

東京都水道水質外部精度管理調査結果（平成28年度）

フッ素及びトリクロロエチレン

木下 輝昭^a, 小杉 有希^a, 立石 恭也^a, 三関 詞久^a, 小西 浩之^a, 守安 貴子^b

東京都では「東京都水道水質管理計画」に基づき、東京都健康安全研究センターが中心となり、水道事業者及び厚生労働大臣の登録を受けた水道水質検査機関を対象とした外部精度管理を実施している。本稿においては、平成28年度に実施したフッ素及びトリクロロエチレンに関する外部精度管理の概要を報告する。フッ素では、参加40機関のうち2機関が、 z スコアが $|z| \geq 3$ かつ誤差率が $\pm 10\%$ を超えたことにより、評価基準を満たさなかった。その原因は、ピークの拡大率が不十分であったこと、テーリングの発生による積分範囲の設定が不適切であったことであった。一方、トリクロロエチレンでは、参加38機関のうち1機関がGrubbsの棄却検定で棄却され、3機関が、 z スコアが $|z| \geq 3$ かつ誤差率が $\pm 20\%$ を超えたことにより、評価基準を満たさなかった。Grubbs棄却検定で棄却された原因は特定されなかったが、精度管理調査以前にあった機器の不具合、担当者の思い込みによるミス、試料混和の不十分さ等による可能性があった。評価基準を満たさなかった原因は、配付試料の瓶を空隙の多い状態で数時間放置したことによりトリクロロエチレンが揮散したこと、機器の不具合等、標準液の面積値が通常の検査と比較してやや低かったことであった。

キーワード：外部精度管理，フッ素，トリクロロエチレン，告示法

はじめに

東京都では「東京都水道水質管理計画」に基づき、東京都健康安全研究センター（以下当センターと略す）が中心となって、水道事業者及び厚生労働大臣の登録を受けた水道水質検査機関（以下検査機関と略す）を対象とした外部精度管理を実施している。これは、対象となる検査機関が同一の試料を分析し、それらのデータから分析実施上の問題点やデータのばらつきの程度など、分析結果の正確さに関する実態を把握、解析し、それに基づいて各検査機関が分析技術の改善を図ることにより、検査機関の水質検査の信頼性を一層高めることを目的としている。

本稿は、平成28年度に実施したフッ素及びその化合物（以下フッ素と略す）及びトリクロロエチレンに関する外部精度管理の概要を報告する。

調査方法

1. 参加機関

東京都内の水道事業者4機関及び都内を営業区域とする厚生労働大臣登録検査機関38機関の合計42機関が参加した。

2. 実施項目

フッ素及びトリクロロエチレンを実施項目とした。

3. 実施日程

以下の日程で実施した。

- 1) 試料配付：平成28年10月3日（参加機関への到着日）
- 2) 報告書等の提出期限：平成28年10月31日（必着）
- 3) 講評会：平成29年3月7日

4. 配付試料の調製

配付試料の調製は、試薬メーカーに依頼し、平成28年9月28日及び9月29日に以下のように行った。試料調製にあたり、標準液を除いた使用試薬は特級を用いた。

1) フッ素

水道水20 Lにふっ化物イオン標準液（化学分析用(JCSS), 1 mg/mL) 7.0 mLを加えて配付試料を調製し、100 mLのポリエチレン瓶90本に分注した。フッ素の最終目標濃度は、0.4 mg/Lとした。

2) トリクロロエチレン

超純水80 Lに塩酸(1+10)を添加して、pH2になるように調整し、トリクロロエチレン標準液（水質試験用, 1 mg/mL)を600 μ L添加して配付試料を調製し、500 mLのガラス容器90本に分注した。トリクロロエチレンの最終目標濃度は、0.0075 mg/Lとした。

5. 配付試料の均質性及び濃度の経時変化

配付試料のばらつきを把握するため、以下の検討を行った。

^a 東京都健康安全研究センター薬事環境科学部環境衛生研究科
169-0073 東京都新宿区百人町3-24-1

^b 東京都健康安全研究センター薬事環境科学部

た。なお、各項目の分析は、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²⁾（以下告示法と略す）に従った。

1) 配付試料の均質性及びロット差

調製した配付試料90本からランダムに10本を抜き取り、1本ごとに2回ずつ測定して平均値を算出し、その標準偏差Ssを算出した。配付試料が均質であることを確認するために、Ssと検査機関間標準偏差 σ_R の0.3倍を比較した³⁾。

2) 配付試料濃度の経時変化

フッ素及びトリクロロエチレンの検査において、告示法では、試料を速やかに試験できない場合、冷暗所に保存し、24時間以内に試験することとしている²⁾。そこで、冷蔵保存している配付試料について、試料配付日を0日目とし、1日目、2日目及び3日目に1本ずつ抜き取り、5回ずつ測定し、経時変化の有無を判断するために、試料配付日の濃度を対照としてDunnettの検定^{4,5)}を行った。

6. 実施方法

1) 試料の配付

試料は、各検査機関宛に、到着日を10月3日に指定して冷蔵配送した。

2) 分析開始日

分析開始日は、10月3日とした。

3) 分析方法

フッ素は、告示法²⁾の別表第13（イオンクロマトグラフ（陰イオン）による一斉分析法）、トリクロロエチレンは告示法²⁾の別表第14（ページ・トラップーガスクロマトグラフー質量分析計による一斉分析法）及び別表第15（ヘッドスペースーガスクロマトグラフー質量分析計による一斉分析法）のいずれかを用いて測定することとした。測定は、日常業務における当該分析項目の担当者が行うものとし、配付試料から5回分の検体を分取し、それぞれについて分析を行い、5回の分析値を全て報告することとした。

4) 報告書等の提出

5回の分析値、測定条件、検量線、分析チャート、検査機関の水質検査実施標準作業書（以下SOPと略す）及びSOPに準じた操作手順を示したフローシート、本分析に係る作業記録、分析結果の計算過程を記載したメモの提出を求めた。

5) データ解析及び評価方法

データ解析と評価は、以下のとおりに行った。

各機関の5回の分析値の平均値（検査機関内平均値）を用いてGrubbsの棄却検定⁶⁾を行い、棄却率1%に入る検査機関の値を外した後、データの第1四分位数、第2四分位数（中央値）及び第3四分位数を算出し、全機関の報告値についてzスコア⁷⁻¹⁰⁾及び検査機関間中央値に対する各検査機関内平均値の割合（%）（以下誤差率と略す）を計算した。

評価基準は、以下の①から③とした。各分析項目において評価基準のいずれかを満たさなかった検査機関には、原因究明及び改善報告書の提出を求めた。

- ① フッ素の場合、検査機関のzスコアが $|z| < 3$ 、もしくは誤差率が $\pm 10\%$ 以下であること。トリクロロエチレンの場合、検査機関のzスコアが $|z| < 3$ 、もしくは誤差率が $\pm 20\%$ 以下であること。
- ② 検査機関内変動係数が、フッ素は10%、トリクロロエチレンは20%以下であること
- ③ 添加していない化合物が不検出であること。

6) 告示法に基づく検査の実施状況

本精度管理に参加した機関において、水質試験が告示法に基づいて実施されているか否かを判断できる事項を水質精度管理報告書の内容から抜き出して、整理した。

結果及び考察

1. 配付試料の結果

1) 配付試料の均質性及びロット差

実施方法5.1) によって得られた標準偏差Ss、検査機関間標準偏差 σ_R 及び σ_R の0.3倍（ $0.3\sigma_R$ ）の値を表1に示す。

$Ss \leq 0.3\sigma_R$ を満たせば配付試料の濃度が均質であると判断できる³⁾。Ssと $0.3\sigma_R$ を比較したところ、両項目でSsの方が低かったため、配付試料は均質であったと判断した。

2) 配付試料濃度の経時変化

実施方法5.2) によって測定された経時変化を図1に示す。試料配付日の濃度を対照とするDunnett検定の結果、両項目で有意差が認められなかった（ $p < 0.05$ ）ことから、時間経過による濃度の変化は無かったものと判断した。

2. 精度管理結果

解析結果の概要を表2に、各検査機関の平均値、機関内変動係数、zスコア及び誤差率を表3に、zスコアのヒストグラムを図2に、各検査機関の結果を図3に示す。

1) フッ素

(1) 解析結果

参加機関数は40機関で、各機関の検査機関内平均値を用いて統計処理を行った。全検査機関における最大値は0.551 mg/L、最小値は0.432 mg/Lで、平均値は0.482 mg/L、中央値は0.481 mg/Lであった。各検査機関のzスコアの範囲は-2.41～3.53、誤差率の範囲は-10.0～14.7%であった。また、検査機関内変動係数は最大で3.1%、検査機関間変動係数は5.2%であった。

(2) 評価基準を満たさなかった検査機関

Grubbsの棄却検定により棄却された機関はなかった。

2機関（No.6, No.13）が、zスコアが $|z| \geq 3$ かつ誤差率が $\pm 10\%$ を超えたことにより、評価基準を満たさなかった。

表 1. 配付試料の均質性

	フッ素	トリクロロエチレン
σ_R	0.02501	0.00074
$0.3 \sigma_R$	0.00750	0.00022
Ss	0.00386	0.00018

σ_R : 検査機間標準偏差

Ss : 2回測定値の平均値の標準偏差 (n=10)

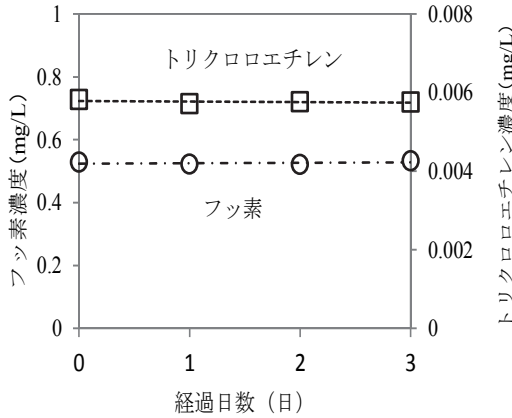


図 1. 配付試料濃度の経時変化

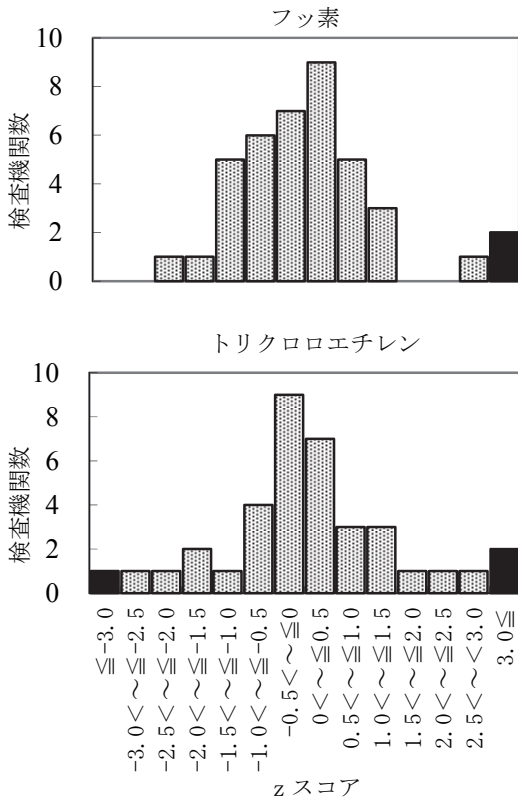


図 2. zスコアのヒストグラム

(3) 原因究明及び改善報告書の内容

検査機関 No.6 が評価基準を満たさなかった原因は、サブプレッサーの劣化によるテーリングの発生及びピーク積分範囲の設定ミスであった。改善策は、サブプレッサーを新しいものに交換すること、クロマトグラムのスケールを適宜調整し、積分範囲の設定を手動で行うことであった。サブプレッサーを交換後、配付試料と同じ添加濃度の試料を再測定したところ、テーリングが改善され、測定濃度は 0.43 mg/L となり、z スコア及び誤差率が評価基準を満たした。

検査機関 No.13 が評価基準を満たさなかった原因は、ピークの拡大率が適切でなかったため、高濃度側の標準液のピーク積分が不十分なことであった。改善策は、ピークの拡大率を手動で調整し、ピークの積分範囲を再設定することであった。その結果、試料濃度の平均値は 0.424 mg/L となり、z スコア及び誤差率が評価基準を満たした。

2) トリクロロエチレン

(1) 解析結果

参加機関数は 38 機関で、Grubbs の棄却検定で 1 機関が棄却されたため、37 機関の検査機関内平均値を用いて統計処理を行った。最大値は 0.00887 mg/L、最小値は 0.00505 mg/L で、平均値は 0.00672 mg/L、中央値は 0.00665 mg/L であった。各機関の z スコアの範囲は範囲は -3.39~4.67、誤差率の範囲は-24.1~33.3%であった。また、検査機関内変動係数は最大で 13.4%、検査機関間変動係数は 11.0% (棄却された検査機関を除く) であった。

(2) 評価基準を満たさなかった検査機関

Grubbs の棄却検定により 1 機関 (No.25) が棄却された。また、3 機関 (No.5, No.31, No.35) は、z スコアが $|z| \geq 3$ かつ誤差率が $\pm 20\%$ を超えたことにより評価基準を満たさなかった。

(3) 原因究明及び改善報告書の内容

検査機関No.25がGrubbs棄却検定で棄却された原因は、特定されなかったが、精度管理調査以前にあった機器の不具合、担当者の思い込みによるミス、試料混和の不十分さ等の可能性があった。改善策は、メーカーによる機器メンテナンス (ヘッドスペース装置-ガスクロマトグラフ間のトランスファーライン交換含む) 及び教育訓練の実施 (担当者の操作確認) をすることであった。機器のメンテナンス後に実施した内部精度管理の結果、測定感度が向上し、内部標準物質の面積値のバラツキが減少した。また、担当者の操作は適切であったことも確認された。ヘッドスペース装置-ガスクロマトグラフ間のトランスファーラインは、測定を重ねると汚染され、その内側を通過する測定物質を吸着するおそれがあるため、定期的な交換又は洗浄が必要である。

検査機関No.5が評価基準を満たさなかった原因は、予備

表 2. 解析結果の概要

項目	フッ素	トリクロロエチレン
検査機関数	40 機関	38 機関
棄却検定後の検査機関数	40 機関	37 機関
最大値 ¹⁾	0.551 mg/L	0.00887 mg/L (0.0113 mg/L)
最小値	0.432 mg/L	0.00505 mg/L
平均値	0.482 mg/L	0.00672 mg/L
中央値	0.481 mg/L	0.00665 mg/L
標準偏差	0.025 mg/L	0.00074 mg/L
検査機関内変動係数 最大値	3.1 %	13.4 %
検査機関間変動係数	5.2 %	11.0 %
z スコアの±3 の範囲	0.421 ~ 0.541	0.00523 ~ 0.00808
中央値の±10%又は±20%の範囲	0.433 ~ 0.529	0.00532 ~ 0.00798
z スコアの範囲	-2.41 ~ 3.53	-3.39 ~ 4.67
誤差率 ²⁾ の範囲 (%)	-10.0 ~ 14.7	-24.1 ~ 33.3
Grubbs棄却検定で棄却された検査機関数	0	1
評価基準① ³⁾ を満たさなかった検査機関数	2	3
評価基準② ⁴⁾ を満たさなかった検査機関数	0	0
評価基準③ ⁵⁾ を満たさなかった検査機関数	0	0
水質基準値	0.8 mg/L	0.01 mg/L

1) 最大値の()内は、Grubbs棄却検定で棄却された検査機関内平均値

2) 誤差率は、検査機関間中央値に対する各検査機関内平均値の割合

3) 評価基準①：zスコアが|z|<3、もしくは誤差率が±10%以下（フッ素）、±20%以下（トリクロロエチレン）

4) 評価基準②：検査機関内変動係数が、フッ素は10%、トリクロロエチレンは20%以下

5) 評価基準③：添加していない化合物が不検出

表 3. 各検査機関の平均値、変動係数、z スコア及び中央値に対する誤差率

検査機関 番号	フッ素				トリクロロエチレン			
	平均値 (mg/L)	変動係数 (%)	zスコア	誤差率 (%)	平均値 (mg/L)	変動係数 (%)	zスコア	誤差率 (%)
1	0.503	0.8	1.13	4.7	0.00617	1.6	-1.01	-7.2
2	0.495	0.7	0.70	2.9	0.00590	5.0	-1.59	-11.3
3	0.472	0.3	-0.43	-1.8	0.00665	3.3	0.00	0.0
4	0.482	0.5	0.08	0.3	0.00682	2.0	0.35	2.5
5	0.465	0.7	-0.79	-3.3	0.00505	2.6	-3.39	-24.1
6	0.551	1.6	3.53	14.7	0.00625	1.5	-0.84	-6.0
7	0.460	0.0	-1.03	-4.3	0.00641	1.3	-0.50	-3.6
8	0.497	0.2	0.82	3.4	0.00719	0.7	1.14	8.1
9	0.443	0.6	-1.87	-7.8	0.00683	0.5	0.37	2.6
10	0.483	0.3	0.13	0.5	0.00562	2.5	-2.18	-15.5
11	0.471	0.5	-0.49	-2.0	0.00654	1.2	-0.23	-1.6
12	0.490	0.2	0.48	2.0	0.00635	1.7	-0.63	-4.5
13	0.548	0.4	3.39	14.1	0.00783	0.1	2.47	17.6
14	0.498	0.4	0.86	3.6	0.00643	0.9	-0.46	-3.3
15	0.467	0.7	-0.69	-2.9	0.00671	0.9	0.12	0.9
16	0.454	0.5	-1.31	-5.5	-	-	-	-
17	0.471	0.4	-0.48	-2.0	0.00803	1.8	2.90	20.7
18	0.455	0.7	-1.29	-5.4	0.00663	0.6	-0.04	-0.3
19	0.476	0.5	-0.25	-1.0	0.00649	4.0	-0.34	-2.4
20	-	-	-	-	0.00667	1.3	0.04	0.3
21	0.456	0.2	-1.25	-5.2	0.00736	2.3	1.49	10.6
22	0.459	0.3	-1.08	-4.5	0.00651	0.9	-0.30	-2.2
23	0.493	0.1	0.60	2.5	0.00705	3.3	0.85	6.0
24	-	-	-	-	0.00657	1.1	-0.18	-1.3
25	0.461	0.2	-0.96	-4.0	0.0113	13.4	/	/
26	0.485	3.1	0.23	1.0	0.00688	0.7	0.48	3.4
27	0.467	0.2	-0.70	-2.9	0.00652	0.9	-0.28	-2.0
28	0.498	0.4	0.86	3.6	0.00681	1.4	0.32	2.3
29	0.540	0.3	2.96	12.3	-	-	-	-
30	0.502	1.2	1.08	4.5	0.00629	1.8	-0.75	-5.4
31	0.474	0.8	-0.35	-1.5	0.00887	2.7	4.67	33.3
32	0.502	0.3	1.08	4.5	0.00660	7.3	-0.10	-0.7
33	0.483	1.1	0.13	0.5	-	-	-	-
34	0.480	0.1	-0.04	-0.2	0.00713	0.9	1.00	7.1
35	0.470	0.4	-0.53	-2.2	0.00817	0.8	3.20	22.9
36	0.478	1.1	-0.12	-0.5	-	-	-	-
37	0.432	0.2	-2.41	-10.0	0.00531	2.6	-2.82	-20.1
38	0.481	0.1	0.04	0.2	0.00592	1.7	-1.54	-11.0
39	0.490	0.6	0.47	2.0	0.00670	1.0	0.09	0.7
40	0.489	0.6	0.40	1.7	0.00738	0.9	1.54	11.0
41	0.488	0.2	0.38	1.6	0.00720	1.0	1.16	8.3
42	0.462	0.2	-0.92	-3.8	0.00690	5.1	0.53	3.8

- : 不参加, / : Grubbs 棄却検定により棄却

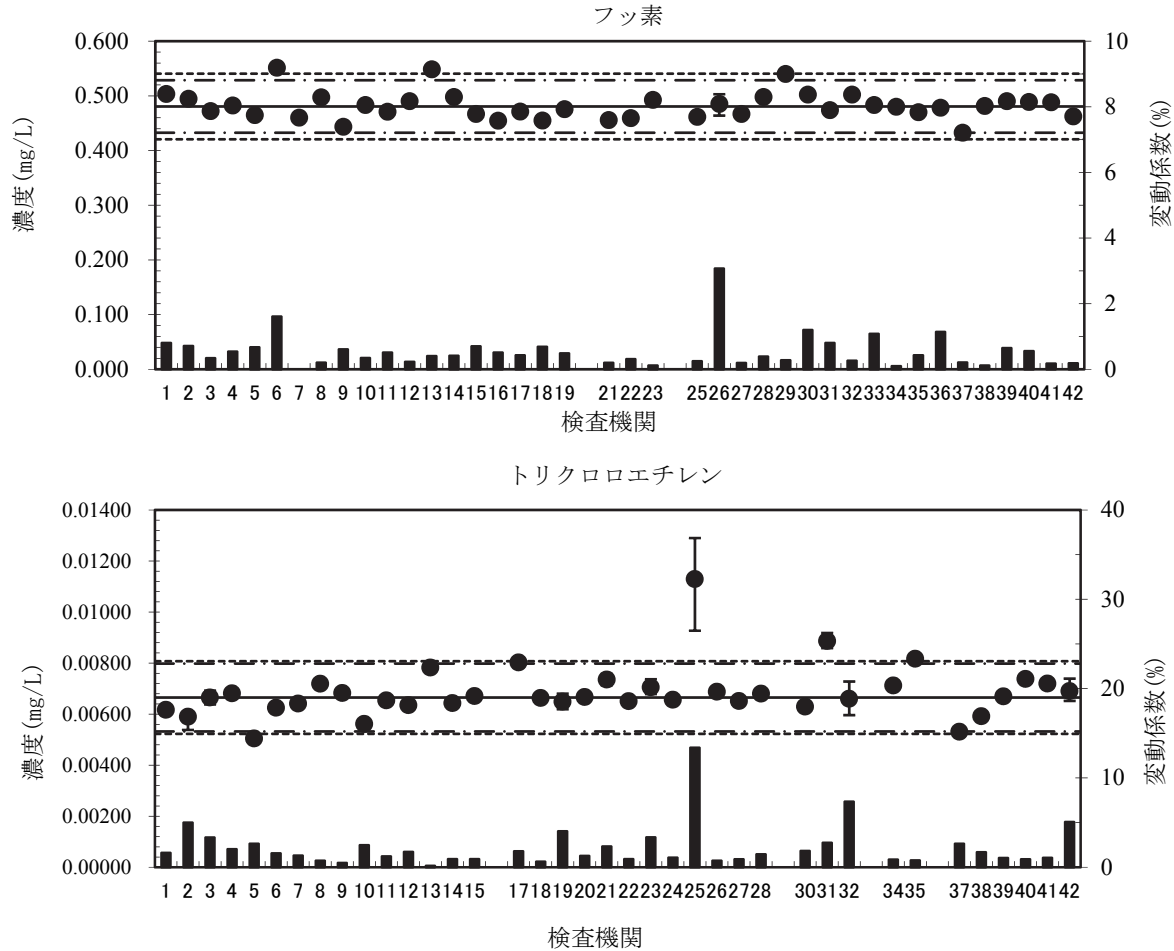


図3. 各参加機関の平均値及び変動係数

●：各検査機関内平均値±標準偏差，実線：中央値，一点鎖線：中央値±10%（上図），中央値±20%（下図），破線： $|z|=3$ となる値，棒グラフ：変動係数

測定後に機器が不調になり，配付試料を空隙が多い状態で数時間放置したことによりトリクロロエチレンが揮散したためであった．検査機関の検証では，自らが調製した試料を空隙が多い状態で4時間放置すると濃度の低下がみられたが，空隙が多くない状態では調製9日後でも濃度の低下が認められなかった．改善策は，精度管理における揮発性有機化合物の測定の場合，試料到着時に必要量を分取し，残りの試料についてはガラス瓶に満水密栓し保存するとしていた．また，当該機関への聞き取り調査では，通常検査において，検体搬入時に再検査分と合わせて2本のバイアル瓶に試料を分注し，密閉しているとの回答であった．

検査機関No.31が評価基準を満たさなかった原因は特定されなかった．当該機関は自己調製の標準原液を使用していたため，標準原液の調製ミス及び検量線の不良が原因と推定された．自己調製標準液及び市販標準原液との比較，他機関間，操作者間の標準液の比較を行ったところ，違いは認められなかった．このことから，自己調製標準原液の濃度及び標準液調製法に問題がないことが確認された．そ

こで，検査精度を確認するための内部精度管理を実施したところ，水道水質検査の妥当性評価ガイドラインの目標を満たした．

検査機関No.35が評価基準を満たさなかった原因は，標準液の面積値が通常の検査と比較してやや低かったためであった．改善策は，検量線用標準系列を過去に行った検量線の傾きとの比較により管理していくこと，メーカー点検を実施することであった．また，改善策を講じた後に実施した検査精度を確認するための内部精度管理の結果は，水道水質検査の妥当性評価ガイドラインの目標を満たした．

3. 告示法に基づく検査の実施状況

1) フッ素における試験の実施状況

(1) 試験開始までの日数

告示法では，試料は速やかに試験し，速やかに試験できない場合は冷暗所に保存し，24時間以内に試験することとしているが，40機関中2機関が24時間を超えて試験をしていた．

(2) 前処理

告示法では、検水をろ過処理し、初めのろ液は捨て、次のろ液を試験溶液とするとしているが、40機関中6機関がろ過処理を実施していなかった。

(3) 標準液の調製

告示法では、使用の都度調製することとしているが、40機関中1機関が測定開始日の約1ヶ月前に標準液を調製していた。また、無回答が1機関あった。標準原液については、自己調製している検査機関が40機関中1機関あり、市販標準混合原液を使用している検査機関が40機関中5機関あった。

(4) 検量線の作成

告示法では、検量線の濃度範囲の上限は5 mg/Lと定められており、4段階以上に調製した標準液を用いることとしている。参加検査機関の全機関において、濃度範囲の上限内、かつ4段階以上の標準液を用いていた。

(5) 空試験の実施

告示法では、空試験を実施することとされている。全参加機関が空試験を実施していた。

2) トリクロロエチレン類における試験の実施状況

(1) 試験開始までの日数

告示法では、試料は速やかに試験し、速やかに試験できない場合は、冷暗所に保存し、24時間以内に試験することとしている。38機関中2機関が24時間を超えて試験をしていた。

(2) 標準液の調製

告示法では、標準液の調製は使用の都度調製することとしているが、38機関中3機関が測定開始日の前日までに標準液を調製していた。

(3) 検量線の作成

告示法では、検量線の濃度範囲の上限は0.01 mg/Lと定められており、4段階以上に調製した標準液を用いることとしているが、38機関中1機関が上限値を超過した標準液を用いていた。

(4) 空試験の実施

告示法では、空試験を実施することとされている。全参加機関が空試験を実施していた。

ま と め

今年度は、フッ素及びトリクロロエチレンについて外部精度管理を実施した。各項目の測定値の評価は、Grubbsの棄却検定後、 z スコア及び誤差率、検査機関内変動係数で行った。フッ素は、40機関について統計処理を行ったところ、2機関が z スコアが $|z| \geq 3$ かつ誤差率が $\pm 10\%$ を超えた

ことにより、評価基準を満たさなかった。いずれもピークの拡大率が不十分であったこと、テーリングの発生による積分範囲の設定が不適切であったことが原因であった。これらを改善するためには、新しいサプレッサーへの交換やフッ素イオンピークの近接にある高濃度なピークにオートスケールされるクロマトグラムの拡大率をフッ素イオンピークの大きさに合うように手動で変更し、ピークの積分範囲を適切に設定する必要がある。告示法に基づいて試験しているかどうか調査した結果、試験開始までの日数で2機関、前処理で6機関、標準液の用時調製で1機関が告示法と異なっていた。

トリクロロエチレンは、38機関について統計処理を行った。1機関がGrubbsの棄却検定で棄却され、3機関が z スコアが $|z| \geq 3$ かつ誤差率が $\pm 20\%$ を超えたことにより評価基準を満たさなかった。その原因は、配付試料の瓶を空隙の多い状態で数時間放置したことによりトリクロロエチレンが揮散したこと、機器の不具合等、標準液の面積値が通常の検査と比較してやや低かったことであった。これらを改善するためには、試料到着時に必要量を分取し、残りの試料についてはガラス瓶に満水密栓し保存すること、機器のメンテナンス及び教育訓練の実施、検量線用標準系列を過去の検量線の傾きとの比較により管理していくこと、メーカー点検の実施であった。告示法に基づいて試験しているかどうか調査した結果、試験開始までの日数で2機関、標準液の用時調製で3機関、検量線の作成で1機関が告示法と異なっていた。

文 献

- 1) 東京都水道水質管理計画, 平成22年3月23日改正
- 2) 厚生労働省告示第261号, 平成27年3月12日改正
- 3) ISO/IECガイド43-1付属書A「技能試験プログラムにおける安定性試験・均質性試験手順書」,1997.
- 4) Dunnett, C. W.: *J. American Statistical Association*, **50** (272), 1096–1121, 1955.
- 5) Dunnett, C. W.: *Biometrics*, **20** (3), 482-491, 1964.
- 6) JIS Z 8402-2, 測定方法及び測定結果の精確さ（真度及び精度）—第2部：標準測定方法の併行精度及び再現精度を求めるための基本的な方法, 7-27, 1999, 日本規格協会, 東京.
- 7) JIS Q 17043, 適合性評価—技能試験に対する一般要求事項, 2011, 日本規格協会, 東京.
- 8) 藤井賢三：環境と測定技術, **27** (2), 51-56, 2000.
- 9) 藤井賢三：環境と測定技術, **27** (3), 42-44, 2000.
- 10) 藤井賢三：環境と測定技術, **27** (5), 56-60, 2000.

External Quality Control Program for Drinking Water Analysis in 2016
—Fluorine and Trichloroethylene—

Teruaki KINOSHITA^a, Yuki KOSUGI^a, Yukinari TATEISHI^a, Norihisa MISEKI^a, Hiroyuki KONISHI^a and Takako MORIYASU^a

Since 2003, the Tokyo Metropolitan Government has conducted an external quality control program for laboratories that examine drinking water, to evaluate and improve their analytical performance. In 2016, we selected fluorine and trichloroethylene as targets. We found that two laboratories submitted a result that did not meet our evaluation standard. These failures occurred because the amplification of the fluorine peak was insufficient, and the setting of the integral calculus range was inappropriate because of the peak tailing phenomenon.

For the trichloroethylene analyses, one laboratory did not receive official approval according to the Grubbs test, and three laboratories submitted a result that did not meet our evaluation standard. The reason for failing the Grubbs test was not identified, but there was a possibility of malfunctioning of the apparatus before the external quality control program, a mistake by the person in charge, and a shortage of the sample mixture. An evaluation standard was not met due to volatilization of trichloroethylene, which was caused by having left a sample with many cavities for several hours, malfunctioning of the apparatus, and the surface area of the standard solution being slightly lower than usual.

Keywords: external quality control program, fluorine, trichloroethylene, official method

a Tokyo Metropolitan Institute of Public Health
3-24-1, Hyakunin-cho, Shinjuku-ku, Tokyo 169-0073, Japan

