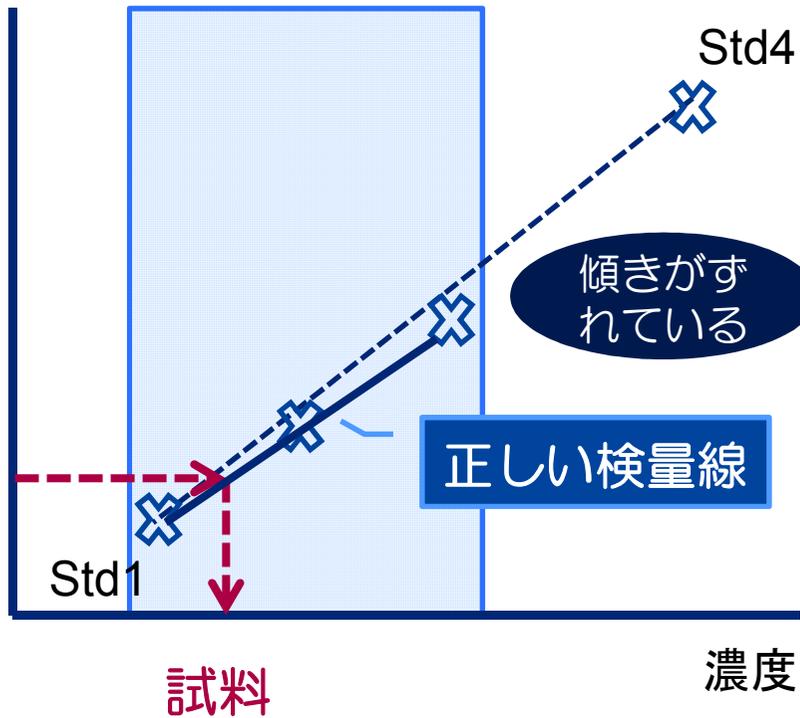


適切な濃度範囲

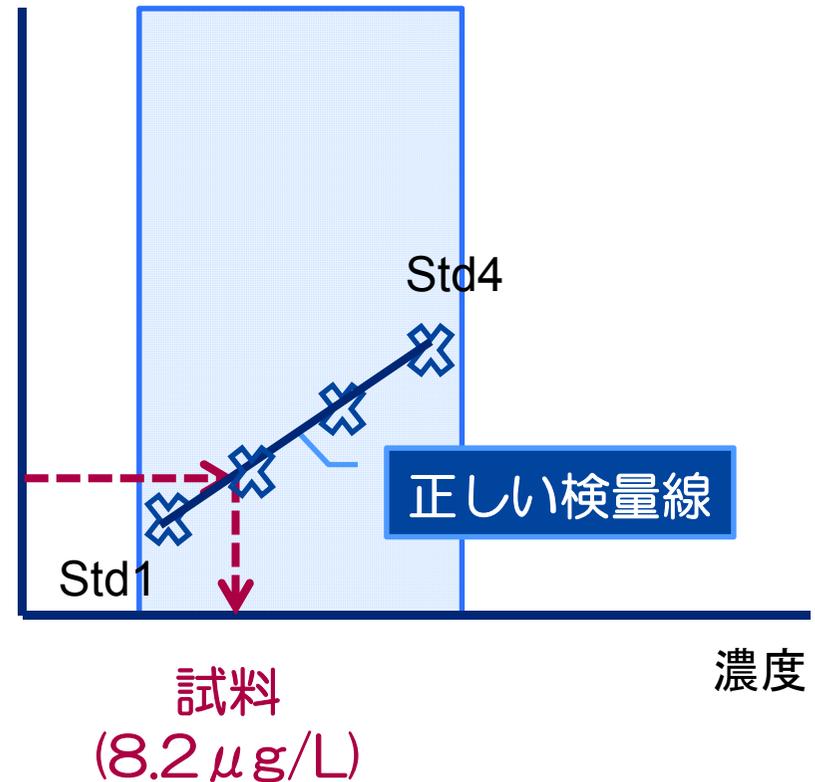


# 検量線の注意点2

適切な濃度範囲



適切な濃度範囲

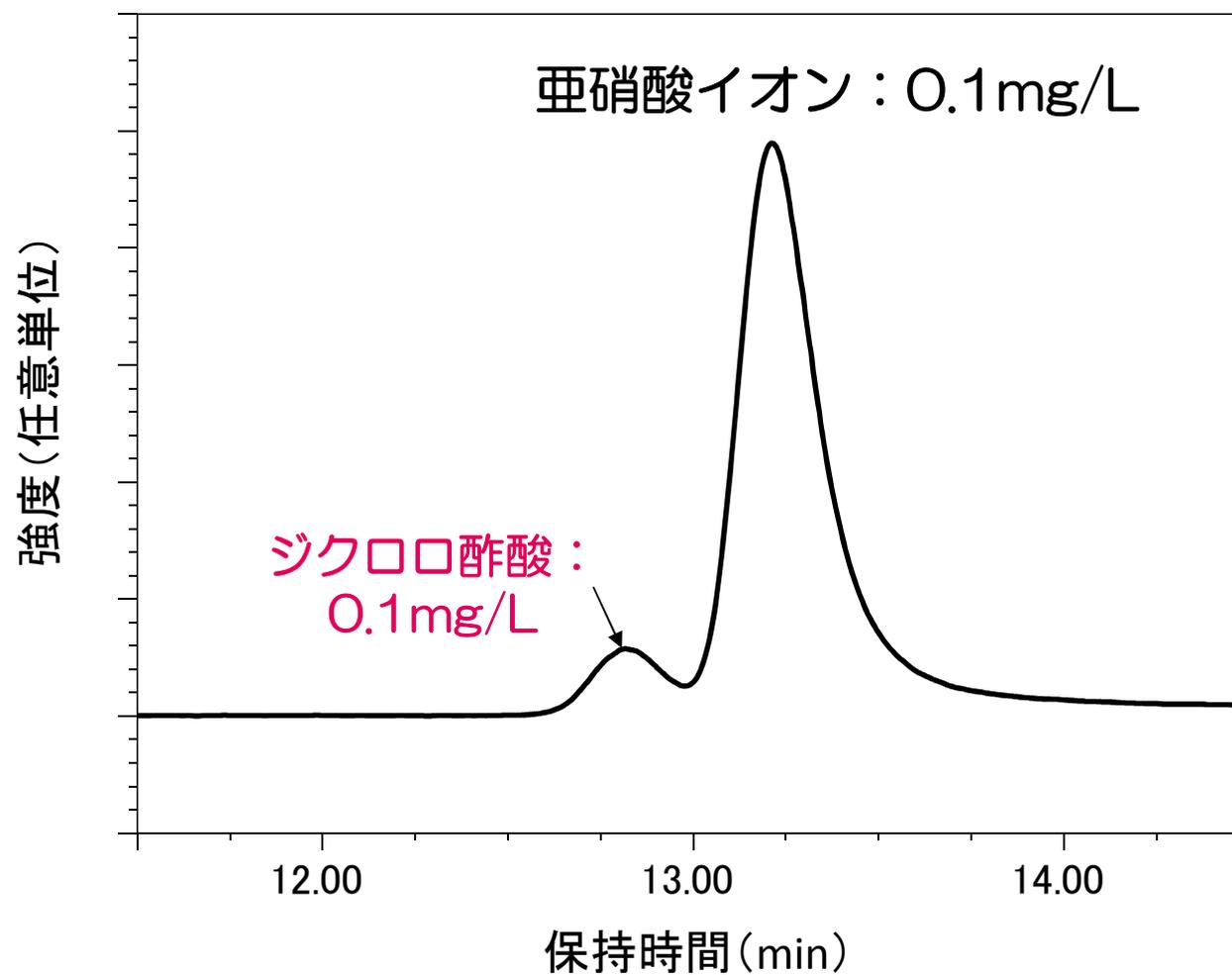


試料濃度に応じ適切な検量線範囲を設定する

# ピーク、波形処理の注意点1

- 波形を自動処理したところ、正しい定量ができていなかった
  - クロマトグラム、波形処理の確認
- ピーク形状が悪い
  - 分離カラム等の劣化の確認
- 間違っって他のピークをひろった
  - クロマトグラムの確認
  - (標準液の保持時間と比較)
  - 亜硝酸の近傍に他物質のピークがある

# 誤認しやすいピークの一例



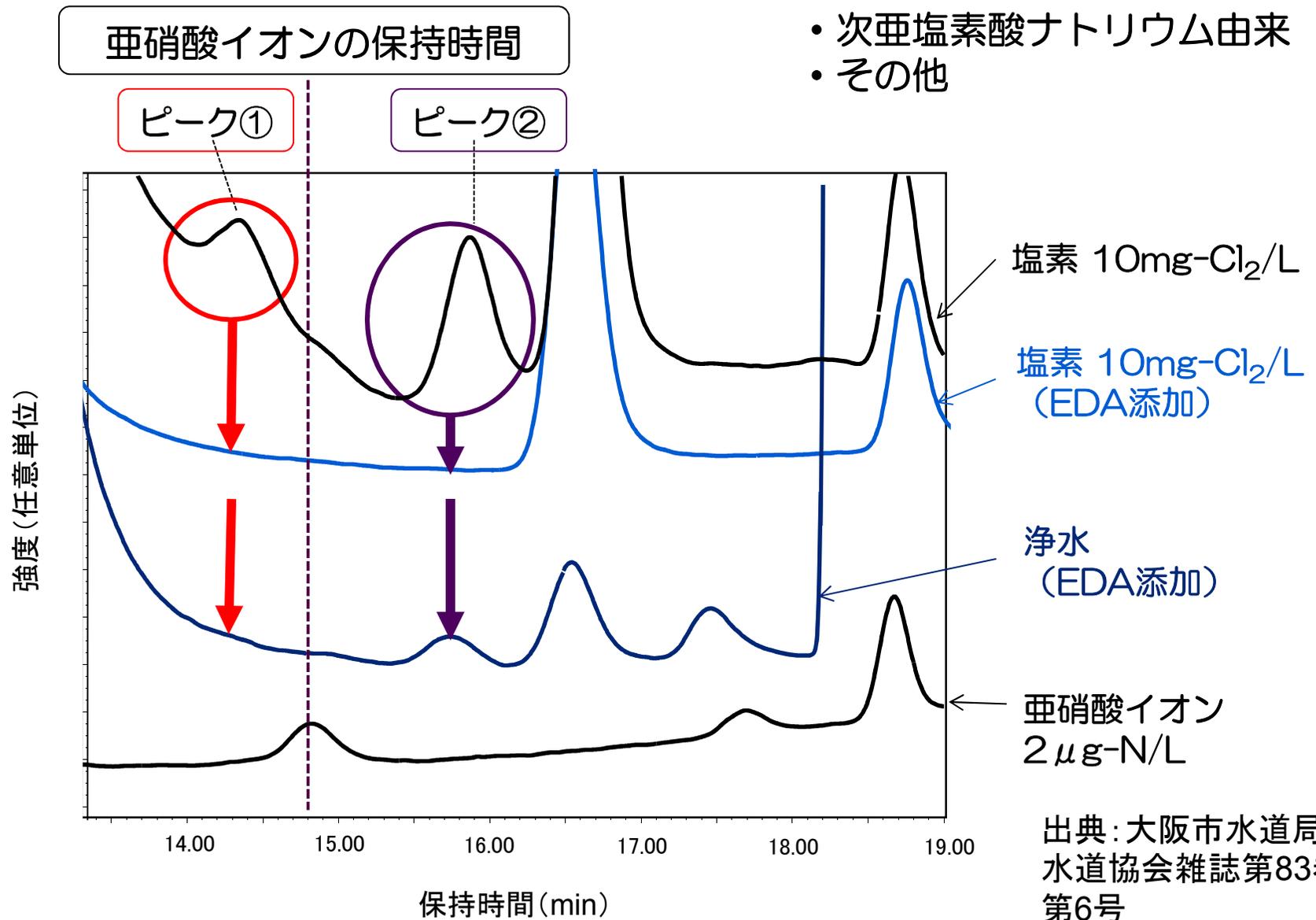
ジクロロ酢酸  
0.04mg/L



亜硝酸イオン  
約0.004mg/L  
に相当

出典: 大阪市水道局、  
水道協会雑誌第83巻  
第6号

# 誤認しやすいピークの一例



出典: 大阪市水道局、  
水道協会雑誌第83巻  
第6号

# 機器の維持管理

- 感度が良くない
- ブランクに不明のピーク、ベースラインが悪い

## 機器の保守が不十分

→ サプレッサー、分離カラムの交換  
送液ポンプのメンテナンス

等

# 機器の維持管理

- 感度が良くない
- ブランクに不明のピーク、ベースラインが悪い

## 機器の保守が不十分

→ サプレッサー、分離カラムの交換  
送液ポンプのメンテナンス

等

# 検査環境の注意点1

➤ ブランクから高濃度検出

➤ 試料水が設定より高かった

→検査環境の汚染に注意

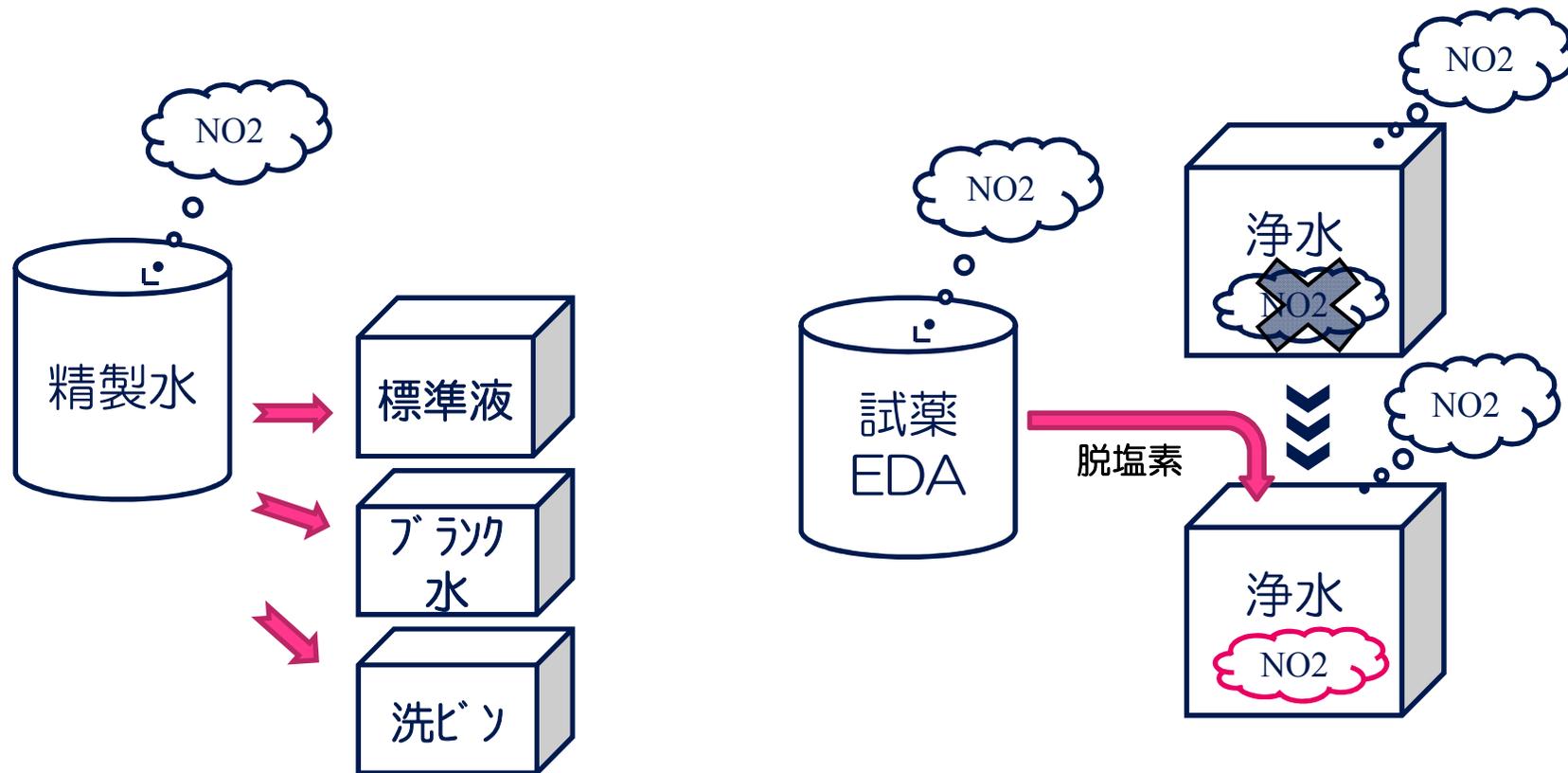
# 検査環境の注意点2

## 検査環境の汚染

- 試薬からの汚染  
EDA (エチレンジアミン) 溶液、精製水の汚染に注意
- 器具からの汚染 器具の洗浄不足
- 高濃度試料からの汚染  
高濃度試料の取扱いに注意
- その他環境からの汚染  
他測定等で用いる試薬からの汚染  
臭素酸測定に用いる亜硝酸ナトリウム溶液

# 検査環境の注意点3

環境中には亜硝酸の発生源が多く存在することを前提に  
汚染防止策を検討すべき



# 検査の体制

## □標準作業手順書の整備

告示法に基づいていない。内容が不十分

(告示法の転記のみで、具体的操作の記載がない)

## □教育訓練の充実

内部精度管理、分析技術

## □定期点検・臨時点検の実施

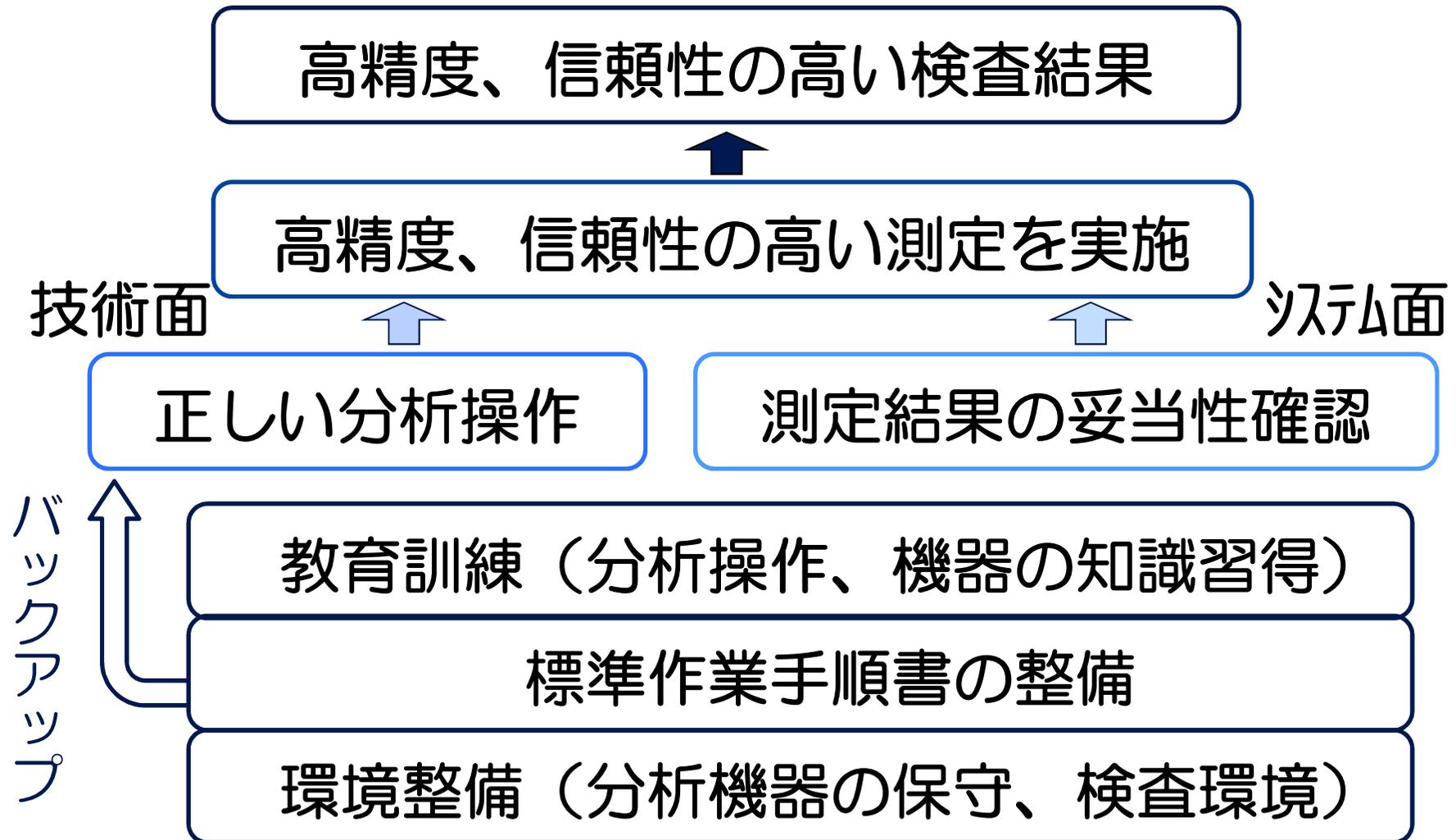
日常点検、異常時の修理

点検記録、メンテナンス基準の策定

## □管理者のチェック

検査結果、是正措置 等

# 最後に



ご清聴ありがとうございました。  
ございました。