

### 3.5 通水試験

通水試験は、実験施設に供給される水道水（流入水）と各系列を通過した後の流出水を供試水とする。  
 なお、0ヶ月の試料は、1時間通水後の水道水（流入水）と流出水とした。

## 4 分析結果

### 4.1 溶出試験結果

溶出試験の0ヶ月、1ヶ月後、6ヶ月後、12ヶ月後の分析結果を、それぞれ表 4-1、表 4-2、表 4-3、表 4-4に示す。

表 4-1 通水開始前（0ヶ月）溶出試験結果

試料番号		フタル酸ジ-2-エチルヘキシル	フタル酸ジ-n-ブチル	ニルフェノール	ビスフェノールA
1-A	φ75	ND	ND	ND	0.02 μg/L (0.38 μg/m <sup>2</sup> )
1-B	φ75	0.6 μg/L (11 μg/m <sup>2</sup> )	ND	ND	ND
2-A	φ40	ND	ND	ND	0.01 μg/L (0.10 μg/m <sup>2</sup> )
2-B	φ40	ND	ND	ND	ND
3-A	φ40	ND	ND	0.86 μg/L (8.6 μg/m <sup>2</sup> )	0.11 μg/L (1.10 μg/m <sup>2</sup> )
3-B	φ40	0.4 μg/L (4.0 μg/m <sup>2</sup> )	1.3 μg/L (13 μg/m <sup>2</sup> )	ND	0.06 μg/L (0.60 μg/m <sup>2</sup> )
4-A	φ40	ND	ND	ND	ND
4-B	φ40	ND	ND	0.08 μg/L (0.80 μg/m <sup>2</sup> )	ND
5-A	φ40	ND	0.44 μg/L (4.4 μg/m <sup>2</sup> )	1.2 μg/L (12 μg/m <sup>2</sup> )	ND
5-B	φ40	ND	ND	ND	ND
6-A	φ20	ND	ND	ND	ND
6-B	φ20	ND	ND	ND	ND
7-A	φ20	1.8 μg/L (9.0 μg/m <sup>2</sup> )	ND	ND	0.02 μg/L (0.10 μg/m <sup>2</sup> )
7-B	φ20	ND	ND	ND	ND
溶出下限値		0.4 μg/L	0.40 μg/L	0.08 μg/L	0.01 μg/L

ND：溶出下限値以下

( )内は単位接水面積当たりの溶出量

注1) 溶出下限値

本調査では、試験区と対象区の測定値の差が溶出下限値を上回った場合について「溶出あり」とした。溶出下限値の算出方法は「5.3 溶出下限値の設定」に示す。

注2) 単位接水面積当たりの溶出量

調査対象とした供試管は、口径が異なることから、溶出試験における接水面積も異なっている。このため、単位接水面積当たりの溶出量 ( $\mu\text{g}/\text{m}^2$ ) で比較した。

表 4-2 1ヶ月後溶出試験結果

試料番号		フタル酸ジ-2-エチルヘキシル	フタル酸ジ-n-ブチル	ニルフェノール	ビスフェノールA
1-A	φ75	ND	ND	ND	ND
1-B	φ75	1.2 $\mu\text{g}/\text{L}$ (23 $\mu\text{g}/\text{m}^2$ )	ND	ND	ND
2-A	φ40	ND	ND	ND	ND
2-B	φ40	ND	ND	ND	ND
3-A	φ40	ND	ND	0.17 $\mu\text{g}/\text{L}$ (1.7 $\mu\text{g}/\text{m}^2$ )	0.02 $\mu\text{g}/\text{L}$ (0.2 $\mu\text{g}/\text{m}^2$ )
3-B	φ40	1.0 $\mu\text{g}/\text{L}$ (10 $\mu\text{g}/\text{m}^2$ )	ND	ND	ND
4-A	φ40	ND	ND	ND	ND
4-B	φ40	ND	ND	ND	ND
5-A	φ40	ND	ND	ND	ND
5-B	φ40	ND	ND	ND	ND
6-A	φ20	ND	ND	ND	ND
6-B	φ20	ND	ND	ND	ND
7-A	φ20	ND	ND	ND	ND
7-B	φ20	ND	ND	ND	ND
溶出下限値		0.4 $\mu\text{g}/\text{L}$	0.40 $\mu\text{g}/\text{L}$	0.08 $\mu\text{g}/\text{L}$	0.01 $\mu\text{g}/\text{L}$

ND：溶出下限値以下

( )内は単位接水面積当たりの溶出量

表 4-3 6ヶ月後溶出試験結果

試料番号		フタル酸ジ-2-エチルヘキシル	フタル酸ジ-n-ブチル	ニルフェノール	ビスフェノールA
1-A	φ75	ND	ND	ND	ND
1-B	φ75	ND	ND	ND	ND
2-A	φ40	ND	ND	ND	ND
2-B	φ40	ND	ND	ND	ND
3-A	φ40	ND	ND	0.08 μg/L (0.8 μg/m <sup>2</sup> )	0.02 μg/L (0.2 μg/m <sup>2</sup> )
3-B	φ40	ND	ND	ND	0.01 μg/L (0.1 μg/m <sup>2</sup> )
4-A	φ40	ND	0.44 μg/L (4.4 μg/m <sup>2</sup> )	ND	ND
4-B	φ40	ND	ND	ND	ND
5-A	φ40	ND	ND	ND	ND
5-B	φ40	ND	ND	ND	ND
6-A	φ20	ND	ND	ND	ND
6-B	φ20	ND	ND	ND	ND
7-A	φ20	ND	ND	ND	ND
7-B	φ20	ND	ND	ND	ND
溶出下限値		0.4 μg/L	0.40 μg/L	0.08 μg/L	0.01 μg/L

ND：溶出下限値以下

( )内は単位接水面積当たりの溶出量

表 4-4 12ヶ月後溶出試験結果

試料番号		フタル酸ジ-2-エチルヘキシル	フタル酸ジ-n-ブチル	ニルフェノール	ビスフェノールA
1-A	φ75	ND	ND	ND	ND
1-B	φ75	ND	ND	ND	ND
2-A	φ40	ND	ND	ND	ND
2-B	φ40	ND	ND	ND	ND
3-A	φ40	ND	ND	ND	ND
3-B	φ40	ND	ND	ND	ND
4-A	φ40	ND	ND	ND	ND
4-B	φ40	ND	ND	ND	ND
5-A	φ40	ND	ND	ND	ND
5-B	φ40	ND	ND	ND	ND
6-A	φ20	ND	ND	ND	ND
6-B	φ20	ND	ND	ND	ND
7-A	φ20	ND	ND	ND	ND
7-B	φ20	ND	ND	ND	ND
溶出下限値		0.4 μg/L	0.40 μg/L	0.08 μg/L	0.01 μg/L

ND：溶出下限値以下

( )内は単位接水面積当たりの溶出量

## 4.2 通水試験結果

通水試験結果のうち、通水開始前（0ヶ月）時点の試験結果を表 4-1及び表 4-2に示す。また、通水1ヶ月後の試験結果を表 4-3及び表 4-4に、6ヶ月後の試験結果を表 4-5及び表 4-6に、12ヶ月後の試験結果を表 4-7及び表 4-8に、それぞれ示す。

表 4-1 採水時（0ヶ月）の水質

採水日		0ヶ月後（設置直後） 平成12年2月10日		
供試水		水道水	A系列	B系列
水温 [°C]		9.3	9.5	9.4
外観	色	無	無	無
	濁り	無	無	無
臭気		無	無	無
残留塩素 [mg/L]		0.6	0.5	0.5
pH		7.4	7.1	7.2

表 4-2 通水開始前（0ヶ月）の通水試験結果

供試水	フタル酸ジ-2-エチルヘキシル	フタル酸ジ-n-ブチル	ニルフェノール	ビスフェノールA
水道水	ND	ND	ND	ND
A系列	ND	ND	ND	ND
B系列	ND	ND	ND	ND
定量下限値	0.3 µg/L	0.2 µg/L	0.1 µg/L	0.01 µg/L

ND：定量下限値以下

表 4-3 1ヶ月後の採水時の水質

採水日		1ヶ月後 平成12年3月13日		
供試水		水道水	A系列	B系列
水温 [°C]		9.0	8.0	9.0
外観	色	無	無	無
	濁り	無	無	無
臭気		無	無	無
残留塩素 [mg/L]		0.4	0.4	0.4
pH		7.4	7.6	7.6

表 4-4 1ヶ月後の通水試験結果

供試水	フタル酸ジ-2-エチルヘキシル	フタル酸ジ-n-ブチル	ニルフェノール	ビスフェノールA
水道水	ND	ND	ND	ND
A系列	ND	ND	ND	ND
B系列	0.3 μg/L	ND	ND	ND
定量下限値	0.3 μg/L	0.2 μg/L	0.1 μg/L	0.01 μg/L

ND：定量下限値以下

表 4-5 6ヶ月後の採水時の水質

採水日		6ヶ月後 平成12年8月21日		
供試水		水道水	A系列	B系列
水温 [°C]		26.0	29.9	30.1
外観	色	無	無	無
	濁り	無	無	無
臭気		無	無	無
残留塩素 [mg/L]		0.4	0.4	0.4
pH		7.3	7.3	7.3

表 4-6 6ヶ月後の通水試験結果

供試水	フタル酸ジ-2-エチルヘキシル	フタル酸ジ-n-ブチル	ニルフェノール	ビスフェノールA
水道水	ND	ND	ND	ND
A系列	ND	ND	ND	ND
B系列	ND	ND	ND	ND
定量下限値	0.3 μg/L	0.2 μg/L	0.1 μg/L	0.01 μg/L

ND：定量下限値以下

表 4-7 12ヶ月後の採水時の水質

採水日		12ヶ月後 平成13年2月14日		
供試水		水道水	A系列	B系列
水温 [°C]		7.1	3.0	3.6
外観	色	無	無	無
	濁り	無	無	無
臭気		無	無	無
残留塩素 [mg/L]		0.4	0.4	0.4
pH		7.3	7.3	7.3

表 4-8 12ヶ月後の通水試験結果

供試水	フタル酸ジ-2-エチルヘキシル	フタル酸ジ-n-ブチル	ノニルフェノール	ビスフェノールA
水道水	ND	ND	ND	ND
A系列	ND	ND	ND	ND
B系列	ND	ND	ND	ND
定量下限値	0.3 μg/L	0.2 μg/L	0.1 μg/L	0.01 μg/L

ND：定量下限値以下

### 4.3 まとめ

#### 4.3.1 溶出試験結果

溶出試験の結果を分析するため、平成10年度に行った資機材に関する溶出調査結果と併せ、0～12ヶ月時点における検出状況を表 4-1にとりまとめた。

表 4-1 溶出試験結果

項目	溶出 下限値 μg/L	供試管	H10 年度調査		0ヶ月		1ヶ月		6ヶ月		12ヶ月	
			溶出 濃度 μg/L	単位接水 面積溶出量 μg/m <sup>2</sup>	溶出 濃度 μg/L	単位接水 面積溶出量 μg/m <sup>2</sup>	溶出 濃度 μg/L	単位接水 面積溶出量 μg/m <sup>2</sup>	溶出 濃度 μg/L	単位接水 面積溶出量 μg/m <sup>2</sup>	溶出 濃度 μg/L	単位接水 面積溶出量 μg/m <sup>2</sup>
フタル酸 ジ-2- エチル ヘキシル	0.4	1	ND	ND	0.6	11	1.2	23	ND	ND	ND	ND
		2	2.1	11	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND
		3	ND	ND	0.4	4.0	1.0	10	ND	ND	ND	ND
		4	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND
		5	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND
		6	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND
		7	ND	ND	1.8	9.0	ND	ND	ND	ND	ND	ND
フタル酸 ジ-n- ブチル	0.4	1	0.50	9.4	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND
		2	0.47	2.4	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND
		3	ND	ND	1.3	13	ND	ND	ND	ND	ND	ND
		4	0.94	4.7	ND	ND	ND	ND	0.44	4.4	ND	ND
		5	0.49	2.5	0.44	4.4	ND	ND	ND	ND	ND	ND
		6	1.80	9.0	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND
		7	1.25	6.3	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND
ノニル フェ ノール	0.08	1	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND
		2	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND
		3	2.3	12	0.86	8.6	0.17	1.7	0.08	0.8	ND	ND
		4	ND	ND	0.08	0.80	ND	ND	ND	ND	ND	ND
		5	ND	ND	1.2	12	ND	ND	ND	ND	ND	ND
		6	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND
		7	0.18	0.90	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND
ビス フェ ノール A	0.01	1	ND	ND	0.02	0.38	ND	ND	ND	ND	ND	ND
		2	ND	ND	0.01	0.10	ND	ND	ND	ND	ND	ND
		3	0.54	2.7	0.09	0.85	0.02	0.2	0.02	0.15	ND	ND
		4	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND
		5	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND
		6	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND
		7	ND	ND	0.02	0.10	ND	ND	ND	ND	ND	ND

注1) 溶出下限以下の場合はNDとした。

注2) すべての試験は2つのメーカーの資材を使用した。無印はそのうち一方について溶出が認められたものである。2つのメーカーの両方から溶出が見とめられた場合はアンダーラインをつけたうえで、検出データの算術平均を示した。

注3) 平成10年度調査で使用した供試管は、1を除いてすべてφ20である。



各測定項目ごとの傾向は以下のとおりである。

① フタル酸ジ-2-エチルヘキシル

0ヶ月で供試管1, 3, 7に, 1ヶ月後で供試管1, 3に溶出が確認されたが, 6ヶ月経過後はすべての供試管について溶出が認められなくなった。

しかし, 平成10年度調査で検出された供試管2については溶出を確認できなかった。また, 供試管1, 3については, 0ヶ月後に対して1ヶ月後の溶出量が2~2.5倍と大幅に増加, 6ヶ月後には一転NDになるなど, 溶出のデータに一貫性があまり認められなかった。

② フタル酸ジ-n-ブチル

0ヶ月で供試管3, 5に溶出が確認されたが, 1ヶ月後には溶出していない。また, 6ヶ月後に今度は供試管4に溶出が確認された。12ヶ月後にはすべての供試管でNDになった。

また, 平成10年度調査時点では供試管3を除くすべての管種について, 両方のメーカーの製品から溶出が認められるという結果になったが, 今回の実験では逆に, 供試管3の溶出量が特に多かった。このように, 測定 of データに一貫性がみとめられず, 一定の傾向を見出すことはできなかった。

③ ノニルフェノール

0ヶ月時点で供試管3, 4, 5で溶出が確認された。1ヶ月後には, 供試管4, 5はNDとなり, 唯一検出された供試管3においても1/5程度に減少, さらに6ヶ月後には溶出限界まで低減した。12ヶ月後には, すべての供試管について溶出が認められなかった。

平成10年度調査においても供試管3については今回の実験と同じく溶出が認められているため, これについてはデータの信頼性が高いものと考えられる。ただ, 供試管5については, 平成10年度調査時点ではNDであったものが, 今回実験の0ヶ月目時点では特異に高い値となっている。何らかのコンタミか, 製造上特別な要因があったことが疑われる。

④ ビスフェノールA

0ヶ月で, 1, 2, 3, 7で溶出が確認された。特に供試管3については2つのメーカーの提供サンプルの両方から溶出が認められ, これは今回の実験でこの項目, 供試管種だけの特徴である。供試管3については1ヶ月後, 6ヶ月後にも溶出下限近くではあるものの溶出が認められたが, 他の管種では溶出は認められなかった。また, 12ヶ月を経過すると, すべての供試管で溶出はみられなくなった。

以上のことから, 現時点では, 総括的に次のことがいえる。

- ① フタル酸類2項目(フタル酸ジ-2-エチルヘキシル, フタル酸ジ-n-ブチル)については, 平成10年度の選定試験時の情報との一貫性がまったく認められず, 今回実験に限ってみても, 溶出量の傾向に方向性が乏しかった。これらの項目については, 測定誤差が発生しやすい, 溶出の傾向が一定しない, など, 現在の試験方法で把握できない何らかの要因が影響している可能性が高いと考えられる。

- ② フェノール類2項目（ノニルフェノール，ビスフェノールA）については，平成10年度時点の実験とある程度の整合性が見られた。供試管3以外の管種については，溶出はほとんどないか，あっても1時間程度の流水洗浄で十分除かれるものと推測される。供試管3については，微量でかつ徐々に減衰するものの，6ヶ月程度の期間にわたって溶出があるものと考えられる。

#### 4.3.2 通水試験結果

通水試験の結果を表 4-2に示す。

表 4-2 通水試験結果

検出項目	定量下限値	試料番号	0ヶ月後	1ヶ月後	6ヶ月後	12ヶ月後
フタル酸 ジ-2- エチルヘキシル	0.3 $\mu\text{g/L}$	水道水	ND	ND	ND	ND
		A系列	ND	ND	ND	ND
		B系列	ND	0.3 $\mu\text{g/L}$	ND	ND
フタル酸 ジ-n- ブチル	0.2 $\mu\text{g/L}$	水道水	ND	ND	ND	ND
		A系列	ND	ND	ND	ND
		B系列	ND	ND	ND	ND
ノニルフェノール	0.1 $\mu\text{g/L}$	水道水	ND	ND	ND	ND
		A系列	ND	ND	ND	ND
		B系列	ND	ND	ND	ND
ビスフェノールA	0.01 $\mu\text{g/L}$	水道水	ND	ND	ND	ND
		A系列	ND	ND	ND	ND
		B系列	ND	ND	ND	ND

ND：定量下限値以下

0ヶ月では検出されなかったB系列のフタル酸ジ-2-エチルヘキシルが1ヶ月後に0.3  $\mu\text{g/L}$ 検出しているが、これ以外は、すべての項目、時期において、定量下限以上のデータは得られなかった。

1ヶ月後時点のフタル酸ジ-2-エチルヘキシルについては、供試管1、3の溶出濃度が、0ヶ月に比べ1ヶ月後には2~2.5倍に増加したデータとの関連性が疑われるが、溶出試験結果に一貫性がないことから、特異値の可能性も棄てきれない。

## 5 精度管理

### 5.1 定量下限値の設定

定量下限値は、各調査対象物質について下記のa., b., c.により算出し設定し、a., b., c.で得られた計算値のうち、最大値と目標下限値を比較し、最大値が目標下限値より大きい場合はこの値を定量下限値とした。また、最大値が目標下限値より小さい場合は目標下限値を定量下限値とした。表 5-1 に定量下限値の設定結果を示す。

- 目標下限値付近の標準溶液の5回繰り返し測定した測定値の標準偏差 (s) の10倍値
- 測定毎に測定している操作ブランク値の標準偏差 (s) の10倍値
- 測定毎に測定している操作ブランク値の平均値の3倍値

表 5-1 定量下限値の設定結果

[単位： $\mu\text{g/L}$ ]

調査対象物質名	目標下限値	a.	b.	c.	定量下限値
フタル酸ジ-2-エチルヘキシル	0.05	0.0021	0.2848	0.1772	0.3
フタル酸ジ-n-ブチル	0.05	0.0016	0.1723	0.1028	0.2
ニルフェノール	0.1	0.06	< 0.01	< 0.01	0.1
ビスフェノール A	0.01	0.0055	0.0045	0.0135	0.01

### 5.2 検出下限値の設定

検出下限値は、定量下限値の3分の1とした。ただし、検出下限値が検量線濃度の最低濃度以下となる場合は、検量線の最低濃度を検出下限値とした。検出下限値を表 5-1に示す。

表 5-1 検出下限値

調査対象物質名	検出下限値
フタル酸ジ-2-エチルヘキシル	0.1 $\mu\text{g/L}$
フタル酸ジ-n-ブチル	0.07 $\mu\text{g/L}$
ニルフェノール	0.05 $\mu\text{g/L}$
ビスフェノール A	0.01 $\mu\text{g/L}$

### 5.3 溶出下限値の設定

溶出試験結果に基づき調査対象物質の溶出の有無を判断する際の基準として、溶出下限値を設定した。試験区と対照区の測定値の差が溶出下限値以上の場合は、試験区と対照区の測定値の差を溶出量とした。試験区と対照区の測定値の差が溶出下限値に満たない場合には「溶出せず」とした。

溶出下限値は以下の方法により設定した。溶出下限値を表 5-1に示す。

a. 調査対象項目ごとに、対照区の全測定値の標準偏差 (s) を求め、その6倍の値 (6s) を溶出下限値とした。標準偏差を求める際に、対照区の測定値が検出下限値未満の場合には、検出下限値×0.5を測定値として算出した。

b. 前記aにおいて、該当する対照区の測定値がすべて検出下限値未満の場合には、検出下限値を溶出下限値とした。この場合にも、該当する対照区の測定値は (検出下限値×0.5) を用いた。したがって、この場合「溶出する」と判断された試験区の測定値の最小値は、検出下限値×1.5の値となる。ただし、検出下限値×1.5の値と定量下限値を比較し、定量下限値が大きい場合には、定量下限値から検出下限値×0.5を差し引いた値を溶出下限値とした。

注) 上記aにおいて、対照区の標準偏差 (s) の6倍を溶出下限値とした根拠は以下のとおりである。

対照区の試験を繰り返し行ったとき、それぞれの測定値がいずれも正規分布するものと仮定する。それぞれの測定値の99 %までは (平均値±3s) 又は (平均値±3s') の範囲に分布する。したがって、対照区の測定値と試験区の測定値の間に (3s±3s') 以上の差がある場合に、明らかに「溶出する」と判断できる。なお、この場合、試験区の測定値の標準偏差 (s') として、十分に溶出濃度が低い試料について測定値の標準偏差を採用すべきであるが、この値は実際には求められないので、これを対照区測定値の標準偏差 (s) と置き換えることにより、(3s±3s') を6sと読み替えて溶出下限値とした。

表 5-1 溶出下限値

調査対象物質名	溶出下限値
フタル酸ジ-2-エチルヘキシル	0.4 μg/L
フタル酸ジ-n-ブチル	0.4 μg/L
ニルフェノール	0.08 μg/L
ビスフェノール A	0.01 μg/L

#### 5.4 溶出濃度の算出及び単位接水面積当たりの溶出量 (μg/m<sup>2</sup>) の算出

試験区と対照区の測定値の差として、溶出濃度 (μg/L) を求めた。対照区の測定値が検出下限値未満の場合には、検出下限値×0.5の値を用いた。溶出下限値以上の溶出濃度について、溶出試験における接水面積比から、供試管の単位接水面積当たりの溶出量 (μg/m<sup>2</sup>) を算出した。

単位接水面積当たりの溶出量は、以下の算式により、溶出量を管内溶出面積と管内容量の比で除して算出する。

$$(\text{単位接水面積当たりの溶出量}) = (\text{溶出量}) / [(\text{管内溶出面積}) / (\text{管内容量})]$$

$$\begin{aligned} \bullet \text{管内溶出面積 [m}^2\text{]} &= 2 \times 3.14 \times (\phi \div 1000 \div 2) \times L = 3.14 \times 10^{-3} \times \phi \times L \\ \text{管内容量 [m}^3\text{]} &= 3.14 \times (\phi \div 1000 \div 2)^2 \times L = 7.85 \times 10^{-7} \times \phi^2 \times L \end{aligned}$$

## 5.5 数値の取扱い

測定値は有効数字2桁とし、検出下限値の位に丸めた。溶出試験における溶出量の算出では、試験区及び対照区の測定値をそれぞれ有効数字2桁で、検出下限値の位に丸めたうえ、試験区と対照区の差を溶出下限値の位に丸めた。数値の丸め方はJIS Z 8401(数字の丸め方)に従った。

## 5.6 精度管理

日常の分析時の精度管理として、以下の事項について実施した。実施状況を表 5-1に示した。

- ① 機器の感度変動：10試料あるいは分析単位ごとに検量線の中央付近の標準溶液を注入した。
- ② 検量線の相関係数：検出下限値付近の濃度を含む、異なる5濃度の標準溶液を測定し、得られた検量線の相関係数をもとめた。
- ③ 添加回収試験：分析ごとに供試水を用いて、定量下限値の5～10倍量を添加し回収試験を実施した。

表 5-1 精度管理実施状況

調査対象物質名	機器の感度変動	検量線の相関係数	添加回収試験
フタル酸ジ-2-エチルヘキシル	1.384 ~10.79	0.9994 ~0.9999	78~125 %
フタル酸ジ-n-ブチル	0.2090 ~9.998	0.9999 ~0.9999	72~108 %
ニルフェノール	1.230 ~8.762	0.9989 ~0.9994	83~120 %
ビスフェノール A	0.72 ~10.36	0.9999 ~0.9999	56~117%

内分泌かく乱化学物質の水道水中の挙動と対策等に関する調査研究

【資料－１】

データシート

資機材溶出試験(6ヵ月後)

表 6ヶ月後通水試験結果詳細

単位:  $\mu\text{g/L}$

物質名	検出 下限 値												
		原水				A 系列				B 系列			
		測定値	平均値	提出値	測定値	平均値	提出値	測定値	平均値	提出値			
フタル酸ジ-2-エチルヘキシル	0.1	0.2 nd	0.1	0.100	0.1	0.2 0.3	0.2	0.233	0.2	0.1 0.1	nd	0.083	nd
フタル酸ジ-n-ブチル	0.07	nd	nd	0.035	nd	nd	nd	0.035	nd	0.10	nd	0.068	nd
ニルフェノール	0.05	nd	nd	0.025	nd	nd	nd	0.025	nd	nd	nd	0.025	nd
ビスフェノール A	0.01	nd	nd	0.005	nd	nd	nd	0.005	nd	nd	nd	0.005	nd

表 12ヶ月後通水試験結果詳細

単位:  $\mu\text{g/L}$

物質名	検出 下限 値												
		原水				A 系列				B 系列			
		測定値	平均値	提出値	測定値	平均値	提出値	測定値	平均値	提出値			
フタル酸ジ-2-エチルヘキシル	0.1	nd	nd	0.050	nd	nd	nd	0.050	nd	nd	nd	0.050	nd
フタル酸ジ-n-ブチル	0.07	nd	nd	0.035	nd	nd	nd	0.035	nd	nd	nd	0.035	nd
ニルフェノール	0.05	nd	nd	0.025	nd	nd	nd	0.025	nd	nd	nd	0.025	nd
ビスフェノール A	0.01	nd	nd	0.005	nd	nd	nd	0.005	nd	nd	nd	0.005	nd





2	3. 2	分析方法	.....
3	3. 3	調査対象資機材	.....
3	3. 4	溶出試験	.....
4	3. 5	通水試験	.....
5			
4		分析結果	.....
5	4. 1	溶出試験結果	.....
5	4. 2	通水試験結果	.....
9	4. 3	まとめ	.....
1 2			
5.		精度管理	.....
1 6	5. 1	定量下限値の設定	.....
1 6	5. 2	検出下限値の設定	.....
1 6	5. 3	溶出下限値の設定	.....
1 6	5. 4	溶出濃度の算出及び単位接水面積当たりの溶出量 ( $\mu\text{g}/\text{m}^2$ ) の	
算出	1 7	数値の取扱い	.....
1 8	5. 5		
1 8	5. 6	精度管理	.....
		【資料－1】データシート	.....
1 9			

分担研究報告書 4

浄水処理工程におけるエストロゲン様活性の  
推移把握手法の検討に関する研究

分担研究者 西村哲治、安藤正典

# 浄水処理工程におけるエストロゲン様活性の推移把握手法の検討に関する研究

国立医薬品食品衛生研究所 西村哲治、安藤正典

## 1. はじめに

水道原水には内分泌系をかく乱する恐れのある化学物質が種々含まれている可能性がある。また、浄水処理工程において塩素処理やオゾン処理などにより、化学変化を受けて内分泌系をかく乱する化学物質が生成する可能性がある。これらの化学物質はごく微量であっても、長期にわたって摂取することが考えられるため、その把握と除去処理を考慮した対応が必要となってくる。従って、浄水処理工程で内分泌かく乱化学物質がどの様に推移するかを把握することは、化学物質の除去処理による効果や、水質管理を適切に行なうための方策を検討していく上で重要なことである。

これらの化学物質は多種多様であり、微量であると考えられることから、個々の化学物質を把握する機器分析のみでは十分とはいえない。総括的に相互作用を含めて検討できるバイオアッセイが、機器分析を補完する上で有効な手段となってくる。

本研究では、エストロゲン受容体との競合的結合活性を指標とした蛍光偏光度法を用いてエストロゲン様活性の浄水処理工程における推移を検討した。本研究により、浄水処理工程におけるエストロゲン様活性の除去方法および水質管理手法に対する検討の資料が得られることを期待するものである。

## 2. 実験方法

人為的に化学物質を添加する場合は、フタル酸ジ-2-エチルヘキシル、フタル酸ジ-n-ブチル、ノニルフェノール（異性体混合物）およびビスフェノール A の 4 種の化学物質を、それぞれ 5  $\mu$ M になるように実験用浄水処理施設の着水井流入水または原水に加え、浄水処理を行なった。各浄水処理工程段階から対象とする試料水を各々 20 リットル分取し、参考資料 1 の「試料水の抽出、濃縮法」に従い千葉薬剤師会検査センターにおいて抽出・濃縮した。調製された抽出試料は、3 リットル分をジクロロメタンに溶解した形で提供された。送付された試料にジクロロメタンをさらに 0.5ml 加え、器壁を共洗いしてから窒素を吹き付けてジクロロメタンを除去し、抽出成分を乾固した。乾固した抽出物にジメチルスルホキシド (DMSO) を 50  $\mu$ l 加え、十分に溶解し、使用するまで -20°C に保存した。

エストロゲン様作用の活性測定は、エストロゲン受容体との結合親和性を、被験物質と蛍光標識したエストロゲンとの競合結合活性を指標として測定する方法によった。操作の概略は、蛍光標識したエストロゲンとエストロゲン受容体の複合体を含む反応液 (PanVera Corporation, WI, USA ; 宝酒造 (株) 販売) 98  $\mu$ l に DMSO に溶解した被験試料 2  $\mu$ l を混合し、室温で 60 分間平衡に達するまで静置した。この反応溶液中の蛍光物質に偏光フィルターを用いて偏光した励起光 (360nm) を照射し、その蛍光物質から得られた偏光した蛍光の励起光を、Beacon 2000 蛍光偏光度測定装置 (Full-Range Beacon 2000 TaKaRa Code VP2370 : PanVera Corporation, WI, USA ; 宝酒造 (株) 販売) を用いて、独立した 3 回の測定を行ない、平均値を算出した。測定した蛍光偏光度から、エストロゲン結合親和性阻害率は、下記の数式で算出し、エストロゲン様活性の推移の検討を行なった。

$$mA = 2000 \times mP \div (3000 - mP)$$

mA : 異方性

mP : 測定偏光度