

平成 20 年度水道水質検査の精度管理に関する調査結果

厚生労働省では、水質検査に係る技術水準の把握及び向上を目的として、平成 12 年度から水道水質検査の精度管理に関する調査を実施している。平成 20 年度は、以下の機関（合計 389 機関）を対象に実施した。

- ・ 水道法第 20 条第 3 項の規定に基づき厚生労働大臣の登録を受けた水質検査機関（211 機関）
- ・ 水道事業者等の水質検査機関（136 機関）
- ・ 衛生研究所等の地方公共団体の機関（42 機関）

その調査結果の概要は以下のとおりである。

なお、登録検査機関は平成 20 年 6 月 30 日現在で登録されていた全機関が参加しており、一方、水道事業者等及び衛生研究所等は、調査対象項目の中に検査できない項目がある機関等は参加していない。

1. 調査は、参加機関に対して検査対象項目を一定濃度に調製した統一試料を送付し、参加機関が統一試料の検査を実施し、その結果を回収する方法で行った。今回の検査対象項目は、以下の 3 項目である。
 - ・ 無機物 1 項目：塩素酸
 - ・ 有機物 2 項目：(4S,4aS,8aR)-オクタヒドロ-4,8a-ジメチルナフタレン-4a(2H)-オール（ジェオスミン）
1,2,7,7-テトラメチルビシクロ[2,2,1]ヘプタン-2-オール
（2-メチルイソボルネオール）
2. 検査の結果、3 項目のうち一つでも Z スコア（データのばらつきを表す統計量。参考 1）の絶対値が 3 以上となるなどした検査機関、複数項目で Z スコアの絶対値が 3 以上となるなどした検査機関は、それぞれ以下のとおりであった。
 - ・ 登録検査機関 27 機関（13%）、10 機関（5%）
 - ・ 水道事業者等 24 機関（18%）、13 機関（10%）
 - ・ 衛生研究所等 2 機関（5%）、1 機関（2%）
3. Z スコアの絶対値が 3 以上となるなどした機関を対象に、原因とその改善策について回答を求めたところ、主として以下のような回答があった。
 - ・ （原因）分析機器の保守管理の不備・分析機器部品の劣化、（改善策）分析機器の点検項目の見直し、定期的な部品交換など
 - ・ （原因）標準液の調製ミス・標準原液の劣化、（改善策）適切な調整器具の使用、標準原液の使用期限の明確化など
 - ・ （原因）不適切な検量線濃度範囲の設定、（改善策）適切な濃度範囲の設定など
 - ・ （原因）分析結果の記入ミス、（改善策）検査結果のチェック体制の強化
 - ・ （原因）ピーク面積の算出方法が不適切、（改善策）算出方法のチェック強化など
 - ・ （原因）前処理操作が不適切、（改善策）前処理操作の見直し

4. 水道水質検査精度管理検討会において、上記の回答内容や実地調査の結果をもとに検討したところ、水道水質検査における信頼性保証体制のより一層の充実を図るためには、以下の事項が重要であると考えられた。

- ・ 適切かつ実効性のある標準作業書の整備及び運用の徹底。
- ・ 分析機器や標準物質の管理状況のチェック体制の充実。
- ・ 検査結果のチェック体制の充実。
- ・ 教育訓練による水質検査及びその精度管理に対する知識の蓄積と意識の向上。
- ・ 内部・外部精度管理の結果等の検査体制へのフィードバック。

5. 本調査に参加した登録検査機関(211 機関)について、今回の調査結果におけるZスコアを基準に階層化(S、A、B、Cの4段階。参考2参照)した。この結果、Sは 146 機関(69%)、Aは 24 機関(11%)、Bは41機関(19%)であり、Cに該当する機関はなかった。

(参考1) Zスコアについて

Zスコアとは、極端な結果(異常値など)の影響を最小にしつつ各データのばらつき度合いを算出するために考案された「ロバストな統計手法」による統計量のことであり、ISO/IEC ガイド 43-1(JIS Q 0043-1)に規定されているものである。具体的には、

$$Z = (x - X) / s$$

で表される。ここで

x = 各データ X = データの第2四分位数(中央値)

$s = 0.7413 \times (\text{データの第3四分位数} - \text{データの第1四分位数})$

であり、また、データの第*i*四分位数とは、N個のデータを小さい順に並べた時の $[(i(N-1)/4)+1]$ 番目のデータを示す。(小数の場合はデータ間をその割合で補完して求める)

Zスコアの評価基準は、以下のとおりとした。

$ Z \leq 2$: 満足
$2 < Z < 3$: 疑義有り
$3 \leq Z $: 不満足

Zスコアは検査結果のバラツキを見るための指標であり、3以上であることが直接的に精度が確保できなかったと判断することはできない。例えば検査結果全体のばらつきが小さい時に、平均値からわずかに外れた検査結果のZスコアの絶対値が3以上になる場合がある。

(参考2) 階層化について

今回の精度管理調査の結果に基づき、以下のS、A、B、Cの4つの階層に分けた。

S : 全項目(物質)のZスコア評価が「満足」であった機関

A : 全項目(物質)のZスコア評価に「不満足」及び欠測がなかった機関
(但し、Sを除く)

B : Zスコア評価に「不満足」又は欠測があり、是正措置を講じた機関
(但し、Cを除く)

C : 過去3カ年に水道法第20条の12に基づく改善命令を受けた機関

なお、過去1年間に不適合業務に係る改善指示を発出した機関にはS及びAは付与しないこととした。

1 調査対象機関

平成20年度の統一試料を用いた精度管理は、次の389機関を対象として調査を実施した。

- ① 水道法第20条第3項の規定により厚生労働大臣の登録を受けた者(以下「登録検査機関」という。)211機関。
- ② 厚生労働大臣の認可に係る水道事業者及び水道用水供給事業者[※]が自己又は共同で所有している水質検査機関(以下「水道事業者等」という。)で、本調査に参加する意向を示した136機関。
※ 計画給水人口5万人以上の水道事業者又は計画最大一日給水量25,000m³以上の水道用水供給事業者
- ③ 衛生研究所や保健所等の地方公共団体の機関(以下「衛生研究所等」という。)で、本調査に参加する意向を示した42機関。

なお、登録検査機関は平成20年6月30日現在で登録されていた全機関が参加しており、一方、水道事業者及び衛生研究所等は、調査対象項目の中に検査できない項目がある機関等は参加していない。

2 調査の方法

調査は、統一試料の送付、参加機関による検査、検査結果の回収及び登録検査機関の一部への実地調査による方法で実施した。

(1) 統一試料の検査

検査対象物質を一定濃度に調製し混入した統一試料を参加機関に送付し、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「検査方法告示」という。)に規定する方法で検査を5回行わせ、その結果を回収し集計解析した。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、それぞれが普段使用している試薬を用いることとした。

(2) 対象検査項目

水道水質基準51項目(調査実施時点施行)のうち、以下の無機物1項目及び有機物2項目を検査対象項目とした。

- 無機物:塩素酸
- 有機物:(4S,4aS,8aR)-オクタヒドロ-4,8a-ジメチルナフタレン-4a(2H)-オール(以下「ジェオスミン」という。)
1,2,7,7-テトラメチルビシクロ[2,2,1]ヘプタン-2-オール(以下「2-メチルイソボルネオール」という。)

送付した統一試料の概要を表1に、統一試料の濃度を表2にそれぞれ示す。

表1 送付した統一試料の概要

No.	名称	測定項目	送付量	容器材質	個数	備考
1	無機物 分析用 試料	塩素酸	500ml	ポリエチレン びん	1	50mg/L エチレン ジアミン 溶液
2	有機物 分析用 試料	ジェオスミン、 2-メチルイソボルネ オール	3L	ガラスびん	1	水溶液

表2 統一試料の濃度

	試料調整濃度設定値($\mu\text{g/L}$)		水質基準値
	試料種類		
	A	B	
塩素酸	120	150	600 $\mu\text{g/L}$
ジェオスミン	0.0045	0.0060	0.01 $\mu\text{g/L}$
2-メチルイソボルネオール	0.0070	0.0055	0.01 $\mu\text{g/L}$

(3) 実地調査

登録検査機関等のうち、今回の調査においてZスコアの絶対値が1項目でも3以上となっているなどした機関のうち、12機関に対して、現場に赴き、検査実施状況の時の手順の確認、検査環境などについて調査を実施した。

3 調査結果

(1) 登録検査機関

登録検査機関における検査結果の統計値を表3に示す。統一試料による調査の結果、参加した211機関のうち、塩素酸、ジェオスミン及び2-メチルイソボルネオールの3項目のいずれか1項目でZスコアの絶対値が3以上となった機関数は27機関、2項目で3以上となった機関数は9機関、3項目とも3以上となった機関は1機関であった。変動係数が規定値を超えた機関はなかった。

表3 登録検査機関の検査結果の統計値

項目	分析方法	登録検査機関		
		検査機関数 ※1	統計値が一定以上の機関数	
			Zスコア ※2	変動係数 ※3
塩素酸	イオンクロマトグラフ法	211	18 (8.5%)	0 (0.0%)
ジェオスミン	パーティトラップーガスクロマトグラフ質量分析法	106	5 (4.7%)	0 (0.0%)
	ヘッド・スペースーガスクロマトグラフ質量分析法	31	1 (3.2%)	0 (0.0%)
	固相抽出ーガスクロマトグラフ質量分析法	70	5 (7.1%)	0 (0.0%)
2-メチルイソボルネオール	パーティトラップーガスクロマトグラフ質量分析法	106	5 (4.7%)	0 (0.0%)
	ヘッド・スペースーガスクロマトグラフ質量分析法	31	4 (12.9%)	0 (0.0%)
	固相抽出ーガスクロマトグラフ質量分析法	70	10 (14.3%)	0 (0.0%)

※1 欠測等の結果未提出や無効回答の機関があったため、参加機関数と一致しない。

※2 Zスコアの絶対値が3以上の機関数。

※3 変動係数は塩素酸については10%、ジェオスミン及び2-メチルイソボルネオールについては20%を超えた機関数。

(2) 水道事業者等

水道事業者等における検査結果の統計値を表4に示す。統一試料による調査の結果、参加した136機関のうち、塩素酸、ジェオスミン及び2-メチルイソボルネオールの3項目のいずれか1項目でZスコアの絶対値が3以上※となった機関数は24機関、2項目で3以上となった機関数は8機関、3項目とも3以上となった機関は5機関であった。変動係数が規定値を超えた機関は1機関であった。

※塩素酸について、棄却後室間平均値に対する誤差率が±10%を超えていない機関は含めていない。

表4 水道事業者等の検査結果の統計値

項目	分析方法	水道事業者等		
		検査機関数 ※1	統計値が一定以上の機関数	
			Zスコア ※2	変動係数 ※3
塩素酸	イオンクロマトグラフ法	135	20 (14.8%)	1 (0.7%)
ジェオスミン	ページ・トラップーガスクロマトグラフ質量分析法	84	8 (9.5%)	1 (1.2%)
	ヘッド・スペースーガスクロマトグラフ質量分析法	24	3 (12.5%)	0 (0.0%)
	固相抽出ーガスクロマトグラフ質量分析法	24	4 (16.7%)	0 (0.0%)
2-メチルイソボルネオール	ページ・トラップーガスクロマトグラフ質量分析法	84	11 (13.1%)	0 (0.0%)
	ヘッド・スペースーガスクロマトグラフ質量分析法	24	4 (16.7%)	0 (0.0%)
	固相抽出ーガスクロマトグラフ質量分析法	24	5 (20.8%)	0 (0.0%)

※1 欠測等の結果未提出や無効回答の機関があったため、参加機関数と一致しない。

※2 Zスコアの絶対値が3以上の機関数。なお、塩素酸については、棄却後室間平均値に対する誤差率が±10%を超えていない機関は数に含めていない。

※3 変動係数は塩素酸については10%、ジェオスミン及び2-メチルイソボルネオールについては20%を超えた機関数。

(3) 衛生研究所等

衛生研究所等における検査結果の統計値を表5に示す。統一試料による調査の結果、参加した 42 機関のうち、塩素酸、ジェオスミン及び2-メチルイソボルネオールの 3 項目のいずれか 1 項目でZスコアの絶対値が 3 以上となった機関数は 2 機関、2 項目で 3 以上となった機関数は 1 機関、3 項目とも 3 以上となった機関はなかった。変動係数が規定値を超えた機関は 3 機関であった。

表5 衛生研究所等の検査結果の統計値

項目	分析方法	衛生研究所等		
		検査 機関数 ※1	統計値が一定以上の 機関数	
			Zスコア ※2	変動係数 ※3
塩素酸	イオンクロマトグラフ法	42	2 (4.8%)	1 (2.4%)
ジェオスミン	パーティトラップーガスクロマトグラフ質量分析法	18	0 (0.0%)	0 (0.0%)
	ヘッド・スペースーガスクロマトグラフ質量分析法	4	0 (0.0%)	0 (0.0%)
	固相抽出ーガスクロマトグラフ質量分析法	17	1 (5.9%)	1 (5.9%)
2-メチルイソボルネオール	パーティトラップーガスクロマトグラフ質量分析法	18	0 (0.0%)	0 (0.0%)
	ヘッド・スペースーガスクロマトグラフ質量分析法	4	0 (0.0%)	0 (0.0%)
	固相抽出ーガスクロマトグラフ質量分析法	17	1 (5.9%)	1 (5.9%)

※1 欠測等の結果未提出や無効回答の機関があったため、参加機関数と一致しない。

※2 Zスコアの絶対値が3以上の機関数。

※3 変動係数は塩素酸については 10%、ジェオスミン及び2-メチルイソボルネオールについては 20%を超えた機関数。

4 Zスコアの絶対値が3以上となるなどした機関における原因とその改善策の検討内容

今回の外部精度管理調査において、塩素酸、ジェオスミン及び2-メチルイソボルネオール（IMB）の3項目のいずれかでZスコアの絶対値が3以上となった機関、変動係数が塩素酸については10%、ジェオスミン及び2-メチルイソボルネオールについては20%を超過した機関に対して、その原因と改善策について回答を求めるアンケート調査を実施した。検査機関から提出された主な回答は以下のとおりである。

ただし、以下の改善策は個々の機関の考察によるものであり、この改善策が必ずしも有効とは限らない。

(1) 登録検査機関

原因	改善策
標準液の調製方法が不適切であった。	<ul style="list-style-type: none"> 適切な定量用器具を使用する。 標準作業書に定められたとおり調製する。
標準原液が劣化していた。	<ul style="list-style-type: none"> 使用期限を明確に定めた。 標準試料の分析時に、既往の分析結果と比較して濃度変化を確認するようにした。
分析機器の保守管理の不備、分析機器の部品の劣化があった。	<ul style="list-style-type: none"> 正常動作及び感度確認のために、点検項目を見直した。 異なる機器等を使用して検査ができるようバックアップ体制を整える。
分離カラムの分離能力に不足があった。	<ul style="list-style-type: none"> 使用する分離カラムの仕様を変えた。
試料送付後、分析まで時間がかかりすぎている。	<ul style="list-style-type: none"> 事前に分析業務を調整し、試料受領後速やかに分析を開始する。
前処理における試薬添加量や脱水・濃縮操作に不備があった。	<ul style="list-style-type: none"> 試薬添加量を見直した。 脱水時間や濃縮時のガス吹き付け強度を見直した。
GC-MSの真空度が不十分であった。	<ul style="list-style-type: none"> 装置起動後、測定開始までの時間を十分とる。
イオンクロマトグラフへの注入量が不足し、十分な感度で分析できなかった。	<ul style="list-style-type: none"> 注入量の見直しを行った。

検量線の濃度範囲を広く取りすぎた。	<ul style="list-style-type: none"> 低濃度試料の場合は、検量線濃度範囲を低くする。
単位間違い等、結果書への記入ミスがあった。	<ul style="list-style-type: none"> 複数人により確認するなど、チェック体制の強化を図る。

(2) 水道事業者等

原因	改善策
標準液の調製方法が不適切であった。	<ul style="list-style-type: none"> 標準試料の分析時に、既往の分析結果と比較して調製ミスが感知できるようにした。 適切な定量用器具を使用する。
標準原液が劣化していた。	<ul style="list-style-type: none"> 使用期限を明確に定めた。
分析機器の保守管理の不備、分析機器の部品の劣化があった。	<ul style="list-style-type: none"> 分析機器の保守点検、修理や更新を実施する。 部品の定期的な洗浄、交換を実施する。 点検項目を見直した。
分析機器に汚染があった。	<ul style="list-style-type: none"> 定期的に機器及び部品の洗浄を行う。
固相カラムに注入する試料量が不足していた。	<ul style="list-style-type: none"> 試料量を見直した。
前処理における脱水操作に不備があった。	<ul style="list-style-type: none"> 脱水時間を見直した。
ピーク面積の算出方法が不適切であった。	<ul style="list-style-type: none"> ピーク面積の取り方について複数人のチェックを行う。 ピーク形状を確認し、自動分割が適切か確認する。
標準液内の妨害物質(硝酸イオン等)のため、適切なピーク面積の算出ができなかった。	<ul style="list-style-type: none"> ピークの自動検出設定を変更した。 妨害物質が分離できるカラムに変更する。
検量線の濃度範囲を広く取りすぎた。	<ul style="list-style-type: none"> 低濃度試料の場合は、検量線濃度範囲を低くする。 標準作業書にしたがった標準液調製を徹底する。
検量線作成のための標準液分析と試料分析の間に時間差があった。	<ul style="list-style-type: none"> 同日中に試料分析と標準液分析を行う。 検量線については、過去の分析時の検量線と比較し、適切か判断する。
単位間違い等、結果書への記入ミスがあった。	<ul style="list-style-type: none"> 複数人により確認するなど、チェック体制の強化を図る。

(3) 衛生研究所等

原因	改善策
分析機器の保守管理の不備、分析機器の部品の劣化があった。	<ul style="list-style-type: none">交換期間を定めた。
排水分析も実施しており、分析機器に汚染があった。	<ul style="list-style-type: none">分離カラム等の洗浄を行う。
分離カラムの分離能力に不足があった。	<ul style="list-style-type: none">対象項目の分離に適したカラムを使用するようにした。
前処理における脱水操作に不備があった。	<ul style="list-style-type: none">脱水操作の方法を見直した。
ピーク面積の算出方法が不適切であった。	<ul style="list-style-type: none">面積ではなく、高さを用いて定量を行う。ピーク検出手動ではなく、解析ソフト等による自動検出で行う。
濃縮に伴う補正をせずに結果書へ記入した。	<ul style="list-style-type: none">複数人により確認するなど、チェック体制の強化を図る。

5 評価

(1) 概要

Zスコアの絶対値が3以上となるなどした原因として、多くの機関が、分析機器・構成部品や標準物質の管理が不適切であったこと、各検査機関で定めている検査手法が不適切又は定めている内容が不十分であったこと、検査結果のチェック体制が不十分であったことなどを挙げていた。

また、実地調査においては、標準作業書の整備が不十分である機関、標準作業書どおり検査を実施していない機関が多く見られるといった問題点があった。実効性のある標準作業書の整備とそれに基づく検査が実施されていることを確認できるチェック体制の充実が必要である。

水道水質検査における信頼性保証体制のより一層の充実を図るためには、組織全体として以下の事項について取り組んでいくことが重要である。

- ・適切かつ実効性のある標準作業書の整備及び運用の徹底。
- ・分析機器や標準物質の管理状況のチェック体制の充実。
- ・検査結果のチェック体制の充実。
- ・教育訓練による水質検査及びその精度管理に対する知識の蓄積と意識の向上。
- ・内部・外部精度管理等の結果の検査体制へのフィードバック。

なお、水道事業者及び衛生研究所等においては、精度管理の措置の実施は法令上定められていないが、当該機関の検査体制に応じ、精度管理の取り組みを自主的に取り入れていくことが望まれる。

(2) 検査結果

1) 無機物・有機物共通事項

Z スコアの絶対値が3以上となるなどした原因について、無機物項目及び有機物項目共通して挙げられた事項として、以下の内容が多かった。

- ①分析機器の保守管理の不備、機器構成部品の劣化
- ②標準液の調製ミス、標準原液の劣化
- ③検量線濃度範囲が不適切
- ④分析結果の記入ミス
- ⑤ピーク面積の算出方法が不適切

①の機器構成部品の劣化に対する改善策として、当該部品の交換を行ったのみで終わっている機関があった。しかしながら、本来、正常な感度が保たれていない状況で分析が行われること自体を防止する必要があることから、当該部品の劣化等による感度変動が分析前にわかるよう日常点検等の見直しも図るべきである。また、これを機に当該部品以外のものについても、機器の感度に影響する部品等については、点検項目に組み込む又は定期的に交換するなどの措置を検討すべきであろう。

②については、市販品の標準原液に使用期限が明記されていなかったため、これらの使用期限に留意していなかった機関や、標準作業書に定められた方法で調製していなかった機関があった。標準原液・標準液は濃度算出の唯一の拠り所であり、その管理や調製操作は適切に行うことが重要であるため、それらが確実に実行されるよう徹底する必要がある。

③については、高すぎる濃度の標準液を用いている機関が多く、中には水質基準値の5倍以上高い濃度のものを使用している機関もあった。こうした場合、検量線が高濃度の点の影響を大きく受けるため、今回の統一試料のような低濃度試料の測定結果は正確性に欠けると考えられる。また、高濃度の標準液の点において検出器の感度の飽和が見られる機関もあった。検量線の濃度範囲は、まず直線性が確保できる範囲を設定すべきである。さらに、必要に応じて低濃度試料用の検量線範囲を設定し、使い分けることをルール化しておくことも有効と考えられる。

④については、単位の取り違いによるものが非常に多かった。人為的ミスに対するチェック体制について再度点検し、必要に応じて改善する必要がある。

⑤については、ピーク面積の取り方が不適切であったとする機関が多かったが、分析チャートを確認したところ、ピークにテーリングが見られる機関や他のイオンとの分離が不十分(特に無機物)である機関が見受けられた。こうした場合においては、ピーク面積の取り方だけではなく、分離カラムが不適切である可能性も検討すべきである。またピーク面積の算出についても、安易に自動算出で得た値をそのまま採用するのではなく、分析後、チャートを点検し、適切な感度で分析がなされたことを確認し、必要に応じてピーク面積を算出し直すべきである。さらに、複数人で検査結果をチェックする際には、これら結果の算出根拠となるデータも併せてチェックすることが望ましい。

2) 無機物

塩素酸分析で特徴的に見られた事項として、Z スコアの絶対値が 3 以上となるなどした機関において、使用している標準液中の硝酸イオンや臭化物イオンと塩素酸イオンとの分離が不十分である機関が見られた。

これに対して、前述したとおり、単にピーク面積の取り方が不適切であったとして、ピークの不分離自体は問題視しなかった機関もあった。まずは良好に分離できる状態に改善する対策を行うべきである。

塩素酸の分析については、硝酸態窒素及び亜硝酸態窒素、フッ素並びに塩化物イオンの各測定対象成分の分析に影響がないことを確認した上で、これらと塩素酸との一斉分析が可能であることとしている。これは、試料に添加するエチレンジアミンによるフッ素測定の妨害を想定していたため、条件付きで一斉分析を認めたものであったが、このことに加え、今回の調査で、硝酸イオンと塩素酸イオンとが互いに測定を妨害する可能性が示唆された。このときに当該検査機関で使用されていた分離カラムが測定上適切なものであったかは不明であるが、こうした現象が起こりうることについて留意する必要があると考えられる。使用する標準液に

についても、塩素酸測定に影響を及ぼす成分が含まれていないものを使用すべきと考えられる。

3) 有機物

ジェオスミン及び2-メチルイソボルネオール分析において特徴的に見られた事項として、Zスコアの絶対値が3以上となるなどした機関において、固相抽出における脱水・濃縮操作が不適切であったことを原因として挙げる機関が多く見られた。

脱水時間や濃縮ガス吹きつけ強度等を明確に定め、標準作業書に反映させる対応をとった機関が多かったが、一部の機関においては、もともと行われた脱水・濃縮操作が検査方法告示に規定されている方法と異なっているケース、さらには、見直された方法についても、検査方法告示に逸脱した方法となっているケースが見られた。

原因追及において、まずは検査方法告示に定める方法で検査が行われているのかを確認すべきであり、対策として見直した方法についても検査方法告示に逸脱しない範囲で検討しなくてはならない。

4) 実地調査

(1) 改善すべき事項について

実地調査の結果、対象機関の状況に関する問題点で特に多かったものは、標準作業書が実効性のあるものになっていないこと、標準作業書どおり検査を実施していないことであった。そのほか、教育訓練の内容・対象に関すること、内部監査の実施方法・内容に関すること、標準原液の管理体制に関すること、分析機器の点検・メンテナンスに関することに問題点・改善が望ましい点が見られた。

良好な水質検査体制を構築するためには、まず、標準作業書の確実な整備・運用徹底及びチェック体制の充実が必要であると考えられる。また、各検査員の検査技術の向上を目的とした教育訓練の実施、さらには、標準原液や検査機器を適切な状態で管理するための体制の充実が必要であると考えられる。

① 標準作業書の整備状況とその遵守状況について

すべての対象機関において、標準作業書が作成されてはいたが、以下のように記載内容が十分に整備されていない機関が多く見られた。

- ・検査方法告示の記載そのままに近く、実際に検査を行う際の操作手順、標準液の調製方法、分析条件、注意点等が具体的に記載されていない。

- ・実際に行われている検査手法と異なる方法が記載されている。

- ・検査方法告示と異なる・検量線の濃度範囲が広すぎるなど不適切な内容となっている。

また、標準作業書に従った検査が実施されていない機関も多く見られた。これは標準作業書の改訂が適切に行われていないために、実際の検査方法と乖離が生じている機関が多いようであった。水質検査部門管理者又は検査区分責任者は、標準作業書に基づき適切に検査が実施されていることを確認しなければならないこととなっており、このチェック体制が十分に機能していれば、必要に応じて

標準作業書の改訂を行うことでこうした標準作業書と実際の検査方法の乖離は生じないものと考えられる。

標準作業書の整備は、主たる担当者が不在の場合でも検査精度を保つことができるようにするなど、検査精度確保のための措置の一つである。したがって、公定法どおりに検査が実施できるように標準作業書を整備することはもとより、すべての検査員が同等の精度で検査結果が出せるよう実効性のある標準作業書を整備しておく必要がある。さらに、各検査員が標準作業書に基づく検査を適切に実施したことを確認できるチェック体制の充実が必要である。

② 標準原液の管理体制について

標準原液の管理体制が不十分又は改善が望ましい機関が見られた。具体的には標準原液の調製日や購入日、濃度、使用期限、使用量・残量等を記録した管理簿等を整備していない、標準原液を常温で保管している、標準原液の有効期限を設定していないなどといった状況が見られた。

容器に使用期限、濃度、保管条件等の事項を記入するだけでなく、管理簿等を整備することで、それぞれの標準原液の使用状況や調製日・購入日からの経過時間等がチェックしやすくなる。劣化した標準原液使用の未然防止に資するものと考えられるため、こうした管理体制を整備することが望ましい。また市販の標準原液については、購入日だけでなく開封日も記録することが望ましい。

③ 分析機器の点検内容について

すべての対象機関において、分析機器の日常点検が行われており、ほとんどの機関で点検結果が記録されていた。ただし、点検内容が外観点検等の良否のみで判断・記録する項目のみで、機器の稼働や感度等の状態に関連する数値記録をとる項目が全くない機関が多々あった。

こうした良否のみの記録では、徐々に変化・劣化する機器の状態を的確に把握できないため、機器の不具合の発生等が分析開始直前まで予見できないことが想定される。機器の稼働・感度等の状態に関連する数値を記録しておき、中長期的な経時変化を確認しておけば、機器の不具合発生についてもある程度予見でき、機器の不具合を未然に防止する手段をとることも可能であると考えられる。機器の不具合による検査業務の中断を避けるためにも、こうした点検項目を加え、未然に不具合発生の防止に努めることが望ましい。

④ 教育訓練の実施状況について

教育訓練の対象が検査員のみで部門管理者まで含めたものを実施していない機関、内容が不十分である機関、実施頻度が非常に少ない機関が見られた。

教育訓練は水質検査の技術的事項やその精度の確保に対する意識の向上や知識の蓄積を行うために有効な手段のひとつであるが、より良い効果を得るためにもその内容を充実させる必要がある。また部門管理者に対しても教育訓練を実施することで、水質検査機関として高い信頼性を確保することが可能となる。また、教育訓練の実施により得られた結果を記録に残し、その内容を検査体制へフィードバックすることが重要であり、こうした体制を整備することが望まれる。

⑤ 内部監査の実施状況について

内部監査の実施体制や監査内容について改善が望ましい機関が見られた。具体的には被監査部門に属する者又は当該部門と密接に関連した者が監査を行っている機関、監査内容が検査の管理体制に係る形式的な事項にとどまる機関が見られた。

水質検査機関における内部監査は、水質検査業務の適切な実施の確保のために構築したシステムが適切・有効に運営されていたかをチェックするために行うものである。したがって、形式的な事項だけでなく、水質検査自体が適正に行われているかに関する事項についても監査内容として取り入れていくべきである。また公平性を確保して監査を実施するために、被監査部門と直接関係のない者を監査員として実施するべきである。

⑥ 精度を確保できなかった原因及びその改善策について

検査精度を確保できなかった原因及びその改善策について、検討不足又は不適切である機関が見られた。外部精度管理調査の目的の1つとして、結果が悪かった場合にその原因を迫り適切な是正処置を実施することで検査精度の向上を図ることが挙げられる。効果的な是正処置につなげるためにも原因の究明は重要であり、また究明された原因に対して、根本的な改善となる対策でなければ適切な是正処置とは言えない。外部精度管理調査の目的を十分に認識し、検査精度の向上のために活用することが望まれる。

(2) 良好な取組事例について

対象機関において見られた良好な取組事例を以下に示す。検査機関においては、これらの事例も参考にされたい。

- ・ 標準作業書について、検査にあたっての注意事項、具体的な使用器具、フローチャート化した操作手順、検量線の相関係数や感度の判断基準、結果の処理方法等十分な内容を含む詳細なものが作成されていた。
- ・ 日常的に機器の感度等に関連する数値情報を複数点検・記録し、異常と判断する明確な数値基準を設け管理している。
- ・ 検査結果のチェック体制について、検査結果だけでなく、その根拠となる分析チャート類を含めて、別の検査員及び検査区分責任者のダブルチェック体制が取られている。さらに、その書類をチェック段階ごとに定められたラックに格納することによって、担当者間の書類のやりとりに混乱が生じないよう工夫している。
- ・ 検査結果のチェック体制について、信頼性確保部門によるバックデータの確認を含めた詳細なチェックを行っている。

6 個々の登録検査機関における精度管理調査の結果

今年度の調査結果に基づき、以下の評価基準により登録検査機関を階層化した。

(1) 対象機関

今年度の調査に参加した 211 機関(登録番号 1～227)。

(2) 評価基準

今年度の精度管理調査の結果に基づき、以下のS, A, B, Cの4つの階層に分けた。

S：全項目（物質）のZスコア評価が「満足」であった機関

A：全項目（物質）のZスコア評価に「不満足」及び欠測がなかった機関（但し、Sを除く）

B：Zスコア評価に「不満足」又は欠測があり、是正措置を講じた機関（但し、Cを除く）

C：過去3カ年に水道法第20条の12に基づく改善命令を受けた機関

なお、過去1年間に不適合業務に係る改善指示を発出した機関にはS及びAは付与しないこととした。

(3) 評価結果

階層化の結果を下表に示す。S又はAに分類された機関は170機関であった。一方、Bに分類された機関は41機関であり、今後もより一層の技術水準の向上に努めることが望まれる。S又はAに該当する機関は、別表5及び別表6のとおりである。また、当該年度の結果だけでなく、継続的に精度が確保されていることもより重要である。平成19年度及び平成18年度の階層化結果をそれぞれ別表7～8及び別表9～10に示す。

なお、精度管理調査の結果のみならず、精度管理のための各機関における取り組み(GLP等)も重要である。

また、精度管理調査結果に基づく登録検査機関の階層化は今後も実施し、公表する予定である。

評価結果	登録検査機関
S	146 機関 (69.2%)
A	24 機関 (11.4%)
B	41 機関 (19.4%)
C	0 機関 (0.0%)
合計	211 機関

(参考1) Zスコアについて

Zスコアとは、極端な結果(異常値など)の影響を最小にしつつ各データのばらつき度合いを算出するために考案された「ロバストな統計手法」による統計量のことであり、ISO/IEC ガイド43-1(JIS Q 0043-1)に規定されているものである。具体的には、

$$Z = (x - X) / s$$

で表される。ここで

x = 各データ X = データの第2四分位数(中央値)

$s = 0.7413 \times (\text{データの第3四分位数} - \text{データの第1四分位数})$

であり、また、データの第*i*四分位数とは、 N 個のデータを小さい順に並べた時の $[(i(N-1)/4)+1]$ 番目のデータを示す。(小数の場合はデータ間をその割合で補完して求める)

Zスコアの評価基準は、以下のとおりとした。

$|Z| \leq 2$: 満足
 $2 < |Z| < 3$: 疑義有り
 $3 \leq |Z|$: 不満足

Zスコアは検査結果のバラツキを見るための指標であり、3以上であることが直接的に精度が確保できなかったと判断することはできない。例えば検査結果全体のばらつきが小さい時に、平均値からわずかに外れた検査結果のZスコアの絶対値が3以上になる場合がある。

(参考2) 平成20年度水道水質検査精度管理検討会構成員(役職は平成20年度時点)

(50音順、敬称略)

(座長) 安藤 正典 武蔵野大学 薬学部教授

(委員) 伊佐治知明 名古屋市上下水道局 技術本部施設部水質調整主幹
大沼 国彦 仙台市水道局 給水部水質検査課水質第二係主査
橋高 雷太 東京都水道局 水質センター検査課理化学担当係長
久保田領志 国立医薬品食品衛生研究所 環境衛生化学部主任研究官
小坂 浩司 国立保健医療科学院 水道工学部水質管理室研究員
小林 利男 東京都水道局 水質センター検査課生物係長
塩出 貞光 大阪市水道局 工務部水質試験所副参事兼担当係長(試験)
佐藤 雄典 社団法人日本水道協会 工務部水質課水質専門監
高須 豊 横浜市水道局 水質課水質相談係長
西村 哲治 国立医薬品食品衛生研究所 環境衛生化学部長
長谷川一夫 神奈川県衛生研究所 理化学部専門研究員

(参考3) 平成21年度水道水質検査精度管理検討会構成員(50音順、敬称略)

(座長) 安藤 正典 武蔵野大学 環境学部客員教授

(委員) 伊佐治知明 名古屋市上下水道局 技術本部施設部水質調整主幹
大沼 国彦 仙台市水道局 浄水部水質検査課水質第二係主査
橋高 雷太 東京都水道局 水質センター検査課理化学担当係長
久保田領志 国立医薬品食品衛生研究所 環境衛生化学部主任研究官
小坂 浩司 国立保健医療科学院 水道工学部水質管理室研究員
塩出 貞光 大阪市水道局 工務部水質試験所副参事兼担当係長(試験)
佐藤 雄典 社団法人日本水道協会 工務部水質課水質専門監
高須 豊 横浜市水道局 水質課水質相談係長
杉本 直樹 国立医薬品食品衛生研究所 環境衛生化学部第三室長
長谷川一夫 神奈川県衛生研究所 理化学部専門研究員

(別紙)

- ・測定結果の統計値 (別表 1)
- ・測定結果一覧 (登録検査機関) (別表 2)
- ・測定結果一覧 (水道事業者等) (別表 3)
- ・測定結果一覧 (衛生研究所等) (別表 4)
- ・Zスコアのヒストグラム (別図 1～3)
- ・平成20年度水道水質検査の精度管理調査において
 - Sに該当する機関一覧 (登録検査機関) (別表 5)
 - Aに該当する機関一覧 (登録検査機関) (別表 6)
- ・平成19年度水道水質検査の精度管理調査において
 - Sに該当する機関一覧 (登録検査機関) (別表 7)
 - Aに該当する機関一覧 (登録検査機関) (別表 8)
- ・平成18年度水道水質検査の精度管理調査において
 - Sに該当する機関一覧 (登録検査機関) (別表 9)
 - Aに該当する機関一覧 (登録検査機関) (別表 10)

※ 本資料において、別表1～10まで省略