

2019/2/27
厚生労働省
水道水質検査精度管理に関する研修会

平成31(2019)年度 厚生労働省 精度管理調査について

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

2

- 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**により濃度を測定し、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 試料の送付 発送予定:5月27日(月)※5月29日(水)までに到着予定
↓
- ② 測定 測定開始日:5月30日(木)
↓
- ③ 報告書(電子ファイル及び書類)の提出 提出締め切り:6月13日(木)
↓
- ④ 測定結果の解析及びとりまとめ 暫定結果の通知:8月(予定)
↓
- ⑤ 調査結果の公表 結果公表の通知:翌年2月(予定)

※登録水質検査機関を対象とした実地調査等は10月～12月に実施予定

2. 試料の送付

3

- 無機物試料と有機物試料を各2試料ずつ5月27日(月)に発送
- 試料が5月29日(水)までに届かない場合や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(water@nihs.go.jp)に電子メールで連絡する

✉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

No.	名称	測定項目	水道水質基準 (mg/L)	送付容器	個数
1	無機物試料1	臭素酸	0.01	ポリエチレンびん	1
2	無機物試料2	臭素酸	0.01	ポリエチレンびん	1
3	有機物試料1	トリクロロエチレン	0.01	ガラスびん	1
4	有機物試料2	トリクロロエチレン	0.01	ガラスびん	1

3. 試料の測定①

4

① 測定開始日

5月30日(木)以降に測定を開始

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

測定項目	検査方法
臭素酸	別表第18 イオンクロマトグラフ—ポストカラム吸光光度法
	別表第18の2 液体クロマトグラフ—質量分析法
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

3. 試料の測定②

5

③ 留意点

1. 試料到着後、測定開始まで冷蔵庫等の冷暗所で保存する
2. 試料の測定にあたって、検査方法告示に示された試料採取時の保存試薬(塩酸)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(例えばトリクロロエチレンは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
※特にトリクロロエチレンについては揮発に注意する
4. 各試料について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つだけ報告書に記載する
※各試料について繰り返し測定を行う必要はない
※通常の水質検査業務と同様の方法により濃度を測定する
5. 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

6

- ① 「水道水質検査精度管理のホームページ」
(<http://www.nihs.go.jp/dec/water/>)から報告書書式の電子ファイル「report_2019.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
※報告書書式のファイルは5月中旬頃に掲載予定
- 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
(機関IDは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)

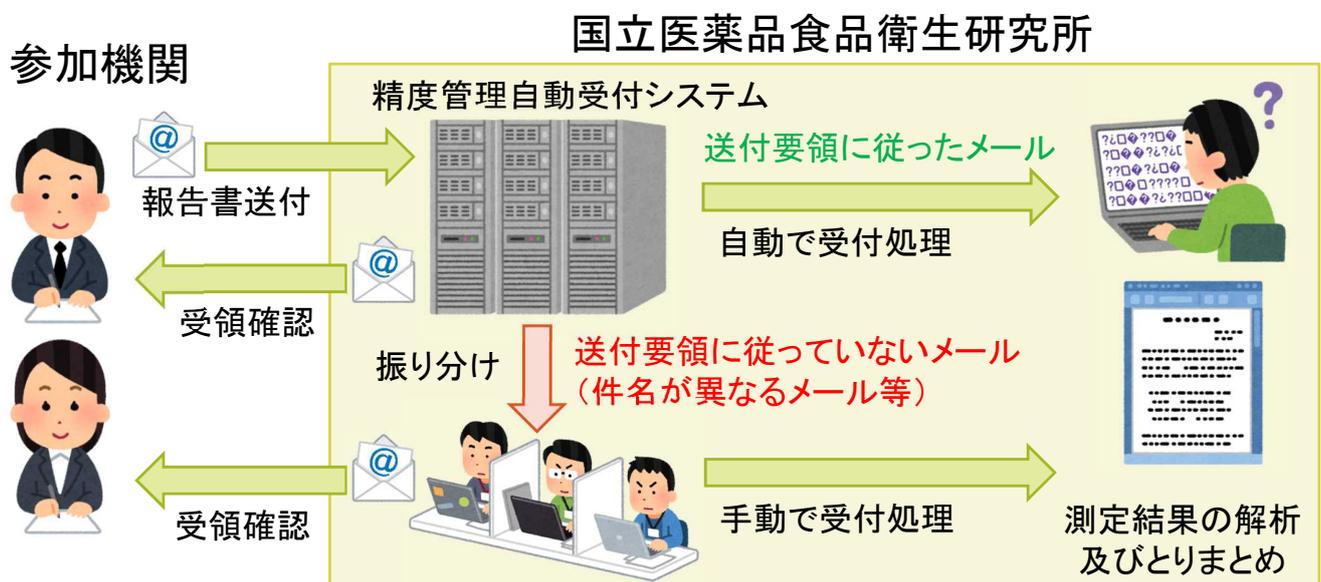
※書式等の変更や、ファイル構成等を変更しないこと
(行や列、ワークシートの増減や移動等をしない)

4. 報告書(電子ファイル)の提出② 7

- ③ 下記の要領に従って報告書(電子ファイル)を電子メールに添付して送信する
※報告書の受領を確認後、受領確認のメールを返送するが、確認には時間を要する場合がある
※送付要領に従っていないメールは受領確認により多くの時間を要する
- A) 宛先
国立医薬品食品衛生研究所 生活衛生化学部 第三室 (water@nihs.go.jp)にメールを送信する
- B) 件名
精度管理報告書とする
※上記以外の件名でメールを送信した場合は、受領確認に時間を要する
- C) 添付ファイル
報告書(電子ファイル)をメールに添付する
※2つ以上の報告書や報告書以外の電子ファイル(送付状等)をメールに添付しない
- D) メール本文
以下の内容を記載する
報告書ファイル名=XXXXXX(送付ファイル名と同じ)
無機物試料1番号=XXXX(調査試料のラベルに表示された4桁の数字)
無機物試料2番号=XXXX(調査試料のラベルに表示された4桁の数字)
有機物試料1番号=XXXX(調査試料のラベルに表示された4桁の数字)
有機物試料2番号=XXXX(調査試料のラベルに表示された4桁の数字)
機関名=〇〇〇〇
登録番号=XXX(登録水質検査機関のみ)
担当部署名=〇〇〇〇
担当者名=〇〇〇〇
担当者連絡先メールアドレス=xxxx@xxx.co.jp
担当者連絡先TEL=XX-XXXX-XXXX

※精度管理自動受付システムについて 8

- 報告書(電子ファイル)は、国立医薬品食品衛生研究所にある精度管理自動受付システムで処理をしている
- 送付要領に従っていないメールは手動で受付確認をするため、受領確認に時間を要することに注意する



5. 報告書（書類）の提出

9

- 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 試料測定データに関わる書類一式の写し
試料や検量線のチャート・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試料や検量線のチャート・クロマトグラム等の根拠資料は添付しないこと

<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

- ※送付には精度管理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

10

- 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13日(木)23時59分
(電子メール受付締め切り)
- 報告書(書類):
6月13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

11

- 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
- 解析結果を連絡する際に、測定値が中央値から一定の範囲外の項目を有する機関には、問題が生じた原因及び改善策について提出を求める
- 統一試料の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. 報告書の公表

12

- 統一試料調査の結果を取りまとめ、報告書「平成31(2019)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
- 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
<http://www.nihs.go.jp/dec/water/results.html>

9. 参加機関の分類①

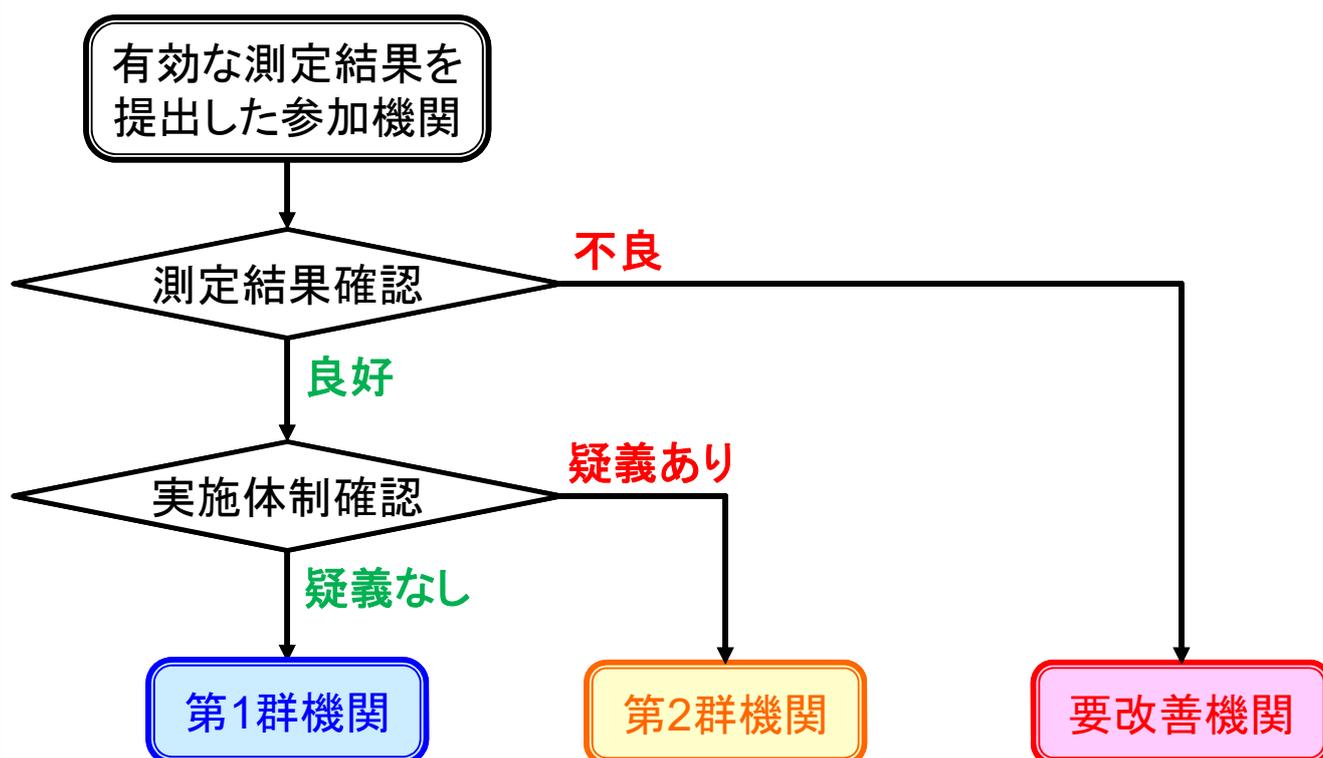
13

- 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全参加機関を「第1群」、「第2群」及び「要改善」の3群に分類する

分類	要件
第1群	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	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	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

参加機関の分類フロー

14



○以下の事項に該当する測定結果は原則として無効とする

1. 検査方法告示とは全く異なる検査方法によるもの
2. 5月30日(木)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. 測定結果の報告書(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
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

評価方法 (案)

① Grubbs検定は行わない

- ✓検査方法告示で規定されている真度の範囲(臭素酸は中央値 $\pm 10\%$ 、トリクロロエチレンは中央値 $\pm 20\%$)を「良好な測定結果」と評価
- ✓有効な測定結果を提出した全機関の結果に対してzスコアを算出して通知

② zスコアの算出方法

- ✓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 σ^{\wedge} を計算

○「JISQ17043:2011 (ISO/IEC 17043:2010)適合性評価 技能試験に対する一般要求事項」による算出方法

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

x: 参加者の結果、X: 付与値、 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

○このうち、「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±10%(臭素酸)、真値±20%(トリクロロエチレン)と考えられる

○H31(2019)年度調査においても、参加者の結果からではなく、上記の数値から σ^{\wedge} を計算する

- 臭素酸では3 σ (99.7%)が中央値±10%に相当する正規分布を設定(中央値±10%の測定値が|z|=3に相当)
- トリクロロエチレンでは3 σ (99.7%)が中央値±20%に相当する正規分布を設定(中央値±20%の測定値が|z|=3に相当)

➤参加者の結果から σ^{\wedge} を算出した場合、中央値±10%(±20%)の範囲内であっても|z|>3となることがあったため(H29年度調査では|z|=3となる濃度がフッ素は中央値±5.9%、ホルムアルデヒドは中央値±8.9%)

評価方法の比較

H29年度までの調査

無効な測定結果を報告した機関を除外



Grubbs検定を行い、測定値が5%棄却限界を超える機関を要改善機関に分類



Grubbs検定で棄却された機関を除き、参加者の結果からzスコア等の統計値を算出



検査実施体制を確認し、検査方法告示からの逸脱等、検査実施体制に疑義がある機関を第2群機関に、疑義がない機関を第1群機関に分類

H30年度以降の調査

無効な測定結果を報告した機関を除外



zスコア等の統計値を算出



測定値が中央値±10%(無機物試料)あるいは中央値±20%(有機物試料)の範囲外の機関を要改善機関に分類



検査実施体制を確認し、検査方法告示からの逸脱等、検査実施体制に疑義がある機関を第2群機関に、疑義がない機関を第1群機関に分類

10. 問い合わせ先

19

- 緊急時は、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「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
- 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



国立医薬品食品衛生研究所

11. その他

20

- 結果の評価を行う際、測定結果を算出した操作手順・測定数値などの再提出を求めることがあるため、全ての記録の原簿は保管し、求めに応じて速やかに提出できるようにしておく
- 試料測定及び検量線作成時のチャートやデータ等機器測定値の電子ファイルも必ず保管しておく



国立医薬品食品衛生研究所

ご清聴どうもありがとうございました

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サイトのURL

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

※H31(2019)年度の調査の内容は4月中旬に掲載予定