

提案検査法の審査状況について

1 審査経緯

これまで3回にわたって水道水質検査法の提案募集を行っており、委員提案を加えて合計39件の検査法が提案されている。

	公募期間	審査中	告示 改正済	保留中	審査終了	審査 対象外	合計
第1回	H19年3～5月	0	9	0	3	6	18
第2回	H22年3～5月	0	4	1	4	2	11
第3回	H24年3～5月	0	1	0	2	0	3
委員提案		0	4	0	3	0	7
計		0	18	1	12	8	39

2. 審査案件の検討状況

(1) 固相抽出ー高速液体クロマトグラフィー質量分析法（フェノール類）

複数機関の水道事業体等の参加のもと、妥当性評価ガイドラインに準じた妥当性評価試験を実施した。その結果、本検査法がフェノール類の公的な標準検査法として採用が妥当と判断できる結果が得られた。そのため、検査法告示を改正し、平成27年4月1日から施行となった。

(2) 固相抽出ー液体クロマトグラフィー質量分析法（ジクワット・パラコート）

提案者及び宮古市水道局により、妥当性評価ガイドラインの目標に適合する結果が得られたため、本分析法の妥当性が確認できた。

今般、複数機関の水道事業体等の参加のもと、妥当性評価ガイドラインに準じた妥当性評価試験を実施した。その結果、本検査法がジクワット・パラコートの公的な標準検査法として採用が妥当と判断できる結果が得られた。そのため、検査法に係る課長通知を改正し、平成27年4月1日から適用となった。

提案検査法(第1期～第3期)の概要及び対応状況等

- ・『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、③は第3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。

審査中(0件)

審査実施の適否につき検討(0件)

保留中(1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
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	保留	現行告示法で必要なポストカラム装置、亜硝酸や濃硫酸を使用しないため、有益な検査方法と考え、他の陰イオンとの一斉分析法についての検証等、新たな知見やデータが提出され次第、再度検討することとし、保留。

告示等改正済案件(18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
①-1	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ィーポストカラム吸光度法(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。
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(パラコート・イミノクタジンとの同時分析)	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 この方法に、パラコート、イミノクタジンも一斉分析できる方法を検討した。	D通知等で示された検査法	II 優先	通知改正済み	検査法通知を改正し、H27.4.1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-t-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。
③-1	固相抽出-高速液体クロマトグラフ-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-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	告示改正済み	検査法告示を改正し、H27.4.1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。

審査終了案件 (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	審査終了	IC-/MS/MSが普及しておらず、LC-MS/MS法が公定法化され当面の必要性が満たされたため、審査終了。
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	審査終了	H24.4.1より告示法別表第28の2固相抽出-HPLC法が追加され、0.002mg/Lの定量下限値を確保できるため、有意な差はないことから審査終了。
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	審査終了	ジクワットの目標値の1/100が定量可能な別添方法21 固相抽出-LC/MS法が開発され、通知法についてはMS/MSの使用を妥当性評価ガイドラインで判断できるため、審査終了
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	審査終了	従来法よりもコンディショニング溶媒量を減らすことができる別表第29の2が追加され、当該方法を開発する必要性が低くなったため、審査終了。なお、農薬類については、妥当性評価ガイドラインの目標を満たすことを確認した上で、各検査機関でコンディショニング方法を選択することが可能である。
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、ジェオスミン、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	審査終了	検査方法告示のカラムにある「又はこれと同等以上」に該当し、妥当性評価ガイドラインの目標を満たすことを確認することで、各検査機関で使用の可否を判断できるため、審査終了。
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	審査終了	チウラムは対象農薬リストのジチオカルバメート系農薬となり、一斉分析できる別添方法24 ヘッドスペース-GC/MS法が開発され、当該方法を開発する必要性が低くなったため、審査終了。
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	審査終了	ジクワットの目標値の1/100が定量可能な別添方法21 固相抽出-LC/MS法が開発され、クリーンアップ用固相カラムの使用を妥当性評価ガイドラインで判断できるため、審査終了

③-2	特定酵素基質培地法	基準	大腸菌	検水にMMO-MUG培地を添加し、36℃で18~22時間培養後、色の変化および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	審査終了	本法の培地メーカーが限定され、培養時間24hが数時間短縮されるが、ほぼ1昼夜時間が必要となるため、現行法と比較しても有意な差はあまりないことから、審査終了。
③-3	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	審査終了	ジクワットの目標値の1/100が定量可能な別添方法21 固相抽出—GLC/MS法が開発され、当該方法を開発する必要性が低くなったため審査終了 なお、固相抽出による濃縮倍率(固相抽出操作の省略を含む)及び試料注入量については、妥当性評価ガイドラインの目標を満たすことを確認した上で、各検査機関で設定することが可能。
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	審査終了	非イオン界面活性剤は、現行の公定法は代表の1標準物質により定量可能である。今後、標準物質の定義が変更されない限りは、本法の開発の必要性は低いので、審査終了。
委-5	固相抽出吸光光度法(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	審査終了	検水量50mLで定量下限値が基準値の10分の1(0.002mg/L)を確保できるものの、試薬供給体制が不安定であることから、本検査法を開発する必要性が低く、審査終了。
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	審査終了	試料注入量については、妥当性評価ガイドラインの目標を満たすことを確認した上で各検査機関で設定ことができ、検査法に規定する必要が無いので、審査終了。

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	寒天培地の作成や滅菌操作が不要となるが、提案募集要領に基づく優先度が低いことから、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	提案募集要領に基づく優先度の低い分析法のため、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、告示法として採用はしない。
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。
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。
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いるが、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		審査対象外	告示は濁質のない水道水の検査を想定したものであり、濁質の多い試料の場合、透過光測定法と比色法で値に差がでるものの、現行比色法でも十分対応が可能であるため、審査の対象外とする。