

環境省告示改正緊急セミナー（平成31年2月1日開催）

## Ⅱ 『告示改正の詳細』

テーマ1

「告示改正とJIS改正の相違と

告示改正点の整理」

（平成31年3月22日版）

（一社）日本環境測定分析協会

水質・土壌技術委員会

小坂久仁子（株式会社東京久栄）



# 今日のお話

## 自己紹介

1. 今回の告示改正の経緯
2. 告示改正のきっかけとなる事項
3. 関係法令と改正告示
4. 検討
5. 今回の告示改正事項
6. 今後の予定
7. 要望について（意見聴取）

# 1. 今回の告示改正の経緯

## 告示改正

- 平成26年3月改正 積み残しがあった
- 平成26年度から環境省水大気環境局に申し入れ、意見交換
- 平成28年3月から平成30年度に検討会開催
- 平成31年1月21日～2月20日パブリックコメント実施
- 平成31年3月20日改正  
報道発表資料 <http://www.env.go.jp/press/106596.html>

## JIS改正

- K0102改正作業 平成25年改正以降も追補版等発行し、平成31年3月20日改正
- K0170改正作業 平成27年5月から実施し、平成31年3月20日改正

## 日環協の社会的責任

- 多様で多くの環境試料を分析していて、実際の課題を知り、改善を要望できる唯一無二の団体であり、課題解決を求める責任がある。
- 今後も業務を通じて得られた知見から、より良い環境実現のために行政と意見交換や提言を行うと共に、行政に協力しながら日環協の存在価値を高めていきたいと考えている。

## 2. 告示改正のきっかけとなる事項

- 国際条約との関連
- 法令改正による規制項目の追加等
- ISO及びJIS改正等
- 分析関連の課題解決

### 3. 関係法令と改正告示

- 水質環境基準及び排水基準に関する事項
- 土壌環境基準等に関する事項
- 地下水環境基準等に関する事項

# 水質環境基準及び排水基準に関する事項

	表題	告示	関係法令
1	水質汚濁に係る環境基準について	昭和46年12月環境庁告示第59号	環境基本法第16条
2	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	昭和49年9月環境庁告示第64号	排水基準を定める省令第二条

# 土壌環境基準等に関する事項

	表題	告示	関係法令
1	土壌の汚染に係る環境基準について	平成3年8月環境庁告示第46号	環境基本法(平成5年法律第91号)第16条第1項
2	地下水に含まれる調査対象物質の量の測定方法を定める件	平成15年3月環境省告示第17号	土壌汚染対策法施行規則第5条第2項第2号
3	土壌溶出量調査に係る測定方法を定める件	(平成15年3月環境省告示第18号	土壌汚染対策法施行規則第6条第3項第4号
4	土壌含有量調査に係る測定方法を定める件	平成15年3月環境省告示第19号	土壌汚染対策法施行規則第6条第4項第2号

# 地下水環境基準等に関する事項

	表題	告示	関係法令
1	地下水の水質汚濁に係る環境基準について	平成9年3月環境庁告示第10号	環境基本法第16条
2	水質汚濁防止法施行規則第六条の二の規定に基づく環境大臣が定める検定方法	平成元年8月環境庁告示第39号	水質汚濁防止法施行規則第六条の二
3	水質汚濁防止法施行規則第九条の四の規定に基づく環境大臣が定める測定方法	平成8年9月環境庁告示第55号	水質汚濁防止法施行規則第九条の四



# 3月20日の告示改正の影響

環境基準告示を引用する以下の5本も付表番号ずれの改正

- 産業廃棄物に含まれる金属等の検定方法  
(昭和48年2月17日環境庁告示第13号)
- 海洋汚染等及び海上災害の防止に関する法律施行令第5条第1項に規定する埋立場所等に排出しようとする廃棄物に含まれる金属等の検定方法  
(昭和48年2月17日環境庁告示第14号)
- 特別管理一般廃棄物及び特別管理産業廃棄物に係る基準の検定方法  
(平成4年7月3日厚生省告示第192号)
- 南極地域の環境の保護に関する法律施行規則第二十三条第二項の規定に基づく環境大臣が定める測定方法  
(平成9年10月8日環境庁告示第60号)
- 廃棄物の処理及び清掃に関する法律施行令第六条第一項第三号イ(6)に掲げる安定型産業廃棄物として環境大臣が指定する産業廃棄物  
(平成18年7月27日環境省告示第105号)

# 4. 検討

# 4.1 検討の流れ

- 課題整理
- 検討の優先順位の決定  
(新法の場合は、器材等の保有状況も確認)
- 新法や改正法と既存公定法の比較  
(原理、装置、試薬、手順等)
- 告示に関する法令の目的、対象及び基準に対して、分析方法の妥当性を確認
  - ① 確認試験
  - ② 精度確認試験
  - ③ 既存公定法と新法又は改正法による分析結果の比較
  - ④ 判断基準の確認
  - ⑤ 判定

これらを根拠として、告示改正内容決定

## 4.2 検討課題抽出

- 平成26年3月の告示改正のための検討会での指摘事項の確認
  - ⇒FIAのシュリーレン効果の確認と方法の改善
- 平成26年3月の積み残し
  - ⇒流れ分析のシアン、フェノールの検討
- JIS K0102及びK0170改正内容と告示への反映事項の検討
- その他 これまで検討されていなかった事項
  - ⇒アルキル水銀、PCB

# 検討事項と課題

1. 実績がないが要望が出ている  
⇒小型蒸留装置等  
計量証明事業者で装置を保有しておらず、使用実績が無い
2. 実績があるが一部公定法として不採用：  
⇒一部の項目（シアン、フェノール等）  
一部試薬等の変更等の改正項目あり  
妥当性確認等のデータが必要（昨年度から継続して検討）
3. 分析者への健康配慮や環境への配慮による試薬の変更  
⇒アルキル水銀のベンゼン
4. これまで見直されていない課題  
⇒PCB等実際に進めるのは難しい。  
基準の見直しや報告下限値の設定等も必要。  
設定当時の事情等を知る人が少なくなってきている。

## 4.3 改正方法と既存公定法の比較

- ◆手順
- ◆試薬
- ◆機器等
- ◆分析方法の原理

# 確認試験

## 1分析機関における確認

- ◆ 定量下限値
  - ◆ 各種媒体への添加回収試験の回収率
  - ◆ 検量線の直線性
  - ◆ 変動係数
- 
- 分析方法としての妥当性を確認する

# 精度確認試験

複数分析機関で各種媒体への添加回収試を実施

◆同一試料を測定して空間変動(分析機関の分析結果のばらつき)を確認

・全国の分析機関で同等の分析結果が得られることを確認する

\* JISに採用された方法でも、これが確認できないと、告示に採用できない。



# 既存の公定法と分析結果比較

- 目的は、データの継続性の確認  
現行の分析方法による分析結果と  
新規導入する分析方法による分析結果で  
同等の結果が得られるか

# 技術的判断基準(目安)

- 定量下限値：基準値の1/10
- 空間精度（分析機関間の分析結果のばらつき）：20%以下
- 繰り返し分析の変動係数：10%以下
- 添加回収試験での回収率：70～120%
- 既存の公定法と同等の分析結果

\* 分析法によっては判断基準があてはまらない事項がある。

# 5. 今回の告示改正事項

# 5.1 改正事項

## A. 分析方法の改善等

⇒流れ分析

- ◆ ふっ素
- ◆ シアン
- ◆ フェノール
- ◆ アンモニア

⇒アルキル水銀

## B. JIS K 0102:2019に追加されるが検討できなかった分析方法

⇒小型蒸留器等を公定法から除外

# FIAのシュリーレン効果の確認と方法の改善

JIS K0170 改正により、  
低濃度での不安定さが改善された  
(パブコメに記載無し)

\*シュリーレン効果とは

砂糖や食塩などの結晶を水中に入れて放置したり、溶質の濃度が大きく異なる2種類の水溶液を混合したときに発生するもやのようなゆらぎは屈折率の差によりおきる現象である。

# ふっ素（ふっ素及びその化合物）

- JISK0102が引用するJISK0170の改正において、ハロゲンの影響を受ける場合の蒸留試薬溶液について、対応策が記載されている。公定法としての検証が完了した。「水約200mLに硫酸10mL、リン酸60mL、塩化ナトリウム10gを溶かした溶液とグリセリン250mLを混合し、水を加えて1000mLとしたもの」のみを適用可能し、アルミニウム溶液のラインを追加するように告示が改正された。
- JISK0102の改正で、少量の試料で蒸留を行う**小型蒸留操作**が導入された。公定法としての検証が未了のため、**適用除外**となるように告示が改正された。

# 全シアン（シアン化合物）

- 現行法において除外されているJISK0102 流れ分析法の蒸留操作について、公定法としての検証が完了したため、適用可能となるように告示が改正された。
- JISK0102の改正で、少量の試料で蒸留を行う**小型蒸留操作**が導入された。公定法としての検証が未了のため、**適用除外**となるように告示が改正された。

# フェノール類

- 現行法においてJIS28.1.3が除外していた「くえん酸蒸留4-アミノアンチピリン発色CFA法」について、公定法としての検証が完了したため、適用可能となるように告示が改正された。
- JISK0102の改正で、少量の試料で蒸留を行う**小型蒸留操作**が導入された。公定法としての検証が未了のため、**適用除外**となるように告示が改正された。



# アンモニア、アンモニウム化合物

- JISK0102の改正で、「サリチル酸-インドフェノール青吸光光度法」が導入された。公定法としての検証が完了したため、適用可能となるように告示が改正された。

\* 亜硝酸化合物、硝酸化合物は、分析方法の変更は無いが、合算する際の影響を考慮して「○」としている。

- JISK0102の改正で、少量の試料で蒸留を行う**小型蒸留操作**が導入された。公定法としての検証が未了のため、**適用除外**となるように告示が改正された。

# アルキル水銀（アルキル水銀化合物）

- 抽出溶媒をベンゼンからトルエンに変更するように告示が改正された。

# 全窒素・全りん

- JISK0102の改正で、**加熱分解前処理操作**の試料量及び試薬量の**少量化**が導入された。公定法としての検証が未了のため、**適用除外**となるように告示が改正された。

# 六価クロム（六価クロム化合物）

- JISK0102の改正で、「**液体クロマトグラフICP質量分析法**」が導入された。公定法として検証が未了のため、**適用除外**となるように告示が改正された。

# 実質改正事項

JISk0170改正によるK0102引用部分の改正を受けて、告示の表記を改正。

- シアンの流れ分析の試薬変更
- フッ素の流れ分析の試薬変更
- フェノールのくえん酸蒸留4-アミノアンチピリン発色CFA法採用
- アンモニアのサリチル酸-インドフェノール青吸光光度法採用
- アルキル水銀の溶媒変更

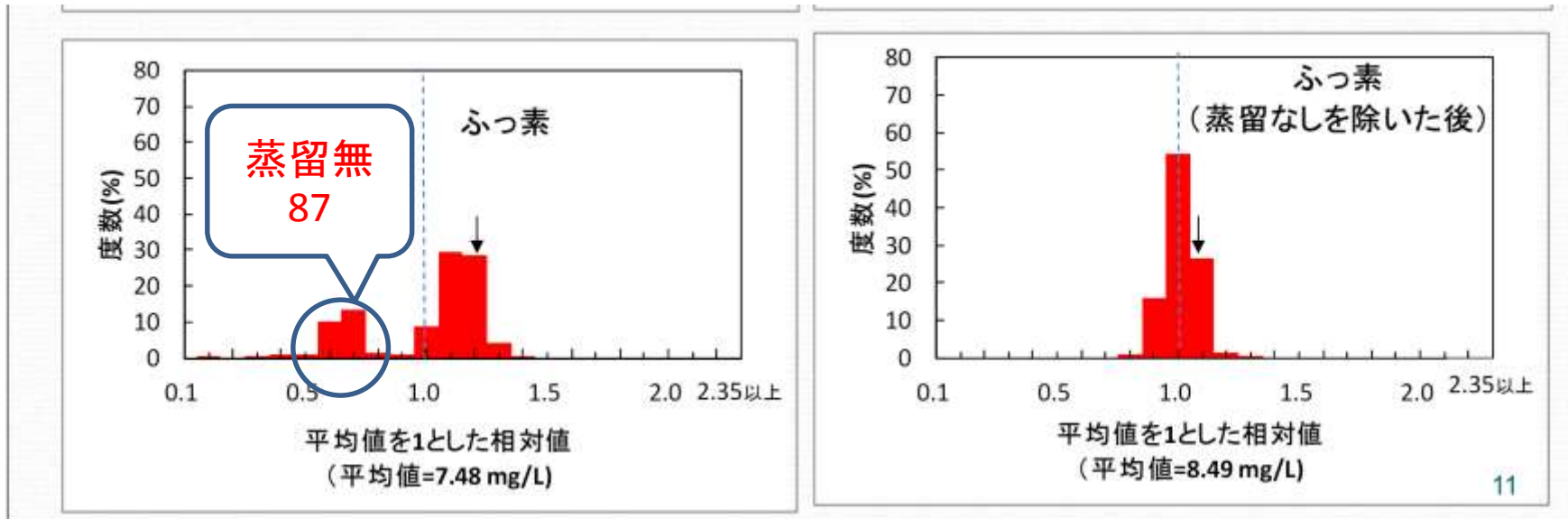
# 流れ分析のふっ素の改正点

- 「ハロゲンによる妨害を受けにくい改良CFA法」は、検証の結果、告示採用可と判断されたため、適用する。
- 改正JIS K 0170-6には注記に2種類の蒸留試薬が追加されるが、検討会で検証した1種のみを追加適用する。

妨害物質として、ハロゲン化合物、ハロゲン化水素などが多量に含まれる試料では、蒸留試薬溶液として、水約200mlに硫酸10ml、りん酸60ml、塩化ナトリウム10gを溶かした溶液とグリセリン250mlを混合し、水を加えて1,000mLとしたものを用い、日本工業規格K 0170-6 の6図2注記のアルミニウム溶液のラインを追加する。

懸濁物質及びイオンクロマトグラフ法で妨害となる物質が共存しないことを確認した場合にあっては、これを省略することができる。←平成29年度の環境省統一精度管理調査結果から

# 平成29年度環境省統一精度管理調査 模擬排水の例 (棄却数87 + 16回答)



# 流れ分析のシアンの改正点

- 蒸留付のCFA（流れ分析法）による新メソッドが開発された。
- 効率化と省エネルギー化においては、流れ中で蒸留する方法は効果が大きいことから、告示適用可否が検証された。
- その結果、告示に採用可と判断され、新たな方法のため、付表1として規定された。



# 追加された付表1 (全シアン測定方法) の備考

- 油分又は還元性物質が共存する試料には適用しない
- 試料測定時のピーク形状に異常が無く、ベースラインの変動が測定の結果に支障を与えないことを確認する。試料測定時のピーク形状の異常やベースラインの変動が測定結果に支障を与えると認められる場合は、使用できない。
- この測定結果の定量下限値は、0.1mg/Lである。
- 結果の検証のために、測定に用いた流路図及び測定のフローチャート等を保管すること。
- この測定方法における用語の定義その他でこの測定方法に定めない事項については、日本工業規格に定めるところによる。
- 油分は系を汚し、一定の流量を保持できなくなる
- 硫化物等の還元性物質を含む場合は、過マンガン酸カリウム処理が必要

# 流れ分析のフェノールの改正点

- 28.1.3「ただし」以降は「JIS K0170-5の6.3.4（くえん酸蒸留・4-アミノアンチピリン発色CFA法）の方法は除く」の文。
  - 改正JIS K0170-5は、「FIA法は28.1.1で蒸留した留出液に適用する。」となっている。
  - また、規格28.1.1は、りん酸でpHを約4にして蒸留しており、くえん酸で蒸留する方法については検証がされていないため、除外されていた。
  - しかし、試薬の取扱いや測定装置の安定性が良いことから、くえん酸による蒸留の採用を希望する意見が多いため、検討会において告示採用の可否を検証した。
  - その結果、**くえん酸蒸留4-アミノアンチピリン発色CFA法は告示に採用可**と判断された。
- ⇒ 「ただし」以降の文を除外する。

# アンモニアの改正点

- 規格が改正され、規格42.7サリチル酸-インドフェノール青吸光光度法は規格の附属書から本文へ移行された。検討会において、告示採用可と判断されたことから追加適用された。
- 規格42.2、42.3、42.5、42.6及び42.7は、42.1の留出液で試験することが定められている。
- 蒸留CFAは検討していないため、適用されない。

# アルキル水銀の改正点

- ベンゼンは、有害性が高く、極力使用しないことが望ましい。
- 環境汚染及び測定者の健康への影響を考慮し、トルエンに変更する。
- ベンゼンをトルエンに変更しても精度が変わらないという知見が蓄積されたため、今回改正された。

# 注意点

- 分析方法の確認試験等で改めて重要だと感じた点は、試料の取り扱いの重要性でした。
- 特に試料の保存処理が適切に行われないと、試料中の目的成分が変化してしまい、どんなに適切に分析を行っていても結果が出ないことがあります。
- 改めて、試料の特性～分析の原理～適切な試料の保存方法を確認して下さい。
- 備考等もよく理解したうえで操作をして下さい。

# 事例：シアン排水の取り扱い

- シアンの排水は、次亜塩素酸等の酸化剤で処理されていることが多い。
    - ⇒還元処理しないまま、アルカリ固定
    - ⇒次亜塩素酸が塩素酸等に変化し、強い酸化力を持つ。
  - シアン排水は採水直後に残留塩素を確認して、L (+) -アスコルビン酸で還元した上で、アルカリ固定をする。
    - \* 始めから次亜塩素酸と塩素酸が共存するため、
    - L (+) -アスコルビン酸は過剰に添加
    - (アスコルビン酸による妨害の心配ない)
- 参考：排水50mlに対して200mgで回収率に影響なし

# (参考)

# 塩素酸

水道水質基準項目への塩素酸の追加に関する「水質基準に関する省令」等の一部改正案に関する意見の募集について

(平成19年5月2日) 厚生労働省健康局水道課

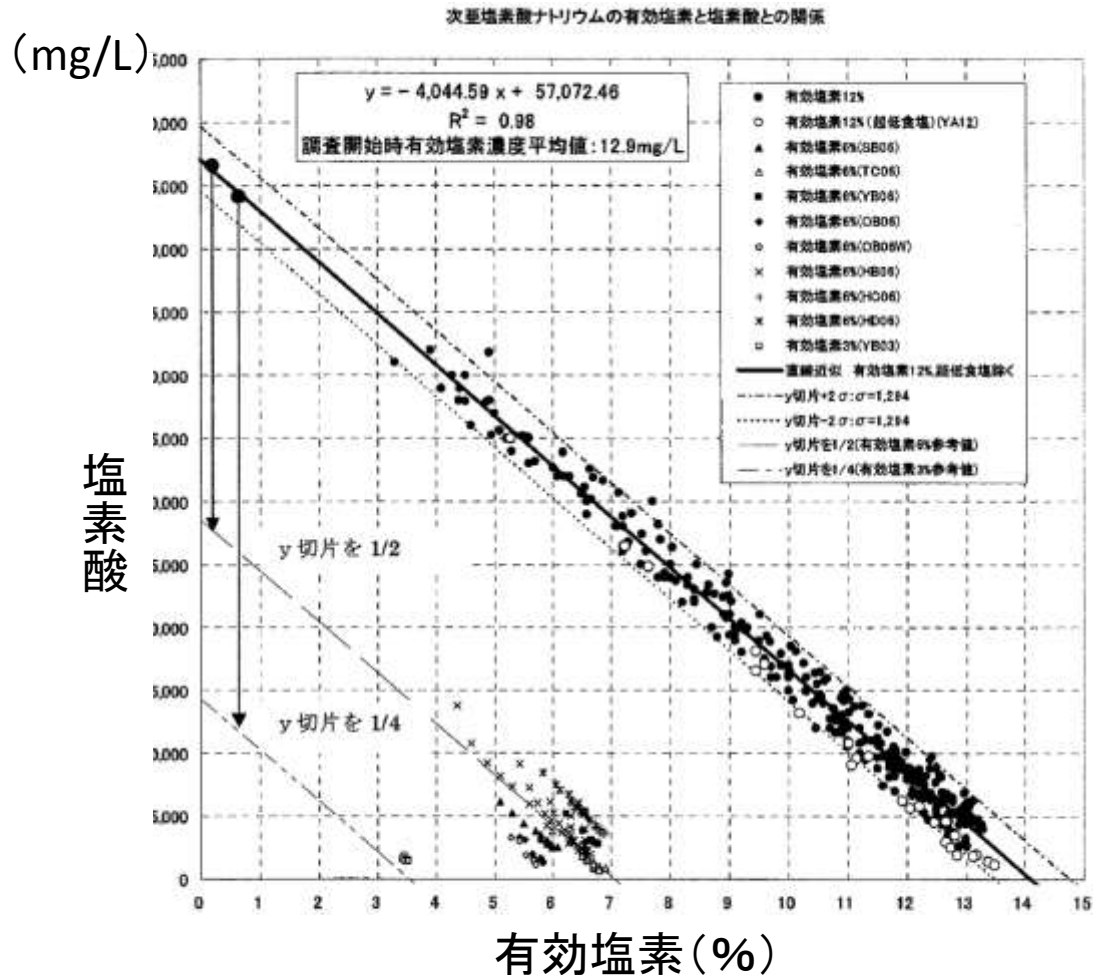
- 水質基準項目に塩素酸を追加し、その基準を「0.6mg/L以下であること。
- イオンクロマトグラフ法

## 参考3

### 6.生成抑制方法

次亜塩素酸を長期間貯蔵すると、その酸化により、塩素酸濃度の上昇が起こることがあり、特に高温下での貯蔵はその上昇が顕著であるため、温度管理下での貯蔵を行うなど、貯蔵温度には十分配慮する必要がある。また、必要に応じ、次亜塩素酸塩の一度あたりの購入量を少量とし、購入頻度を増やすなど、高温下での貯蔵期間が長期間となることがないように配慮する必要がある。

# 参考 3 6.生成抑制方法



厚生労働省からの請負調査により、社団法人日本水道協会が水道事業者の協力を得て水道用次亜塩素酸ナトリウム中の有効塩素と塩素酸濃度の関係を調査



## 6. 今後の予定

- 3月20日に告示が改正されました。
- 今後は改正告示に従って分析することになります。
- 残る課題等は検討を継続する予定です。

### <改正に関連する注意点>

自治体仕様書の分析方法が改正された告示に従っていない場合、分析結果が採用できなくなる場合もあります。

日環協へ仕様書を添付して連絡を頂ければ、環境省担当課にご指導をお願いします。

# 7. 要望について(意見聴取)

- 環境省への要望
  - 水、大気、土壌
  - 日環協への要望
- 
- 後日改めて、分析担当者を対象にした流れ分析の技術中心のセミナーを開催予定です。

# 連絡先等

- 日環協へのご要望

日本環境測定分析協会（JEMCA）

info@jemca.or.jpへ

件名に「水質土壌技術委員会へのご要望」  
等、内容を明記してください。

ご清聴ありがとうございました。

