

VOC 測定 の 品質 管理 手法 について

服部 寛和 (技術管理部長)

1. はじめに

当社は、理化学分析と環境分析を中心とした、研究開発支援及び環境計量証明事業を行っている。その活動の一環として、2年前の2001年6月にJCLAから試験所の認定を取得した。試験分析業務において品質管理は当然のことであり、試験所認定取得も必要なことと最近認識されつつある。またデータの質が問われる現在の状況で、試験分析結果の品質保証がその試験所の保有技術の判断材料となり、この業務に品質保証は今後とも必須と考えられる。一方で試験所の認定取得は、商品である報告書即ちデータの信頼性の裏づけとなる。ISO/IEC17025への関心は高く、認定取得事業所も増えている。本稿では、試験所として必要とされる品質管理を紹介し、当社の品質管理の手法とその効果について報告する。

2. 認定範囲

表1は、当社の試験所の認定範囲を示す。環境の水質、土壌、固形廃棄物及び飲料水が認定範囲である。対象により異なるが、ガスクロマトグラフ質量分析計で測定するVOCの11から16種が試験項目となる。JIS K 0125 及び環境省(庁)告示法等が試験規格となっている。

表1 認定範囲

分野	試験技術	製品・対象	試験項目	試験規格
1.環境	ガスクロマトグラフ 質量分析	20水質	揮発性有機化合物16種	JIS K 0125-5.2(1995)
			揮発性有機化合物11種	環境庁告示第64号(昭和49)
			揮発性有機化合物11種	環境庁告示第59号(昭和46)
		30土壌	揮発性有機化合物11種	環境庁告示第46号(平成3年)
		40固形廃棄物	揮発性有機化合物11種	環境庁告示第13号(昭和48年)
10.飲料水		10規格試験	揮発性有機化合物16種	厚生省令第69号(平成4)

3. 品質の要因¹⁾²⁾³⁾

図1に、認定範囲であるVOC測定 の 品質 に関連する要因を示した。VOC測定 の 品質 要因は、試料、施設・環境、方法、装置・標準、データと報告書、要員からなる。これらの要因を管理し、品質の維持活動を行う。またISO/IEC17025の品質管理システムを図2に示した。サンプリングから前処理、測定、報告書作成に至る試験分析業務を中心に、試料採取と管理、施設・環境管理、SOPの管理、校正管理、装置と標準の管理、報告書発行管理及び教育訓練と品質保証の要素からなる品質管理システムである。

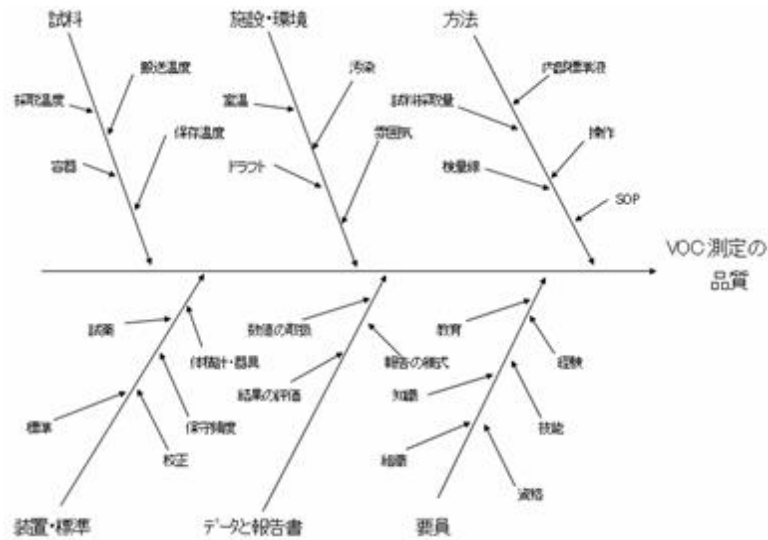


図1 VOC測定の特長要因図

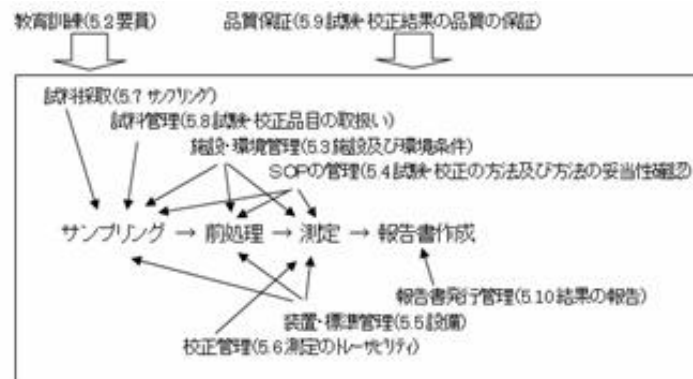


図2 品質管理の要素

(ISO/IEC17025の品質システム 数字はISO/IEC17025の項番を示す)

4. 当社の実施している品質管理手法

当社が行う品質管理は、先述の要素それぞれを対象とし管理する手法で、概略を表2に示す。管理対象である、試料、施設・環境、試験方法、装報告書、要員について、計画、手順管理、記録等の手法で管理を行う。手順管理は、SOP ほか30 文書以上あるVOC 測定に関連手順書により実施し、定められた管理基準及び手順ほかに従い運用する。

更に、分析精度の監視のためコントロール試料の測定、日本分析化学会、日本環境測定分析協会等の技能試験に参加し、結果をフィードバックして、総合的に試験の品質維持を図る。

品質管理手法の改善ポイントを表3に示した。試料について管理手順徹底、施設・環境は汚染源の確認と除去が改善点となる。SOP は要領書やフローシートの作成による手順実施の明示が、教育と訓練により要員にSOP を周知させることも必要となる。異常の判別を行うため、コントロール試料による管理の確立が、ポイントとなった。

表2 主な管理手法

管理対象	管理手法
試料	採取計画、手順確認、受領時確認、記録
施設・環境	試験室入室管理、室温、汚染測定
試験方法	SOP、手順証券の記録
装置・標準	管理台帳、点検、記録
データと報告書	評価、転記確認、発行記録
要員	教育計画・記録

表3 品質の改善ポイント

- ・試料採取、輸送、保管の手順徹底
- ・施設の入室管理:汚染源の確認と除去
- ・SOP:要領書による手順明示
- ・教育・訓練:SOPの周知徹底
- ・異常の判別:コントロール試料の利用

5. 管理の状況

試験室の1つであるGC/MS室の状況を図3に示す。試験室は手前に前室を持ち、奥が測定室となる、活性炭の取り付けられた吸気口、二重ガラスの窓等を備え、GC/MS が設置されている。管理状況の一例として、室温管理記録を図4に示した。横軸が測定実施日で縦軸に室温を示す。室温は、空調で制御され管理幅内にコントロールされる。



図3 試験室(GC/MS室)

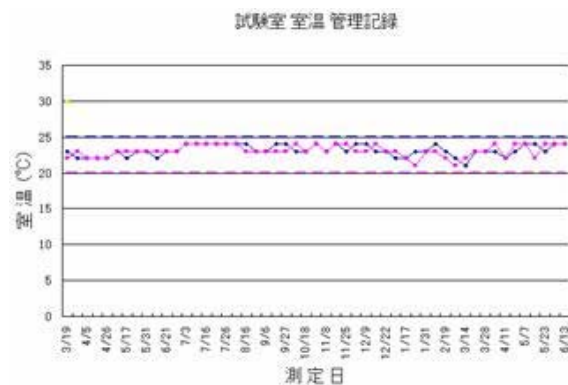


図4 試験室(GC/MS室)の管理状況

6. コントロール試料による内部品質管理²⁾⁴⁾⁵⁾⁶⁾

コントロール試料による管理結果の一例を図5に示した。図の例はテトラクロロエチレンを示す。これは、濃度既知のコントロール試料を分析ランの測定試料間に挿入し、試料と同様にして測定する手法である。コントロール試料は、測定10試料に1試料(10%)をあてがい、管理図を用いて分析ランが管理された状態にあるかを推定する。

図5は管理状態にあり、図の上側がX管理図、下側がR管理図を示している。

当初から図5のように品質が管理された状態となっているのではない。状態が改善され精度が向上する状況の管理図を1,1,1-トリクロロエタン の例で図6に示す。横軸は測定日で、図中のIからVは、それぞれおよそ数ヶ月から半年の期間に対応する。IからVまで区分毎に不確かさを評価すると、V期がI期の約1/8に向上したことが判る。

精度は、実施した品質改善処置に伴い改善されるが、表4にその処置の例を示す。改善活動の実施は一度でなく、継続して実施される。左列に示した期間は、図6の横軸に示した期間に相当する。室温管理から始まって、コントロール試料による管理、GC/MSの専用機化等を実施してきた。また総合的に見て不要な管理手順の見直しも行っている。こうした管理手法改善の積み重ねが重要と考えられる。



図5 コントロール試料を用いた品質管理
(コントロール試料の濃度 2 μg/L)



図6 管理図による品質の把握(X管理図のみ記載)

表4 品質の改善処置

期間	改善実施項目
I	室温管理・汚染防止、マイクロシリンジ機種変更
II	コントロール試料による管理実施
III	GC/MSの専用機化(試料濃度に従い選択)
IV	機器管理の運用習熟(専用機化の効果)
V	総合品質管理(不要手順の見直しと効率化)

7. 測定の不確かさと管理図法⁷⁾⁸⁾⁹⁾¹⁰⁾

図7は、ISO から出ている不確かさの表現のガイド、いわゆるGUMの方法に従い関数関係から求め、計算したVOC濃度の不確かさと特性要因図である。

VOC濃度の不確かさは、0.178 μg/Lと計算され、試料量の効果が23%、検量線が77%と、検量線の影響が大きく、標準原液の精度に大きく依存することを示す。

一方不確かさは、管理図からも求めることが可能である。コントロール試料の管理図から計算した例を、図8に示す。縦軸は拡張不確かさで、横軸は算出した期間である。半年毎の不確かさは、例えばベンゼンで、0.12から0.07とこの2年間に約半分となり、品質管理活動に伴う品質の向上が明瞭に確認できる。

濃度にもよるがこの管理状態にある値は、技能試験や試験方法にある精度の数分の1と小さく、先述のGUMの方法により求めた不確かさの算出値の半分以下となった。不確かさは、関数関係から導くGUMの方法から求めるが、管理図を利用して算出する方法もある。

コントロール試料による管理図法は、管理状態の判断、例えば不確かさの算出、機器のチェック、分析工程の安定度確認に利用できる。また技術レベル向上にも応用でき、個人毎の技能推移確認、担当者の比較、工程の能力確認等が可能となる。

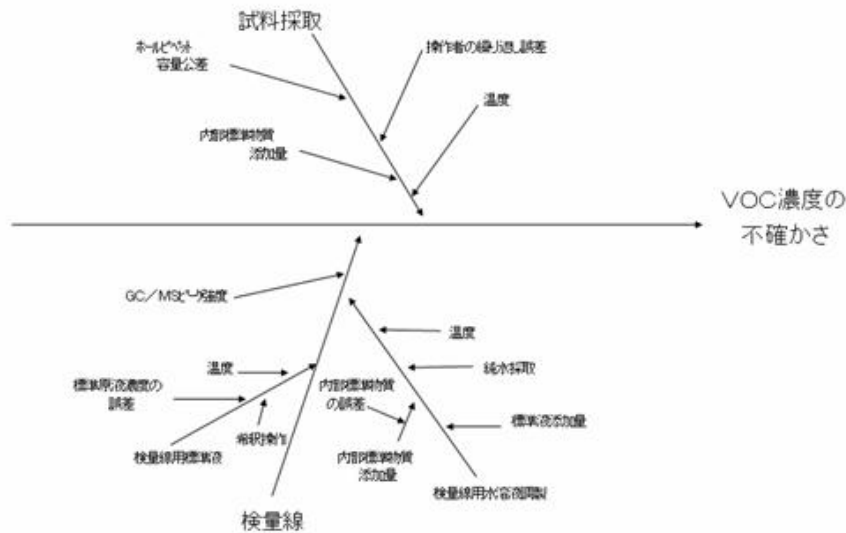


図7 GUMの方法によるVOC濃度の不確かさ(ヘッドスペース-GC/MS法)

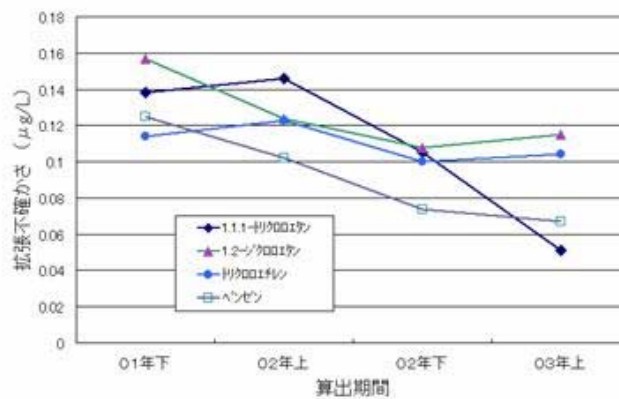


図8 不確かさの推移:品質管理活動による効果
(95%信頼率)

8. まとめ

試験所の品質管理は、ISO/IEC17025の要件に従い総合的な管理を行うのが効果的である。又コントロール試料を用いた管理図法は、管理状態の判断や技術レベル向上の確認等の有効な手段となる。

冒頭に述べたが、これらを用いた手法を導入し、信頼性あるデータの供給を行うのが試験所の社会的使命と思われる。当社は、今後も技術力の維持と向上のため、品質管理を中心とした活動を継続していく。

9. 参考文献

- 1) JIS Q 17025:2000(ISO/IEC 17025:1999) “試験所及び校正機関の能力に関する一般要求事項” 日本規格協会
- 2) 岩本威生, “ISO/IEC17025 に基づく試験所品質システム構築の手引き” 2001, 日本規格協会
- 3) 平賀要一, “シンポジウム「計量証明事業者は今」” 要旨集, 2003, 日本環境測定分析協会
- 4) IUPAC, “分析化学試験所における内部品質管理のための共通化ガイドライン”
Pure Appl. Chem., Vol.67, No4, pp649-666, 1995
邦訳: テクニカルノート(7)「試験所における内部品質管理の指針」JCLA システム文書、JCLA PR-24(7) REV.01, 2001
- 5) JIS Z 9021:1998(ISO 8258:1991) “シューハート管理図” 日本規格協会
- 6) J O Westgard, P L Barry and M R Hunt “A Multi-Rule Shewhart Chart for Quality Control in Clinical Chemistry” Clin.Chem., 27/3, 493-501, 1981

//