

濁度に係る水道水質検査方法の妥当性評価及び外部精度管理について

徳島県立保健製薬環境センター

岩佐 智佳・出羽 知佳*

Validation and External Quality Control of Tap Water Quality Test Methods for Turbidity

Chika IWASA・Chika DEBA

Tokushima Prefectural Public Health, Pharmaceutical and Environmental Sciences Center

要 旨

水道水質基準項目「濁度」の検査方法の一つである「透過光測定法」について、厚生労働省の「水道水質検査方法の妥当性評価ガイドライン」に基づく妥当性評価を行い、評価項目が目標を満たすことを確認した。また、徳島県内で水道水等の水質検査を実施している検査機関を対象に「濁度」の外部精度管理を実施したので、結果を報告する。

Key words : 濁度 Turbidity, 水道水質検査 Tap Water Quality Test, 妥当性評価 Validation, 外部精度管理 External Quality Control

I はじめに

水道水の水質基準は、水質基準に関する省令¹⁾により現在51項目に設定されており、その検査方法については、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(以下「告示」という。)²⁾において定められている。

水質基準項目である濁度は、水の濁りの程度を示すものであり、基準値は2度以下である。

濁度の検査方法は、比濁法、積分球式光電光度法、透過光測定法等、計7つの検査方法が告示に定められている。他県の報告書等からは積分球式光電光度法を採用している機関が多数を占めていることがうかがえるが^{3),4)}、当センターでは機器の整備上、透過光測定法を採用している。昨年度の機器更新に伴い、水道水質検査方法の妥当性評価ガイドライン(以下「ガイドライン」という。)⁵⁾に基づく妥当性評価を実施したので、その結果を報告する。

また、徳島県では、徳島県水道水検査外部精度管理実施要領に基づいて、水道水質検査の精度向上を目的に、徳島県危機管理部安全衛生課と協力して、県内で水道水等の水質検査を行っている検査機関を対象に外部精度管理を実施している。

*現 東部保健福祉局

令和5年度は濁度を選定し実施したので、その結果も併せて報告する。

II 方法

1 試薬・試料

(1) 試薬等

標準液は濁度標準液(ポリスチレン100度II, 関東化学(株)製)を用いた。精製水はAuto Still WG1001(ヤマト科学(株)製)で製造した蒸留水を用いた。

(2) 検量線用標準液の調製

検量線の濃度範囲(濃度点)は、0.1, 0.2, 0.4, 1, 2, 4度とした。

(3) 添加試料及び空試験試料の調製

添加試料の濃度は0.2度とし、当センター水質試験室の水道の蛇口から15分以上通水後に採水した水道水を用いて作製した。空試験試料には、上記と同じ水道水を用いた。

2 装置及び測定条件

分光光度計は(株)島津製作所製UV-2700iを用いた。吸収セルの光路長は100 mm, 測定波長は660 nm, スリット幅は2 mmとした。

3 妥当性評価方法

ガイドラインに従い、検量線の評価は3併行で試験を行い、①キャリーオーバー、②真度、③精度を評価した。また、添加試料の評価は、検査員1名が同一の添加試料を同一日に5併行で試験した場合の例に従って実施し、①真度、②併行精度を評価した。妥当性評価された検査方法の一部変更であるため、室内精度は評価しなかった。

4 外部精度管理

(1) 参加機関

徳島県内で水道水等の水質検査を実施している検査機関で、水道事業者、水道法20条に規定する登録検査機関及び当センターの計6機関が参加した。

(2) 試料の調製及び配付

配付試料の調製及び容器への充填は当センターが行った。設定濃度は1.2度とし、当センターで使用している蒸留水に濁度標準液を添加して調製した。

配付試料の調製等については、図1のとおりである。

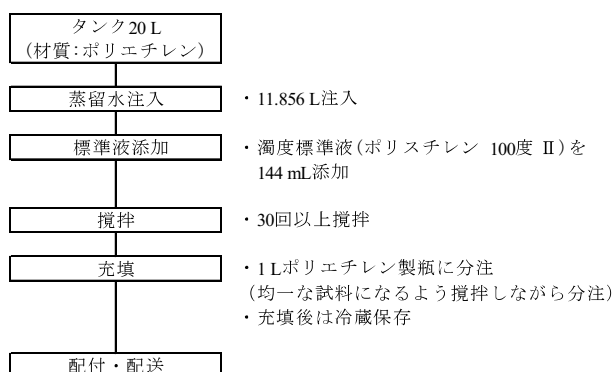


図1 配付試料の調製等

(3) 配付試料の均一性

配付試料の容器間の均一性を確認するために、調製した試料10本からNo.1, 6, 10の3本の試料を抜き取り、検査開始設定日にそれぞれ2回ずつ測定した。

結果は表1のとおり、平均値は1.27度、標準偏差は0.020度、変動係数は1.56%であり、均一性を確認した。

(4) 検査方法及び結果の検証

検査は原則として告示に従い、日常の測定方法と同じ方法で5回測定を行うこととした。この5回の測定値の平均値を各機関の検査値として解析を行った。

III 結果

1 妥当性評価

(1) 検量線の評価

検量線の妥当性評価結果を表2に示す。

検量線の回帰式には直線回帰モデルを用い、重み付け及び原点の強制通過は実施しなかった。

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は、全て定量下限値(0.2度)未満で、キャリーオーバーは確認されなかった。

②真度

各濃度の標準試料を検量線により定量した濃度の平均値は、各調製濃度の86.1~102.7%であり、真度の目標(80~120%)内であることを確認した。

③精度

各濃度の標準試料を検量線により定量した濃度の相対標準偏差(RSD%)は0.0~7.8%であり、精度の目標(10%以下)を満たすことを確認した。

(2) 添加試料の評価

添加試料の妥当性評価結果を表3に示す。

ガイドラインでは、添加を行う水は原則として検査対象物を含まない水道水とある。検査対象物が常在成分であるため、水道水の空試験試料を5回測定し、その平均値を差し引いて評価した。

①真度

添加試料を5併行で試験し、得られた試験結果の平均値の添加濃度に対する比は94.4%で、真度の評価目標値70~130%を満たすことを確認した。

②併行精度

添加試料を5併行で試験し、得られた試験結果の併行精度(RSD%)は2.7%で、評価目標値10%以下を満たすことを確認した。なお、自由度は4で行った。

2 外部精度管理

外部精度管理結果の概要を表4に、参加機関から報告された各検査値、標準偏差、変動係数、zスコア及び誤差率を表5に示す。

表1 配付試料の均一性 (n=3)

試料	No.1-①	No.1-②	No.6-①	No.6-②	No.10-①	No.10-②	平均値 (度)	標準偏差 (度)	変動係数 (%)
濁度(度)	1.296	1.282	1.250	1.251	1.263	1.258			
	1.289		1.251		1.261		1.27	0.020	1.56

表2 検量線の妥当性評価結果

標準試料調製濃度 (度)		0.1	0.2	0.4	1	2	4
標準試料測定値 (度)	①	0.0900	0.2067	0.4013	1.0280	2.0399	4.0327
	②	0.0783	0.2067	0.3858	0.9890	1.9971	3.9432
	③	0.0900	0.2028	0.3974	1.0280	1.9737	4.0093
平均		0.0861	0.2054	0.3949	1.0150	2.0036	3.9950
真度 (%)							
【目標：80～120%】		86.1	102.7	98.7	101.5	100.2	99.9
相対標準偏差 (RSD%)							
【目標：10%以下】		7.8	1.1	2.1	2.2	0.0	0.0

表3 添加試料の妥当性評価結果

測定回数	測定値 (度)					平均値 (度)	真度 (%)	併行精度 (RSD%)
	1回目	2回目	3回目	4回目	5回目			
添加試料 (減算値)	0.1881	0.1842	0.1842	0.1958	0.1919	0.1888	94.4	2.7
ガイドライン目標	-	-	-	-	-	-	70～130	10以下
添加を行った水	水道水							
添加濃度	0.2							
定量下限	0.2							

表4 外部精度管理結果の概要

項目	濁度
検査機関	6 機関
うち Grubbs の棄却検定 による棄却機関	0 機関
最大値 (度)	1.36
最小値 (度)	1.24
機関内変動係数 (%) の範囲	0.0 ~ 1.1
平均値 (度)	1.28
標準偏差 (度)	0.0400
機関間変動係数 (%)	3.1
z スコアの範囲	-1.2 ~ 1.6
誤差率 (%) の範囲	-3.9 ~ 5.3
水質基準値 (度)	2

参加機関の平均値は1.28度、各検査機関の検査値は1.24～1.36度であり、Grubbsの棄却検定において棄却された機関はなかった。機関内変動係数は0～1.1%、機関間変動係数は3.1%といずれも10%以下であった。各機関のzスコアの範囲は-1.2～1.6、中央値に対する誤差率の範囲は-3.9～5.3%

であった。

測定方法は、積分球式光電光度法（告示別表第41）が5機関、透過光測定法（告示別表第39）が1機関であった。透過光測定法を用いた機関が少ないため、統計手法を用いて有意差を評価することはできなかった。

全ての検査機関において検量線濃度範囲は告示のとおりであり、告示法に定められた試験実施期限内に試験が行われていた。さらに、全ての検査機関がガイドラインの最終改正後以降に実施した妥当性評価において、適合されていることも確認した。

表5 各機関の測定値

検査機関	検査値 (度)	標準偏差 (度)	変動係数 (%)	z スコア	誤差率 (%)
A	1.24	0.0063	0.5	-1.2	-3.9
B	1.24	0.0063	0.5	-1.2	-3.9
C	1.28	0.0141	1.1	-0.2	-0.8
D	1.29	0.0000	0.0	0.0	0.0
E	1.30	0.0117	0.9	0.2	0.6
F	1.36	0.0040	0.3	1.6	5.3

IV まとめ

水道水の水質基準項目である濁度の検査方法として、当センターでは告示の別表第 39 にある透過光測定法を採用しており、機器更新に伴いガイドラインに基づく妥当性評価を行ったところ、検量線及び添加試料について全ての評価項目が目標を満たすことを確認した。

また、令和 5 年度の外部精度管理に濁度を選定して実施したところ、全ての参加機関の検査値は、 z スコアが ± 3 未満、誤差率が $\pm 10\%$ 以内と良好な結果となり、検査の精度が確認できた。

謝辞

実施にあたりご協力いただいた徳島県危機管理部安全衛生課及び外部精度管理参加機関の各位に感謝いたします。

参考文献

- 1) 厚生労働省令第 101 号：水質基準に関する省令，平成 15 年 5 月 30 日（2002）
- 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厚生労働大臣が定める方法，平成 15 年 7 月 22 日（2002）
- 3) 遊道梓，健名智子，安川和志：令和 4 年度富山県水道水質検査精度管理事業（理化学検査項目）について（2022 年度），富山衛研年報 令和 4 年度，**46**，136-141（2023）
- 4) 千葉県水道水質管理連絡協議会水質検査精度管理委員会，平成 30 年度水質検査精度管理結果，平成 31 年 2 月（2019）
- 5) 厚生労働省健康局水道課長通知：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），平成 24 年 9 月 6 日，健水発第 0906 第 1 号（2012）（最終改正：平成 29 年 10 月 18 日，薬生水発第 1018 号第 1 号（2017））