

〔報告〕

行政検体の精度管理

石井 弘 吉岡 秀俊 藤波 浩美* 高橋 明宏

(*非常勤研究員)

1. はじめに

環境局が実施している公共用水域の水質測定は、分析業務を計量証明事業者へ委託している。これらのデータは、環境実態の把握だけでなく、局の施策決定の重要な資料となることから十分な精度が求められる。また、事業所排水の水質測定についても同様に委託されているが、水質汚濁防止法に基づく規制や指導の根拠となることから正確さが求められる。これらの業務委託は、区部および多摩地域がそれぞれ業務別に発注するため、複数の業者が受託しており、さらに業務が単年度であり毎年業者が代わることから、いずれの受託業者であっても測定値の精度が確保されることが重要である。

このため、分析研究科では環境局より精度管理業務を受託し、上記の民間事業者が実施する分析業務に対して、各種の精度管理を実施している。主な業務としては、①各分析機関の分析方法（標準作業手順書、以下SOP）のチェック、②局が行う分析機関の立入りへの同行と技術的なアドバイス、③実サンプルのクロスチェック分析による測定結果の確認がある。

本報告では、平成21年度に実施した区部の水質監視および水質規制、ならびに多摩地域の水質監視および水質規制に関する精度管理業務の概要を報告する。これらの分析委託は、区部及び多摩地域でそれぞれ水質監視と水質規制を分けて4事業者へ委託しており、以下ID社、SB社、NI社およびSK社と表記する。なお、地下水およびダイオキシン類に関する精度管理業務については、検体数も少ないことから今回の報告では省略した。

2. SOPのチェック

環境局では分析業務を委託するに当たり、対象としている分析項目に関するSOPを確認している。分析研究科では分析作業の立場からJIS等を参照して作業内容の妥当性確認を行っている。平成21年度については、各社から提出されたSOPについて、特に問題となる事項は確認されなかった。

3. 分析機関への立入り

環境局の職員が分析委託業者に対して行う立入りに同行し、確認を行った。主な確認項目を以下に示す。

1) 試料の受入と保管関連

- ①試料保管用冷蔵庫の確認、②試料保管状況の確認、③受入試料取扱い記録の確認

2) 分析機器と分析操作関連

- ①分析機器管理状況の確認、②分析野帳の確認、③標準液管理状況の確認

3) 計量証明書関連

- ①計量証明書調製台帳の確認、②計量証明書発行記録の確認、③記載内容の最終確認、発行者、確認者

4) 精度管理の実施状況関連

- ①精度管理実施規定の確認、②過去5年間の精度管理結果の確認

平成21年度に実施した立ち入りでは、SK社およびID社、NI社については、特に問題となる事項は確認されなかった。

SB社では、立入り時に重金属の分析が提出されたSOPと異なる方法で行われていたため、実際に使用している方法を記載したSOPに差替えを指示した。

また、SB社については、その後の業務を通じて、検体搬入後速やかに分析がなされていない場合があることが判明した。このため、環境局はSB社に対して「指示書」を交付し、改善を指示した。その後、再度立入りを実施して作業内容を詳細に検討したところ、次のような問題点が確認されたため、改善を指導した。内容を以下に示す。

①DOメーターの校正を記録すること、②BOD測定の際、希釈液および植種希釈水の5日間のDO消費量を記録すること、③直近に依頼した試料について分析野帳を調べたところ、SSとCODの実施記録がない等問題が発見された。理由を明らかにするとともに対処すること、④分析日が分析野帳に記載されていない時があるため、分析時に必ず記入すること、⑤今後pHは当日に測

定すること。これらの問題点については、後日SB社より改善内容の報告があり、その内容については適切なものであった。

4. 実サンプルのクロスチェック分析

平成21年度は区部の水質監視について118検体（海域分48検体を含む）、水質規制について20検体、多摩地域の水質監視について21検体、水質規制について26検体、のべ185検体を対象として分析検体のクロスチェックを行った。主な測定項目は、pH、BOD、COD、SS、T-N、NH₄-N、NO₂-N、NO₃-N、T-P、PO₄-P、大腸菌群数、金属（Zn、Cr等）、F、VOCである。

図1～図3にCOD、T-P、Znのクロスチェックの結果を整理して示す。図示していない項目を含め、クロスチェックの検体数が多い項目については、分析業者と環研の測定結果の相関は概ね良好であった。これらの測定結果については、測定検体毎に報告書を作成しているが、必要に応じて速報を局の担当者へ送付している。

また、分析研究科と民間事業者の測定結果について疑義が生じた場合には、局の指示に従い、予備試料の再分析を実施するなどして測定結果の再確認を行った。

5. まとめ

行政検体の精度管理として、①SOPのチェック、②分析機関への立入り、③実サンプルのクロスチェック分析を実施した。分析機関への立入においては、問題点等を指摘し、作業内容等の改善を指導した。また、のべ137検体を対象として実サンプルのクロスチェック分析も行った。これらの業務により、環境局が行う行政検体の分析委託の精度管理に寄与できたと考える。

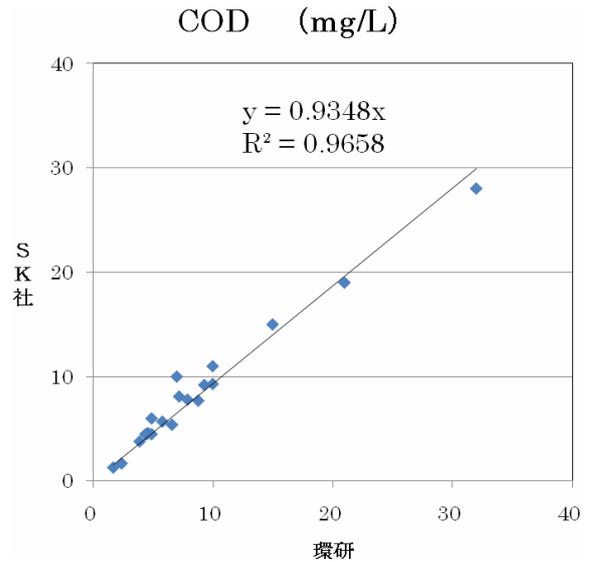


図1 CODのクロスチェック結果

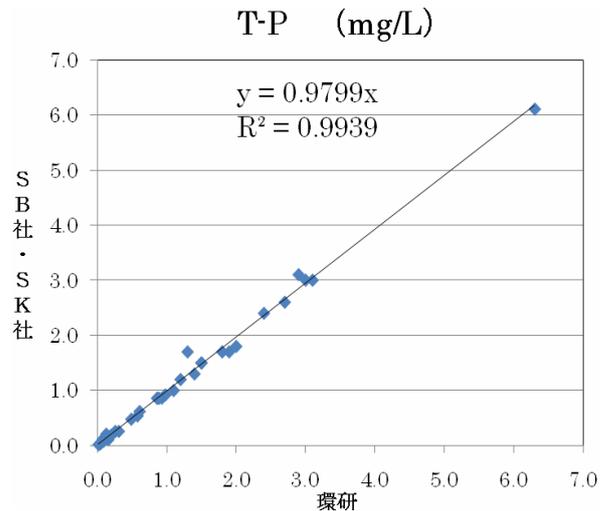


図2 T-Pのクロスチェック結果

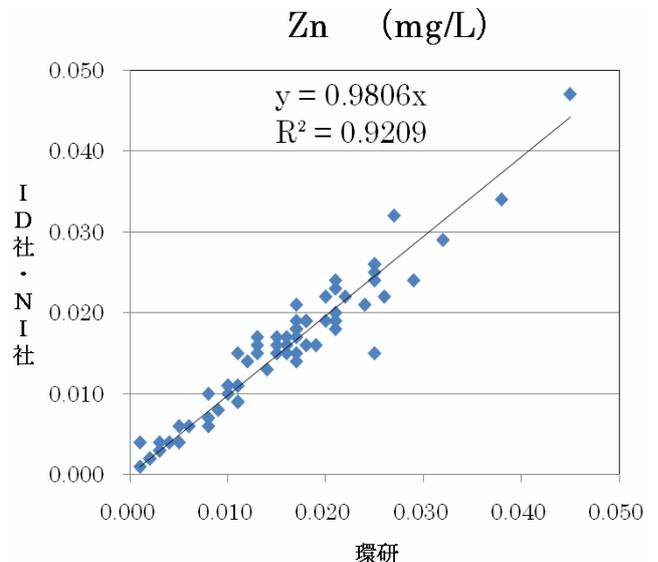


図3 Znのクロスチェック結果