

飲用井戸水の水質検査における 全有機炭素（TOC）試験法の妥当性評価

環境科学課 水質担当

1 はじめに

福岡市飲用井戸衛生対策実施要領¹⁾において、飲用井戸の衛生確保を図るため、設置者等には自主的かつ適正な管理が求められている。水質検査については、「飲用井戸から給水される水については、おおむね1年以内ごとに1回、定期水質検査（水質基準項目のうち亜硝酸態窒素、硝酸態窒素及び亜硝酸態窒素、塩化物イオン、有機物（全有機炭素（TOC）の量）、一般細菌、大腸菌、pH値、臭気、味、色度及び濁度並びにテトラクロロエチレン、トリクロロエチレン等に代表される有機溶剤その他ヒ素、水銀等に代表される有害物質のうち、水源及び周辺の状況から判断して必要となる事項について行う水質検査をいう。）を実施すること。」とされていることから、福岡市保健環境研究所では、市民からの依頼に基づき、各区における飲用井戸の水質検査を実施している。飲用井戸については、水道水質基準に関する省令における、水道水質基準に係る検査方法（告示法²⁾）に準じて検査を実施しており、水道水質検査方法の妥当性評価ガイドライン³⁾（以下、「ガイドライン」とする。）には、「妥当性評価された検査方法を水道水以外の水（河川水、井戸水、原水等）に適用する場合にも、本ガイドラインに示す方法を参考に妥当性評価を行うことが望ましい。」とされている。そこで、ガイドラインに基づき、当所における全有機炭素（TOC）（以下、「TOC」とする。）の試験法の妥当性評価を行った結果について報告する。

2 方法

2.1 試料

TOCを含まない井戸水を得ることが困難であるため、超純水を試料とした。

2.2 器具等

洗浄で用いる水道水に含まれるTOCによる影響を除くため、試験に使用するガラス器具類は、全て事前に超純水で洗浄したものを使用した。

2.3 装置等

TOC計：（株）島津製作所製 TOC-L（燃焼触媒酸化方式全有機炭素計）

超純水製造装置：アドバンテック東洋（株）製 RFU666HA

2.4 試薬等

標準品：富士フイルム和光純薬（株）製フタル酸水素カリウム標準液（Cとして：1 mg/mL水溶液）を用いた。

超純水：アドバンテック東洋（株）製 RFU666HAにより製造したものをを用いた（比抵抗 $>18.2\text{M}\Omega\cdot\text{cm}$ 、TOC $<3\text{ppb}$ ）。

塩酸：富士フイルム和光純薬（株）製塩酸、2 mol/L塩酸

2.5 標準液の調製

標準液：フタル酸水素カリウム標準液（Cとして：1 mg/mL水溶液）を、100 mg/Lとなるよう超純水を用いて希釈した。

添加用標準液：フタル酸水素カリウム標準液（Cとして：1 mg/mL水溶液）を、10 mg/Lとなるよう超純水を用いて希釈した。

検量線用標準液：標準液を、0.3, 0.5, 1.0, 3.0 mg/Lになるよう超純水を用いて希釈した。

2.6 試験溶液の調製

2.6.1 添加試料

試料に、添加用標準液を定量下限値の0.3 mg/Lとなるよう添加したものを添加試料とした。超純水で同様に操作したものを空試験溶液とした。

2.7 測定方法

40 mLバイアル瓶を試料で共洗いした後、適量注ぎアルミ箔で栓をした。その後、オートサンプラーにセットし、TOC計を用いて燃焼酸化方式により自動分析を行った。TOC計の測定条件を表1に示す。

表1 TOC計 測定条件

装置	TOC-L ((株)島津製作所製)
燃焼温度	680℃
キャリアーガス	純空気
キャリアーガス流量	150 mL/min
通気時間	90 秒
酸添加率	1.5%
試料注入量	500 μL
検出器	非分散型赤外線式ガス分析器 (NDIR)

2.8 妥当性評価の方法

ガイドラインに基づき、検量線の評価及び添加試料の評価を行った。検量線について、水道水質検査方法の妥当性評価ガイドライン質疑応答集 (Q&A) ⁴⁾ より、「通常の検査時において検量線の補正 (直線の傾きはそのまま原点を通るように平行移動) をかけたものを使用している場合、各濃度点の真度及び精度の評価においては、検量線と同様の方法で補正をかけてから、又は検量線作成に用いた精製水の試験結果 (濃度、面積等) を差し引いてから行う。」とされている。そのため、本報告では、検量線の各濃度点の面積値から空試験結果の面積値を差し引いた値を用いて定量を行った。これを3併行実施し、その結果をもとに妥当性評価を行った。添加試料については分析者3名が2日にわたり1日2併行で分析し、その結果をもとに妥当性評価を行った。

3 結果及び考察

3.1 検量線の評価

3.1.1 キャリーオーバー

最高濃度である3.0 mg/Lの検量線用標準液を測定後にブランク試料を測定した結果、検量線の濃度範囲の下限值である0.3 mg/Lを下回っていることを確認した。

3.1.2 真度

表2に示すとおり、真度は95~99%であり、ガイドラインの目標範囲である80~120%を満たしていた。

3.1.3 精度

表2に示すとおり、併行精度は0.1~4.6%であり、ガイドラインの目標値である20%未満を満たしていた。

表2 検量線の評価結果

評価パラメーター	結果	目標値
真度 (%)	95~99	80~120
併行精度 (RSD%)	0.1~4.6	<20

3.2 添加試料の評価

3.2.1 選択性

空試験溶液に定量を妨害するピークがないことを確認した。

3.2.2 真度

表3に示すとおり、真度は101%であり、ガイドラインの目標範囲である70~130%を満たしていた。

3.2.3 精度

表3に示すとおり、併行精度2.9%、室内精度3.1%であり、ガイドラインの目標値である併行精度20%未満及び室内精度25%未満を満たしていた。

表3 添加試料の評価結果

評価パラメーター	結果	目標値
真度 (%)	101	70~130
併行精度 (RSD%)	2.9	<20
室内精度 (RSD%)	3.1	<25

3.3 検量線及び添加試料の評価結果

3.1及び3.2の結果から、ガイドラインに示された検量線及び添加試料の評価の目標値を満たしていた。

4 まとめ

飲用井戸の水質検査について、告示法に準じて検査を行う場合は妥当性評価を行うことが望ましいとされていることから、ガイドラインに基づき、TOC試験法の妥当性評価を行った。その結果、ガイドラインに示された検量線及び添加試料の評価の目標値を満たしていた。今後は他の試験法についても妥当性評価を行っていく予定である。

文献

- 1) 福岡市飲用井戸衛生対策実施要領：昭和64年1月1日
- 2) 厚生労働省告示第261号：水質基準に関する省令の規定に基づき環境大臣が定める方法，平成15年7月22日
- 3) 厚生労働省健康局水道課長通知健水発0906第1号：水道水質検査方法の妥当性評価ガイドラインについて，別添水道水質検査方法の妥当性評価ガイドライン，平成24年9月6日
- 4) 環境省水道水質・衛生管理室国立医薬品食品衛生研究所：水道水質検査方法の妥当性評価ガイドライン質疑応答集 (Q&A)，平成30年3月27日