

平成30年度厚生労働省 精度管理調査結果について (1)無機物

水道水質検査精度管理に関する研修会
平成31年2月27日

講師:水道水質検査精度管理検討会委員
越後 信哉(国立保健医療科学院)

はじめに

1. 平成30年度無機物調査概要・調査対象機関等について
2. 平成30年度無機物調査結果
3. 検査方法に関する補足
4. 参加機関の分類

1. 平成30年度無機物調査概要・ 調査対象機関等について

3

調査概要

- 統一試料の検査
 - 検査対象物質を一定濃度に調製した統一試料参加機関に送付
 - 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(告示法)に従い測定
 - その結果を回収し集計・分析
- 検査対象項: **鉛及びその化合物**

4

調査対象機関数

		登録水質 検査機関	水道事 業者等	衛生研 究所等	合計
対象機関		214 (3)	171 (14)	40 (11)	425 (28)
試料 別	無機試料	211	164 (7)	36 (7)	411 (14)
	有機試料	214 (3)	164 (7)	33 (4)	411 (14)

* ()書きは一部項目のみで調査に参加した機関数(内数)を示す。

5

調査対象項目の推移(無機物)

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
H13	153			鉛、クロム
H14	158	155		鉛、カドミウム
H15	165	141	52	硝酸性窒素、フッ素、塩化物イオン
H16	186	97	25	臭素酸
H17	199	115	35	アルミニウム、銅
H18	203	148	44	ヒ素、セレン
H19	204	135	44	鉄
H20	211	136	42	塩素酸
H21	213	140	42	鉛、アルミニウム
H22	220	139	44	カドミウム、
H23	219	185	52	鉄
H24	215	186	54	ヒ素
H25	214	160	48	ホウ素
H26	210	184	54	マンガン
H27	212	156	54	亜硝酸性窒素
H28	212	172	48	六価クロム、銅
H29	213	176	47	フッ素
H30	214	171	40	鉛

*1 H15までは登録検査機関ではなく、指定機関

*2 「~及びその化合物」は省略している

6

検査項目と検査方法

鉛及びその化合物

- 別表第3 フレームレス—原子吸光光度計による
一斉分析法(FL-AAS)
- 別表第5 結合誘導プラズマ発光分光分析装置による
一斉分析(ICP-AES)
- 別表第6 結合誘導プラズマ質量分析装置による
一斉分析(ICP-MS)

7

2. 平成30年度無機物調査結果

8

平成30年度調査結果の概要

● 統一試料調査

- 参加機関数(無機物):411機関(登録水質検査機関:211 水道事業者等:164 衛生研究所等:36)
- 対象検査項目:鉛及びその化合物
- 無機物試料で測定値が中央値±10.0%あるいは有機物試料で測定値が中央値±20.0%の範囲外の機関(合計39機関, 無機物については11機関)及び実施要領及び細則並びに告示法からの逸脱が見られ、水質検査の実施体制に一部疑義があると判断された6機関は原因考察及びその改善策を提出

● 実地調査等

無機物試料で測定値が中央値±10.0%の範囲外、あるいは有機物試料で測定値が中央値±20.0%の範囲外の機関、又は水質検査の実施体制に一部疑義があると判断された登録水質検査機関14機関のうち4機関を対象に、実地調査を日常業務確認調査と併せて実施。また、実施調査の対象としなかった10機関に対し、統一試料調査時の測定状況及びその問題点や是正処置等の状況について改善報告書の確認

● 参加機関の分類

統一試料調査の結果により、第1群・第2群・要改善に分類

9

実施要領等の逸脱に関する判定

- 01 内部標物質が異なっている
- 02 加熱処理操作を行っていない
- 03 測定波長・質量数が異なっている
- 04 検量線の濃度範囲が検水の濃度範囲を超過している
- 05 空試験を実施していない

調査方法(1)

統一試料調査の調査内容(無機物)

一定濃度に調製した下に示す統一試料を参加機関に送付し、参加機関において告示法に従い測定を行い、その結果を回収し分析

測定項目	送付容器	個数	備考
鉛及びその化合物	1 L ポリエチレンびん	2	水溶液

注:各機関が検査に使用する検量線作成のための標準物質は、それぞれが通常使用している試薬を用いることとした。

11

調査方法(2)

統一試料調査の設定濃度(無機物)

検査対象項目		試料設定濃度 ($\mu\text{g/L}$)	水質基準値 (mg/L)
鉛及びその化合物	A	4.00	0.01
	B	5.00	
	C	7.00	

注)各機関はA、Bのうち1試料、及びCの2試料について測定を実施

12

調査結果(1)

統計分析結果

鉛及びその化合物については、試料設定濃度A: 4.00 µg/L、B: 5.00 µg/L、C: 7.00 µg/Lに対して、全参加機関の報告値の中央値はA: 4.00 µg/L、B: 4.98 µg/L、C: 6.96 µg/Lであり、設定濃度に対する中央値の割合はいずれのロットも99~100%と非常に良好な結果が得られた。

平成30年度調査における統計分析結果

項目	試料			測定結果			設定濃度に対する平均値の割合(%)
	試料名	ロット	設定濃度(µg/L)	中央値(µg/L)	最大値(µg/L)	最小値(µg/L)	
鉛およびその化合物	無機物 試料1	A	4.00	4.00	4.84	2.00	100
		B	5.00	4.98	6.66	4.41	100
	無機物 試料2	C	7.00	6.96	8.19	3.49	99

13

調査結果(2)

測定値が中央値±10.0%の範囲外の機関数及び割合

鉛及びその化合物の調査における測定値が中央値±10.0%の範囲外の機関の詳細を機関数を検査機関種別、ロット別及び検査方法別に整理したものを示す(本ページと次ページ)。

- ①機関別 登録水質検査機関、水道事業者等および衛生研究所等の棄却機関数等に目立った違いはみられなかった。

検査機関	検査機関数	測定値が中央値±10.0%の範囲外の機関数及び割合			
		無機物試料1		無機物試料2	
登録水質検査機関	211	5	2.4%	2	0.9%
水道事業者等	164	3	1.8%	2	1.2%
衛生研究所等	36	2	5.6%	2	5.6%
合計	411	10	2.4%	6	1.5%

調査結果(3)

測定値が中央値±10.0%の範囲外の機関数及び割合

②ロット別

ロット	検査機関数	測定値が中央値±10.0%の範囲外の機関数及び割合	
A(4.00 µg/L)	205	8	3.9%
B(5.00 µg/L)	206	2	1.0%
C(7.00 µg/L)	411	6	1.5%

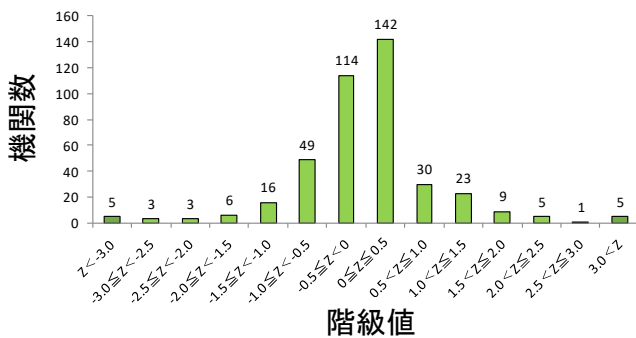
③検査方法別

検査方法	検査機関数	測定値が中央値±10.0%の範囲外の機関数及び割合			
		無機物試料1		無機物試料2	
別表第3	18	3	16.7%	1	5.6%
別表第5	18	1	5.6%	0	0.0%
別表第6	375	6	1.6%	5	1.3%
合計	411	10	2.4%	6	1.5%

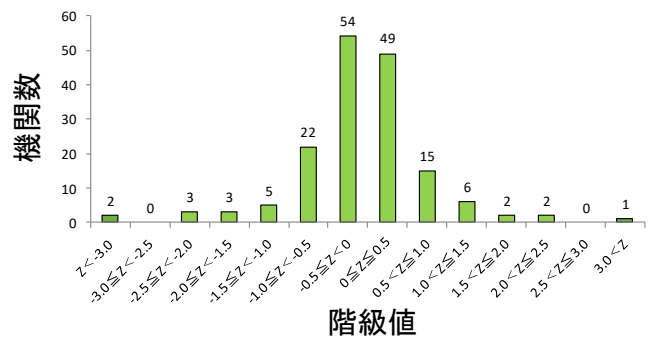
15

参加機関の種類別zスコアのヒストグラム

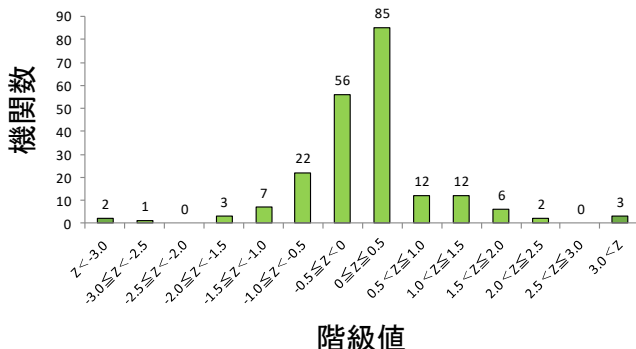
参加機関全体(無機物試料1)



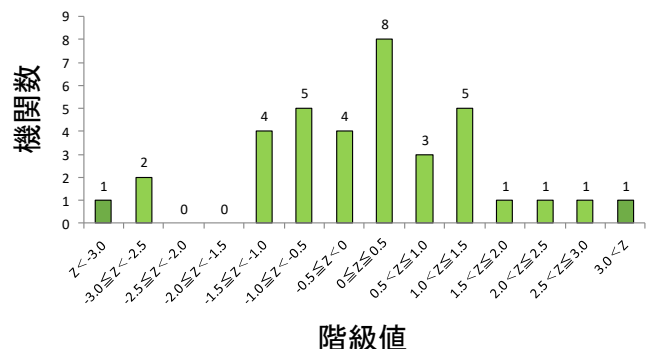
水道事業者等(無機物試料1)



登録水質検査機関(無機物試料1)



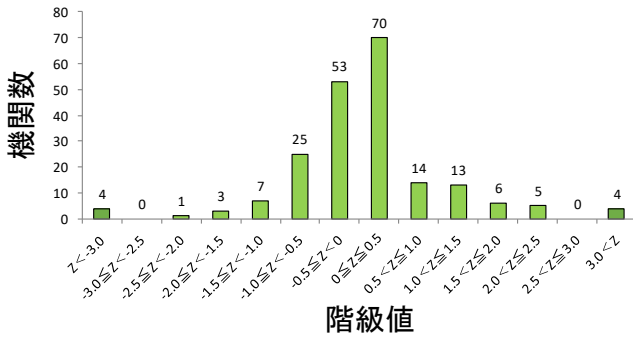
衛生研究所等(無機物試料1)



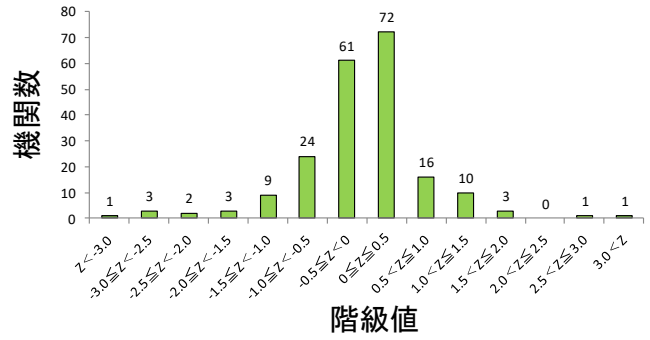
16

ロット別zスコアのヒストグラム

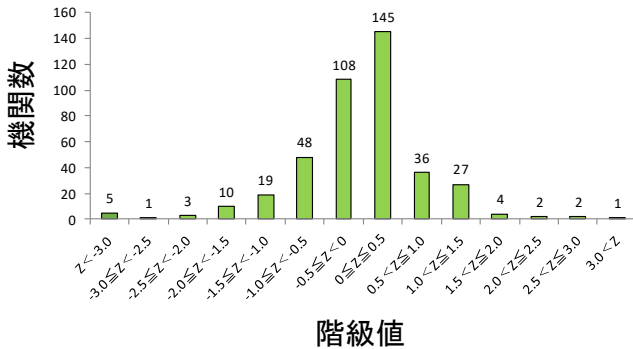
ロットA(無機物試料1)



ロットB(無機物試料1)



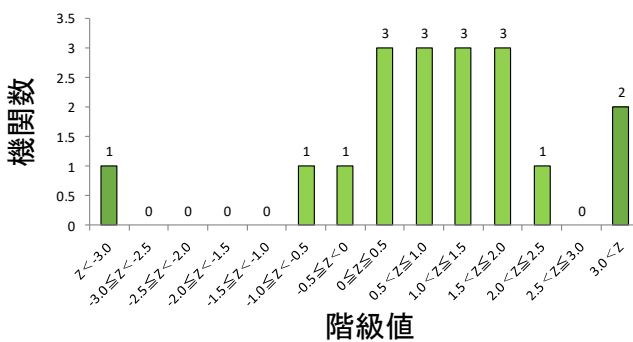
ロットC(無機物試料2)



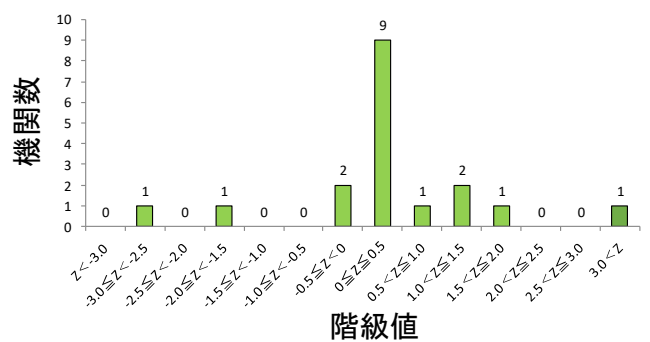
参加機関の種類別、試料別のヒストグラムに大きな違いはみられなかった

検査方法別のzスコアのヒストグラム

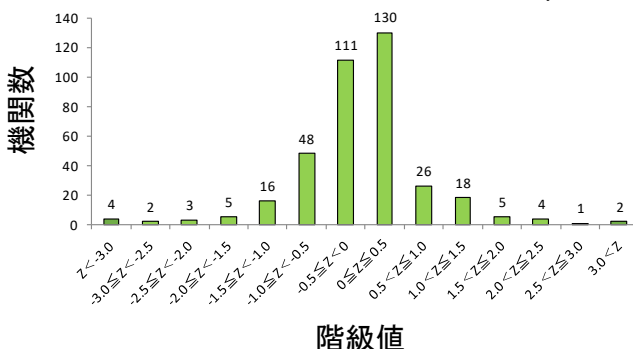
別表第3(無機物試料1)



別表第5(無機物試料1)



別表第6(無機物試料1)



検査方法別に見た場合、別表第3のヒストグラムは分布の幅が大きい傾向

平成30年度厚生労働省水道水質検査精度管理のための 統一試料調査に係る実地調査等の結果について(1)

調査対象機関

- 無機物試料で測定値が中央値±10.0%の範囲外、あるいは有機物試料で測定値が中央値±20.0%の範囲外の機関、又は水質検査の実施体制に一部疑義があると判断された登録水質検査機関14機関のうち4機関を対象に、実地調査を日常業務確認調査と併せて実施した。実地調査においては、水質検査の信頼性を確保するための適切な取組が行われているかを確認した。
- 実施調査の対象としなかった10機関に対し、統一試料調査時の測定状況及びその問題点や是正処置等の状況について改善報告書の確認を実施した。

19

平成30年度厚生労働省水道水質検査精度管理のための 統一試料調査に係る実地調査等の結果について(2)

調査結果 原因と考えられた事項及びその対策の概要

項目	原因と考えられた事項	その対策
無機 (鉛およびその化合物)	サンプルと標準液の硝酸濃度が異なっていた	手順書の修正
	標準液の作成にオートサンプラーの自動希釈機能を使用していた	メスフラスコで調整する
	標準作業書から逸脱した検査を行っていた	
	超音波ネブライザーの不具合	交換予定
	管理者が結果の根拠となる資料を確認していない	検査結果の根拠を確認
	試薬等の管理の記録(管理台帳等)が不十分	
	局所排気装置等の設置が不十分	
	オートサンプラー等の再現性不良	メーカーによるメンテナンスの実施
	コーン類, トーチの汚れ	汚れの有無について日常点検を実施し、点検簿に記録
	試験操作(告示)の作業記録が不十分	

平成30年度厚生労働省水道水質検査精度管理のための 統一試料調査に係る実地調査等の結果について

実地調査において「評価項目一覧表」に基づき、下の項目について評価した。

実施調査において評価した項目

- ① 今回調査の精度不良に関し、改善すべき点を明確にしたうえで是正処置が確実に実施されているか
- ② 精度管理実施項目の検査実施標準作業書が検査方法告示から逸脱せず実効性のあるものとなっているか、作業書に基づき検査がなされているか。
- ③ 試料の採取及び管理は適切か。
- ④ 検査機器の日常点検、定期点検、故障時対応等適切なメンテナンスを実施しているか。
- ⑤ 試薬等の管理体制は十分か。
- ⑥ 試験室は整理整頓されているか。
- ⑦ 同一検査機器等で高濃度試料の検査を行う場合の汚染防止措置について
- ⑧ 内部精度管理を実施しているか。

21

3. 検査方法に関する補足

22

3. 検査方法に関する補足

対象となる検査方法における「干渉」

- 物理干渉 (酸濃度等によりプラズマへの導入効率が変化)
- 化学干渉
- イオン化干渉
- 分光干渉

23

4. 参加機関の分類

24

参加機関の分類(1)

統一試料の測定結果を踏まえ、以下の3段階で全参加機関を「第1群」、「第2群」及び「要改善」の3群に分類する

分類	要件
第1群	統一試料の測定結果が統計分析で良好と判定され、かつ水質検査の実施体制に疑義がないと判断された機関
第2群	統一試料の測定結果が統計分析で良好と判定されたものの、検査方法告示からの逸脱等、水質検査の実施体制に疑義があると判断された機関
要改善	統一試料の測定結果が統計分析において不良と判定された機関

参加機関の分類(2)

平成30年度参加機関の分類

分類	登録検査機関	水道業者等	衛生研究所等	合計
第1群	195	152	34	381 (89.6%)
第2群	5	0	0	5 (1.2%)
要改善	14	19	6	39 (9.2%)
合計	214	171	40	425

注:無機物、有機物を含む分類結果