

陰イオン界面活性剤に係る水道水質検査方法の妥当性評価について

徳島県立保健製薬環境センター

出羽 知佳

Validation of the Analytical Method for Anionic Surfactant in Tap Water

Chika DEBA

Tokushima Prefectural Public Health, Pharmaceutical and Environmental Sciences Center

要 旨

水道水中の陰イオン界面活性剤の標準検査方法である「固相抽出—高速液体クロマトグラフ法」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、全ての検査対象物について検量線及び添加試料の評価項目が目標を満たすことを確認した。

Key words : 妥当性評価 validation, 陰イオン界面活性剤 anionic surfactant

I はじめに

水道水の水質基準は、水道法第4条に基づき水質基準に関する省令（平成15年5月30日厚生労働省令第101号）により現在51項目について定められている。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（平成15年7月22日厚生労働省告示第261号）において定められている。

水質基準項目の陰イオン界面活性剤は、デシルベンゼンスルホン酸ナトリウム（以下「C10」という。）、ウンデシルベンゼンスルホン酸ナトリウム（以下「C11」という。）、ドデシルベンゼンスルホン酸ナトリウム（以下「C12」という。）、トリデシルベンゼンスルホン酸ナトリウム（以下「C13」という。）及びテトラデシルベンゼンスルホン酸ナトリウム（以下「C14」という。）を合わせたもので、合成洗剤の有効成分である。

今回、陰イオン界面活性剤の標準検査方法である固相抽出—高速液体クロマトグラフ法について、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日付け健水発第0906第1号別添、最終改正平成29年10月18日付け薬生水発第1018号第1号、以下「ガイドライン」という。）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。

II 方法

1 試薬

標準原液は陰イオン界面活性剤混合標準液（各1000 mg/L、富士フィルム和光純薬株式会社製）、溶離液は0.1 mol/L過塩素酸ナトリウム・アセトニトリル/水（65:35）（関東化学株式会社製）を用いた。精製水はMilli-Q IQ 7003（メルク株式会社製）で製造した超純水、メタノールはLC/MS用、固相カラムはSep-Pak PS2（Waters社製）を用いた。

2 装置条件及び測定条件

分析条件を表1に示す。C10からC14の検量線の濃度範囲（濃度点）は、それぞれ0.004, 0.008, 0.012, 0.020 mg/Lとし、帰式は直線帰帰で重み付けなしとした。添加試料は、当センター検査室の蛇口から採水した水道水に検量線の最低濃度を添加し作成した。検量線の評価は3併行、1日間の測定で、添加試料の評価は5併行、1日間の測定で行った。

III 結果

ガイドラインにおける目標を表2に、妥当性評価結果を表3に示す。検量線のキャリーオーバーは全て下限値未満、添加試料の選択性は全て選択性があり、全ての検査対象物について検量線及び添加試料はガイドラインで示された目標を満たす。

たしていた。

IV まとめ

水道水中の陰イオン界面活性剤の標準検査方法である「固相抽出—高速液体クロマトグラフ法」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、全ての検査対象物について検量線及び添加試料の評価項目が目標を満たすことを確認した。

表1 分析条件

HPLC	Nexera X2 (株式会社島津製作所製)
検出器	RF-20A (株式会社島津製作所製)
カラム	カプセルパック C18 MGIII (3 mmID × 150 mm, 粒子径 3 μm) (株式会社大阪ソーダ製)
移動相	アセトニトリル:水=65:35 (12.3 g/L 過塩素酸ナトリウムを含む。)
流速	0.4 mL/min
注入量	5 μL
カラム温度	40°C
励起波長	221 nm
蛍光波長	284 nm

表2 ガイドラインにおける目標

評価項目	検量線			添加試料		
	キャリーオーバー	真度 (%)	精度 (RSD%)	選択性	真度 (%)	併行精度 (RSD%)
目標値	下限値未満	80 - 120	≤20	選択性あり	70 - 130	≤20

表3 妥当性評価結果

検査対象物	検量線		添加試料		定量下限 (mg/L)
	真度 (%)	精度 (RSD%)	真度 (%)	併行精度 (RSD%)	
C10	99.7 - 100.2	1.1 - 1.6	102.5	3.9	0.004
C11	99.5 - 100.3	1.3 - 1.6	105.0	4.7	0.004
C12	99.8 - 100.1	1.4 - 1.6	98.2	3.9	0.004
C13	99.5 - 100.2	1.0 - 1.3	81.6	4.8	0.004
C14	99.5 - 100.4	0.9 - 1.5	81.2	9.6	0.004