

## JIS K 0170 流れ分析法を環境分析の公定法へ

横浜国立大学 中村栄子

FIA の研究における新参者の私がこの欄の執筆をするのは、少々おこがましいとは思いましたが、先輩諸氏が開発された有用な FIA 法が、多くの分析現場でさらに活用されることを願って筆をとりました。

2011 年 3 月に、以下の分析対象項目の流れ分析法が、JIS K 0170 「流れ分析法による水質試験方法」<sup>1)</sup>として公示された。

JIS K 0170-1 第 1 部：アンモニア体窒素、JIS K 0170-2 第 2 部：亜硝酸体窒素及び硝酸体窒素、JIS K 0170-3 第 3 部：全窒素、JIS K 0170-4 第 4 部：りん酸イオン及び全りん、JIS K 0170-5 第 5 部：フェノール類、JIS K 0170-6 第 6 部：ふっ素化合物、JIS K 0170-7 第 7 部：クロム(VI)、JIS K 0170-8 第 8 部：陰イオン界面活性剤、JIS K 0170-9 第 9 部：全シアン及びシアン化合物

これらの JIS 化への経緯については、本誌 27 号の 2 巻の「流れ分析法の規格化の現状」<sup>2)</sup>に記した。

JIS 化は、9 の分析対象項目に対する流れ分析法が日本の標準分析法の一つになったことを意味するが、実際の分析現場での利用促進のためには、公定法への採用というもう一段階が必要と思われる。

公定法の代表的なものには、環境庁告示第 59 号(昭 46)：水質汚濁に係る環境基準についての別表 1 及び 2、環境庁告示第 64 号(昭 49)：排水基準を定める省令の規定に基づく環境大臣が定める排水基準に係る検定方法、環境省告示第 18 号(平 15)：土壌溶出量調査に係る測定方法を定める件、環境省告示第 19 号(平 15)：土壌含有量調査に係る測定方法を定める件などがあり、これらにおける測定法の多くには、JIS K 0102 工場排水試験方法<sup>3)</sup>の各測定項目が引用されている。これらの背景から、JIS K 0170 の流れ分析法の公定化には、JIS K 0170 が JIS K 0102 の中に引用されるのが早道だと考えられる。

現時点で、公定法への採用に関して問題と思われる点などを以下に記して、フローインジェクション研究懇談会、あるいは分析化学会の会員諸氏の活発な意見交換や実証実験への参加を促すことができれば幸いである。

JIS 化された方法の多くは、流れ分析法の研究者の検討によるもので、公表論文も多々あるが、公定法化のためには、公定法との整合性が求められる。

アンモニア体窒素<sup>4)</sup>、亜硝酸体窒素及び硝酸体窒素<sup>5)6)</sup>、りん酸イオン<sup>7)</sup>などに対しては公定法との比較データもあり、良好な相関関係が得られている。

また、酸化分解の前処理を必要とする全窒素や全りんについても河川水、排水、下水の流入水・流出水で流れ分析法と公定法とが検討されているが<sup>8)~11)</sup>、多量の共存

物が存在する下水流入水では、公定法より低い値となるとの報告も見られる<sup>11)</sup>。JIS K 0170 の全窒素、全りんでは 4 種の方法が規格化されているが、4 種で酸化分解液のペルオキシ二硫酸塩濃度や液性(酸性、中性、アルカリ性)の度合いが異なっており、種々の窒素化合物やリン化合物がこれらの条件で、公定法と同等な分解率となるのかの検証実験が必要である。

フェノール、フッ素化合物、全シアンでは、前処理として蒸留を行う。

JIS K 0170 でのフェノールでは、ISO の規格<sup>12)</sup>を参照したリン酸蒸留 FIA 法、分析現場で使われている方法を参照したクエン酸蒸留 CFA 法、バッチ法(JIS K 0102)で蒸留した後に FIA 法の 3 種の方法が記載されているが、これらの方法での蒸留についての検証が必要と考える。

ふっ素化合物では、ランタン-アリザリンコンプレキソン発色 FIA 法と蒸留・ランタン-アリザリンコンプレキソン発色 CFA 法が規格化され、前者はバッチ法(JIS K 0102)で蒸留した試料を注入するようになってきている。JIS K 0102 の蒸留は水蒸気蒸留であり、規格化した単純蒸留との検証実験が必要である。

全シアンでは、クエン酸酸性(pH3.8)とリン酸酸性(pH2)の蒸留 CFA 法が規格化されている。環境基準値の全シアンの定義が pH2 のリン酸酸性下での蒸留により留出するシアン化合物ということになっていることから、規格化された蒸留条件で種々のシアン化合物の留出状況の検討が不可欠と考える。

最後に、試料の前処理用の蒸留を組み込んだ FIA 法の開発を強く期待する。

- 1) JIS K 0170 「流れ分析法による水質試験方法」(2011).
- 2) 中村栄子：J. Flow Injection Anal., **27**, 177 (2010).
- 3) JIS K 0102 工場排水試験方法(2008).
- 4) 樋口慶郎，村木秀樹，小川祐子：J. Flow Injection Anal., **16**(Suppl.), 47(2000).
- 5) 樋口慶郎，後藤良三，河野拓治，小熊幸一，川瀬 晃，小倉久子：分析化学，**49**，35(2000)
- 6) 相川克明，本橋亮一：J. Flow Injection Anal., **4**，137(1989).
- 7) 玉之内啓満，井上亜希子，樋口慶郎：J. Flow Injection Anal., **16**(Suppl.), 94(2000).
- 8) 玉之内啓満，井上亜希子，樋口慶郎：J. Flow Injection Anal., **16**(Suppl.), 100(2000).
- 9) 伊永隆史，岡田公子：分析化学，**33**，683(1984)
- 10) K. Higuchi, H. Tamanouchi, S. Motomizu : Anal. Sci., **14**, 941(1998)
- 11) 北見秀明，石原良美：分析化学，**58**，839(2009)
- 12) ISO 14402:Water quality—Determination of phenol index by flow analysis (FIA and CFA)(1999)