

**令和 4 年度**  
**水道水質検査精度管理講評会**

**令和 5 年 3 月**

**東京都福祉保健局**

# 目次

<b>I. 精度管理実施の目的</b>	1
<b>II. 実施の概要</b>	
1 参加検査機関	1
2 実施項目	1
3 配付試料	1
4 実施時期	1
5 実施方法	2
6 解析機関	2
7 評価方法	2
<b>III. 精度管理の解析結果</b>	
1 フッ素及びその化合物	2
2 シス-1,2-ジクロロエチレン及びトランス-1,2-ジクロロエチレン	3
<b>IV. 告示法に基づく検査の実施状況</b>	
1 フッ素及びその化合物	4
2 シス-1,2-ジクロロエチレン及びトランス-1,2-ジクロロエチレン	4
<b>V. まとめ</b>	5
<b>図表</b>	
表 1 解析結果の概要	6
表 2 各検査機関の平均値、標準偏差及び変動係数	7
表 3 各検査機関の z スコア及び誤差率	8
図 1 各検査機関の平均値、最小値、最大値及び変動係数	9
図 2 検査機関における z スコアの度数分布	10
図 3 告示法に基づく検査の実施状況	11
<b>資料その他</b>	
資料 1 参加検査機関	13
資料 2 製造フローシート	14
資料 3 令和 4 年度水道水質検査精度管理実施要領	16
資料 4 棄却検定及び z スコアの計算方法	20

## I. 精度管理実施の目的

東京都では、「東京都水道水質管理計画」（平成5年12月14日策定、平成22年3月23日改正）により、東京都健康安全研究センター（以下、「当センター」という。）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検査機関（以下、「検査機関」という。）を対象とした外部精度管理を実施している。

本外部精度管理は、精度管理用試料を対象となる検査機関に配付し、各検査機関における分析結果のバラツキの程度と正確さに関する実態を把握し、分析実施上の問題点等の改善を図ることにより、各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する。

## II. 実施の概要

### 1 参加検査機関

37 機関（資料1（13 ページ）のとおり）

### 2 実施項目

(1) 無機物：フッ素及びその化合物（以下、「フッ素」という。）

(2) 有機物：シス-1,2-ジクロロエチレン及びトランス-1,2-ジクロロエチレン（以下、「1,2-ジクロロエチレン」という。）

### 3 配付試料

配付試料の調製及び容器への分注は、林純薬工業株式会社が行った。

フッ素の配付試料は、ふっ化物イオン標準液（F<sup>-</sup>：1000 mg/L）を水道水に添加して調製し、100 mL のポリエチレン容器に分注した。1,2-ジクロロエチレンの配付試料は、pH 値が約2となるように塩酸（1+10）を添加した超純水にシス-1,2-ジクロロエチレン標準原液（1000 mg/L）を添加して調製し、500 mL の褐色ガラス容器に分注した。配付試料の調製に係る詳細は、資料2（14~15 ページ）のとおりである。実施項目の水道水等への添加濃度は、フッ素の場合 0.4 mg/L、1,2-ジクロロエチレンの場合 0.01 mg/L とした。

各実施項目の配付試料の均質性について、90 本調製した配付試料から 10 本毎に抜き取り、n=2 で測定したところ、それぞれ均質であったことを確認した。

また、配付試料の経時変化を調査するため、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7月22日厚生労働省告示第261号（最終改正令和4年3月31日厚生労働省告示第134号））（以下、「告示法」という。）に基づき、フッ素は配付後14日目まで、1,2-ジクロロエチレンは配付後8日目まで、試料を測定した。その結果、フッ素及び1,2-ジクロロエチレンについて統計的に有意な濃度変化は認められなかった。

### 4 実施時期

令和4年10月3日（月）を試料配付日とし、令和4年10月28日（金）までに分析結果の提出を求めた。

## 5 実施方法

配付試料は、令和4年10月3日(月)午前に各検査機関へ到着するように保冷下で配送した。

各検査機関は、配付試料を受け取った後、各試料の保存及び分析を「令和4年度水道水質検査精度管理実施要領」(資料3(16~19ページ))に従い実施し、結果を当センター健康危機管理情報課事業推進担当に提出することとした。

## 6 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

## 7 評価方法

データ処理は、各検査機関の5回測定の平均値(検査機関内平均値)を用いて Grubbs の棄却検定を行い、危険率1%に入る検査機関の値を除外した後、データの第1四分位数、第2四分位数(検査機関間中央値)及び第3四分位数を算出した。その後、各検査機関の報告値について、zスコア及び検査機関間中央値に対する検査機関内平均値の割合(以下、「誤差率」という。)と、検査機関内平均値及び標準偏差を用いて検査機関における変動係数(検査機関内変動係数)を算出した。評価基準は、以下の(1)、(2)及び(3)とし、各実施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) 検査機関のzスコアが $|z| < 3$ 、もしくは誤差率がフッ素の場合は $\pm 10\%$ 以内、1,2-ジクロロエチレンの場合は $\pm 20\%$ 以内であること。
- (2) 検査機関内変動係数が、フッ素は10%以下、1,2-ジクロロエチレンは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。

## III. 精度管理の解析結果

フッ素及び1,2-ジクロロエチレンの解析結果の概要を表1(6ページ)に示す。各検査機関におけるフッ素及び1,2-ジクロロエチレンの濃度の平均値、標準偏差及び変動係数を表2(7ページ)に、zスコア及び誤差率の値を表3(8ページ)に示す。また、各検査機関の平均値、最小値、最大値及び変動係数を図1(9ページ)に示し、平均値を●で、最小値~最大値をヒゲで、変動係数を棒グラフで表している。また、中央値は実線、zスコア $= \pm 3$ となる濃度値は点線、中央値 $\pm 10\%$ 又は中央値 $\pm 20\%$ となる濃度値は一点鎖線で表している。検査機関におけるzスコアの度数分布を図2(10ページ)に示す。棄却検定の方法とzスコアの算出方法は資料4(20ページ)に示すとおりである。

### 1 フッ素及びその化合物

#### (1) 解析結果の概要(表1(6ページ))

参加検査機関数は37機関で、各検査機関の5回測定の前平均値を用いて統計処理を行ったとこ

ろ、Grubbs の棄却検定において棄却された検査機関はなく、最大値は 0.474 mg/L、最小値は 0.405 mg/L で、平均値は 0.437 mg/L、中央値は 0.436 mg/L であった。各検査機関の z スコアの範囲は-1.92~2.31、誤差率の範囲は-7.1~8.6%であった。また、検査機関内変動係数は最大で 1.9%、検査機関間変動係数は 3.6%であった。

- (2) 評価基準を満たさなかった検査機関とその原因究明及び改善策  
全参加検査機関が評価基準を満たしていた。

## 2 シス-1,2-ジクロロエチレン及びトランス-1,2-ジクロロエチレン

- (1) 解析結果の概要 (表 1 (6 ページ))

参加検査機関数は 36 機関で、各検査機関の 5 回測定の前平均値を用いて統計処理を行ったところ、Grubbs の棄却検定において棄却された検査機関はなく、最大値は 0.0112 mg/L、最小値は 0.00785 mg/L で、平均値は 0.00926 mg/L、中央値は 0.00921 mg/L であった。各検査機関の z スコアの範囲は-2.61~3.73、誤差率の範囲は-14.8~21.2%であった。また、検査機関内変動係数は最大で 6.7%、検査機関間変動係数は 7.3%であった。なお、トランス-1,2-ジクロロエチレンは無添加としたが、7 機関は定量下限値未満にもかかわらず、測定値をシス-1,2-ジクロロエチレンの測定値と合算していた。

- (2) 評価基準を満たさなかった検査機関とその原因究明及び改善策

1 機関 (No. 29) 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。当該機関の原因究明によると、評価基準を満たさなかった原因は、機器の不具合であった。精度管理試料を測定後、メーカーによる点検を依頼したところ、バイアル加圧用バルブの劣化が発覚した。改善策は、メーカーによる機器のメンテナンスを計画的に実施するとともに、機器の更新準備を進めることであった。

- (3) 当センターによる原因究明及び改善策の精査

検査機関 No. 29 の原因究明及び改善策について精査したところ、原因は機器の不具合であったが、測定時における対応に改良点があると思われる。

精度管理試料の測定時に、1,2-ジクロロエチレンや内部標準物質の面積値の変動係数が 50%程度であった。しかし、内標比による検量線の直線性が良好であったことや試料 5 回分の内標比の変動係数が 4.9%であったため、結果を提出していた。これは、標準液調製や内標添加ミスとは考えられないため、前処理装置又は機器の不具合を疑うべきであった。そこで、以下のとおり助言した。

内部標準物質の面積値がばらついて変動係数が大きい場合や標準試料の面積値に異常が見られた時点で、前処理装置又は分析機器のいずれかに不具合があると判断し、機器のメンテナンス等の対応を検討していただきたい。

## IV. 告示法に基づく検査の実施状況

参加検査機関が告示法に基づいて試験をしているかを判断するために、水質検査精度管理報告書の内容から、以下の項目について確認した。

## 1 フッ素及びその化合物（図 3-1（11 ページ））

### （1）検査方法

告示法では、イオンクロマトグラフ（陰イオン）による一斉分析法（別表第 13）のみが規定されているが、全参加検査機関がこの検査方法で検査を行っていた。

### （2）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、2 週間以内に試験することとしているが、37 機関すべてが 2 週間以内に試験していた。

### （3）標準液の調製

標準原液は、37 機関中 36 機関が市販標準原液を、1 機関が市販混合標準原液を使用していた。

### （4）ろ過操作

告示法では、検水をメンブランフィルターろ過装置でろ過し、初めのろ液約 10 mL は捨て、次のろ液を試験溶液とすることとしているが、37 機関中 4 機関はろ過操作を実施していなかった。

### （5）検量線の作成

告示法では、検量線の濃度範囲の上限が定められており、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、37 機関中 1 機関は濃度範囲の上限を超えていた。なお、37 機関中 2 機関が検量線にブランクを含んでいた。

### （6）空試験

告示法では、空試験を行うこととしているが、全参加検査機関が実施していた。

## 2 シス-1,2-ジクロロエチレン及びトランス-1,2-ジクロロエチレン（図 3-2（12 ページ））

### （1）検査方法

告示法では、パージ・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（別表第 14）及び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（別表第 15）が規定されている。36 機関の内訳をしてみると、別表第 14 が 18 機関、別表第 15 が 18 機関であった。

### （2）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、36 機関中 4 機関が 24 時間を超過して試験をしていた。

### （3）標準液の調製

標準原液は、36 機関中 30 機関が市販混合標準原液を、6 機関が市販標準原液を使用していた。また、告示法では、標準液は、使用の都度調製することとしているが、36 機関のうち、3 機関が試験開始日より前に、1 機関が試験開始日より後に調製していた。

### （4）内部標準液の調製

告示法では、内部標準液は、使用の都度調製することとしているが、36 機関のうち、3 機関が試験開始日より前に、2 機関が試験開始日より後に調製していた。

### （5）空試験

告示法では、空試験を行うこととしているが、全参加検査機関が実施していた。

## V. まとめ

今年度は、フッ素及び1,2-ジクロロエチレンについて外部精度管理を実施した。

また、各実施項目における各検査機関の報告値の評価は、Grubbsの棄却検定後に、zスコア及び誤差率、検査機関内変動係数により行った。

### (1) フッ素について

参加した37機関の5回測定の平均値を用いて統計処理を行ったところ、Grubbsの棄却検定において棄却された検査機関はなく、全参加検査機関が評価基準を満たしており、良好な結果であった。なお、告示法に基づく検査の実施状況では、ろ過操作や検量線濃度範囲において、告示法を遵守していない機関が一部見られた。

### (2) 1,2-ジクロロエチレンについて

参加した36機関の5回測定 of 平均値を用いて統計処理を行ったところ、Grubbsの棄却検定において棄却された検査機関はなかったが、1機関は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。

当該機関の原因究明によると、評価基準を満たさなかった原因は、機器の不具合であった。精度管理試料を測定後、メーカーによる点検を依頼したところ、バイアル加圧用バルブの劣化が発覚した。改善策は、メーカーによる機器のメンテナンスを計画的に実施するとともに、機器の更新準備を進めることであった。

当センターが原因究明及び改善策を精査したところ、原因は機器の不具合であったが、測定時における対応に改良点があると思われる。精度管理試料の測定時に、1,2-ジクロロエチレンや内部標準物質の面積値の変動係数が50%程度であった。しかし、内標比による検量線の直線性が良好であったことや試料5回分の内標比の変動係数が4.9%であったため、結果を提出していた。これは、標準液調製や内標添加ミスとは考えられないため、前処理装置又は機器の不具合を疑うべきであった。内部標準物質の面積値がばらついて変動係数が大きい場合や標準試料の面積値に異常が見られた時点で、前処理装置又は分析機器のいずれかに不具合があると判断し、機器のメンテナンス等の対応を検討するよう助言した。

なお、告示法に基づく検査の実施状況では、検査開始までの時間や標準液の調製において、告示法を遵守していない検査機関が一部見られた。

表 1 解析結果の概要

項目	フッ素及びその化合物	シス-1,2-ジクロロエチレン及びトランス-1,2-ジクロロエチレン
検査機関数	37	36
棄却検定後の検査機関数	37	36
最大値	0.474 mg/L	0.0112 mg/L
最小値	0.405 mg/L	0.00785 mg/L
検査機関内変動係数 最大値	1.9 %	6.7 %
平均値	0.437 mg/L	0.00926 mg/L
標準偏差	0.0156 mg/L	0.000674 mg/L
検査機関間変動係数	3.6 %	7.3 %
検査機関間中央値	0.436 mg/L	0.00921 mg/L
z スコアの±3の範囲	0.388 ~ 0.485	0.00764 ~ 0.0108
中央値の±10%又は±20%の範囲	0.393 ~ 0.480	0.00737 ~ 0.0111
z スコアの範囲	-1.92 ~ 2.31	-2.61 ~ 3.73
誤差率の範囲 (%)	-7.1 ~ 8.6	-14.8 ~ 21.2
Grubbs棄却検定で棄却された検査機関数	0	0
評価基準を満たさなかった検査機関数	0	1
水質基準値	0.8 mg/L	0.04 mg/L

誤差率：検査機関間中央値に対する各検査機関内平均値の割合

表2 各検査機関の平均値、標準偏差及び変動係数

フッ素及びその化合物

検査機関 番号	平均値 (mg/L)	標準偏差 (mg/L)	変動係数 (%)
1	0.417	0.0034	0.8
2	0.447	0.0033	0.7
3	0.454	0.0016	0.4
4	0.435	0.0015	0.3
5	0.429	0.0008	0.2
6	0.436	0.0013	0.3
7	0.421	0.0023	0.6
8	0.421	0.0008	0.2
9	0.435	0.0011	0.3
10	0.435	0.0019	0.4
11	0.436	0.0020	0.5
12	0.405	0.0008	0.2
13	0.471	0.0024	0.5
14	0.415	0.0016	0.4
15	0.440	0.0004	0.1
16	0.417	0.0019	0.5
17	0.444	0.0012	0.3
18	0.425	0.0007	0.2
19	0.428	0.0008	0.2
20	0.451	0.0000	0.0
21	0.424	0.0011	0.3
22	0.438	0.0043	1.0
23	0.453	0.0084	1.9
24	0.459	0.0075	1.6
25	0.444	0.0047	1.1
26	0.454	0.0009	0.2
27	0.424	0.0078	1.8
28	0.458	0.0018	0.4
29	0.426	0.0007	0.2
30	0.452	0.0015	0.3
31	0.474	0.0011	0.2
32	0.445	0.0007	0.2
33	0.429	0.0000	0.0
34	0.425	0.0005	0.1
35	0.440	0.0012	0.3
36	0.433	0.0017	0.4
37	0.440	0.0005	0.1

※- は不参加

シス-1,2-ジクロロエチレン  
及びトランス-1,2-ジクロロエチレン

検査機関 番号	平均値 (mg/L)	標準偏差 (mg/L)	変動係数 (%)
1	0.00858	0.000047	0.6
2	0.00967	0.000650	6.7
3	0.00872	0.000146	1.7
4	0.00785	0.000242	3.1
5	0.00912	0.000013	0.1
6	0.00856	0.000180	2.1
7	0.00957	0.000105	1.1
8	0.00923	0.000099	1.1
9	0.0101	0.000186	1.8
10	0.00940	0.000034	0.4
11	0.0103	0.000164	1.6
12	0.0102	0.000152	1.5
13	0.0100	0.000084	0.8
14	0.00914	0.000340	3.7
15	-	-	-
16	0.00827	0.000073	0.9
17	0.00844	0.000094	1.1
18	0.00902	0.000400	4.4
19	0.00954	0.000131	1.4
20	0.00917	0.000121	1.3
21	0.00918	0.000013	0.1
22	0.00886	0.000314	3.5
23	0.00906	0.000030	0.3
24	0.00929	0.000080	0.9
25	0.00912	0.000227	2.5
26	0.00922	0.000104	1.1
27	0.00933	0.000191	2.0
28	0.00940	0.000548	5.8
29	0.0112	0.000546	4.9
30	0.00879	0.000130	1.5
31	0.00858	0.000196	2.3
32	0.00831	0.000110	1.3
33	0.00920	0.000205	2.2
34	0.00922	0.000138	1.5
35	0.0105	0.000164	1.6
36	0.00978	0.000094	1.0
37	0.00927	0.000177	1.9

表3 各検査機関のzスコア及び誤差率

フッ素及びその化合物

検査機関番号	zスコア	誤差率(%)
1	-1.21	-4.5
2	0.66	2.4
3	1.11	4.1
4	-0.10	-0.4
5	-0.43	-1.6
6	0.00	0.0
7	-0.94	-3.5
8	-0.93	-3.4
9	-0.05	-0.2
10	-0.07	-0.3
11	0.00	0.0
12	-1.92	-7.1
13	2.15	8.0
14	-1.31	-4.9
15	0.22	0.8
16	-1.18	-4.4
17	0.48	1.8
18	-0.69	-2.6
19	-0.52	-1.9
20	0.92	3.4
21	-0.73	-2.7
22	0.10	0.4
23	1.01	3.8
24	1.44	5.3
25	0.48	1.8
26	1.13	4.2
27	-0.74	-2.8
28	1.36	5.0
29	-0.63	-2.3
30	1.00	3.7
31	2.31	8.6
32	0.54	2.0
33	-0.45	-1.7
34	-0.72	-2.7
35	0.24	0.9
36	-0.22	-0.8
37	0.21	0.8

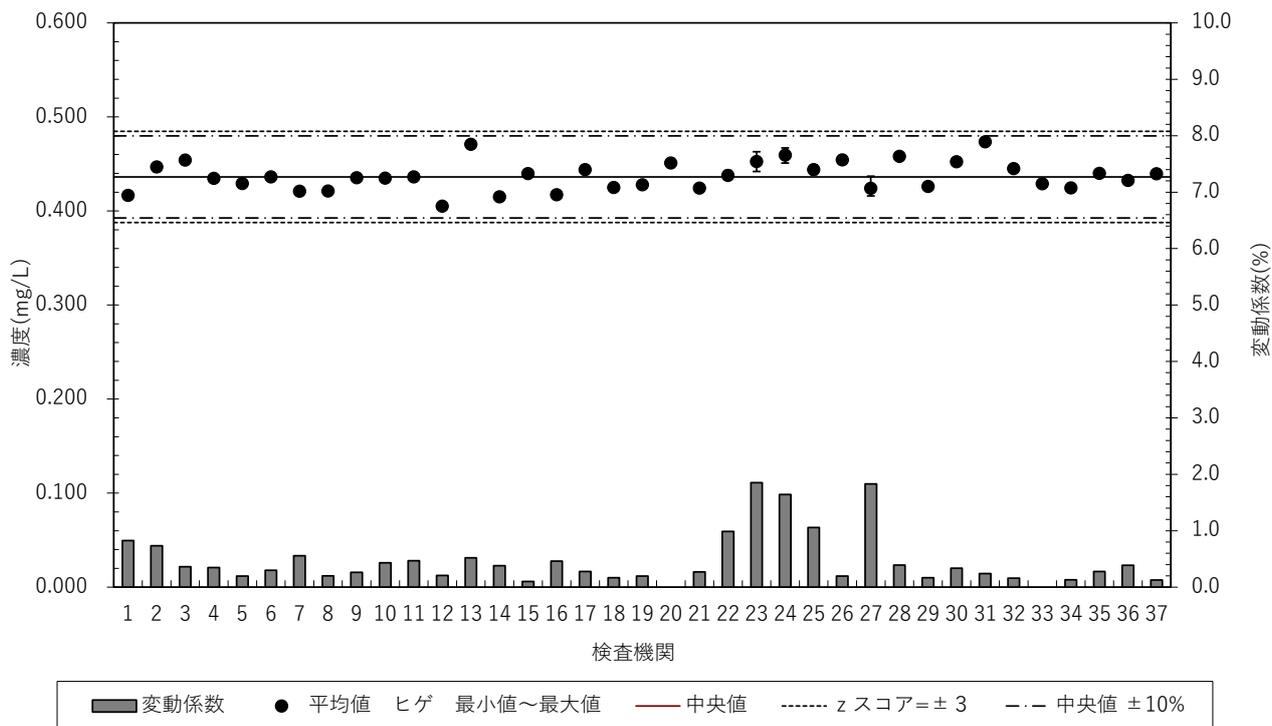
シス-1,2-ジクロロエチレン

及びトランス-1,2-ジクロロエチレン

検査機関番号	zスコア	誤差率(%)
1	-1.20	-6.8
2	0.88	5.0
3	-0.93	-5.3
4	-2.61	-14.8
5	-0.17	-0.9
6	-1.25	-7.1
7	0.69	3.9
8	0.04	0.2
9	1.67	9.5
10	0.37	2.1
11	2.05	11.6
12	1.97	11.2
13	1.54	8.7
14	-0.12	-0.7
15	-	-
16	-1.80	-10.2
17	-1.48	-8.4
18	-0.37	-2.1
19	0.63	3.6
20	-0.08	-0.5
21	-0.06	-0.3
22	-0.68	-3.8
23	-0.29	-1.7
24	0.16	0.9
25	-0.17	-1.0
26	0.02	0.1
27	0.23	1.3
28	0.37	2.1
29	3.73	21.2
30	-0.80	-4.5
31	-1.20	-6.8
32	-1.72	-9.7
33	-0.02	-0.1
34	0.02	0.1
35	2.51	14.2
36	1.10	6.2
37	0.12	0.7

※- は不参加

### フッ素及びその化合物



### シス-1,2-ジクロロエチレン及びトランス-1,2-ジクロロエチレン

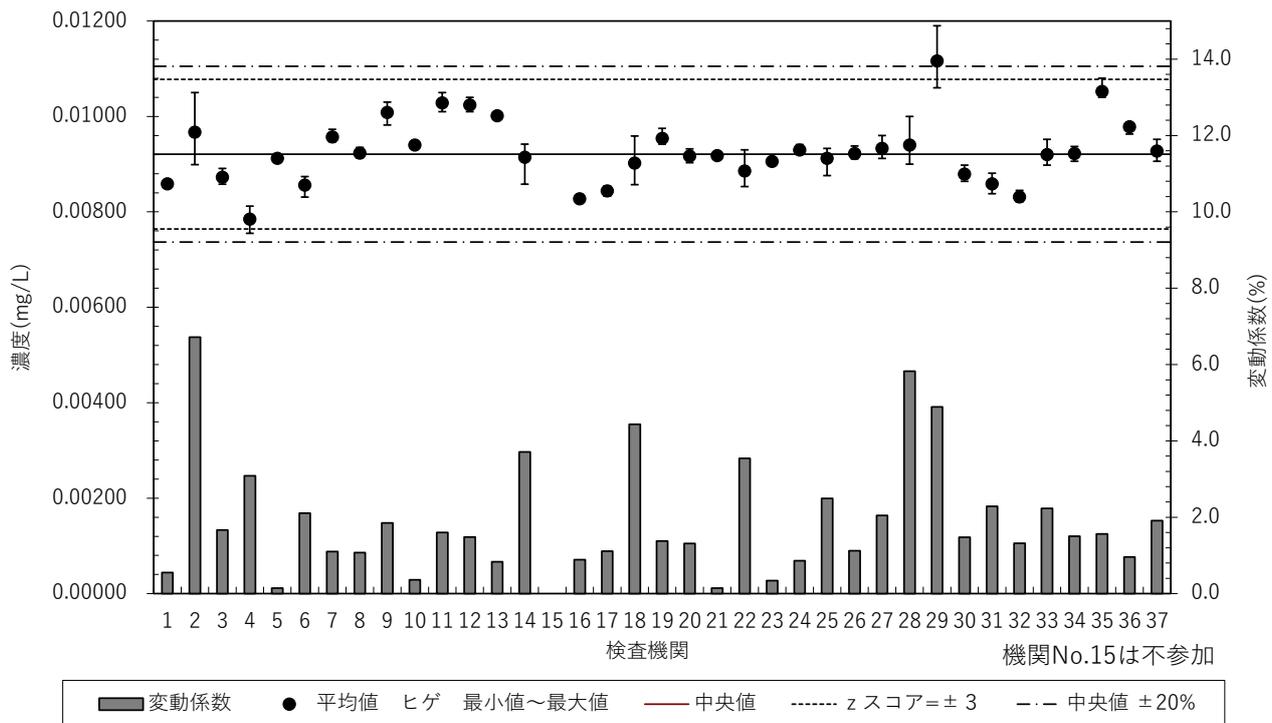


図1 各検査機関の平均値、最小値、最大値及び変動係数

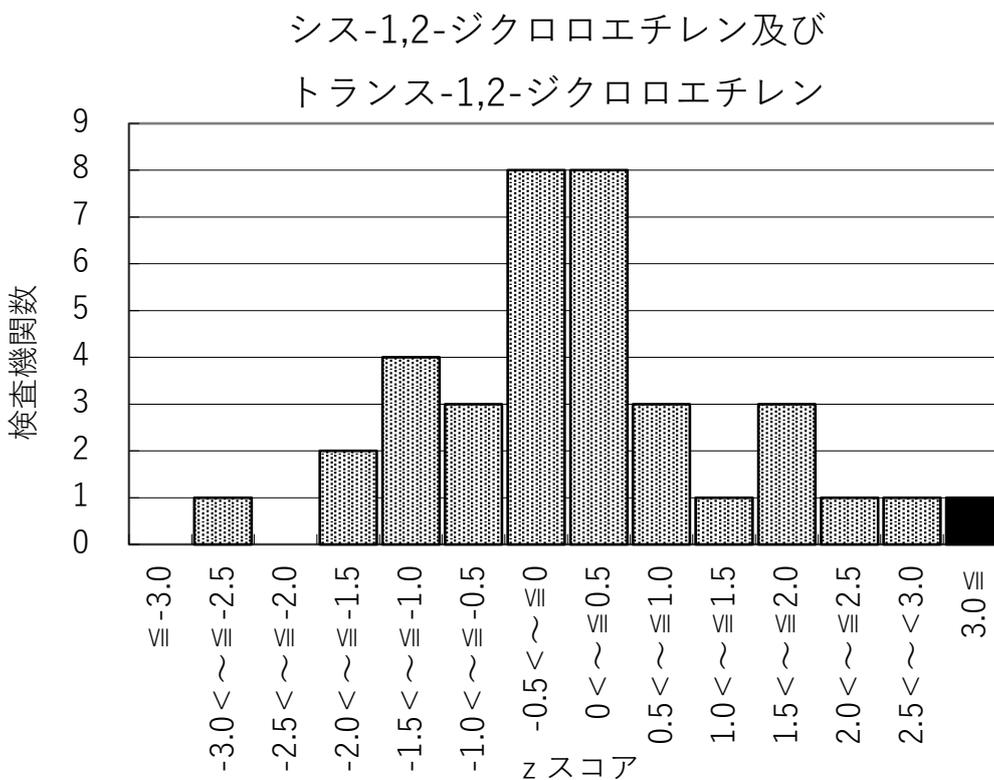
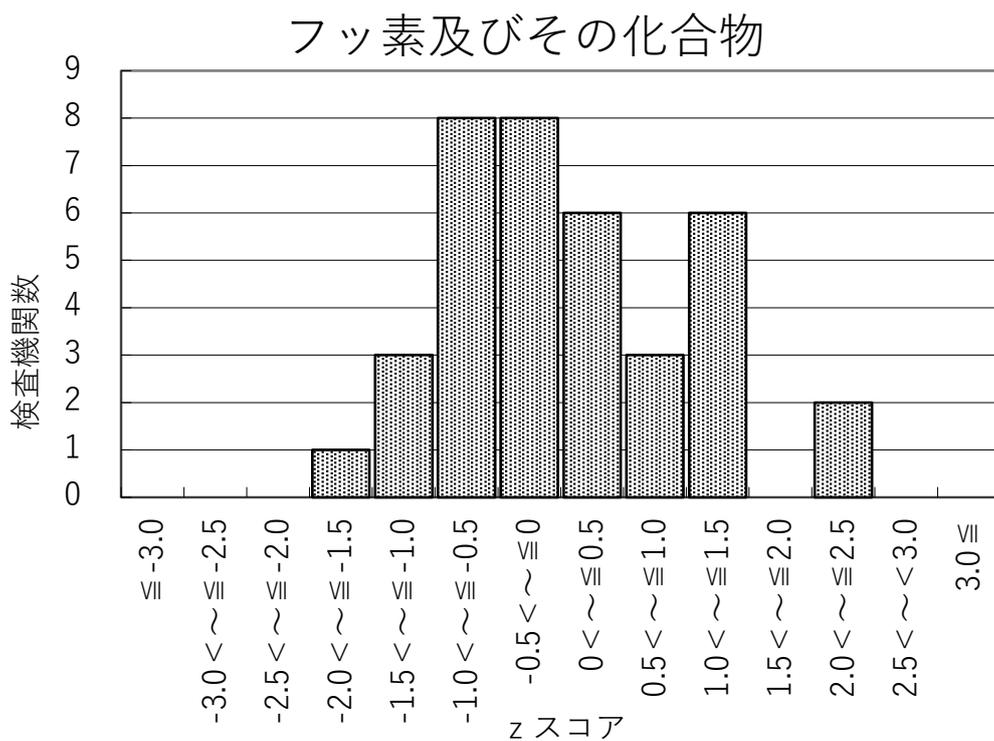
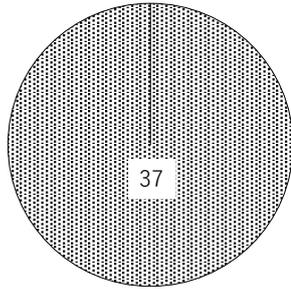


図2 検査機関におけるzスコアの度数分布

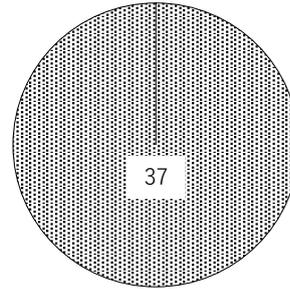
### 【検査方法】



☒ イオンクロマトグラフ(陰イオン)による一斉分析法(告示法別表第13)

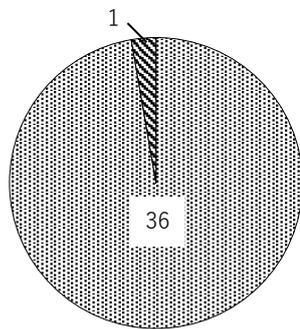
### 【試験開始までの日数】

速やかに試験できない場合は、2週間以内に試験する。



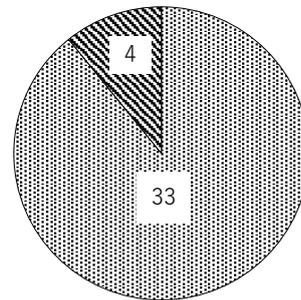
☒ 2週間以内

### 【標準原液】



☒ 市販標準原液 ☒ 市販混合標準原液

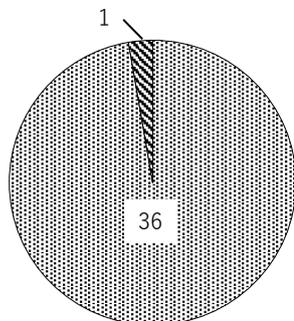
### 【ろ過操作】



☒ 行った ☒ 行わなかった

### 【検量線の作成】

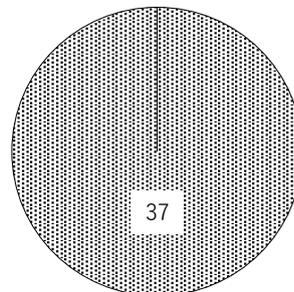
標準液を段階的にメスフラスコ4個以上採り、告示法で示した濃度範囲を超えてはならない。



☒ 告示法どおり  
☒ 検量線範囲の上限超過

37機関中2機関で、検量線にブランクを含む。

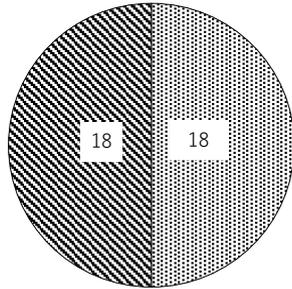
### 【空試験】



☒ 行った

図3-1 告示法に基づく検査の実施状況（フッ素）

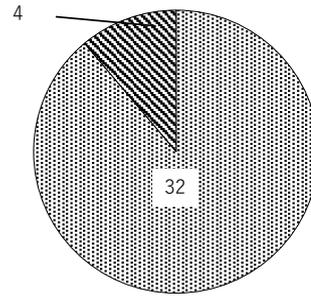
**【検査方法】**



- 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(告示法別表第14)
- 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(告示法別表第15)

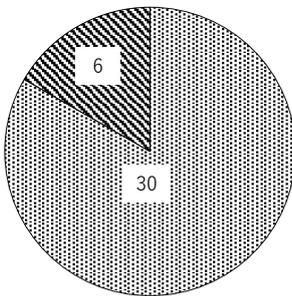
**【試験開始までの日数】**

速やかに試験できない場合は、24時間以内に試験する。



- 24時間以内
- 24時間超過

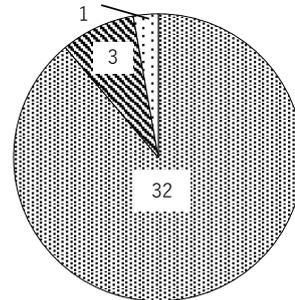
**【標準原液】**



- 市販混合標準原液
- 市販標準原液

**【標準液の調製】**

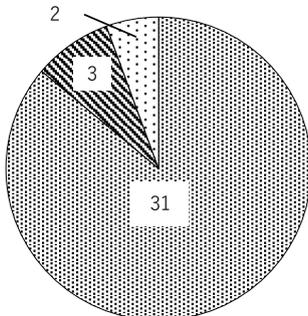
標準液は、使用の都度調製する。



- 使用の都度調製
- 試験開始前に調製
- 試験開始後に調製

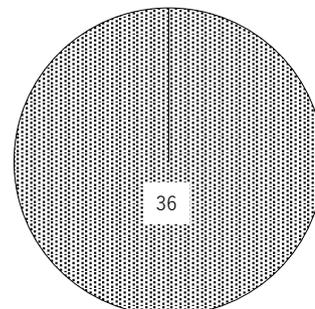
**【内部標準液の調製】**

内部標準液は、使用の都度調製する。



- 使用の都度調製
- 試験開始前に調製
- 試験開始後に調製

**【空試験】**



- 行った

図3-2 告示法に基づく検査の実施状況 (1,2-ジクロロエチレン)

## 参加検査機関

水道事業体（4機関）

東京都水道局 水質センター  
 東京都水道局 多摩水道改革推進本部  
 昭島市水道部  
 羽村市水道事務所

厚生労働大臣登録検査機関（33機関）

※厚生労働大臣登録番号順

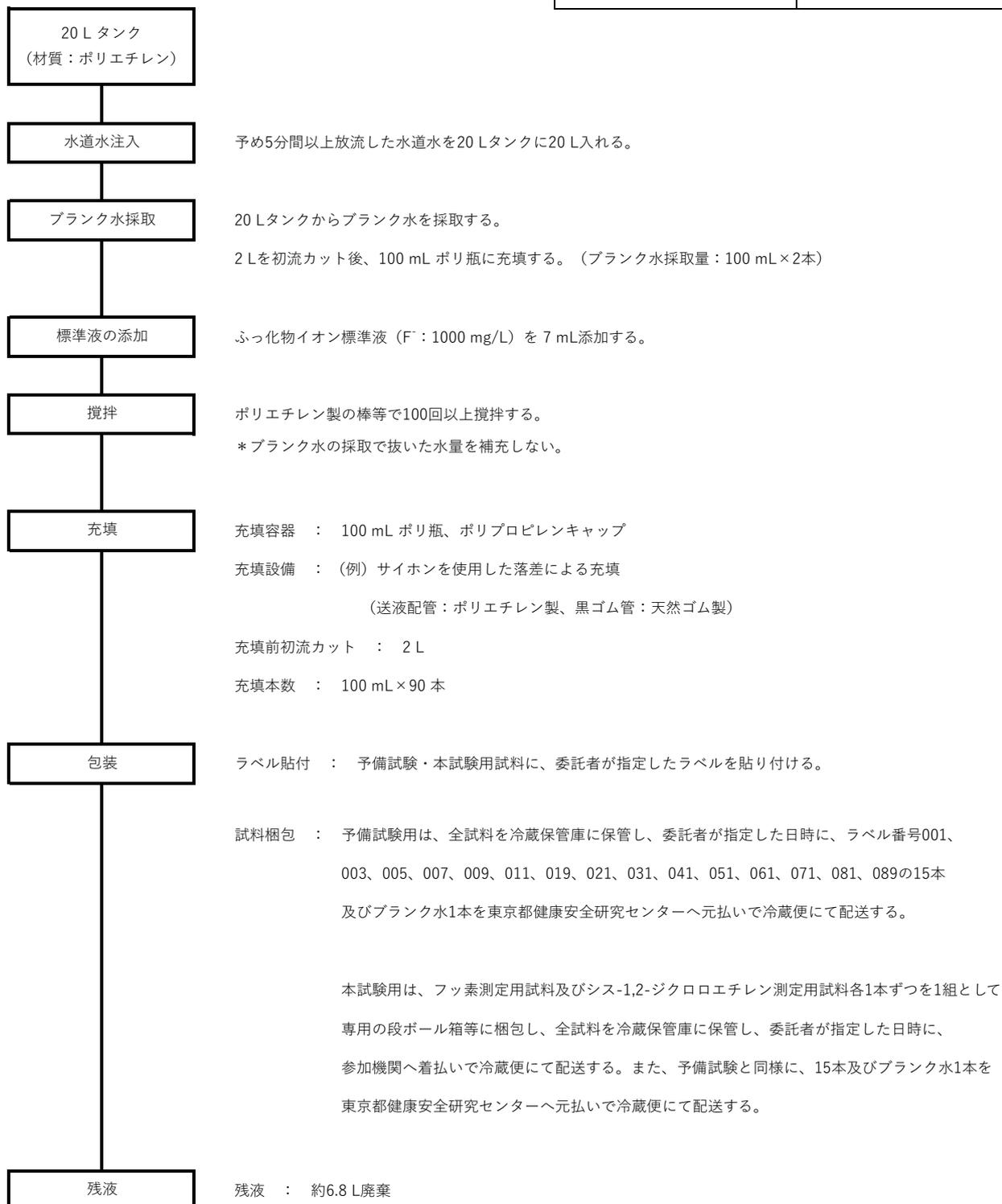
一般社団法人東京都食品衛生協会	芝浦セムテック株式会社
内藤環境管理株式会社	株式会社新環境分析センター
株式会社江東微生物研究所	東海プラント株式会社
平成理研株式会社	株式会社ユーベック
環境未来株式会社	株式会社 保健科学東日本
一般財団法人東京顕微鏡院	株式会社ケイ・エス分析センター
オーヤラックスクリーンサービス株式会社	株式会社総合環境分析
株式会社メイキョー	株式会社環境計量センター
株式会社静環検査センター	株式会社日立産機ドライブ・ソリューションズ
いであ株式会社	日本総合住生活株式会社
一般財団法人日本食品分析センター	株式会社日本分析
藤吉工業株式会社	株式会社MCエバテック
株式会社山梨県環境科学検査センター	株式会社環境技研
株式会社那須環境技術センター	株式会社イオ
株式会社総合水研究所	株式会社ショウエイ
三菱ケミカルアクア・ソリューションズ株式会社	ヒロエンジニアリング株式会社
東京テクニカル・サービス株式会社	

## 製造フローシート

## ○ フッ素及びその化合物

試料製造

項目	添加濃度
フッ素及びその化合物	約0.4 mg/L

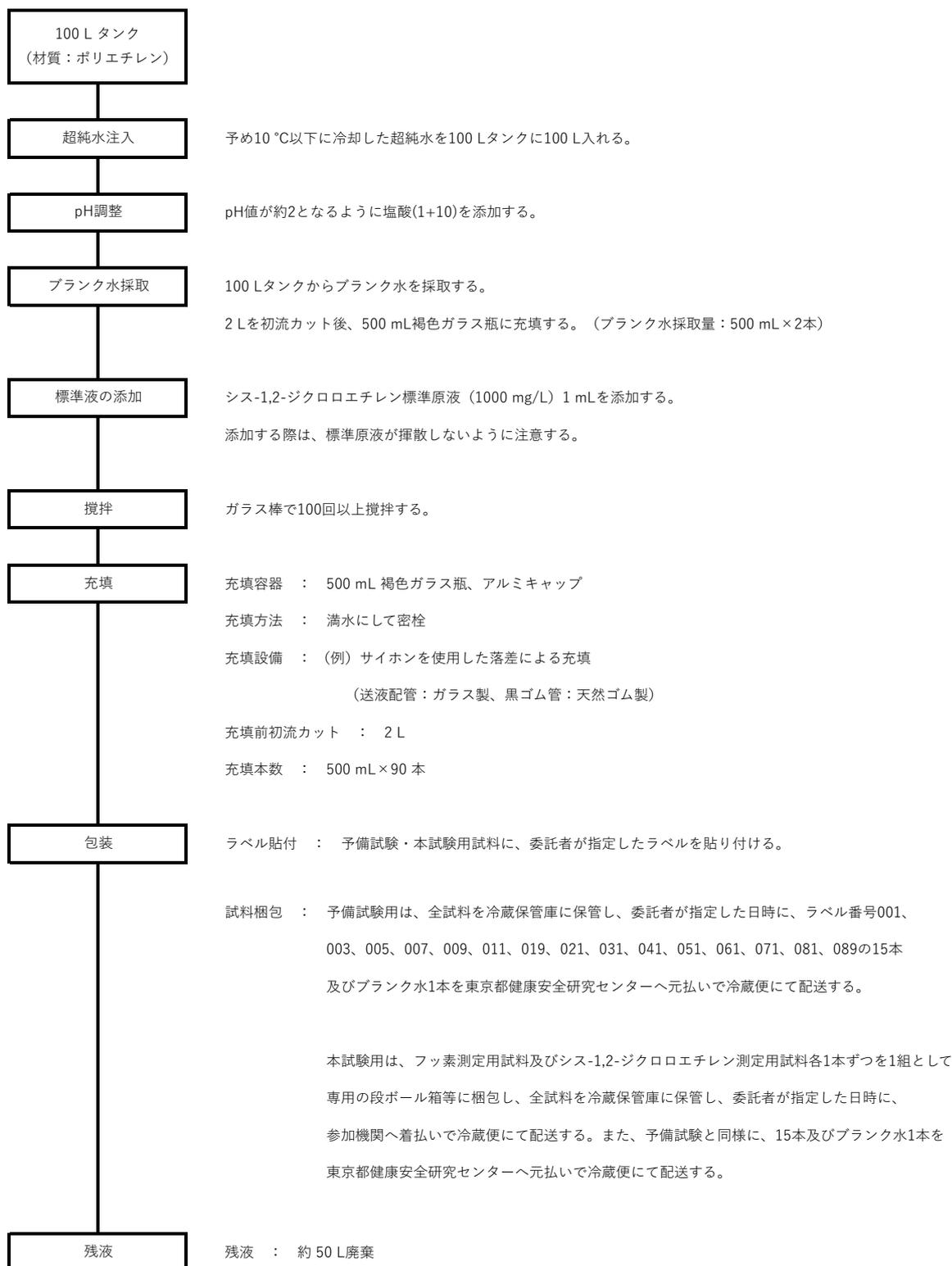


## 製造フローシート

## ○ シス-1,2-ジクロロエチレン

項目	添加濃度
シス-1,2-ジクロロエチレン	約0.01 mg/L

試料製造 調液は、タンク本体の氷冷等により超純水を10 °C以下に保った状態で気泡を立てないように行う。



## 令和 4 年度水道水質検査精度管理実施要領

### 1 目的

東京都では、「東京都水道水質管理計画」（平成 5 年 12 月 14 日策定、平成 22 年 3 月 23 日改正）により、東京都健康安全研究センター（以下、「当センター」という。）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検査機関（以下、「検査機関」という。）を対象とした外部精度管理を実施しています。

本外部精度管理は、対象となる検査機関へ精度管理用試料を配付し、各検査機関における分析結果のバラツキの程度と正確さに関する実態を把握し、分析実施上の問題点等の改善を図ることにより、検査機関における水質検査の信頼性を一層高めることを目的とします。

### 2 分析項目

- (1) 無機物：フッ素及びその化合物（以下、「フッ素」という。）
- (2) 有機物：シス-1,2-ジクロロエチレン及びトランス-1,2-ジクロロエチレン（以下、「1,2-ジクロロエチレン」という。）

### 3 配付試料の概要

試料は、令和 4 年 10 月 3 日(月)午前に料金着払いで冷蔵便にて配送します。なお、試料容器は、ビニールで包装してあり、表面の結露により持ち運びの際に手を滑らせて落とす危険性があるため、十分に注意してください。

試料名	容量	個数 <sup>注1</sup>	備考
試料 A フッ素	100 mL ポリ瓶	1	水溶液
試料 B 1,2-ジクロロエチレン	500 mL 褐色ガラス瓶	1	水溶液 <sup>注2)</sup>

注 1) どちらか一方の分析項目に参加の場合も、両方の試料を配付します。

注 2) pH 値が約 2 となるように塩酸 (1+10) を添加しています。

### 4 試料の分析

#### (1) 試料の保存及び分析方法

試料の保存及び分析は、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（平成 15 年 7 月 22 日厚生労働省告示第 261 号（最終改正令和 4 年 3 月 31 日厚生労働省告示第 134 号））（以下、「告示法」という。）で実施してください。

試料名	告示法に掲げる分析方法
試料 A フッ素	イオンクロマトグラフ（陰イオン）による一斉分析法（別表第 13）
試料 B 1,2-ジクロロエチレン	パージ・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（別表第 14） 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（別表第 15）

## (2) 留意点

- ア 分析を行う者は、日常における当該項目の分析担当者としてください。
- イ 試料の開封は、分析担当者が行い、試料の破損等の異常が認められた場合には、「11 問合せ先」の【分析に関する問合せ先】までご連絡ください。
- ウ 分析は、試料から1回分の測定量を5回分取したものをそれぞれ測定して、計5回行ってください。
- エ 各分析項目の告示法における「試料の採取及び保存」を遵守してください。ただし、機器の不具合等により期間内に分析できない場合は、その旨を水道水質検査精度管理報告書の備考欄に記入してください。

## 5 水道水質検査精度管理報告書等の提出

検査機関は、水道水質検査精度管理報告書及び検査機関情報の Excel ファイルを用いて、以下の (1) 及び (5) を作成し、(2) ~ (4) の資料と併せて提出してください。提出方法は、(1) 及び (5) は電子メール、(1) ~ (4) は配付試料に同封する返信用封筒等による郵送とし、「9 水道水質検査精度管理報告書の提出先」宛へ送付してください。

なお、Excel ファイルは、東京都健康安全研究センターの Web サイトからもダウンロードできます ([https://www.tmiph.metro.tokyo.lg.jp/lb\\_kankyo/room/suisitu/](https://www.tmiph.metro.tokyo.lg.jp/lb_kankyo/room/suisitu/))。

### (1) 水道水質検査精度管理報告書及び測定の詳細

水道水質検査精度管理報告書に、検査機関番号、試料番号、試験操作開始日、測定値、貴機関の定量下限値、分析方法及び選択した分析方法の詳細を入力し、ファイル名を「貴機関の検査機関番号-水道水質検査精度管理報告書」(例：1-水道水質検査精度管理報告書)として保存し、印刷物と Excel ファイルの両方を提出してください。なお、報告値は、**印刷された報告書の値を採用します。**統計処理の都合上、分析結果における各項目の濃度が定量下限値未満の場合は、「0」と表記してください。

### (2) 分析チャート等

試料分析や検量線作成のためのチャート等、分析結果に係るすべての情報について、A4 サイズに形式を揃え、写し1部を提出してください。提出に際しては、分析項目ごとにすべての情報を整理し、第三者が分析操作の流れを理解できるようにまとめてください。

### (3) 検量線

A4 サイズに形式を揃え、写し1部を提出してください。

### (4) 検査標準作業書、操作手順のフローシート等

貴機関の検査標準作業書、操作手順を示したフローシート、本分析に係る作業記録及

び分析結果の計算過程を記載したメモ等について、写し 1 部を提出してください。

#### (5) 検査機関情報

検査機関番号、検査機関名、連絡先、分析担当者の氏名、当該分析項目の経験年数及び今年度（令和 4 年 4 月から 9 月まで）の処理検体数を入力し、ファイル名を「貴機関の検査機関番号-検査機関情報」（例：1-検査機関情報）として保存したファイルを提出してください。

### 6 水道水質検査精度管理報告書等の入力における留意点

- (1) 分析結果の濃度は mg/L で表し、有効数字を 3 桁（4 桁目を四捨五入します）として入力してください。特に単位には注意してください。
- (2) 報告書及び測定の詳細のファイルは、表記する単位を変更しないでください。また、記入欄（行や列）を増やすなど、様式の変更は絶対にしないでください。

### 7 水道水質検査精度管理報告書等の提出期限

令和 4 年 10 月 28 日(金)必着

### 8 評価方法

#### (1) 算出データ

z スコア

誤差率  $\{(\text{検査機関内平均値} \div \text{検査機関間中央値}) - 1\} \times 100$

検査機関内変動係数

#### (2) 評価基準

水道水質検査精度管理報告書の結果は、以下の基準により評価します。

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

#### (3) 原因究明及び改善報告書提出について

各分析項目において評価基準を満たさなかった検査機関及び分析結果に疑義がある検査機関には、11 月中旬に書面にて連絡し、原因究明及び改善報告書の提出を求めます。

**【原因究明及び改善報告書の提出期限：令和 4 年 12 月 16 日(金)必着】**

評価基準を満たさなかった検査機関に対しては、原因究明等のための実地調査を行なうことがあります。

#### (4) 評価結果について

精度管理の評価結果は、中間報告書を11月中～下旬に郵送し、最終報告書を精度管理講評会の際にお渡しします。なお、精度管理講評会に不参加の検査機関については、郵送いたします。

### 9 水道水質検査精度管理報告書等の提出先

東京都健康安全研究センター 企画調整部 健康危機管理情報課  
事業推進担当（水質検査精度管理担当）

〒169-0073 東京都新宿区百人町 3-24-1

E-mail : S0000786@section.metro.tokyo.jp

### 10 精度管理講評会

令和5年3月1日(水) 会場：東京都健康安全研究センター  
開催に当たっては、別途開催通知を送付します。

### 11 問合せ先

#### 【事務手続きに関する問合せ先】

東京都健康安全研究センター 企画調整部 健康危機管理情報課  
事業推進担当（水質検査精度管理担当）

TEL : 03-3363-3231（内線：6634）

#### 【分析に関する問合せ先】

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  
水質研究室（水質検査精度管理担当）

TEL : 03-3363-3231（内線：5102）

## 棄却検定及びzスコアの計算方法

### (参考1) Grubbs (グラッブズ) の棄却検定

---

外れ値の検定は、Grubbsの棄却検定で行った。  
疑わしい値が $\chi_n$ であるとき、統計値 $T_n$ を次の式で算出する。

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

$T_n$ の値が棄却限界値以上なら、 $\chi_n$ は危険率 $\alpha\%$ で棄却することができる。

### (参考2) zスコア

---

個々の報告値の評価は、ISO/IEC43-1 (JIS Q 0043-1) 付属書Aに記載されている手法のうち、zスコアで行うこととし、その算出は次の文献の四分位数法により行った。

藤井賢三 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, 2000

#### 1. zスコアの計算

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

ここで、

$x$  = 各データ (各検査機関の5回測定の平均値)

$X$  = データの第2四分位数 (中央値)

$s = 0.7413 \times (\text{データの第3四分位} - \text{データの第1四分位数})$

データの第 $i$ 四分位数とは、 $N$ 個のデータを小さい順に並べた時の $[\{i(N-1)/4\}+1]$ 番目のデータを示す (小数の場合はデータ間をその割合で補完して求める)。

#### 2. 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