

# 令和5年度 厚生労働省 精度管理調査結果について (2) 有機物

講師：水道水質検査精度管理検討会委員  
今野 祥顕（仙台市水道局水質管理課）

# はじめに

1. 調査対象機関と調査方法等について
2. 調査結果（有機物）
3. 精度管理上の留意点

# はじめに

1. 調査対象機関と調査方法等について
2. 調査結果（有機物）
3. 精度管理上の留意点

# 調査参加機関数の内訳

		登録検査機関	水道事業者	衛生研究所	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で調査に参加した機関数（内数）を示す。

# 調査対象項目の推移（有機物）

年度	平成21	〃22	〃23	〃24	〃25	〃26	〃27	〃28	〃29	〃30	令和1	〃2	〃3	〃4	〃5
調査対象項目	ホルムアルデヒド	フェノール類	四塩化炭素	テトラクロロエチレン	クロロ酢酸	1,4-ジオキサン	ジェオスミン、2-MIB	ジクロロ酢酸、トリクロロ酢酸	ホルムアルデヒド	クロロホルム、ブロモジクロロメタン	トリクロロエチレン	フェノール類	四塩化炭素、テトラクロロエチレン、トリクロロエチレン	ジェオスミン、2-MIB	ホルムアルデヒド

# 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製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

(有機物) ホルムアルデヒド

# 送付試料（有機物）

測定項目	送付容器	個数
ホルムアルデヒド	500mL ガラスびん	1

注 各参加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とした。

# 送付試料（有機物）

測定項目		添加濃度 (mg/L)	水質基準値 (mg/L)
ホルムアルデヒド	D	0.022	0.08
	E	0.034	

注 各機関にD、Eいずれか1試料を配付し、測定を実施

# 測定方法（ホルムアルデヒド）

## 検査方法

別表第19	溶媒抽出－誘導体化－ガスクロマトグラフ－質量分析法
別表第19の2	誘導体化－高速液体クロマトグラフ法
別表第19の3	誘導体化－液体クロマトグラフ－質量分析法

1. 調査対象機関と調査方法等について
2. 調査結果（有機物）
3. 精度管理上の留意点

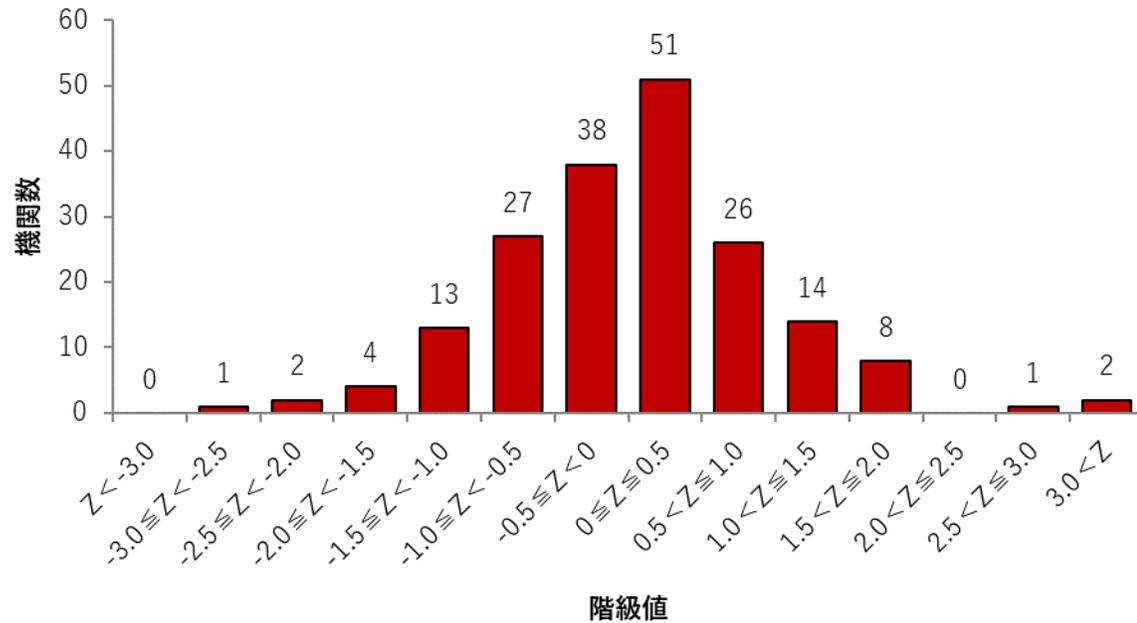
# 統計分析結果（有機物：ホルムアルデヒド）

ロット	添加濃度 (mg/L)	中央値 (mg/L)	最小値 (mg/L)	最大値 (mg/L)	添加濃度に対する中央 値の割合 (%)
D	0.022	0.0230	0.0191	0.0317	105
E	0.034	0.0349	0.0226	0.0458	103

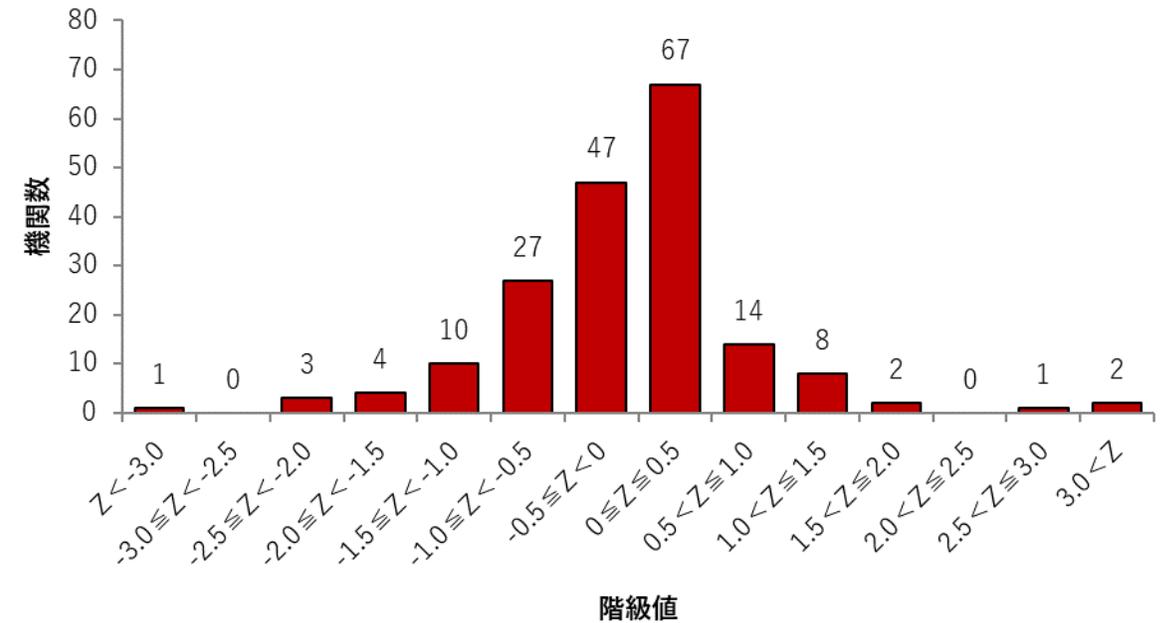
添加濃度に対する測定結果の中央値の割合は、D,Eどちらのロットも103～105%でほぼ一致していた。

# 統計分析結果（全機関：zスコアの実分布）

全機関（ロットD：ホルムアルデヒド）

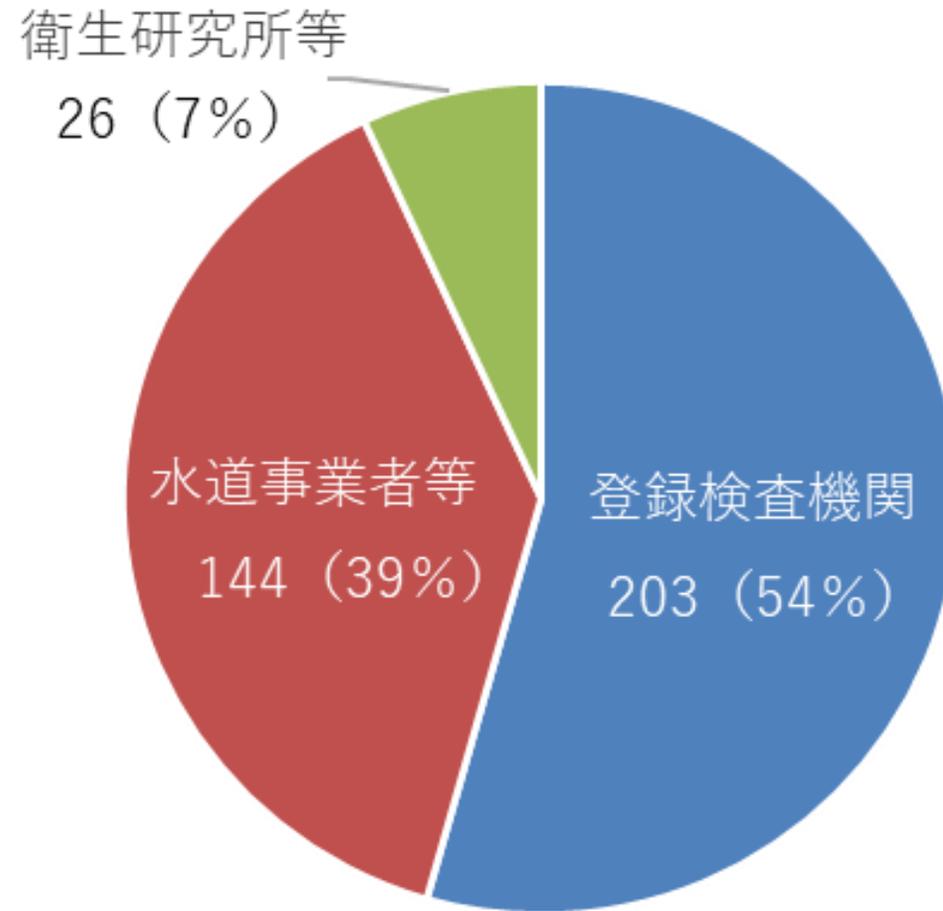


全機関（ロットE：ホルムアルデヒド）



ロットD, Eともに中央値付近を中心とした正規分布となった。

# 検査機関種別の割合



# 統計分析結果（機関種別：中央値±20%範囲外）

zスコアが±3超

## ロットD

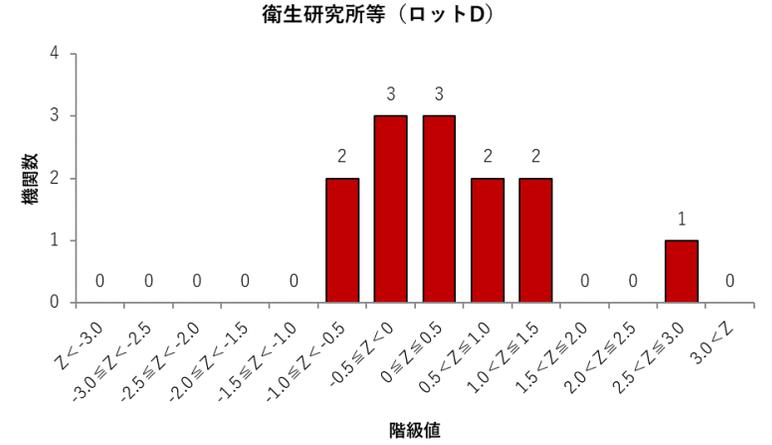
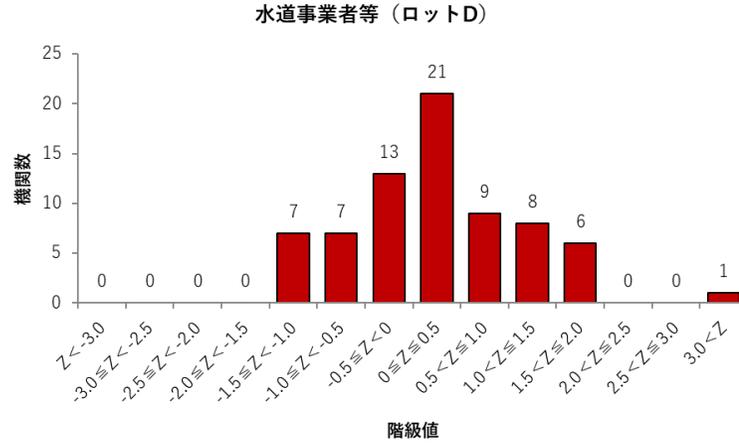
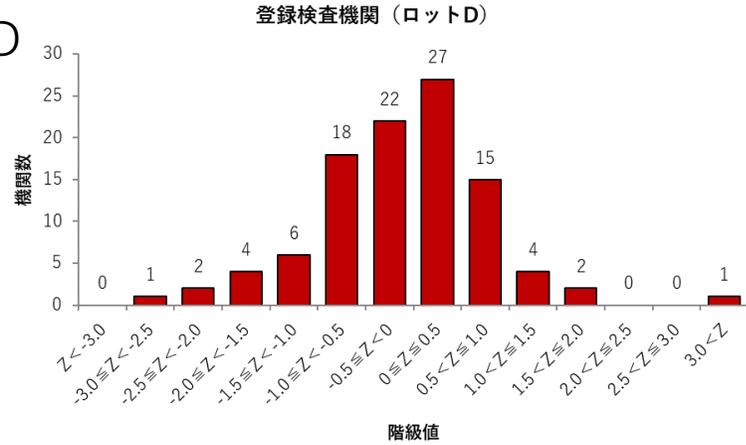
検査機関	機関数	測定値が中央値±20%範囲外の機関数及び割合	
登録検査機関	102	1	1.0%
水道事業者等	72	1	1.4%
衛生研究所	13	0	0%
合計	187	2	1.1%

## ロットE

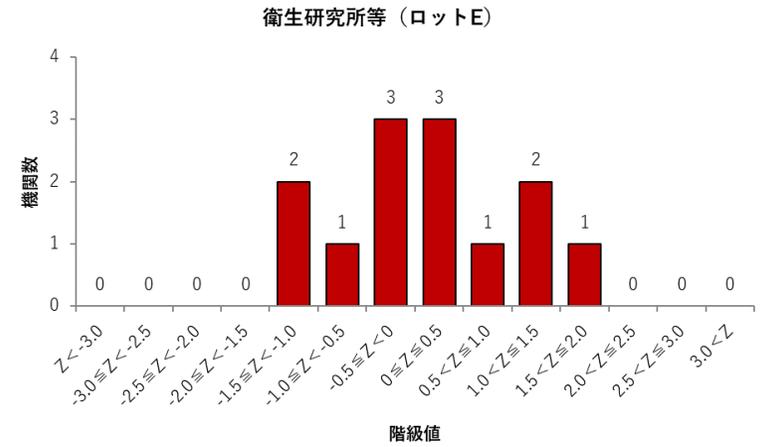
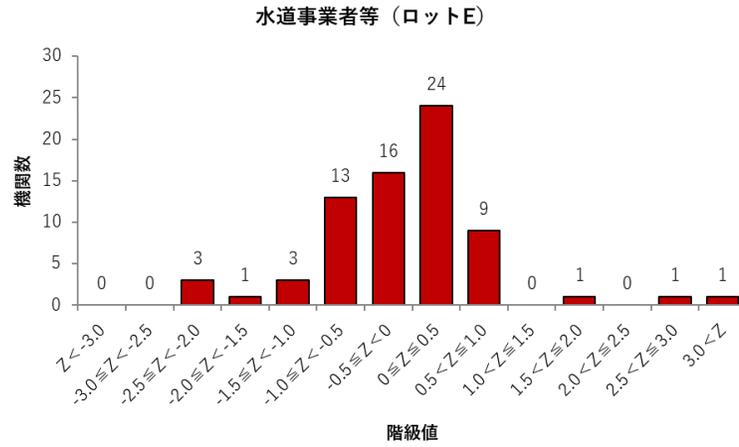
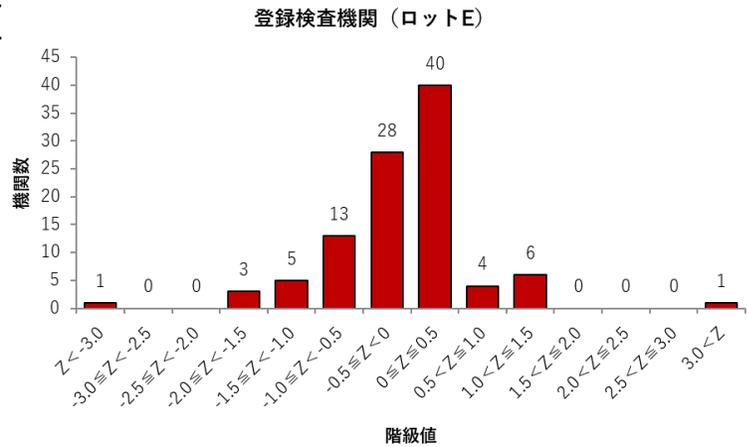
検査機関	機関数	測定値が中央値±20%範囲外の機関数及び割合	
登録検査機関	101	2	2.0%
水道事業者等	72	1	1.4%
衛生研究所	13	0	0%
合計	186	3	1.6%

# 統計分析結果（機関種別：zスコアのヒストグラム）

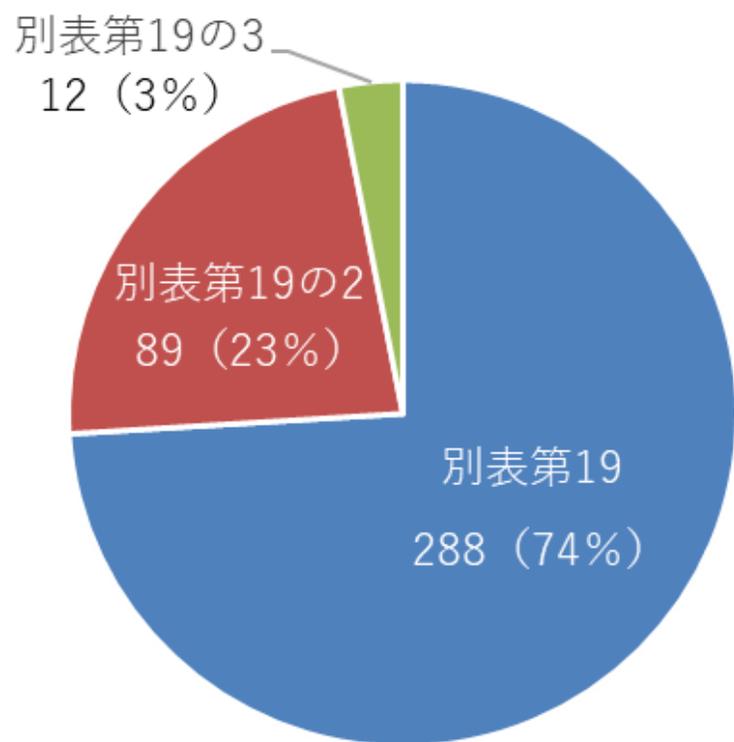
ロットD



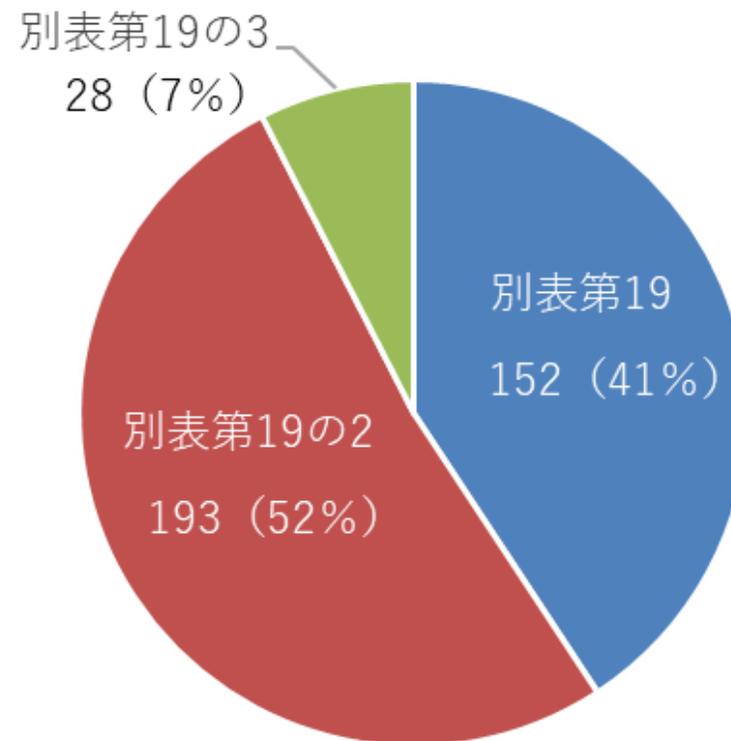
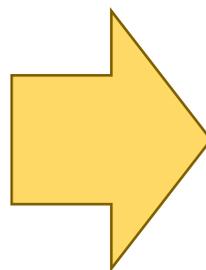
ロットE



# 検査方法別の割合



平成29年度  
(389機関)



令和5年度  
(373機関)

# 統計分析結果（検査方法別：中央値±20%範囲外）

zスコアが±3超

## ロットD

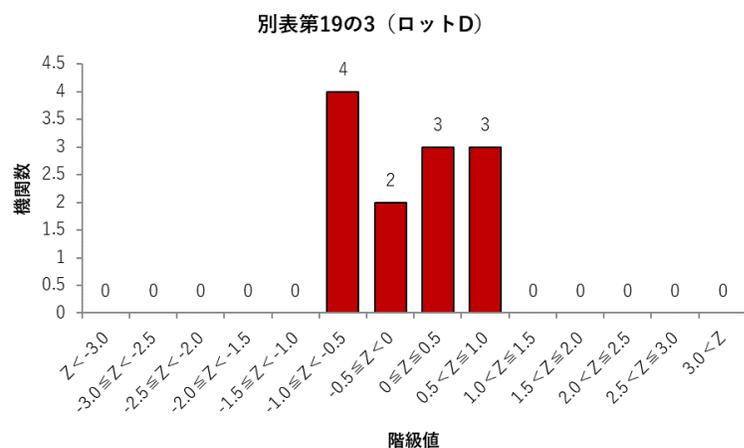
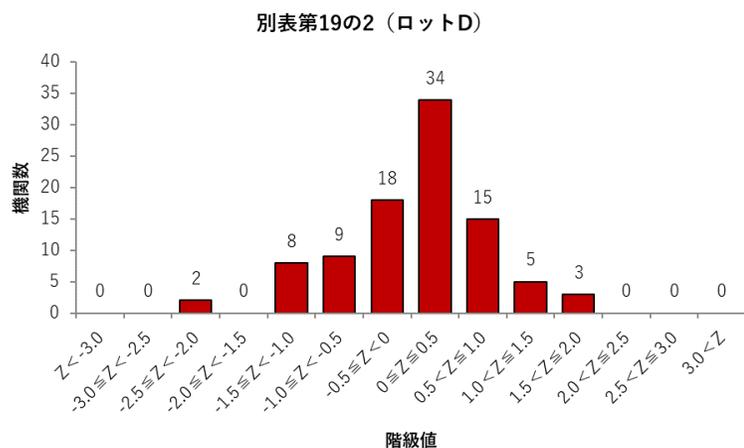
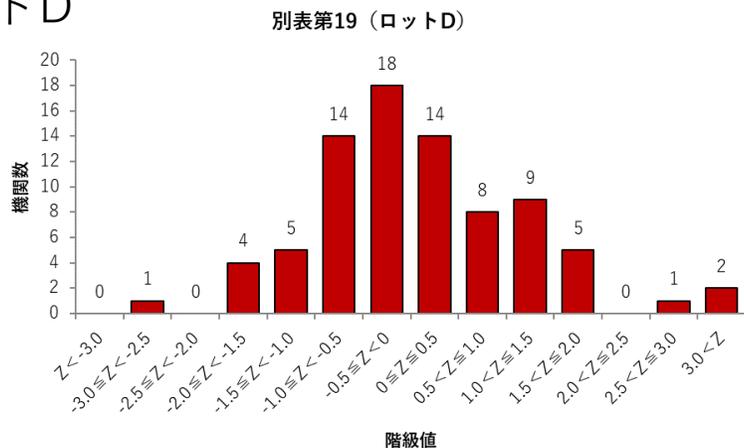
検査機関	機関数	測定値が中央値±20%範囲外の機関数及び割合	
別表第19	81	2	2.5 %
別表第19の2	94	0	0 %
別表第19の3	12	0	0 %
合計	187	2	1.1 %

## ロットE

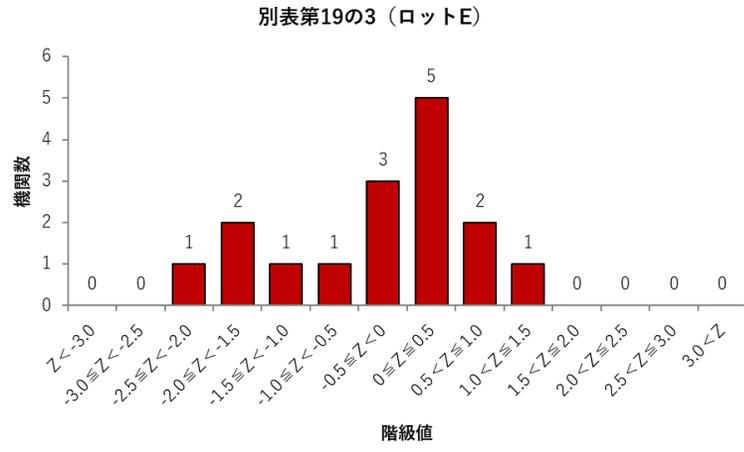
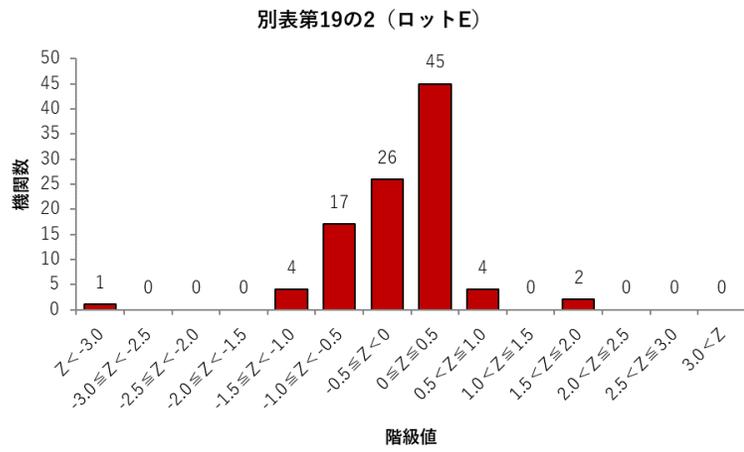
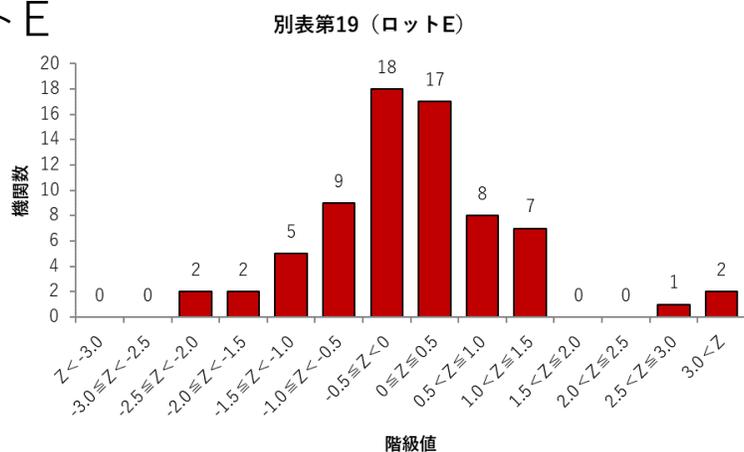
検査機関	機関数	測定値が中央値±20%範囲外の機関数及び割合	
別表第19	71	2	2.5 %
別表第19の2	99	1	1.1 %
別表第19の3	16	0	0 %
合計	186	3	1.6 %

# 統計分析結果（検査方法別：zスコア histograms）

## ロットD



## ロットE



# 参加機関の分類（有機物：ホルムアルデヒド）

測定結果と、検査方法告示の遵守状況等を踏まえ、以下の3群に分類

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	測定結果が統計分析で良好と判断、かつ水質検査の実施体制に疑義がないと判断	197機関	137機関	26機関	360機関 (96.3%)
第2群	測定結果が統計分析で良好と判断されたものの、告示法からの逸脱等、水質検査体制に疑義があると判断	3機関	5機関	0機関	8機関 (2.1%)
要改善	測定結果が統計分析において不良と判断	4機関	2機関	0機関	6機関※ (1.6%)
合計		204機関	144機関	26機関	374機関

※ 無効と判断された1機関含む

# 第2群に分類された理由（有機物）

告示法からの逸脱項目	逸脱機関数
標準液を用時調製していない	1
抽出溶媒量が異なる	1
誘導体化試薬が異なる	0
誘導体化試薬の添加量が異なる	7
脱水の操作をしていない	0
内部標準物質が異なる	0
内部標準物質の測定フラグメントイオン (m/z) が異なる	0
測定対象物質の測定フラグメントイオン (m/z) が異なる	0
検量線の濃度範囲の上限を超過している	0
空試験を実施していない	0

# 参加機関の分類に基づく対応（有機物）

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	197機関	137機関	26機関	360機関 (96.3%)
第2群	3機関	5機関	0機関	8機関 (2.1%)
要改善	4機関	2機関	0機関	6機関 (1.6%)
合計	204機関	144機関	26機関	374機関

実地調査の対象機関

原因と改善策を  
文書にて回答

# 要改善機関が考えた原因と改善策（有機物）

項目	原因	改善策
試験操作上の問題	①使用器具の取扱いミス ②マトリクスを多く含む標準液調製用水の使用 ③使用器具の取り違い ④ブランク水の汚染	①使用器具の見直し ②標準液調製用水の見直し ③器具の整理整頓 ④ブランク水の見直し
分析機器、器具のメンテナンス不足	①分析機器の感度確認不足	①分析機器感度が安定したことの確認基準の明確化
検査結果のチェック体制	①報告書の提出忘れ	①確認体制の強化

# 実地調査の対象機関

- 精度管理調査に参加した登録水質検査機関のうち、要改善機関又は、第2群機関を調査対象機関とした。
- 調査対象機関は、無機・有機合わせて8機関のうち3機関を対象に実地調査を実施した。
- 残りの5機関については、提出された改善報告書に基づき、検討委員が改善状況を確認した。検討不足と思われる事項について追加の報告を求めた。

# 実地調査等の結果（有機物）

原因分類	原因と考えられた事項	改善事例
標準液	標準液の調製用水（市販のミネラルウォーター）の汚染	調製用水の変更、空試験で汚染が確認された場合の再測定基準の設定
	用時調製せず	用時調製する旨手順書を改定
	検量線の調製用水にマトリクスが含まれていたことによる感度異常	調製用水の変更、検量線の傾き等に異常がないことを確認する体制の構築
標準作業手順書	検水量及び誘導体化試薬の添加量が告示法と異なる	告示どおりに手順書を改定
分析機器	分析機器の状態把握漏れ	機器の状態を確認できる体制構築
検査体制	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の作成

1. 調査対象機関と調査方法等について
2. 調査結果（有機物）
3. 精度管理上の留意点

# 機器分析一般における留意点

## ① マイクロピペット

- ・ 採取する溶液で数回リンスしたうえで採取する。
- ・ 定期的に点検を行う。
- ・ 取扱い説明書をよく読む。

## ② ピークのベースラインの引き方（積分）に注意

- ・ 機械任せ（自動波形処理）にしていると正しい処理が行われないことがある。目視で確認し、必要なら手動処理する。

# 機器分析一般における留意点

## ③ 検査機器のメンテナンスは適切に行われているか

- ・ 異常が出てからメンテナンスでは、誤った結果を報告し続けていた可能性もある。
- ・ 計画的に日常点検、定期点検、メーカー保守点検を行い、正常な状態を保つ。
- ・ メンテナンス後に機器の調子が悪くなることも多い。実施後の動作確認、精度確認が望ましい。

# 信頼性保証体制の確立

- SOPは告示法から逸脱していないか。  
SOPに沿って作業が行われているか。
- 妥当性評価は適切に実施されているか。
- データのチェックは適切に実施されているか。
- 精度管理結果、是正措置は検査体制に適切に  
フィードバックされているか。
- 分析機器、試薬、試料、検査記録等は適切に  
管理保管されているか。
- 適切な教育訓練はなされているか。