

「フローインジェクション分析法公定法化分科会」報告

千葉大学工学部 小熊幸一

本研究懇談会の先輩方のご努力により、日本工業規格(JIS K 0126)の一般通則「フローインジェクション法」が1989年に採用された。その後もフローインジェクション分析法(FIA)の進歩発展には著しいものがあり、本研究懇談会はFIAの個別公定法における採用促進のため、分科会を設置することを昨年1月27日の委員会で決定した。分科会の構成メンバーは、次のとおりである：

会長：河島拓治（筑波大学）、委員：川瀬 晃（セイコー電子）、山本秀雄、黒石忠文（日立製作所）、神道千秋（日製産業）、浅野泰一（電気化学計器）、樋口慶郎（東京化成）、後藤良三（東亜電波）、柳原良一（日本ゼネラル）、松村幸彦（日本分光）、村木秀樹（サヌキ工業）、佐藤勝彦（関東化学、昨年7月より）、小熊幸一（千葉大学）（順不同、敬称略）。

1. クロスチェックについて

当分科会は最近の公定法改正の動向を考慮しつつ目的達成のための方策を検討した。その結果、先ず大学、官庁、民間会社の協力を得て「窒素、リンのFIA計測法のクロスチェック」を実施し、FIAの精度管理を行なうことにした。今回クロスチェックに協力願った機関は下記のとおりである：

岡山大学理学部本水研究室	千葉県水質保全研究所*
㈱日立製作所計測記事業部	サヌキ工業㈱
日本分光㈱	電気化学計器㈱
東京化成㈱	（順不同）

*比較のため、オートアナライザーにより分析

標準溶液ならびに分析用試料溶液を昨年7月末に千葉大学工学部分析化学教室にて調製し、協力機関にただちに配布した。今回対象とした項目は、全リン、リン酸イオン、全窒素、アンモニウムイオン、亜硝酸イオン、硝酸イオンの計6種である。また、実試料は、千葉市の水源である印旛沼から東京湾へ流出する新川・花見川より採取し、No.5Aのろ紙でろ過したものである。各成分の検量線作成用標準溶液は共通のものを使用し、標準溶液の混合物（合成試料）3種ならびに河川水を分析して載き、検量線の再現性、合成試料及び実試料の分析結果などを報告願った。

なお、今回は定量方法を指定せず、各機関が通常用いている方法によりぶんせきすることにした。

〔クロスチェックの結果〕

計6カ所の研究室または会社より寄せられた分析結果の中から、合成試料および新川のデータをそれぞれTable 1, Table 2に示す。今回は検定を行なうことなく、

かけ離れた値もそのまま集録してある。なお、Table中のav.は報告されたF I Aによる全数値の平均値、r. s. d.は相対標準偏差(%)である。

Table 1 Analytical Results for Synthetic Sample (mg/l)

	NO2-N	NO3-N	NH4-N	T-N	PO4-P	T-P
Added	6.09	7.91	7.77	41.76	6.52	26.52
I	6.29	8.23	10.39	73.64	9.56	28.99
II	6.22	8.37	9.60	-	7.91	-
III	-	6.00	-	48.91	5.88	27.02
IV	5.97	7.73	-	-	8.32	27
V	-	-	-	36.7	8.22	27.2
VI	6.12	8.21	8.23	37.00	7.02	25.67
VII*	6.56	9.03	8.68	76.94	7.06	26.07
av.	6.15	7.71	9.41	49.06	7.82	27.18
r. s. d. (%)	2.3	12.8	11.6	35.4	16.0	4.4

* Obtained by an Autoanalyzer.

Table 1の結果は、同じ標準溶液を用い、その標準溶液の混合物を分析したものであるが、亜硝酸態窒素と全リンの値を除いてバラツキが大きい。その原因の第一は、定量の方法(条件)を統一しなかったことにあると考えられる。第二に、試料を一斉に配布したにもかかわらず、種々の理由から同一時期に分析が行なわれず、試料溶液の組成に若干の変化が生じたことも予想される。

Table 2 Analytical Results for River Water* (mg/l)

	NO2-N	NO3-N	NH4-N	T-N	PO4-P	T-P
I	0.118	2.09	0.083	7.27	0.007	0.012
II	0.125	2.29	0.114	-	0.034	-
III	-	0.414	-	1.91	0.028	0.055
IV	0.125	2.259	-	-	0.072	<0.01
V	-	-	-	1.39	0.011	0.017
VI	0.121	2.20	0.099	1.39	0.012	-
VII**	0.133	2.06	0.103	3.963	0.008	0.018
av.	0.122	1.85	0.099	2.99	0.0271	0.028
r. s. d. (%)	2.8	43.6	15.7	95.8	89.5	83.8

* Taken at Shinkawa, Yachiyo, Chiba. ** Obtained by an Autoanalyzer.

Table 2の結果は、新川から採取した試料についての分析結果である。サンプルングが7月末の暑い時期であったため、青粉(アオコ)が多量に発生していた。そこ

でNo.5A のろ紙でろ過したが、ろ液はかすかに黄色味を帯びていた。Table 1 の結果と同様、r.s.d.の小さな成分は用いた測定法が相互に類似していて、しかも経時変化の少ないものと考えられる。実試料の分析にあたっては、測定方法に加えて試料の保存方法の検討が重要な課題であろう。

今回のクロスチェックにご協力戴いた前記諸機関に厚くお礼申し上げます。また、標準溶液と分析試料溶液の調製と配布にあたり、関東化学(株)よりイオンクロマトグラフィー用標準溶液、東京化成(株)よりガラス製試薬瓶、サヌキ工業(株)よりダンボール箱をそれぞれご寄贈戴いた。ここに記して感謝の意を表する。

2. その他の活動と今後の方針

上記クロスチェックは、F I A の公定法化を推進するにあたって、本法の優れていることを実際の分析データをもって示すことが必要である、との分科会の認識のもとに行なわれたものである。時あたかも分析データが出そろった本年6月、川瀬晃委員のご親切な仲介により、JIS K 0102工場排水試験方法改正原案作成委員会の委員長並木 博工学院大学教授および5名の主要メンバー並びに工業技術院の担当者に対し、この度のクロスチェックについて河寫拓治委員長と小熊が説明する機会を与えられた。その際、クロスチェックに用いた分析方法の問題点、従来のJ I S法によるデータとの比較と精度改善の必要性などが指摘された。これを受けて、当分科会としての対応を検討した結果、近日中に改めてクロスチェックを行なうことになった。次回は、前回の結果を踏まえて、対象成分をNO₂-N, NO₃-NおよびPO₄-Pに限定し、河川水のみをできる限り共通の定量方法により配布後2週間以内を目標に分析する。なお、従来のJ I S法との比較にはイオンクロマトグラフィーを採用することとしている。この結果については改めて報告したい。

最近、わが国の様々な分析現場において熟練を要する手分析が敬遠される傾向にあり、代替分析法の開発が急がれている。特に水質監視項目については、多数の試料を短時間で分析する必要性から迅速分析法の利用が不可欠である。また、I S O では水質調査のための硝酸・亜硝酸の定量にF I A法を導入することを検討しており、2年前にDraftを作成した。このような状況に鑑み、熟練を要しない高精度迅速分析法であるF I Aがわが国の公定分析法に早期に採用されることを強く望むものである。