

平成 25 年 2 月 12 日

JIS K 0102（工場排水試験方法）の改正について（情報提供）

平成 25（2013）年中に JIS K 0102 の改正が予定されている。委員として把握している現段階の情報を提供する。

改正の概要

2013 年改正では、新分析技術の登場も含めた分析技術の向上、利用者ニーズ（試験時間の短縮、コスト削減、規格利便性の向上等）への対応及び環境配慮対応（溶媒、試薬量、分析手順の省力化）を留意点として行っている。

- (a) 近年の新たな環境問題に対応するために必要な試験項目の追加
- (b) 試験値の信頼性を確保しながら近年の技術的進歩を導入
- (c) 試験時間の短縮・コスト削減
- (d) 溶媒使用量の低減等の環境への配慮・健康リスクの高い溶媒を他溶媒へ代替

主な改正点（表参照）としては、流れ分析の導入や金属分析の前処理プロセス（キレート樹脂濃縮固層抽出法）の追加、溶媒を環境配慮のものへ変更等である。

また、公定分析法の要件として、水質基準の 1/10 以下の定量下限を有することが挙げられていることから、鉛、カドミウム、ビスマスの 3 元素に関しては定量下限を $0.5 \mu\text{g/L}$ から $0.3 \mu\text{g/L}$ に変更する改正を行った。この改正により、カドミウムの環境基準の強化に伴う分析方法の選択において、濃縮操作なしに ICP/MS を用いることが可能となる。

廃止・変更等事項

- (1) 廃止 1 件（ポリクロロビフェニル（PCB））。

本規格内では単に「K 0093 による」のみの記載のため、K 0093 工業用水・工場排水中のポリクロロビフェニル（PCB）試験方法で対応出来ることから K 0102 から削除し、項番号 27 は欠番に。

- (2) 参考→規定 1 件（ウラン）

ウランは、公共用水域、地下水の要監視項目として実測されていることを鑑み、附属書 1（参考）記載ウランを本体に移し、規定化。番号は、当初、欠番の番号を利用することを考えたが、委員会審議で新規番号を使うこととなり、「73.ウラン」とした。

- (3) 規定→参考 1 件（水銀、アルキル水銀(II)化合物の薄層クロマトグラフ分離-原子吸光法）

本方法は最近ほとんど使用されないため附属書 1(参考)に移動。将来は廃止の方向。

次回（2016）の改正までに継続検討・審議

（1）二クロム酸カリウムによる酸素消費量（COD-Cr）

ISO（新規法：チューブ式による比色検出）の採用

【この方法は、各種反応試薬が混合された容器を用いる方法（チューブ法）であり、従来法に比べ有害な二クロム酸カリウムの使用量が激減するといった利点がある】

（2）溶存酸素

蛍光式による測定方法の採用

【従来法（隔膜電極法）に比べ隔膜電極を使用しないため、保守が容易、温度変化による感度の変動や妨害物による測定誤差の発生影響が少ないといった利点があり、下水処理場等の現場では普及が進んでいる】

（3）全水銀

・現行法、還元気化原子吸光法で、高感度水銀専用原子吸光分析装置も使用可能とするよう見直しの提案

【分析の段階で水銀廃液や試薬廃液の総量を抑制する方法で現行の試料量（150mL）に対し、高感度な水銀専用原子吸光分析装置では、少ないもので2.5 mL程度の量で分析可能としている】

・新規法の追加（加熱気化－金アマルガム捕集原子吸光法）

【本法では、試料量、試薬量等分析で取扱う水銀の絶対量を削減することが可能】

表 主な改正点

分野	試験項目	今回改正の概要	今後見直しが必要
①一般事項	2.共通事項	<ul style="list-style-type: none"> ・流れ分析の追加 ・K 0050 化学分析方法通則の改正に対応した水の項目の修正 ・試験結果の質の管理の追加 	
	12.pH	新 Z 8802 対応する改正	
②環境指標項目	20.二クロム酸カリウムによる酸素消費量(COD _{Cr})		ISO15705 試験法(チューブ法)の追加
	28.フェノール類	<p>1)現行法：溶媒クロロホルム 10mL は現行のままとし、新たに環境配慮型の「安息香酸メチルを用いても良い」とした。</p> <p>2)新規法：「アンチピリン色素生成固相抽出法を使用可能」を追記。</p> <p>→これにより溶媒抽出プロセスをなくせることができ、高感度な試験が可能</p>	
	32.溶存酸素		蛍光式溶存酸素計を用いた測定法の追加
③無機イオン項目	30.2 非イオン界面活性剤	<p>1)現行法の溶媒ベンゼン 25ml は現行のままとし、「1,2-ジクロロエタン又はトルエン 10 mL」を用いても良いとした。</p> <p>2)新規法 30.2.2 として「チオシアン酸鉄法」を追加(溶媒はトルエンであり高感度化)</p>	
	30.1 陰イオン界面活性剤	K 0102 に対応可能な K 0170 流れ分析法を追加	前処理蒸留を現行 K 0102 で行った後、流れ分析法を適用するアンモニウムイオンやシアン化物イオンについては、今後蒸留の小型化の検討要
	34.ふっ素化合物		
	38.シアン化合物		
	42.アンモニウムイオン(NH ₄ ⁺)		
	43.亜硝酸イオン(NO ₂ ⁻)及び硝酸イオン(NO ₃ ⁻)		
	40.亜硫酸イオン(SO ₃ ²⁻)	b)操作 5)において試薬の添加手順を改正し終点のばらつきを改善する改正	
	45.全窒素	K 0102 に対応可能な K 0170 流れ分析法を追加	
46.りん化合物及び全りん	〃		

表 主な改正点（続き）

分野	試験項目	今回改正の概要	今後見直しが必要
④金属項目	65.2 クロム(VI)[Cr(VI)]	改正では、K 0102 で対応可能な K 0170 法を追加	
	52.銅(Cu)	フレイム原子吸光法、電気加熱原子吸光法等各試験法の準備操作部分に「キレート樹脂による分離濃縮法」を追記 ICP/MS の鉛、カドミウム、ビスマスの 3 元素に関して、定量下限を 0.5 μg/L から 0.3 μg/L に変更	
	53.亜鉛(Zn)		
	54.鉛(Pb)		
	55.カドミウム(Cd)		
	57.鉄(Fe)		
	59.ニッケル(Ni)		
	60.コバルト(Co)		
	61.ヒ素 (As)	有機物等共存物による還元力低減に対応するため、現行還元剤の塩酸とよう化カリウムにアスコルビン酸を新規追加	
	附属書 ウラン(U)	準備操作部分にキレート樹脂濃縮固相抽出法を追加すると共に本体へ移行する改正→73.ウラン	
66.2 アルキル水銀(II)化合物	溶媒をベンゼンからトルエンへ変更	キャピラリーカラムを使った GC/MS 法追加	
66.2.2 薄層クロマトグラフ分離-原子吸光法	使用頻度が少ないため、附属書 1（参考）へ移行	将来的には廃止の方向で検討	
66.1 全水銀 66.1.1 還元気化原子吸光法	今回改正では見送り	「高感度水銀専用原子吸光分析装置を用いるための方法」の改正素案を作成したので本案の規格化。 (2) 新規法として「66.1.3 加熱気化-金アマルガム捕集原子吸光法」の改正素案を作成したので本案の規格化。	
⑤有機物項目	27.ポリクロロビフェニル(PCB)	今改正で削除。K 0093 に移行。→箇条 27 は欠番。	
	29.ホルムアルデヒド	今回改正では見送り	将来的には K 0125 へ移行し内容見直しを視野にいれる方向とする。
	31. 農薬	同上	将来的には K 0128 へ移行し内容見直しを視野にいれる方向とする。
⑥生物と微生物項目	71.魚類による急性毒性試、72.細菌試験	同上	将来は別の JIS として整備する方向で調整