

## FIA の JIS 化・公定法化への道

株式会社 小川商会 樋口慶郎

すでにご承知の通り、平成 23 年 3 月の JIS K0170:2011 “流れ分析法による水質試験方法” の制定、平成 25 年 9 月の JIS K0102:2013 “工場排水試験方法” 改正における個別規格化、そして平成 26 年 3 月 20 日環境省告示法の一部改正に伴う新規採用へと、FIA の JIS 化・公定法化の流れは一気に加速して現在に至っている。この課題に早くから関わってきたひとりとしては、「やっと念願かなったね、本当に良かったね」という気持ちが強く、長かった道のりとその苦労を仲間でねぎらい喜びを分かち合ったものです。平成 25 年 11 月、熊本大学での第 51 回 FIA 講演会では JIS 化への貢献が認められ感謝状をいただきました。この紙面をお借りして、あらためて御礼申し上げます。さて、この報告（記）を読んでいたっている研究懇談会会員の皆様からは、「なんでこんなに長くかかったの!？」と見えるのかもしれませんが、本稿では、FIA の JIS 化・公定法化への道のりを、20 年くらい前まで振り返って、かつ私情をたっぷり織り込んで物語風に報告させていただく。なお、技術的な情報は、横浜国立大学中村栄子先生が本誌に 2 件の解説で詳細に紹介をいただいているので、そちらをご参照いただきたい（30 巻 2 号 P123～と 31 巻 1 号 P39～）。

FIA の JIS 化のスタートは、平成元年に制定された JIS K0126 “フローインジェクション分析方法通則” からになる。この段階で FIA が広く実際の現場で用いられるための「土台」が整ったことになる。FIA が提唱されたのが 1975 年なので異例の(?)

早さで通則が出来上がったとの評判もあったくらいである。この通則は平成 13 年に第 1 回目、平成 21 年に第 2 回目の改正が行われ、現在は、連続流れ分析法 (CFA) も包括した JIS K0126:2009 “流れ分析通則” となっている。

土台はできても、その上に各論を積み上げなければ FIA が実際に分析手段として使われるに至らないことは言うまでもない。特に当時は、JIS K0102 に採用されることを目標としていたので、この活動を推進することを目的に、FIA 研究懇談会で、FIA 公定法化分科会（専門部会）を組織したのが平成 7 年であった。河嶋拓治先生（当時筑波大学）に委員長、小熊幸一先生（当時千葉大学）に副委員長をお願いして、川瀬晃氏（当時ヒロインズルーツ）と、日立、日本分光、サヌキ工業、日本ゼネラル、電気化学計器、東亜電波、東京化成のメーカー代表が委員となり活動を開始した。平成 15 年には小熊先生に委員長が移り、川瀬氏と、社名は変更になった会社もあるが、当時の全 FIA メーカーの代表で第 2 次分科会の活動を続けることとなった。JIS が整合性を重視していた ISO にはすでに FIA はいくつかの項目で採用されたり、採用が検討されていたので、平成 7 年ごろからその周辺調査や ISO の日本語訳などを行っていた。その当時、筑波大学の学生であった手嶋紀雄先生（現愛知工業大学教授）にも英語の翻訳でご協力いただき、会議にも出席していただいたことが印象に残っている。調査の結果、ISO 以外ではアメリカの Standard Methods でも FIA は多くの項目で採用さ

れていることがわかり、海外での FIA の地位の高さに驚きと憧れを抱きつつ、日本でも負けてなるものかと思ったものであった。

JIS K0102 への採用の働きかけを行うために、河原委員長、小熊副委員長のお二人が、事務局を務める工業用水協会に出向いて JIS の委員を前に FIA の説明をしていただいたことがあった。会合を終えられたの印象を我々にお話になられたときの先生方の顔を今でも忘れることができない。委員からは、「平衡に達していない発色状態を使って検出することは、吸光光度法の原則に反する」(もしかしたら少し文言が違っていたかもしれませんが主旨はこのようことだったと記憶している) という意見が出たそうで、FIA の根本の原理を理解してもらえないもどかしさを我々も共有し、「いつか見ておれ！」と全員で気持ちを切り替えたことが思い出される。

とにかく、FIA を広く認知してもらおう活動を地道にしていこうということで、公定法化分科会では窒素、リンの定量について 2 回のクロスチェック実験を約 5 年間の間に行った。最終的にはその結果をまとめて、分析化学に投稿して、「フローインジェクション分析法による河川水中の亜硝酸イオン及び硝酸イオン定量に関する共同試験 (FIA 公定法化分科会報告その 1)」として平成 12 年 1 月号 (Vol. 49, pp35-42) に掲載された。

一方で、JIS 以外の協会法などの調査、働きかけも分科会の使命として行ってきた。下水試験方法(日本下水道協会, 1997 年版)では、参考として“連続自動分析装置”が記載され、窒素、リンなどの分析に応用できることが追加記載された。この記述は 2012 年版でも継続されている。実は JIS 以外ではこの例のように、詳細なマニュアル

は省略されていても、FIA が分析に利用できる環境は確立しつつあったと思う。次に、上水試験方法(日本水道協会)について触れなければならない。同法の 2001 年(平成 13 年)の改正に向けて、1998 年(平成 10 年)ごろから分析の自動化の推進という観点で、水道協会では「手分析自動化分科会」を組織して FIA, CFA を含めた流れ分析法が、上水試験方法への採用に向けて検討されるとの情報を察知し、公定法化分科会では対応に全力で取り組んだ。対応可能な測定対象の絞り込み、実績データの調査、検量線・再現性データの取得、バックデータの取得と調査などをメーカー側委員が手分けして必死の思いで行い、最終的には分厚いファイル 2 冊にまとめ上げて、全員でそれを携えて日本水道協会に提出した。水道協会のロビーでは、全員の顔に満足感があふれていた。その甲斐あって、上水試験方法 2001 年版(平成 13 年)で、窒素、リン、シアン、フッ素など 10 項目に「連続流れ分析法」として FIA は初めて採用されるに至った。筆者としては涙が出るくらいうれしい出来事で、「努力は必ず報われる！」と当時は思ったものだった。

しかしながら、それからわずかに 2 年が経過した平成 15 年に水質検査方法の改正が行われ、ほとんどの吸光光度法を使った項目が削除され、代わってイオンクロマト、HPLC が採用される改正案が示された。当然、吸光光度法を使う FIA もすべてが削除対象となった。本件に関して行われた同年 3 月 14 日から 1 か月間の意見の募集(パブリックコメント)には、通常の 10 倍以上(?)の 402 項目の意見や質問が寄せられた。もちろん、筆者も「吸光光度法を削除するとは何事だ!、削除ではなく分析者が選択できる方法として残しておくべき」と

いう趣旨の意見を投稿した。しかし、我々と同様の多くの意見は、むなしくも受け入れられることはなく、吸光光度法を採用している流れ分析法は、たった2年の命で上水試験方法から消えざるを得ない状況になってしまった。到底、純粋な科学の世界では考えられないような事態で、悔しさ、腹立たしさといった世俗的な感情が体の中に充満していたことを思い出す。この間の詳細をお知りになりたい方がいれば、筆者まで問い合わせください。

上水試験方法の改悪(あえて言う)以来、悶々とした日々が流れていく中、大きなチャンスが訪れることとなる。(社)日本環境測定分析協会(日環協)は、会員である全国の計量証明事業所の流れ分析ユーザーからの強い要望を受け平成19年9月、経済産業省に「自動吸光光度法(仮称)の標準化検討・原案作成に関する委員会」設置を要望し、平成20年度JIS原案作成に公募するも、同時期に検討が進められていた「環境測定JIS体系の構築戦略検討会」の検討結果待ちとの返答を受けて却下された。しかし、日環協は流れ分析法の現場での社会的ニーズが強いことを考慮し、「自主事業」として、「自動吸光光度法標準化委員会」を発足させ、平成19年10月より独自に9回の委員会を開催して原案作成を検討してきた。平成21年1月22日からは経済産業省から正式に認められた原案作成委員会がスタートした(委員長:宮崎章,産総研)。新JISのタイトルは“流れ分析法による水質試験方法”とした。原案作成の基本的な考え方としては、①ISOの方法があれば翻訳して採用する、②ISOに限らず国内ですでに運用されている方法も規格化する、③JIS K0102に可能な限り適合させる、④FIAとCFAを併記することを挙げ、第1

弾として、アンモニア体窒素、亜硝酸体窒素及び硝酸体窒素、全窒素、りん酸イオン及び全りん、フェノール類、ふっ素化合物、クロム(VI)、陰イオン界面活性剤、シアン化合物の9項目について作成することとした。筆者も原案作成委員会のメンバーとして入ることができ、慣れないJIS文章と格闘しながら原案作成作業に取り組んだ。具体的な作業秘話(?)もあるのだが、これも紙面の都合上、割愛する。

平成21年7月15日までに6回の委員会を開催して原案作成を行ってきた。その後も加筆修正を行って原案を修正し、平成22年2月、(財)日本規格協会での対面審議及び日本工業標準調査会での審議などを経て、平成23年3月22日に、待望のJIS K0170:2011“流れ分析法による水質試験方法”第1部アンモニア体窒素から第9部シアン化合物まで全9部が制定された。平成7年に公定法化分科会が発足して以来16年は経過したが、やっとの思いで頂上までこぎつけることができた。余談ではあるが出来上がったJIS K0170の本物の冊子を手にしたのは、自分で日本規格協会に注文して、代金を支払ってからのことであった。素直にうれしかった。日環協も原本の委員への配給がままならないほど持ち出しが多かったのだろう。しかし、日環協が自主事業として、この原案作成作業を全面的に主導してくれたおかげでJIS K0170の制定までこぎつけることができた。日環協には改めて深く感謝申し上げたいと思う。

さあ、これで大手を振ってFIAは世の中の現場で使ってもらえると勝手に思っていたが、世間はそう甘くないことを知らされる。個別JISができたくらいではダメで、JIS K0102“工場排水試験方法”に引用されなければ現場では使い難いとの評価であ

る。つまり K0170 では頂上まで登れていなかったのである。筆者も JIS K0170 の原案作成委員ではあったが、さすがに K0102 には届かずであったが、環境測定 JIS 体系の構築戦略検討会と K0102 の改正の委員会には中村栄子先生と手嶋紀雄先生がメンバーとして参画されており、安心して審議のほどを見守ることができた。K0102 改正委員会での議論の詳細は分からないが、蒸留などの前処理を伴うものの一部の引用が見送られた項目があるが、基本的には JIS K0170 が JIS K0102:2013（平成 25 年 9 月 20 日改正）に個別引用された。環境分析 JIS のバイブルともいえるべき K0102 に個別採用されたのだから、これで頂上だろうと誰もが思う。JIS としては確かにそうであるが、環境分析の立場で考えれば、「公定法」にも採用されなければ十分ではないと言われてしまった。あさはかな知識しか持ち合わせていない筆者は、JIS 化＝公定法化という認識であった。だから名称を公定法化分科会として JIS 化を推進してきたわけであるが、JIS の先の公定法まで目指さなければ完璧ではないとのこと。この場合、公定法とは環境省告示法を指す。

幸いにもその工程は表向き、あまり苦労しなかった。環境省は、公共用水域水質環境基準測定法等に引用している JIS K0102 は、平成 25 年 9 月 20 日付で改正され、分析技術の向上及び新たなニーズである環境配慮に対応した分析方法が採用されたとして、この改正を受け、同規格の改正内容のうち、公定分析法への導入が適当であるものを公定分析法に適用するための告示改正の検討を行った。平成 25 年 9 月 20 日から約 1 か月のパブリックコメントを経て、「公共用水域水質環境基準」、「地下水環境基準」、「土壌環境基準」、「排水基準」等に係る告

示法の一部を改正する告示が、平成 26 年 3 月 20 日に公布され、測定方法に流れ分析法が追加された。これで無事、公定法化も達成できたわけである。

公定法化の流れは JIS K0102 の改正公布と直結しているように見えるが、その間にも平成 21 年ごろから環境省からの依頼で実サンプルの分析による定量範囲の確認試験及び精度確認試験や公定法との比較試験など、水面下では各メーカー、大学機関も全面的に協力して下支えをしてきたことを付け足しておく。

一連の FIA の JIS 化・公定法化への道について、私的な感情や思い出とともに記述させていただいた。間違った解釈もあったかもしれないがご容赦いただきたい。公定法化分科会は発足して、20 年を超えたことになる。この分科会を中心に先生方、メーカー企業が一緒になって、必死に取り組んできた結果が、念願の JIS K0170:2011 “流れ分析法による水質試験方法”の制定、JIS K 0102:2013 “工場排水試験方法”改正、環境省告示法の一部改正に伴う新規採用につながった。まずは、一緒に喜びを分かち合いたいと思う。

私事であるが、試薬の合成から FIA に仕事をシフトしたころ、恩師の桐栄恭二先生から、「車は回りだすまでが大変なんじゃ、回りだしたら坂道を転がるがごとくじゃ、それまで辛抱して頑張っってやりなさい」という言葉を何度もかけられた。「先生、少し車が回り始めました」と報告したいと同時に、まだまだ転がり始めたばかりで、これから FIA の本当の意味での正念場かもしれない。実際に FIA が分析の現場に普及していく姿を見届けなければならないと思っているし、その通りになるように、今後も努力を惜しまないつもりである。