

平成31年2月19日(火)

平成30年度建築物飲料水水質検査業精度管理「講評会」

平成29・30年度 フォローアップの実施内容

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

内容

➤ フォローアップ実施概要

➤ フォローアップ実施内容

○平成29年度

○平成30年度

- ・フォローアップ対象検査機関-原因及び改善策-
- ・フォローアップを希望した検査機関

フォローアップ実施概要

実施概要

平成29年度からフォローアップを実施

◆ 目的

- 検査方法の見直し
- 分析技術の向上及び信頼性の確保

◆ 内容

- 原因究明及び改善策の提案
- 分析技術等の情報交換

フォローアップの対象となる条件

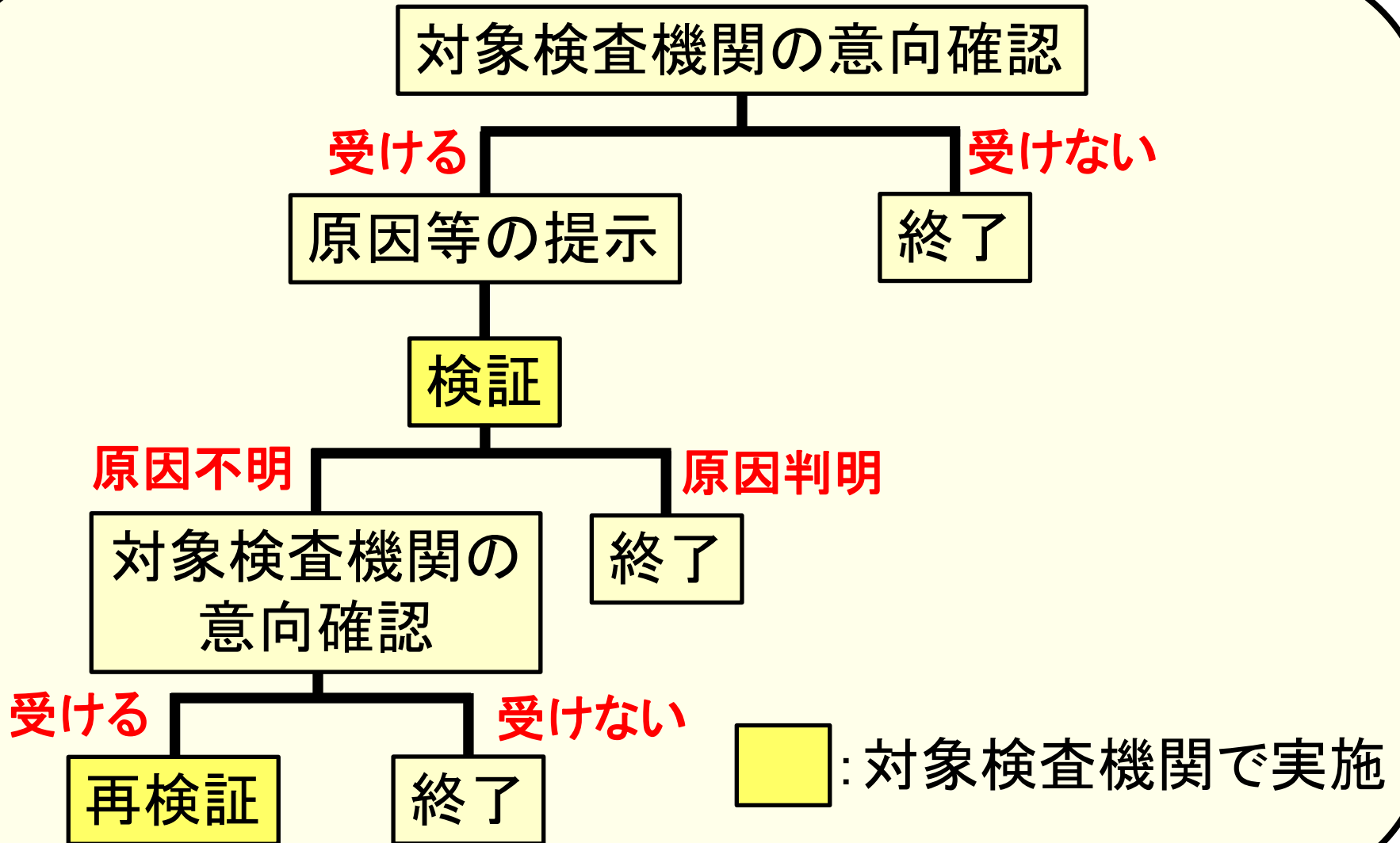
- ・以下の条件のいずれかに該当した場合、フォローアップを実施
- ・ただし、対象外の検査機関でも、希望があれば行う

○ Grubbsの棄却検定により棄却された場合

○ zスコアの絶対値が3以上、かつ中央値からの誤差率が±10%又は±20%を超えた場合

○ 機関内変動係数が10%又は20%を超えた場合

フォローアップの流れ①



フォローアップの流れ②

当センター
原因と改善方法
を提案

電話又はメールでの連絡

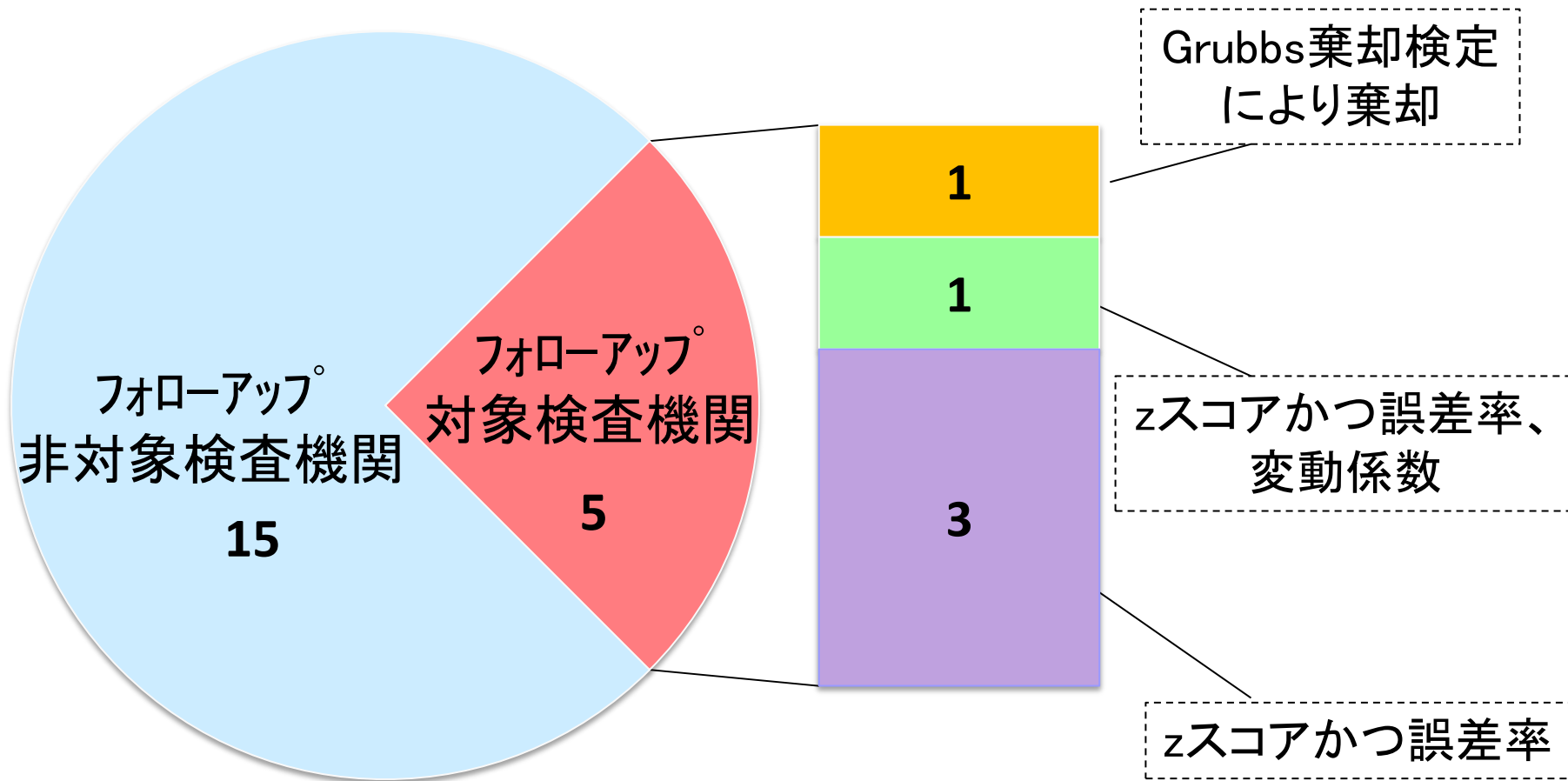
対象検査機関

検証

事後に、アンケートで対象検査機関の
改善状況等を確認

平成29年度 フォローアップ実施内容

精度管理実施結果



実施項目：クロロホルム

参加検査機関数：20機関

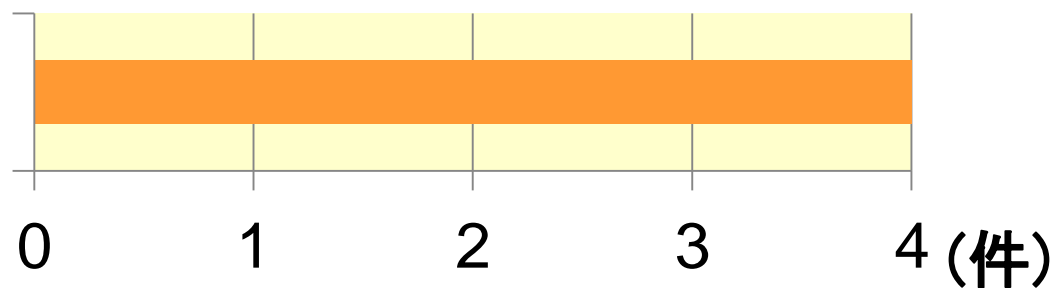
フォローアップ実施内容

フォローアップ対象条件 該当項目	推定原因	改善方法
Grubbs棄却検定	報告書への記入の際に単位間違い	チェック体制の強化
zスコアかつ誤差率	標準液と試料の内部標準物質の面積値が大きく異なる ⇒標準液と試料を別日に測定していたことが判明	標準液⇒試料⇒標準液の順のように、 標準液と試料は連続測定 を行う
zスコアかつ誤差率、 変動係数	検量線の原点通過	検量線は原点を含まずに作成
zスコアかつ誤差率	標準液と試料の内部標準物質の面積値が大きく異なる ⇒絶対検量線で定量すると良好	内部標準物質の添加量を確認する
zスコアかつ誤差率	①ブランク値の濃度が高く、標準液の調製にも影響があった可能性 ②クロホルム標準液の段階的な希釈操作に問題	①ブランク値は、 定量下限値の1/3未満 であることを確認する ②標準液調製の際、クロホルムの揮発に注意する

フォローアップ アンケート結果

Q1. 原因究明はできたか？

原因究明できた

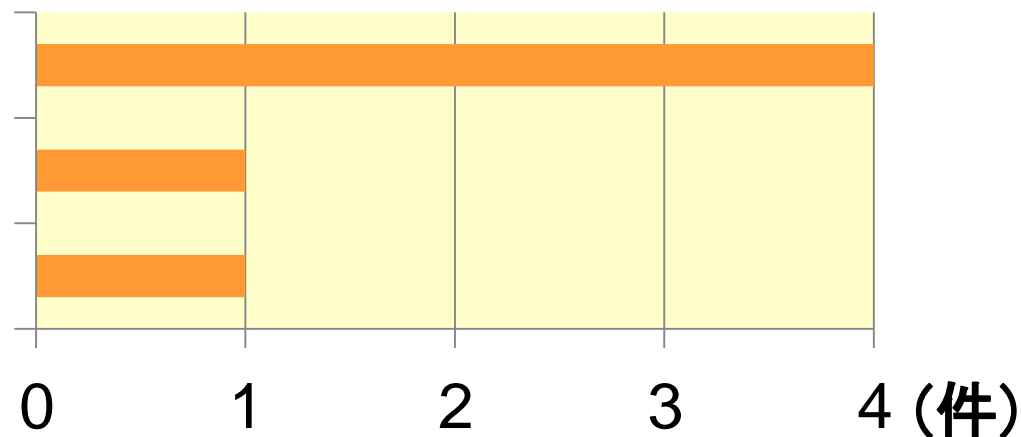


Q2. 日常業務で改善した点は何か？

データ集計等のチェック方法

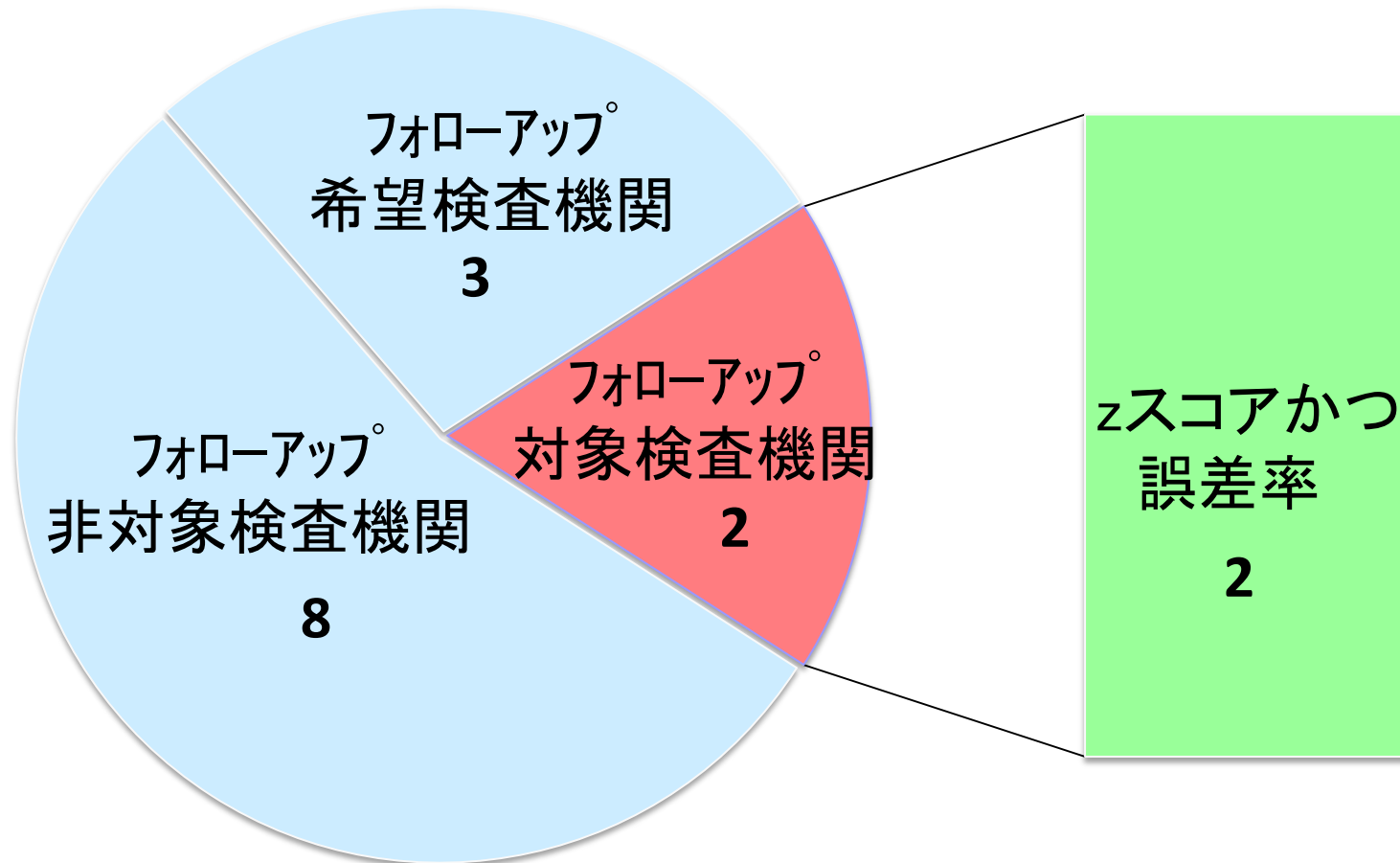
機械器具の点検方法

試薬等の管理方法



平成30年度 フォローアップ実施内容

精度管理実施結果



実施項目：臭素酸

参加検査機関数：13機関

フォローアップ対象検査機関 -原因及び改善策-

検査機関の結果詳細

項目	検査機関内平均値 (mg/L)	検査機関内 変動係数 (%)	誤差率 (%)	zスコア	検査機関間 中央値 (mg/L)
臭素酸	<u>0.00409</u>	1.8	<u>-17.4</u>	<u>-4.93</u>	0.00495

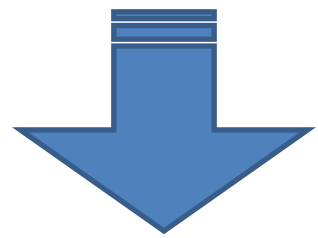
**zスコアが $|z| \geq 3$ かつ
中央値からの誤差率が $\pm 10\%$ を超過**

	std1	std2	std3
設定値 (mg/L)	<u>0.001</u>	0.01	0.02
面積値	12619	60560	119865

10倍

約5倍

標準液の設定値と実際の面積値の比例関係が異なる



原因 標準液の濃度設定について、
0.002 mg/L を0.001 mg/L と誤入力

〔平成30年度実施〕

	検査機関内平均値 (mg/L)	検査機関内変動係数 (%)	誤差率 (%)	zスコア	検査機関間中央値 (mg/L)
修正前	<u>0.00409</u>	1.8	<u>-17.4</u>	<u>-5.93</u>	0.00495
修正後	<u>0.00474</u>	1.5	<u>-4.3</u>	<u>-1.45</u>	0.00495

設定値を修正したところ、zスコア及び誤差率は改善された



改善策

チェック体制の強化

検査機関の結果詳細

項目	検査機関内平均値 (mg/L)	検査機関内 変動係数 (%)	誤差率 (%)	zスコア	検査機関間 中央値 (mg/L)
臭素酸	<u>0.00403</u>	1.9	<u>-18.6</u>	<u>-6.33</u>	0.00495

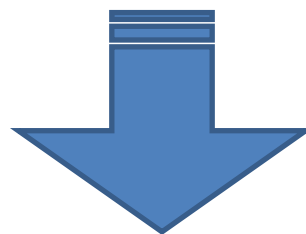
**zスコアが $|z| \geq 3$ かつ
中央値からの誤差率が $\pm 10\%$ を超過**

	std1	std2	std3	std4
設定値 (mg/L)	0.001	0.005	0.01	0.02
面積値	10694	33888	70610	127691

5倍

約3倍

標準液の設定値と実際の面積値の比例関係が異なる



原因 標準液の調製方法における誤操作の可能性

標準液の希釈操作について

標準液の調製方法を検査機関に確認したところ、
調製の際にマイクロピペットを使用していることが判明

ホールピペット

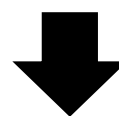


正確さに優れている

マイクロピペット



誤差が生じる可能性



使用に注意が必要



改善策①

標準液を希釈する際には、**ホールピペット**の使用を推奨

【検査機関の主な検証内容】

- ①検量線の作成において、
隣り合う濃度点の濃度比が4以内になるように設定
- ②標準液の調製において、
マイクロピペットとホールピペットで比較

【検証結果】

- ①濃度比を小さくすることで、
設定値と面積値の比例関係が良好になった
- ②器具の違いによる誤差は見られなかった

	std1	Std2	std3	std4
設定値 (mg/L)	0.001	0.002	0.005	0.01
面積値	6341/6409	12891/12657	31387/31624	64443/64787

std1のみに着目した場合

精度管理実施時と検証時において、
同じ設定濃度でも面積値が異なる

std1		検証後	std1	
設定値 (mg/L)	0.001		0.001	
面積値	10694		6341/6409	

改善策②

- ・過去のデータ等を見返す
- ・操作方法、使用器具の確認を強化

フォローアップを希望した検査機関

フォローアップを希望した 検査機関における留意点

- ① 報告書に記入してある測定値が有効数字1桁であった
➡ 実施要領には、「**有効数字3桁**」と記されている
- ② 分析において、ブランク値が高かった
➡ ブランク値は、**定量下限値の1/3未満**であることを確認する
- ③ 検量線の作成において、隣り合う濃度点の濃度比が5以上の点があった
➡ **隣り合う濃度点の濃度比が原則4以内**になるように設定する
- ④ 検量線の各濃度点の設定が3点であった
➡ **ブランク試料を含まない4点以上**の濃度点を設定する