

平成28年3月3日(木)

平成27年度建築物飲料水水質検査業における精度管理「講評会」

平成27年度精度管理 実施結果に関する講評

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

報告内容

- 実施概要
- 解析方法
- 解析結果の概要
- 参加機関における告示法*の遵守状況

*平成15年厚生労働省告示第261号

实施概要

精度管理の目的

精度管理用試料を検査機関に配付し、分析上の問題点やデータのバラツキ程度と正確さに関する実態を把握、解析する。



分析技術の改善を図り、検査機関における水質検査の信頼性を高める。

実施概要

○参加機関数 : 19機関

○実施項目 : 有機物(全有機炭素(TOC)の量)
(以下, TOCという)

○配付試料 : 水道水に全有機炭素標準原液を添加
したものを使用(500 mLのガラス瓶)

○実施時期

試料配付日 : 平成27年 9月15日(火曜日)

報告書提出期限 : 平成27年10月 2日(金曜日)

配付試料の均質性及び経時変化

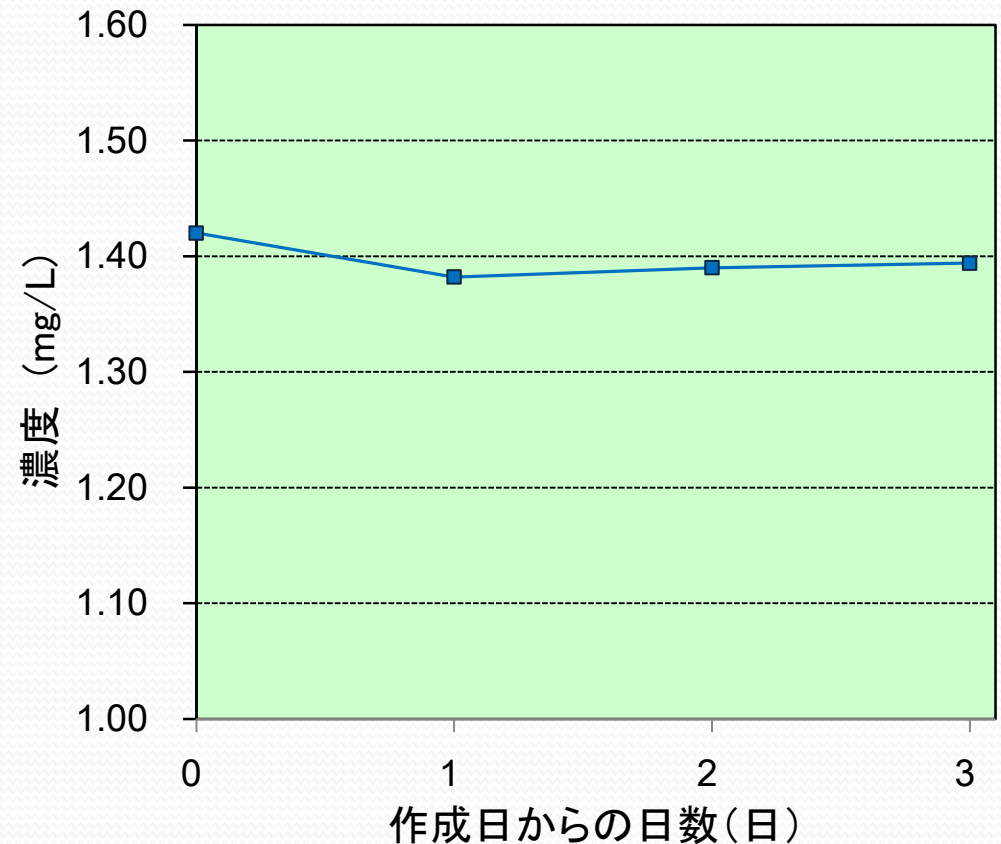
均質性

作成した配付用試料のうち、ランダムに3本測定

試料	TOC (mg/L)
1	1.38
2	1.38
3	1.39
平均	1.38
標準偏差 (mg/L)	0.005
CV(%)	0.4

経時変化

配付日から3日後まで測定



実施方法

1) 試料の保存及び分析

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で、分析を5回行う

2) 提出内容

5回測定した分析値及び測定方法

測定条件

検量線、分析チャート

操作手順のフローシート等(任意)

解析機関

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

解析方法

解析方法

各機関の5回の分析値の平均値を使用

1 外れ値の検定……Grubbsの棄却検定

外れ値：観測値の集合のうち、異なった母集団からのもの又は計測の過ちの結果である可能性を示す程度に、他と著しくかけ離れた観測値（JISハンドブック57品質管理2010）

2 外れ値の除外

3 測定値の評価のために

……zスコア

……中央値との誤差率

……各検査機関内の変動係数

Grubbs (グラッブズ) の棄却検定

疑わしい値が χ_n であるとき

$$T_n = (\chi_n - \text{平均値}) / \text{標準偏差}$$

T_n の値が棄却限界値以上なら、 χ_n は危険率 α % で捨てることができる。

- 棄却限界は、データ数と危険率に依存
- 危険率は1%に設定

zスコア

$$z = (x - X) / s$$

x = 各検査機関のデータ

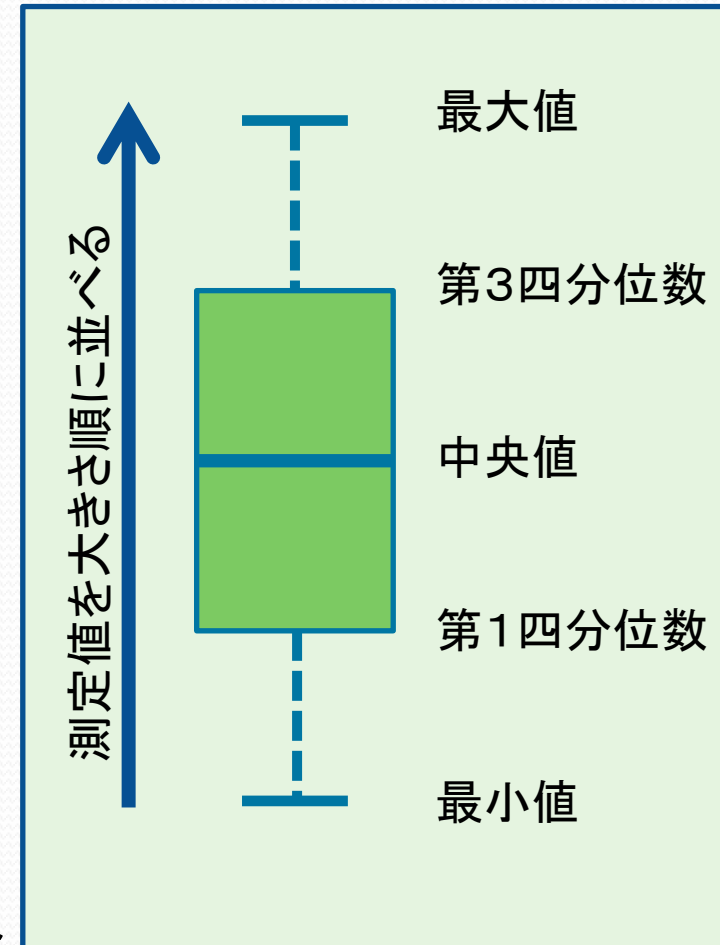
X = データの第2四分位数 (中央値)

s = 0.7413 × (データの第3四分位数
- データの第1四分位数)

zスコアの評価基準

$ z \leq 2$	満足
$2 < z < 3$	疑わしい
$3 \leq z $	不満足

(藤井賢三 (2000) 試験所認定制度における技能試験
(1). 環境と測定技術, 27, 51-56.)



評価基準

- 1) 検査機関のzスコアが $|z| < 3$ かつ誤差率*が±20%以下であること ($|z|$ はzスコアの絶対値)
- 2) 検査機関内変動係数が20%以下であること

*誤差率：(検査機関内平均値－検査機関間中央値) ÷ 検査機関間中央値 × 100

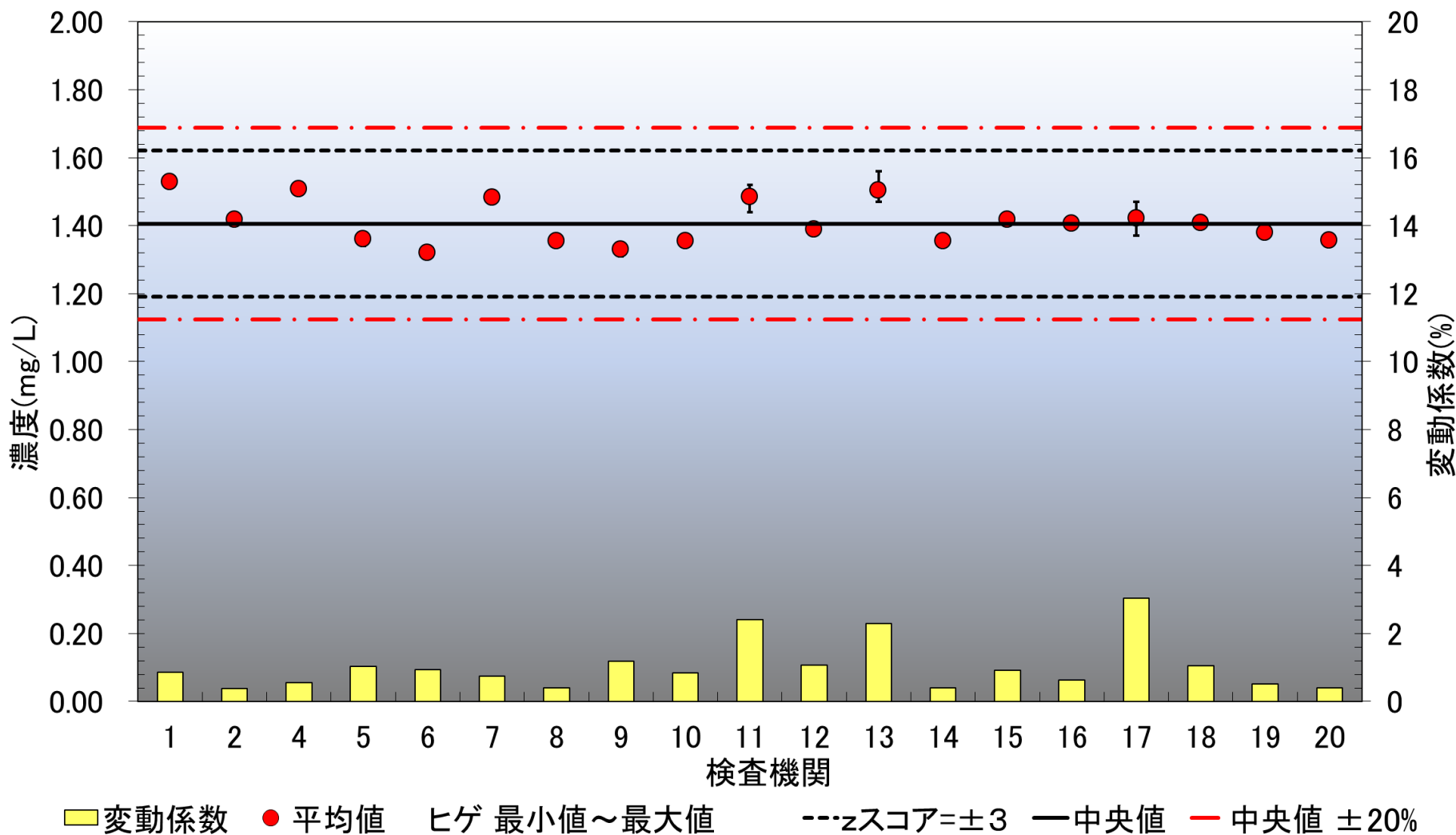
解析結果の概要

解析結果の概要

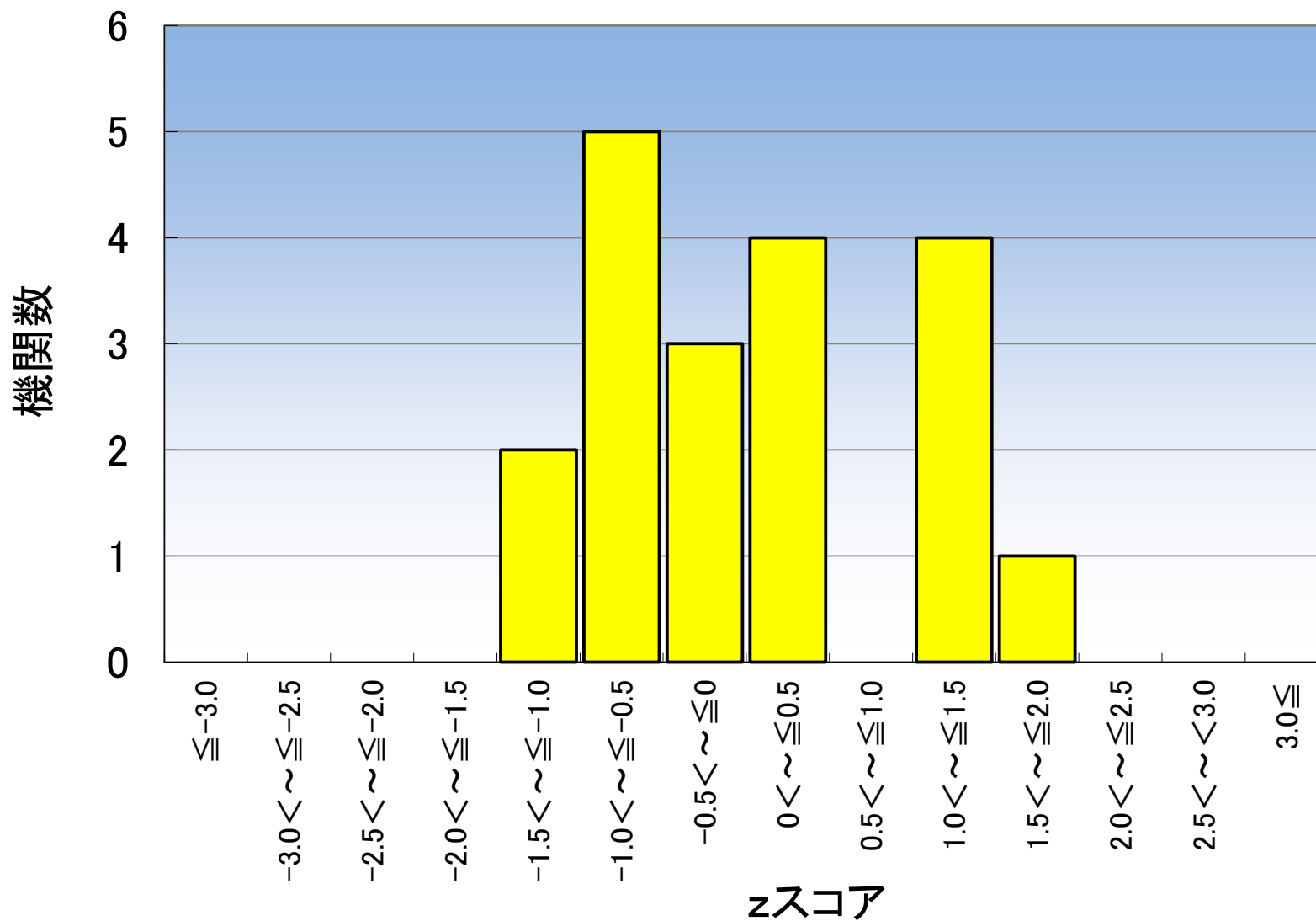
検査機関数	19 機関	標準偏差	0.06 mg/L
棄却検定後の機関数	19 機関	機関間変動係数	4.6 %
最大値	1.53 mg/L	中央値	1.41 mg/L
最小値	1.32 mg/L	評価基準を満たさなかった機関数	0 機関
機関内変動係数 最大値	3.0 %	水質基準値	3 mg/L
平均値	1.41 mg/L		

各検査機関の平均値、標準偏差及び変動係数

TOC



各検査機関におけるzスコアの度数分布



参加機関における 告示法の遵守状況

水質基準項目の試験方法

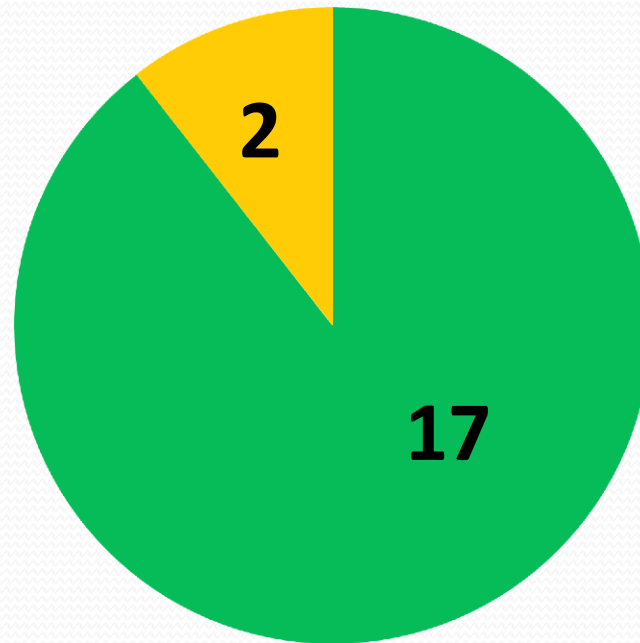
水質基準に関する省令の規定に基づき厚生労働大臣が定める方法（平成15年厚生労働省告示第261号）「最終改正平成27年3月12日」厚生労働省告示第56号

（告示法）

TOCの分析法

- 全有機炭素計測定法(別表第三十)

測定方式



■ 燃焼式 ■ 湿式

全有機炭素計測定法（別表第三十）

1 試薬

2 装置

3 試料の採取及び保存

4 試験操作

5 検量線の作成

6 連続試験を実施する場合の措置

試薬

全有機炭素標準液

全有機炭素標準原液を精製水で100倍に薄めたもの。この溶液1 mLは、炭素0.01 mgを含む。

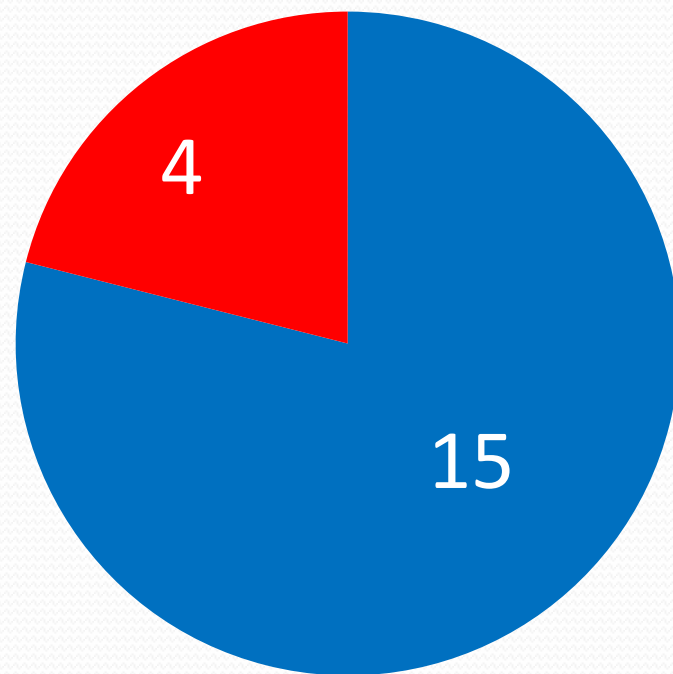
この溶液は、**使用の都度調製**する。

不明：2機関

2日前：1機関

3日前：1機関

標準液



■ 調製時使用
■ 調製時使用でない

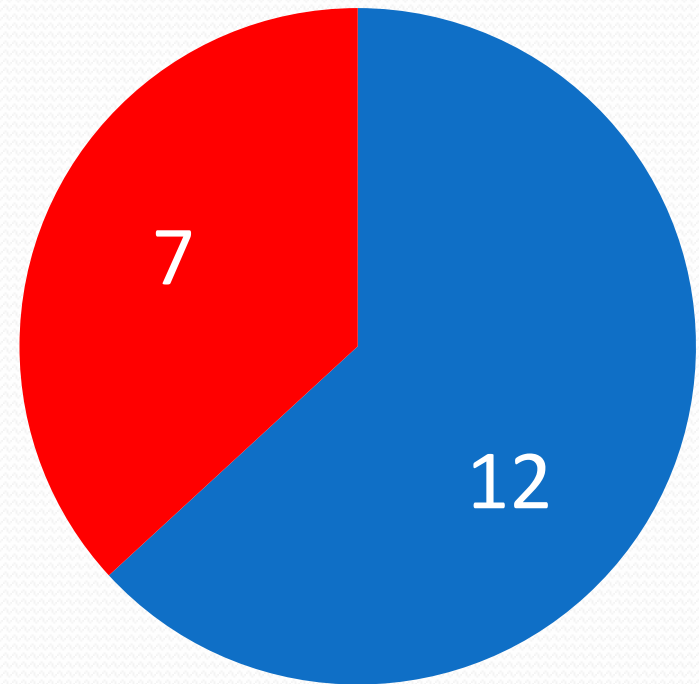
試料の採取及び保存

試料は、精製水で洗浄したガラス瓶に採取し、速やかに試験する。

速やかに試験できない場合は、冷暗所に保存し、**72時間以内**に試験する。

不明	2013年9月15日
2015年9月19日	2015年9月24日
2015年9月25日	2015年9月28日
2015年10月1日	各1機関
(配付日2015年9月15日)	

分析開始時間



- 配付後72時間以内
- 72時間超過

分析開始時間超過7機関

- 2機関は記載ミスと考えられた。
 1. 測定開始日の不記載
 2. 測定開始日が2013年9月15日と記載
- 3機関は備考欄に分析開始時間超過の理由を記載していた。
 1. 測定データの消失による再測定
 2. 検査の集中によりルーチンを優先したため
 3. 9月24, 25日にメンテナンスを行ったため

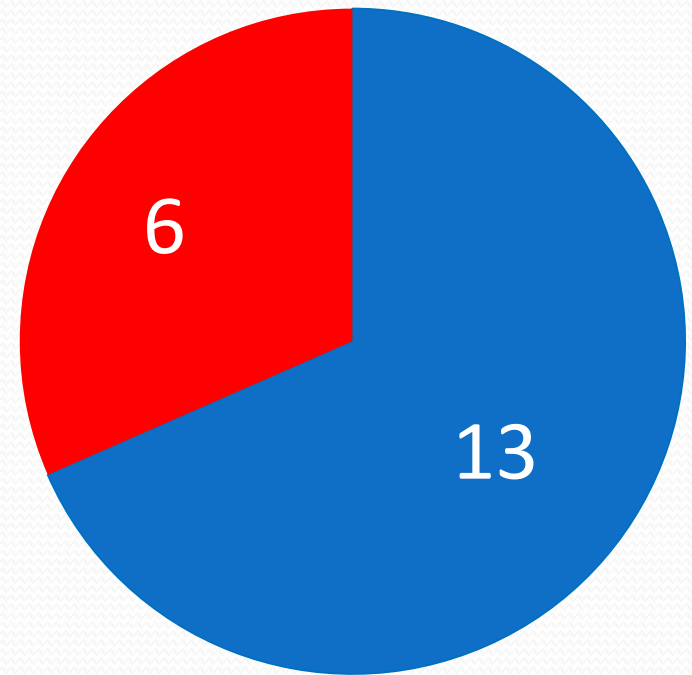
検量線の作成

全有機炭素標準液を段階的にメスフラスコ4個以上に採り、それぞれに精製水を加えて一定量とする。以下装置の補正方法に従い検量線に相当する補正を行う。

2段階 : 1機関

3段階 : 5機関

検量線



■ 4段階以上 ■ 4段階未満

その他

- 水質検査精度管理において有効数字3桁での記入に対して小数点以下3位まで記載
- 添付データと「測定の詳細」の記載内容が著しく異なる
- 定量下限値の記載が「 <0.1 」となっている
- 7回測定を行い、そこから5回分のデータを取っている

まとめ

- (1) 平成27年度の建築物飲料水水質検査業における精度管理はTOCを対象項目とし、19機関が参加した。
- (2) すべての参加機関が良好な検査技能を有していた。
- (3) 分析方式は、燃焼式が17機関、湿式が2機関であった。
- (4) 一部の機関で告示法から逸脱して分析を行っていた。