

平成 28 年度水道水質検査精度管理のための統一試料調査結果

厚生労働省医薬・生活衛生局
生活衛生・食品安全部水道課

目次

1	調査対象機関	- 3 -
2	調査の方法	- 4 -
3	調査結果	- 8 -
 (別紙)		
・(別表 1)	統一試料調査結果一覧	- 29 -
・(別表 2)	「第 1 群」と評価された登録水質検査機関	- 40 -
・(別表 3)	「第 2 群」と評価された登録水質検査機関	- 44 -
・(別表 4)	「要改善」と評価された登録水質検査機関	- 45 -
・(別表 5)	「第 1 群」と評価された水道事業体等及び衛生研究所等	- 46 -
・(別表 6)	「第 2 群」と評価された水道事業体等及び衛生研究所等	- 50 -
・(別表 7)	「要改善」と評価された水道事業体等及び衛生研究所等	- 51 -

(別添) 検査方法告示に基づく検査の実施状況について

1. 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、水道水質検査精度管理のための統一試料調査（以下、「外部精度管理調査」）を実施している。平成28年度は、下の機関（合計432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（212機関）
- ・水道事業者等の水質検査機関で本調査に参加する意向を示した機関（172機関）
- ・衛生研究所等の地方公共団体で本調査に参加する意向を示した機関（48機関）

2. 外部精度管理調査は、参加機関に対して測定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。）で規定される方法で統一試料の測定を実施し、その結果を回収する方法で行った。今回の測定対象項目は、以下の4項目である。

- ・無機物2項目：六価クロム化合物、銅及びその化合物
- ・有機物2項目：ジクロロ酢酸、トリクロロ酢酸

3. 統一試料の測定の結果、Grubbs検定^{*1}により棄却された機関数等は以下のとおりであった。

	六価クロム化合物			銅及びその化合物		
	参加機関数	棄却機関数	棄却率	参加機関数	棄却機関数	棄却率
登録水質検査機関	212	1	0.5%	212	5	2.4%
水道事業者等	172	7	4.1%	172	8	4.7%
衛生研究所等	41	3	7.3%	42	2	4.8%

	ジクロロ酢酸			トリクロロ酢酸		
	参加機関数	棄却機関数	棄却率	参加機関数	棄却機関数	棄却率
登録水質検査機関	212	6	2.8%	212	2	0.9%
水道事業者等	151	3	2.0%	156	2	1.3%
衛生研究所等	33	1	3.0%	33	1	3.0%

4. Grubbs検定により棄却され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）標準作業書の不備、不足、（改善策）実効性のある標準作業書の作成
- ・（原因）標準作業書にない操作、（改善策）標準作業書の徹底
- ・（原因）機器の不調、（改善策）保守点検整備の基準明確化、定期的な部品の清掃及び交換
- ・（原因）試験操作のミス（改善策）標準作業書の見直し及び教育訓練
- ・（原因）試料や器具の管理不良（改善策）規程、標準作業書の見直し

5. 本調査に参加した水質検査機関 432 機関について、統一試料調査の結果を踏まえ階層化（第 1 群、第 2 群、要改善の 3 段階^{※2}）した。この結果、第 1 群は 369 機関（85.4%）、第 2 群は 31 機関（7.2%）、要改善は 32 機関（7.4%）であった。
6. 水道水質検査精度管理検討会において、4. の回答や実地調査等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確保体制をより一層充実させるには、以下の事項が重要であると考えられた。
- ・ 検査方法告示に基づき、かつ機関ごとのノウハウを反映した実効性のある標準作業書の整備。
 - ・ 標準作業書に基づく検査の確実な実施と、その実施状況をチェックする体制の充実。
 - ・ 検査結果の確認に際して、チェック担当者が検査実施状況を追跡できるような記録の作成。
 - ・ 是正処置の適切な取組及びその周知による技術力及び信頼性の向上。
 - ・ 内部・外部精度管理結果の検査体制・標準作業書へのフィードバック。
 - ・ 計量器具類を含む検査機器、試薬類及び標準物質の適切な保守管理。
 - ・ 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。

※1：JIS Z8402 及び ISO5725 に規定されている一般的な分析結果に関する数値的な外れ値の検定方法。

※2：厚生労働省水道課に設置した「水質検査の信頼性確保に関する取組検討会」からの提言を踏まえ、平成 22 年度に従来の統一試料の z スコア等による S、A、B、C の 4 段階評価から、統計分析結果に加えて検査結果への影響が大きいとされた違反事項等を考慮した評価に変更した。平成 28 年度外部制度管理調査では、下記の 3 段階評価とした。

第 1 群：実施要領及び細則に基づき精度管理が実施され、統計分析（Grubbs 検定）で棄却されず、検査結果への影響が大きいとされた違反事項がなかった（疑義がないと判断された）機関。

第 2 群：統計分析（Grubbs 検定）で棄却されなかったが、実施要領及び細則並びに告示からの逸脱が見られ、水道水質検査精度管理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機関。統計分析（Grubbs 検定）で棄却された機関で、水道水質検査精度管理検討会にて、測定結果が適切と判断された機関。

要改善：統計分析（Grubbs 検定）で棄却された又は検定の対象外となった機関で、測定結果が不適切と判断された機関。

1. 調査対象機関

平成 28 年度水道水質検査精度管理のための統一試料調査(以下「外部精度管理調査」という。)は、次の 432 機関を対象として実施した。

- 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水質検査機関（以下「登録水質検査機関」という。）212 機関。
- ② 水道事業者又は水道用水供給事業者が自己又は共同で所有する水質検査機関（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 172 機関。
- 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 48 機関。

調査参加機関数を表 1.1 に示す。なお、平成 23 年度の調査から、有機物又は無機物のどちらか一方のみでの参加も認めている。

表 1.1 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		212	172 (21)	48 (21)	432 (42)
試 料 別	無機試料	212	172 (21)	42 (15*)	426 (36)
	有機試料	212	151	33 (6)	396 (6)

※()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。

*銅のみ参加の一機関を含む。

2. 調査方法

(1) 統一試料調査

1) 調査方法

検査対象物質を一定濃度に調製した統一試料（表 2.1）を参加機関に送付し、参加機関において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（以下検査方法告示という。）に従い測定を行い、その結果を回収し分析した。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、それぞれが通常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 項目のうち、以下を対象検査項目とした。

- 無機物（2項目）：六価クロム化合物並びに銅及びその化合物
- 有機物（2項目）：ジクロロ酢酸及びトリクロロ酢酸

検査対象項目の設定濃度を表 2.2 に示す。

表 2.1 統一試料の概要

測定項目	送付量	容器材質	個数	備考
六価クロム化合物 銅及びその化合物	3L	ポリエチレンびん	1	1% (v/v) 硝酸水溶液※
ジクロロ酢酸 トリクロロ酢酸	350mL	ガラスびん	1	

※ 有害金属測定用硝酸(60～62%(v/v))により調製

表 2.2 検査対象項目の設定濃度

検査対象項目		試料設定濃度 ($\mu\text{g/L}$)	水質基準値 ($\mu\text{g/L}$)
六価クロム化合物	A	5.90	50
	B	7.70	
	C	9.50	
銅及びその化合物	A	190	1000
	B	150	
	C	110	
ジクロロ酢酸	A	6.80	30
	B	4.50	
トリクロロ酢酸	A	4.50	30
	B	6.80	

(2) 結果に問題があった機関に対する原因究明及び改善策の報告

いずれかの項目で Grubbs 検定により棄却された機関 (32 機関) に対して、その原因と改善策について回答を求めた。

併せて、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機関 (31 機関) に対して改善を求めた。

なお、「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機関」とは、以下の事項に該当する機関である。

○無機物

- 01 加熱処理をしていない
- 02 測定対象物質を検査方法告示と異なる波長又は質量数で測定している
- 03 空試験を実施していない
- 04 標準液を用時調製していない
- 05 検水の希釈倍率が不足しているため、検査方法告示に定める検水の濃度範囲の上限を超えている又は検量線が検査方法告示に定める検水の濃度範囲の上限を超えている

○有機物

- 06 脱水操作を実施していない
- 07 標準液を用時調製していない
- 08 検水の希釈倍率が不足しているため、検査方法告示に定める検水の濃度範囲の上限を超えている又は検量線が検査方法告示に定める検水の濃度範囲の上限を超えている

※項目番号は、報告書別表 1 の逸脱コードに対応している。

(3) 実地調査

Grubbs 検定でいずれかの項目の測定値が棄却された登録水質検査機関のうち 4 機関を対象に、日常業務確認調査と併せて実施した。実地調査において、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、評価項目一覧表 (表 2.3) に基づき確認した。

また、実施調査の対象としなかった 8 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確認した。

表 2.3 評価項目一覧表

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
<input type="checkbox"/> 原因の分析方法は適切で、原因の特定に取り組んでいるか。 <input type="checkbox"/> 特定された原因は確からしいか。（追加の試験による検証） <input type="checkbox"/> 特定された原因若しくは原因究明過程で明らかになった問題点について水質検査部門管理者が把握し、必要な措置を講じているか。（標準作業書の改訂、検査員への周知徹底） <input type="checkbox"/> 信頼性確保部門管理者の適切な関与が認められるか。（是正処置を含む今回調査の結果の水質検査部門管理者への文書による報告） <input type="checkbox"/> 是正処置の記録はなされているか。
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。
<input type="checkbox"/> 作業書が検査方法告示から逸脱していないか。（基準改正に伴う改訂がなされているか）※ <input type="checkbox"/> 作業書の内容が、検査方法告示を踏まえ、機関毎に検討した検査条件、注意事項及びノウハウが明記されているか。（値の処理方法、記録の作成要領、使用試薬、使用器具、機器条件、検量線の必要点数）。 <input type="checkbox"/> 作業書が必要な場所に配置されているか。（配置していない場合はどのように担保されているかを確認） <input type="checkbox"/> 作業書から逸脱した検査を行っていないか。（検査員等に手順を確認する等） <input type="checkbox"/> 水質検査部門管理者若しくは検査区分責任者により、作業書に基づき検査が適切に実施されていることの確認が行われているか。（検査記録の確認等具体的な確認方法を確認） <input type="checkbox"/> （上記チェック事項の確認を検査区分責任者が行う場合、）水質検査部門管理者は、その確認内容を把握し、講ずべき措置について検査区分責任者と共有しているか。
③ 試料の採取及び管理は適切か。
<input type="checkbox"/> 検査方法告示に基づく容器により試料採取されているか。 <input type="checkbox"/> 試料採取時の汚染防止対策や、必要な試薬の添加がなされているか。 <input type="checkbox"/> 試料の保存のために必要な試薬が添加されているか。 <input type="checkbox"/> 試料は唯一のものとして識別できるか。（検査員が識別できるよう表示等されているか） <input type="checkbox"/> 試料は適切に保存されているか。（冷暗所保存）
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。
<input type="checkbox"/> 日常点検、定期点検、故障時対応の記録があるか。※ <input type="checkbox"/> 日常点検、定期点検、故障時対応が実施されているか。 <input type="checkbox"/> 日常点検、定期点検、故障時対応の実施内容は適切か。また、機器の責任者、点検者が明確になっているか。
⑤ 試薬等の管理体制は十分か。
<input type="checkbox"/> 試薬等の管理の記録（管理台帳等）はなされているか。※ <input type="checkbox"/> 試薬等に入手日、開封日、使用期限、保存条件が明記されているか。 <input type="checkbox"/> 試薬等の管理方法は適切か。（毒物の管理（粉体及び液体）、標準試薬の管理） <input type="checkbox"/> 試薬等の保管方法は適切か。（暗所保存にも関わらず常温放置していないか、試料水等と同じ保冷庫で管理されていないか）
⑥ 試験室は整理整頓されているか。
<input type="checkbox"/> 十分に整理整頓されているか。（試料や試薬の汚染防止及び事故防止の工夫がされているか）

<input type="checkbox"/> 検査機器の設置場所は良好な環境が確保されているか。 <input type="checkbox"/> 使用する試薬の他の検査への影響が考慮されているか。 <input type="checkbox"/> 検査廃液は適切に処理されているか。
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
<input type="checkbox"/> 高濃度試料は水道水試料と適切に区分して保管されているか。 <input type="checkbox"/> 高濃度試料は水道水試料と適切に区分して前処理されているか。(使用器具の区別、前処理場所の区分、時間の区分) <input type="checkbox"/> 高濃度試料は水道水試料と適切に区分して検査されているか。(使用器具の区別、機器の洗浄、検査時間の区分)
⑧ 内部精度管理を実施しているか。
<input type="checkbox"/> 内部精度管理の計画、実施に関する記録はなされているか。※ <input type="checkbox"/> 内部精度管理を定期的に行われるための計画がなされているか。また計画に基づき実施されているか。 <input type="checkbox"/> 内部精度管理の実施内容は適切か。(水道水として適切な濃度か、対象者が限定的(新入社員のみ)でないか) <input type="checkbox"/> 内部精度管理の結果について、信頼性確保部門管理者から水質検査部門管理者への文書での報告がなされているか。

※は重要なチェック項目

3. 調査結果

(1) 外部精度管理調査の統計分析結果

今年度の調査における統計分析結果を表3.1に示す。

六価クロム化合物については、試料設定濃度A5.90 μ g/L、B7.70 μ g/L、C9.50 μ g/Lに対して、棄却機関を除く参加者の測定値（5回平均値）の平均値は、A5.93 μ g/L、B7.72 μ g/L、C9.52 μ g/Lと良好な結果が得られた。

銅及びその化合物については、試料設定濃度A190 μ g/L、B150 μ g/L、C110 μ g/Lに対して、棄却機関を除く参加者の測定値（5回平均値）の平均値は、A189.7 μ g/L、B149.8 μ g/L、C109.5 μ g/Lと良好な結果が得られた。

ジクロロ酢酸については、試料設定濃度A6.80 μ g/L、B4.50 μ g/Lに対して、棄却機関を除く参加者の測定値（5回平均値）の平均値は、A6.75 μ g/L、B4.62 μ g/Lと良好な結果が得られた。

トリクロロ酢酸については、試料設定濃度A4.50 μ g/L、B6.80 μ g/Lに対して、棄却機関を除く参加者の測定値（5回平均値）の平均値は、A4.47 μ g/L、B6.92 μ g/Lと、良好な結果が得られた。

表3.1 今年度調査における統計分析結果

項目	試料		平均値 (μ g/L)	標準偏差 (SD) (μ g/L)	変動係数 (RSD) (%)	最大値 (μ g/L)	中央値 (μ g/L)	最小値 (μ g/L)	設定濃度に対する平均値の割合 (%)
	ロット	設定濃度							
六価クロム化合物	A	5.90	5.93	0.17	2.87	6.49	5.93	5.41	100.5
	B	7.70	7.72	0.24	3.09	8.41	7.70	6.99	100.2
	C	9.50	9.52	0.25	2.62	10.2	9.52	8.92	100.2
銅及びその化合物	A	190	189.7	5.93	3.13	207	190	171	99.8
	B	150	149.8	4.06	2.71	160	150	138	99.9
	C	110	109.5	3.38	3.09	120	109	98.6	99.5
ジクロロ酢酸	A	6.80	6.75	0.34	4.98	7.86	6.74	5.71	99.3
	B	4.50	4.62	0.33	7.21	5.75	4.60	3.53	102.8
トリクロロ酢酸	A	4.50	4.47	0.25	5.64	5.23	4.49	3.65	99.4
	B	6.80	6.92	0.41	5.94	8.12	6.89	5.66	101.7

(2) 棄却機関数及び統計値が一定値以上の機関数（六価クロム化合物）

六価クロム化合物の調査における棄却機関数及び z スコアの絶対値が3以上の機関の詳細を表3.2に示す。機関別でみると、棄却機関の割合は衛生研究所等（7.3%）が最も高く、水道事業者等（4.1%）も登録水質検査機関（0.5%）に比べて高い傾向が認められた。 z スコア3以上の機関の割合は水道事業者等が4.7%、登録水質検査機関が3.8%及び衛生研究所等が2.4%となり、大きな差は見られなかった。

表3.2 棄却機関数及び統計値が一定値以上の機関数（六価クロム化合物）

全体

分析方法	検査機関数	Grubbs検定 棄却機関数		統計値が一定以上の機関数					
				zスコア ※1		zスコア ※2		変動係数 ※3	
フレームレスー原子吸光度計による一斉分析法(別表第3)	20	3	15.0%	2	10.0%	2	10.0%	0	0.0%
フレームー原子吸光度計による一斉分析法(別表第4)	1	0	0.0%	0	0.0%	0	0.0%	0	0.0%
誘導結合プラズマ発光分光分析装置による一斉分析法(別表第5)	37	2	5.4%	4	10.8%	4	10.8%	0	0.0%
誘導結合プラズマ質量分析装置による一斉分析法(別表第6)	367	6	1.6%	11	3.0%	11	3.0%	0	0.0%
合計	425	11	2.6%	17	4.0%	17	4.0%	0	0.0%

登録水質検査機関

分析方法	検査機関数	Grubbs検定 棄却機関数		統計値が一定以上の機関数					
				zスコア ※1		zスコア ※2		変動係数 ※3	
フレームレスー原子吸光度計による一斉分析法(別表第3)	5	0	0.0%	0	0.0%	0	0.0%	0	0.0%
フレームー原子吸光度計による一斉分析法(別表第4)	0	0	-	0	-	0	-	0	-
誘導結合プラズマ発光分光分析装置による一斉分析法(別表第5)	29	1	3.4%	3	10.3%	3	10.3%	0	0.0%
誘導結合プラズマ質量分析装置による一斉分析法(別表第6)	178	0	0.0%	5	2.8%	5	2.8%	0	0.0%
合計	212	1	0.5%	8	3.8%	8	3.8%	0	0.0%

水道事業者等

分析方法	検査機関数	Grubbs検定 棄却機関数		統計値が一定以上の機関数					
				zスコア ※1		zスコア ※2		変動係数 ※3	
フレームレスー原子吸光度計による一斉分析法(別表第3)	11	2	18.2%	2	18.2%	2	18.2%	0	0.0%
フレームー原子吸光度計による一斉分析法(別表第4)	0	0	-	0	-	0	-	0	-
誘導結合プラズマ発光分光分析装置による一斉分析法(別表第5)	5	0	0.0%	1	20.0%	1	20.0%	0	0.0%
誘導結合プラズマ質量分析装置による一斉分析法(別表第6)	156	5	3.2%	5	3.2%	5	3.2%	0	0.0%
合計	172	7	4.1%	8	4.7%	8	4.7%	0	0.0%

衛生研究所等

分析方法	検査 機関数	Grubbs検定 棄却機関数		統計値が一定以上の機関数					
				zスコア ※1		zスコア ※2		変動係数 ※3	
フレームレスー原子吸光光度計による 一斉分析法(別表第3)	4	1	25.0%	0	0.0%	0	0.0%	0	0.0%
フレームー原子吸光光度計による 一斉分析法(別表第4)	1	0	0.0%	0	0.0%	0	0.0%	0	0.0%
誘導結合プラズマ発光分光分析装置 による一斉分析法(別表第5)	3	1	33.3%	0	0.0%	0	0.0%	0	0.0%
誘導結合プラズマー質量分析装置による 一斉分析法(別表第6)	33	1	3.0%	1	3.0%	1	3.0%	0	0.0%
合 計	41	3	7.3%	1	2.4%	1	2.4%	0	0.0%

ロットA

分析方法	検査 機関数	Grubbs検定 棄却機関数		統計値が一定以上の機関数					
				zスコア ※1		zスコア ※2		変動係数 ※3	
フレームレスー原子吸光光度計による 一斉分析法(別表第3)	7	1	14.3%	1	14.3%	1	14.3%	0	0.0%
フレームー原子吸光光度計による 一斉分析法(別表第4)	0	0	-	0	-	0	-	0	-
誘導結合プラズマ発光分光分析装置 による一斉分析法(別表第5)	12	0	0.0%	1	8.3%	1	8.3%	0	0.0%
誘導結合プラズマー質量分析装置による 一斉分析法(別表第6)	122	3	2.5%	5	4.1%	5	4.1%	0	0.0%
合 計	141	4	2.8%	7	5.0%	7	5.0%	0	0.0%

ロットB

分析方法	検査 機関数	Grubbs検定 棄却機関数		統計値が一定以上の機関数					
				zスコア ※1		zスコア ※2		変動係数 ※3	
フレームレスー原子吸光光度計による 一斉分析法(別表第3)	8	0	0.0%	1	12.5%	1	12.5%	0	0.0%
フレームー原子吸光光度計による 一斉分析法(別表第4)	0	0	-	0	-	0	-	0	-
誘導結合プラズマ発光分光分析装置 による一斉分析法(別表第5)	12	0	0.0%	2	16.7%	2	16.7%	0	0.0%
誘導結合プラズマー質量分析装置による 一斉分析法(別表第6)	121	1	0.8%	4	3.3%	4	3.3%	0	0.0%
合 計	141	1	0.7%	7	5.0%	7	5.0%	0	0.0%

ロットC

分析方法	検査 機関数	Grubbs検定 棄却機関数		統計値が一定以上の機関数					
				zスコア ※1		zスコア ※2		変動係数 ※3	
フレームレスー原子吸光光度計による 一斉分析法(別表第3)	5	2	40.0%	0	0.0%	0	0.0%	0	0.0%
フレームー原子吸光光度計による 一斉分析法(別表第4)	1	0	0.0%	0	0.0%	0	0.0%	0	0.0%
誘導結合プラズマ発光分光分析装置 による一斉分析法(別表第5)	13	2	15.4%	1	7.7%	1	7.7%	0	0.0%
誘導結合プラズマー質量分析装置による 一斉分析法(別表第6)	124	2	1.6%	2	1.6%	2	1.6%	0	0.0%
合 計	143	6	4.2%	3	2.1%	3	2.1%	0	0.0%

※1 zスコアの絶対値が3以上の機関数

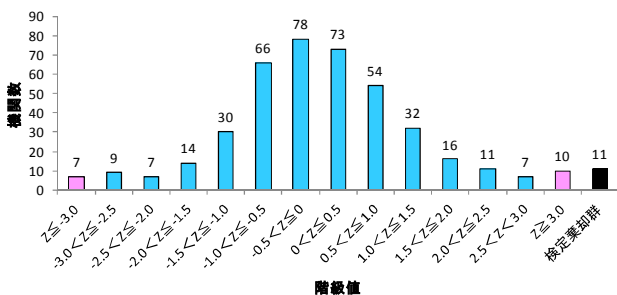
※2 zスコアの絶対値が3以上かつ測定値が中央値±10%以内の機関数

※3 変動係数が10%を超えた機関数

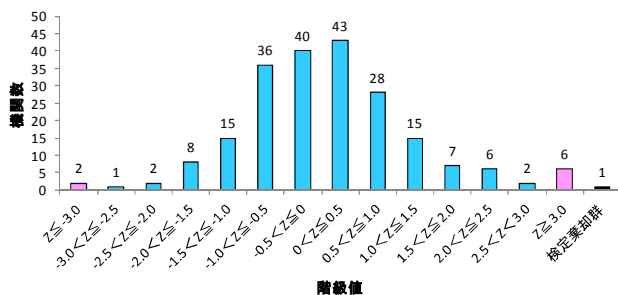
(3) zスコアのヒストグラム (六価クロム化合物)

六価クロム化合物の調査における z スコアのヒストグラムを図3.1に示す。機関別におけるヒストグラムは、登録検査機関及び水道事業者は概ね正規分布したが、機関数が少ない衛生研究所等については、分散した分布となった。検査方法別では、使用機関の多い別表第6 (ICP-MS 一斉分析法) は概ね正規分布したが、機関数が少ない別表第5 (ICP-AES 一斉分析法) 及び別表第3 (FL-AAS 一斉分析法) はピークがプラス側にシフトする結果となった。試料ロットごとのヒストグラムについては、概ね正規分布したが、濃度の一番高い試料ロットCに比べ、試料ロットA及びBは幅広く分布した。

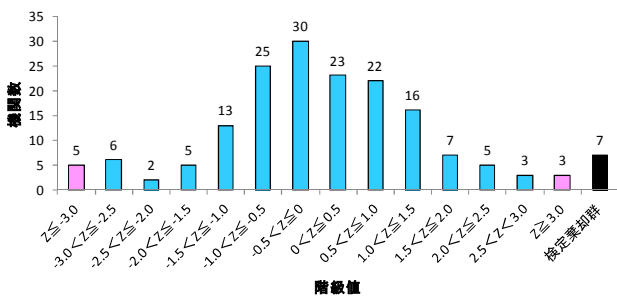
六価クロム・zスコア(全体)



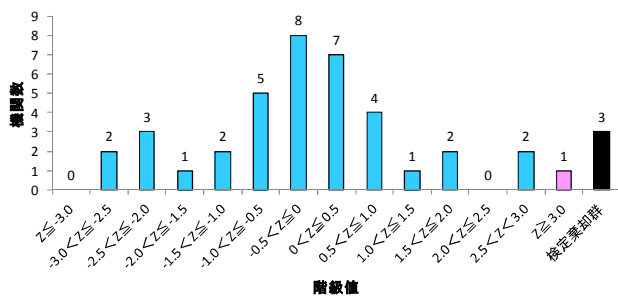
六価クロム・zスコア(登録水質検査機関)



六価クロム・zスコア(水道事業者等)



六価クロム・zスコア(衛生研究所等)



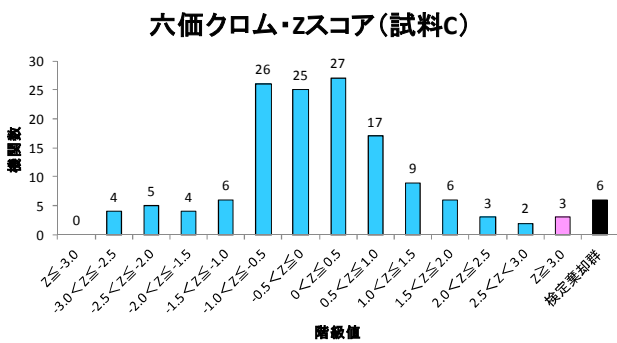
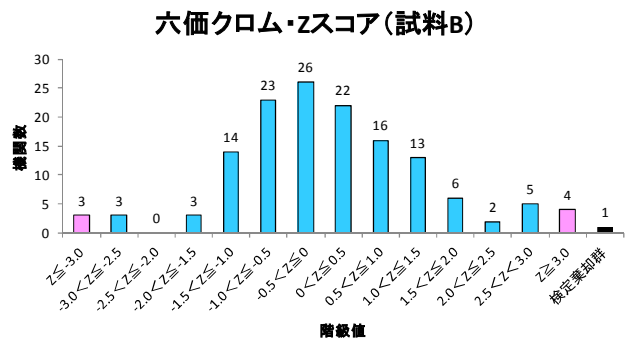
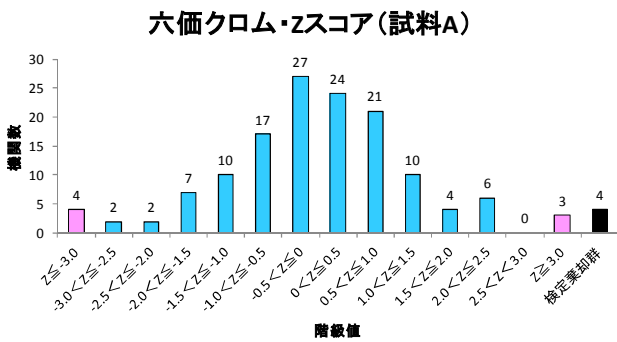
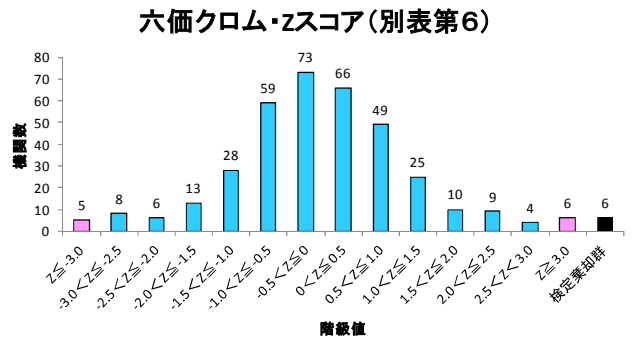
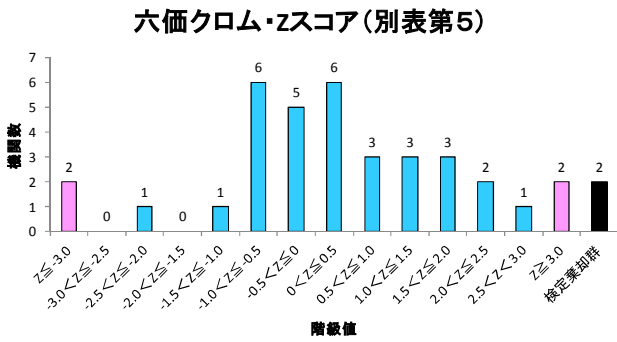
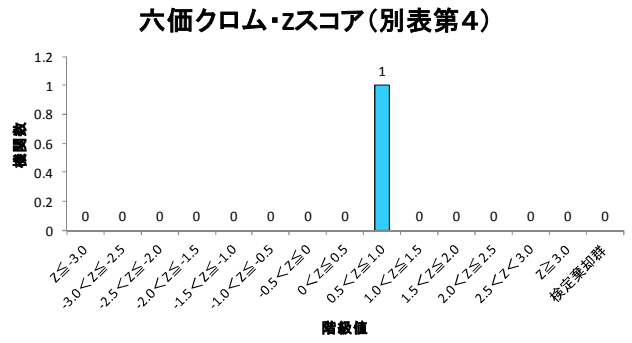
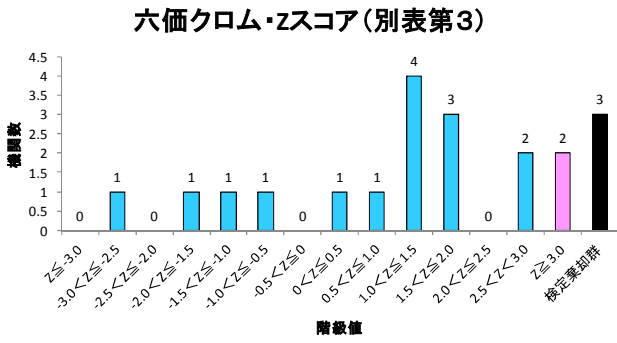


図 3.1 z スコアのヒストグラム (六価クロム化合物)

(4) 棄却機関数及び統計値が一定値以上の機関数（銅及びその化合物）

銅及びその化合物の調査における棄却機関数及び z スコアの絶対値が 3 以上の機関の詳細を表3.3に示す。機関別でみると、棄却機関の割合は衛生研究所等（4.8%）及び水道事業者等（4.7%）が登録水質検査機関（2.4%）に比べて高い傾向が認められた。z スコア 3 以上の機関の割合は水道事業者等が 5.8%と、登録水質検査機関（1.4%）及び衛生研究所等（0%）に比べて高くなっていた。

表3.3 棄却機関数及び統計値が一定値以上の機関数（銅及びその化合物）

全体

分析方法	検査機関数	Grubbs検定棄却機関数		統計値が一定以上の機関数					
				zスコア ※1		zスコア ※2		変動係数 ※3	
フレームレスー原子吸光度計による一斉分析法(別表第3)	13	1	7.7%	1	7.7%	1	7.7%	0	0.0%
フレームー原子吸光度計による一斉分析法(別表第4)	8	0	0.0%	0	0.0%	0	0.0%	0	0.0%
誘導結合プラズマ発光分光分析装置による一斉分析法(別表第5)	39	4	10.3%	2	5.1%	2	5.1%	1	2.6%
誘導結合プラズマ質量分析装置による一斉分析法(別表第6)	366	10	2.7%	10	2.7%	10	2.7%	0	0.0%
合計	426	15	3.5%	13	3.1%	13	3.1%	1	0.2%

登録水質検査機関

分析方法	検査機関数	Grubbs検定棄却機関数		統計値が一定以上の機関数					
				zスコア ※1		zスコア ※2		変動係数 ※3	
フレームレスー原子吸光度計による一斉分析法(別表第3)	2	0	0.0%	0	0.0%	0	0.0%	0	0.0%
フレームー原子吸光度計による一斉分析法(別表第4)	2	0	0.0%	0	0.0%	0	0.0%	0	0.0%
誘導結合プラズマ発光分光分析装置による一斉分析法(別表第5)	31	2	6.5%	1	3.2%	1	3.2%	0	0.0%
誘導結合プラズマ質量分析装置による一斉分析法(別表第6)	177	3	1.7%	2	1.1%	2	1.1%	0	0.0%
合計	212	5	2.4%	3	1.4%	3	1.4%	0	0.0%

水道事業者等

分析方法	検査機関数	Grubbs検定棄却機関数		統計値が一定以上の機関数					
				zスコア ※1		zスコア ※2		変動係数 ※3	
フレームレスー原子吸光度計による一斉分析法(別表第3)	9	1	11.1%	1	11.1%	1	11.1%	0	0.0%
フレームー原子吸光度計による一斉分析法(別表第4)	3	0	0.0%	0	0.0%	0	0.0%	0	0.0%
誘導結合プラズマ発光分光分析装置による一斉分析法(別表第5)	5	1	20.0%	1	20.0%	1	20.0%	0	0.0%
誘導結合プラズマ質量分析装置による一斉分析法(別表第6)	155	6	3.9%	8	5.2%	8	5.2%	0	0.0%
合計	172	8	4.7%	10	5.8%	10	5.8%	0	0.0%

衛生研究所等

分析方法	検査 機関数	Grubbs検定 棄却機関数	統計値が一定以上の機関数						
			zスコア ※1		zスコア ※2		変動係数 ※3		
フレームレスー原子吸光光度計による 一斉分析法(別表第3)	2	0	0.0%	0	0.0%	0	0.0%	0	0.0%
フレームー原子吸光光度計による 一斉分析法(別表第4)	3	0	0.0%	0	0.0%	0	0.0%	0	0.0%
誘導結合プラズマ発光分光分析装置 による一斉分析法(別表第5)	3	1	33.3%	0	0.0%	0	0.0%	1	33.3%
誘導結合プラズマー質量分析装置による 一斉分析法(別表第6)	34	1	2.9%	0	0.0%	0	0.0%	0	0.0%
合 計	42	2	4.8%	0	0.0%	0	0.0%	1	2.4%

ロットA

分析方法	検査 機関数	Grubbs検定 棄却機関数	統計値が一定以上の機関数						
			zスコア ※1		zスコア ※2		変動係数 ※3		
フレームレスー原子吸光光度計による 一斉分析法(別表第3)	6	1	16.7%	1	16.7%	1	16.7%	0	0.0%
フレームー原子吸光光度計による 一斉分析法(別表第4)	0	0	0.0%	0	0.0%	0	0.0%	0	0.0%
誘導結合プラズマ発光分光分析装置 による一斉分析法(別表第5)	13	0	0.0%	1	7.7%	1	7.7%	0	0.0%
誘導結合プラズマー質量分析装置による 一斉分析法(別表第6)	123	3	2.4%	2	1.6%	2	1.6%	0	0.0%
合 計	142	4	2.8%	4	2.8%	4	2.8%	0	0.0%

ロットB

分析方法	検査 機関数	Grubbs検定 棄却機関数	統計値が一定以上の機関数						
			zスコア ※1		zスコア ※2		変動係数 ※3		
フレームレスー原子吸光光度計による 一斉分析法(別表第3)	5	0	0.0%	0	0.0%	0	0.0%	0	0.0%
フレームー原子吸光光度計による 一斉分析法(別表第4)	3	0	0.0%	0	0.0%	0	0.0%	0	0.0%
誘導結合プラズマ発光分光分析装置 による一斉分析法(別表第5)	14	3	21.4%	0	0.0%	0	0.0%	0	0.0%
誘導結合プラズマー質量分析装置による 一斉分析法(別表第6)	119	2	1.7%	6	5.0%	6	5.0%	0	0.0%
合 計	141	5	3.5%	6	4.3%	6	4.3%	0	0.0%

ロットC

分析方法	検査 機関数	Grubbs検定 棄却機関数	統計値が一定以上の機関数						
			zスコア ※1		zスコア ※2		変動係数 ※3		
フレームレスー原子吸光光度計による 一斉分析法(別表第3)	2	0	0.0%	0	0.0%	0	0.0%	0	0.0%
フレームー原子吸光光度計による 一斉分析法(別表第4)	5	0	0.0%	0	0.0%	0	0.0%	0	0.0%
誘導結合プラズマ発光分光分析装置 による一斉分析法(別表第5)	12	1	8.3%	1	8.3%	1	8.3%	1	8.3%
誘導結合プラズマー質量分析装置による 一斉分析法(別表第6)	124	5	4.0%	2	1.6%	2	1.6%	0	0.0%
合 計	143	6	4.2%	3	2.1%	3	2.1%	1	0.7%

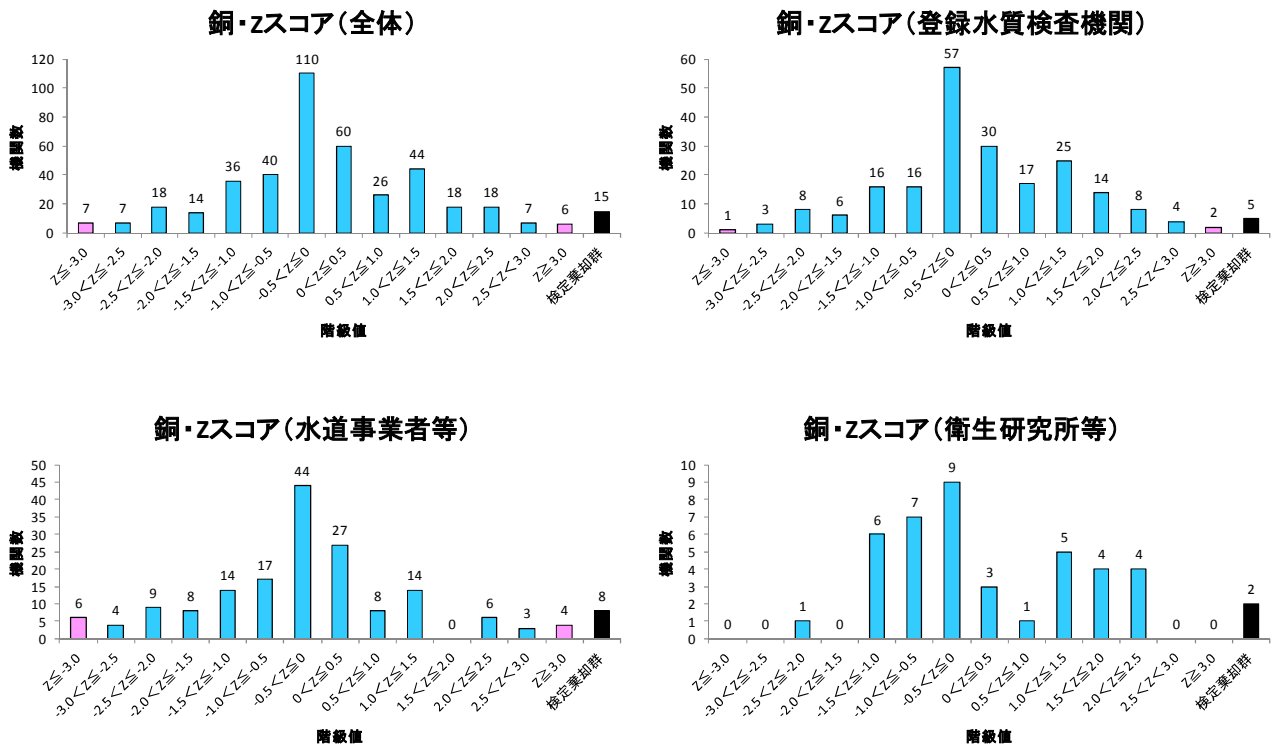
※1 zスコアの絶対値が3以上の機関数

※2 zスコアの絶対値が3以上かつ測定値が中央値±10%以内の機関数

※3 変動係数が10%を超えた機関数

(5) zスコアのヒストグラム (銅及びその化合物)

銅及びその化合物の調査における z スコアのヒストグラムを図3.2に示す。機関別におけるヒストグラムは、登録検査機関及び水道事業者は概ね正規分布したが、機関数が少ない衛生研究所等では、幅広く分布した。検査方法別では、使用機関の多い別表第6 (ICP-MS 一斉分析法) は概ね正規分布したが、機関数が少ない別表第5 (ICP-AES 一斉分析法) 及び別表第3 (FL-AAS 一斉分析法) は幅広く分布する結果となった。試料ロット別のヒストグラムでは、全体的に正規分布したが、設定濃度が一番低い試料ロットCでプラス側に小さなピークが見られた。



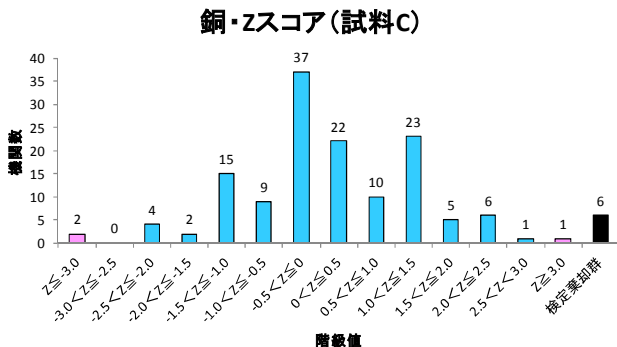
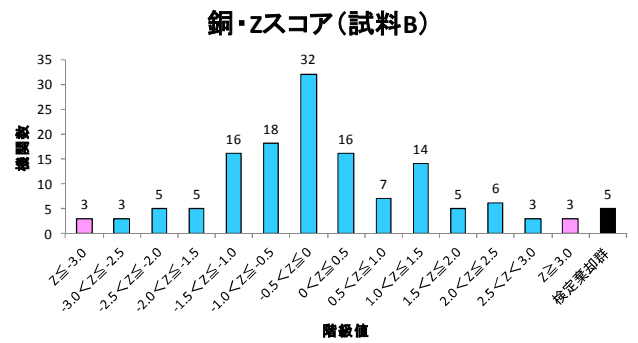
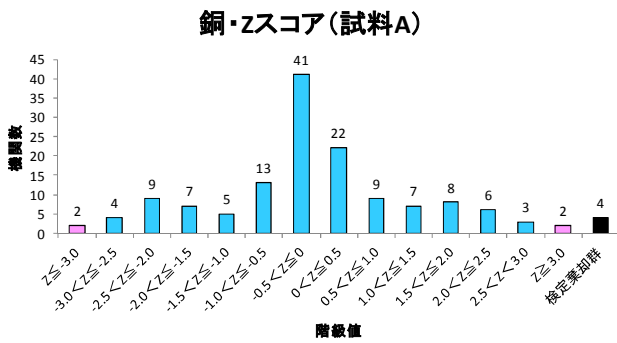
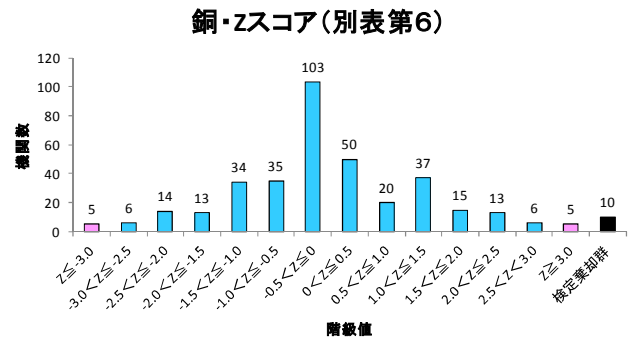
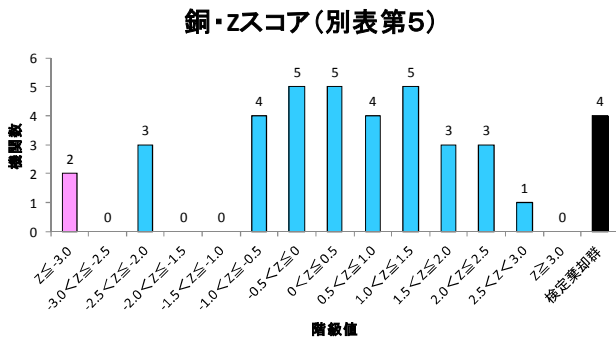
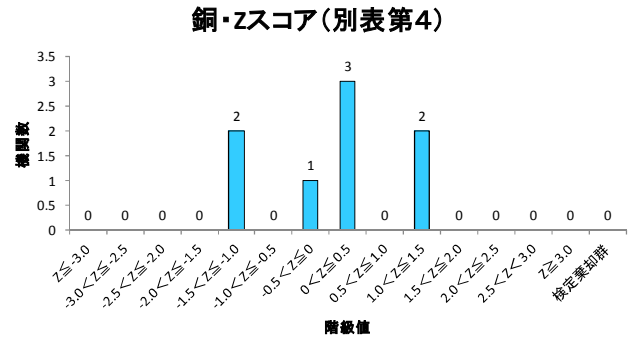
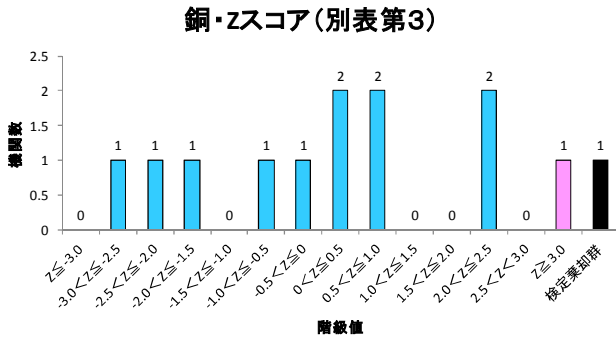


図3.2 zスコアのヒストグラム (銅及びその化合物)

(6) 棄却機関数及び統計値が一定値以上の機関数（ジクロロ酢酸）

ジクロロ酢酸の調査における棄却機関及び z スコアの絶対値が3以上の機関の詳細を表3.4に示す。機関別で見ると、棄却機関は衛生研究所等が3.0%、登録水質検査機関が2.8%、水道事業者等が2.0%と大きな差は見られなかった。 z スコア3以上の機関の割合については、衛生研究所等（6.1%）が水道事業者等（3.3%）及び登録水質検査機関（2.4%）に比べて高い結果となった。

表3.4 棄却機関数及び統計値が一定値以上の機関数（ジクロロ酢酸）

全体

分析方法	検査機関数	Grubbs検定 棄却機関数		統計値が一定以上の機関数					
				zスコア ※1		zスコア ※2		変動係数 ※3	
溶媒抽出-誘導体化-ガスクロマトグラフ-質量分析計による一斉分析法 (別表第17)	280	8	2.9%	10	3.6%	10	3.6%	0	0.0%
液体クロマトグラフ-質量分析計による一斉分析法(別表第17の2)	116	2	1.7%	2	1.7%	2	1.7%	0	0.0%
合 計	396	10	2.5%	12	3.0%	12	3.0%	0	0.0%

登録水質検査機関

分析方法	検査機関数	Grubbs検定 棄却機関数		統計値が一定以上の機関数					
				zスコア ※1		zスコア ※2		変動係数 ※3	
溶媒抽出-誘導体化-ガスクロマトグラフ-質量分析計による一斉分析法 (別表第17)	157	5	3.2%	5	3.2%	5	3.2%	0	0.0%
液体クロマトグラフ-質量分析計による一斉分析法(別表第17の2)	55	1	1.8%	0	0.0%	0	0.0%	0	0.0%
合 計	212	6	2.8%	5	2.4%	5	2.4%	0	0.0%

水道事業者等

分析方法	検査機関数	Grubbs検定 棄却機関数		統計値が一定以上の機関数					
				zスコア ※1		zスコア ※2		変動係数 ※3	
溶媒抽出-誘導体化-ガスクロマトグラフ-質量分析計による一斉分析法 (別表第17)	101	3	3.0%	5	5.0%	5	5.0%	0	0.0%
液体クロマトグラフ-質量分析計による一斉分析法(別表第17の2)	50	0	0.0%	0	0.0%	0	0.0%	0	0.0%
合 計	151	3	2.0%	5	3.3%	5	3.3%	0	0.0%

衛生研究所等

分析方法	検査機関数	Grubbs検定 棄却機関数		統計値が一定以上の機関数					
				zスコア ※1		zスコア ※2		変動係数 ※3	
溶媒抽出-誘導体化-ガスクロマトグラフ-質量分析計による一斉分析法 (別表第17)	22	0	0.0%	0	0.0%	0	0.0%	0	0.0%
液体クロマトグラフ-質量分析計による一斉分析法(別表第17の2)	11	1	9.1%	2	18.2%	2	18.2%	0	0.0%
合 計	33	1	3.0%	2	6.1%	2	6.1%	0	0.0%

ロットA

分析方法	検査 機関数	Grubbs検定 棄却機関数	統計値が一定以上の機関数						
			zスコア ※1		zスコア ※2		変動係数 ※3		
溶媒抽出-誘導体化-ガスクロマトグラフ-質量分析計による一斉分析法 (別表第17)	142	4	2.8%	6	4.2%	6	4.2%	0	0.0%
液体クロマトグラフ-質量分析計による一斉分析法(別表第17の2)	55	1	1.8%	2	3.6%	2	3.6%	0	0.0%
合計	197	5	2.5%	8	4.1%	8	4.1%	0	0.0%

ロットB

分析方法	検査 機関数	Grubbs検定 棄却機関数	統計値が一定以上の機関数						
			zスコア ※1		zスコア ※2		変動係数 ※3		
溶媒抽出-誘導体化-ガスクロマトグラフ-質量分析計による一斉分析法 (別表第17)	138	4	2.9%	4	2.9%	4	2.9%	0	0.0%
液体クロマトグラフ-質量分析計による一斉分析法(別表第17の2)	61	1	1.6%	0	0.0%	0	0.0%	0	0.0%
合計	199	5	2.5%	4	2.0%	4	2.0%	0	0.0%

※1 zスコアの絶対値が3以上の機関数

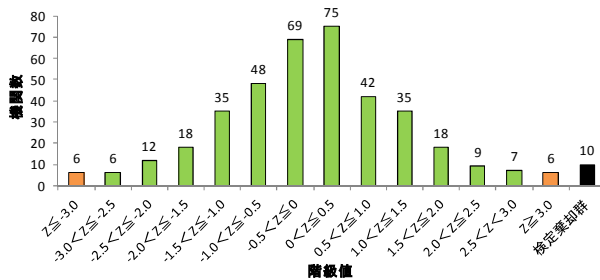
※2 zスコアの絶対値が3以上かつ測定値が中央値±20%以内の機関数

※3 変動係数が20%を超えた機関数

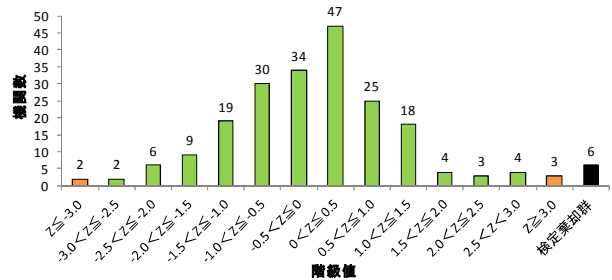
(7) zスコアのヒストグラム (ジクロロ酢酸)

ジクロロ酢酸の調査におけるzスコアのヒストグラムを図3.3に示す。登録水質検査機関及び水道事業者等は正規分布したが、水道事業者等は登録水質検査機関に対しやや中央値付近に偏った分布となった。検査方法別のヒストグラムは、別表第17(SE-D-GC/MS一斉分析法)及び17の2(LC-MS一斉分析法)は正規分布したが、別表第17の方が若干幅広い分布となった。試料ロットごとのヒストグラムでは、濃度の高い試料ロットAはプラス側に、濃度の低い試料ロットBはマイナス側に若干偏る結果となった。

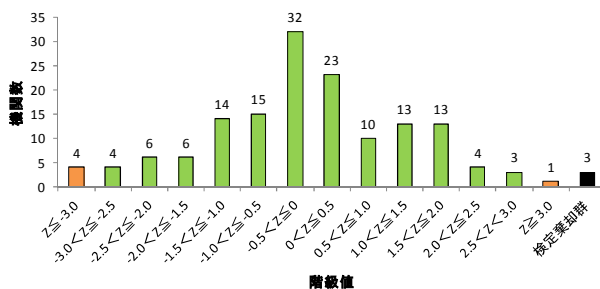
ジクロロ酢酸・zスコア(全体)



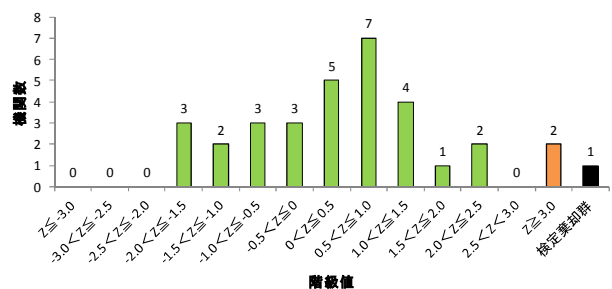
ジクロロ酢酸・zスコア(登録水質検査機関)



ジクロロ酢酸・zスコア(水道事業者等)



ジクロロ酢酸・zスコア(衛生研究所等)



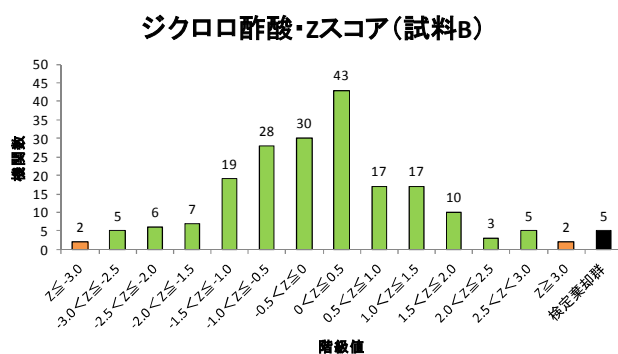
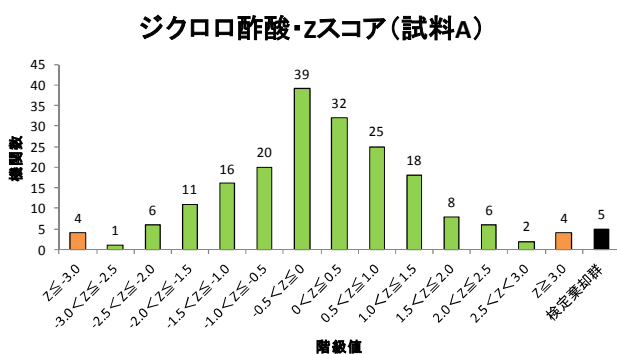
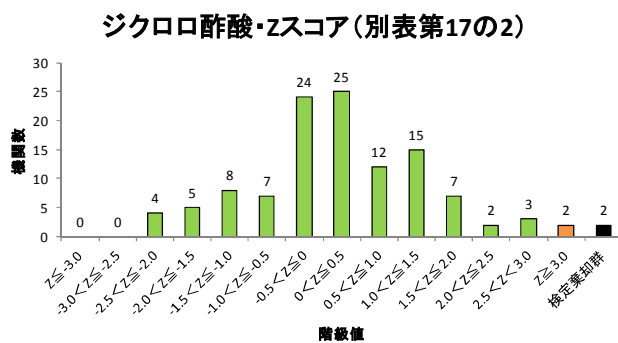
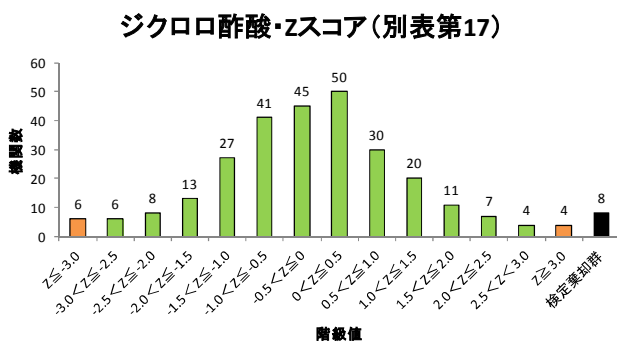


図3.3 zスコアのヒストグラム(ジクロロ酢酸)

(8) 棄却機関数及び統計値が一定値以上の機関数(トリクロロ酢酸)

トリクロロ酢酸の調査における棄却機関及びzスコアの絶対値が3以上の機関の詳細を表3.5に示す。機関別でみると、棄却機関は衛生研究所等(3.0%)が最も高く、次いで水道事業者等(1.3%)、登録検査機関(0.9%)となった。zスコア3以上の機関の割合については、水道事業者等が4.6%となり、登録水質検査機関(1.4%)及び衛生研究所等(0.0%)に比べて高い結果となった。

表3.5 棄却機関数及び統計値が一定値以上の機関数(トリクロロ酢酸)

分析手法	検査機関数	Grubbs検定棄却機関数	統計値が一定以上の機関数						
			zスコア ※1		zスコア ※2		変動係数 ※3		
			機関数	割合	機関数	割合	機関数	割合	
溶媒抽出-誘導体化-ガスクロマトグラフ-質量分析計による一斉分析法(別表第17)	280	4	1.4%	9	3.2%	5	1.8%	1	0.4%
液体クロマトグラフ-質量分析計による一斉分析法(別表第17の2)	116	1	0.9%	1	0.9%	1	0.9%	0	0.0%
合計	396	5	1.3%	10	2.5%	6	1.5%	1	0.3%

登録水質検査機関

分析方法	検査 機関数	Grubbs検定 棄却機関数		統計値が一定以上の機関数					
				zスコア ※1		zスコア ※2		変動係数 ※3	
溶媒抽出-誘導体化-ガスクロマトグラフ-質量分析計による一斉分析法 (別表第17)	157	2	1.3%	2	1.3%	0	0.0%	1	0.6%
液体クロマトグラフ-質量分析計による一斉分析法(別表第17の2)	55	0	0.0%	1	1.8%	1	1.8%	0	0.0%
合 計	212	2	0.9%	3	1.4%	1	0.5%	1	0.5%

水道事業者等

分析方法	検査 機関数	Grubbs検定 棄却機関数		統計値が一定以上の機関数					
				zスコア ※1		zスコア ※2		変動係数 ※3	
溶媒抽出-誘導体化-ガスクロマトグラフ-質量分析計による一斉分析法 (別表第17)	101	2	2.0%	7	6.9%	5	5.0%	0	0.0%
液体クロマトグラフ-質量分析計による一斉分析法(別表第17の2)	50	0	0%	0	0%	0	0.0%	0	0.0%
合 計	151	2	1.3%	7	4.6%	5	3.3%	0	0.0%

衛生研究所等

分析方法	検査 機関数	Grubbs検定 棄却機関数		統計値が一定以上の機関数					
				zスコア ※1		zスコア ※2		変動係数 ※3	
溶媒抽出-誘導体化-ガスクロマトグラフ-質量分析計による一斉分析法 (別表第17)	22	0	0.0%	0	0.0%	0	0.0%	0	0.0%
液体クロマトグラフ-質量分析計による一斉分析法(別表第17の2)	11	1	9.1%	0	0.0%	0	0.0%	0	0.0%
合 計	33	1	3.0%	0	0.0%	0	0.0%	0	0.0%

ロットA

分析方法	検査 機関数	Grubbs検定 棄却機関数		統計値が一定以上の機関数					
				zスコア ※1		zスコア ※2		変動係数 ※3	
溶媒抽出-誘導体化-ガスクロマトグラフ-質量分析計による一斉分析法 (別表第17)	142	0	0.0%	4	2.8%	0	0.0%	0	0.0%
液体クロマトグラフ-質量分析計による一斉分析法(別表第17の2)	55	0	0.0%	0	0.0%	0	0.0%	0	0.0%
合 計	197	0	0.0%	4	2.0%	0	0.0%	0	0.0%

ロットB

分析方法	検査 機関数	Grubbs検定 棄却機関数		統計値が一定以上の機関数					
				zスコア ※1		zスコア ※2		変動係数 ※3	
溶媒抽出-誘導体化-ガスクロマトグラフ-質量分析計による一斉分析法 (別表第17)	138	4	2.9%	5	3.6%	5	3.6%	1	0.7%
液体クロマトグラフ-質量分析計による一斉分析法(別表第17の2)	61	1	1.6%	1	1.6%	1	1.6%	0	0.0%
合 計	199	5	2.5%	6	3.0%	6	3.0%	1	0.5%

※1 zスコアの絶対値が3以上の機関数

※2 zスコアの絶対値が3以上かつ測定値が中央値±20%以内の機関数

※3 変動係数が20%を超えた機関数

(9) zスコアのヒストグラム (トリクロロ酢酸)

トリクロロ酢酸の調査におけるzスコアのヒストグラムを図3.4に示す。全てのヒストグラムにおいて概ね正規分布した。また、機関別にみると、水道事業者等及び衛生研究所等のヒストグラムは幅広く分布しており、登録水質検査機関は中央値付近に分布する形となった。検査方法別のヒストグラムは、概ね正規分布したが、棄却機関は試料ロットBのみで認められた。

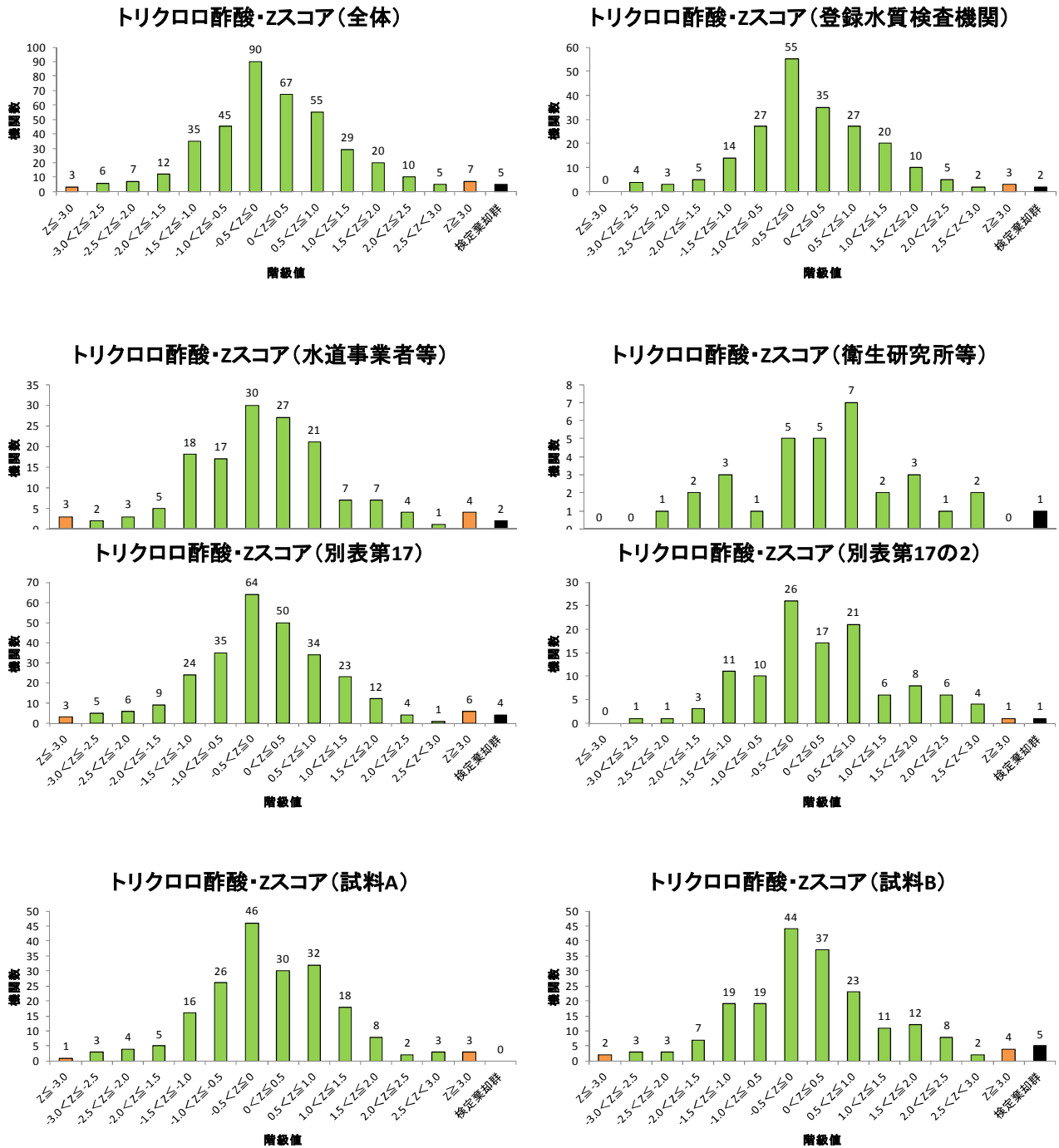


図 3.4 zスコアのヒストグラム (トリクロロ酢酸)

(2) 統一試料の測定結果に問題があった機関に対するアンケート調査結果

1) 対象機関が考える原因とその改善策について

いずれかの項目で Grubbs 検定により棄却された機関に対して、その原因と改善策について回答を求めたところ、主な回答は以下のとおりであった。

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。

表 3.6 対象機関が考える原因と改善策

原因	改善策
検査方法告示によらない操作 ①検査開始の遅延による濃度低下	①告示に従った作業の徹底
標準作業書の不備 ①測定条件が不相当及び検出器の劣化 ②原点を強制通過する検量線作成	①測定条件の改善 ②検量線の切片を確認する
操作上のミス等 ①精度管理調査のため異なる操作を実施 ②標準液の調製濃度誤り ③濃度算出における計算間違い ④常温に戻さず希釈操作を実施 ⑤希釈操作による倍率を濃度計算時に掛け忘れ ⑥試料濃度算出時の空試験値の差し引き ⑦脱水が不十分 ⑧溶離液の調製ミス	①標準作業書に従った操作の徹底 ②前回測定時との強度比較を行う ③— ④作業手順書に明記 ⑤算出過程を複数で確認 ⑥不必要な計算を行わない ⑦室内環境の整備及び操作の見直し ⑧標準作業書に従った操作の徹底
分析機器のメンテナンス、器具の洗浄不足 ①サンプリングコーン・超音波ネブライザー等部品の不良 ②マイクロピペットの精度不足 ③装置のメンテナンス不足 ④器具の洗浄不足 ⑤機器洗浄後安定前に測定	①当該部品の交換 ②精度の確保された器具の使用 ③最適化頻度の増加 ④器具の洗浄を作業手順書に明記 ⑤安定を待ち測定する
実験室内空気からの汚染 ①検量線作成時のコンタミ	①標準作業手順書に汚染防止対策の規定を追加
標準物質・試料等の変質 ①試料保管時の冷却不足 ②高濃度試料による装置の汚染 ③標準試料の劣化	①温度管理の徹底 ②ブランク測定による洗浄回数増加 ③試料取扱標準作業書の改定

2) 改善すべき事項

棄却された原因について、標準作業書の不備が挙げられる。希釈操作に係る規定が未記載等必要な事項が不足している標準作業書が見られた。また、第三者によるチェックや標準作業書の内容に関する周知が不十分であるなど体制的な問題が疑われる機関もあった。希釈操作の実施に伴う濃度計算のミス等は、チェックする担当者が分析操作を追跡できる形となっていないことが原因の一つと思われる。検量線の作成については、下限付近であるため定量が不正確と回答した機関があったが、定量範囲内であればその全ての範囲で妥当性が担保されるべきであり、担保できないのであれば定量範囲を見直すべきである。また、ピークの確認について、個々のデータの確認がされていないなどの不備がある機関については、その他の検査方法における標準作業書についても早急に確認する必要がある。

一方、標準作業書は検査方法告示に沿っていたが、実際は異なる分析操作が行われていた機関があった。検査員が標準作業書どおりに分析を行うことは当然だが、水質検査部門管理者等が作業書どおりに分析が行われているかを確認することも重要である。また、標準作業書に記載のない不測の事態に直面した時に、数値の取扱いや検査中止の判断等組織としてどのように対処するかを予め取り決めてマニュアル化し、それに基づき対処すべきである。

精度不良の原因を分析機器の異常、洗浄不足とし、機器の更新、部品交換等メンテナンスを行い是正処置完了としている機関がみられた。日常点検等は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を防止するために実施するものであり、分析機器の部品の劣化等による感度変動が分析前に明らかになるよう、各検査機関の機械器具保守管理標準作業書において日々の点検項目、分析機器等の良否を判断する基準等を規定し、管理していくことが必要である。その規定に基づき、日常点検及び定期点検などの保守点検の内容（検出感度を含む。）を適切に記録し、不調の兆候が見られた際には即座に対応できるよう準備することが重要である。なお、部品の交換等、機器の検出感度に影響を与えるような作業を実施する場合は、その都度、定量下限値を十分に担保できているか確認するべきである。

また、使用する器具、試薬、試料の取扱いに問題があったとする機関が多く見られた。これらについては各取扱規程や標準作業書を実効性のあるものとする必要がある。

アンケート調査により、棄却された機関の多くが検査方法告示及び標準作業書に基づく適切な検査を実施しておらず、また是正処置の取組も不十分であることが確認された。水道水質検査における信頼性確保体制のより一層の充実を図るにあたっては、組織全体として以下の事項に取り組むべきことを再認識する必要がある。

- ・ 検査方法告示に基づき、かつ機関毎のノウハウを反映した実効性のある標準作業書の整備。
- ・ 標準作業書に基づく検査の確実な実施と、その実施状況をチェックする体制の充実。
- ・ 検査結果の確認に際して、チェック担当者が検査実施状況を追跡できるような記録の作成。
- ・ 是正処置の適切な取組及びその周知による技術力及び信頼性の向上。
- ・ 内部・外部精度管理結果の検査体制・標準作業書へのフィードバック。
- ・ 計量器具類を含む検査機器、試薬類及び標準物質の適切な保守管理。
- ・ 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。

(3) 実地調査結果

実地調査において、「表 2.3 評価項目一覧表」に基づき評価した結果、下記の条件に該当する登録水質検査機関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ないと判断した。

- ・ ①の評価が×である。
- ・ ①の評価が△で、かつ②～⑧の項目において×評価*が1つ以上ある。
- ・ ①の評価は○だが、②～⑧の項目において×評価*が2つ以上ある。
*②～⑧の項目における△評価は、2つ累積した場合に×評価1つと考える。

また、評価項目毎の○、△、×は、チェック事項に明らかに抵触すると検討会で判断されたものが2つ以上ある場合に×、1つである場合に△とする。ただし、表 2.3 にある※が付された重要なチェック事項は、抵触するものが1つであっても×とした。

実地調査の結果、対象機関における問題点で特に多かったのは検査実施標準作業書に関する事項(評価項目番号②)であり、標準作業書から逸脱した検査を行っていたり、水質検査部門管理者又は検査区分責任者により、作業書に基づき検査が適切に実施されていることを確認していなかったりという状況が見られた。

その他、内部精度管理(評価項目番号⑧)については、実施内容が水道水として不適切な濃度であったり、対象者が限定的(新入社員のみ等)であったりする状況が見られた。また、試薬等の管理体制(評価項目番号⑤)についても、毒物の管理(粉体及び液体)、標準試薬の管理が不適切である状況が多く見られた。

良好な水質検査体制を構築するためには、「標準作業書」及び「業務の管理及び精度の確保に関する文書」の確実な整備・運用徹底及びチェック体制の充実が最も重要であり、内部精度管理を適切に実施するとともに、試薬等や試料を適切な状態で管理するための体制も充実させる必要がある。評価項目ごとの改善すべき事項を以下に示す。

1) 今回調査の精度不良に関する改善点の明確化及び是正処置の実施について

精度不良に関する改善点として、検査方法告示の遵守と装置状態の確認が必要と結論付けている機関が多く見られたが、組織としての再発防止の手段が不十分、又は実施されていない機関があった。また、原因特定のための検証が不十分と思われる機関もあり、有効な是正処置の立案や過去の検査結果への影響を評価するためにも追加検証する余地があるのではないかと考えられる。

例えば、日常から分析機器の自動解析処理のまま、クロマトグラフ及び波形処理等を検査員及び水質検査部門管理者とともに確認する体制をとっていなかった機関があった。日頃から標準作業書等に確認方法及び判断基準を明確に規定し、検査員等個人の判断ではなく、水質検査機関の組織として対処する仕組みが必要である。

また、原因究明及び改善対応したにもかかわらず、標準作業書等への反映がみられず、是正処置が確実に実施されていることが確認できなかった機関もあった。外部精度管理調査は、結果が悪かった場合に適切な是正処置を実施し、その内容を適宜標準作業書等に反映させることで、日常の検査精度を向上させることを目的としている。このため、正しく原因究明できる技術の確保に加え、特定された原因に対応する適切な改善策を見出し、直ちに是正処置を実施することが重要である。

水質検査を登録水質検査機関に委託している水道事業者等は、委託先の検査機関を選定する際に、検査機関において是正処置や教育訓練がなされているかも参考とすべきと考えられる。

2) 精度管理実施項目の検査実施標準作業書について

検量線範囲が広すぎる機関や検量線が高濃度側に偏り定量に影響した機関がみられた。これらは幅広い濃度域の検体を測定するために設定していると推察されるが、日頃の検体の濃度域に合わせ、

公比が等間隔になるようバランス良く配置すべきである。また、検量線を原点強制通過で引いている機関もあった。

クロマトグラムの波形を自動処理していたが、検査員が解析結果を確認していなかった機関があった。クロマトグラムの解析はどの試料でも検出ピークのベースラインの引き方を同じにするのが基本であり、検出ピークを1つずつ確認していくことが重要である。ただし、手動解析処理は、検査員の主観が入りやすいため、機器の設定条件を変更して自動積分で適切にベースラインが引けるよう条件を見直すべきである。

標準列を調製する際に器具を取り違え、標準列の濃度が異なってしまった機関もあった。また、精度管理調査のために標準作業書を逸脱して調製した機関もあった。検査方法告示と全く同じ記述が転記されているのみで、具体的な試験操作が記述されていない標準作業書も散見された。これについては、標準作業書に使用する器具等を具体的に明記するとともに、それに基づいて試験を行っていけば、問題が生じなかったと考えられる。

水道法施行規則において、1) 検査機関は検査方法告示及び自ら作成した標準作業書に基づき検査を行うこと、2) 検査機関の水質検査部門管理者又は検査区分責任者は標準作業書を確実に運用するために適切な関与を行うこととされている。標準作業書に基づき作業をしないと、水質検査機関の精度が保てないだけでなく、問題が発生した時に原因究明の機会を逸してしまうことになる。そのことを十分に理解し、日常の水質検査における実施体制等の見直しを行わなければならない。

また、検査方法告示の改訂を反映させるため、また、検査精度を維持するための各検査機関のノウハウを反映させるためにも、標準作業書を定期的に改定することが重要である。

3) 試料の採取及び管理について

採取容器に依頼者名は記載されているが、採取日の記載が無く、同一依頼者から採取日の異なる検体が搬入された際に混同の恐れがある機関があった。また、試料の保存期間を決めておらず、廃棄の記録もない機関があった。採取容器には試料が混同しないよう依頼者又は施設の名称、採取年月日時等を記載し、試料が唯一のものとして識別できるように管理するとともに、試料取扱標準作業書に試料の廃棄の方法を規定すること。

試料が高濃度試料と同一の冷蔵庫となっている機関があったが、試料汚染防止のための適切な措置を講じて保管するべきである。

4) 検査機器のメンテナンスについて

日常点検、定期点検の実施記録が適切に残されていなく、ベースラインの乱れ、ブランクでピーク検出等の兆候が見られたにもかかわらずメンテナンスを実施できず、精度管理の際に異常が露呈した機関があった。そのうち、本調査後に装置の部品交換、洗浄や校正を行った結果、良好な結果を得ることができた機関もあった。これらの機関は、分析開始前の日常点検等を適切な方法と頻度で実施するとともにその記録を残し、検査機器の状況を正確に把握することが必要である。さらには、定期的にメンテナンスするための判断基準を明確に規定し、それに基づき実施することが重要である。

また、機器メーカーによる点検は機器故障時にしか実施しない機関もみられたが、分析機器の感度を長期に維持するには、機器メーカーによる定期点検を実施することが望ましい。

5) 試薬等の管理体制について

試薬等に開封日が明示されていない、毒劇物が他の試薬と同じ棚に収納されている、毒劇物の表示がされていない等、試薬等の管理や保管方法が適切でない機関がみられた。

検査方法告示において標準液は用時調製とされており、開封日や調製日は試薬等の品質を管理する上で重要な情報であることを理解し、名称、純度又は濃度、保存方法、調製年月日、使用期限等を表示するよう試薬等管理標準作業書に規定し、適切に試薬を管理・保管することが必要である。また、毒物・劇物の管理については関係法令を遵守した規定を設け、購入、廃棄、使用記録等で管理する必要がある。

また、高圧ガスについて、保管庫で転倒防止策が講じられていない機関や保管庫に標識がない機関が見られたので、適切に管理すること。

6) 同一分析機器で高濃度試料の検査を行う場合の汚染防止措置及び試験室の整理整頓について

実験台の上にラベル等が適切に表示されていないメスフラスコが放置されていたり、未検査の試料と検査済みの試料が完全に区別されていない状態で置かれていたりする等、整理整頓が十分でない機関があった。また、VOCについて、フードやドラフトの無い部屋でエアコンの風のあたる場所で標準列調製している機関や検査室の環境について管理基準を定めず、ドラフトの点検や風量測定も実施していない機関もあった。まずは良好な検査環境の維持のために必要な管理基準を定め、その基準が守られている事を確認する体制を作る必要がある。

使用器具・検査の区分がない機関については、器具の取り違えによる高濃度試料による水道水試料（低濃度試料）への汚染を防ぐため、機械器具保守管理標準作業書に規定することが必要である。高濃度試料による水道水試料への汚染は、これら試料の前処理操作を行う場所、試料の保管場所や検査に使用する器具、装置の使用時間等を分けることで、その多くを防ぐことが可能である。

7) 内部精度管理について

内部精度管理の計画策定及び実施内容（項目、対象者、方法等）が不十分な状況がみられた。内部精度管理は、対象項目（理化学・生物学）及び対象検査員が限定的にならないよう組織として確実に実施するとともに、再現性の確認やブラインド方式等複数の方法で行うことが重要である。内部精度管理は、測定精度を確認するだけでなく、より精度を高めるための標準作業書等の見直しを行う契機となるなど、信頼性を確保するための重要な作業である。特に今回の外部精度管理の結果が悪かった機関においては、是正処置の確実な実施とともに、今後の検査精度の維持・向上のためにも内部精度管理の内容や管理体制を強化することが求められる。

精度管理の是正処置に関する、信頼性確保部門管理者からの是正指示、検査部門管理者等による是正処置、信頼性確保部門管理者の是正の確認などの手続きについての記録書類が不十分または行われていない機関があった。信頼性確保部門管理者は、規則第15条の4第4号ハの規定に基づき、実施年月日、実施内容とその結果、必要な是正処置及び是正処置の信頼性確保部門管理者による確認を含む記録を法第20条の14の帳簿に記載しなければならないので、確実に実施することが必要である。

(4) 階層化評価

外部精度管理調査に参加した機関に対して、統一試料の測定結果を踏まえ、以下の3段階で階層化評価を行った。

- 第1群：実施要領及び細則に基づき精度管理が実施され、統計分析（Grubbs 検定）で棄却されず、検査結果への影響が大きいとされた違反事項がなかった（疑義がないと判断された）機関。
- 第2群：統計分析（Grubbs 検定）で棄却されなかったが、実施要領及び細則並びに告示からの逸脱が見られ、水道水質検査精度管理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機関。統計分析（Grubbs 検定）で棄却された機関で、水道水質検査精度管理検討会にて、測定結果等が適切と判断された機関。
- 要改善：統計分析（Grubbs 検定）で棄却された又は検定の対象外となった機関で、測定結果等が不適切と判断された機関。

本報告書における、段階ごとの記載の取扱いは以下表 3.7 のとおり。

表 3.7 本報告書における取扱い

分類	機関名称	z スコア	平均値、相対標準偏差
第1群	記載	記載	記載
第2群		記載せず	
要改善		算出対象外	

各検査機関の統一試料調査の結果は別表 1 のとおりである。また、階層化評価の結果は表 3.8（別表 2～7）のとおりである。

要改善に分類された機関は、日常の水質検査業務においても水質検査の信頼性を確保するための取組が不十分であるおそれがあるため、現状の実施体制等に問題がないか十分な検討を行い、問題があれば適宜改善するとともに、一層の技術水準の向上に努めなければならない。

表 3.8 階層化評価結果

分類	登録水質検査機関	水道事業者等	衛生研究所等	合計
第1群	188 機関 (88.7%)	145 機関 (84.3%)	36 機関 (75.0%)	369 機関 (85.4%)
第2群	12 機関 (5.7%)	12 機関 (7.0%)	7 機関 (14.6%)	31 機関 (7.2%)
要改善	12 機関 (5.7%)	15 機関 (8.7%)	5 機関 (10.4%)	32 機関 (7.4%)
合計	212 機関	172 機関	48 機関	432 機関

※端数処理の関係で合計が 100%にならない場合がある。

(参考) 平成 28 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)	五十嵐良明	国立医薬品食品衛生研究所 生活衛生化学部 部長
(委 員)	上村 仁	神奈川県衛生研究所 理化学部 生活化学・放射能グループ グループリーダー
	笠原 典秀	神奈川県内広域水道企業団 技術部 広域水質管理センター主幹
	久保田領志	国立医薬品食品衛生研究所 生活衛生化学部第三室 主任研究官
	小坂 浩司	国立保健医療科学院 生活環境研究部 主任研究官
	小嶋 隼	埼玉県企業局 水質管理センター 検査担当課長
	小林 憲弘	国立医薬品食品衛生研究所 生活衛生化学部第三室 室長
	齋藤 信裕	仙台市水道局 浄水部 水質検査課 水質検査第二係長
	重枝 孝明	東京都水道局 水質センター 検査課課長代理
	杉本 智美	名古屋市上下水道局 技術本部施設部 水道水質調整主幹
	高橋 淳子	桐生大学短期大学部 生活科学科 学科長・教授
	田畑 敏正	社団法人日本水道協会 工務部水質課水質専門監
	宮田 雅典	大阪市水道局 工務部水質試験所 研究主幹
	森 曜子	公益財団法人日本食品衛生協会 技術参与

【担 当】

厚生労働省 医薬・生活衛生局
生活衛生・食品全部 水道課
水道水質管理室 走出