

# 精度管理の取り組みについて ＜水質検査の信頼性確保＞

(公社)日本水道協会 工務部水質課  
水質専門監 宇津木 久芳

# 水質検査の信頼性の確保

水質検査の結果は、試験機関、測定者、試料の保存状態、期間、装置、試薬、気候、分析環境等の様々な要因によって誤差を生じる

結果が正しくないと、間違った評価や結論を導き出し、重大な問題を引き起こす可能性がある。



誤差やバラツキが小さい精確な値が得られるよう



精度管理の実施

# 水質検査の信頼性の確保

特に

- 水質検査の項目が増えて、工程が複雑化
- 検査結果に関する関心の高まり
- 委託による水質検査の増加      などから

水質検査の透明性、正確さの確保が  
より求められている

# 水道における精度管理の根拠規定

## 【水道事業者等】

- 水道水質管理計画の策定について（平成4年水道環境部長通知）
  - 2 計画は、（中略）**検査担当者の技能向上に関する事項**及びこれらに関連する事項が含まれるものであること。
- 水道水質管理計画の策定に当たっての留意事項について  
（平成4年水道整備課長通知）
  - 4(2) 水質検査及び水質監視が適切に行われるよう、水質検査に係る講習会の実施等**検査担当者の技能向上に関する計画**を明らかにすること。
  - 4(3) 各種の微量化学物質の検査に対応できるよう、関係水質検査機関間の**精度管理の実施に関する計画**を明らかにすること。

# 水道における精度管理の根拠規定

## 【登録水質検査機関】

### ●施行規則第15条の4第2号

**精度管理**（検査に従事する者の技能水準の確保その他の方法により検査の精度を適正に保つことをいう。）を定期的に実施するとともに、**外部精度管理調査**（国又は都道府県その他の適当と認められる者が行う精度管理に関する調査をいう。）を定期的に受けること。

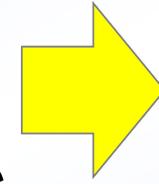
### ●登録検査機関における水質検査の業務管理要領の策定について

（登録水質検査機関宛平成24年9月21日水道課長通知）

「17. **精度管理**」「18. **外部精度管理調査**」にて、施行規則の内容がより具体化されている。

## 水道水の水質検査は

- ・水質管理を総体として評価する検査
- ・お客様が直に口にする水の安全確認  
(水道法の要件への合致)



高い精度と  
信頼性保証  
が求められる

- ・水道法水質基準に適合するかの検査は、環境大臣が定める方法(告示法)によって行う
- ・告示法は、検査法としての妥当性は確認されているが、使用する機器・設備、検査体制等が十分な精度を確保できることについて検証して標準作業書(SOP)等を定める

# 「水道水質検査方法の妥当性評価ガイドライン」策定

(平成24年9月6日付け健水発0906第1号別添)

## 標準検査法がある項目

- 標準検査法には、同等以上の機器等の使用を認める記述がなされているが、同等以上の判断は個々の検査機関に委ねられており、科学的な判断基準はこれまでなかった。
- 標準検査法は、検査法としての妥当性は確認されているが、個々の検査機関の検査実施標準作業書等に定める試験手順や使用する機器、設備等の妥当性を検証する必要がある。

## 標準検査法が定められていない項目

- 要検討項目や対象農薬リストに掲載されていない農薬類の標準検査法を従来の方法で早急に定めることは容易ではない。
- 標準検査法が定められていない項目については、得られた検査結果の信頼性が十分でなく、これらの結果の活用に限界がある。



厚生労働省は、各検査機関が検査実施標準作業書等に示す検査方法の妥当性を評価する基準として、先行していた食品分野を参考に、**妥当性評価ガイドライン**を作成し、平成24年9月に通知、**平成29年10月改正**本ガイドラインに係る事務連絡(留意事項について)を平成30年3月に発出。

以降、国立医薬品食品衛生研究所生活衛生化学部のHPにてQ&A集を掲載し順次更新。

# 標準作業手順書(SOP)の必要性

- ・公定法や上水試験方法などの一般に示された検査法は、分析者が一定の分析化学に関する知識を有することを前提に、分析操作を明瞭かつ簡潔に記したものの
- ・これだけでは分析者個人の裁量や創意工夫が加わる余地があり、分析室間だけでなく分析室内における測定者のバラツキの原因にもなる
- ・そのため、各試験所の施設設備等に合わせたノウハウを盛り込み、測定者間でのバラツキが極力小さくなるように組織的に規定したSOPの作成が不可欠

施行規則第15条の4第6号: **標準作業書を作成しこれに基づき検査を実施**すること

# SOPに関する水道GLP技術審査の視点1

## ●「水質基準に関する省令の規定に基づき環境大臣が定める方法」と齟齬がないか

- ・定められた試験方法により、得られた結果が、評価基準（水質基準値）を満足しているか否かを判定するための試験。  
（少し乱暴かもしれないが）必ずしも真値を求める分析ではない。
- ・単に操作が告示法に合っているかだけでなく、告示に示された高濃度試料の取扱い、空試験、連続試験を実施する場合の措置などが告示に沿った形で出来るSOPになっているか。

# SOPに関する水道GLP技術審査の視点2

## ●試験所内バラツキを極力廃せるよう、誰もが同じ操作・対応ができるように規定されているか

- ・ピーク高さか面積のどちらで定量するのか、定量イオンは何を用いるかなどは基本中の基本。精製水は何を用いるのか。試薬のグレードなども規定する。
- ・妥当性評価で確認できた分析条件で行う必要があることから、その条件も規定されるべき。

# SOPに関する水道GLP技術審査の視点3

●国の通知、ガイドライン(妥当性評価、業務管理要領等)、Q & Aに準拠しているか

●レベルアップのために水道GLPとして要請している事項

## ● 告示法への適合性に関するもの(例)

- 1) 採取容器の材質、洗浄など
- 2) 試料への添加試薬と添加時期（原則採水時添加、硝酸は分取前添加）
- 3) 運搬、保存条件、前処理までの期間
- 4) 試薬の調製濃度、保存方法・期間（用時調製か）
- 5) 空試験実施の有無、方法、空試験結果の対応
- 6) 検量線の濃度範囲（告示の上限を超えない事）
- 7) 検量線作成器具（告示に反しメスフラスコが使用されていない場合がある）
- 8) 検量線点数（4点以上）
- 9) 連続試験の場合の措置が規定通りにできるか（再度逸脱時に検量線作成が抜けているところが多い）
- 10) 告示に規定の操作が省略されていないか、原則、余計な操作が追加されていないか

## ●試験所内での統一性に関するもの(例)

- 1) 告示に複数の条件が示されているものが特定されているか (定量イオン、流量など)
- 2) 精製水、使用器具種別、容量等が規定されているか
- 3) 試薬のグレード等が特定されているか
- 4) 分析条件が規定されているか (妥当性評価実施時と同じ条件の明示)
- 5) 定量条件の規定とデータ処理 (検量線濃度と点数・近似方法、重み付け、補正や濃度計算方法、有効数字と数値の丸め (JIS Z8401規則A) など)
- 6) 連続試験の場合の措置の差込濃度が規定されているか
- 7) 高濃度試料の取扱いに関する規定 (告示定義の高濃度試料と、偶発的に高い濃度の水道試料を取り扱った場合の措置とが適切か)
- 8) 評価基準や異常値の規定が具体的かつ適切か
- 9) ノウハウ等が具体的に規定されているか

## ●通知等への準拠に関するもの(例)

- 1) 検量線は、ゼロを含めない
- 2) 検量線の公比は、4以内
- 3) 定量下限値は、基準値の1/10以下か  
(別表第28 非イオン界面活性剤を対象とした固相抽出-吸光光度法の場合は1/4以下)
- 4) 連続試験の場合の措置の差込試料の調製濃度が中間濃度か

## ●レベルアップのためにGLPとしての要請(例)

- 1) 複数の成分を合算して評価する場合、合算後に水質基準値の1/10レベルが安全に評価できるよう、水質基準値の1/10を成分数で割った値までを目標として各成分の定量下限を設定する
- 2) TOCと色度の誤差率及び変動係数の目標を無機物と同じく $\pm 10\%$ とする
- 3) pH値検査において、一連の測定後に、リン酸塩標準緩衝液による確認を求める  
(その際の評価基準は、 $\pm 0.05$ の範囲内が基本)
- 4) 検量線の相関係数が、0.99 (決定係数0.98) 未満の場合は、評価基準の再検討  
(別表第28 非イオン界面活性剤を対象とした固相抽出-吸光光度法を除く)

# 誤差を小さくするための検討

- 検水の前処理、分析操作、標準液の調製操作、測定機器の条件設定、取扱い操作等試験操作の全般にわたり、各操作段階をチェック
- 誤差等の要因となりそうな操作段階をピックアップ
- 各操作段階において数種類の条件を設定し、他の条件を一定にして、同一標準液について併行試験を実施
  - ON・OFFではなく連続的な値をとるパラメータの場合、条件は3種類以上が望ましい
  - 併行数は最低3、できれば5以上が望ましい
- どの操作段階を優先するか
  - 試験の最終段階からさかのぼる
  - 誤差分散の大きい操作を選択
- より良い結果が得られるような条件を基に試験操作等を変更



ノウハウの蓄積

# ご清聴ありがとうございました



上水試験方法2020年版(令和3年4月改訂)