

令和3年度の厚生労働省 精度管理調査について (実施細則)

国立医薬品食品衛生研究所
生活衛生化学部 第三室

小林 憲弘

(水道水質検査精度管理検討会委員)

1. 調査概要

- 参加機関は、統一試料販売者から送付された濃度未知の試料を、通常の水質検査業務と同様の方法により測定し、結果を国立医薬品食品衛生研究所に報告
 - 厚生労働省はその報告をとりまとめ、調査結果を公表
- ① 統一試料の送付 発送予定:5月31日(月)※6月2日(水)12時までには到着予定
↓
 - ② 統一試料の測定 測定開始日:6月2日(水)
↓
 - ③ 報告書(電子ファイル及び書類)の提出 提出〆切:6月24日(木)
↓
 - ④ 解析結果の連絡等 中央値・zスコア等の連絡:8月(予定)
実地調査等:10月~12月(予定)
↓
 - ⑤ 調査結果の公表 公表の連絡:翌年2月(予定)

2. 統一試料の送付

- 無機物試料は2試料、有機物試料は1試料を5月31日(月)に発送する
- 試料が6月2日(水)12時までには届かない場合や、試料びんが到着時に破損していた場合は、国立医薬品食品衛生研究所 生活衛生化学部 第三室に電子メールで連絡すること
 宛先: water@nihs.go.jp
- 測定項目の濃度は、水道水質基準の1/10以上、基準以下とする

No.	名称	測定項目	水道水質基準	送付容器	個数
1	無機物試料1	塩素酸	0.6 mg/L	100 mLポリエチレンびん	1
2	無機物試料2	塩素酸	0.6 mg/L	100 mLポリエチレンびん	1
3	有機物試料	四塩化炭素 テトラクロロエチレン トリクロロエチレン	0.002 mg/L ^{※1} 0.01 mg/L ^{※2}	500 mLガラスびん	1

※1: 四塩化炭素

※2: テトラクロロエチレン及びトリクロロエチレン

3. 統一試料の測定

- ① 測定開始日
6月2日(水)以降に測定を開始する
- ② 測定方法
「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(H15年厚生労働省告示第261号)」(以下、検査方法告示)に定められた以下のいずれかの方法を用いて測定する

測定項目	検査方法
塩素酸	別表第13: イオンクロマトグラフ(陰イオン)による一斉分析法
	別表第18の2: 液体クロマトグラフ-質量分析法⇒2020年4月に追加
四塩化炭素 テトラクロロエチレン トリクロロエチレン	別表第14: パージ・トラップ-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15: ヘッドスペース-ガスクロマトグラフ-質量分析計による一斉分析法

【参考】別表18の2の分析条件の例

- 2020年4月に対象物質に塩素酸が追加
- 臭素酸、亜塩素酸(目標10)、過塩素酸と同時分析可



項目	設定値
分離カラム	Acclaim Trinity P1 (3×100 mm, 3 μm, Thermo Fisher Scientific)
カラム温度	35°C
移動相A	200 mM酢酸アンモニウム/0.5%酢酸溶液
移動相B	アセトニトリル
移動相条件	B: 95% (0 min) → 90% (3–10 min) → 5% (10.5–17.5 min) → 95% (18–24 min) (18 min以降はカラム平衡化)
移動相流量	0.4 mL/min
注入量	20 μL
イオン化法	ESI(負イオン測定モード)
モニターイオン(m/z)	塩素酸: 83>67, 83>51 亜塩素酸: 67>51, 67>35 過塩素酸: 99>83, 99>67 臭素酸: 127>111, 127>95, 129>113, 129>97

3. 統一試料の測定における留意点

1. 試料到着後、測定開始まで開封せずに冷蔵庫等の冷暗所で保存する
2. 検査方法告示に示された試料採取時の保存試薬(塩酸)や残留塩素除去剤(アスコルビン酸ナトリウム等)を各機関において添加する必要はない
3. 検査方法告示では試料採取から一定時間内(例えば24時間以内)に測定を行うこととなっているが、本調査では測定開始日以降いつ測定を行ってもよいただし、試料びんの開封後は速やかに測定を行う
4. 検査方法告示に示された前処理操作以降の全ての試験操作を行い、測定結果を1つだけ報告書に記入する
※各試料について繰り返し測定を行う必要はありません
※通常の水質検査業務と同様の方法により濃度を測定して下さい！
5. 四塩化炭素、テトラクロロエチレン、トリクロロエチレンは、それぞれの水道水質基準の1/10以上の濃度で検出された物質の濃度を報告書に記入する
6. 各測定項目の報告値の有効数字は、報告書の指定に従うこと(通常は3桁)
7. 検量線作成用の標準物質は、各機関で通常使用しているものを用いる

4. 報告書(電子ファイル)の提出(1/2)

- ① 令和3年度水道水質検査精度管理のための統一試料Webサイト (<http://www.nihs.go.jp/dec/water/>) から報告書書式の電子ファイル「report2021.xlsx」(Excelブック)をダウンロードし、無機物試料と有機物試料の測定結果及び試験操作に係る項目を全て同一のファイルに入力する
 - ※R3年度の調査内容は3月下旬に掲載予定
 - ※報告書書式のファイルは測定開始日までに掲載予定

- ② 入力後、ファイル名を各機関のID(6桁の数字)に変更して保存する
(初参加の機関には、機関IDを参加申込受付時に通知する)
 - ※報告書はExcelブック形式で保存すること
(他の形式、例えばPDF等に変換しない)
 - ※書式等の変更や、ファイル構成等を変更しないこと
(行や列, ワークシートの増減や移動等をしない)

4. 報告書(電子ファイル)の提出(2/2)

- ③ 参加機関に別途、連絡するIDとパスワードを用いて令和3年度水道水質検査精度管理のための統一試料調査Webサイトから報告書受付ページにアクセスし、必要事項を記入の上、報告書(電子ファイル)をアップロードして送信する
なお、受付ページのフォーム内には以下の内容を記入する

精度管理機関ID(送付ファイル名と同じ)

無機物試料1の試料番号(統一試料のラベルに表示された4桁の数字)

無機物試料2の試料番号(統一試料のラベルに表示された4桁の数字)

有機物試料の試料番号(統一試料のラベルに表示された4桁の数字)

機関名

登録番号(登録水質検査機関のみ)

担当部署名

担当者名

担当者の電子メールアドレス

予備の電子メールアドレス(任意)→上記アドレスにメールが送れなかった場合に使用

担当者の電話番号

- ※ 送信完了後、受付完了のメールを送信するので、確認すること
- ※ 受付完了のメールが届かない場合があるため、受付完了ページを印刷して保存しておく
- ※ 例年、メールアドレスの記入間違いが多いため、入力時にはよく確認すること

5. 報告書(書類)の提出

- 下記の①～③の書類をA4サイズで作成し、送付物チェックシート(別添)と併せて提出
- 各書類の原本は、各機関で保存する
- ① 統一試料測定データに関わる書類一式の写し
統一試料や検量線用標準試料のチャート・クロマトグラム、本測定に係る作業記録、測定結果の計算過程の記録等、測定結果を得るために必要な全ての情報
※第三者が理解できるよう、試験操作の順番に従って時系列的に並べる
- ② 検査実施標準作業書の写し
- ③ 測定項目に係る妥当性評価書の写し
※妥当性評価書については「水道水質検査方法の妥当性評価ガイドライン(最終改正:H29年10月18日付け薬生水発1018第1号)」の別紙2の記載例を参考
※妥当性評価に関わる根拠資料(添加試料や検量線用標準試料のチャート・クロマトグラム等)は添付しない

<報告書(書類)の提出先>

〒210-9501 神奈川県川崎市川崎区殿町3-25-26

国立医薬品食品衛生研究所 生活衛生化学部 第三室 宛

- ※ 送付には統一試料に同梱のレターパックを使用すること
- ※ レターパックの表に各機関のID(6桁の数字)を朱書きすること
- ※ 差出人名(機関名)は、参加申込受付時に通知した機関名と同一にすること

6. 提出期限

- 報告書(電子ファイル)と報告書(書類)の両方を以下の期限までに提出する
- 報告書(電子ファイル):6月24日(木)23時59分
- 報告書(書類):6月24日(木)当日消印有効(又はこれに代わる発送証明)

7. 解析結果の連絡等

- 各機関の測定結果を集計・解析し、中央値、zスコア等を参加機関に連絡する
- 測定値が中央値から一定の範囲外、または水質検査の実施体制に疑義があると判断された機関には、問題が生じた原因及び改善策について提出を求める
- 測定結果に関して実地調査が必要と判断された登録水質検査機関に対して実地調査を行う

8. 参加機関の分類

- 統一試料の測定結果だけでなく、検査方法告示の遵守状況等も踏まえて参加機関を「第1群」、「第2群」及び「要改善」の3群に分類する
- 参加機関の分類は、無機物試料・有機物試料それぞれについて行う

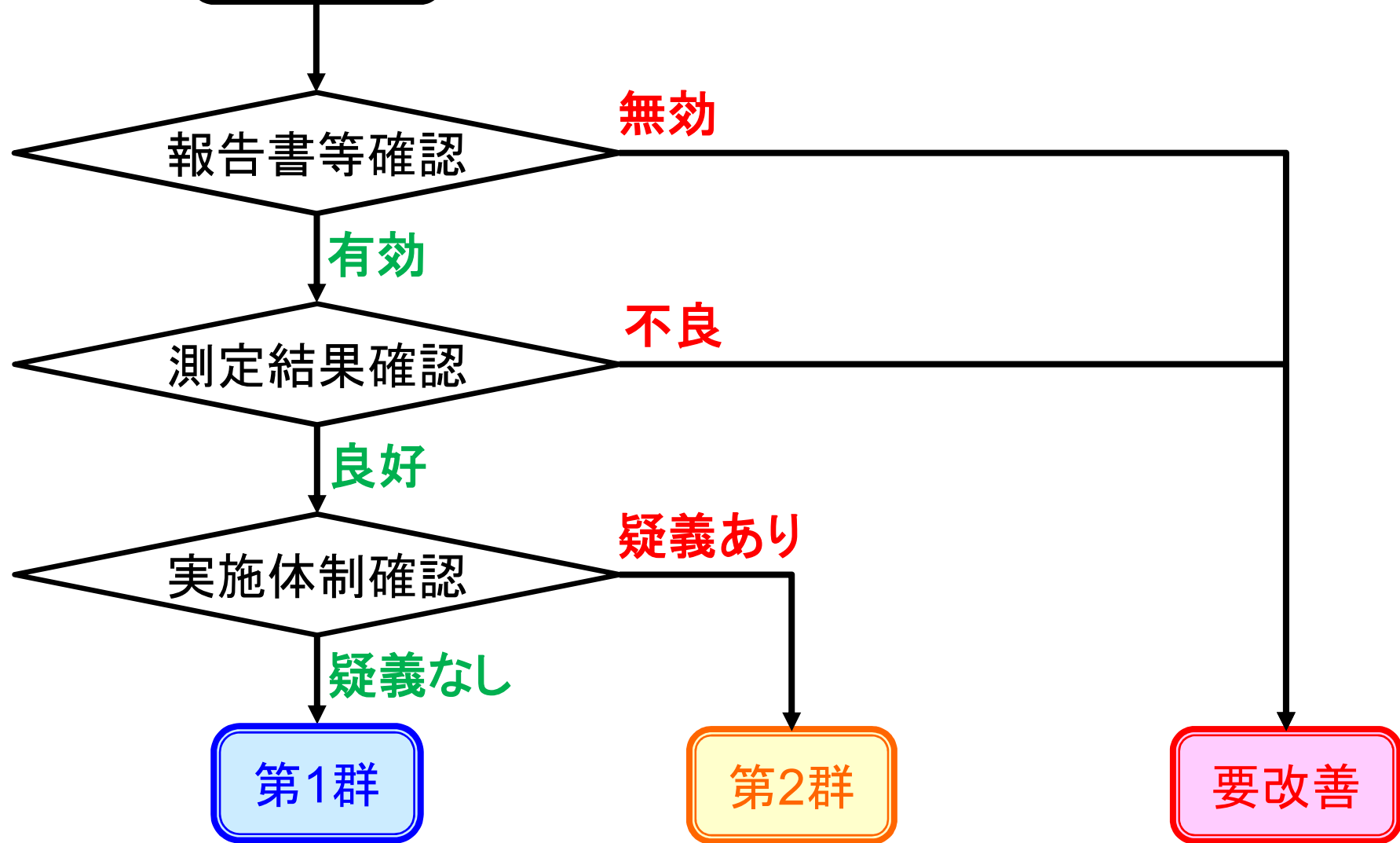
分類	要件
第1群	<ul style="list-style-type: none"> 統一試料の測定結果が統計分析で良好と判定され、かつ水質検査の実施体制に疑義がないと判断された機関
第2群	<ul style="list-style-type: none"> 統一試料の測定結果が統計分析で良好と判定されたものの、検査方法告示からの逸脱等、水質検査の実施体制に疑義があると判断された機関
要改善	<ul style="list-style-type: none"> 統一試料の測定結果が統計分析において不良と判定された機関 下記(1)から(6)のいずれかに該当し、測定結果が無効とされた機関

- 以下の事項に該当する測定結果は原則として無効とし、解析の対象外とする
 1. 検査方法告示とは全く異なる検査方法によるもの
 2. 6月2日(水)より前に測定を開始したもの
 3. 報告書の電子ファイルの様式等を変更したもの
 4. 報告書(電子ファイル及び書類)の提出期限が守られていないもの⇒令和2年度、1機関が該当
 5. 報告時に必要書類が添付されていないもの
 6. その他、実施方法が適切でないと判断されるもの

参加機関の分類フロー

参加機関

※無機物試料・有機物試料毎に分類



【参考】統計分析の方法

① 評価方法

- 検査方法告示で規定されている真度範囲(塩素酸は中央値±10%、四塩化炭素、テトラクロロエチレン、トリクロロエチレンは中央値±20%)を「良好」と評価
 - Grubbs検定(5%)で棄却された値を要改善とした場合、母集団(参加者)の分布によって評価結果が異なるため、年度・試料・ロット間で公平な評価ができないと考えられるため
 - 反対に、Grubbs検定で棄却されなかったとしても、中央値±10%(20%)の範囲外の値を「良好」とは評価できないため

① zスコアの算出方法

- 標準偏差(σ^{\wedge})を、参加者の結果からではなく、「専門家の判断又は規制の指示(規定値)で決められるパフォーマンスの最終目的適合性」から計算
 - 詳細は次のスライド

【参考】zスコアの算出方法

JISQ17043:2011(ISO/IEC17043:2010)適合性評価 技能試験に対する一般要求事項

$$z = (x - X) / \sigma^{\wedge}$$

x: 参加者の結果、X: 付与値(中央値)、 σ^{\wedge} : 技能試験の標準偏差

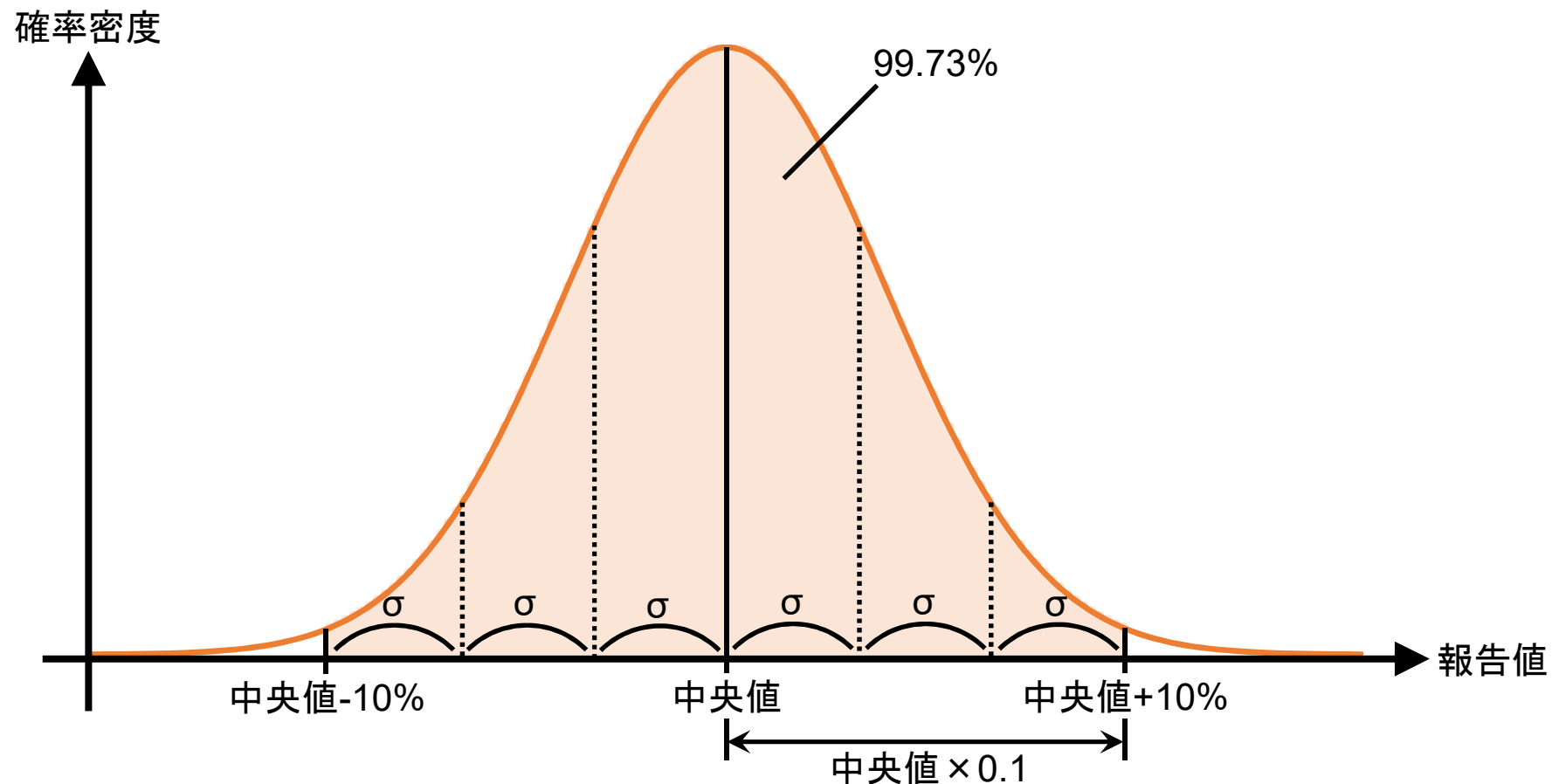
JIS Z 8405に記載されているように、 σ^{\wedge} は次から計算することができる

- 専門家の判断又は規制の指示(規定値)で決められるパフォーマンスの最終目的適合性
- 技能試験の以前のラウンド又は経験(認識による)に基づく予想から得られる推定値
- 統計モデル(一般的モデル)から得られる推定値
- 精度実験の結果
- 参加者の結果, すなわち参加者の結果に基づく伝統的な又はロバストな標準偏差

- 上記のうち、「専門家の判断又は規制の指示(規定値)で決められるパフォーマンスの最終目的適合性」は、水道水質検査では真値 $\pm 10\%$ (塩素酸)、真値 $\pm 20\%$ (VOC)と考えられる
- R3年度調査においても、参加者の結果からではなく、上記を基に σ^{\wedge} を計算する予定(参加者の結果に基づいて σ^{\wedge} を計算した場合、より厳しい評価になると考えられる)

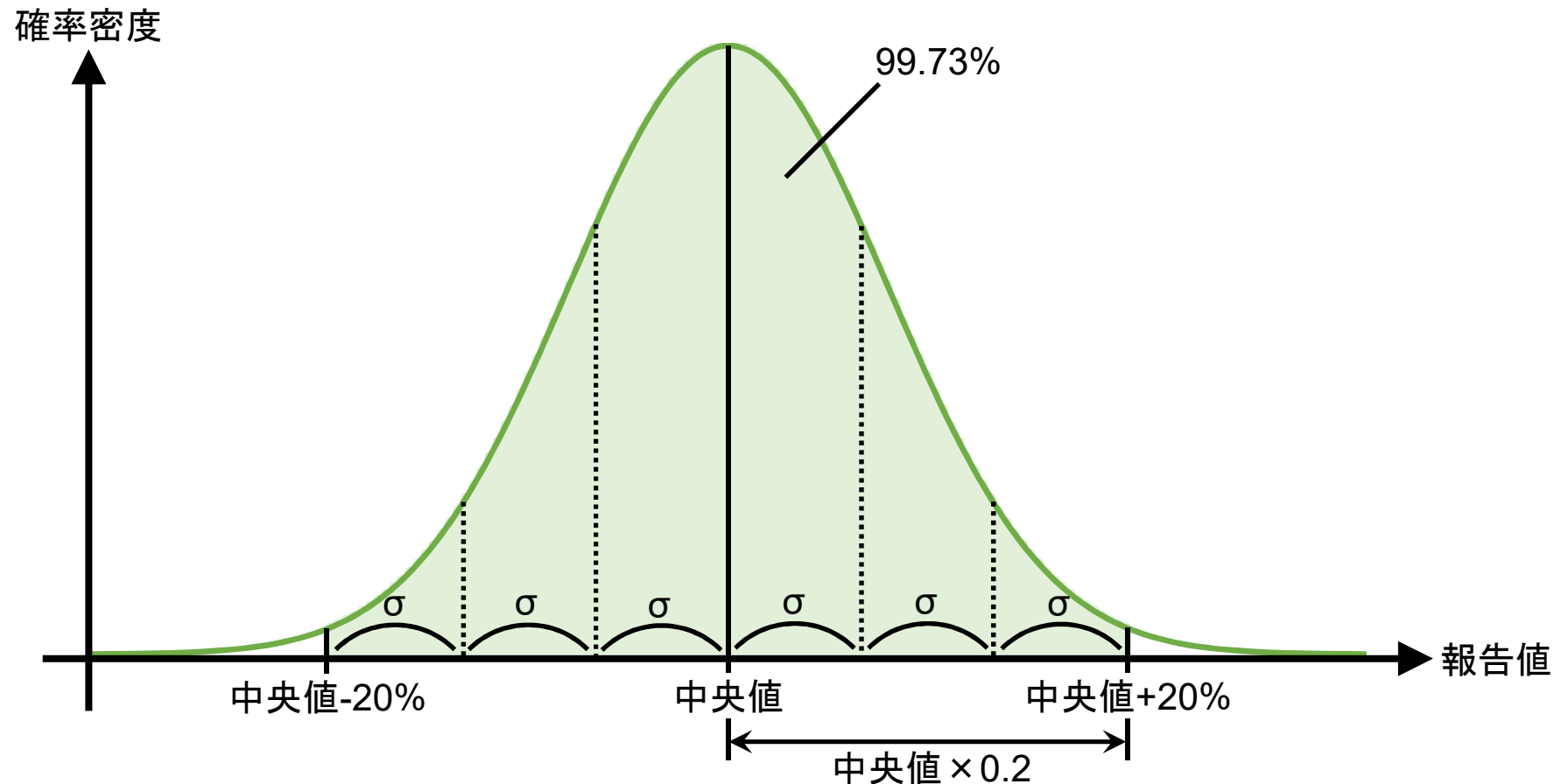
【参考】無機物試料のzスコア算出における σ の計算

- 報告値の大部分 ($\pm 3\sigma \doteq 99.73\%$) が中央値 $\pm 10\%$ の範囲内に含まれる正規分布を仮定すると、 $3\sigma = \text{中央値} \times 0.1$ であるため、 $\sigma = \text{中央値} \times 0.1/3$
- すなわち、報告値が中央値 $\pm 10\%$ であれば、 $|z|=3$ となる



【参考】有機物試料のzスコア算出における σ の計算

- 報告値の大部分 ($\pm 3\sigma \doteq 99.73\%$) が中央値 $\pm 20\%$ の範囲内に含まれる正規分布を仮定すると、 $3\sigma = \text{中央値} \times 0.2$ であるため、 $\sigma = \text{中央値} \times 0.2/3$
- すなわち、報告値が中央値 $\pm 20\%$ であれば、 $|z|=3$ となる



【参考】近年の調査における統計分析結果（無機物試料）

- 「Grubbs検定で棄却＝要改善」とした場合、中央値±10%の範囲内でも要改善となることが多い
- 参加者の結果から σ^{\wedge} を計算した場合、中央値±10%の範囲内でも $|z|>3$ となることが多い

年度	調査項目	試料	ロット	機関数	中央値	許容誤差率 (下限) ^{※1}	許容誤差率 (上限) ^{※1}	Z =3に相当 する誤差率 ^{※2}	中央値±10% のZスコア ^{※2}
H28	六価クロム		A	141	5.93	-9.5%	+9.4%	±6.5%	±4.60
			B	141	7.70	-10%	+11%	±6.9%	±4.36
			C	143	9.52	-8.7%	+8.8%	±6.5%	±4.59
	銅		A	142	190	-11%	+10%	±6.4%	±4.66
			B	141	150	-9.1%	+8.9%	±6.2%	±4.82
			C	143	109	-9.8%	+11%	±8.2%	±3.68
H29	フッ素	A	218	199	-11%	+10%	±7.3%	±4.12	
		B	218	298	-8.1%	+7.5%	±5.8%	±5.15	
H30	鉛	1	A	205	4.00	-8.9%⇒10%	+9.3%⇒10%	±6.1%⇒10%	±4.91⇒3.00
			B	206	4.98	-8.0%⇒10%	+7.6%⇒10%	±5.9%⇒10%	±5.07⇒3.00
			C	411	6.96	-9.0%⇒10%	+8.8%⇒10%	±6.1%⇒10%	±4.94⇒3.00
R1	臭素酸	1	A	386	1.50	-15%⇒10%	+15%⇒10%	±10%⇒10%	±2.89⇒3.00
			B	192	7.01	-9.8%⇒10%	+10%⇒10%	±6.5%⇒10%	±4.61⇒3.00
			C	194	9.01	-8.0%⇒10%	+8.2%⇒10%	±5.4%⇒10%	±5.59⇒3.00
R2	六価クロム	2	A	404	2.49	-11%⇒10%	+11%⇒10%	±7.8%⇒10%	±3.84⇒3.00
			B	202	5.47	-9.2%⇒10%	+9.3%⇒10%	±6.9%⇒10%	±4.34⇒3.00
			C	202	7.45	-7.8%⇒10%	+7.4%⇒10%	±5.7%⇒10%	±5.29⇒3.00

※1: H29年度まではGrubbs検定により基準を設定、H30年度以降は中央値±10%を基準とした

※2: H29年度までは参加者の結果から σ^{\wedge} を計算、H30年度以降は中央値±10%が $|z|=3$ となる σ^{\wedge} を設定した

【参考】近年の調査における統計分析結果（有機物試料）

- 「Grubbs検定で棄却＝要改善」とした場合、中央値±20%の範囲内でも要改善となることがある
- 参加者の結果から σ^{\wedge} を計算した場合、中央値±20%の範囲内でも $|z|>3$ となることが多い

年度	調査項目	試料	ロット	機関数	中央値	許容誤差率 (下限) ^{※1}	許容誤差率 (上限) ^{※1}	Z =3に相当 する誤差率 ^{※2}	中央値±10% のZスコア ^{※2}
H28	ジクロロ酢酸		A	197	6.74	-17%	+17%	±12%	±5.20
			B	199	4.485	-19%	+19%	±14%	±4.43
	トリクロロ酢酸		A	197	4.6	-24%	+25%	±19%	±3.18
			B	199	6.89	-20%	+21%	±15%	±4.13
H29	ホルムアルデヒド		A	195	41.02	-17%	+16%	±11%	±5.66
			B	194	61.46	-13%	+13%	±8.6%	±6.95
H30	クロロホルム	1	A	206	28.5	-28%⇒20%	+27%⇒20%	±21%⇒20%	±2.85⇒3.00
			B	205	33.3	-31%⇒20%	+31%⇒20%	±22%⇒20%	±2.72⇒3.00
	ブロモジクロロメタン		A	206	19.3	-29%⇒20%	+30%⇒20%	±20%⇒20%	±3.06⇒3.00
			B	205	14.4	-27%⇒20%	+29%⇒20%	±19%⇒20%	±3.24⇒3.00
R1	トリクロロエチレン		1	414	2.01	-32%⇒20%	+33%⇒20%	±24%⇒20%	±2.46⇒3.00
			2	414	5.895	-33%⇒20%	+33%⇒20%	±23%⇒20%	±2.60⇒3.00
R2	2-クロロフェノール		A	183	0.774	-21%⇒20%	+22%⇒20%	±15%⇒20%	±3.98⇒3.00
			B	185	1.367	-22%⇒20%	+21%⇒20%	±19%⇒20%	±3.24⇒3.00
	2,4-ジクロロフェノール		A	183	1.528	-22%⇒20%	+21%⇒20%	±17%⇒20%	±3.46⇒3.00
	2,6-ジクロロフェノール		B	185	0.958	-24%⇒20%	+24%⇒20%	±16%⇒20%	±3.76⇒3.00
	2,4,6-トリクロロフェノール		368	1.144	-28%⇒20%	+27%⇒20%	±19%⇒20%	±3.22⇒3.00	

※1: H29年度まではGrubbs検定により基準を設定、H30年度以降は中央値±20%を基準とした
 ※2: H29年度までは参加者の結果から σ^{\wedge} を計算、H30年度以降は中央値±20%が $|z|=3$ となる σ^{\wedge} を設定した

9. 調査結果の公表

- 統一試料調査の結果を取りまとめた文書「令和3年度水道水質検査精度管理のための統一試料調査結果」を公表する
- 文書中に各参加機関の分類を記載

- 過去の調査結果
 - 厚生労働省のWebサイト
<https://www.mhlw.go.jp/stf/seisakunitsuite/bunya/topics/bukyoku/kenkou/suido/kentoukai/kanri.html>

 - 国立医薬品食品衛生研究所のWebサイト(厚生労働省のWebサイトへのリンク)
<http://www.nihs.go.jp/dec/water/results.html>

10. 問い合わせ先

- 緊急時の問い合わせは、厚生労働省 医薬・生活衛生局 水道課 水道水質管理室に電子メールまたは電話で連絡する
- 緊急時以外の調査に関する問い合わせは、国立医薬品食品衛生研究所 生活衛生化学部 第三室に電子メールで連絡する
- ただし、問い合わせの際は事前に「令和3年度水道水質検査精度管理のための統一試料調査」のWebサイト(<http://www.nihs.go.jp/dec/water/>)のQ&Aを確認すること
- 検査方法告示や個別機関の評価等に関する問い合わせに対しては回答しない

<緊急時の連絡先>

厚生労働省 医薬・生活衛生局 水道課 水道水質管理室

電子メールアドレス:suishitsu@mhlw.go.jp

電話番号:03-5253-1111(内4033)

<調査に関する問い合わせ先>

国立医薬品食品衛生研究所 生活衛生化学部 第三室

電子メールアドレス:water@nihs.go.jp

ご清聴どうもありがとうございました。
皆様のご参加をお待ちしています。

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Webサイト

<http://www.nihs.go.jp/dec/water/>

※R3年度の調査内容は3月下旬に掲載予定