

御提案いただいた水道水質検査法案に係る審査の状況について

平成 25 年 1 月
厚生労働省健康局水道課
水道水質管理室

標記の件について、平成 24 年 3 月 12 日から 5 月 11 日まで、水道水質検査法の提案募集（第 3 期）を行いましたところ、以下のとおり御提案をいただきました。御協力いただき、誠にありがとうございました。

御提案いただいた水道水質検査法案については、平成 24 年 7 月に、提案書類や提案条件に基づく内容の分類及び優先度判定を行って今後の取扱いについて取りまとめましたので、お知らせいたします。

また、平成 19 年及び平成 22 年に実施した水道水質検査法の提案募集（第 1 期及び第 2 期）において御提案いただいた検査法案の取扱いについても、併せてお知らせいたします。

1. 提案募集方法（第 3 期）

- (1) 提案募集期間：平成 24 年 3 月 12 日～平成 24 年 5 月 11 日
- (2) 告知方法：電子政府の総合窓口（e-Gov）
- (3) 提案提出方法：郵送のみ

2. 提案募集（第 3 期）の結果

- (1) 提案提出者数：3
- (2) 提案水道水質検査法数：3
- (3) 概要及び対応状況等（別紙 1）

3. 提案検査法（第 1 期及び第 2 期）の概要及び対応状況等（別紙 2）

提案検査法(第3期)の概要及び対応状況等

(別紙1)

・『分類』の基準は水質基準項目、目標は水質管理目標設定項目を示す。

No.	検査法の名称	分類	対象とする項目	検査方法の概要	内容分類	優先度	取扱分類	対応状況
1	固相抽出ー高速液体クロマトグラフー質量分析法	基準	フェノール類	検水をpH2以下とし、検水中のフェノール類を固相カラムに吸着させ、メタノールで抽出したものを精製水で調整し、高速液体クロマトグラフー質量分析法で測定する方法。	A新たな検査法等	1 有効性・新しい分析機器の導入	審査対象	誘導体化の操作が不要となり、有害試薬の削減及び検査時間の短縮が見込まれることから、新たな検査法として採用に向けて検討を行う。 検討に当たり、提案者には妥当性評価ガイドラインに基づく妥当性評価結果の提出を求めることとする。
2	特定酵素基質培地法	基準	大腸菌	検水にMMOーMUG培地を添加し、36℃で18～22時間培養後、色の变化およびUVランプによる蛍光発光を確認する方法。 培地の配合を変える事で、培養時間の短縮を可能としたもの。	B告示法の軽微な変更	2 改正の必要性は高くない	審査実施の適否につき検討	検査時間の短縮が見込まれるものの、大きなメリットとは言えない。 提案者により、既存のMMO-MUG培地との相関を表すデータの提出があれば検証することができる。
3	高速液体クロマトグラフ法	目標	ジクワット	固相抽出操作を省略して、標準液及び試料を高速液体クロマトグラフに直接導入する。	A新たな検査法等	1 有効性・検査対象項目	審査対象	固相抽出操作を省略することにより、検査所用時間の大幅な短縮、固相カラムが不要となり試薬使用量が減少することにより検査費用の削減が見込まれるため、採用に向けて検討を行う。 検討に当たり、提案者には妥当性評価ガイドラインに基づく妥当性評価結果の提出を求めることとする。

提案検査法(第1期及び第2期)の概要及び対応状況等

(別紙2)

- ・『No.』の①は第1期提案募集対象検査法、②は第2期提案募集対象検査法、委は委員等提案検査法を示す。
- ・『分類』の基準は水質基準項目、目標は水質管理目標設定項目を示す。

告示改正済案件(16件)

No.	検査法の名称	分類	対象とする項目	検査法の概要	内容分類	優先度	取扱分類	対応状況
①-1	液体クロマトグラフ質量分析法(LC-MS/MS)	基準	ハロ酢酸類(クロロ酢酸、ジクロロ酢酸、トリクロロ酢酸)	液体クロマトグラフ(LC)による水中成分の分離後、質量分析計(MS/MS)により同定、並びに定量する方法	A新たな検査法等	II 優先	告示改正済み	検査法告示を改正し、H24.4.1より適用。
①-2	液体クロマトグラフ質量分析法(LC-MS/MS)	基準	ハロ酢酸類(クロロ酢酸、ジクロロ酢酸、トリクロロ酢酸)	ガスクロマトグラフ質量分析法(GC-MS法)で採用されていたメチル誘導体化などを行わず、直接液体クロマトグラフ質量分析計(LC-MS/MS)に試料を導入して測定する方法	A新たな検査法等	II 優先	告示改正済み	検査法告示を改正し、H24.4.1より適用。
①-4	固相マイクロ抽出ガスクロマトグラフ質量分析法(SPME-GC-MS)	基準	ジェオスミン及び2-メチルイソボルネオール	固相マイクロ抽出(SPME)ファイバーに吸・脱着し、ガスクロマトグラフ質量分析計(GC-MS)で測定する方法	A新たな検査法等	II 優先	告示改正済み	検査法告示を改正し、H24.4.1より適用。
①-6	イオンクロマトグラフ-ポストカラム吸光光度法(IC-PC)	基準	シアン化物イオン及び塩化シアン	①添加する緩衝液を酒石酸-酒石酸ナトリウム混合緩衝液に限定せず、液種が異なるpH3.6酢酸緩衝液等を使用する。 ②次亜塩素酸ナトリウム溶液を加え、試料中の結合残留塩素とアンモニア態窒素を消失させる必要がない。	A新たな検査法等	III その他	告示改正済み	検査法告示を改正し、H22.4.1より適用。
①-10	溶媒抽出ガスクロマトグラフ質量分析法(SE-GC-MS)	基準	ハロ酢酸類(クロロ酢酸、ジクロロ酢酸、トリクロロ酢酸)	告示法とほぼ同様(変更内容:①MTBE層の分取量を2mLから1mLに変更、②それに伴いジアゾメタン溶液及び内部標準液も1/2、③標準溶液等の保存)	B告示法の軽微な変更	II 優先	告示改正済み	検査法告示を改正し、H21.4.1より適用。
①-11	誘導体化溶媒抽出ガスクロマトグラフ質量分析法(MOD-SE-GC-MS)	基準	ホルムアルデヒド	告示法とほぼ同様(変更内容:①予め内部標準液をヘキサンに添加したものをを用いてヘキサン転溶、②内部標準液濃度を高める。③標準溶液の保存性)	B告示法の軽微な変更	II 優先	告示改正済み	検査法告示を改正し、H22.4.1より適用。
①-12	固相抽出誘導体化ガスクロマトグラフ質量分析計(SA-MOD-GC-MS)による分析	基準	フェノール類	告示法とほぼ同様(変更内容:①試料「500ml」を「200ml」採取に変更、②固相カラムの乾燥時間「30分間」を「充分」に変更、③内部標準溶液入りの酢酸エチルで溶出し、かつ濃縮を省略、④TMS化剤の減量)	B告示法の軽微な変更	II 優先	告示改正済み	検査法告示を改正し、H22.4.1より適用。
①-13	還元気化-原子吸光法(CV-AAS)	基準	水銀	全自動還元気化水銀測定装置により測定する方法(告示法とほぼ同様)(変更内容:塩酸ヒドロキシルアミン溶液の濃度を「10%」を「0.8%」に低くし、添加量を増加。)	B告示法の軽微な変更	III その他	告示改正済み	検査法告示を改正し、H21.4.1より適用。
②-1	高速液体クロマトグラフィー(HPLC)	基準	非イオン界面活性剤	公定法と同じ方法で前処理後、測定に高速液体クロマトグラフィー(HPLC)を用いる方法	A新たな検査法等	1 優先度が高い事項	告示改正済み	検査法告示を改正し、H24.4.1より適用。
②-2	2,4,6-トリクロロアニソール-d3(TCA-d3)を内部標準物質として用いたPT-GC-MS法、HS-GC-MS法、固相抽出-GC-MS法	基準	ジェオスミン及び2-メチルイソボルネオール	検水にTCA-d3を添加後、公定法に準じて操作し、TCA-d3を内部標準物質として測定する方法。	A新たな検査法等	1 メリットがある	告示改正済み	検査法告示を改正し、H24.4.1より適用。
②-3	トラップ-ヘッドスペースによるカビ臭分析	基準	ジェオスミン及び2-メチルイソボルネオール	ヘッドスペースに揮発したガスをトラップ管に濃縮して、GCカラムに注入する方法。数回、サンプリングすることでヘッドスペースより高感度で測定可能。	A新たな検査法等	3 別途装置が必要	告示改正済み	検査法告示を改正し、H24.4.1より適用。
②-4	トラップ-ヘッドスペースによる揮発性有機化合物の一斉分析	基準	四塩化炭素、1,4-ジオキサン、ジクロロメタン、テトラクロロエチレン、トリクロロエチレン、ベンゼン、クロロホルム、ジブロモクロロメタン、プロモジクロロメタン、プロモホルム、1,2-ジクロロエタン、trans-1,2-ジクロロエチレン、cis-1,2-ジクロロエチレン、1,1,2-トリクロロエタン、トルエン、1,1,1-トリクロロエタン、メチル-tert-ブチルエーテル、1,1-ジクロロエチレン、塩化ビニルモノマー、キシレン	ヘッドスペースに揮発したガスをトラップ管に濃縮して、GCカラムに注入する方法。数回、サンプリングすることでヘッドスペースより高感度で測定可能。	A新たな検査法等	3 別途装置が必要	告示改正済み	検査法告示を改正し、H24.4.1より適用。
委-1	誘導結合プラズマ質量分析(ICP/MS)による一斉分析法	基準	ナトリウム及びカルシウム、マグネシウム等	コリジョンアクションセルを具備したICP/MSで、カルシウム等の測定に干渉する妨害イオンを低減させカルシウム等を測定する方法	A新たな検査法等	II 優先	告示改正済み	検査法告示を改正し、H21.4.1より適用。
委-2	塩析なしパージトラップガスクロマトグラフ質量分析法(PT-GC-MS)	基準	ジェオスミン及び2-メチルイソボルネオール	塩析なしのパージトラップガスクロマトグラフ質量分析計(PT-GC-MS)による測定方法(定量下限値1ng/Lの確保)	A新たな検査法等	II 優先	告示改正済み	検査法告示を改正し、H24.4.1より適用。
委-3	液体クロマトグラフ質量分析法(LC-MS)	基準	ハロ酢酸類(クロロ酢酸、ジクロロ酢酸、トリクロロ酢酸)	溶媒抽出等の前処理を全く行わず、試料水を直接、液体クロマトグラフ-質量分析計(LC-MS)で測定する方法	A新たな検査法等	II 優先	告示改正済み	検査法告示を改正し、H24.4.1より適用。
委-6	固相抽出吸光光度法(SA-AS)の前処理法の改良	基準	非イオン界面活性剤	検水量を2L採り、固相カラムの通水速度を10~100ml/分にする事により、検査所要時間が短縮され、精度よく測定でき、基準値の10分の1まで測定可能な方法	B告示法の軽微な変更	III その他	告示改正済み	検査法告示を改正し、H24.4.1より適用。

保留又は継続審査案件(12件)

No.	検査法の名称	分類	対象とする項目	検査方法の概要	内容分類	優先度	取扱分類	対応状況
①-3	イオンクロマトグラフ質量分析計(IC-MS/MS)による一斉分析法	基準	ハロ酢酸類(クロロ酢酸、ジクロロ酢酸、トリクロロ酢酸)、臭素酸	イオンクロマトグラフ(IC)によりイオン交換分離し、質量分析計(MS/MS)にて検出する方法	A新たな検査法等	II 優先	審査対象(保留)	IC-MS/MSの導入が進んでいないことから、従来の体制による審査が困難であるため、審査を中断する。提案者による複数の機関における妥当性評価結果の提出を待って、審査を行う。
①-9	固相抽出誘導結合プラズマ発光分析(又は誘導結合プラズマ質量分析法)	基準	非イオン界面活性剤	非イオン界面活性剤を固相カラムにより濃縮しトルエンで溶出後チアシアノコバルト(II)酸アンモニウム溶液と塩化カリウムを添加し振とうすることでコバルト錯体生成する。このコバルト錯体を0.1M硝酸により逆抽出し、水層をICP発光分析装置又はICP質量分析装置に導入、コバルト濃度を測定することにより非イオン界面活性剤濃度を定量する方法	A新たな検査法等	III その他	審査対象(保留)	現在、分析対象物質(標準物質)の定義の見直しを検討しており、その検討の結果を待って、審査を行う。
①-17	液体クロマトグラフ質量分析計(LC-MS/MS)による同時分析	目標	ジクワット、イミノクタジン酢酸塩	液体クロマトグラフ(LC)による水中成分の分離後、質量分析計(MS/MS)により同定、並びに定量を行う方法	D通知等で示された検査法	II 優先	継続審査	LC-MS/MSについては、機器の導入状況や分析条件等について引き続き情報収集を行う。
①-18	固相抽出液体クロマトグラフ質量分析法(SA-LC-MS/MS)	目標	ジクワット	弱陽イオン交換-逆相ミックスモード固相抽出カラムによりジクワットを選択的に抽出、濃縮。得られた試験溶液を親水性相互作用クロマトグラフィーカラムで分離し、エレクトロスプレーイオン化ポジティブモード質量分析計で検出する方法	D通知等で示された検査法	II 優先	継続審査	高い回収率及び安定した再現性を得ることができず、再現性を安定させるためには多くの不確定要素があり、提案者に差し戻した。再提案があれば、検討を再開する。
②-7	浸漬コンディショニング法による固相抽出分析方法	基準	フェノール類、農薬	固相充填剤のヘッドボリュームが満たされる必要最小量(1mL程度)のメタノールを固相カラムの両端に栓をして数分間静置するコンディショニング方法	B告示法の軽微な変更	1 メリットがある	審査対象(保留)	精度に関する評価が未評価であるため、評価を待って、審査の対象とするか判断する。
②-8	GC/MS法における内径の細く長さの短いカラムの使用による分析方法	基準	フェノール類、ジオスミン、2-MIB、ホルムアルデヒド、ハロ酢酸類等	GC内分離カラムを従来の内径0.20~0.53mmのカラムから0.18mmのカラムに変更することで、カラム長さも短くなり、分析時間の短縮が行える。	B告示法の軽微な変更	1 メリットがある	審査対象(保留)	精度が確保できるのであれば、分離カラムの基準を変更する。各社から同様のカラムが販売されていることが条件。精度に関する評価が未評価であるため、評価を待って審査の対象かどうかを判断する。
②-9	同位体補正を用いたLC-MS/MS法による臭素酸の測定	基準	臭素酸	LC-MS/MSによる臭素酸の定量時に、同位体補正を行う方法	A新たな検査法等	1 優先度が高い事項	審査対象(保留)	他の陰イオンとの一斉分析について検証を進めていたところであるが、塩化物イオンの影響が避けられず、再現性のある正確な測定値を求めることが難しいと考えられるため、不採用とする。塩化物イオンを含む共存陰イオンの影響を排除できるカラム等を用いた追加提案がなされた場合には、審査を再開する。なお、その場合は提案者による複数の機関における妥当性評価結果の提出を必須とする。
②-10	固相カラムを用いた追加クリーンアップ手法	目標	チウラム	固相抽出前処理行程において、クリーンアップ用固相カラムを取り付けることにより、夾雑成分除去を行う。	D通知等で示された検査法	2 該当しない	審査対象(保留)	提案法は夾雑成分のHPLCを適用しているが、通知法のLC/MSが夾雑成分の影響を受けるかは不明。
②-11	固相カラムを用いた追加クリーンアップ手法	目標	ジクワット	固相抽出前処理行程において、クリーンアップ用固相カラムを取り付けることにより、夾雑成分除去を行う。	D通知等で示された検査法	2 該当しない	継続審査	先行している提案法の検討との比較が必要。
委-4	固相抽出液体クロマトグラフ質量分析法(SA-LC-MS)若しくは液体クロマトグラフ質量分析法(LC-MS)	基準	非イオン界面活性剤(場合によっては陰イオン界面活性剤と同時分析)	非イオン界面活性剤を固相抽出により濃縮し、溶出後、液体クロマトグラフ-質量分析計(LC-MS)で測定する方法	A新たな検査法等	III その他	審査対象(保留)	標準物質の定義の見直しの検討結果を待って、審査を行う。
委-5	固相抽出吸光度法(SA-AS)	基準	非イオン界面活性剤	非イオン界面活性剤を固相抽出により濃縮し、溶出後、酵素免疫測定法により測定する方法	A新たな検査法等	III その他	審査対象(保留)	標準物質の定義の見直しの検討結果を待って、審査を行う。
委-7	固相抽出ガスクロマトグラフ質量分析計(SA-GC-MS)による一斉分析法	目標	クロルニトロフェン、エチルチオメトン、クロロタロニル及びエトフェンブロックス	ミニ固相カラムを用いたガスクロマトグラフ質量分析計(GC-MS)への試料の多量注入法	D通知等で示された検査法	II 優先	継続審査	別途国衛研が実施している農薬類の一斉分析法の開発状況を踏まえて、通知改正の必要性について再検討を行う。

審査対象外案件(8件)

No.	検査法の名称	分類	対象とする項目	検査方法の概要	内容分類	優先度	取扱分類	対応状況
①-5	ペトリフィルム(市販品)による分析法	基準	一般細菌	上水試験法の一般細菌検査の培地を標準寒天培地に代えてペトリフィルム(市販品)を使用する方法	A新たな検査法等	Ⅲその他	審査対象外	優先度が低いため、対象外とする。
①-7	誘導結合プラズマ質量分析法(ICP-MS)	基準	鉄	コリジョン機能を持たない誘導結合プラズマ質量分析計(ICP-MS)での測定(質量数54)	A新たな検査法等	Ⅲその他	審査対象外	多原子イオン低減化機能が無いため、バックグラウンド濃度や装置の安定性の影響を受ける可能性が高く、採用は難しいと考えられる。
①-8	金属分析における試料濃縮方法及び共存物の除去方法	基準	カドミウム、鉛、亜鉛、鉄、銅、マンガン、ニッケル	ポリアミノポリカルボン酸型キレート樹脂を用いて対象とする項目を濃縮する。(固相抽出による前処理)	A新たな検査法等	Ⅲその他	審査対象外	優先度が低いため、対象外とする。
①-14	トリハロメタン自動測定法	基準	総トリハロメタン	トリハロメタン計は、藤原反応を基本原理とした膜分離-蛍光定量法によりクロロホルムを代表とした総トリハロメタン濃度を定量する方法	その他	Ⅲその他	審査対象外	確度及び精度(THM類の構成比により測定値が変化)の問題があり、告示法としては採用しないが、水道施設の管理のための水質監視等において活用することは可能と考えられる。
①-15	連続蒸留及び4-アミノアンチピリンによる吸光光度法の自動分析法	基準	フェノール類	連続流れ分析による自動分析法	その他	Ⅱ優先	審査対象外	測定原理的に現行告示法による測定値と互換性がないため、告示法としては採用しないが、水道施設の管理のための水質監視等において活用することは可能と考えられる。
①-16	メチレンブルーによる吸光光度法の自動分析法	基準	陰イオン界面活性剤	連続流れ分析による自動分析法	その他	Ⅱ優先	審査対象外	測定原理的に現行告示法による測定値と互換性がないため、告示法としては採用しないが、水道施設の管理のための水質監視等において活用することは可能と考えられる。
②-5	微粒子カウント方式による濁度の測定	基準	濁度	レーザー光を用いて、試料水中微粒子の粒径区分毎の微粒子個数濃度を測定し、濁度を演算する方法。	A新たな検査法等	3 別途装置が必要	審査対象外	現状、多くの事業体において工程管理で利用されており、検査方法として問題ないが、他の検査方法と比較すると検出下限値が数オーダー異なることから、公定法として採用するには、支障がある。
②-6	透過光測定法による色度の測定	基準	色度	現行の濁質を含む見かけ色度をやめ、濁質除去後の色度とし、測定は、分光光度計、光電光度計又は色濁度計とする。	C現行告示法で可能(疑義紹介)		審査対象外	濁質の多い試料を透過光測定法で測定する場合、ろ過することで比色法による方法より低い値となり、ばらつきが大きいため、比色法による方法を削除することを提案しているが、疑義紹介とし、審査対象外とする。

(参考)

① 提案された検査法の取扱分類について

分類	内容
告示改正済み	告示法として採用したもの
審査対象	効率的な検査法と考えられ、告示法としての採用に向けデータ収集及び検証を実施していくもの
審査実施の適否につき検討	現時点では、実証データ等が不十分であり、引き続き情報収集を行い、審査実施の適否について検討するもの
審査対象 (保留)	提案者からの追加データ等の提出を待って、審査を行うもの
継続審査	機器の導入状況等調査や他の検査法検討の結果を待って、審査を行うもの
審査対象外	優先度が低いものや、明らかに改正の必要がないもの

※なお、個々の御提案いただいた水道水質検査法案については、審査や検討の結果によっては、告示法として採用しないことがあり得る。

② 審査の方法

御提案いただいた水道水質検査法案のうち、「審査対象」又は「審査実施の適否につき検討」とされたものについては、現行告示法又は通知法との比較・相関、定量濃度範囲、定量下限値、変動係数、添加回収率、分析の再現性、偽陰性率等について検証を行う。検証に当たっては、必要に応じ提案者に対して妥当性評価結果等の情報提供を求めたり、中立な検査機関や日本水道協会水質試験方法等調査専門員会の協力を得て分析試験や評価等を実施する。さらに、必要に応じて、提案者からの意見を聴く場を設ける。