

# 環境省水質分析公定法、初めて協会実証データにより改正

## 日本環境測定分析協会・日本環境化学会 GC/MSのキャリアガス、ヘリウムだけでなく水素の使用も可能に

環境分析に使われるガスクロマトグラフ(GC/MS)質量分析法ではこれまで、キャリアガスにヘリウムのみが認められていたが、環境省が水質分析公定法を改正したことにより、水素ガスも使用できるようになった。この改正は、日本環境測定分析協会(日環協)と日本環境化学会が連携して実証、検討を重ねた成果を基に実現した。改正の経緯、意義、今後の展望について日環協に聞いた。

### 環境省公定法の課題

公定法は、環境省により適宜見直し改正されているものの、種類が多く実証には人手、時間、費用がかかることから、全てを新技術に合わせ改正することは困難である。中国や欧州などでは、国の公定法を改正または新規手法を採用するための仕組みがあるが、環境測定分析分野では日本には存在しない。公定法には方法や使用する資機材消耗品について(前略)またはこれと同等(以上の)性能をもつもの」と記述されている場合があるが、「同等(以上の)性能」を証明する手段(手続き、システム、妥当性確認)が日本にはない。新規に作成する場合も同様である。計量法では、計量士が定めた方法を採用することが可能となっていないのだが、発注者が許可しないので、公定法に記載されている以外の方法で業務を実施し、計量証明書を発行することとはならない。「同等(以上の)性能を証明する手段(仕組み)が存在しないことから、一部の公定法は、新しい技術が採用されず古いまま、計量値が技術的・品質的に諸外国に遅れをとっているのではないかと指摘されている。

### 環境省からの協力

公定法は環境省告示であることから、委員会設立時から環境省へ相談した。前向きに協力をもらい、実証試験の計画段階から環境省の分析法検討委員会の討議項目となった。22年度と同検討委で討議され、従来のGC/MS質量分析法ではヘリウムのみがキャリアガスとして使用が認められていたが、水素ガスも使用できるよう改正されることになった。同年11月に公定法改正案が承認され、12月のパブリックコメントを受けて、23年3月13日付で改正が告示、施行された。

### 産学共同で

### 公定法変更の仕組み構築

日環協は、公定法を変更する仕組みの構築ができないか検討した。対象については、まずは業界で需要の高いものから行うこととし、会員へのヒアリングの結果、ヘリウムガス供給が将来的に不安で価格も高騰しており、ヘリウムを他のガスに置き換える技術の要望が多かったため、環境省告示第59号の中、付表6の農薬(シマジンおよびチオベンカルブ)分析でGC/MS(ガスクロマトグラフ質量分析計)のキャリアガスにヘリウム以外に水素を採用できるように実証することにした。初めての試みなので、協会としての公平性の観点から、測定装置および消耗品のメーカーが協会賛助会員に多く存在していることも考慮した。日本環境化学会の鈴木規之会長に相談し、協同事業として進めていくことになった。民間産業界とアカデミアの共同で進めようとしたこと意義

### がある。

### ヘリウム代替ガス研究委の設立

2020年7月にヘリウム代替ガス研究委員会を設立した。日環協会員24社が参加費を出資し会員となり、参加費は実証試験を含む委員会運営費とした。GC/MS、試薬、前処理消耗品、キャピラリーカラムメーカーの賛助会員にも声をかけ、15社が委員会へ参加した。必要な消耗品は賛助会員企業が無償で提供し、日環協会員および賛助会員参加全社がボランティアで作業をした。日環協本部職員の協力も大きな力となった。特定の測定分析方法の検討に関して、異なるメーカーのGC/MS、試薬、前処理消耗品、キャピラリーカラム、およびこれらの組み合わせで丁寧に実証試験を行った例は過去にない。

### 公定法改定の成果

今回の最大の成果は公定法の主な使用者である民間試験所が公定法を改定する道を拓いたことにある。使用者が実証データを取得する枠組みは、環境省の負担軽減になる。また日本において公定法がいわゆる「日本仕様」を要求すれば、メーカーは対応しなければならず、結果その費用は装置価格に転嫁され、日本の試験所は海外の試験所に比較し高原価になる。国際競争力の観点からも測定分析法はグローバルな観点からも検討する必要がある。

### 今後の展開

当委員会からJISへ委員を派遣した活動によって、7月11日に「JIS K0125 用水・排水中の揮発性有機化合物試験方法」に係る追補改正がなされた。公定法改正という成果でゴールに到達したが、技術参考書に新しい知見を追記することも考え、しばらくの間委員会は継続させる。また次の公定法対象測定物質の改定に際しては、新たに別委員会の設立を考えている。計量値の信頼性確保の観点から測定分析方法の妥当性確認は、今回のような組織的取り組みが不可欠なので今回で終わりではなく、継続的に取り組みを行いたい。

### 目次

1. はじめに	1
2. 使用試薬及び材料	2
2.1. 標準試薬と物質情報	2
2.2. 固相カラム	3
2.3. キャピラリーカラム	3
2.4. ガスクロマトグラフ質量分析計 (GC-MS 装置)	3
3. 前処理条件	5
4. 測定条件	7
5. 測定結果	10
5.1. クロマトグラム	10
5.2. マススペクトル	17
5.3. その他の測定情報	21
6. 水素ガス使用時の留意事項	30
6.1. 供給元の確認に気を付ける	30
6.2. 装置からの漏洩に気を付ける	30
7. その他	32
7.1. 使用する水素ガスの純度や水分	32
7.2. 異なるマススペクトル	32
7.3. その他	32
8. 各種連絡先	33

### 技術参考書の目次

委員会の設立を考えている。計量値の信頼性確保の観点から測定分析方法の妥当性確認は、今回のような組織的取り組みが不可欠なので今回で終わりではなく、継続的に取り組みを行いたい。