

水道水質検査における妥当性評価の取り組み

公益財団法人鳥取県保健事業団
試験検査課 山崎 慎也

1. はじめに

水道水質検査では、飲料に用いている浄水の検査だけではなく、水道水に用いる処理前の原水（井戸水、河川水など）の検査も行っている。そのため水質検査の対象物質を低濃度から高濃度まで幅広く測定しつつ、低濃度域の精度を確保することが求められる。

この度水道水質検査における妥当性評価のガイドラインが改正され、従来記述されていなかった検量線についての記述が追加された。妥当性評価とは、各機関における検査方法の信頼性を確認するもので、検査方法の変更などの際には実施が義務付けられている。今回の改正にともない、検量線の作成方法を検討することで低濃度分析における精度向上が見込めないか検討した。

2. 水道水質検査における妥当性評価ガイドライン改定について

平成29年10月18日付け薬生水発1018第1号にて水道水質検査における妥当性評価ガイドラインが改正された。

改正のポイント

- ・ 検量線はブランク試料を含まない4点以上の濃度点を公比4以内で設定する。
- ・ 検量線の回帰式は原点を強制的に通過させず、できるだけ直線回帰モデルを用いる。
- ・ 各濃度点の重み付けを行ってもよい。

検量線の評価	
① キャリーオーバー	最高濃度の標準試料測定後に測定したブランク試料中の濃度が、検量線の濃度範囲の下限值を下回ること
② 真度	標準試料を繰り返し測定し、検量線で定量した平均値がいずれの濃度点においても調製濃度の80~120%であること
③ 精度	標準試料を繰り返し測定し、検量線で定量した濃度の相対標準偏差(RSD)がいずれの濃度点においても20%以下(10%以下※)であること

※平成15年10月10日健水発第1010001号で変動係数の目標が10%以下と定められている項目について

3. 陰イオン分析における検量線の検討

陰イオン類（塩化物イオン等）の検査はイオンクロマトグラフを使用しているが、イオンクロマトグラフに用いるサプレッサーの特性として濃度と応答値の関係が曲線寄りになる物質がある。特に塩化物イオンは水道水中に必ず含まれている物質であり、試料によって濃度は様々である。そのため検量線の濃度範囲を確保しつつ低濃度域の真度を改善するために、検量線の重み付けについて検討した。

(1) 妥当性評価の方法

ブランク試料を測定した後、段階的に調製した標準試料を最低濃度から順に最高濃度まで測定し、再びブランク試料を測定した。これを3回繰り返し、得られたデータから1本の検量線を作成し検量線の真度と精度を求めた。

(2) 装置と測定条件

イオンクロマトグラフ：DIONEX ICS-1600

分離用カラム：DIONEX IonPak AS-22 (Flow1.20mL/min)

サプレッサー：DIONEX AERS500 4mm

(3) 妥当性評価の結果

分析項目：塩化物イオン

検量線(直線回帰重み付けなし)						検量線(直線回帰重み付けあり)					
設定濃度 (mg/L)	計算濃度 1 (mg/L)	計算濃度 2 (mg/L)	計算濃度 3 (mg/L)	真度 (%)	精度 (%)	設定濃度 (mg/L)	計算濃度 1 (mg/L)	計算濃度 2 (mg/L)	計算濃度 3 (mg/L)	真度 (%)	精度 (%)
2.0	2.5224	2.5317	2.5300	126	0.2	2.0	2.0667	2.0766	2.0748	104	0.3
4.0	4.0838	4.0989	4.1086	102	0.3	4.0	3.7338	3.7499	3.7603	94	0.4
10.0	9.5229	9.5374	9.5364	95	0.1	10.0	9.5412	9.5567	9.5556	96	0.1
20.0	19.5046	19.5417	19.5248	98	0.1	20.0	20.1988	20.2384	20.2205	101	0.1
40.0	40.2923	40.3198	40.3449	101	0.1	40.0	42.3942	42.4235	42.4503	106	0.1

4. まとめ

重み付けの有無で比較したところ、重み付けをした検量線で低濃度試料の真度が改善され、高濃度試料においても真度が目標範囲内に収まった。今回の結果から塩化物イオンの分析において、重み付けをした検量線を用いることで低濃度から高濃度まで精度よく測定できることが確認された。今後、他の検査項目においても検討していきたい。