

令和5年度 厚生労働省 精度管理調査結果について (1) 無機物

講師

水道水質検査精度管理検討会委員
市川 豊（東京都水道局水質センター）

はじめに

1. 調査対象機関

2. 調査方法

3. 調査結果（無機物）

1. 調査対象機関

調査対象機関数の内訳

		登録 検査機関	水道事業者 等	衛生研究所 等	合計
対象機関		207 (4)	168 (24)	49 (24)	424 (52)
試料別	無機物試料	206 (3)	168 (24)	48 (23)	422 (50)
	有機物試料	204 (1)	144 (0)	26 (1)	374 (2)

() 書きは一部項目のみ調査に参加した機関数 (内数) を示す。

2. 調査方法

統一試料調査の方法と検査項目

- 調査方法
 - 検査対象物質を一定濃度に調整した統一試料を参加機関に送付
 - 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
- 対象検査項目：硝酸態窒素及び亜硝酸態窒素（無機物）

調査検討項目の推移（無機物）

年度	H 1 5	H 1 6	H 1 7	H 1 8	H 1 9	H 2 0	H 2 1	H 2 2	H 2 3	H 2 4	H 2 5	H 2 6	H 2 7	H 2 8	H 2 9	H 3 0	R 1	R 2	R 3	R 4	R 5
	硝酸態窒素及び亜硝酸態窒素	臭素酸	アルミニウム、銅	セレン、ヒ素	鉄	塩素酸	鉛 アルミニウム	カドミウム	鉄	ヒ素	ホウ素	マンガン	亜硝酸態窒素	クロム 銅	フッ素	鉛	臭素酸	六価クロム	塩素酸	カドミウム アルミニウム	硝酸態窒素及び亜硝酸態窒素

* 「～及びその化合物」は省略

送付試料

検査対象物質を一定濃度に調製した統一試料を参加機関に送付し、参加機関において通常の水質検査業務と同様の方法により濃度を測定した結果を回収して分析した。

試料	測定項目	送付容器	個数	試料ロット
無機物試料1	硝酸態窒素及び 亜硝酸態窒素	100mL ポリエチレン びん	1	A
無機物試料2	硝酸態窒素及び 亜硝酸態窒素	100mL ポリエチレン びん	1	B
				C

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ものを用いることにした。

送付試料

統一試料調査の設定濃度（無機物）

測定項目	試料ロット	添加物質	添加濃度	水質基準値
硝酸態窒素 及び亜硝酸態窒素	A	硝酸態窒素	7.8mg/L	10mg/L
	B	硝酸態窒素	1.2mg/L	
硝酸態窒素 及び亜硝酸態窒素	C	硝酸態窒素	1.7mg/L	

注：各機関にB、Cいずれか1試料を配付し、測定を実施

測定方法

硝酸態窒素及び亜硝酸態窒素

別表第**13**

イオンクロマトグラフによる一斉分析法

統計分析

- 各機関の測定結果から中央値、z スコア等を算出
- 中央値 ± **10%**の範囲内の結果を精度良好、範囲外の結果を精度不良と判定
- 中央値 ± **10%**の範囲内に報告値の**99.73%** ($\pm 3\sigma$) が含まれる正規分布をそれぞれ仮定して σ を算出
 - $\sigma = \text{中央値} \times 0.1 / 3$
- σ を用いてz スコアを以下のように算出した。
- $z \text{ スコア} = (\text{報告値} - \text{中央値}) / \sigma$
 - 中央値 ± **10%**の報告値のz スコアが ± 3

実地調査等

調査対象機関

- 無機物試料で測定値が中央値 $\pm 10\%$ の範囲外、あるいは有機物試料で測定値が中央値 $\pm 20\%$ 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8機関のうち3機関を対象に、実地調査を実施した。
- 令和5年度は新型コロナウイルス感染拡大防止の観点から、2機関を除き、実地調査をオンライン会議形式により実施した。
- 実施状況の対象としなかった5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。

3. 調查結果（無機物）

令和5年度調査結果の概要

• 統計分析の対象機関と統計分析結果

- 参加機関数（無機物） **422機関**
（登録検査機関206、水道事業者等168、衛生研究所等48）
- 対象検査項目：**硝酸態窒素及び亜硝酸態窒素**
- 無機物試料及び有機物試料の調査で無効と判断された**1機関**、**無機物試料で測定値が中央値±10%の範囲外の4機関**、**有機物試料で測定値が中央値±20%の範囲外の3機関**に対して、その原因と改善策について文書にて回答を求めた。
- 実施要領及び細則並びに検査方法告示からの逸脱が見られ、水道水質検査精度管理検討会（以下「検討会」という。）にて水質検査の実施体制に一部疑義があると判断された**1機関**に対して改善を求めた。

令和5年度調査結果の概要

• 実地調査等

- 無機物試料で測定値が中央値±10%の範囲外、あるいは有機物試料で測定値が中央値±20%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8機関のうち3機関を対象に、実地調査を日常業務調査と併せて実施した。
- 実施調査の対象としなかった5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。

• 参加機関の分類

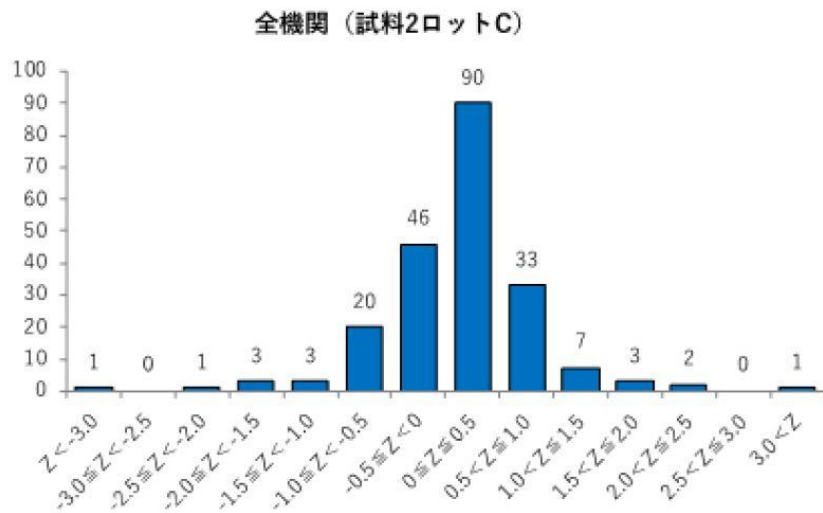
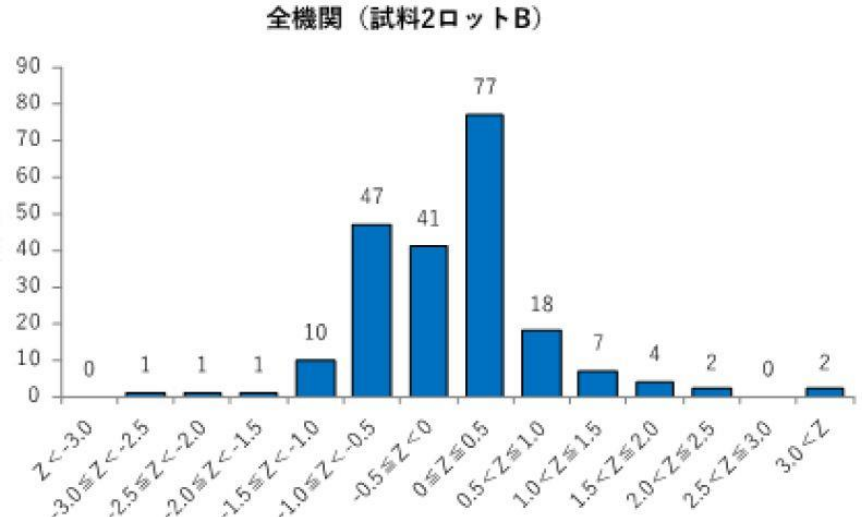
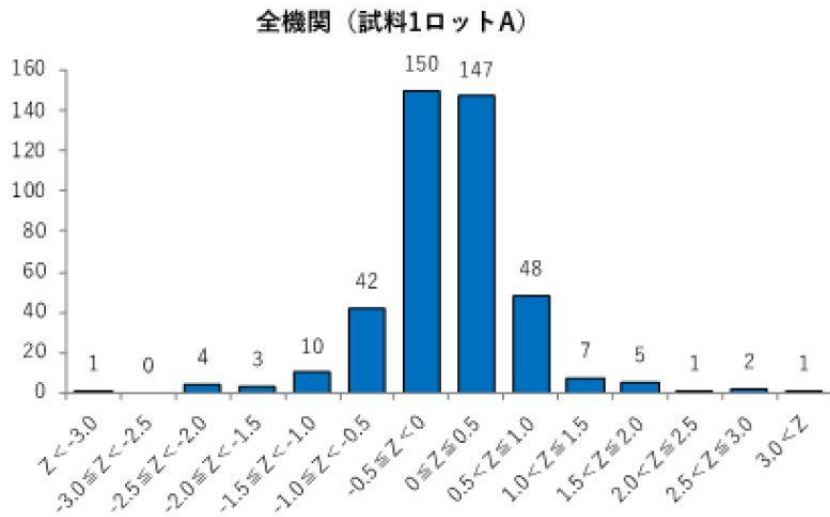
- 統一試料調査の結果により、第1群・第2群・要改善に分類

統計分析結果

ロット A、B、C の設定濃度に対して、測定結果の中央値の割合はいずれのロットも99～100%でほぼ一致していた。

測定項目	送付試料		測定結果			設定濃度に対する中央値の割合 (%)
	ロット	設定濃度 (mg/L)	中央値 (mg/L)	最小値 (mg/L)	最大値 (mg/L)	
硝酸態窒素及び亜硝酸態窒素	A	7.8	7.78	6.74	10.7	100
	B	1.2	1.19	1.09	1.42	99
C	1.7	1.69	1.49	2.53	99	

参加者全体のzスコアのヒストグラム

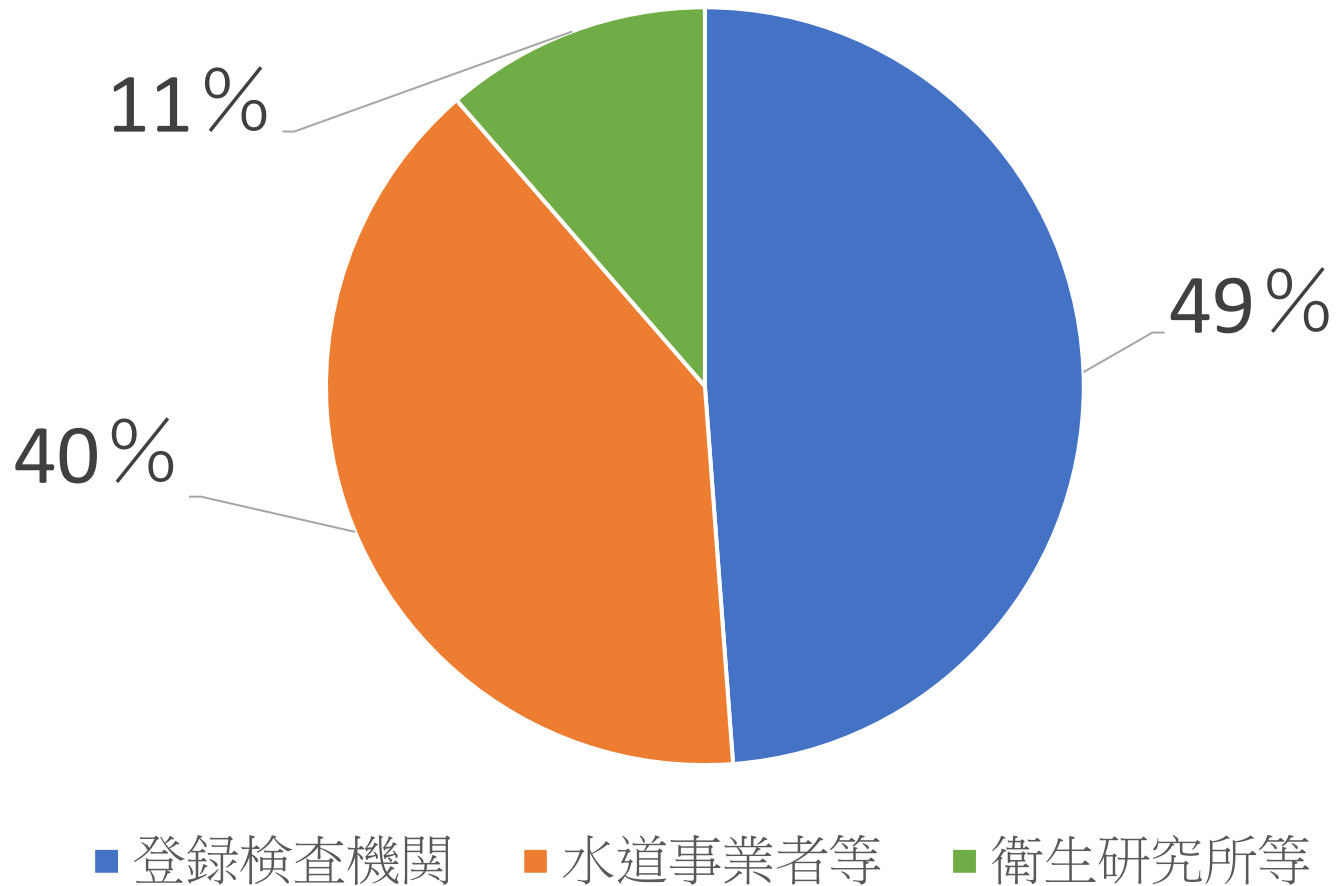


いずれのロットについても概ね中央値を中心とする正規分布を示していた。

測定値が中央値±10.0%の範囲外の機関数及び割合（検査機関別）

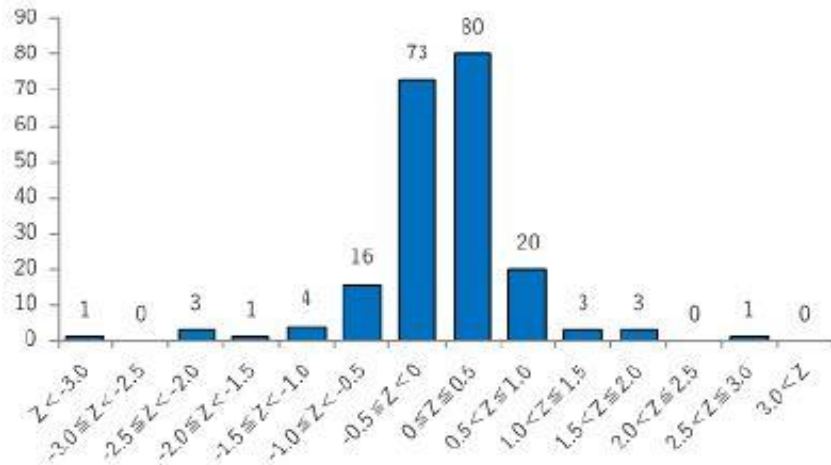
検査機関	検査機関数			測定値が中央値±10%の範囲外の機関数及び割合							
	試料1	試料2		試料1		試料2			いずれか又は両方の試料		
	ロットA	ロットB	ロットC	ロットA	ロットB	ロットC					
登録検査機関	205	103	102	1	0.5%	0	0.0%	1	1.0%	1	0.5%
水道事業者等	168	84	84	1	0.6%	1	1.2%	1	1.2%	2	1.2%
衛生研究所等	48	21	24	0	0.0%	1	4.2%	0	0.0%	1	2.1%
合計	421	211	210	2	0.5%	2	0.9%	2	1.0%	4	1.0%

検査機関種別の割合 (無機物試料)

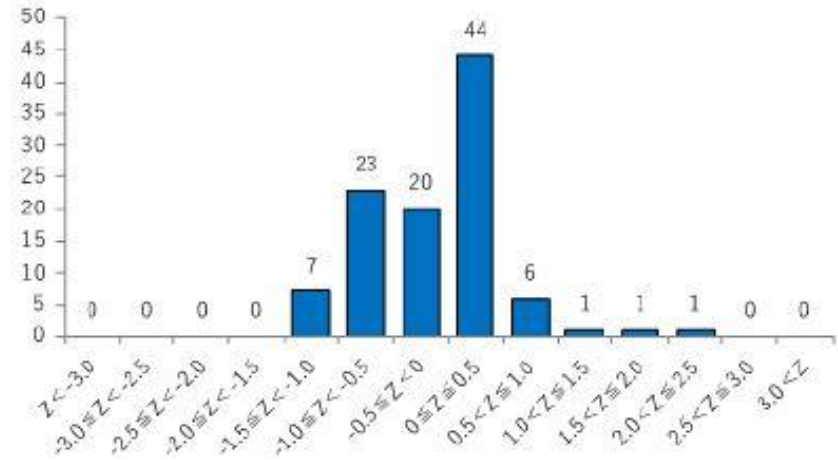


登録検査機関のzスコアのヒストグラム

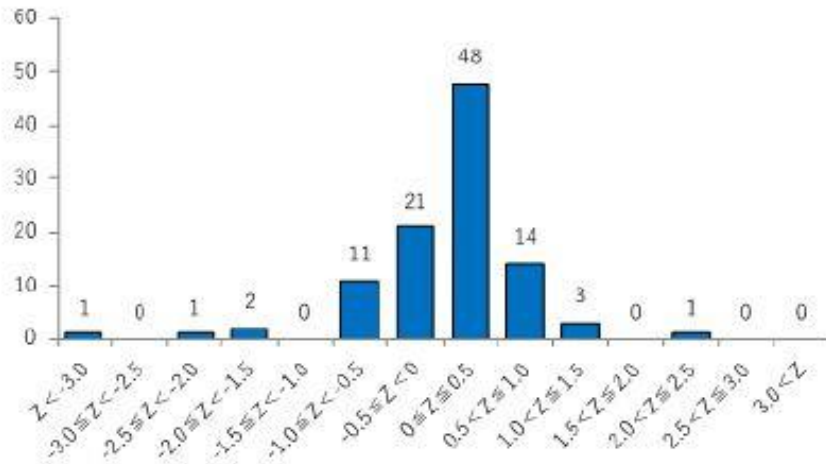
登録検査機関 (試料1ロットA)



登録検査機関 (試料2ロットB)



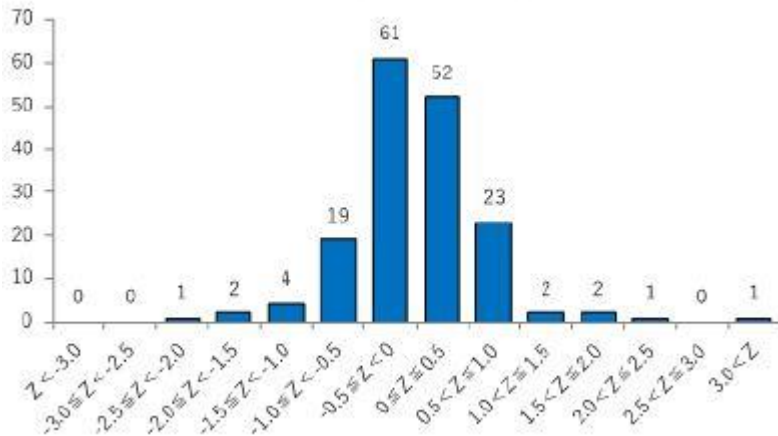
登録検査機関 (試料2ロットC)



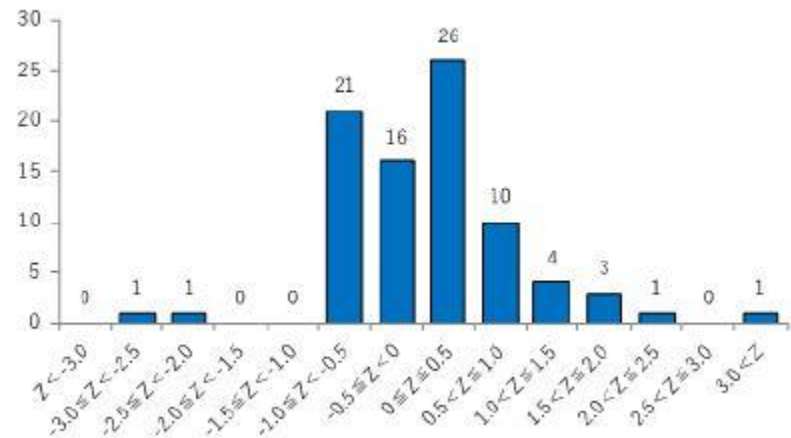
いずれのロットについても概ね中央値を中心とする正規分布を示していた。

水道事業者等のzスコアのヒストグラム

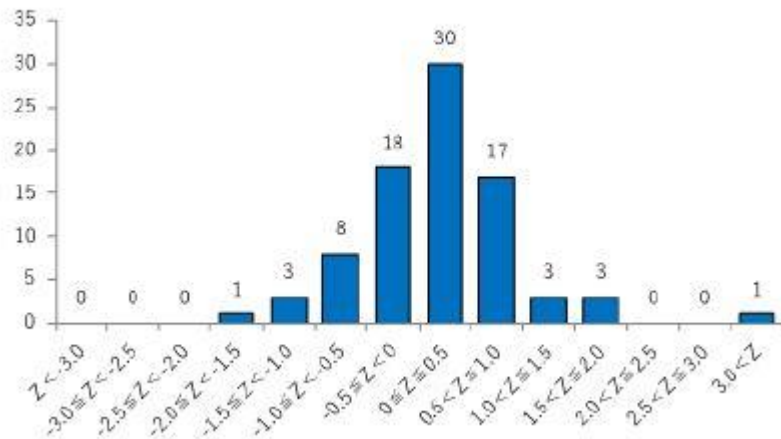
水道事業者等 (試料1ロットA)



水道事業者等 (試料2ロットB)

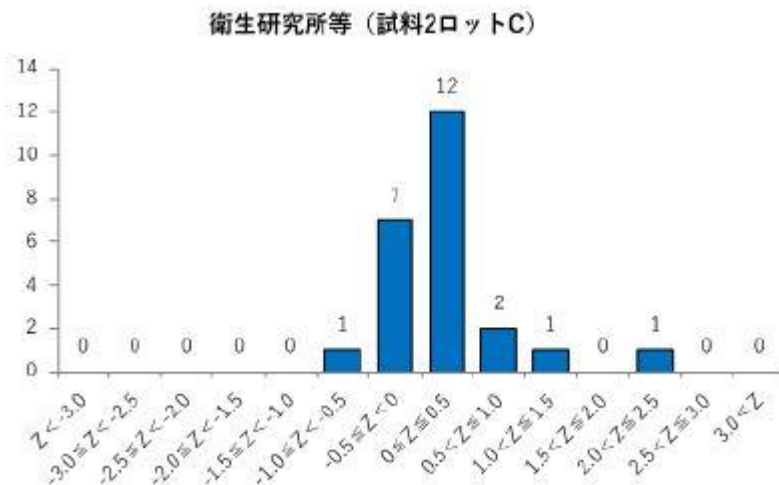
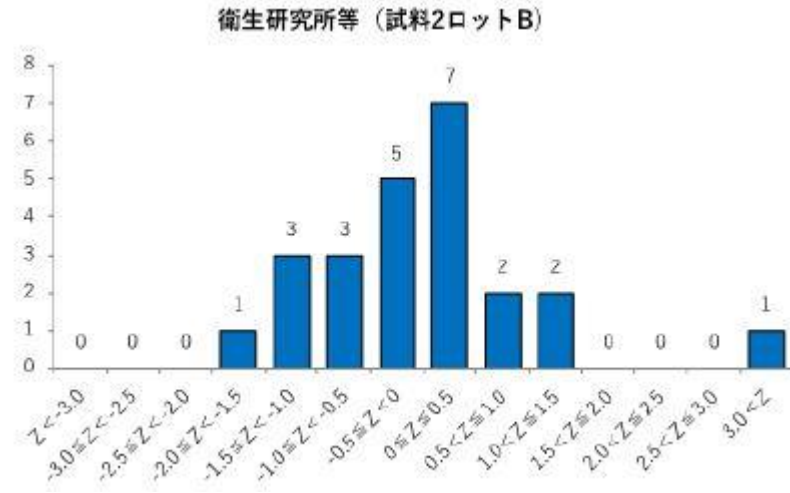
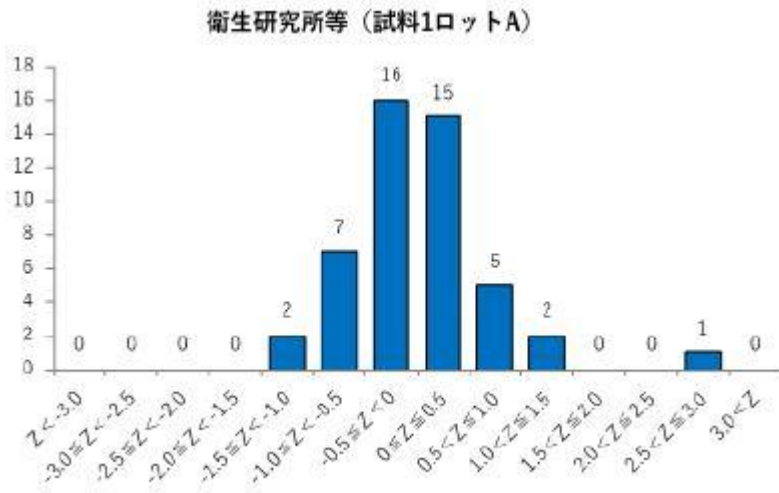


水道事業者等 (試料2ロットC)



いずれのロットについても概ね中央値を中心とする正規分布を示していた。

衛生研究所等の z スコアのヒストグラム



いずれのロットについても概ね中央値を中心とする正規分布を示していた。

統計結果まとめ

- ・ 無機物検査の調査における測定値が中央値 $\pm 10\%$ の範囲外となった機関の割合は、検査機関種別では $0.5\sim 2.1\%$ と近年の調査結果と比べて少なく良好な結果が得られた。
- ・ 無機物試料の調査における検査機関種別の z スコアのヒストグラムについては、いずれも概ね中央値を中心とする正規分布を示した。

検討会にて水質検査の実施体制に一部疑義があると判断された事項（無機物）

操作内容	実施状況
検量線の濃度範囲の上限を超過している	別表第13では検量線濃度の上限が規定され、硝酸態窒素は20mg/L、亜硝酸態窒素では0.4mg/Lとなっている。1機関は亜硝酸態窒素の検量線の上限濃度が4mg/Lであった。
空試験を実施していない	別表第13で規定されている空試験の実施について確認したところ、全ての機関が空試験を実施したと回答した。

実地調査等の結果について（無機物）

実地調査で「評価項目一覧表」に基づき、下の項目について評価した。

実地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。

改善に当たっての留意事項（無機物）

要改善機関に対して、精度不良等の原因と考えられた事項及びその対策について実地調査または改善報告書により確認を実施

原因	改善策
機器の保守管理不足	カラムの交換及びメーカーによる保守点検頻度の見直し
ヒューマンエラーによる報告書の提出忘れ	工程管理及び進捗表を作成し、チェック体制を強化した。

参加機関の分類

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」、「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

無機物：硝酸態窒素及び亜硝酸態窒素

分類	登録検査機関	水道事業者等	衛生研究所等	合計
第1群	204	165	47	416 (98.5%)
第2群	0	1	0	1 (0.2%)
要改善	2	2	1	5 (1.2%)
合計	206	168	48	422