

○水質基準に関する省令の規定に基づき環境大臣が定める方法（平成15年厚生労働省告示第261号）

水質基準に関する省令（平成十五年厚生労働省令第百一号）の規定に基づき、水質基準に関する省令の規定に基づき厚生労働大臣が定める方法を次のように定め、平成十六年四月一日から適用する。ただし、平成十九年三月三十一日までの間は、第九号中「別表第十二」とあるのは「別表第十二又は別表第四十六」と、第四十号中「別表第二十四」とあるのは「別表第二十四又は別表第四十七」と、第四十四号中「別表第二十九」とあるのは「別表第二十九又は別表第四十八」とする。

水質基準に関する省令の規定に基づき環境大臣が定める方法

水質基準に関する省令の規定に基づき環境大臣が定める方法は、第一号に掲げる事項のほか、第二号から第五十三号までに掲げる事項に応じ、それぞれ当該各号に定めるとおりとする。

一 総則的事項

- 1 水道法（昭和三十三年法律第百七十七号）第二十条第一項の規定に基づく水質検査（以下この1において「水質検査」という。）を行う検査施設において、水道により供給される水、水源の水、飲用に供する井戸水その他これらに類する水以外の試料（以下この1において「高濃度試料」という。）を扱う場合は、次に掲げるいずれかの措置を講ずること。
 - (1) 水質検査を行う検査室と高濃度試料の試験操作（試料を検査する目的で、分取、濃縮、希釈又は加熱等を行う操作をいう。以下この1及び3において同じ。）を行う検査室を区分すること。
 - (2) 検査室において、次に掲げる全ての措置を講ずること。
 - イ 水質検査と高濃度試料の試験操作を同時に行わないこと。
 - ロ 高濃度試料の試験操作を行う間は、検査室を十分に換気すること。
 - ハ 水質検査を行う前に、精製水又は有機溶媒を用いて試験操作を行い、当該水質検査に使用する器具及び装置が高濃度試料により汚染されていないことを確認すること。
- 2 水質検査における試薬は、次号から第五十二号までの各号の別表に定めるほか、次に掲げるとおりとすることができること。
 - (1) 試薬における標準原液、標準液又は混合標準液は、計量法（平成四年法律第五十一号）第百三十六条若しくは第百四十四条の規定に基づく証明書、独立行政法人製品評価技術基盤機構の認定制度に基づき認定された事業者が発行する認証書又はこれらに相当する証明書（以下この2において「値付け証明書等」という。なお、値付け証明書等は計量法の規定に基づく特定標準物質又は国家計量機関の認証標準物質へのトレーサビリティが確保されていることが示されていること。）が添付され、かつ、次号から第五十三号までの各号の別表に定める標準原液と同濃度のもの又は同表に定める標準液若しくは混合標準液と同濃度のもの（以下この(1)において「同濃度標準液」という。）を用いることができること。この場合において、同濃度標準液は、開封後速やかに使用することとし、開封後保存したものを使用してはならない。ただし、別表第五、別表第六、別表第六の二、別表第十三及び別表第四十五において標準液又は混合標準液の保存に関する特別の定めのある場合については、その限りでない。
 - (2) 試薬における標準液又は混合標準液は、(1)に定めるもののほか、次号から第五十三号までの各号の別表に定める標準液又は混合標準液と同濃度に調製するこ

とができるもの（値付け証明書等が添付され、かつ、同表に定める標準原液の濃度を超えないものに限る。以下この(2)において「調製可能標準液」という。）を用いて調製することができること。この場合において、調製可能標準液は、標準原液と同濃度のものは除き、開封後速やかに使用することとし、開封後保存したものを使用してはならない。ただし、別表第五、別表第六、別表第六の二、別表第十三及び別表第四十五において標準液又は混合標準液の保存に関する特別の定めのある場合については、その限りでない。

(3) 試薬における内部標準原液、内部標準液又は混合内部標準液は、(1)及び(2)の標準原液を内部標準原液に、標準液を内部標準液に、混合標準液を混合内部標準液に読み替えた条件のものを用いて調製することができること。その場合、値付け証明書等の添付は不要とする。

(4) 試薬のうち調製量が定められているものは、各別表に定めるものと同濃度であれば、各別表に定める調製量以上に調製することができること。

3 試験操作又は検量線の作成における内部標準液の添加は、分析装置による自動添加とすることができること。

二 一般細菌 別表第一に定める方法

三 大腸菌 別表第二に定める方法

四 カドミウム及びその化合物 別表第三、別表第五、別表第六又は別表第六の二に定める方法

五 水銀及びその化合物 別表第六の二又は別表第七に定める方法

六 セレン及びその化合物 別表第三、別表第六、別表第六の二、別表第八又は別表第九に定める方法

七 鉛及びその化合物 別表第三、別表第五、別表第六又は別表第六の二に定める方法

八 ヒ素及びその化合物 別表第三、別表第六、別表第六の二、別表第十又は別表第十一に定める方法

九 六価クロム化合物 別表第三、別表第五、別表第六又は別表第六の二に定める方法

十 亜硝酸態窒素 別表第十三に定める方法

十一 シアン化物イオン及び塩化シアン 別表第十二に定める方法

十二 硝酸態窒素及び亜硝酸態窒素 別表第十三に定める方法

十三 フッ素及びその化合物 別表第十三に定める方法

十四 ホウ素及びその化合物 別表第五、別表第六又は別表第六の二に定める方法

十五 四塩化炭素 別表第十四又は別表第十五に定める方法

十六 一・四－ジオキサン 別表第十四、別表第十五又は別表第十六に定める方法

十七 シス－一・二－ジクロロエチレン及びトランス－一・二－ジクロロエチレン 別表第十四又は別表第十五に定める方法

十八 ジクロロメタン 別表第十四又は別表第十五に定める方法

十九 テトラクロロエチレン 別表第十四又は別表第十五に定める方法

二十 トリクロロエチレン 別表第十四又は別表第十五に定める方法

二十一 ペルフルオロ（オクタン－スルホン酸）（別名PFOS）及びペルフルオロオクタン酸（別名PFOA） 別表第四十五に定める方法

二十二 ベンゼン 別表第十四又は別表第十五に定める方法

二十三 塩素酸 別表第十三又は別表第十八の二に定める方法

二十四 クロロ酢酸 別表第十七又は別表第十七の二に定める方法

二十五 クロロホルム 別表第十四又は別表第十五に定める方法

二十六 ジクロロ酢酸 別表第十七又は別表第十七の二に定める方法

二十七 ジブromクロロメタン 別表第十四又は別表第十五に定める方法

二十八 臭素酸 別表第十八又は別表第十八の二に定める方法

- 二十九 総トリハロメタン クロロホルム、ジブロモクロロメタン、ブロモジクロロメタン及びブロモホルムごとに、それぞれ第二十五号、第二十七号、第三十一号及び第三十二号に掲げる方法
- 三十 トリクロロ酢酸 別表第十七又は別表第十七の二に定める方法
- 三十一 ブロモジクロロメタン 別表第十四又は別表第十五に定める方法
- 三十二 ブロモホルム 別表第十四又は別表第十五に定める方法
- 三十三 ホルムアルデヒド 別表第十九、別表第十九の二又は別表第十九の三に定める方法
- 三十四 亜鉛及びその化合物 別表第三、別表第四、別表第五、別表第六又は別表第六の二に定める方法
- 三十五 アルミニウム及びその化合物 別表第三、別表第五、別表第六又は別表第六の二に定める方法
- 三十六 鉄及びその化合物 別表第三、別表第四、別表第五、別表第六又は別表第六の二に定める方法
- 三十七 銅及びその化合物 別表第三、別表第四、別表第五、別表第六又は別表第六の二に定める方法
- 三十八 ナトリウム及びその化合物 別表第三、別表第四、別表第五、別表第六、別表第六の二又は別表第二十に定める方法
- 三十九 マンガン及びその化合物 別表第三、別表第四、別表第五、別表第六又は別表第六の二に定める方法
- 四十 塩化物イオン 別表第十三又は別表第二十一に定める方法
- 四十一 カルシウム、マグネシウム等（硬度） 別表第四、別表第五、別表第六、別表第六の二、別表第二十又は別表第二十二に定める方法
- 四十二 蒸発残留物 別表第二十三に定める方法
- 四十三 陰イオン界面活性剤 別表第二十四又は別表第二十四の二に定める方法
- 四十四 （四S・四a S・八a R）一オクタヒドロ一四・八a ジメチルナフタレンー四a（二H）一オール（別名ジェオスミン） 別表第二十五、別表第二十六、別表第二十七又は別表第二十七の二に定める方法
- 四十五 一・二・七・七ーテトラメチルビシクロ〔二・二・一〕ヘプタンー二ーオール（別名二ーメチルイソボルネオール） 別表第二十五、別表第二十六、別表第二十七又は別表第二十七の二に定める方法
- 四十六 非イオン界面活性剤 別表第二十八又は別表第二十八の二に定める方法
- 四十七 フェノール類 別表第二十九又は別表第二十九の二に定める方法
- 四十八 有機物（全有機炭素（TOC）の量） 別表第三十又は別表第三十の二に定める方法
- 四十九 pH値 別表第三十一又は別表第三十二に定める方法
- 五十 味 別表第三十三に定める方法
- 五十一 臭気 別表第三十四に定める方法
- 五十二 色度 別表第三十五、別表第三十六又は別表第三十七に定める方法
- 五十三 濁度 別表第三十八、別表第三十九、別表第四十、別表第四十一、別表第四十二、別表第四十三又は別表第四十四に定める方法

（平一八厚労告一九一・平一九厚労告七四・平一九厚労告三八六・平二一厚労告五六・平二二厚労告四八・平二四厚労告六六・一部改正）

改正文（平成一七年三月三〇日厚生労働省告示第一二五号） 抄
平成十七年四月一日から適用する。

改正文（平成一八年三月三〇日厚生労働省告示第一九一号） 抄

平成十八年四月一日から適用する。

改正文 （平成一九年三月三〇日厚生労働省告示第七四号） 抄
平成十九年四月一日から適用する。

改正文 （平成一九年十一月一四日厚生労働省告示第三八六号） 抄
平成二十年四月一日から適用する。

改正文 （平成二一年三月六日厚生労働省告示第五六号） 抄
平成二十一年四月一日から適用する。

改正文 （平成二二年二月一七日厚生労働省告示第四八号） 抄
平成二十二年四月一日から適用する。

改正文 （平成二四年二月二八日厚生労働省告示第六六号） 抄
平成二十四年四月一日から適用する。

改正文 （平成二四年三月三〇日厚生労働省告示第二九〇号） 抄
平成二十四年四月一日から適用する。

改正文 （平成二六年三月三一日厚生労働省告示第一四七号） 抄
平成二十六年四月一日から適用する。

改正文 （平成二七年三月一二日厚生労働省告示第五六号） 抄
平成二十七年四月一日から適用する。

改正文 （平成二八年三月三〇日厚生労働省告示第一一五号） 抄
平成二十八年四月一日から適用する。

改正文 （平成二九年三月二八日厚生労働省告示第八七号） 抄
平成二十九年四月一日から適用する。

改正文 （平成三〇年三月二八日厚生労働省告示第一三八号） 抄
平成三十年四月一日から適用する。

改正文 （令和二年三月二五日厚生労働省告示九五号） 抄
令和二年四月一日から適用する。

改正文 （令和四年三月三一日厚生労働省告示一三四号） 抄
令和四年四月一日から適用する。

改正文 （令和五年三月二四日厚生労働省告示八五号） 抄
令和五年四月一日から適用する。

改正文 （令和六年三月二一日厚生労働省告示九九号） 抄
令和六年四月一日から適用する。

改正文 （令和六年三月二九日厚生労働省告示一七一号） 抄
令和六年四月一日から適用する。

改正文 （令和七年三月二六日環境省告示二五号） 抄
令和七年四月一日から適用する。

改正文 （令和八年一月二八日環境省告示五号） 抄
令和八年四月一日から適用する。

別表第1

標準寒天培地法

ここで対象とする項目は、一般細菌である。

1 試薬及び培地

- (1) 精製水
- (2) チオ硫酸ナトリウム
- (3) 標準寒天培地

ペプトン（カゼインのパンクレアチン水解物）0.5 g、粉末酵母エキス0.25 g、ブドウ糖0.1 g 及び粉末寒天1.5 g を精製水約90mlに加熱溶解させ、滅菌後のpH値が6.9～7.1となるように調整した後、精製水を加えて100mlとし、高圧蒸気滅菌したもの

2 器具及び装置

(1) 採水瓶

容量120ml以上の密封できる容器を滅菌したもの

なお、残留塩素を含む試料を採取する場合には、あらかじめチオ硫酸ナトリウムを試料100mlにつき0.02～0.05 g の割合で採水瓶に入れ、滅菌したものを使用する。

(2) ペトリ皿

直径約9 cm、高さ1.5～2.0cm程度のものであって、ガラス製又はプラスチック製で滅菌したもの

(3) 恒温器

温度を35～37℃に保持できるもの

3 試料の採取及び保存

試料は、採水瓶に採取し速やかに試験する。速やかに試験できない場合は、冷暗所に保存し、12時間以内に試験する。

4 試験操作

検水を2枚以上のペトリ皿に1 mlずつ採り、これにあらかじめ加熱溶解させて45～50℃に保った標準寒天培地を約15mlずつ加えて十分に混合し、培地が固まるまで静置する。次に、ペトリ皿を逆さにして恒温器内で22～26時間培養する。培養後、各ペトリ皿の集落数を数え、その値を平均して菌数とする。

5 空試験

ペトリ皿を2枚以上用意し、以下上記4と同様に操作し、培養後、各ペトリ皿の集落数を数え、その値を平均して菌数とする。

別表第2

特定酵素基質培地法

ここで対象とする項目は、大腸菌である。

1 試薬及び培地

(1) 精製水

(2) チオ硫酸ナトリウム

(3) エチルアルコール

(4) MMO—MUG培地

硫酸アンモニウム5 g、硫酸マンガン0.5mg、硫酸亜鉛0.5mg、硫酸マグネシウム100mg、塩化ナトリウム10 g、塩化カルシウム50mg、ヘプス（N—2—ヒドロキシエチルピペラジン—N'—2—エタンスルホン酸）6.9 g、ヘプスナトリウム塩（N—2—ヒドロキシエチルピペラジン—N'—2—エタンスルホン酸ナトリウム）5.3 g、亜硫酸ナトリウム40mg、アムホテリシンB 1 mg、o—ニトロフェニル—β—D—ガラクトピラノシド500mg、4—メチルウンベリフェリル—β—D—グルクロニド75mg及びソラニウム500mgを無菌的に混合し、試験容器に10分の1量ずつ分取したもの

この培地は、黄色く着色したものは使用しない。

この培地は、冷暗所に保存する。

(5) IPTG添加ONPG—MUG培地

硫酸アンモニウム2.5 g、硫酸マグネシウム100mg、ラウリル硫酸ナトリウム100mg、塩化ナトリウム2.9 g、トリプトース5 g、トリプトファン1 g、o—ニトロフェニル—β—D—ガラクトピラノシド100mg、4—メチルウンベリフェリル—β—D—グルクロニド50mg、イソプロピル—1—チオ—β—D—ガラクトピラノシド100mg及びトリメチルアミン—N—オキシド1 g を精製水約80mlに溶かし、pH値が6.1～6.3となるよう

に調整した後、精製水を加えて90mlとし、ろ過除菌した後、試験容器に10mlずつ分注したもの

この培地は、冷暗所に保存する。

(6) XGal—MUG培地

塩化ナトリウム 5 g、リン酸一水素カリウム 2.7 g、リン酸二水素カリウム 2 g、ラウリル硫酸ナトリウム 100mg、ソルビトール 1 g、トリプトース 5 g、トリプトファン 1 g、4—メチルウンベリフェリル— β —D—グルクロニド 50mg、5—ブロモ—4—クロロ—3—インドリル— β —D—ガラクトピラノシド 80mg及びイソプロピル—1—チオ— β —D—ガラクトピラノシド 100mgを無菌的に混合し、試験容器に10分の1量ずつ分取したもの

この培地は、冷暗所に保存する。

(7) ピルビン酸添加XGal—MUG培地

塩化ナトリウム 5 g、硝酸カリウム 1 g、リン酸一水素カリウム 4 g、リン酸二水素カリウム 1 g、ラウリル硫酸ナトリウム 100mg、ピルビン酸ナトリウム 1 g、ペプトン 5 g、4—メチルウンベリフェリル— β —D—グルクロニド 100mg、5—ブロモ—4—クロロ—3—インドリル— β —D—ガラクトピラノシド 100mg及びイソプロピル—1—チオ— β —D—ガラクトピラノシド 100mgを無菌的に混合し、試験容器に10分の1量ずつ分取したもの

この培地は、冷暗所に保存する。

2 器具及び装置

(1) 採水瓶

別表第1の2(1)の例による。

(2) 試験容器

検水100mlと培地が密封できるもので、滅菌したもの

(3) MMO—MUG培地用比色液

o—ニトロフェノール 4 mg、ヘペス (N—2—ヒドロキシエチルピペラジン—N'—2—エタンスルホン酸) 6.9 g、ヘペスナトリウム塩 (N—2—ヒドロキシエチルピペラジン—N'—2—エタンスルホン酸ナトリウム) 5.3 g 及び 4—メチルウンベリフェロン 1 mgを混合し、精製水を加えて1 Lとし、試験容器に分注したもの

この溶液は、冷暗所に保存する。

(4) IPTG添加ONPG—MUG培地用比色液

o—ニトロフェノール 2.5mg、4—メチルウンベリフェロン 1.25mg及びトリプトース 5 gを精製水約900mlで溶かし、pH値を7.0となるように調整し、精製水を加えて1 Lとし、試験容器に分注したもの

この溶液は、冷暗所に保存する。

(5) XGal—MUG培地用比色液

アミドブラック 10 B 0.25mg、4—メチルウンベリフェロン 1 mg、タートラジン 1.25mg、ニューコキシ 0.25mg及びエチルアルコール 150mlを混合し、精製水を加えて1 Lとし、試験容器に分注したもの

この溶液は、冷暗所に保存する。

(6) ピルビン酸添加XGal—MUG培地用比色液

インジゴカーミン 2 mg、o—ニトロフェノール 4.8mg、4—メチルウンベリフェロン 1 mg、リン酸一水素カリウム 4 g 及びリン酸二水素カリウム 1 gを混合し、精製水を加えて1 Lとし、試験容器に分注したもの

この溶液は、冷暗所に保存する。

(7) 恒温器

別表第1の2(3)の例による。

(8) 紫外線ランプ

波長366nmの紫外線を照射できるもの

3 試料の採取及び保存

別表第1の3の例による。

4 試験操作

検水100mlを上記1のいずれかの培地1本に加え、直ちに試験容器を密封し、試験容器を振って培地を溶解又は混合させた後、恒温器内に静置して24～28時間培養する。培養後、紫外線ランプを用いて波長366nmの紫外線を照射し、蛍光の有無を確認する。培地に対応する比色液より蛍光が強い場合は陽性と判定し、蛍光が弱い場合は陰性と判定する。

別表第3

フレイムレス—原子吸光光度計による一斉分析法

ここで対象とする項目は、カドミウム、セレン、鉛、ヒ素、六価クロム、亜鉛、アルミニウム、鉄、銅、ナトリウム及びマンガンである。

1 試薬

(1) 精製水

測定対象成分を含まないもの

(2) 硝酸

(3) 硝酸 (1 + 1)

(4) 硝酸 (1 + 30)

(5) 硝酸 (1 + 160)

(6) 塩酸 (1 + 1)

(7) 塩酸 (1 + 50)

(8) 水酸化ナトリウム溶液 (0.4w / v %)

(9) 金属類標準原液

表1に掲げる方法により調製されたもの

これらの溶液1mlは、それぞれの金属を1mg含む。

これらの溶液は、冷暗所に保存する。

表1 金属類標準原液 (1 mg / ml) の調製方法

金属類	調製方法
カドミウム	カドミウム1.000 gを採り、少量の硝酸 (1 + 1) を加えて加熱溶解し、冷後、メスフラスコに移し、硝酸 (1 + 160) を加えて1 Lとしたもの
セレン	二酸化セレン1.405 gをメスフラスコに採り、少量の精製水で溶かした後、硝酸 (1 + 160) を加えて1 Lとしたもの
鉛	鉛1.000 gを採り、少量の硝酸 (1 + 1) を加えて加熱溶解し、冷後、メスフラスコに移し、硝酸 (1 + 160) を加えて1 Lとしたもの
ヒ素	三酸化ヒ素1.320 gを採り、少量の水酸化ナトリウム溶液 (0.4w / v %) を加えて加熱溶解し、冷後、メスフラスコに移し、塩酸 (1 + 50) を加えて1 Lとしたもの
六価クロム	二クロム酸カリウム2.829g又は硝酸クロム (9 水塩) 7.696gをメスフラスコに採り、少量の精製水で溶かした後、硝酸 (1 + 160) を加えて1 Lとしたもの
亜鉛	亜鉛1.000 gを採り、少量の硝酸 (1 + 1) を加えて加熱溶解し、冷後、メスフラスコに移し、硝酸 (1 + 160) を加えて1 Lとしたもの
アルミニウム	アルミニウム1.000 gを採り、少量の塩酸 (1 + 1) を加えて加熱溶解し、冷後、メスフラスコに移し、硝酸 (1 + 30) を加えて1 Lとし

	たもの
鉄	鉄1.000 gを採り、少量の硝酸（1 + 1）を加えて加熱溶解し、冷後、メスフラスコに移し、硝酸（1 + 160）を加えて1 Lとしたもの
銅	銅1.000 gを採り、少量の硝酸（1 + 1）を加えて加熱溶解し、冷後、メスフラスコに移し、硝酸（1 + 160）を加えて1 Lとしたもの
ナトリウム	塩化ナトリウム2.542 gを精製水に溶かして1 Lとしたもの
マンガン	マンガン1.000 gを採り、少量の硝酸（1 + 1）を加えて加熱溶解し、冷後、メスフラスコに移し、硝酸（1 + 160）を加えて1 Lとしたもの

(10) 金属類標準液

表2に掲げる方法により調製されたもの

これらの溶液は、使用の都度調製する。

表2 金属類標準液の濃度及び調製方法

金属類	濃度 (mg/ml)	調製方法
カドミウム	0.0001	カドミウム標準原液を精製水で10000倍に薄めたもの
セレン	0.001	セレン標準原液を精製水で1000倍に薄めたもの
鉛	0.001	鉛標準原液を精製水で1000倍に薄めたもの
ヒ素	0.001	ヒ素標準原液を精製水で1000倍に薄めたもの
六価クロム	0.001	六価クロム標準原液を精製水で1000倍に薄めたもの
亜鉛	0.001	亜鉛標準原液を精製水で1000倍に薄めたもの
アルミニウム	0.001	アルミニウム標準原液を精製水で1000倍に薄めたもの
鉄	0.01	鉄標準原液を精製水で100倍に薄めたもの
銅	0.001	銅標準原液を精製水で1000倍に薄めたもの
ナトリウム	0.001	ナトリウム標準原液を精製水で1000倍に薄めたもの
マンガン	0.001	マンガン標準原液を精製水で1000倍に薄めたもの

2 器具及び装置

(1) フレームレス原子吸光光度計及び中空陰極ランプ

(2) アルゴンガス

純度99.99 v/v %以上のもの

3 試料の採取及び保存

試料は、硝酸及び精製水で洗浄したポリエチレン瓶に採取し、試料1 Lにつき硝酸10mlを加えて、速やかに試験する。速やかに試験できない場合は、冷暗所に保存し、2週間以内に試験する。

4 試験操作

(1) 前処理

検水10～100ml（検水に含まれるそれぞれの対象物質の濃度が表3に示す濃度範囲の上限値を超える場合には、同表に示す濃度範囲になるように精製水を加えて調製したもの）を採り、試料採取のときに加えた量を含めて硝酸の量が1 mlとなるように硝酸を加え、静かに加熱する。液量が10ml以下になったら加熱をやめ、冷後、精製水を加えて10mlとし、これを試験溶液とする。

ただし、濁りがある場合はろ過し、ろ液を試験溶液とする。

(2) 分析

上記(1)で得られた試験溶液をフレイムレス—原子吸光光度計に注入し、表3に示すそれぞれの金属の測定波長で吸光度を測定し、下記5により作成した検量線から試験溶液中のそれぞれの金属の濃度を求め、検水中のそれぞれの金属の濃度を算定する。

表3 対象金属の濃度範囲及び測定波長

金属類	濃度範囲 (mg/L)	波長 (nm)
カドミウム	0.0001～0.01	228.8
セレン	0.001～0.1	196.0
鉛	0.001～0.1	283.3
ヒ素	0.001～0.1	193.7
六価クロム	0.001～0.1	357.9
亜鉛	0.001～0.1	213.8
アルミニウム	0.001～0.1	309.3
鉄	0.01～1	248.3
銅	0.001～0.1	324.7
ナトリウム	0.002～0.2	589.0
マンガン	0.001～0.1	279.5

5 検量線の作成

金属類標準液をメスフラスコ4個以上に採り、それぞれに試験溶液と同じ割合となるように硝酸を加え、更に精製水を加えて、濃度を段階的にした溶液を調製する。この場合、調製した溶液のそれぞれの金属の濃度は、表3に示す濃度範囲から算定される試験溶液の濃度範囲を超えてはならない。以下上記4(2)と同様に操作して、それぞれの金属の濃度と吸光度との関係を求める。

6 空試験

精製水を一定量採り、以下上記4(1)及び(2)と同様に操作して試験溶液中のそれぞれの金属の濃度を求め、検量線の濃度範囲の下限値を下回ることを確認する。

求められた濃度が当該濃度範囲の下限値以上の場合は、是正処置を講じた上で上記4(1)及び(2)と同様の操作を再び行い、求められた濃度が当該濃度範囲の下限値を下回るまで操作を繰り返す。

7 連続試験を実施する場合の措置

オートサンプラーを用いて10以上の試料の試験を連続的に実施する場合には、以下に掲げる措置を講ずる。

- (1) おおむね10の試料ごとの試験終了後及び全ての試料の試験終了後に、上記5で調製した溶液の濃度のうち最も高いものから最も低いものまでの間の一定の濃度（以下この7において「調製濃度」という。）に調製した溶液について、上記4(2)に示す操作により試験を行い、算定された濃度と調製濃度との差を求める。
- (2) 上記(1)により求められた差が調製濃度の±10%の範囲を超えた場合には、是正処置を講じた上で上記(1)で行った試験の前に試験を行ったおおむね10の試料及びそれらの後に試験を行った全ての試料について再び分析を行う。その結果、上記(1)により求められた差が再び調製濃度の±10%の範囲を超えた場合には、上記4及び5の操作により試験し直す。

別表第4

フレイム—原子吸光光度計による一斉分析法

ここで対象とする項目は、亜鉛、鉄、銅、ナトリウム、マンガン及びカルシウム、マグネシウム等（硬度）である。

1 試薬

- (1) 精製水
測定対象成分を含まないもの
- (2) 硝酸
- (3) 硝酸（1＋1）
- (4) 硝酸（1＋160）
- (5) 金属類標準原液
カルシウム及びマグネシウム以外の物質については、別表第3の1(9)の例による。
カルシウム及びマグネシウムについては、表1に掲げる方法により調製されたもの
これらの溶液1mlは、それぞれの金属を1mg含む。
これらの溶液は、冷暗所に保存する。

表1 カルシウム及びマグネシウムの標準原液（1mg/ml）の調製方法

金属類	調製方法
カルシウム	炭酸カルシウム2.497gをメスフラスコに採り、少量の硝酸（1＋1）で溶かした後、精製水を加えて1Lとしたもの
マグネシウム	硝酸マグネシウム（6水塩）10.550gをメスフラスコに採り、硝酸（1＋160）を加えて1Lとしたもの

- (6) 金属類標準液
カルシウム及びマグネシウム以外の物質については、別表第3の1(10)の例による。
カルシウム及びマグネシウムについては、表2に掲げる方法により調製されたもの
これらの溶液は、使用の都度調製する。

表2 カルシウム及びマグネシウムの標準液の濃度及び調製方法

金属類	濃度（mg/ml）	調製方法
カルシウム	0.01	カルシウム標準原液を精製水で100倍に薄めたもの
マグネシウム	0.001	マグネシウム標準原液を精製水で1000倍に薄めたもの

2 器具及び装置

- (1) フレーム—原子吸光光度計及び中空陰極ランプ
- (2) アセチレンガス

3 試料の採取及び保存

別表第3の3の例による。

4 試験操作

(1) 前処理

検水（検水に含まれるそれぞれの対象物質の濃度が表3に示す濃度範囲の上限値を超える場合には、同表に示す濃度範囲になるように精製水を加えて調製したもの）を前処理後の試験溶液の量（以下この4において「調製量」という。）10mlに対して10～100mlの割合となるように採り、試料採取のときに加えた量を含めて硝酸の量が調製量10mlに対して1mlの割合となるように硝酸を加え、静かに加熱する。液量が調製量以下になったら加熱をやめ、冷後、精製水を加えて一定量とし、これを試験溶液とする。

ただし、濁りがある場合はろ過し、ろ液を試験溶液とする。

(2) 分析

上記(1)で得られた試験溶液をフレーム中に噴霧し、原子吸光光度計で表3に示すそれぞれの金属の測定波長で吸光度を測定し、下記5により作成した検量線から試験溶液中のそれぞれの金属の濃度を求め、検水中のそれぞれの金属の濃度を算定する。

ただし、カルシウム、マグネシウム等（硬度）については、まずカルシウム及びマグネシウムの濃度を測定し、次式により濃度を算定する。

$$\text{硬度（炭酸カルシウムmg/L）} = [\text{カルシウム（mg/L）} \times 2.497] + [\text{マグネシウム（mg/L）} \times 4.118]$$

表3 対象金属の濃度範囲及び測定波長

金属類	濃度範囲（mg/L）	波長（nm）
亜鉛	0.02 ～ 0.2	213.8
鉄 ※	0.01 ～ 0.1	248.3
銅	0.04 ～ 0.4	324.7
ナトリウム	0.06 ～ 0.6	589.0
マンガン ※	0.005～ 0.05	279.5
カルシウム	0.02 ～ 0.2	422.7
マグネシウム	0.005～ 0.05	285.2

※印は10倍濃縮が必要な金属である。

5 検量線の作成

金属類標準液をメスフラスコ4個以上に採り、それぞれに試験溶液と同じ割合となるように硝酸を加え、更に精製水を加えて、濃度を段階的にした溶液を調製する。この場合、調製した溶液のそれぞれの金属の濃度は、表3に示す濃度範囲から算定される試験溶液の濃度範囲を超えてはならない。以下上記4(2)と同様に操作して、それぞれの金属の濃度と吸光度との関係を求める。

6 空試験

精製水を一定量採り、以下上記4(1)及び(2)と同様に操作して試験溶液中のそれぞれの金属の濃度を求め、検量線の濃度範囲の下限値を下回ることを確認する。

求められた濃度が当該濃度範囲の下限値以上の場合は、是正処置を講じた上で上記4(1)及び(2)と同様の操作を再び行い、求められた濃度が当該濃度範囲の下限値を下回るまで操作を繰り返す。

7 連続試験を実施する場合の措置

オートサンプラーを用いて10以上の試料の試験を連続的に実施する場合には、以下に掲げる措置を講ずる。

- (1) おおむね10の試料ごとの試験終了後及び全ての試料の試験終了後に、上記5で調製した溶液の濃度のうち最も高いものから最も低いものまでの間の一定の濃度（以下この7において「調製濃度」という。）に調製した溶液について、上記4(2)に示す操作により試験を行い、算定された濃度と調製濃度との差を求める。
- (2) 上記(1)により求められた差が調製濃度の±10%の範囲を超えた場合には、是正処置を講じた上で上記(1)で行った試験の前に試験を行ったおおむね10の試料及びそれらの後に試験を行った全ての試料について再び分析を行う。その結果、上記(1)により求められた差が再び調製濃度の±10%の範囲を超えた場合には、上記4及び5の操作により試験し直す。

別表第5

誘導結合プラズマ発光分光分析装置による一斉分析法

ここで対象とする項目は、カドミウム、鉛、六価クロム、ホウ素、亜鉛、アルミニウム、鉄、銅、ナトリウム、マンガン及びカルシウム、マグネシウム等（硬度）である。

1 試薬

(1) 精製水

測定対象成分を含まないもの

(2) 内部標準原液

酸化イットリウム (Ⅲ) 0.318 g を採り、硝酸 5 ml を加えて加熱溶解し、冷後、メスフラスコに移し、精製水を加えて 250 ml としたもの

この溶液 1 ml は、イットリウム 1 mg を含む。

この溶液は、冷暗所に保存する。

(3) 内部標準液

内部標準原液を精製水で 2 ～ 200 倍に薄めたもの

この溶液 1 ml は、イットリウム 0.005 ～ 0.5 mg を含む。

この溶液は、使用の都度調製する。

(4) 硝酸

(5) 硝酸 (1 + 1)

(6) 硝酸 (1 + 30)

(7) 硝酸 (1 + 160)

(8) 塩酸 (1 + 1)

(9) 金属類標準原液

カドミウム、鉛、六価クロム、亜鉛、アルミニウム、鉄、銅、ナトリウム及びマンガについては、別表第 3 の 1 (9) の例による。また、カルシウム及びマグネシウムについては、別表第 4 の 1 (5) の例による。

ホウ素については、ホウ酸 5.715 g をメスフラスコに採り、精製水に溶かして 1 L としたもの

これらの溶液 1 ml は、それぞれの金属を 1 mg 含む。

これらの溶液は、冷暗所に保存する。

(10) 金属類混合標準液

カドミウム、鉛、六価クロム、ホウ素、亜鉛、アルミニウム、鉄、銅、ナトリウム、マンガ、カルシウム及びマグネシウムのそれぞれ一定量の標準原液を混合して硝酸を添加後、精製水で 100 ～ 10000 倍の範囲内における任意の濃度に薄めたもの

この溶液 1 ml は、それぞれの金属を 0.0001 ～ 0.01 mg 含む。

この溶液は、冷暗所に保存する。

2 器具及び装置

(1) 誘導結合プラズマ発光分光分析装置

(2) アルゴンガス

別表第 3 の 2 (2) の例による。

3 試料の採取及び保存

別表第 3 の 3 の例による。

4 試験操作

(1) 前処理

検水 50 ～ 500 ml (検水に含まれるそれぞれの対象物質の濃度が表 2 に示す濃度範囲の上限値を超える場合には、同表に示す濃度範囲になるように精製水を加えて調製したもの) を採り、試料採取のときに加えた量を含めて硝酸の量が 5 ml となるように硝酸を加え、静かに加熱する。液量が 45 ml 以下になったら加熱をやめ、冷後、内部標準液を試験溶液の内部標準物質濃度がおおむね 0.5 ～ 50 mg/L となるよう一定量加え、更に精製水を加えて 50 ml とし、これを試験溶液とする。

ただし、濁りがある場合はろ過し、ろ液を試験溶液とする。

なお、内部標準液は、前処理の任意の段階での添加でもよい。

(2) 分析

上記 (1) で得られた試験溶液を誘導結合プラズマ発光分光分析装置に導入し、表 2 に示すそれぞれの金属の測定波長で発光強度を測定し、イットリウムに対するそれぞれの金属の発光強度比を求め、下記 5 により作成した検量線から試験溶液中のそれぞれ

の金属の濃度を求め、検水中のそれぞれの金属の濃度を算定する。

ただし、カルシウム、マグネシウム等（硬度）については、まずカルシウム及びマグネシウムの濃度を測定し、次式により濃度を算定する。

硬度（炭酸カルシウムmg/L）

$$= [\text{カルシウム (mg/L)} \times 2.497] + [\text{マグネシウム (mg/L)} \times 4.118]$$

表2 各金属の濃度範囲及び測定波長

金属類	濃度範囲 (mg/L)	測定波長 (nm)
カドミウム	0.0003 ～ 0.05	226.502、 214.438
鉛	0.001 ～ 0.1	220.353
六価クロム	0.001 ～ 0.1	267.716、 206.149
ホウ素	0.006 ～ 2	249.773、 208.893
亜鉛	0.001 ～ 2	202.546、 213.856
アルミニウム	0.001 ～ 2	396.152、 309.271
鉄	0.001 ～ 2	259.940、 238.204
銅	0.001 ～ 2	324.754、 224.700
ナトリウム	0.05 ～ 20	589.592
マンガン	0.001 ～ 0.1	257.610
カルシウム	0.05 ～ 20	422.673、 396.847、 393.366
マグネシウム	0.05 ～ 10	279.553
イットリウム※		371.029

※印は内部標準物質である。

5 検量線の作成

金属類標準原液又は金属類混合標準液をそれぞれメスフラスコ4個以上に採り、それぞれに試験溶液と同じ濃度となるように硝酸及び内部標準液を加え、更に精製水を加えて、濃度を段階的にした溶液を調製する。この場合、調製した溶液のそれぞれの金属の濃度は、表2に示す濃度範囲から算定される試験溶液の濃度範囲を超えてはならない。以下上記4(2)と同様に操作して、それぞれの金属の濃度と発光強度比との関係を求める。

6 空試験

精製水を一定量採り、以下上記4(1)及び(2)と同様に操作して試験溶液中のそれぞれの金属の濃度を求め、検量線の濃度範囲の下限値を下回ることを確認する。

求められた濃度が当該濃度範囲の下限値以上の場合は、是正処置を講じた上で上記4(1)及び(2)と同様の操作を再び行い、求められた濃度が当該濃度範囲の下限値を下回るまで操作を繰り返す。

7 連続試験を実施する場合の措置

オートサンプラーを用いて10以上の試料の試験を連続的に実施する場合には、以下に掲げる措置を講ずる。

- (1) おおむね10の試料ごとの試験終了後及び全ての試料の試験終了後に、上記5で調製した溶液の濃度のうち最も高いものから最も低いものまでの間の一定の濃度（以下この7において「調製濃度」という。）に調製した溶液について、上記4(2)に示す操作により試験を行い、算定された濃度と調製濃度との差を求める。
- (2) 上記(1)により求められた差が調製濃度の±10%の範囲を超えた場合には、是正処置を講じた上で上記(1)で行った試験の前に試験を行ったおおむね10の試料及びそれらの後に試験を行った全ての試料について再び分析を行う。その結果、上記(1)により求められた差が再び調製濃度の±10%の範囲を超えた場合には、上記4及び5の操作により試験し直す。

別表第 6

誘導結合プラズマ質量分析装置による一斉分析法

ここで対象とする項目は、カドミウム、セレン、鉛、ヒ素、六価クロム、ホウ素、亜鉛、アルミニウム、鉄、銅、ナトリウム、マンガン及びカルシウム、マグネシウム等（硬度）である。

1 試薬

(1) 精製水

測定対象成分を含まないもの

(2) 内部標準原液

表 1 に掲げる方法により調製されたもの

これらの溶液 1 ml は、それぞれの内部標準物質を 1 mg 含む。

これらの溶液は、冷暗所に保存する。

表 1 内部標準原液の調製方法

内部標準物質	調製方法
ベリリウム	硫酸ベリリウム（4 水塩）4.914 g をメスフラスコに採り、少量の精製水で溶かした後、硝酸（1 + 160）を加えて 250ml としたもの
コバルト	コバルト 0.250 g を採り、少量の硝酸（1 + 1）を加えて加熱溶解し、冷後、メスフラスコに移し、硝酸（1 + 160）を加えて 250ml としたもの
ガリウム	ガリウム 0.250 g を採り、少量の硝酸（1 + 1）を加えて加熱溶解し、冷後、メスフラスコに移し、硝酸（1 + 160）を加えて 250ml としたもの
イットリウム	酸化イットリウム（Ⅲ）0.318 g を採り、硝酸 5 ml を加えて加熱溶解し、冷後、メスフラスコに移し、精製水を加えて 250ml としたもの
インジウム	インジウム 0.250 g を採り、少量の硝酸（1 + 1）を加えて加熱溶解し、冷後、メスフラスコに移し、硝酸（1 + 160）を加えて 250ml としたもの
タリウム	硝酸タリウム（Ⅰ）0.326 g をメスフラスコに採り、少量の硝酸（1 + 1）で溶かした後、精製水を加えて 250ml としたもの

(3) 混合内部標準液

ベリリウム、コバルト、ガリウム、イットリウム、インジウム及びタリウムのうち使用する内部標準物質を選択し、それぞれ一定量の内部標準原液を混合して硝酸を添加後、精製水で 10～1000 倍の範囲内における任意の濃度に薄めたもの

この溶液 1 ml は、それぞれの内部標準物質を 0.001～0.1 mg 含む。

この溶液は、冷暗所に保存する。

(4) 硝酸

(5) 硝酸（1 + 1）

(6) 硝酸（1 + 30）

(7) 硝酸（1 + 160）

(8) 塩酸（1 + 1）

(9) 塩酸（1 + 50）

(10) 水酸化ナトリウム溶液（0.4 w / v %）

(11) 金属類標準原液

ホウ素、カルシウム及びマグネシウム以外の物質については、別表第 3 の 1 (9) の例による。

ホウ素については、別表第5の1(9)の例による。

カルシウム及びマグネシウムについては、別表第4の1(5)の例による。

これらの溶液は、冷暗所に保存する。

(12) 金属類混合標準液

カドミウム、セレン、鉛、ヒ素、六価クロム、ホウ素、亜鉛、アルミニウム、鉄、銅、ナトリウム、マンガン、カルシウム及びマグネシウムのそれぞれ一定量の標準原液を混合して硝酸を添加後、精製水で10～10000倍の範囲内における任意の濃度に薄めたもの

この溶液1mlは、それぞれの金属を0.0001～0.1mg含む。

この溶液は、冷暗所に保存する。

2 器具及び装置

(1) 誘導結合プラズマ質量分析装置

鉄の検査を行う場合は、ガス分子との衝突又は反応による多原子イオン低減化機能を有するもの

(2) アルゴンガス

別表第3の2(2)の例による。

(3) 多原子イオン低減化用ガス

必要な衝突又は反応作用が得られる種類又は組合せであるもの

3 試料の採取及び保存

別表第3の3の例による。

4 試験操作

(1) 前処理

検水（検水に含まれるそれぞれの対象物質の濃度が表2に示す濃度範囲の上限値を超える場合には、同表に示す濃度範囲になるように精製水を加えて調製したもの）を採り、試料採取のときに加えた量を含めて硝酸を検水100mlに対して1mlの割合となるように加え、静かに加熱する。液量が検水100mlに対して90mlの割合以下になったら加熱をやめ、冷後、混合内部標準液を試験溶液の内部標準物質濃度がおおむね0.005～0.5mg/Lとなるよう一定量加え、更に精製水を加えて一定量とし、これを試験溶液とする。

ただし、濁りがある場合はろ過し、ろ液を試験溶液とする。

なお、混合内部標準液は、前処理の任意の段階での添加でもよい。

(2) 分析

上記(1)で得られた試験溶液を誘導結合プラズマ質量分析装置に導入し、表2に示すそれぞれの金属の質量数及び内部標準物質の質量数のイオン強度を測定し、内部標準物質に対するそれぞれの金属のイオン強度比を求め、下記5により作成した検量線から試験溶液中のそれぞれの金属の濃度を求め、検水中のそれぞれの金属の濃度を算定する。

ただし、カルシウム、マグネシウム等（硬度）については、まずカルシウム及びマグネシウムの濃度を測定し、次式により濃度を算定する。

硬度（炭酸カルシウムmg/L）

$$= [\text{カルシウム (mg/L)} \times 2.497] + [\text{マグネシウム (mg/L)} \times 4.118]$$

表2 各金属の濃度範囲及び質量数

金属類	濃度範囲 (mg/L)	質量数
カドミウム	0.0002 ～ 0.1	111、112、114
セレン	0.0004 ～ 0.1	77、78、80、82
鉛	0.0002 ～ 0.1	208
ヒ素	0.0002 ～ 0.1	75

六価クロム	0.0002 ～ 0.1	52、53
ホウ素	0.002 ～ 2	11
亜鉛	0.001 ～ 2	64、66
アルミニウム	0.001 ～ 2	27
鉄	0.001 ～ 2	54、56
銅	0.001 ～ 2	63、65
ナトリウム	0.1 ～ 200	23
マンガン	0.0002 ～ 0.1	55
カルシウム	0.1 ～ 200	43、44
マグネシウム	0.1 ～ 200	24、25
ベリリウム ※		9
コバルト ※		59
ガリウム ※		71
イットリウム※		89
インジウム ※		115
タリウム ※		205

※印は内部標準物質である。

5 検量線の作成

金属類標準原液又は金属類混合標準液をそれぞれメスフラスコ4個以上に採り、それぞれに試験溶液と同じ割合となるように硝酸及び混合内部標準液を加え、更に精製水を加えて、濃度を段階的にした溶液を調製する。この場合、調製した溶液のそれぞれの金属の濃度は、表2に示す濃度範囲から算定される試験溶液の濃度範囲を超えてはならない。以下上記4(2)と同様に操作して、それぞれの金属の濃度とイオン強度比との関係を求める。

6 空試験

精製水を一定量採り、以下上記4(1)及び(2)と同様に操作して試験溶液中のそれぞれの金属の濃度を求め、検量線の濃度範囲の下限値を下回ることを確認する。

求められた濃度が当該濃度範囲の下限値以上の場合には、是正処置を講じた上で上記4(1)及び(2)と同様の操作を再び行い、求められた濃度が当該濃度範囲の下限値を下回るまで操作を繰り返す。

7 連続試験を実施する場合の措置

オートサンプラーを用いて10以上の試料の試験を連続的に実施する場合には、以下に掲げる措置を講ずる。

- (1) おおむね10の試料ごとの試験終了後及び全ての試料の試験終了後に、上記5で調製した溶液の濃度のうち最も高いものから最も低いものまでの間の一定の濃度（以下この7において「調製濃度」という。）に調製した溶液について、上記4(2)に示す操作により試験を行い、算定された濃度と調製濃度との差を求める。
- (2) 上記(1)により求められた差が調製濃度の±10%の範囲を超えた場合には、是正処置を講じた上で上記(1)で行った試験の前に試験を行ったおおむね10の試料及びそれらの後に試験を行った全ての試料について再び分析を行う。その結果、上記(1)により求められた差が再び調製濃度の±10%の範囲を超えた場合には、上記4及び5の操作により試験し直す。

別表第6の2

連続流れ分析—誘導結合プラズマ質量分析装置による一斉分析法

ここで対象とする項目は、カドミウム、水銀、セレン、鉛、ヒ素、六価クロム、ホウ素、亜鉛、アルミニウム、鉄、銅、ナトリウム、マンガン及びカルシウム、マグネシウム等（硬度）である。

1 試薬

(1) 精製水

別表第6の1(1)の例による。

(2) 内部標準原液

別表第6の1(2)の例による。

(3) 混合内部標準液

別表第6の1(3)の例による。

(4) 硝酸

(5) 塩酸

(6) 硝酸(1+1)

(7) 硝酸(2+15)

(8) 硝酸(1+30)

(9) 硝酸(1+160)

(10) 塩酸(1+1)

(11) 塩酸(1+50)

(12) 水酸化ナトリウム溶液(0.4w/v%)

(13) 金属類標準原液

水銀、ホウ素、カルシウム及びマグネシウム以外の物質については、別表第3の1(9)の例による。

水銀については、塩化水銀(Ⅱ) 0.135 g を硝酸(2+15) 100ml に溶かし、精製水を加えて1 L としたもの

この溶液 1 ml は、水銀 0.1 mg を含む。

ホウ素については、別表第5の1(9)の例による。

カルシウム及びマグネシウムについては、別表第4の1(5)の例による。

これらの溶液は、冷暗所に保存する。

(14) 金属類混合標準液

別表第6の1(12)の例による。

この溶液は、冷暗所に保存する。

(15) 水銀標準液

水銀標準原液を精製水で100倍に薄めた溶液 0.5 ml に硝酸 50 μ l 及び塩酸 10 μ l を加え、更に精製水を加えて 50 ml としたもの

この溶液 1 ml は、水銀 0.00001 mg を含む。

この溶液は、使用の都度調製する。

(16) その他

装置に必要な試薬を調製する。

2 器具及び装置

(1) 連続流れ分析装置

試料導入部、ポンプ、チューブ、加温部及び加圧部、ホモジナイザー、ミキサー等を組み合わせたもので、試料の採取及び前処理が可能なものであって、試料導入から分析装置までの試料の流れが閉鎖的かつ連続的に行われる機能を有するもの

加温部は100℃以上で40分以上保持できるもの

加圧部は0.11MPa以上の圧力が設定できるもの

(2) 誘導結合プラズマ質量分析装置

ガス分子との衝突又は反応による多原子イオン低減化機能を有するもの

(3) アルゴンガス

別表第3の2(2)の例による。

(4) 多原子イオン低減化用ガス

別表第6の2(3)の例による。

3 試料の採取及び保存

別表第3の3の例による。

4 試験操作

(1) 前処理

検水（検水に含まれるそれぞれの対象物質の濃度が表1に示す濃度範囲の上限値を超える場合には、同表に示す濃度範囲になるように精製水を加えて調製したもの）を採り、試料採取のときに加えた量を含めて硝酸を検水100mlに対して1mlの割合となるように加えた後、塩酸を検水100mlに対して0.2mlの割合となるように加え、連続流れ分析装置に導入し、沸騰しないように圧力（例えば0.11MPa～0.15MPa程度）をかけて、100℃以上の温度を40分間以上保持する。冷後、混合内部標準液を試験溶液の内部標準物質濃度がおおむね0.005～0.5mg/Lとなるよう一定量加えたものを試験溶液とする。

ただし、濁りがある場合は、ホモジナイザー、ミキサー等で懸濁物質を破碎し、均一にさせたものを連続流れ分析装置に導入する。

なお、混合内部標準液は、前処理の任意の段階での添加でもよい。

(2) 分析

上記(1)で得られた試験溶液を誘導結合プラズマ質量分析装置に導入し、表1に示すそれぞれの金属の質量数及び内部標準物質の質量数のイオン強度を測定し、内部標準物質に対するそれぞれの金属のイオン強度比を求め、下記5により作成した検量線から上記(1)で加えた硝酸、塩酸及び内部標準液の量による補正を加えて、試験溶液中のそれぞれの金属の濃度を求め、検水中のそれぞれの金属の濃度を算定する。

ただし、カルシウム、マグネシウム等（硬度）については、まずカルシウム及びマグネシウムの濃度を測定し、次式により濃度を算定する。

硬度（炭酸カルシウムmg/L）

$$= [\text{カルシウム (mg/L)} \times 2.497] + [\text{マグネシウム (mg/L)} \times 4.118]$$

表1 各金属の濃度範囲及び質量数

金 属 類	濃度範囲 (mg/L)	質 量 数
カドミウム	0.0002 ～0.006	111、112、114
水銀	0.00003～0.001	198、199、200、201、202
セレン	0.0005 ～ 0.02	77、78
鉛	0.0005 ～ 0.02	208
ヒ素	0.0005 ～ 0.02	75
六価クロム	0.001 ～ 0.04	52、53
ホウ素	0.05 ～ 2	11
亜鉛	0.05 ～ 2	64、66
アルミニウム	0.005 ～ 0.4	27
鉄	0.02 ～ 0.6	54、56

銅	0.05 ～ 2	63、65
ナトリウム	1 ～ 40	23
マンガン	0.0005 ～ 0.1	55
カルシウム	1 ～ 40	43、44
マグネシウム	1 ～ 40	24、25
ベリリウム ※		9
コバルト ※		59
ガリウム ※		71
イットリウム ※		89
インジウム ※		115
タリウム ※		205

※印は内部標準物質である。

5 検量線の作成

金属類標準原液又は金属類混合標準液をそれぞれメスフラスコ4個以上に採り、それぞれに水銀標準液を加え、次いで試験溶液と同じ割合となるように硝酸、塩酸及び混合内部標準液を加え、更に精製水を加えて、濃度を段階的にした溶液を調製する。この場合、調製した溶液のそれぞれの金属の濃度は、表1に示す濃度範囲から算定される試験溶液の濃度範囲を超えてはならない。以下上記4(1)及び(2)と同様に操作して、それぞれの金属の濃度とイオン強度比との関係を求める。

6 空試験

精製水を一定量採り、以下上記4(1)及び(2)と同様に操作して試験溶液中のそれぞれの金属の濃度を求め、検量線の濃度範囲の下限値を下回ることを確認する。

求められた濃度が当該濃度範囲の下限値以上の場合は、是正処置を講じた上で上記4(1)及び(2)と同様の操作を再び行い、求められた濃度が当該濃度範囲の下限値を下回るまで操作を繰り返す。

7 連続試験を実施する場合の措置

オートサンプラーを用いて10以上の試料の試験を連続的に実施する場合には、以下に掲げる措置を講ずる。

- (1) おおむね10の試料ごとの試験終了後及び全ての試料の試験終了後に、上記5で調製した溶液の濃度のうち最も高いものから最も低いものまでの間の一定の濃度（以下この7において「調製濃度」という。）に調製した溶液について、上記4(2)に示す操作により試験を行い、算定された濃度と調製濃度との差を求める。
- (2) 上記(1)により求められた差が調製濃度の±10%の範囲を超えた場合には、是正処置を講じた上で上記(1)で行った試験の前に試験を行ったおおむね10の試料及びそれらの後に試験を行った全ての試料について再び分析を行う。その結果、上記(1)により求められた差が再び調製濃度の±10%の範囲を超えた場合には、上記4及び5の操作により試験し直す。

別表第7

還元気化一原子吸光光度法

ここで対象とする項目は、水銀である。

1 試薬

- (1) 精製水
測定対象成分を含まないもの
- (2) 硝酸
- (3) 過マンガン酸カリウム溶液

過マンガン酸カリウム50 gを精製水に溶かして1 Lとし、ろ過したもの

(4) 塩酸ヒドロキシルアミン溶液

(5) 硫酸

(6) 窒素ガス

測定対象成分を含まないもの

(7) 塩化スズ(Ⅱ)溶液

塩化スズ(Ⅱ)(2水塩)10 gを精製水60mlに加え、更に硫酸3～6 mlを加えて加熱溶解させ、冷後、精製水を加えて100mlとしたもの

なお、精製の必要がある場合には、冷後、窒素ガスを通気する。

この溶液は、褐色瓶に入れて保存する。ただし、着色したものや濁りのあるものは使用してはならない。

(8) 硝酸(2+15)

(9) 水銀標準原液

塩化水銀(Ⅱ)0.135 gを硝酸(2+15)100mlに溶かし、精製水を加えて1 Lとしたもの

この溶液1 mlは、水銀0.1mgを含む。

この溶液は、冷暗所に保存する。

(10) 水銀標準液

水銀標準原液を精製水で100倍に薄めた溶液0.5mlに硝酸50μlを加え、更に精製水を加えて50mlとしたもの

この溶液1 mlは、水銀0.00001mgを含む。

この溶液は、使用の都度調製する。

2 器具及び装置

(1) 分解容器

(2) 原子吸光光度計及び水銀中空陰極ランプ又は水銀測定装置

(3) 吸収セル

長さ100～300mmの金属製以外の円筒で、両端に石英ガラス窓を装着したもの

3 試料の採取及び保存

試料は、硝酸及び精製水で洗浄したガラス瓶又はポリエチレン瓶に採取し、試料1 Lにつき硝酸10mlを加えて、速やかに試験する。速やかに試験できない場合は、冷暗所に保存し、2週間以内に試験する。

4 試験操作

(1) 前処理

検水(検水に含まれる水銀の濃度が0.0005mg/Lを超える場合には、0.00005～0.0005mg/Lとなるように精製水を加えて調製したもの)を分解容器に採り、硫酸及び硝酸を検水20mlに対してそれぞれ1 ml及び0.5mlの割合で加えて混合する。

なお、硫酸及び硝酸はあらかじめ精製水で希釈したものをを用いることができる。

次に、過マンガン酸カリウム溶液を検水20mlに対して2 mlの割合で加えて振り混ぜ、分解容器を約95℃で2時間加熱する。冷後、塩酸ヒドロキシルアミン溶液を検水20mlに対して塩酸ヒドロキシルアミンとして0.08 gの割合で加えて振り混ぜ、必要に応じて精製水を加えて一定量とし、これを試験溶液とする。

(2) 分析

上記(1)で得られた試験溶液から分析に必要な量を採り、これに塩化スズ(Ⅱ)溶液を試験溶液25mlに対して約1 mlの割合で加え、直ちに通気装置に連結して波長253.7nmで吸光度を測定し、下記5により作成した検量線から試験溶液中の水銀の濃度を求め、検水中の水銀の濃度を算定する。

5 検量線の作成

水銀標準液を分解容器 4 個以上に採り、それぞれに精製水を加えて、濃度を段階的にした溶液を調製する。この場合、調製した溶液の水銀の濃度は、上記 4 (1) に示す検水の濃度範囲を超えてはならない。以下上記 4 (1) 及び(2)と同様に操作して、水銀の濃度と吸光度との関係を求める。

6 空試験

精製水を一定量採り、以下上記 4 (1) 及び(2)と同様に操作して試験溶液中の水銀の濃度を求め、検量線の濃度範囲の下限値を下回ることを確認する。

求められた濃度が当該濃度範囲の下限値以上の場合は、是正処置を講じた上で上記 4 (1) 及び(2)と同様の操作を再び行い、求められた濃度が当該濃度範囲の下限値を下回るまで操作を繰り返す。

7 連続試験を実施する場合の措置

オートサンプラーを用いて10以上の試料の試験を連続的に実施する場合には、以下に掲げる措置を講ずる。

- (1) おおむね10の試料ごとの試験終了後及び全ての試料の試験終了後に、上記 5 で調製した溶液の濃度のうち最も高いものから最も低いものまでの間の一定の濃度（以下この 7 において「調製濃度」という。）に調製した溶液について、上記 4 (1) 及び(2)に示す操作により試験を行い、算定された濃度と調製濃度との差を求める。
- (2) 上記(1)により求められた差が調製濃度の $\pm 10\%$ の範囲を超えた場合には、是正処置を講じた上で上記(1)で行った試験の前に試験を行ったおおむね10の試料及びそれらの後に試験を行った全ての試料について再び分析を行う。その結果、上記(1)により求められた差が再び調製濃度の $\pm 10\%$ の範囲を超えた場合には、上記 4 及び 5 の操作により試験し直す。

別表第 8

水素化物発生—原子吸光光度法

ここで対象とする項目は、セレンである。

1 試薬

(1) 精製水

測定対象成分を含まないもの

(2) 硝酸

(3) 塩酸（1 + 1）

(4) 塩酸（2 + 3）

(5) 水酸化ナトリウム

(6) 水素化ホウ素ナトリウム溶液

水素化ホウ素ナトリウム 5 g、水酸化ナトリウム 2.5 g を精製水に溶かして 500ml としたもの

(7) 硝酸（1 + 160）

(8) セレン標準原液

別表第 3 の 1 (9) の例による。

(9) セレン標準液

別表第 3 の 1 (10) の例による。

この溶液 1 ml は、セレン 0.001mg を含む。

2 器具及び装置

(1) 水素化物発生装置

(2) 原子吸光光度計及びセレン中空陰極ランプ

(3) アルゴンガス

別表第 3 の 2 (2) の例による。

(4) 加熱吸収セル

3 試料の採取及び保存

別表第3の3の例による。

4 試験操作

(1) 前処理

検水20～100ml（検水に含まれるセレンの濃度が0.01mg/Lを超える場合には、0.0001～0.01mg/Lとなるように精製水を加えて調製したもの）を採り、塩酸（1 + 1）4mlを加え、静かに加熱する。液量が20ml以下になったら加熱をやめ、冷後、精製水を加えて20mlとし、これを試験溶液とする。

ただし、濁りがある場合はろ過し、ろ液を試験溶液とする。

(2) 分析

水素化物発生装置にアルゴンガスを流しながら、試験溶液、塩酸（2 + 3）及び水素化ホウ素ナトリウム溶液を連続的に装置内に導入し、水素化物を発生させる。発生した水素化物を加熱吸収セル—原子吸光光度計に導入し、波長196.0nmで吸光度を測定し、下記5により作成した検量線から試験溶液中のセレンの濃度を求め、検水中のセレンの濃度を算定する。

5 検量線の作成

セレン標準液をメスフラスコ4個以上に採り、それぞれに試験溶液と同じ割合となるように塩酸（1 + 1）を加え、更に精製水を加えて、濃度を段階的にした溶液を調製する。この場合、調製した溶液のセレンの濃度は、上記4(1)に示す検水の濃度範囲から算定される試験溶液の濃度範囲を超えてはならない。以下上記4(2)と同様に操作して、セレンの濃度と吸光度との関係を求める。

6 空試験

精製水を一定量採り、以下上記4(1)及び(2)と同様に操作して試験溶液中のセレンの濃度を求め、検量線の濃度範囲の下限値を下回ることを確認する。

求められた濃度が当該濃度範囲の下限値以上の場合は、是正処置を講じた上で上記4(1)及び(2)と同様の操作を再び行い、求められた濃度が当該濃度範囲の下限値を下回るまで操作を繰り返す。

7 連続試験を実施する場合の措置

オートサンプラーを用いて10以上の試料の試験を連続的に実施する場合には、以下に掲げる措置を講ずる。

(1) おおむね10の試料ごとの試験終了後及び全ての試料の試験終了後に、上記5で調製した溶液の濃度のうち最も高いものから最も低いものまでの間の一定の濃度（以下この7において「調製濃度」という。）に調製した溶液について、上記4(2)に示す操作により試験を行い、算定された濃度と調製濃度との差を求める。

(2) 上記(1)により求められた差が調製濃度の±10%の範囲を超えた場合には、是正処置を講じた上で上記(1)で行った試験の前に試験を行ったおおむね10の試料及びそれらの後に試験を行った全ての試料について再び分析を行う。その結果、上記(1)により求められた差が再び調製濃度の±10%の範囲を超えた場合には、上記4及び5の操作により試験し直す。

別表第9

水素化物発生—誘導結合プラズマ発光分光分析法

ここで対象とする項目は、セレンである。

1 試薬

(1) 精製水

別表第8の1(1)の例による。

(2) 硝酸

(3) 塩酸（1 + 1）

- (4) 塩酸（2 + 3）
- (5) 水酸化ナトリウム
- (6) 水素化ホウ素ナトリウム溶液
別表第8の1(6)の例による。
- (7) 硝酸（1 + 160）
- (8) セレン標準原液
別表第3の1(9)の例による。
- (9) セレン標準液
別表第3の1(10)の例による。
この溶液 1 ml は、セレン 0.001 mg を含む。

2 器具及び装置

- (1) 水素化物発生装置
- (2) 誘導結合プラズマ発光分光分析装置
- (3) アルゴンガス
別表第3の2(2)の例による。

3 試料の採取及び保存

別表第3の3の例による。

4 試験操作

- (1) 前処理
別表第8の4(1)の例による。
- (2) 分析

水素化物発生装置にアルゴンガスを流しながら、試験溶液、塩酸（2 + 3）及び水素化ホウ素ナトリウム溶液を連続的に装置内に導入し、水素化物を発生させる。発生した水素化物を誘導結合プラズマ発光分光分析装置のプラズマトーチに導入し、波長 196.026 nm 又は 196.090 nm で発光強度を測定し、下記 5 により作成した検量線から試験溶液中のセレンの濃度を求め、検水中のセレンの濃度を算定する。

5 検量線の作成

セレン標準液をメスフラスコ 4 個以上に採り、それぞれに試験溶液と同じ割合となるように塩酸（1 + 1）を加え、更に精製水を加えて、濃度を段階的にした溶液を調製する。この場合、調製した溶液のセレンの濃度は、上記 4 (1) に示す検水の濃度範囲から算定される試験溶液の濃度範囲を超えてはならない。以下上記 4 (2) と同様に操作して、セレンの濃度と発光強度との関係を求める。

6 空試験

精製水を一定量採り、以下上記 4 (1) 及び (2) と同様に操作して試験溶液中のセレンの濃度を求め、検量線の濃度範囲の下限値を下回ることを確認する。

求められた濃度が当該濃度範囲の下限値以上の場合は、是正処置を講じた上で上記 4 (1) 及び (2) と同様の操作を再び行い、求められた濃度が当該濃度範囲の下限値を下回るまで操作を繰り返す。

7 連続試験を実施する場合の措置

オートサンプラーを用いて 10 以上の試料の試験を連続的に実施する場合には、以下に掲げる措置を講ずる。

- (1) おおむね 10 の試料ごとの試験終了後及び全ての試料の試験終了後に、上記 5 で調製した溶液の濃度のうち最も高いものから最も低いものまでの間の一定の濃度（以下この 7 において「調製濃度」という。）に調製した溶液について、上記 4 (2) に示す操作により試験を行い、算定された濃度と調製濃度との差を求める。
- (2) 上記 (1) により求められた差が調製濃度の ± 10 % の範囲を超えた場合には、是正処置を講じた上で上記 (1) で行った試験の前に試験を行ったおおむね 10 の試料及びそれら

の後に試験を行った全ての試料について再び分析を行う。その結果、上記(1)により求められた差が再び調製濃度の±10%の範囲を超えた場合には、上記4及び5の操作により試験し直す。

別表第10

水素化物発生—原子吸光光度法

ここで対象とする項目は、ヒ素である。

1 試薬

(1) 精製水

測定対象成分を含まないもの

(2) 硝酸

(3) 硫酸 (1 + 1)

(4) 過マンガン酸カリウム溶液 (3 w / v %)

(5) 塩酸 (1 + 1)

(6) ヨウ化カリウム溶液 (20 w / v %)

(7) 塩酸 (2 + 3)

(8) 水酸化ナトリウム

(9) 水素化ホウ素ナトリウム溶液

別表第8の1(6)の例による。

(10) 水酸化ナトリウム溶液 (0.4 w / v %)

(11) 塩酸 (1 + 50)

(12) ヒ素標準原液

別表第3の1(9)の例による。

(13) ヒ素標準液

別表第3の1(10)の例による。

この溶液 1 ml は、ヒ素 0.001 mg を含む。

2 器具及び装置

(1) 水素化物発生装置

(2) 原子吸光光度計及びヒ素中空陰極ランプ

(3) アルゴンガス

別表第3の2(2)の例による。

(4) 加熱吸収セル

3 試料の採取及び保存

別表第3の3の例による。

4 試験操作

(1) 前処理

検水 20～100 ml (検水に含まれるヒ素の濃度が 0.01 mg / L を超える場合には、0.0001～0.01 mg / L になるように精製水を加えて調製したもの) を採り、硝酸 4 ml、硫酸 (1 + 1) 2 ml 及び過マンガン酸カリウム溶液 (3 w / v %) 1 滴をそれぞれ加えた後、時計皿をかぶせて加熱する。加熱中に過マンガン酸カリウムの色が消えた後、更に過マンガン酸カリウム溶液 (3 w / v %) 1 滴を加える。硫酸の白煙を確認してから乾固しない程度まで加熱操作を続ける。冷後、塩酸 (1 + 1) 4 ml 及びヨウ化カリウム溶液 (20 w / v %) 2 ml を加え、更に精製水を加えて 20 ml とし、これを試験溶液とする。

ただし、濁りがある場合はろ過し、ろ液を試験溶液とする。

(2) 分析

水素化物発生装置にアルゴンガスを流しながら、試験溶液、塩酸 (2 + 3)、水素化ホウ素ナトリウム溶液を連続的に装置内に導入し、水素化物を発生させる。発生し

た水素化物を加熱吸収セル—原子吸光光度計に導入し、波長193.7nmで吸光度を測定し、下記5により作成した検量線から試験溶液中のヒ素の濃度を求め、検水中のヒ素の濃度を算定する。

5 検量線の作成

ヒ素標準液をメスフラスコ4個以上に採り、それぞれに試験溶液と同じ割合となるように塩酸（1＋1）及びヨウ化カリウム溶液（20w／v％）を加え、更に精製水を加えて、濃度を段階的にした溶液を調製する。この場合、調製した溶液のヒ素の濃度は、上記4（1）に示す検水の濃度範囲から算定される試験溶液の濃度範囲を超えてはならない。以下上記4（2）と同様に操作して、ヒ素の濃度と吸光度との関係を求める。

6 空試験

精製水を一定量採り、以下上記4（1）及び（2）と同様に操作して試験溶液中のヒ素の濃度を求め、検量線の濃度範囲の下限値を下回ることを確認する。

求められた濃度が当該濃度範囲の下限値以上の場合は、是正処置を講じた上で上記4（1）及び（2）と同様の操作を再び行い、求められた濃度が当該濃度範囲の下限値を下回るまで操作を繰り返す。

7 連続試験を実施する場合の措置

オートサンプラーを用いて10以上の試料の試験を連続的に実施する場合には、以下に掲げる措置を講ずる。

- （1） おおむね10の試料ごとの試験終了後及び全ての試料の試験終了後に、上記5で調製した溶液の濃度のうち最も高いものから最も低いものまでの間の一定の濃度（以下この7において「調製濃度」という。）に調製した溶液について、上記4（2）に示す操作により試験を行い、算定された濃度と調製濃度との差を求める。
- （2） 上記（1）により求められた差が調製濃度の±10％の範囲を超えた場合には、是正処置を講じた上で上記（1）で行った試験の前に試験を行ったおおむね10の試料及びそれらの後に試験を行った全ての試料について再び分析を行う。その結果、上記（1）により求められた差が再び調製濃度の±10％の範囲を超えた場合には、上記4及び5の操作により試験し直す。

別表第11

水素化物発生—誘導結合プラズマ発光分光分析法

ここで対象とする項目は、ヒ素である。

1 試薬

- （1） 精製水
別表10の1（1）の例による。
- （2） 硝酸
- （3） 硫酸（1＋1）
- （4） 過マンガン酸カリウム溶液（3w／v％）
- （5） 塩酸（1＋1）
- （6） ヨウ化カリウム溶液（20w／v％）
- （7） 塩酸（2＋3）
- （8） 水酸化ナトリウム
- （9） 水素化ホウ素ナトリウム溶液
別表第8の1（6）の例による。
- （10） 水酸化ナトリウム溶液（0.4w／v％）
- （11） 塩酸（1＋50）
- （12） ヒ素標準原液
別表第3の1（9）の例による。
- （13） ヒ素標準液

別表第3の1(10)の例による。

この溶液 1 mlは、ヒ素0.001mgを含む。

2 器具及び装置

別表第9の2の例による。

3 試料の採取及び保存

別表第3の3の例による。

4 試験操作

(1) 前処理

別表第10の4(1)の例による。

(2) 分析

水素化物発生装置にアルゴンガスを流しながら、試験溶液、塩酸（2 + 3）及び水素化ホウ素ナトリウム溶液を連続的に装置内に導入し、水素化物を発生させる。発生した水素化物を誘導結合プラズマ発光分光分析装置のプラズマトーチに導入し、波長188.979nm又は189.042nmで発光強度を測定し、下記5により作成した検量線から試験溶液中のヒ素の濃度を求め、検水中のヒ素の濃度を算定する。

5 検量線の作成

ヒ素標準液をメスフラスコ4個以上に採り、それぞれに試験溶液と同じ割合となるように塩酸（1 + 1）及びヨウ化カリウム溶液（20 w / v %）を加え、更に精製水を加えて、濃度を段階的にした溶液を調製する。この場合、調製した溶液のヒ素の濃度は、上記4(1)に示す検水の濃度範囲から算定される試験溶液の濃度範囲を超えてはならない。以下上記4(2)と同様に操作して、ヒ素の濃度と発光強度との関係を求める。

6 空試験

精製水を一定量採り、以下上記4(1)及び(2)と同様に操作して試験溶液中のヒ素の濃度を求め、検量線の濃度範囲の下限値を下回ることを確認する。

求められた濃度が当該濃度範囲の下限値以上の場合は、是正処置を講じた上で上記4(1)及び(2)と同様の操作を再び行い、求められた濃度が当該濃度範囲の下限値を下回るまで操作を繰り返す。

7 連続試験を実施する場合の措置

オートサンプラーを用いて10以上の試料の試験を連続的に実施する場合には、以下に掲げる措置を講ずる。

(1) おおむね10の試料ごとの試験終了後及び全ての試料の試験終了後に、上記5で調製した溶液の濃度のうち最も高いものから最も低いものまでの間の一定の濃度（以下この7において「調製濃度」という。）に調製した溶液について、上記4(2)に示す操作により試験を行い、算定された濃度と調製濃度との差を求める。

(2) 上記(1)により求められた差が調製濃度の±10%の範囲を超えた場合には、是正処置を講じた上で上記(1)で行った試験の前に試験を行ったおおむね10の試料及びそれらの後に試験を行った全ての試料について再び分析を行う。その結果、上記(1)により求められた差が再び調製濃度の±10%の範囲を超えた場合には、上記4及び5の操作により試験し直す。

別表第12

イオンクロマトグラフーポストカラム吸光光度法

ここで対象とする項目は、シアン化物イオン及び塩化シアンである。

1 試薬

(1) 精製水

測定対象成分を含まないもの

(2) リン酸緩衝液（1 mol / L）

リン酸二水素ナトリウム（2水塩）15.6 gを精製水に溶かし、リン酸6.8mlを加え、

- 更に精製水を加えて100mlとしたもの
- (3) リン酸緩衝液 (0.01mol/L)
リン酸緩衝液 (1 mol/L) 10mlに精製水を加えて 1 Lとしたもの
- (4) 溶離液
測定対象成分が分離できるもの
- (5) リン酸緩衝液 (塩素化液用)
リン酸二水素カリウム3.40 g を精製水に溶かして250mlとし、別にリン酸一水素ナトリウム14.20 g を精製水に溶かして 1 Lとし、両液を合わせたもの
- (6) 塩素化液
クロラミンT [p-トルエンスルホンクロロアミドナトリウム (3 水塩)] 0.1 g をリン酸緩衝液 (塩素化液用) に溶かして100mlとしたもの
この溶液は、使用の都度調製する。
- (7) エチルアルコール (99.5v/v%)
測定対象成分を含まないもの
- (8) N, N-ジメチルホルムアミド
測定対象成分を含まないもの
- (9) エチルアルコール-水溶媒発色液
1-フェニル-3-メチル-5-ピラゾロン 1.0 g をエチルアルコール 75ml に溶かし、別に 4-ピリジンカルボン酸ナトリウム 2.8 g を精製水約 150ml に溶かし、両液を合わせ、精製水を加えて 250ml としたもの
なお、この溶液は、10℃以下の冷暗所で保存し、20日以上を経過したものは使用してはならない。
- (10) N, N-ジメチルホルムアミド-水溶媒発色液
1-フェニル-3-メチル-5-ピラゾロン1.25 g をN, N-ジメチルホルムアミド75mlに溶かし、別に 4-ピリジンカルボン酸ナトリウム3.5 g を精製水約150mlに溶かし、両液を合わせ、精製水を加えて250mlとしたもの
この溶液は、10℃以下の冷暗所で保存し、20日以上を経過したものは使用してはならない。
- (11) 次亜塩素酸ナトリウム溶液 (有効塩素0.05%)
次亜塩素酸ナトリウム溶液を一定量採り、精製水を加えて20×C (Cは有効塩素濃度%) 倍に薄めたもの
この溶液は、使用の都度調製する。
- (12) クロラミンT溶液 (1.25w/v%)
クロラミンT [p-トルエンスルホンクロロアミドナトリウム (3 水塩)] 0.125 g を精製水に溶かして10mlとしたもの
この溶液は、使用の都度調製する。
- (13) 水酸化ナトリウム (4 w/v%)
- (14) アセトン
測定対象成分を含まないもの
- (15) p-ジメチルアミノベンジリデンローダニン溶液
p-ジメチルアミノベンジリデンローダニン [5- (4-ジメチルアミノベンジリデン) -2-チオキソ-4-チアゾリジノン] 0.02 g をアセトンに溶かして100mlとしたもの
- (16) 塩化ナトリウム溶液 (0.1mol/L)
塩化ナトリウム5.844 g を精製水に溶かして 1 Lとしたもの
- (17) 硝酸銀溶液 (5 w/v%)
- (18) クロム酸カリウム溶液

クロム酸カリウム50 gを精製水200mlに溶かし、わずかに赤褐色の沈澱が生じるまで硝酸銀溶液（5 w／v %）を加え、ろ過した溶液に精製水を加えて1 Lとしたもの

(19) 硝酸銀溶液（0.1mol／L）

硝酸銀17 gを精製水に溶かして1 Lとしたもの

この溶液は、褐色瓶に入れて冷暗所に保存する。

なお、次の操作により硝酸銀溶液（0.1mol／L）のファクター(f)を求める。

塩化ナトリウム溶液（0.1mol／L）25mlを白磁皿に採り、クロム酸カリウム溶液約0.2mlを指示薬として加え、硝酸銀溶液（0.1mol／L）を用いて淡黄褐色が消えずに残るまで滴定する。別に、同様に操作して精製水について試験を行い、補正した硝酸銀溶液（0.1mol／L）のml数 a から次式によりファクターを算定する。

$$\text{ファクター}(f) = 25 / a$$

(20) 亜硫酸水素ナトリウム溶液（1 w／v %）

(21) シアン化物イオン標準原液

シアン化カリウム0.502 gを精製水に溶かして200mlとしたもの

なお、標準液の調製の都度、次に定める方法により、その含有するシアン化物イオンの濃度を測定する。

この溶液100mlを採り、水酸化ナトリウム溶液（4 w／v %）0.5mlを加えた後、p-ジメチルアミノベンジリデンローダニン溶液0.5mlを指示薬として加え、硝酸銀溶液（0.1mol／L）を用いて液が赤色を呈するまで滴定し、これに要した硝酸銀溶液（0.1mol／L）のml数 b から、次式により溶液に含まれるシアン化物イオンの濃度（mg／ml）を算定する。

$$\text{シアン化物イオン (mg/ml)} = 5.204 \times b \times f / 100$$

この式において、f は硝酸銀溶液（0.1mol／L）のファクターを表す。

この溶液は、褐色瓶に入れて冷暗所に保存する。

(22) シアン化物イオン標準液（10mg／L）

シアン化物イオンとして0.5mgに相当するシアン化物イオン標準原液に精製水を加えて50mlとしたもの

なお、この溶液は冷却が必要であり、試薬調製時に液温が上がらないように注意する。

この溶液 1 mlは、シアン化物イオン0.01mgを含む。

この溶液は、使用の都度調製する。

(23) シアン化物イオン標準液（0.2mg／L）

シアン化物イオン標準液（10mg／L）1 ml にリン酸緩衝液（1 mol／L）0.5mlを加え、更に精製水を加えて50mlとしたもの

なお、この溶液は冷却が必要であり、試薬調製時に液温が上がらないように注意する。

この溶液 1 ml は、シアン化物イオン 0.0002mg を含む。

この溶液は、使用の都度調製する。

(24) 塩化シアン標準液

あらかじめ冷却したリン酸緩衝液（0.01mol／L）約20mlをメスフラスコに入れ、次いで次亜塩素酸ナトリウム溶液（有効塩素0.05%）1 ml又はクロラミンT溶液（1.25 w／v %）0.25mlを加え、更にシアン化物イオン標準液（0.2mg／L）25mlを加えた後、リン酸緩衝液（0.01mol／L）を加えて50mlとし、1時間以上冷所で静置し、反応させたもの

なお、この溶液は冷却が必要であり、試薬調製時に液温が上がらないように注意する。

この溶液 1 mlは、シアン化物イオンに換算して0.0001mgを含む。

この溶液は、使用の都度調製し、速やかに使用する。

(25) シアン混合標準液

あらかじめ冷却したリン酸緩衝液 (0.01mol/L) 約 45ml をメスフラスコに入れ、次いで次亜塩素酸ナトリウム溶液 (有効塩素 0.05%) 1 ml 又はクロラミンT溶液 ($1.25\text{w/v}\%$) 0.25ml を加えて混合し、更にシアン化物イオン標準液 (10mg/L) 0.5ml を加えて混合し、1時間以上冷所で静置し、反応させた後、亜硫酸水素ナトリウム溶液 ($1\text{w/v}\%$) 0.25ml を加えて十分に混合し、シアン化物イオン標準液 (10mg/L) 0.5ml を加え、更にリン酸緩衝液 (0.01mol/L) を加えて 50ml としたもの

なお、この溶液は冷却が必要であり、試薬調製時に液温が上がらないように注意する。

この溶液 1 ml は、シアン化物イオン及び塩化シアンをシアン化物イオンに換算してそれぞれ 0.0001mg 含む。

この溶液は、使用の都度調製し、速やかに使用する。

2 器具及び装置

(1) メンブランフィルターろ過装置

孔径約 $0.2\mu\text{m}$ のメンブランフィルターを備えたもの

(2) イオンクロマトグラフ

ア 分離カラム

内径 4 ～ 9 mm、長さ 5 ～ 25 cm のもので、多孔性のポリマー基材に $-\text{SO}_3\text{H}$ をイオン交換基として 2 ～ 4 meq/g 被覆したもの又はこれと同等以上の分離性能を有するもの

イ 反応部

分離カラムで分離された液と塩素化液、上記 1 の (9) 又は (10) のいずれかの発色液が別々に混合できるもので、反応温度等が対象物質の最適反応条件に設定できるもの

例えば、塩素化液を毎分 0.5ml の流量で注入して 40°C で反応させた後、発色液を毎分 0.4ml の流量で注入して 100°C で反応させることができるもの

また、反応部は、塩素化液又は発色液に侵されない材質のもの

ウ 可視吸収検出器

波長 636nm 付近に設定したもの

3 試料の採取及び保存

試料は、精製水で洗浄したガラス瓶又はポリエチレン瓶に採取し、試料 100ml につきリン酸緩衝液 (1mol/L) 1 ml を加えた後、満水にして直ちに密栓し、冷蔵して速やかに試験する。速やかに試験できない場合は、冷蔵保存し、24時間以内に試験する。

4 試験操作

(1) 前処理

検水 (検水に含まれるそれぞれの対象物質の濃度が 0.1mg/L を超える場合には、 $0.001\sim 0.1\text{mg/L}$ となるように精製水を加えて調製したもの) をメンブランフィルターろ過装置でろ過し、初めのろ液約 10ml は捨て、次のろ液を試験溶液とする。

(2) 分析

上記 (1) で得られた試験溶液の一定量をイオンクロマトグラフに注入し、シアン化物イオンと塩化シアンのピーク高さ又はピーク面積を求め、下記 5 により作成した検量線から試験溶液中のシアン化物イオンと塩化シアンの濃度を求め、この濃度に上記 3 で加えたリン酸緩衝液 (1mol/L) の量による補正を加え、検水中のシアン化物イオンと塩化シアンの濃度を算定する。

シアン化物イオンの濃度と塩化シアンの濃度を合計してシアンとしての濃度を算定

する。

5 検量線の作成

次のいずれかの方法により行う。

(1) シアン化物イオン標準液及び塩化シアン標準液を用いる方法

あらかじめ冷却したリン酸緩衝液 (0.01mol/L) を4個以上のメスフラスコに採り、シアン化物イオン標準液 (0.2mg/L) を加え、それぞれにリン酸緩衝液 (0.01mol/L) を加えて、濃度を段階的にした溶液を調製する。この場合、調製した溶液のシアン化物イオンの濃度は、上記4(1)に示す検水の濃度範囲を超えてはならない。以下速やかに上記4(2)と同様に操作して、シアン化物イオンの濃度とピーク高さ又はピーク面積との関係を求める。

別に、あらかじめ冷却したリン酸緩衝液 (0.01mol/L) を4個以上のメスフラスコに採り、塩化シアン標準液を加え、それぞれにリン酸緩衝液 (0.01mol/L) を加えて、濃度を段階的にした溶液を調製する。この場合、調製した溶液の塩化シアンの濃度は、上記4(1)に示す検水の濃度範囲を超えてはならない。以下速やかに上記4(2)と同様に操作して、塩化シアンの濃度とピーク高さ又はピーク面積との関係を求める。

(2) シアン混合標準液を用いる方法

あらかじめ冷却したリン酸緩衝液 (0.01mol/L) を4個以上のメスフラスコに採り、シアン混合標準液を加え、それぞれにリン酸緩衝液 (0.01mol/L) を加えて、濃度を段階的にした溶液を調製する。この場合、調製した溶液のシアン化物イオン及び塩化シアンのそれぞれの濃度は、上記4(1)に示す検水の濃度範囲を超えてはならない。以下速やかに上記4(2)と同様に操作して、シアン化物イオン及び塩化シアンのそれぞれの濃度とピーク高さ又はピーク面積との関係を求める。

6 空試験

精製水を一定量採り、100mlにつきリン酸緩衝液 (1mol/L) 1mlを加え、以下上記4(1)及び(2)と同様に操作して試験溶液中のシアン化物イオンと塩化シアンの濃度を求め、検量線の濃度範囲の下限値を下回ることを確認する。

求められた濃度が当該濃度範囲の下限値以上の場合は、是正処置を講じた上で上記4(1)及び(2)と同様の操作を再び行い、求められた濃度が当該濃度範囲の下限値を下回るまで操作を繰り返す。

7 連続試験を実施する場合の措置

オートサンプラーを用いて10以上の試料の試験を連続的に実施する場合には、以下に掲げる措置を講ずる。

(1) おおむね10の試料ごとの試験終了後及び全ての試料の試験終了後に、上記5で調製した溶液の濃度のうち最も高いものから最も低いものまでの間の一定の濃度（以下この7において「調製濃度」という。）に調製した溶液について、上記4(2)に示す操作により試験を行い、算定された濃度と調製濃度との差を求める。

(2) 上記(1)により求められた差が調製濃度の $\pm 10\%$ の範囲を超えた場合には、是正処置を講じた上で上記(1)で行った試験の前に試験を行ったおおむね10の試料及びそれらの後に試験を行った全ての試料について再び分析を行う。その結果、上記(1)により求められた差が再び調製濃度の $\pm 10\%$ の範囲を超えた場合には、上記4及び5の操作により試験し直す。

別表第13

イオンクロマトグラフ（陰イオン）による一斉分析法

ここで対象とする項目は、亜硝酸態窒素、硝酸態窒素及び亜硝酸態窒素、フッ素、塩素酸並びに塩化物イオンである。

1 試薬

- (1) 精製水
測定対象成分を含まないもの
- (2) エチレンジアミン溶液 (50mg/ml)
エチレンジアミン 0.5 g を精製水に溶かして 10ml としたもの
この溶液は、冷暗所に保存し、1 か月以上を経過したものは使用してはならない。
- (3) チオ硫酸ナトリウム溶液 (0.3w/v %)
- (4) ヨウ化カリウム溶液 (5 w/v %)
- (5) 窒素ガス
精製が必要な場合には、洗浄瓶を用いてヨウ化カリウム溶液 (5 w/v %) に通し、酸化剤を除去したもの
ただし、ヨウ化カリウム溶液 (5 w/v %) は、着色したものは使用してはならない。
- (6) 溶離液
測定対象成分が分離できるもの
- (7) 除去液
サプレッサを動作させることができるもの
- (8) 塩酸
- (9) ヨウ化カリウム
- (10) 炭酸ナトリウム (無水)
- (11) イソアミルアルコール
測定対象成分を含まないもの
- (12) ヨウ素酸カリウム溶液 (0.017mol/L)
ヨウ素酸カリウム 3.567 g を精製水に溶かして 1 L としたもの
- (13) 硫酸 (1 + 5)
- (14) でんぷん溶液
可溶性でんぷん 1 g を精製水約 100ml とよく混ぜながら、熱した精製水 200ml 中に加え、約 1 分間煮沸後、放冷したもの
ただし、上澄み液を使用する。
この溶液は、使用の都度調製する。
- (15) チオ硫酸ナトリウム溶液 (0.1mol/L)
チオ硫酸ナトリウム (5 水塩) 26 g 及び炭酸ナトリウム (無水) 0.2 g を精製水に溶かして 1 L とし、イソアミルアルコール約 10ml を加えて振り混ぜ、2 日間静置したもの
なお、次の操作によりチオ硫酸ナトリウム溶液 (0.1mol/L) のファクター(f)を求める。
ヨウ素酸カリウム溶液 (0.017mol/L) 25ml を共栓付き三角フラスコに採り、ヨウ化カリウム 2 g 及び硫酸 (1 + 5) 5 ml を加えて直ちに密栓し、静かに振り混ぜた後、暗所に 5 分間静置し、更に精製水 100ml を加える。次に、チオ硫酸ナトリウム溶液 (0.1mol/L) を用いて滴定し、液の黄色が薄くなってから 1 ~ 2 ml のでんぷん溶液を指示薬として加え、液の青色が消えるまで更に滴定する。別に、同様に操作して精製水について試験を行い、補正したチオ硫酸ナトリウム溶液 (0.1mol/L) の ml 数 a から次式によりファクターを算定する。
$$\text{ファクター}(f) = 25 / a$$
- (16) 硝酸態窒素標準原液
硝酸ナトリウム 6.068 g を精製水に溶かして 1 L としたもの
この溶液 1 ml は、硝酸態窒素 1 mg を含む。
この溶液は、冷暗所に保存する。

(17) 亜硝酸態窒素標準原液

亜硝酸ナトリウム4.926 gを精製水に溶かして1 Lとしたもの

この溶液1 mlは、亜硝酸態窒素1 mgを含む。

この溶液は、冷暗所に保存する。

(18) フッ素標準原液

フッ化ナトリウム2.210 gを精製水に溶かして1 Lとしたもの

この溶液1 mlは、フッ素1 mgを含む。

この溶液は、ポリエチレン瓶に入れて冷暗所に保存する。

(19) 塩素酸標準原液

塩素酸ナトリウム1.3 gを精製水に溶かして1 Lとしたもの

なお、次に定める方法により含有する塩素酸の濃度を測定する。

共栓付き三角フラスコに塩酸10mlを採り、これに塩素酸標準原液10ml及びヨウ化カリウム1 gを加え、直ちに栓をする。この溶液を暗所で20分間静置した後、チオ硫酸ナトリウム溶液(0.1mol/L)で滴定し、液の褐色が淡黄色に変わったら1～2mlのでんぷん溶液を指示薬として加え、液の青色が消えるまで更に滴定する。これに要したチオ硫酸ナトリウム溶液(0.1mol/L)のml数bから次式により溶液に含まれる塩素酸の濃度(mg/ml)を算定する。

$$\text{塩素酸 (mg/ml)} = (b \times 1.391 \times f) / 10$$

この式において、fはチオ硫酸ナトリウム溶液(0.1mol/L)のファクターを表す。

この溶液は、冷暗所に保存する。

(20) 塩化物イオン標準原液

塩化ナトリウム1.649 gを精製水に溶かして1 Lとしたもの

この溶液1 mlは、塩化物イオン1 mgを含む。

この溶液は、冷暗所に保存する。

(21) 陰イオン混合標準液

硝酸態窒素、亜硝酸態窒素、フッ素、塩素酸及び塩化物イオンのそれぞれ一定量の標準原液を混合し、精製水で硝酸態窒素は10～1000倍、亜硝酸態窒素は100～10000倍、フッ素は10～1000倍、塩素酸は10～1000倍、塩化物イオンは5～500倍の範囲内における任意の濃度に薄めたもの

この溶液1 mlは、硝酸態窒素0.001～0.1mg、亜硝酸態窒素0.0001～0.01mg、フッ素0.001～0.1mg、塩素酸0.001～0.1mg及び塩化物イオン0.002～0.2mgを含む。

この溶液は、冷暗所に保存する。

2 器具及び装置

(1) メンブランフィルターろ過装置

別表第12の2(1)の例による。

(2) イオンクロマトグラフ

ア 分離カラム

サプレッサ型は、内径2～8 mm、長さ5～25cmのもので、陰イオン交換基を被覆したポリマー系充填剤を充填したもの又はこれと同等以上の分離性能を有するもの

ノンサプレッサ型は、内径4～4.6mm、長さ5～25cmのもので、陰イオン交換基を被覆した表面多孔性のポリアクリレート若しくはシリカを充填したもの又はこれと同等以上の分離性能を有するもの

イ 検出器

電気伝導度検出器又は紫外吸収検出器

3 試料の採取及び保存

試料は、精製水で洗浄したガラス瓶又はポリエチレン瓶に採取し、速やかに試験する。

速やかに試験できない場合は、冷暗所に保存し、2週間以内に試験する。

ただし、フッ素の検査に用いる試料は、ポリエチレン瓶に採取する。

なお、残留塩素が含まれている場合には、試料1 Lにつきエチレンジアミン溶液（50mg/ml）0.1～1 ml又はチオ硫酸ナトリウム溶液（0.3w/v%）1～2 mlを加える。ただし、亜硝酸態窒素及び塩素酸の検査を行わない場合は、エチレンジアミン溶液又はチオ硫酸ナトリウム溶液の添加を省略することができる。

また、二酸化塩素を含む試料については、散気用フィルター付きの管を用い窒素ガスで15分間曝気した後、試料1 Lにつきエチレンジアミン溶液（50mg/ml）0.1～1 ml又はチオ硫酸ナトリウム溶液（0.3w/v%）1～2 mlを加える。ただし、塩素酸の検査を行わない場合は、窒素ガスによる曝気を省略することができる。

4 試験操作

(1) 前処理

検水（検水に含まれるそれぞれの対象物質の濃度が表1に示す濃度範囲の上限値を超える場合には、同表に示す濃度範囲になるように精製水を加えて調製したもの）をメンブランフィルターろ過装置でろ過し、初めのろ液約10mlは捨て、次のろ液を試験溶液とする。

表1 対象物質の濃度範囲

対象物質	濃度範囲 (mg/L)
硝酸態窒素	0.02 ～ 20
亜硝酸態窒素	0.004 ～ 0.4
フッ素	0.05 ～ 5
塩素酸	0.06 ～ 1.2
塩化物イオン	0.2 ～ 200

(2) 分析

上記(1)で得られた試験溶液の一定量をイオンクロマトグラフに注入し、それぞれの陰イオンのピーク高さ又はピーク面積を求め、下記5により作成した検量線から試験溶液中のそれぞれの陰イオンの濃度を求め、検水中のそれぞれの陰イオンの濃度を算定する。

5 検量線の作成

陰イオン混合標準液をメスフラスコ4個以上に採り、それぞれに精製水を加えて、濃度を段階的にした溶液を調製する。この場合、調製した溶液のそれぞれの陰イオンの濃度は、表1の濃度範囲を超えてはならない。以下上記4(2)と同様に操作して、それぞれの陰イオンの濃度とピーク高さ又はピーク面積との関係を求める。

6 空試験

精製水を一定量採り、以下上記4(1)及び(2)と同様に操作して試験溶液中のそれぞれの陰イオンの濃度を求め、検量線の濃度範囲の下限値を下回ることを確認する。

求められた濃度が当該濃度範囲の下限値以上の場合は、是正処置を講じた上で上記4(1)及び(2)と同様の操作を再び行い、求められた濃度が当該濃度範囲の下限値を下回るまで操作を繰り返す。

7 連続試験を実施する場合の措置

オートサンプラーを用いて10以上の試料の試験を連続的に実施する場合には、以下に掲げる措置を講ずる。

(1) おおむね10の試料ごとの試験終了後及び全ての試料の試験終了後に、上記5で調製した溶液の濃度のうち最も高いものから最も低いものまでの間の一定の濃度（以下この7において「調製濃度」という。）に調製した溶液について、上記4(2)に示す操作により試験を行い、算定された濃度と調製濃度との差を求める。

(2) 上記(1)により求められた差が調製濃度の±10%の範囲を超えた場合には、是正処置

を講じた上で上記(1)で行った試験の前に試験を行ったおおむね10の試料及びそれらの後に試験を行った全ての試料について再び分析を行う。その結果、上記(1)により求められた差が再び調製濃度の±10%の範囲を超えた場合には、上記4及び5の操作により試験し直す。

別表第14

ページ・トラップーガスクロマトグラフー質量分析計による一斉分析法

ここで対象とする項目は、四塩化炭素、1, 4-ジオキサン、シス-1, 2-ジクロロエチレン及びトランス-1, 2-ジクロロエチレン、ジクロロメタン、テトラクロロエチレン、トリクロロエチレン、ベンゼン、クロロホルム、ジブromokクロロメタン、ブromojクロロメタン並びにブromohホルムである。

1 試薬

(1) 精製水

測定対象成分を含まないもの

(2) 塩酸 (1 + 10)

(3) アスコルビン酸ナトリウム

(4) チオ硫酸ナトリウム溶液 (0.3w/v %)

(5) メチルアルコール

測定対象成分を含まないもの

(6) 内部標準原液

フルオロベンゼン及び4-ブromofフルオロベンゼンはそれぞれ0.500 g、1, 4-ジオキサン-d₈は0.400 gをメチルアルコール10mlを入れた別々のメスフラスコに採り、メチルアルコールを加えて100mlとしたもの

これらの溶液1mlは、フルオロベンゼン及び4-ブromofフルオロベンゼンをそれぞれ5mg、1, 4-ジオキサン-d₈を4mg含む。

これらの溶液は、調製後直ちに液体窒素等で冷却しながら1～2mlのアンフルに小分けし、封入して冷凍保存する。

(7) 内部標準液

内部標準原液をメチルアルコールで4～400倍に薄めたもの

3種類の内部標準物質を使用する場合には、3種類の内部標準原液をメチルアルコール少量を入れた1つのメスフラスコにそれぞれ一定量採取し、同様の希釈操作を行う。

この溶液1mlは、フルオロベンゼン又は4-ブromofフルオロベンゼンを0.0125～1.25mg及び1, 4-ジオキサン-d₈を0.01～1mg含む。

この溶液は、使用の都度調製する。

(8) 揮発性有機化合物標準原液

四塩化炭素、1, 4-ジオキサン、シス-1, 2-ジクロロエチレン、トランス-1, 2-ジクロロエチレン、ジクロロメタン、テトラクロロエチレン、トリクロロエチレン、ベンゼン、クロロホルム、ジブromokクロロメタン、ブromojクロロメタン及びブromohホルムのそれぞれ0.500 gについて、メチルアルコール少量を入れた別々のメスフラスコに採り、メチルアルコールを加えて10mlとしたもの

これらの溶液1mlは、四塩化炭素、1, 4-ジオキサン、シス-1, 2-ジクロロエチレン、トランス-1, 2-ジクロロエチレン、ジクロロメタン、テトラクロロエチレン、トリクロロエチレン、ベンゼン、クロロホルム、ジブromokクロロメタン、ブromojクロロメタン及びブromohホルムをそれぞれ50mg含む。

これらの溶液は、調製後直ちに液体窒素等で冷却しながら1～2mlのアンフルに小分けし、封入して冷凍保存する。

(9) 揮発性有機化合物混合標準液

それぞれの揮発性有機化合物標準原液を一定量ずつあらかじめメチルアルコール少量を入れたメスフラスコに採り、メチルアルコールで50～100倍の範囲内における任意の濃度に薄めたもの

この溶液 1 ml は、四塩化炭素、1, 4-ジオキサン、シス-1, 2-ジクロロエチレン、トランス-1, 2-ジクロロエチレン、ジクロロメタン、テトラクロロエチレン、トリクロロエチレン、ベンゼン、クロロホルム、ジブromクロロメタン、ブromジクロロメタン及びブromホルムをそれぞれ0.5～1 mg含む。

この溶液は、使用の都度調製する。

2 器具及び装置

(1) ねじ口瓶

容量40～100mlのもので、ポリテトラフルオロエチレン張りのキャップをしたもの

(2) アンプル

容量1～2mlのもの

(3) パージ・トラップ装置

ア パージ容器

ガラス製で、5～25mlの精製水及び検水进行处理できるもの

イ 恒温槽

30～80℃の範囲内で一定の温度に保持できるもの

ウ トラップ管

内径2mm以上、長さ5～30cmのもので、ステンレス管又はこの内面にガラスを被覆したものにポリ-2, 6-ジフェニル-p-ジフェニレンオキサイド、シリカゲル及び活性炭を3層に充填したもの又はこれと同等以上の吸着性能を有するもの

エ 脱着装置

トラップ管を180～250℃の温度に急速に加熱できるもの

オ クライオフォーカス装置

内径0.32～0.53mmの熔融シリカ管又はステンレス管で、-50～-180℃程度に冷却でき、かつ200℃まで加熱できるもの

ただし、クライオフォーカス操作を行わない場合は、この装置を使用しなくてもよい。

(4) ガスクロマトグラフ-質量分析計

ア 分離カラム

内径0.20～0.53mm、長さ60～75mの熔融シリカ製のキャピラリーカラムで、内面に25%フェニル-75%ジメチルポリシロキサンを1 μmの厚さに被覆したもの又はこれと同等以上の分離性能を有するもの

イ 分離カラムの温度

対象物質の最適分離条件に設定できるもの

例えば、40℃を1分間保持し、毎分3℃の速度で上昇させ230℃にできるもの

ウ 検出器

選択イオン測定 (S I M) 又はこれと同等以上の性能を有するもの

エ イオン化電圧

電子イオン化法 (E I 法) で、70V又は必要な感度を得られる電圧

オ キャリヤーガス

純度99.999 v/v %以上のヘリウムガス又は必要な感度を得られるもの

3 試料の採取及び保存

試料は、精製水で洗浄したねじ口瓶に泡立てないように採取し、pH値が約2となるように塩酸 (1+10) を試料10mlにつき1滴程度加え、満水にして直ちに密栓し、速やかに試験する。速やかに試験できない場合は、冷暗所に保存し、24時間以内に試験する。

なお、残留塩素が含まれている場合には、試料 1 L につきアスコルビン酸ナトリウム 0.01～0.5 g 又は試料 1 L につきチオ硫酸ナトリウム溶液（0.3w／v％） 1～2 ml を加える。

4 試験操作

検水（検水に含まれるそれぞれの対象物質の濃度が表 1 に示す濃度範囲の上限値を超える場合には、同表に示す濃度範囲になるように精製水を加えて調製したもの）をパージ容器に採り、内部標準液を試験溶液の内部標準物質濃度がフルオロベンゼン又は 4－ブロモフルオロベンゼンがおおむね 0.005～0.5mg／L 及び 1，4－ジオキササン—d₈がおおむね 0.004～0.4mg／L となるよう一定量注入する。次いで、パージ・トラップ装置及びガスクロマトグラフィー質量分析計を操作し、表 1 に示すそれぞれの揮発性有機化合物と内部標準物質とのフラグメントイオンのピーク高さ又はピーク面積の比を求め、下記 5 により作成した検量線から検水中のそれぞれの揮発性有機化合物の濃度を算定する。

表 1 対象物質の濃度範囲及びフラグメントイオン

揮発性有機化合物	濃度範囲 (mg／L)	フラグメントイオン (m／z)
四塩化炭素	0.0001～0.05	117、119、121
1，4－ジオキササン	0.005～0.1	88、58
シス－1，2－ジクロロエチレン	0.0001～0.1	61、96、98
トランス－1，2－ジクロロエチレン	0.0001～0.1	61、96、98
ジクロロメタン	0.0001～0.1	49、84、86
テトラクロロエチレン	0.0001～0.05	166、164、129
トリクロロエチレン	0.0001～0.05	130、132、95
ベンゼン	0.0001～0.05	78、77、52
クロロホルム	0.0001～0.1	83、85、47
ジブロモクロロメタン	0.0001～0.1	129、127、131
ブロモジクロロメタン	0.0001～0.1	83、85、47
ブロモホルム	0.0001～0.1	173、171、175
フルオロベンゼン ※		96、70
4－ブロモフルオロベンゼン ※		95、174、176
1，4－ジオキササン—d ₈ ※		96、64

※印は内部標準物質である。

5 検量線の作成

次のいずれかの方法により行う。

- (1) 揮発性有機化合物混合標準液をメスフラスコ 4 個以上に採り、それぞれに試験溶液と同じ割合となるように内部標準液を加え、更にメチルアルコールを加えて、濃度を段階的にした溶液を調製する。段階的に調製した溶液を一定の割合でメスフラスコに採り、それぞれに精製水を加えて一定量とする。この場合、内部標準物質の濃度が上記 4 に示す試験溶液の内部標準物質濃度と同一になるよう調整する。以下上記 4 と同様に操作して、それぞれの揮発性有機化合物と内部標準物質とのフラグメントイオンのピーク高さ又はピーク面積の比を求め、それぞれの揮発性有機化合物の濃度との関係を求める。
- (2) 揮発性有機化合物混合標準液の一定量をメスフラスコに採り、メタノールを加えて 10ml とする。この溶液を 4 個以上のメスフラスコに採り、それぞれに上記 4 に示す試料溶液の内部標準物質濃度と同一となるよう内部標準液を一定量加え、それぞれに精製水を加えて、濃度を段階的にした溶液を調製する。以下上記 4 と同様に操作して、それぞれの揮発性有機化合物と内部標準物質とのフラグメントイオンのピーク高さ又はピーク面積の比を

求め、それぞれの揮発性有機化合物の濃度との関係を求める。

6 空試験

精製水を一定量採り、以下上記4と同様に操作して試験溶液中のそれぞれの揮発性有機化合物の濃度を求め、検量線の濃度範囲の下限値を下回ることを確認する。

求められた濃度が当該濃度範囲の下限値以上の場合は、是正処置を講じた上で上記4と同様の操作を再び行い、求められた濃度が当該濃度範囲の下限値を下回るまで操作を繰り返す。

7 連続試験を実施する場合の措置

オートサンプラーを用いて10以上の試料の試験を連続的に実施する場合には、以下に掲げる措置を講ずる。

- (1) おおむね10の試料ごとの試験終了後及び全ての試料の試験終了後に、上記5で調製した溶液の濃度のうち最も高いものから最も低いものまでの間の一定の濃度（以下この7において「調製濃度」という。）に調製した溶液について、上記4に示す操作により試験を行い、算定された濃度と調製濃度との差を求める。
- (2) 上記(1)により求められた差が調製濃度の $\pm 20\%$ の範囲を超えた場合には、是正処置を講じた上で上記(1)で行った試験の前に試験を行ったおおむね10の試料及びそれらの後に試験を行った全ての試料について再び分析を行う。その結果、上記(1)により求められた差が再び調製濃度の $\pm 20\%$ の範囲を超えた場合には、上記4及び5の操作により試験し直す。

別表第15

ヘッドスペースガスクロマトグラフィー質量分析計による一斉分析法

ここで対象とする項目は、四塩化炭素、1, 4-ジオキサン、シス-1, 2-ジクロロエチレン及びトランス-1, 2-ジクロロエチレン、ジクロロメタン、テトラクロロエチレン、トリクロロエチレン、ベンゼン、クロロホルム、ジブロモクロロメタン、ブロモジクロロメタン並びにブロモホルムである。

1 試薬

(1) 精製水

別表第14の1(1)の例による。

(2) 塩酸（1+10）

(3) アスコルビン酸ナトリウム

(4) チオ硫酸ナトリウム溶液（0.3w/v %）

(5) 塩化ナトリウム

測定対象成分を含まないもの

(6) メチルアルコール

別表第14の1(5)の例による。

(7) 内部標準原液

フルオロベンゼン及び4-ブロモフルオロベンゼンはそれぞれ0.500 gをメチルアルコール10mlを入れた別々のメスフラスコに採り、メチルアルコールを加えて100mlとしたもの

1, 4-ジオキサン- d_8 は0.400 gをメチルアルコール5mlを入れたメスフラスコに採り、メチルアルコールを加えて10mlとしたもの

これらの溶液1mlは、フルオロベンゼン及び4-ブロモフルオロベンゼンをそれぞれ5mg、1, 4-ジオキサン- d_8 を40mg含む。

これらの溶液は、調製後直ちに液体窒素等で冷却しながら1～2mlのアンブルに小分けし、封入して冷凍保存する。

(8) 内部標準液

内部標準原液をメチルアルコールで4～400倍に薄めたもの

3種類の内部標準物質を使用する場合には、3種類の内部標準原液をメチルアルコール少量を入れた1つのメスフラスコに等量採取し、同様の希釈操作を行う。

この溶液1mlは、フルオロベンゼン又は4-ブromofluorobenzeneを0.0125～1.25mg及び1, 4-ジオキサン-d₈を0.1～10mg含む。

この溶液は、使用の都度調製する。

(9) 揮発性有機化合物標準原液

別表第14の1(8)の例による。

(10) 揮発性有機化合物混合標準液

別表第14の1(9)の例による。

2 器具及び装置

(1) ねじ口瓶

別表第14の2(1)の例による。

(2) アンブル

別表第14の2(2)の例による。

(3) バイアル

容量10～100mlのもの

(4) セプタム

(5) ポリテトラフルオロエチレンシート

厚さ0.05mm以上のもの

(6) 金属製キャップ

(7) 金属製キャップ締め器

(8) 恒温槽

60～80℃の範囲内で一定の温度に保持できるもの

(9) トラップ管

内径2mm以上、長さ5～30cmのもので、ステンレス管又はこの内面にガラスを被覆したもので、ポリ-2, 6-ジフェニル-p-ジフェニレンオキサイドを0.2～0.3g充填したもの又はこれと同等以上の吸着性能を有するもの

ただし、トラップ操作を行わない場合は、この装置を使用しなくてもよい。

(10) 脱着装置

トラップ管を180～250℃の温度に急速に加熱できるもの

ただし、トラップ操作を行わない場合は、この装置を使用しなくてもよい。

(11) ガスクロマトグラフー質量分析計

ア 試料導入部

最適温度が設定できるもの

イ 分離カラム

別表第14の2(4)アの例による。

ウ 分離カラムの温度

別表第14の2(4)イの例による。

エ 検出器

別表第14の2(4)ウの例による。

オ イオン化電圧

別表第14の2(4)エの例による。

カ キャリアーガス

別表第14の2(4)オの例による。

3 試料の採取及び保存

別表第14の3の例による。

4 試験操作

(1) 前処理

バイアルに塩化ナトリウムを検水量10mlに対して3 gを入れた後、検水（検水に含まれるそれぞれの対象物質の濃度が別表第14の表1に示す濃度範囲の上限値を超える場合には、同表に示す濃度範囲になるように精製水を加えて調製したもの）をバイアル容量に対して0.40～0.85となるように採り、内部標準液を試験溶液の内部標準物質濃度がフルオロベンゼン又は4－ブロモフルオロベンゼンがおおむね0.0025～0.25mg/L及び1, 4－ジオキサン－d₈がおおむね0.002～0.2mg/Lとなるよう一定量注入する。直ちにポリテトラフルオロエチレンシート、セプタム、金属製キャップをのせ、金属製キャップ締め器で密閉する。次いで、バイアルを振り混ぜた後、恒温槽で30分間以上加温し、これを試験溶液とする。

(2) 分析

上記(1)で得られた試験溶液の気相の一定量をガスクロマトグラフィー質量分析計（トラップ操作を行う場合にはトラップ管及び脱着装置を接続したもの）に注入し、別表第14の表1に示すそれぞれの揮発性有機化合物と内部標準物質とのフラグメントイオンのピーク高さ又はピーク面積の比を求め、下記5により作成した検量線から試験溶液中のそれぞれの揮発性有機化合物の濃度を求め、検水中のそれぞれの揮発性有機化合物の濃度を算定する。

5 検量線の作成

揮発性有機化合物混合標準液をメスフラスコ4個以上に採り、それぞれに試験溶液と同じ割合となるように内部標準液を加え、更にメチルアルコールを加えて、濃度を段階的にした溶液を調製する。精製水を上記4(1)と同様に採り、これに段階的に調製した溶液を一定の割合で注入する。この場合、調製した溶液のそれぞれの揮発性有機化合物の濃度は、上記4(1)に示す検水の濃度範囲を超えてはならない。また、内部標準物質の濃度が上記4(1)に示す試験溶液の内部標準物質濃度と同一になるよう調製する。以下上記4(1)及び(2)と同様に操作して、それぞれの揮発性有機化合物と内部標準物質とのフラグメントイオンのピーク高さ又はピーク面積の比を求め、それぞれの揮発性有機化合物の濃度との関係を求める。

6 空試験

精製水を一定量採り、以下上記4(1)及び(2)と同様に操作して試験溶液中のそれぞれの揮発性有機化合物の濃度を求め、検量線の濃度範囲の下限値を下回ることを確認する。

求められた濃度が当該濃度範囲の下限値以上の場合、是正処置を講じた上で上記4(1)及び(2)と同様の操作を再び行い、求められた濃度が当該濃度範囲の下限値を下回るまで操作を繰り返す。

7 連続試験を実施する場合の措置

オートサンプラーを用いて10以上の試料の試験を連続的に実施する場合、以下に掲げる措置を講ずる。

(1) おおむね10の試料ごとの試験終了後及び全ての試料の試験終了後に、上記5で調製した溶液の濃度のうち最も高いものから最も低いものまでの間の一定の濃度（以下この7において「調製濃度」という。）に調製した溶液について、上記4(1)及び(2)に示す操作により試験を行い、算定された濃度と調製濃度との差を求める。

(2) 上記(1)により求められた差が調製濃度の±20%の範囲を超えた場合には、是正処置を講じた上で上記(1)で行った試験の前に試験を行ったおおむね10の試料及びそれらの後に試験を行った全ての試料について再び分析を行う。その結果、上記(1)により求められた差が再び調製濃度の±20%の範囲を超えた場合には、上記4及び5の操作により試験し直す。

別表第16

固相抽出ーガスクロマトグラフィー質量分析法

ここで対象とする項目は、1，4－ジオキサンである。

1 試薬

(1) 精製水

測定対象成分を含まないもの

(2) メチルアルコール

測定対象成分を含まないもの

(3) アセトン

測定対象成分を含まないもの

(4) 窒素ガス

測定対象成分を含まないもの

(5) 内部標準原液

1，4－ジオキサン—d₈ 1.000 g をメスフラスコに採り、メチルアルコールに溶かして1 Lとしたもの

この溶液1 mlは、1，4－ジオキサン—d₈ 1 mgを含む。

この溶液は、冷暗所に保存する。

(6) 内部標準液

内部標準原液をメチルアルコールで10倍に薄めたもの

この溶液1 mlは、1，4－ジオキサン—d₈ 0.1mgを含む。

この溶液は、使用の都度調製する。

(7) 1，4－ジオキサン標準原液

1，4－ジオキサン1.000 g をメスフラスコに採り、メチルアルコールに溶かして1 Lとしたもの

この溶液1 mlは、1，4－ジオキサン 1 mgを含む。

この溶液は、冷暗所に保存する。

(8) 1，4－ジオキサン標準液

1，4－ジオキサン標準原液をメチルアルコールで100倍に薄めたもの

この溶液1 mlは、1，4－ジオキサン0.01mgを含む。

この溶液は、使用の都度調製する。

2 器具及び装置

(1) 固相カラム

スチレンジビニルベンゼン共重合体固相カラム及び活性炭固相カラム又はこれと同等以上の性能を有するもの

(2) ガスクロマトグラフ—質量分析計

ア 試料導入部

スプリットレス方式のもので、その温度を200～250℃にしたもの

イ 分離カラム

内径0.20～0.53mm、長さ60～75mの溶融シリカ製のキャピラリーカラムで、内面に25%フェニル—75%ジメチルポリシロキサンを0.1～1 μmの厚さに被膜したもの又はこれと同等以上の分離性能を有するもの

ウ 分離カラムの温度

最適分離条件に設定できるもの

例えば、45℃を1分間保持し、毎分10℃の速度で上昇させ、200℃を5分間保持できるもの

エ 検出器

別表第14の2(4)ウの例による。

オ イオン化電圧

別表第14の2(4)エの例による。

カ キャリヤーガス

別表第14の2(4)オの例による。

3 試料の採取及び保存

試料は、精製水及びアセトンで洗浄した後、120℃程度で2時間程度加熱し放冷したガラス瓶に採取し、速やかに試験する。速やかに試験できない場合は、冷暗所に保存し、2週間以内に試験する。

4 試験操作

(1) 前処理

スチレンジビニルベンゼン共重合体固相カラムと活性炭固相カラムを直列に接続し、スチレンジビニルベンゼン共重合体固相カラム側からアセトン10ml及び精製水10mlを順次注入する。次に、内部標準液5 μ lを加えた検水200ml（検水に含まれる1, 4—ジオキサンの濃度が0.05mg/Lを超える場合には、0.0005～0.05mg/Lとなるように精製水を加えて200mlに調製したもの）を毎分10mlの流量でスチレンジビニルベンゼン共重合体固相カラム側から流した後、活性炭固相カラムを取り外す。活性炭固相カラムに精製水10mlを流した後、窒素ガスを20分間以上通気して乾燥させる。次いで、活性炭固相カラムに通水方向の逆からアセトン2mlをゆっくり流し、試験管に採る。試験管の溶出液に窒素ガスを緩やかに吹き付けて1mlまで濃縮し、これを試験溶液とする。

(2) 分析

上記(1)で得られた試験溶液の一定量をガスクロマトグラフ—質量分析計に注入し、1, 4—ジオキサンは88, 58のフラグメントイオンのピーク高さ又はピーク面積と1, 4—ジオキサン— d_8 は96, 64のフラグメントイオンのピーク高さ又はピーク面積との比を求め、下記5により作成した検量線から試験溶液中の1, 4—ジオキサンの濃度を求め、検水中の1, 4—ジオキサンの濃度を算定する。

5 検量線の作成

1, 4—ジオキサン標準液を段階的にメスフラスコ4個以上に採り、精製水を加えて200mlとする。この場合、調製した溶液の1, 4—ジオキサンの濃度は、上記4(1)に示す検水の濃度範囲から算定される試験溶液の濃度範囲を超えてはならない。以下上記4(1)及び(2)と同様に操作して、1, 4—ジオキサンと1, 4—ジオキサン— d_8 とのフラグメントイオンのピーク高さ又はピーク面積の比を求め、1, 4—ジオキサンの濃度との関係を求める。

6 空試験

精製水200mlを採り、以下上記4(1)及び(2)と同様に操作して試験溶液中の1, 4—ジオキサンの濃度を求め、検量線の濃度範囲の下限値を下回ることを確認する。

求められた濃度が当該濃度範囲の下限値以上の場合は、是正処置を講じた上で上記4(1)及び(2)と同様の操作を再び行い、求められた濃度が当該濃度範囲の下限値を下回るまで操作を繰り返す。

7 連続試験を実施する場合の措置

オートサンプラーを用いて10以上の試料の試験を連続的に実施する場合には、以下に掲げる措置を講ずる。

(1) おおむね10の試料ごとの試験終了後及び全ての試料の試験終了後に、上記5で調製した溶液の濃度のうち最も高いものから最も低いものまでの間の一定の濃度（以下この7において「調製濃度」という。）に調製した溶液について、上記4(1)及び(2)に示す操作により試験を行い、算定された濃度と調製濃度との差を求める。

(2) 上記(1)により求められた差が調製濃度の $\pm 20\%$ の範囲を超えた場合には、是正処置を講じた上で上記(1)で行った試験の前に試験を行ったおおむね10の試料及びそれらの後に試験を行った全ての試料について再び分析を行う。その結果、上記(1)により

求められた差が再び調製濃度の±20%の範囲を超えた場合には、上記4及び5の操作により試験し直す。

別表第17

溶媒抽出—誘導体化—ガスクロマトグラフ—質量分析計による一斉分析法

ここで対象とする項目は、クロロ酢酸、ジクロロ酢酸及びトリクロロ酢酸である。

1 試薬

(1) 精製水

測定対象成分を含まないもの

(2) アスコルビン酸ナトリウム

(3) チオ硫酸ナトリウム溶液 (0.3w/v %)

(4) 硫酸 (1 + 1)

(5) 塩化ナトリウム

測定対象成分を含まないもの

(6) 水酸化ナトリウム溶液 (20w/v %)

(7) tert-ブチル-メチルエーテル

測定対象成分を含まないもの

(8) 無水硫酸ナトリウム

測定対象成分を含まないもの

(9) メチルアルコール

測定対象成分を含まないもの

(10) ジアゾメタン溶液

ジアゾメタン生成装置を用い、N-メチル-N'-ニトロ-N-ニトロソグアニジン 0.1~0.2 g に精製水0.5ml及び水酸化ナトリウム溶液 (20w/v %) 0.6mlを加え、発生したジアゾメタンを氷冷したtert-ブチル-メチルエーテル 3mlに黄色を呈するまで捕集し、このtert-ブチル-メチルエーテル層をジアゾメタン溶液とする。

この溶液は、使用時に調製する。

なお、この操作は必ずドラフト内で行う。

(11) 内部標準原液

1, 2, 3-トリクロロプロパン0.100 g をtert-ブチル-メチルエーテルに溶かして10mlとしたもの

この溶液 1 mlは、1, 2, 3-トリクロロプロパン10mgを含む。

この溶液は、調製後直ちにねじロバイアルに入れて冷凍保存する。

(12) 内部標準液

内部標準原液をtert-ブチル-メチルエーテルで2000倍に薄めたもの

この溶液 1 mlは、1, 2, 3-トリクロロプロパン0.005mgを含む。

この溶液は、使用の都度調製する。

(13) クロロ酢酸標準原液、ジクロロ酢酸標準原液及びトリクロロ酢酸標準原液

クロロ酢酸、ジクロロ酢酸及びトリクロロ酢酸のそれぞれ0.100 g を別々のメスフラスコに採り、tert-ブチル-メチルエーテル又はメチルアルコールを加えて100mlとしたもの

これらの溶液 1 mlは、クロロ酢酸、ジクロロ酢酸及びトリクロロ酢酸をそれぞれ 1 mg含む。

これらの溶液は、調製後直ちに10mlずつをねじロバイアルに入れて冷凍保存する。

(14) ハロ酢酸混合標準液

クロロ酢酸標準原液、ジクロロ酢酸標準原液及びトリクロロ酢酸標準原液を 1 つのメスフラスコに等量採り、メチルアルコールで100倍に薄めたもの

この溶液 1 mlは、クロロ酢酸、ジクロロ酢酸及びトリクロロ酢酸をそれぞれ0.01mg

含む。

この溶液は、使用の都度調製する。

2 器具及び装置

(1) ねじ口瓶

容量40～100mlのガラス製のもので、ポリテトラフルオロエチレン張りのキャップをしたもの又は容量40～100mlのポリエチレン製のもので、ポリエチレン製のキャップをしたもの

(2) ねじロバイアル

容量10mlのもので、ポリテトラフルオロエチレン張りのキャップをしたもの

(3) ジアゾメタン生成装置

(4) バイアル

(5) ガスクロマトグラフ—質量分析計

ア 試料導入部

試料導入方式に応じて最適温度が設定できるもの

イ 分離カラム

内径0.20～0.53mm、長さ25～30mの溶融シリカ製のキャピラリーカラムで、内面に100%ジメチルポリシロキサンを0.10～0.30 μm の厚さに被覆したもの又はこれと同等以上の分離性能を有するもの

ウ 分離カラムの温度

対象物質の最適分離条件に設定できるもの

例えば、50℃を12分間保持し、毎分10℃の速度で上昇させ、150℃を2分間保持できるもの

エ 検出器

別表第14の2(4)ウの例による。

オ イオン化電圧

別表第14の2(4)エの例による。

カ キャリアーガス

別表第14の2(4)オの例による。

3 試料の採取及び保存

試料は、精製水で洗浄したねじ口瓶に泡立てないように採水し、満水にして直ちに密栓し、速やかに試験する。速やかに試験できない場合は、冷蔵保存し、72時間以内に試験する。

なお、残留塩素が含まれている場合には、試料1 Lにつきアスコルビン酸ナトリウム0.01～0.5g又はチオ硫酸ナトリウム溶液(0.3w/v%) 1～2mlを加える。

4 試験操作

(1) 前処理

検水50ml(検水に含まれるそれぞれの対象物質の濃度が0.1mg/Lを超える場合には、0.001～0.1mg/Lとなるように精製水を加えて50mlに調製したもの)を採り、硫酸(1+1)を用いてpH値を0.5以下とし、塩化ナトリウム20gを加えて振り混ぜる。これにtert-ブチルメチルエーテル4mlを加えて2分間振り混ぜ、静置後、tert-ブチルメチルエーテル層を分取する。次に、無水硫酸ナトリウムを加え、このtert-ブチルメチルエーテル溶液1mlをバイアルに採り、これに内部標準液20 μl を加えた後、ジアゾメタン溶液0.1mlを加え、直ちに栓をする。次いで、30～60分間静置後、この溶液を30～40℃で30分程度加温し、これを試験溶液とする。

(2) 分析

上記(1)で得られた試験溶液の一定量をガスクロマトグラフ—質量分析計に注入し、表1に示す対象物質と内部標準物質とのフラグメントイオンのピーク高さ又はピーク

面積の比を求め、下記 5 により作成した検量線から試験溶液中のそれぞれの対象物質の濃度を求め、検水中のそれぞれの対象物質の濃度を算定する。

表 1 フラグメントイオン

対象物質	フラグメントイオン (m/z)
クロロ酢酸	77、108
ジクロロ酢酸	83、85
トリクロロ酢酸	117、119
1, 2, 3-トリクロロプロパン ※	75、110

※印は内部標準物質である。

5 検量線の作成

ハロ酢酸混合標準液を段階的にメスフラスコ 4 個以上に採り、それぞれに精製水を加えて 50ml とする。この場合、調製した溶液のそれぞれの対象物質の濃度は、上記 4 (1) に示す検水の濃度範囲を超えてはならない。以下上記 4 (1) 及び (2) と同様に操作して、対象物質と内部標準物質とのフラグメントイオンのピーク高さ又はピーク面積の比を求め、対象物質の濃度との関係を求める。

6 空試験

精製水 50ml を採り、以下上記 4 (1) 及び (2) と同様に操作して試験溶液中のそれぞれの対象物質の濃度を求め、検量線の濃度範囲の下限値を下回ることを確認する。

求められた濃度が当該濃度範囲の下限値以上の場合には、是正処置を講じた上で上記 4 (1) 及び (2) と同様の操作を再び行い、求められた濃度が当該濃度範囲の下限値を下回るまで操作を繰り返す。

7 連続試験を実施する場合の措置

オートサンプラーを用いて 10 以上の試料の試験を連続的に実施する場合には、以下に掲げる措置を講ずる。

- (1) おおむね 10 の試料ごとの試験終了後及び全ての試料の試験終了後に、上記 5 で調製した溶液の濃度のうち最も高いものから最も低いものまでの間の一定の濃度（以下この 7 において「調製濃度」という。）に調製した溶液について、上記 4 (1) 及び (2) に示す操作により試験を行い、算定された濃度と調製濃度との差を求める。
- (2) 上記 (1) により求められた差が調製濃度の $\pm 20\%$ の範囲を超えた場合には、是正処置を講じた上で上記 (1) で行った試験の前に試験を行ったおおむね 10 の試料及びそれらの後に試験を行った全ての試料について再び分析を行う。その結果、上記 (1) により求められた差が再び調製濃度の $\pm 20\%$ の範囲を超えた場合には、上記 4 及び 5 の操作により試験し直す。

別表第 17 の 2

液体クロマトグラフー質量分析計による一斉分析法

ここで対象とする項目は、クロロ酢酸、ジクロロ酢酸及びトリクロロ酢酸である。

1 試薬

(1) 精製水

測定対象成分を含まないもの

(2) アスコルビン酸ナトリウム

(3) チオ硫酸ナトリウム溶液 (0.3 w/v %)

(4) tert-ブチル-メチルエーテル

別表第 17 の 1 (7) の例による。

(5) メチルアルコール

別表第 17 の 1 (9) の例による。

(6) ぎ酸 (0.2 v/v %)

(7) クロロ酢酸標準原液、ジクロロ酢酸標準原液及びトリクロロ酢酸標準原液

別表第17の1(13)の例による。

(8) ハロ酢酸混合標準液

別表第17の1(14)の例による。

2 器具及び装置

(1) ねじ口瓶

別表第17の2(1)の例による。

(2) ねじロバイアル

別表第17の2(2)の例による。

(3) クリーンアップ用固相カラム

通水方向から順にバリウム型陽イオン交換基を結合した充填剤を詰めたもの、銀型陽イオン交換基を結合した充填剤を詰めたもの及び水素型陽イオン交換基を結合した充填剤を詰めたものを連結したもの又はこれと同等以上の妨害物質除去性能を有するもの

(4) 液体クロマトグラフ—質量分析計

ア 分離カラム

内径4.6mm、長さ15cmのステンレス管に、オクタデシルシリル基を化学結合した粒径が $3\mu\text{m}$ のシリカゲルを充填したもの又はこれと同等以上の分離性能を有するもの

イ 移動相

最適条件に調製したもの

例えば、A液はメチルアルコール、B液はぎ酸(0.2v/v%)のもの

ウ 移動相流量

対象物質の最適分離条件に設定できるもの

例えば、毎分0.2mlの流量で、A液とB液の混合比が5:95のものを、A液の割合を毎分2.5ポイントずつ上昇させて100%にできるもの

エ 検出器

次のいずれかに該当するもの

① 選択イオン測定(SIM)又はこれと同等以上の性能を有するもの

② 選択反応測定(SRM)又はこれと同等以上の性能を有するもの

オ モニターイオンを得るための電圧

上記エ①に該当する検出器を用いる場合にあっては、エレクトロスプレーイオン化法(ESI法)(負イオン測定モード)で、最適条件に設定できる電圧

上記エ②に該当する検出器を用いる場合にあっては、ESI法(負イオン測定モード)により得られたプリカーサイオンを開裂させてプロダクトイオンを得る方法で、最適条件に設定できる電圧

3 試料の採取及び保存

別表第17の3の例による。

4 試験操作

(1) 前処理

検水(検水に含まれるそれぞれの対象物質の濃度が 0.2mg/L を超える場合には、 $0.002\sim 0.2\text{mg/L}$ となるように精製水を加えて調製したもの)を試験溶液とする。ただし、検水中に高濃度の陰イオン類が含まれる場合には、必要に応じて検水をクリーンアップ用固相カラムに通し、これを試験溶液とする。

(2) 分析

上記(1)で得られた試験溶液の一定量を液体クロマトグラフ—質量分析計に注入し、表1に示すそれぞれの対象物質のモニターイオンのピーク高さ又はピーク面積を求め、下記5により作成した検量線から試験溶液中のそれぞれの対象物質の濃度を求め、検水中のそれぞれの対象物質の濃度を算定する。

表1 モニターイオンの例

検出器 対象物質	2 (4) エ①に該当する検出器	2 (4) エ②に該当する検出器	
	モニターイオン (m/z)	プリカーサイオン (m/z)	プロダクトイオン ※ (m/z)
クロロ酢酸	93、139	93、139	35
ジクロロ酢酸	127、173	127、173	83
トリクロロ酢酸	161、207	161、207	117

※プロダクトイオンをモニターイオンとする。

5 検量線の作成

ハロ酢酸混合標準液をメスフラスコ4個以上に採り、それぞれに精製水を加えて、濃度を段階的にした溶液を調製する。この場合、調製した溶液のそれぞれの対象物質の濃度は、上記4(1)に示す検水の濃度範囲を超えてはならない。以下上記4(2)と同様に操作して、それぞれの対象物質のモニターイオンのピーク高さ又はピーク面積を求め、それぞれの対象物質の濃度との関係を求める。

6 空試験

精製水を一定量採り、以下上記4(1)及び(2)と同様に操作して試験溶液中のそれぞれの対象物質の濃度を求め、検量線の濃度範囲の下限値を下回ることを確認する。

求められた濃度が当該濃度範囲の下限値以上の場合は、是正処置を講じた上で上記4(1)及び(2)と同様の操作を再び行い、求められた濃度が当該濃度範囲の下限値を下回るまで操作を繰り返す。

7 連続試験を実施する場合の措置

オートサンプラーを用いて10以上の試料の試験を連続的に実施する場合には、以下に掲げる措置を講ずる。

- (1) おおむね10の試料ごとの試験終了後及び全ての試料の試験終了後に、上記5で調製した溶液の濃度のうち最も高いものから最も低いものまでの間の一定の濃度（以下この7において「調製濃度」という。）に調製した溶液について、上記4(2)に示す操作により試験を行い、算定された濃度と調製濃度との差を求める。
- (2) 上記(1)により求められた差が調製濃度の $\pm 20\%$ の範囲を超えた場合には、是正処置を講じた上で上記(1)で行った試験の前に試験を行ったおおむね10の試料及びそれらの後に試験を行った全ての試料について再び分析を行う。その結果、上記(1)により求められた差が再び調製濃度の $\pm 20\%$ の範囲を超えた場合には、上記4及び5の操作により試験し直す。

別表第18

イオンクロマトグラフィーポストカラム吸光光度法

ここで対象とする項目は、臭素酸である。

1 試薬

- (1) 精製水
測定対象成分を含まないもの
- (2) 溶離液
測定対象成分が分離できるもの
- (3) 硫酸（ 1 mol/L ）
精密分析用のもの又はこれと同等以上のもの
- (4) 臭化カリウム—硫酸溶液
臭化カリウム89.25 gを硫酸（ 1 mol/L ）に溶かして500mlとしたもの

(5) 亜硝酸ナトリウム溶液

亜硝酸ナトリウム0.828 gを精製水10mlに溶かした溶液を一定量採り、精製水を加えて1000倍に薄めたもの

(6) 臭素酸標準原液

臭素酸カリウム2.61 gを精製水に溶かして1 Lとしたもの

この溶液1 mlは、臭素酸2 mgを含む。

この溶液は、冷暗所に保存する。

(7) 臭素酸標準液

臭素酸標準原液を、精製水で1000～100000倍の範囲内における任意の濃度に薄めたもの

この溶液1 mlは、臭素酸0.00002～0.002mgを含む。

この溶液は、使用の都度調製する。

2 器具及び装置

(1) メンブランフィルターろ過装置

別表第12の2(1)の例による。

(2) イオンクロマトグラフ

ア 分離カラム

内径2～8 mm、長さ5～25 cmのもので、陰イオン交換基を被覆したポリマー系充填剤を充填したもの又はこれと同等以上の分離性能を有するもの

イ 反応部

分離カラムで分離された液と2つの反応試薬が別々に混合できるもので、反応温度等が対象物質の最適反応条件に設定できるもの

例えば、臭化カリウム－硫酸溶液を毎分0.4 mlの流量で注入して40℃で反応させることができるもの。ただし、分析に十分な感度が得られない場合は、必要に応じて亜硝酸ナトリウム溶液を注入することができる。

ウ 検出器

紫外外部吸収検出器で、波長268 nm付近に設定したもの

3 試料の採取及び保存

試料は、精製水で洗浄したガラス瓶又はポリエチレン瓶に採取し、速やかに試験する。速やかに試験できない場合は、冷暗所に保存し、2週間以内に試験する。

4 試験操作

(1) 前処理

検水（検水に含まれる臭素酸の濃度が0.02 mg/Lを超える場合には、0.001～0.02 mg/Lとなるように精製水を加えて調製したもの）をメンブランフィルターろ過装置でろ過し、初めのろ液約10 mlを捨て、次のろ液を試験溶液とする。

(2) 分析

上記(1)で得られた試験溶液の一定量をイオンクロマトグラフに注入し、臭素酸のピーク高さ又はピーク面積を求め、下記5により作成した検量線から試験溶液中の臭素酸の濃度を求め、検水中の臭素酸の濃度を算定する。

5 検量線の作成

臭素酸標準液をメスフラスコ4個以上に採り、それぞれに精製水を加えて、濃度を段階的にした溶液を調製する。この場合、調製した溶液の臭素酸の濃度は、上記4(1)に示す検水の濃度範囲を超えてはならない。以下上記4(2)と同様に操作して、臭素酸の濃度とピーク高さ又はピーク面積との関係を求める。

6 空試験

精製水を一定量採り、以下上記4(1)及び(2)と同様に操作して試験溶液中の臭素酸の濃度を求め、検量線の濃度範囲の下限値を下回ることを確認する。

求められた濃度が当該濃度範囲の下限值以上の場合は、是正処置を講じた上で上記 4 (1) 及び (2) と同様の操作を再び行い、求められた濃度が当該濃度範囲の下限値を下回るまで操作を繰り返す。

7 連続試験を実施する場合の措置

オートサンプラーを用いて 10 以上の試料の試験を連続的に実施する場合には、以下に掲げる措置を講ずる。

- (1) おおむね 10 の試料ごとの試験終了後及び全ての試料の試験終了後に、上記 5 で調製した溶液の濃度のうち最も高いものから最も低いものまでの間の一定の濃度（以下この 7 において「調製濃度」という。）に調製した溶液について、上記 4 (2) に示す操作により試験を行い、算定された濃度と調製濃度との差を求める。
- (2) 上記 (1) により求められた差が調製濃度の $\pm 10\%$ の範囲を超えた場合には、是正処置を講じた上で上記 (1) で行った試験の前に試験を行ったおおむね 10 の試料及びそれらの後に試験を行った全ての試料について再び分析を行う。その結果、上記 (1) により求められた差が再び調製濃度の $\pm 10\%$ の範囲を超えた場合には、上記 4 及び 5 の操作により試験し直す。

別表第 18 の 2

液体クロマトグラフ—質量分析法

ここで対象とする項目は、塩素酸及び臭素酸である。

1 試薬

- (1) 精製水
測定対象成分を含まないもの
- (2) エチレンジアミン溶液 (50mg/ml)
別表第 13 の 1 (2) の例による。
- (3) チオ硫酸ナトリウム溶液 (0.3w/v %)
- (4) ヨウ化カリウム溶液 (5w/v %)
- (5) 窒素ガス
別表第 13 の 1 (5) の例による。
- (6) アセトニトリル
測定対象成分を含まないもの
- (7) 酢酸 (0.5v/v %)
- (8) 酢酸アンモニウム
- (9) 塩酸
- (10) ヨウ化カリウム
- (11) 炭酸ナトリウム (無水)
- (12) イソアミルアルコール
測定対象成分を含まないもの
- (13) ヨウ素酸カリウム溶液 (0.017mol/L)
別表第 13 の 1 (12) の例による。
- (14) 硫酸 (1+5)
- (15) でんぷん溶液
別表第 13 の 1 (14) の例による。
- (16) チオ硫酸ナトリウム溶液 (0.1mol/L)
別表第 13 の 1 (15) の例による。
- (17) 塩素酸標準原液
別表第 13 の 1 (19) の例による。
- (18) 臭素酸標準原液
別表第 18 の 1 (6) の例による。

(19) 陰イオン混合標準液

塩素酸及び臭素酸のそれぞれ一定量の標準原液を混合し、精製水で塩素酸は 10～1000 倍、臭素酸は 1000～100000 倍の範囲内における任意の濃度に薄めたもの
この溶液 1 ml は、塩素酸 0.001～0.1mg 及び臭素酸 0.00002～0.002mg を含む。
この溶液は、使用の都度調製する。

2 器具及び装置

(1) メンブランフィルターろ過装置

別表第 12 の 2 (1) の例による。

(2) 液体クロマトグラフー質量分析計

ア 分離カラム

内径 2～5 mm、長さ 5～15cm のステンレス管に、陰イオン交換基を被覆したシリカゲル若しくはポリマー系充填剤を充填したもの又はこれと同等以上の分離性能を有するもの

イ 移動相

最適条件に調製したもの

例えば、A 液は酢酸アンモニウム (0.2mol/L) ー酢酸 (0.5 v/v %) 溶液、
B 液はアセトニトリルのもの

ウ 移動相流量

対象物質の最適分離条件に設定できるもの

例えば、毎分 0.3ml の流量で、A 液と B 液の混合比が 5 : 95 で 13 分間保持した後、95 : 5 にして 10 分間保持できるもの

エ 検出器

別表第 17 の 2 の 2 (4) エの例による。

オ モニターイオンを得るための電圧

別表第 17 の 2 の 2 (4) オの例による。

3 試料の採取及び保存

試料は、精製水で洗浄したガラス瓶又はポリエチレン瓶に採取し、速やかに試験する。
速やかに試験できない場合は、冷暗所に保存し、2 週間以内に試験する。

なお、残留塩素が含まれている場合には、試料 1 L につきエチレンジアミン溶液 (50mg/ml) 0.1～1 ml 又はチオ硫酸ナトリウム溶液 (0.3w/v %) 1～2 ml を加える。
ただし、塩素酸の検査を行わない場合は、エチレンジアミン溶液又はチオ硫酸ナトリウム溶液の添加を省略することができる。

また、二酸化塩素を含む試料については、散気用フィルター付きの管を用い窒素ガスで 15 分間曝気した後、試料 1 L につきエチレンジアミン溶液 (50mg/ml) 0.1～1 ml 又はチオ硫酸ナトリウム溶液 (0.3w/v %) 1～2 ml を加える。ただし、塩素酸の検査を行わない場合は、窒素ガスによる曝気を省略することができる。

4 試験操作

(1) 前処理

検水（検水に含まれるそれぞれ対象物質の濃度が表 1 に示す濃度範囲の上限値を超える場合には、同表に示す濃度範囲になるように精製水を加えて調製したもの）をメンブランフィルターろ過装置でろ過し、初めのろ液約 10ml を捨て、次のろ液を試験溶液とする。

表 1 対象物質の濃度範囲

対象物質	濃度範囲 (mg/L)
塩素酸	0.03～1.2
臭素酸	0.0005～0.02

(2) 分析

上記(1)で得られた試験溶液の一定量を液体クロマトグラフィー質量分析計に注入し、表2に示すそれぞれの対象物質のモニターイオンのピーク高さ又はピーク面積を求め、下記5により作成した検量線から試験溶液中のそれぞれの対象物質の濃度を求め、検水中のそれぞれの対象物質の濃度を算定する。検水中に高濃度の硫酸イオンが含まれる場合は、硫酸イオンが分離カラムから溶出する分析条件を設定する。

表2 モニターイオンの例

対象物質	検出器	別表第17の2の2(4)エ①に該当する検出器	
		モニターイオン (m/z)	別表第17の2の2(4)エ②に該当する検出器
			プリカーサイオン (m/z)
			プロダクトイオン ※ (m/z)
塩素酸		83	83
臭素酸		127、129	127、129
			95、97、111、113

※プロダクトイオンをモニターイオンとする。

5 検量線の作成

陰イオン混合標準液をメスフラスコ4個以上に採り、それぞれに精製水を加えて、濃度を段階的にした溶液を調製する。この場合、調製した溶液のそれぞれの対象物質の濃度は、上記4(1)に示す検水の濃度範囲を超えてはならない。以下上記4(2)と同様に操作して、それぞれの対象物質のモニターイオンのピーク高さ又はピーク面積を求め、それぞれの対象物質の濃度との関係を求める。

6 空試験

精製水を一定量採り、以下上記4(1)及び(2)と同様に操作して試験溶液中のそれぞれの対象物質の濃度を求め、検量線の濃度範囲の下限値を下回ることを確認する。求められた濃度が当該濃度範囲の下限値以上の場合は、是正処置を講じた上で上記4(1)及び(2)と同様の操作を再び行い、求められた濃度が当該濃度範囲の下限値を下回るまで操作を繰り返す。

7 連続試験を実施する場合の措置

オートサンプラーを用いて10以上の試料の試験を連続的に実施する場合には、以下に掲げる措置を講ずる。

- (1) おおむね10の試料ごとの試験終了後及び全ての試料の試験終了後に、上記5で調製した溶液の濃度のうち最も高いものから最も低いものまでの間の一定の濃度（以下この7において「調製濃度」という。）に調製した溶液について、上記4(1)に示す操作により試験を行い、算定された濃度と調製濃度との差を求める。
- (2) 上記(1)により求められた差が調製濃度の $\pm 10\%$ の範囲を超えた場合には、是正処置を講じた上で上記(1)で行った試験の前に試験を行ったおおむね10の試料及びそれらの後に試験を行った全ての試料について再び分析を行う。その結果、上記(1)により求められた差が再び調製濃度の $\pm 10\%$ の範囲を超えた場合には、上記4及び5の操作により試験し直す。

別表第19

溶媒抽出—誘導体化—ガスクロマトグラフィー質量分析法

ここで対象とする項目は、ホルムアルデヒドである。

1 試薬

- (1) 精製水
測定対象成分を含まないもの
- (2) チオ硫酸ナトリウム溶液 (0.3w/v%)
- (3) 炭酸ナトリウム (無水)

- (4) イソアミルアルコール
測定対象成分を含まないもの
- (5) ヨウ素酸カリウム溶液 (0.017mol/L)
別表第13の1(12)の例による。
- (6) ヨウ化カリウム
- (7) 硫酸 (1 + 5)
- (8) でんぷん溶液
別表第13の1(14)の例による。
- (9) チオ硫酸ナトリウム溶液 (0.1mol/L)
別表第13の1(15)の例による。
- (10) ペンタフルオロベンジルヒドロキシルアミン溶液
ペンタフルオロベンジルヒドロキシルアミン塩酸塩0.1gを精製水に溶かして100mlとしたもの
この溶液は、褐色瓶に入れて冷暗所に保存する。
- (11) 硫酸 (1 + 1)
- (12) 塩化ナトリウム
測定対象成分を含まないもの
- (13) 無水硫酸ナトリウム
測定対象成分を含まないもの
- (14) ヨウ素溶液
ヨウ素約13gを採り、ヨウ化カリウム20g及び精製水20mlを加えて溶かした後、精製水を加えて1Lとしたもの
この溶液は、褐色瓶に入れて冷暗所に保存する。
- (15) 水酸化カリウム溶液 (6 w/v %)
- (16) ヘキサン
測定対象成分を含まないもの
- (17) 内部標準原液
1-クロロデカン0.100gをヘキサン60mlを入れたメスフラスコに採り、ヘキサンを加えて100mlとしたもの
この溶液1mlは、1-クロロデカン1mgを含む。
この溶液は、調製後直ちに10mlずつをねじロバイアルに入れて冷凍保存する。
- (18) 内部標準添加ヘキサン
内部標準原液をヘキサンで2000倍に薄めたもの
この溶液1mlは、1-クロロデカン0.0005mgを含む。
この溶液は、使用の都度調製する。
- (19) メチルアルコール
測定対象成分を含まないもの
- (20) ホルムアルデヒド標準原液
ホルマリン10/C (g) をメチルアルコールに溶かして100mlとしたもの
ただし、Cはホルマリン中のホルムアルデヒドの含量 (%) であり、次に定める方法により算出する。
ホルマリン約1gを精製水5mlを入れた褐色メスフラスコに採り、精製水を加えて100mlとする。その10mlを共栓付き三角フラスコに採り、これにヨウ素溶液50ml及び水酸化カリウム溶液 (6 w/v %) 20mlを加え、栓をして静かに振り混ぜ、15分間常温で静置する。次いで、硫酸 (1 + 5) 5mlを加え、遊離したヨウ素をチオ硫酸ナトリウム溶液 (0.1mol/L) を用いて滴定し、液の黄色が薄くなってから1～2mlのでんぷん溶液を指示薬として加え、液の青色が消えるまで更に滴定し、これに要したチオ

硫酸ナトリウム溶液（0.1mol/L）のml数 a を求める。別に、精製水10mlについて同様に操作し、これに要したチオ硫酸ナトリウム溶液（0.1mol/L）のml数 b を求め、次式によりホルマリン中のホルムアルデヒドの含量（%）を算定する。

$$\text{ホルムアルデヒドの含量 } C (\%) = 1.501 \times f \times (b - a) / W$$

この式において、Wはホルマリンの採取量（g）、f はチオ硫酸ナトリウム溶液（0.1mol/L）のファクターを表す。

この溶液は、調製後直ちに10mlずつをねじロバイアルに入れて冷凍保存する。

(21) ホルムアルデヒド標準液

ホルムアルデヒドとして1mgに相当するホルムアルデヒド標準原液を採り、メチルアルコールで100倍に薄めたもの

この溶液1mlは、ホルムアルデヒド0.01mgを含む。

この溶液は、使用の都度調製する。

2 器具及び装置

(1) ねじロバイアル

別表第17の2(2)の例による。

(2) ガスクロマトグラフ—質量分析計

ア 試料導入部

別表第17の2(5)アの例による。

イ 分離カラム

別表第17の2(5)イの例による。

ウ 分離カラムの温度

最適分離条件に設定できるもの

例えば、100℃を1分間保持し、毎分15℃の速度で上昇させ、200℃を10分間保持できるもの

エ 検出器

別表第14の2(4)ウの例による。

オ イオン化電圧

別表第14の2(4)エの例による。

カ キャリヤーガス

別表第14の2(4)オの例による。

3 試料の採取及び保存

試料は、精製水で洗浄したガラス瓶又はポリエチレン瓶に採取し、満水にして直ちに密栓し、速やかに試験する。速やかに試験できない場合は、冷蔵保存し、72時間以内に試験する。

なお、残留塩素が含まれている場合には、試料1Lにつきチオ硫酸ナトリウム溶液（0.3w/v%）1～2mlを加える。

4 試験操作

(1) 前処理

検水50ml（検水に含まれるホルムアルデヒドの濃度が0.1mg/Lを超える場合には、0.001～0.1mg/Lとなるように精製水を加えて50mlに調製したもの）を採り、ペンタフルオロベンジルヒドロキシルアミン溶液3mlを加えて混合する。2時間静置後、硫酸（1+1）0.8ml及び塩化ナトリウム20gを加えて混合する。次に、内部標準添加ヘキサシアン5mlを加えて5分間激しく振り混ぜ、数分間静置後、ヘキサシアン層を分取し、無水硫酸ナトリウムを少量加える。この溶液を一定量採り、試験溶液とする。

(2) 分析

上記(1)で得られた試験溶液の一定量をガスクロマトグラフ—質量分析計に注入し、フッ素誘導体化したホルムアルデヒドは181、195、161のフラグメントイオンのピーク

高さ又はピーク面積と 1-クロロデカン は 91、105 のフラグメントイオンのピーク高さ又はピーク面積との比を求め、下記 5 により作成した検量線から試験溶液中のホルムアルデヒドの濃度を求め、検水中のホルムアルデヒドの濃度を算定する。

5 検量線の作成

ホルムアルデヒド標準液を段階的にメスフラスコ 4 個以上に採り、それぞれに精製水を加えて 50ml とする。この場合、調製した溶液のホルムアルデヒドの濃度は、上記 4 (1) に示す検水の濃度範囲を超えてはならない。以下上記 4 (1) 及び (2) と同様に操作して、ホルムアルデヒドと 1-クロロデカンとのフラグメントイオンのピーク高さ又はピーク面積の比を求め、ホルムアルデヒドの濃度との関係を求める。

6 空試験

精製水 50ml を採り、以下上記 4 (1) 及び (2) と同様に操作して試験溶液中のホルムアルデヒドの濃度を求め、検量線の濃度範囲の下限値を下回ることを確認する。

求められた濃度が当該濃度範囲の下限値以上の場合は、是正処置を講じた上で上記 4 (1) 及び (2) と同様の操作を再び行い、求められた濃度が当該濃度範囲の下限値を下回るまで操作を繰り返す。

7 連続試験を実施する場合の措置

オートサンプラーを用いて 10 以上の試料の試験を連続的に実施する場合には、以下に掲げる措置を講ずる。

- (1) おおむね 10 の試料ごとの試験終了後及び全ての試料の試験終了後に、上記 5 で調製した溶液の濃度のうち最も高いものから最も低いものまでの間の一定の濃度（以下この 7 において「調製濃度」という。）に調製した溶液について、上記 4 (1) 及び (2) に示す操作により試験を行い、算定された濃度と調製濃度との差を求める。
- (2) 上記 (1) により求められた差が調製濃度の $\pm 20\%$ の範囲を超えた場合には、是正処置を講じた上で上記 (1) で行った試験の前に試験を行ったおおむね 10 の試料及びそれらの後に試験を行った全ての試料について再び分析を行う。その結果、上記 (1) により求められた差が再び調製濃度の $\pm 20\%$ の範囲を超えた場合には、上記 4 及び 5 の操作により試験し直す。

別表第 19 の 2

誘導体化—高速液体クロマトグラフ法

ここで対象とする項目は、ホルムアルデヒドである。

1 試薬

(1) 精製水

別表第 19 の 1 (1) の例による。

(2) 塩化アンモニウム溶液 (1 w / v %)

(3) アセトニトリル

測定対象成分を含まないもの

(4) リン酸 (1 + 4)

(5) DNPH 溶液

2, 4-ジニトロフェニルヒドラジン 0.1 g をアセトニトリルに溶かして 100ml としたもの

この溶液は、褐色瓶に入れて冷暗所に保存する。

(6) 炭酸ナトリウム (無水)

(7) イソアミルアルコール

別表第 19 の 1 (4) の例による。

(8) ヨウ素酸カリウム溶液 (0.017mol / L)

別表第 13 の 1 (12) の例による。

(9) ヨウ化カリウム

- (10) 硫酸（1 + 5）
- (11) でんぷん溶液
別表第 13 の 1 (14) の例による。
- (12) チオ硫酸ナトリウム溶液（0.1mol/L）
別表第 13 の 1 (15) の例による。
- (13) ヨウ素溶液
別表第 19 の 1 (14) の例による。
- (14) 水酸化カリウム溶液（6 w/v %）
- (15) メチルアルコール
別表第 19 の 1 (19) の例による。
- (16) ホルムアルデヒド標準原液
別表第 19 の 1 (20) の例による。
- (17) ホルムアルデヒド標準液
ホルムアルデヒドとして 1 mg に相当するホルムアルデヒド標準原液を採り、アセトニトリルで 100 倍に薄めたもの
この溶液 1 ml は、ホルムアルデヒド 0.01mg を含む。
この溶液は、使用の都度調製する。

2 器具及び装置

(1) 高速液体クロマトグラフ

ア 分離カラム

内径 2～5 mm、長さ 15～25 cm のステンレス管に、オクタデシルシリル基を化学結合した粒径が 2～5 μ m のシリカゲルを充填したもの又はこれと同等以上の分離性能を有するもの

イ 移動相

最適条件に調製したもの

例えば、A 液は精製水、B 液はアセトニトリルのもの

ウ 移動相流量

対象物質の最適分離条件に設定できるもの

例えば、毎分 1 ml の流量で、A 液と B 液の混合比が 1 : 1 のもの

エ 検出器

紫外外部吸収検出器又はフォトダイオードアレイ検出器で、波長 360 nm 付近に設定したもの

3 試料の採取及び保存

試料は、精製水で洗浄したガラス瓶又はポリエチレン瓶に採取し、満水にして直ちに密栓し、速やかに試験する。速やかに試験できない場合は、冷蔵保存し、72 時間以内に試験する。

なお、残留塩素が含まれている場合には、試料 100 ml に対して塩化アンモニウム溶液（1 w/v %）0.1～0.5 ml を加える。

4 試験操作

(1) 前処理

検水 10 ml（検水に含まれるホルムアルデヒドの濃度が 0.1 mg/L を超える場合には、0.005～0.1 mg/L となるように精製水を加えて 10 ml に調製したもの）を採り、リン酸（1 + 4）0.2 ml 及び D N P H 溶液 0.5 ml を加えて混合する。20 分間静置後、この溶液を一定量採り、試験溶液とする。

(2) 分析

上記(1)で得られた試験溶液の一定量を高速液体クロマトグラフに注入し、D N P H 誘導体化したホルムアルデヒドのピーク高さ又はピーク面積を求め、下記 5 により

作成した検量線から試験溶液中のホルムアルデヒドの濃度を求め、検水中のホルムアルデヒドの濃度を算定する。

5 検量線の作成

ホルムアルデヒド標準液をメスフラスコ4個以上に採り、それぞれに精製水を加えて、濃度を段階的にした溶液を調製する。この場合、調製した溶液のホルムアルデヒドの濃度は、上記4(1)に示す検水の濃度範囲を超えてはならない。以下上記4(1)及び(2)と同様に操作して、ホルムアルデヒドのピーク高さ又はピーク面積を求め、ホルムアルデヒドの濃度との関係を求める。

6 空試験

精製水 10ml を採り、以下上記4(1)及び(2)と同様に操作して試験溶液中のホルムアルデヒドの濃度を求め、検量線の濃度範囲の下限値を下回ることを確認する。

求められた濃度が当該濃度範囲の下限値以上の場合には、是正処置を講じた上で上記4(1)及び(2)と同様の操作を再び行い、求められた濃度が当該濃度範囲の下限値を下回るまで操作を繰り返す。

7 連続試験を実施する場合の措置

オートサンプラーを用いて10以上の試料の試験を連続的に実施する場合には、以下に掲げる措置を講ずる。

- (1) おおむね10の試料ごとの試験終了後及び全ての試料の試験終了後に、上記5で調製した溶液の濃度のうち最も高いものから最も低いものまでの間の一定の濃度（以下この7において「調製濃度」という。）に調製した溶液について、上記4(1)及び(2)に示す操作により試験を行い、算定された濃度と調製濃度との差を求める。
- (2) 上記(1)により求められた差が調製濃度の $\pm 20\%$ の範囲を超えた場合には、是正処置を講じた上で上記(1)で行った試験の前に試験を行ったおおむね10の試料及びそれら後に試験を行った全ての試料について再び分析を行う。その結果、上記(1)により求められた差が再び調製濃度の $\pm 20\%$ の範囲を超えた場合には、上記4及び5の操作により試験し直す。

別表第19の3

誘導体化—液体クロマトグラフ—質量分析法

ここで対象とする項目は、ホルムアルデヒドである。

1 試薬

- (1) 精製水
別表第19の1(1)の例による。
- (2) 塩化アンモニウム溶液（1 w / v %）
- (3) アセトニトリル
別表第19の2の1(3)の例による。
- (4) リン酸（1 + 4）
- (5) DNPH溶液
別表第19の2の1(5)の例による。
- (6) 炭酸ナトリウム（無水）
- (7) イソアミルアルコール
別表第19の1(4)の例による。
- (8) ヨウ素酸カリウム溶液（0.017mol / L）
別表第13の1(12)の例による。
- (9) ヨウ化カリウム
- (10) 硫酸（1 + 5）
- (11) でんぷん溶液
別表第13の1(14)の例による。

(12) チオ硫酸ナトリウム溶液 (0.1mol/L)
別表第 13 の 1 (15) の例による。

(13) ヨウ素溶液
別表第 19 の 1 (14) の例による。

(14) 水酸化カリウム溶液 (6 w/v %)

(15) メチルアルコール
別表第 19 の 1 (19) の例による。

(16) ホルムアルデヒド標準原液
別表第 19 の 1 (20) の例による。

(17) ホルムアルデヒド標準液
別表第 19 の 2 の 1 (17) の例による。

2 器具及び装置

(1) 液体クロマトグラフー質量分析計

ア 分離カラム

内径 2 ～ 5 mm、長さ 5 ～ 15 cm のステンレス管に、オクタデシルシリル基を化学結合した粒径が 2 ～ 5 μ m のシリカゲルを充填したもの又はこれと同等以上の分離性能を有するもの

イ 移動相

別表第 19 の 2 の 2 (1) イの例による。

ウ 移動相流量

対象物質の最適条件に設定できるもの

例えば、毎分 0.2 ml の流量で、A 液と B 液の混合比が 1 : 1 のもの

エ 検出器

別表第 17 の 2 の 2 (4) エの例による。

オ モニターイオンを得るための電圧

別表第 17 の 2 の 2 (4) オの例による。

3 試料の採取及び保存

別表第 19 の 2 の 3 の例による。

4 試験操作

(1) 前処理

検水 10 ml (検水に含まれるホルムアルデヒドの濃度が 0.1 mg/L を超える場合には、0.005 ～ 0.1 mg/L となるように精製水を加えて 10 ml に調製したもの) を採り、リン酸 (1 + 4) 0.2 ml 及び D N P H 溶液 0.5 ml を加えて混合する。20 分間静置後、この溶液を一定量採り、試験溶液とする。

(2) 分析

上記 (1) で得られた試験溶液の一定量を液体クロマトグラフー質量分析計に注入し、表 1 に示す D N P H 誘導体化したホルムアルデヒドのモニターイオンのピーク高さ又はピーク面積を求め、下記 5 により作成した検量線から試験溶液中のホルムアルデヒドの濃度を求め、検水中のホルムアルデヒドの濃度を算定する。

表 1 モニターイオンの例

検出器 対象物質	別表第 17 の 2 の 2 (4) エ①に該当する検出器	別表第 17 の 2 の 2 (4) エ②に該当する検出器	
	モニターイオン (m/z)	プリカーサイオン (m/z)	プロダクトイオン※ (m/z)
ホルムアルデヒド	209、181、120	209	46、151、163

※プロダクトイオンをモニターイオンとする。

5 検量線の作成

ホルムアルデヒド標準液をメスフラスコ4個以上に採り、それぞれに精製水を加えて、濃度を段階的にした溶液を調製する。この場合、調製した溶液のホルムアルデヒドの濃度は、上記4(1)に示す検水の濃度範囲を超えてはならない。以下上記4(1)及び(2)と同様に操作して、ホルムアルデヒドのモニターイオンのピーク高さ又はピーク面積を求め、ホルムアルデヒドの濃度との関係を求める。

6 空試験

精製水 10ml を採り、以下上記4(1)及び(2)と同様に操作して試験溶液中のホルムアルデヒドの濃度を求め、検量線の濃度範囲の下限値を下回ることを確認する。

求められた濃度が当該濃度範囲の下限値以上の場合は、是正処置を講じた上で上記4(1)及び(2)と同様の操作を再び行い、求められた濃度が当該濃度範囲の下限値を下回るまで操作を繰り返す。

7 連続試験を実施する場合の措置

オートサンプラーを用いて10以上の試料の試験を連続的に実施する場合には、以下に掲げる措置を講ずる。

- (1) おおむね10の試料ごとの試験終了後及び全ての試料の試験終了後に、上記5で調製した溶液の濃度のうち最も高いものから最も低いものまでの間の一定の濃度（以下この7において「調製濃度」という。）に調製した溶液について、上記4(1)及び(2)に示す操作により試験を行い、算定された濃度と調製濃度との差を求める。
- (2) 上記(1)により求められた差が調製濃度の $\pm 20\%$ の範囲を超えた場合には、是正処置を講じた上で上記(1)で行った試験の前に試験を行ったおおむね10の試料及びそれらの後に試験を行った全ての試料について再び分析を行う。その結果、上記(1)により求められた差が再び調製濃度の $\pm 20\%$ の範囲を超えた場合には、上記4及び5の操作により試験し直す。

別表第20

イオンクロマトグラフ（陽イオン）による一斉分析法

ここで対象とする項目は、ナトリウム及びカルシウム、マグネシウム等（硬度）である。

1 試薬

- (1) 精製水
測定対象成分を含まないもの
- (2) 溶離液
測定対象成分が分離できるもの
- (3) 除去液
サプレッサを動作させることができるもの
- (4) 硝酸（1+1）
- (5) 硝酸（1+160）
- (6) ナトリウム標準原液
別表第3の1(9)の例による。
- (7) カルシウム標準原液
別表第4の1(5)の例による。
- (8) マグネシウム標準原液
別表第4の1(5)の例による。
- (9) 陽イオン混合標準液
ナトリウム標準原液、カルシウム標準原液及びマグネシウム標準原液を1つのメスフラスコに等量採り、精製水で20倍に薄めたもの

この溶液 1 ml は、ナトリウム、カルシウム及びマグネシウムをそれぞれ 0.05mg 含む。

この溶液は、使用の都度調製する。

2 器具及び装置

(1) メンブランフィルターろ過装置

別表第12の2(1)の例による。

(2) イオンクロマトグラフ

ア 分離カラム

サプレッサ型は、内径 2 ～ 5 mm、長さ 5 ～ 25cm のもので、陽イオン交換基を被覆したポリマー系充填剤を充填したもの又はこれと同等以上の分離性能を有するもの

ノンサプレッサ型は、内径が 4 ～ 4.6mm、長さ 5 ～ 25cm のもので、シリカ材若しくはポリマー基材に陽イオン交換基を被覆したもの又はこれと同等以上の分離性能を有するもの

イ 検出器

電気伝導度検出器

3 試料の採取及び保存

試料は、精製水で洗浄したポリエチレン瓶に採取し、速やかに試験する。速やかに試験できない場合は、冷暗所に保存し、72時間以内に試験する。

4 試験操作

(1) 前処理

検水（検水に含まれるそれぞれの対象物質の濃度が 200mg/L を超える場合には、0.1 ～ 200mg/L となるように精製水を加えて調製したもの）をメンブランフィルターろ過装置でろ過し、初めのろ液約 10ml は捨て、次のろ液を試験溶液とする。

(2) 分析

上記(1)で得られた試験溶液の一定量をイオンクロマトグラフに注入し、それぞれの陽イオンのピーク高さ又はピーク面積を求め、下記 5 により作成した検量線から試験溶液中のそれぞれの陽イオンの濃度を求め、検水中のそれぞれの陽イオンの濃度を算定する。

ただし、カルシウム、マグネシウム等（硬度）については、まずカルシウム及びマグネシウムの濃度を測定し、次式により濃度を算定する。

硬度（炭酸カルシウム mg/L）＝〔カルシウム（mg/L）×2.497〕＋〔マグネシウム（mg/L）×4.118〕

5 検量線の作成

それぞれの陽イオンの標準原液又は陽イオン混合標準液をメスフラスコ 4 個以上に採り、それぞれに精製水を加えて、濃度を段階的にした溶液を調製する。この場合、調製した溶液のそれぞれの陽イオンの濃度は、上記 4 (1) に示す検水の濃度範囲を超えてはならない。以下上記 4 (2) と同様に操作して、それぞれの陽イオンの濃度とピーク高さ又はピーク面積との関係を求める。

6 空試験

精製水を一定量採り、以下上記 4 (1) 及び(2) と同様に操作して試験溶液中のそれぞれの陽イオンの濃度を求め、検量線の濃度範囲の下限値を下回ることを確認する。

求められた濃度が当該濃度範囲の下限値以上の場合は、是正処置を講じた上で上記 4 (1) 及び(2) と同様の操作を再び行い、求められた濃度が当該濃度範囲の下限値を下回るまで操作を繰り返す。

7 連続試験を実施する場合の措置

オートサンプラーを用いて 10 以上の試料の試験を連続的に実施する場合には、以下に掲げる措置を講ずる。

- (1) おおむね10の試料ごとの試験終了後及び全ての試料の試験終了後に、上記5で調製した溶液の濃度のうち最も高いものから最も低いものまでの間の一定の濃度（以下この7において「調製濃度」という。）に調製した溶液について、上記4(2)に示す操作により試験を行い、算定された濃度と調製濃度との差を求める。
- (2) 上記(1)により求められた差が調製濃度の±10%の範囲を超えた場合には、是正処置を講じた上で上記(1)で行った試験の前に試験を行ったおおむね10の試料及びそれらの後に試験を行った全ての試料について再び分析を行う。その結果、上記(1)により求められた差が再び調製濃度の±10%の範囲を超えた場合には、上記4及び5の操作により試験し直す。

別表第21

滴定法

ここで対象とする項目は、塩化物イオンである。

1 試薬

(1) 精製水

測定対象成分を含まないもの

(2) 硝酸銀溶液（5 w／v %）

(3) クロム酸カリウム溶液

別表第12の1(16)の例による。

(4) 塩化ナトリウム溶液（0.01mol／L）

塩化ナトリウム0.584 gを精製水に溶かして1 Lとしたもの

(5) 硝酸銀溶液（0.01mol／L）

硝酸銀1.7 gを精製水に溶かして1 Lとしたもの

この溶液は、褐色瓶に入れて冷暗所に保存する。

この溶液1 mlは、塩化物イオンとして0.355mgを含む量に相当する。

なお、次の操作により硝酸銀溶液（0.01mol／L）のファクター(f)を求める。

塩化ナトリウム溶液（0.01mol／L）25mlを白磁皿に採り、クロム酸カリウム溶液0.2mlを指示薬として加え、硝酸銀溶液（0.01mol／L）を用いて淡黄褐色が消えずに残るまで滴定する。別に、精製水45mlを白磁皿に採り、塩化ナトリウム溶液（0.01mol／L）5.0mlを加え、以下上記と同様に操作して精製水について試験を行い、補正した硝酸銀溶液（0.01mol／L）のml数 a から次式によりファクターを算定する。

$$\text{ファクター}(f) = 20 / a$$

2 試料の採取及び保存

試料は、精製水で洗浄したガラス瓶又はポリエチレン瓶に採取し、速やかに試験する。速やかに試験できない場合は、冷暗所に保存し、2週間以内に試験する。

3 試験操作

検水100mlを白磁皿に採り、クロム酸カリウム溶液0.5mlを指示薬として加え、硝酸銀溶液（0.01mol／L）を用いて淡黄褐色が消えずに残るまで滴定し、これに要した硝酸銀溶液（0.01mol／L）のml数 b を求める。別に、精製水100mlを白磁皿に採り、塩化ナトリウム溶液（0.01mol／L）5.0mlを加え、以下検水と同様に操作し、これに要した硝酸銀溶液（0.01mol／L）のml数 c を求め、次式により検水中の塩化物イオンの濃度を算定する。

$$\text{塩化物イオン (mg／L)} = [b - (c - 5 / f)] \times f \times 0.355 \times 1000 / 100$$

この式において、f は硝酸銀溶液（0.01mol／L）のファクターを表す。

別表第22

滴定法

ここで対象とする項目は、カルシウム、マグネシウム等（硬度）である。

1 試薬

(1) 精製水

測定対象成分を含まないもの

(2) シアン化カリウム溶液 (10w / v %)

(3) 塩酸 (1 + 9)

(4) 塩化マグネシウム溶液 (0.01mol / L)

酸化マグネシウム0.403 gを少量の塩酸 (1 + 9) で溶かし、水浴上で塩酸臭がなくなるまで加温した後、精製水を加えて1 Lとしたもの

(5) アンモニア緩衝液

塩化アンモニウム67.5 gをアンモニア水570mlに溶かし、精製水を加えて1 Lとしたもの

(6) 塩酸ヒドロキシルアミン

(7) エチルアルコール (95 v / v %)

測定対象成分を含まないもの

(8) E B T 溶液

エリオクロムブラック T 0.5 g 及び塩酸ヒドロキシルアミン4.5 g をエチルアルコール (95 v / v %) に溶かして100mlとしたもの

この溶液は、褐色瓶に入れて冷暗所に保存する。

(9) E D T A 溶液 (0.01mol / L)

エチレンジアミン四酢酸二ナトリウム (2 水塩) 3.722 g を精製水に溶かして1 L としたもの

この溶液 1 ml は、炭酸カルシウムとして 1 mg を含む量に相当する。

この溶液は、褐色瓶に入れて冷暗所に保存する。

2 試料の採取及び保存

試料は、精製水で洗浄したガラス瓶又はポリエチレン瓶に採取し、速やかに試験する。速やかに試験できない場合は、冷暗所に保存し、72時間以内に試験する。

3 試験操作

検水100mlを三角フラスコに採り、シアン化カリウム溶液 (10w / v %) 数滴、塩化マグネシウム溶液 (0.01mol / L) 1 ml 及びアンモニア緩衝液 2 ml を加える。これに E B T 溶液数滴を指示薬として加え、E D T A 溶液 (0.01mol / L) を用いて液が青色を呈するまで滴定し、これに要した E D T A 溶液 (0.01mol / L) の ml 数 a から、次式により検水中の硬度を検水に含まれる炭酸カルシウムの濃度として算定する。

$$\text{硬度 (炭酸カルシウム mg / L)} = (a - 1) \times 1000 \times 1 / 100$$

なお、シアン化カリウム溶液 (10w / v %) を加えなくても滴定の終点が明瞭な場合は、その操作を省略することができる。

4 空試験

精製水100mlを採り、以下上記 3 と同様に操作して硬度を求める。

別表第23

重量法

ここで対象とする項目は、蒸発残留物である。

1 試薬

精製水

2 器具

蒸発皿

3 試料の採取及び保存

試料は、精製水で洗浄したガラス瓶又はポリエチレン瓶に採取し、速やかに試験する。速やかに試験できない場合は、冷暗所に保存し、2週間以内に試験する。

4 試験操作

105～110℃で乾燥させてデシケーター中で放冷後、秤量した蒸発皿に、検水を100～500ml採り、水浴上で蒸発乾固する。次に、これを105～110℃で2～3時間乾燥させ、デシケーター中で放冷後、秤量し、蒸発皿の前後の重量差 a mgを求め、次式により検水中の蒸発残留物の濃度を算定する。

$$\text{蒸発残留物 (mg/L)} = a \times 1000 / \text{検水 (ml)}$$

別表第24

固相抽出—高速液体クロマトグラフ法

ここで対象とする項目は、陰イオン界面活性剤である。

1 試薬

(1) 精製水

測定対象成分を含まないもの

(2) メチルアルコール

測定対象成分を含まないもの

(3) 過塩素酸ナトリウム

(4) アセトニトリル

測定対象成分を含まないもの

(5) 窒素ガス

測定対象成分を含まないもの

(6) 陰イオン界面活性剤標準原液

デシルベンゼンスルホン酸ナトリウム、ウンデシルベンゼンスルホン酸ナトリウム、ドデシルベンゼンスルホン酸ナトリウム、トリデシルベンゼンスルホン酸ナトリウム及びテトラデシルベンゼンスルホン酸ナトリウムのうち直鎖アルキル基の末端以外の炭素にフェニル基が結合したものそれぞれ100mgをメチルアルコールに溶かして100mlとしたもの

この溶液 1 mlは、デシルベンゼンスルホン酸ナトリウム、ウンデシルベンゼンスルホン酸ナトリウム、ドデシルベンゼンスルホン酸ナトリウム、トリデシルベンゼンスルホン酸ナトリウム及びテトラデシルベンゼンスルホン酸ナトリウムをそれぞれ1mg含む。

この溶液は、冷暗所に保存する。

(7) 陰イオン界面活性剤標準液

陰イオン界面活性剤標準原液をメチルアルコールで10倍に薄めたもの

この溶液 1 mlは、デシルベンゼンスルホン酸ナトリウム、ウンデシルベンゼンスルホン酸ナトリウム、ドデシルベンゼンスルホン酸ナトリウム、トリデシルベンゼンスルホン酸ナトリウム及びテトラデシルベンゼンスルホン酸ナトリウムをそれぞれ0.1mg含む。

この溶液は、使用の都度調製する。

2 器具及び装置

(1) 固相カラム

スチレンジビニルベンゼン共重合体若しくはオクタデシルシリル基を化学結合したシリカゲルを詰めたもの又はこれと同等以上の性能を有するもの

(2) 高速液体クロマトグラフ

ア 分離カラム

内径4.6mmで、長さ15～25cmのステンレス管に、オクタデシルシリル基を化学結合した粒径が3～5 μmのシリカゲルを充填したもの又はこれと同等以上の分離性能を有するもの

イ 移動相

最適条件に調製したもの

例えば、アセトニトリルと精製水を体積比で65：35の割合で混合した液1 Lに過塩素酸ナトリウム12.3 gを溶かしたもの

ウ 検出器

蛍光検出器で、励起波長221nm付近、蛍光波長284nm付近に設定したもの

3 試料の採取及び保存

試料は、精製水で洗浄したガラス瓶又はポリエチレン瓶に採取し、速やかに試験する。速やかに試験できない場合は、冷暗所に保存し、72時間以内に試験する。

4 試験操作

(1) 前処理

固相カラムにメチルアルコール 5 ml、精製水 5 mlを順次注入する。次に、検水500ml（検水に含まれるそれぞれの陰イオン界面活性剤としての濃度が0.5mg/Lを超える場合には、0.02～0.5mg/Lとなるように精製水を加えて500mlに調製したもの）を毎分約30mlの流量で固相カラムに流す。次いで、固相カラムの上端からメチルアルコール 5 mlを緩やかに流し、試験管に採る。試験管の溶出液に窒素ガスを緩やかに吹き付けて2mlとし、これを試験溶液とする。

(2) 分析

上記(1)で得られた試験溶液の一定量を高速液体クロマトグラフに注入し、それぞれの陰イオン界面活性剤のピーク面積を求め、下記5により作成した検量線から試験溶液中のそれぞれの陰イオン界面活性剤の濃度を求め、検水中のそれぞれの陰イオン界面活性剤の濃度を算定する。

それぞれの陰イオン界面活性剤の濃度を合計して陰イオン界面活性剤としての濃度を算定する。

5 検量線の作成

陰イオン界面活性剤標準原液又は陰イオン界面活性剤標準液をメスフラスコ4個以上に採り、それぞれにメチルアルコールを加えて、濃度を段階的にした溶液を調製する。この場合、調製した溶液のそれぞれの陰イオン界面活性剤としての濃度は、上記4(1)に示す検水の濃度範囲から算定される試験溶液の濃度範囲を超えてはならない。以下上記4(2)と同様に操作して、それぞれの陰イオン界面活性剤の濃度とピーク面積との関係を求める。

6 空試験

精製水500mlを採り、以下上記4(1)及び(2)と同様に操作して試験溶液中のそれぞれの陰イオン界面活性剤の濃度を求め、検量線の濃度範囲の下限値を下回ることを確認する。

求められた濃度が当該濃度範囲の下限値以上の場合は、是正処置を講じた上で上記4(1)及び(2)と同様の操作を再び行い、求められた濃度が当該濃度範囲の下限値を下回るまで操作を繰り返す。

7 連続試験を実施する場合の措置

オートサンプラーを用いて10以上の試料の試験を連続的に実施する場合には、以下に掲げる措置を講ずる。

(1) おおむね10の試料ごとの試験終了後及び全ての試料の試験終了後に、上記5で調製した溶液の濃度のうち最も高いものから最も低いものまでの間の一定の濃度（以下この7において「調製濃度」という。）に調製した溶液について、上記4(2)に示す操作により試験を行い、算定された濃度と調製濃度との差を求める。

(2) 上記(1)により求められた差が調製濃度の±20%の範囲を超えた場合には、是正処置を講じた上で上記(1)で行った試験の前に試験を行ったおおむね10の試料及びそれらの後に試験を行った全ての試料について再び分析を行う。その結果、上記(1)により求められた差が再び調製濃度の±20%の範囲を超えた場合には、上記4及び5の操作により試験し直す。

別表第24の2

液体クロマトグラフ—質量分析法

ここで対象とする項目は、陰イオン界面活性剤である。

1 試薬

(1) 精製水

別表第24の1(1)の例による。

(2) メチルアルコール

別表第24の1(2)の例による。

(3) アセトニトリル

別表第24の1(4)の例による。

(4) ぎ酸 (0.1 v / v %)

(5) 内部標準原液

4—ドデシルベンゼンスルホン酸ナトリウム— $^{13}\text{C}_6$ 1 mg をメチルアルコールに溶かして 100ml としたもの

この溶液 1 ml は、4—ドデシルベンゼンスルホン酸ナトリウム— $^{13}\text{C}_6$ を 10 μg 含む。

この溶液は、冷暗所に保存する。

(6) 内部標準液

内部標準原液をメチルアルコールで 100 倍に薄めたもの

この溶液 1 ml は 4—ドデシルベンゼンスルホン酸ナトリウム— $^{13}\text{C}_6$ を 0.1 μg 含む。

この溶液は、使用の都度調製する。

(7) 陰イオン界面活性剤標準原液

別表第 24 の 1 (6) の例による。

(8) 陰イオン界面活性剤標準液

陰イオン界面活性剤標準原液をメチルアルコールで 100 倍に薄めたもの

この溶液 1 ml は、デシルベンゼンスルホン酸ナトリウム、ウンデシルベンゼンスルホン酸ナトリウム、ドデシルベンゼンスルホン酸ナトリウム、トリデシルベンゼンスルホン酸ナトリウム及びテトラデシルベンゼンスルホン酸ナトリウムをそれぞれ 0.01mg 含む。

この溶液は、使用の都度調製する。

2 器具及び装置

(1) 液体クロマトグラフ—質量分析計

ア 分離カラム

内径 2.1mm、長さ 10~15cm のステンレス管に、オクチル基を化学結合した粒径が 1.7~3 μm のシリカゲルを充填したもの又はこれと同等以上の分離性能を有するもの

イ 移動相

最適条件に調製したもの

例えば、A液はぎ酸 (0.1 v / v %)、B液はアセトニトリルのもの

ウ 移動相流量

対象物質の最適分離条件に設定できるもの

例えば、毎分 0.3ml の流量で、A液とB液の混合比が 35 : 65 のもの

エ 検出器

別表第 17 の 2 の 2 (4) エの例による。

オ モニターイオンを得るための電圧

別表第 17 の 2 の 2 (4) オの例による。

3 試料の採取及び保存

別表第 24 の 3 の例による。

4 試験操作

(1) 前処理

検水（検水に含まれるそれぞれの対象物質としての濃度が 0.5mg/L を超える場合には、 $0.01\sim 0.5\text{mg/L}$ となるように精製水を加えて調製したもの） 1ml に対してアセトニトリル 1ml の割合で加えて混合し、内部標準液を試験溶液の内部標準物質濃度がおおむね $5\mu\text{g/L}$ となるよう一定量注入し、これを試験溶液とする。

ただし、検水中の硬度などの夾雑成分に影響されず、必要な精度が得られる場合は、内部標準液の添加を省略することができる。

(2) 分析

上記(1)で得られた試験溶液の一定量を液体クロマトグラフー質量分析計に注入し、表1に示す対象物質と内部標準物質とのモニターイオンのピーク面積の比を求め、下記5により作成した検量線から試験溶液中のそれぞれの対象物質の濃度を求め、検水中のそれぞれの対象物質の濃度を算定する。

ただし、内部標準液の添加を省略した場合は、表1に示す対象物質のモニターイオンのピーク面積を求め、下記5により作成した検量線から試験溶液中のそれぞれの対象物質の濃度を求め、検水中のそれぞれの対象物質の濃度を算定する。

それぞれの対象物質の濃度を合計して陰イオン界面活性剤としての濃度を算定する。

表1 モニターイオンの例

検出器 対象物質	別表第17の2の2(4)エ①に該当する検出器	別表第17の2の2(4)エ②に該当する検出器	
	モニターイオン (m/z)	プリカーサイオン (m/z)	プロダクトイオン ※1 (m/z)
デシルベンゼンスルホン酸ナトリウム	297	297	119、183
ウンデシルベンゼンスルホン酸ナトリウム	311	311	119、183
ドデシルベンゼンスルホン酸ナトリウム	325	325	119、183
トリデシルベンゼンスルホン酸ナトリウム	339	339	119、183
テトラデシルベンゼンスルホン酸ナトリウム	353	353	119、183
4ードデシルベンゼンスルホン酸ナトリウム— $^{13}\text{C}_6$ ※2	331	331	176、189

※1 プロダクトイオンをモニターイオンとする。

※2 は内部標準物質である。

5 検量線の作成

陰イオン界面活性剤標準液をメスフラスコ4個以上に採り、それぞれに精製水を加え

て、濃度を段階的にした溶液を調製する。この場合、調製した溶液のそれぞれの対象物質の濃度は、上記 4 (1) に示す検水の濃度範囲を超えてはならない。以下上記 4 (1) 及び(2)と同様に操作して、対象物質と内部標準物質とのモニターイオンのピーク面積の比を求め、対象物質の濃度との関係を求める。

ただし、内部標準液の添加を省略した場合は、以下上記 4 (1) 及び(2)と同様に操作して、対象物質のモニターイオンのピーク面積を求め、対象物質の濃度との関係を求める。

6 空試験

精製水を一定量採り、以下上記 4 (1) 及び(2)と同様に操作して試験溶液中の対象物質の濃度を求め、検量線の濃度範囲の下限値を下回ることを確認する。

求められた濃度が当該濃度範囲の下限値以上の場合は、是正処置を講じた上で上記 4 (1) 及び(2)と同様の操作を再び行い、求められた濃度が当該濃度範囲の下限値を下回るまで操作を繰り返す。

7 連続試験を実施する場合の措置

オートサンプラーを用いて10以上の試料の試験を連続的に実施する場合には、以下に掲げる措置を講ずる。

- (1) おおむね10の試料ごとの試験終了後及び全ての試料の試験終了後に、上記 5 で調製した溶液の濃度のうち最も高いものから最も低いものまでの間の一定の濃度（以下この 7 において「調製濃度」という。）に調製した溶液について、上記 4 (1) 及び(2)に示す操作により試験を行い、算定された濃度と調製濃度との差を求める。
- (2) 上記(1)により求められた差が調製濃度の $\pm 20\%$ の範囲を超えた場合には、是正処置を講じた上で上記(1)で行った試験の前に試験を行ったおおむね10の試料及びそれらの後に試験を行った全ての試料について再び分析を行う。その結果、上記(1)により求められた差が再び調製濃度の $\pm 20\%$ の範囲を超えた場合には、上記 4 及び 5 の操作により試験し直す。

別表第25

ページ・トラップーガスクロマトグラフィー質量分析法

ここで対象とする項目は、ジェオスミン及び2-メチルイソボルネオールである。

1 試薬

(1) 精製水

測定対象成分を含まないもの

(2) アスコルビン酸ナトリウム

(3) チオ硫酸ナトリウム溶液 (0.3w/v %)

(4) メチルアルコール

測定対象成分を含まないもの

(5) 内部標準原液

ジェオスミン- d_3 又は2, 4, 6-トリクロロアニソール- d_3 のいずれか0.010 g をメチルアルコールに溶かして10mlとしたもの

この溶液 1 ml は、ジェオスミン- d_3 又は2, 4, 6-トリクロロアニソール- d_3 を1 mg 含む。

この溶液は、調製後直ちにねじロバイアルに入れて冷凍保存する。

(6) 内部標準液

内部標準原液をメチルアルコールで、ジェオスミン- d_3 では1000~100000倍に、2, 4, 6-トリクロロアニソール- d_3 では250~25000倍に薄めたもの

この溶液 1 ml は、ジェオスミン- d_3 を0.01~1 μ g 又は2, 4, 6-トリクロロアニソール- d_3 を0.04~4 μ g 含む。

この溶液は、使用の都度調製する。

(7) ジェオスミン及び2-メチルイソボルネオール標準原液

ジェオスミン及び2-メチルイソボルネオールそれぞれ0.010 gをメチルアルコールに溶かして100mlとしたもの

この溶液 1 mlは、ジェオスミン及び2-メチルイソボルネオールをそれぞれ0.1mg含む。

この溶液は、調製後直ちに10mlずつをねじ口バイアルに入れて冷凍保存する。

(8) ジェオスミン及び2-メチルイソボルネオール標準液

ジェオスミン及び2-メチルイソボルネオール標準原液をあらかじめメチルアルコール少量を入れたメスフラスコに一定量採り、メチルアルコールで100倍の濃度に薄めたもの

この溶液 1 mlは、ジェオスミン及び2-メチルイソボルネオールをそれぞれ0.001mg含む。

この溶液は、使用の都度調製する。

2 器具及び装置

(1) ねじ口瓶

別表第14の2 (1)の例による。

(2) ねじ口バイアル

別表第17の2 (2)の例による。

(3) パージ・トラップ装置

ア パージ容器

別表第14の2 (3)アの例による。

イ 恒温槽

別表第14の2 (3)イの例による。

ウ トラップ管

内径2 mm以上、長さ5～30cmのもので、ステンレス管又はこの内面にガラスを被覆したもので、ポリ-2, 6-ジフェニル-p-ジフェニレンオキシドを0.2～0.3 g 充填したもの又はこれと同等以上の吸着性能を有するもの

エ 脱着装置

別表第14の2 (3)エの例による。

オ クライオフォーカス装置

別表第14の2 (3)オの例による。

(4) ガスクロマトグラフィー質量分析計

ア 分離カラム

内径0.25～0.53mm、長さ15～30mの溶融シリカ製のキャピラリーカラムで、内面に5 %フェニル-95%ジメチルポリシロキサンを0.3～1 μ mの厚さに被覆したもの又はこれと同等以上の分離性能を有するもの

イ 分離カラムの温度

対象物質の最適分離条件に設定できるもの

例えば、40℃を1分間保持し、毎分10℃の速度で上昇させ220℃にできるもの

ウ 検出器

別表第14の2 (4)ウの例による。

エ イオン化電圧

別表第14の2 (4)エの例による。

オ キャリアーガス

別表第14の2 (4)オの例による。

3 試料の採取及び保存

別表第17の3の例による。

4 試験操作

(1) 前処理

検水（検水に含まれるそれぞれの対象物質の濃度が0.0001mg/Lを超える場合には、0.000001～0.0001mg/Lとなるように精製水を加えて調製したもの）に内部標準液を試験溶液の内部標準物質濃度がジェオスミン-d₃がおおむね0.005～0.5μg/L及び2, 4, 6-トリクロロアニソール-d₃がおおむね0.02～2μg/Lとなるよう一定量注入し、これを試験溶液とする。

(2) 分析

上記(1)で得られた試験溶液5～25mlをパージ容器に採り、パージ容器及びトラップ管を恒温槽で加温する。次いで、パージ・トラップ装置及びガスクロマトグラフ質量分析計を操作し、表1に示すジェオスミン及び2-メチルイソボルネオールのそれぞれと内部標準物質とのフラグメントイオンのピーク高さ又はピーク面積の比を求め、下記5により作成した検量線から検水中のジェオスミン及び2-メチルイソボルネオールのそれぞれの濃度を算定する。

表1 フラグメントイオンの例

対象物質	フラグメントイオン (m/z)
ジェオスミン	108、111、112、125、149
2-メチルイソボルネオール	95、107、108、135
ジェオスミン-d ₃ ※	115、128
2, 4, 6-トリクロロアニソール-d ₃ ※	195、197、213、215

※印は内部標準物質である。

5 検量線の作成

ジェオスミン及び2-メチルイソボルネオール標準液をメスフラスコ4個以上に採り、それぞれに試験溶液と同じ割合となるように内部標準液を加え、更にメチルアルコールを加えて、濃度を段階的にした溶液を調製する。次いで、段階的に調製した溶液を一定の割合でメスフラスコに採り、それぞれに精製水を加えて一定量とする。この場合、調製した溶液のジェオスミン及び2-メチルイソボルネオールのそれぞれの濃度は、上記4(1)に示す検水の濃度範囲を超えてはならない。また、内部標準物質の濃度が上記4(1)に示す試験溶液の内部標準物質濃度と同一になるよう調整する。以下上記4(1)及び(2)と同様に操作してジェオスミン及び2-メチルイソボルネオールのそれぞれと内部標準物質とのフラグメントイオンのピーク高さ又はピーク面積の比を求め、ジェオスミン及び2-メチルイソボルネオールのそれぞれの濃度との関係を求める。

6 空試験

精製水を一定量採り、以下上記4(1)及び(2)と同様に操作して試験溶液中のジェオスミン及び2-メチルイソボルネオールのそれぞれの濃度を求め、検量線の濃度範囲の下限値を下回ることを確認する。

求められた濃度が当該濃度範囲の下限値以上の場合は、是正処置を講じた上で上記4(1)及び(2)と同様の操作を再び行い、求められた濃度が当該濃度範囲の下限値を下回るまで操作を繰り返す。

7 連続試験を実施する場合の措置

オートサンプラーを用いて10以上の試料の試験を連続的に実施する場合には、以下に掲げる措置を講ずる。

- (1) おおむね10の試料ごとの試験終了後及び全ての試料の試験終了後に、上記5で調製した溶液の濃度のうち最も高いものから最も低いものまでの間の一定の濃度（以下この7において「調製濃度」という。）に調製した溶液について、上記4(1)及び(2)に示す操作により試験を行い、算定された濃度と調製濃度との差を求める。
- (2) 上記(1)により求められた差が調製濃度の±20%の範囲を超えた場合には、是正処置

を講じた上で上記(1)で行った試験の前に試験を行ったおおむね10の試料及びそれらの後に試験を行った全ての試料について再び分析を行う。その結果、上記(1)により求められた差が再び調製濃度の±20%の範囲を超えた場合には、上記4及び5の操作により試験し直す。

別表第26

ヘッドスペースーガスクロマトグラフー質量分析法

ここで対象とする項目は、ジェオスミン及び2ーメチルイソボルネオールである。

1 試薬

(1) 精製水

別表第25の1(1)の例による。

(2) アスコルビン酸ナトリウム

(3) チオ硫酸ナトリウム溶液 (0.3w/v %)

(4) 塩化ナトリウム

測定対象成分を含まないもの

(5) メチルアルコール

別表第25の1(4)の例による。

(6) 内部標準原液

別表第25の1(5)の例による。

(7) 内部標準液

別表第25の1(6)の例による。

(8) ジェオスミン及び2ーメチルイソボルネオール標準原液

別表第25の1(7)の例による。

(9) ジェオスミン及び2ーメチルイソボルネオール標準液

別表第25の1(8)の例による。

2 器具及び装置

(1) ねじ口瓶

別表第14の2(1)の例による。

(2) ねじロバイアル

別表第17の2(2)の例による。

(3) バイアル

容量20～80mlのもの

(4) セプタム

(5) ポリテトラフルオロエチレンシート

別表第15の2(5)の例による。

(6) 金属製キャップ

(7) 金属製キャップ締め器

(8) 恒温槽

80℃に設定できるもの

(9) トラップ管

内径2mm以上、長さ5～30cmのもので、ステンレス管又はこの内面にガラスを被覆したものにポリー2，6ージフェニルーpージフェニレンオキサイドを0.2～0.3g充填したもの又はこれと同等以上の吸着性能を有するもの

ただし、トラップ操作を行わない場合は、この装置を使用しなくてもよい。

(10) 脱着装置

トラップ管を180～250℃の温度に急速に加熱できるもの

ただし、トラップ操作を行わない場合は、この装置を使用しなくてもよい。

(11) ガスクロマトグラフー質量分析計

- ア 試料導入部
別表第15の2(11)アの例による。
- イ 分離カラム
別表第25の2(4)アの例による。
- ウ 分離カラムの温度
別表第25の2(4)イの例による。
- エ 検出器
別表第14の2(4)ウの例による。
- オ イオン化電圧
別表第14の2(4)エの例による。
- カ キャリヤーガス
別表第14の2(4)オの例による。

3 試料の採取及び保存
別表第17の3の例による。

4 試験操作

(1) 前処理

80℃で塩化ナトリウムが過飽和になるように塩化ナトリウムの一定量をバイアルに加えた後、検水（検水に含まれるそれぞれの対象物質の濃度が0.0002mg/Lを超える場合には、0.000001～0.0002mg/Lとなるように精製水を加えて調製したもの）をバイアル容量に対して0.40～0.85となるように採り、内部標準液を試験溶液の内部標準物質濃度がジェオスミン—d3がおおむね0.005～0.5μg/L及び2, 4, 6—トリクロロアニソール—d3がおおむね0.02～2μg/Lとなるよう一定量注入する。直ちにポリテトラフルオロエチレンシート、セプタム及び金属製キャップをのせ、金属製キャップ締め器で密閉する。次いで、バイアルを振り混ぜた後、恒温槽で30分間以上静置し、これを試験溶液とする。

(2) 分析

上記(1)で得られた試験溶液の気相の一定量をガスクロマトグラフ—質量分析計（トラップ操作を行う場合にはトラップ管及び脱着装置を接続したもの）に注入し、別表第25の表1に示すジェオスミン及び2—メチルイソボルネオールのそれぞれと内部標準物質とのフラグメントイオンのピーク高さ又はピーク面積の比を求め、下記5により作成した検量線から試験溶液中のジェオスミン及び2—メチルイソボルネオールのそれぞれの濃度を求め、検水中のジェオスミン及び2—メチルイソボルネオールのそれぞれの濃度を算定する。

5 検量線の作成

ジェオスミン及び2—メチルイソボルネオール標準液をメスフラスコ4個以上に採り、それぞれに試験溶液と同じ割合となるように内部標準液を加え、更にメチルアルコールを加えて、濃度を段階的にした溶液を調製する。精製水を上記4(1)と同様に採り、これに段階的に調製したメチルアルコール溶液を一定の割合で注入する。この場合、調製した溶液のジェオスミン及び2—メチルイソボルネオールのそれぞれの濃度は、上記4(1)に示す検水の濃度範囲を超えてはならない。また、内部標準物質の濃度が上記4(1)に示す試験溶液の内部標準物質濃度と同一になるよう調整する。以下上記4(1)及び(2)と同様に操作して、ジェオスミン及び2—メチルイソボルネオールのそれぞれと内部標準物質とのフラグメントイオンのピーク高さ又はピーク面積の比を求め、ジェオスミン及び2—メチルイソボルネオールのそれぞれの濃度との関係を求める。

6 空試験

精製水を一定量採り、以下上記4(1)及び(2)と同様に操作して試験溶液中のジェオスミン及び2—メチルイソボルネオールのそれぞれの濃度を求め、検量線の濃度範囲の下限值

を下回ることを確認する。

求められた濃度が当該濃度範囲の下限值以上の場合は、是正処置を講じた上で上記4(1)及び(2)と同様の操作を再び行い、求められた濃度が当該濃度範囲の下限值を下回るまで操作を繰り返す。

7 連続試験を実施する場合の措置

オートサンプラーを用いて10以上の試料の試験を連続的に実施する場合には、以下に掲げる措置を講ずる。

- (1) おおむね10の試料ごとの試験終了後及び全ての試料の試験終了後に、上記5で調製した溶液の濃度のうち最も高いものから最も低いものまでの間の一定の濃度（以下この7において「調製濃度」という。）に調製した溶液について、上記4(1)及び(2)に示す操作により試験を行い、算定された濃度と調製濃度との差を求める。
- (2) 上記(1)により求められた差が調製濃度の $\pm 20\%$ の範囲を超えた場合には、是正処置を講じた上で上記(1)で行った試験の前に試験を行ったおおむね10の試料及びそれらの後に試験を行った全ての試料について再び分析を行う。その結果、上記(1)により求められた差が再び調製濃度の $\pm 20\%$ の範囲を超えた場合には、上記4及び5の操作により試験し直す。

別表第27

固相抽出ーガスクロマトグラフー質量分析法

ここで対象とする項目は、ジェオスミン及び2ーメチルイソボルネオールである。

1 試薬

- (1) 精製水
別表第25の1(1)の例による。
- (2) アスコルビン酸ナトリウム
- (3) ジクロロメタン
測定対象成分を含まないもの
- (4) メチルアルコール
別表第25の1(4)の例による。
- (5) 窒素ガス
測定対象成分を含まないもの
- (6) 内部標準原液
別表第25の1(5)の例による。
- (7) 内部標準液
内部標準原液をメチルアルコールでジェオスミンー d_3 では2000倍に、2, 4, 6ートリクロロアニソールー d_3 では500倍に薄めたもの
この溶液1mlは、ジェオスミンー d_3 を $0.5\mu\text{g}$ 又は2, 4, 6ートリクロロアニソールー d_3 を $2\mu\text{g}$ 含む。
この溶液は、使用の都度調製する。
- (8) ジェオスミン及び2ーメチルイソボルネオール標準原液
別表第25の1(7)の例による。
- (9) ジェオスミン及び2ーメチルイソボルネオール標準液
別表第25の1(8)の例による。
この溶液1mlは、ジェオスミン及び2ーメチルイソボルネオールをそれぞれ 0.001mg 含む。

2 器具及び装置

- (1) ねじ口瓶
容量500～1000mlのもので、ポリテトラフルオロエチレン張りのキャップをしたもの
- (2) ねじ口バイアル

別表第17の2(2)の例による。

(3) 固相カラム

オクタデシル基を化学結合したシリカゲルを詰めたもの又はこれと同等以上の性能を有するもの

(4) 脱水用カラム

無水硫酸ナトリウムを詰めたもの又はこれと同等以上の脱水性能を有するもの

(5) 遠心分離機

(6) 遠心沈澱管

容量10mlで共栓付きのもの

(7) ガスクロマトグラフ—質量分析計

ア 試料導入部

150～200℃の温度にしたもの

イ 分離カラム

別表第25の2(4)アの例による。

ウ 分離カラムの温度

別表第25の2(4)イの例による。

エ 検出器

別表第14の2(4)ウの例による。

オ イオン化電圧

別表第14の2(4)エの例による。

カ キャリアーガス

別表第14の2(4)オの例による。

3 試料の採取及び保存

試料は、精製水で洗浄したねじ口瓶に泡立てないように採水し、満水にして直ちに密栓し、速やかに試験する。速やかに試験できない場合は、冷蔵保存し、72 時間以内に試験する。

なお、残留塩素が含まれている場合には、試料 1 Lにつきアスコルビン酸ナトリウム 0.01～0.5 g を加える。

4 試験操作

(1) 前処理

固相カラムにジクロロメタン 5 ml、メチルアルコール 5 ml 及び精製水 5 ml を順次注入する。次に、検水 500 ml (検水に含まれるそれぞれの対象物質の濃度が 0.0001 mg/L を超える場合には、0.000001～0.0001 mg/L となるように精製水を加えて 500 ml に調製したもの) に内部標準液 5 μ l を加え、毎分 10～20 ml の流量で流した後、遠心分離により固相カラムの水分を除去する。次いで、固相カラムの上端からジクロロメタン 2 ml を緩やかに流し、試験管に採る。遠心分離による水分の除去が十分でない場合は、固相カラムとあらかじめジクロロメタンで洗浄した脱水用カラムを直列に接続し、固相カラム側からジクロロメタン 4 ml を緩やかに流し、試験管に採る。試験管の溶出液に窒素ガスを緩やかに吹き付けて 0.5 ml 以下まで濃縮し、これにジクロロメタンを加えて 0.5 ml とし、これを試験溶液とする。

(2) 分析

上記(1)で得られた試験溶液の一定量をガスクロマトグラフ—質量分析計に注入し、別表第25の表 1 に示すジェオスミン及び 2—メチルイソボルネオールそれぞれの内部標準物質とのフラグメントイオンのピーク高さ又はピーク面積の比を求め、下記 5 により作成した検量線から試験溶液中のジェオスミン及び 2—メチルイソボルネオールのそれぞれの濃度を求め、検水中のジェオスミン及び 2—メチルイソボルネオールのそれぞれの濃度を算定する。

5 検量線の作成

ジェオスミン及び2-メチルイソボルネオール標準液を段階的にメスフラスコ4個以上に採り、精製水を加えて500mlとする。この場合、調製した溶液のジェオスミン及び2-メチルイソボルネオールのそれぞれの濃度は、上記4(1)に示す検水の濃度範囲を超えてはならない。以下上記4(1)及び(2)と同様に操作して、ジェオスミン及び2-メチルイソボルネオールのそれぞれと内部標準物質とのフラグメントイオンのピーク高さ又はピーク面積の比を求め、ジェオスミン及び2-メチルイソボルネオールのそれぞれの濃度との関係を求める。

6 空試験

精製水500mlを採り、以下上記4(1)及び(2)と同様に操作して試験溶液中のジェオスミン及び2-メチルイソボルネオールのそれぞれの濃度を求め、検量線の濃度範囲の下限値を下回ることを確認する。

求められた濃度が当該濃度範囲の下限値以上の場合は、是正処置を講じた上で上記4(1)及び(2)と同様の操作を再び行い、求められた濃度が当該濃度範囲の下限値を下回るまで操作を繰り返す。

7 連続試験を実施する場合の措置

オートサンプラーを用いて10以上の試料の試験を連続的に実施する場合には、以下に掲げる措置を講ずる。

- (1) おおむね10の試料ごとの試験終了後及び全ての試料の試験終了後に、上記5で調製した溶液の濃度のうち最も高いものから最も低いものまでの間の一定の濃度（以下この7において「調製濃度」という。）に調製した溶液について、上記4(1)及び(2)に示す操作により試験を行い、算定された濃度と調製濃度との差を求める。
- (2) 上記(1)により求められた差が調製濃度の $\pm 20\%$ の範囲を超えた場合には、是正処置を講じた上で上記(1)で行った試験の前に試験を行ったおおむね10の試料及びそれらの後に試験を行った全ての試料について再び分析を行う。その結果、上記(1)により求められた差が再び調製濃度の $\pm 20\%$ の範囲を超えた場合には、上記4及び5の操作により試験し直す。

別表第27の2

固相マイクロ抽出ーガスクロマトグラフー質量分析法

ここで対象とする項目は、ジェオスミン及び2-メチルイソボルネオールである。

1 試薬

- (1) 精製水
別表第25の1(1)の例による。
- (2) アスコルビン酸ナトリウム
- (3) 塩化ナトリウム
別表第26の1(4)の例による。
- (4) メチルアルコール
別表第25の1(4)の例による。
- (5) 内部標準原液
別表第25の1(5)の例による。
- (6) 内部標準液
別表第25の1(6)の例による。
- (7) ジェオスミン及び2-メチルイソボルネオール標準原液
別表第25の1(7)の例による。
- (8) ジェオスミン及び2-メチルイソボルネオール標準液
別表第25の1(8)の例による。

2 器具及び装置

- (1) ねじ口瓶
別表第14の2(1)の例による。
- (2) ねじロバイアル
別表第17の2(2)の例による。
- (3) バイアル
別表第15の2(3)の例による。
- (4) セプタム
- (5) ポリテトラフルオロエチレンシート
別表第15の2(5)の例による。
- (6) バイアルキャップ
- (7) 固相マイクロ抽出装置
 - ア 恒温槽
60～80℃の範囲内で一定の温度に保持でき、検水のかくはんが可能であるもの
 - イ 固相マイクロ抽出（S PME）ファイバー
直径110 μ m、長さ1cmのフューズドシリカにジビニルベンゼンをポリジメチルシロキサンを用いて65 μ mの厚さに被覆したもの又はこれと同等以上の吸着性能を有するもので、金属製中空針に収納できるもの
 - ウ 加熱部
ヘリウムガス又は窒素ガスを流しながら250℃以上の温度で固相マイクロ抽出（S PME）ファイバーを加熱できるもの
ただし、加熱を行う必要がない場合は使用しなくてもよい。
- (8) ガスクロマトグラフ—質量分析計
 - ア 試料導入部
固相マイクロ抽出（S PME）ファイバーから対象物質を加熱脱着できるもの
 - イ 分離カラム
内径0.20～0.53mm、長さ15～60mの熔融シリカ製のキャピラリーカラムで、内面に5%フェニル—95%ジメチルポリシロキサンを0.1～0.5 μ mの厚さで被覆したもの又はこれと同等以上の分離性能を有するもの
 - ウ 分離カラムの温度
対象物質の最適分離条件に設定できるもの
例えば、40℃を3分間保持し、毎分10℃の速度で上昇させ170℃にし、更に毎分20℃の速度で上昇させて250℃にして3分間保持できるもの
 - エ 検出器
別表第14の2(4)ウの例による。
 - オ イオン化電圧
別表第14の2(4)エの例による。
 - カ キャリヤーガス
別表第14の2(4)オの例による。
- 3 試料の採取及び保存
別表第27の3の例による。
- 4 試験操作
 - (1) 前処理
塩化ナトリウムが過飽和になるように塩化ナトリウムの一定量をバイアルに加えた後、検水（検水に含まれるそれぞれの対象物質の濃度が0.00005mg/Lを超える場合には、0.000001～0.00005mg/Lとなるように精製水を加えて調製したもの）をバイアル容量に対して0.50～0.75となるように採り、内部標準液を試験溶液の内部標準物質濃度がジェオスミン—d3がおおむね0.005～0.5 μ g/L及び2, 4, 6—トリクロロアニ

ソールー d_3 がおおむね $0.02 \sim 2 \mu\text{g/L}$ となるよう一定量注入する。直ちにポリテトラフルオロエチレンシート、セブタム及びバイアルキャップをのせ、密閉する。次いで、バイアルを振り混ぜて塩化ナトリウムを溶解させた後、恒温槽で、かくはんしながら5分間以上加温し、これを試験溶液とする。

(2) 分析

上記(1)で得られた試験溶液の気相中に固相マイクロ抽出 (SPME) ファイバーを露出させ、恒温槽で、かくはんしながら試験溶液を20分間以上加温し、ジェオスミン及び2-メチルイソボルネオールを抽出する。次いで、固相マイクロ抽出 (SPME) ファイバーをガスクロマトグラフ質量分析計に導入し、ジェオスミン及び2-メチルイソボルネオールを加熱脱着する。別表第25の表1に示すジェオスミン及び2-メチルイソボルネオールのそれぞれと内部標準物質とのフラグメントイオンのピーク高さ又はピーク面積の比を求め、下記5により作成した検量線から試験溶液中のジェオスミン及び2-メチルイソボルネオールのそれぞれの濃度を求め、検水中のジェオスミン及び2-メチルイソボルネオールのそれぞれの濃度を算定する。

5 検量線の作成

ジェオスミン及び2-メチルイソボルネオール標準液をメスフラスコ4個以上に採り、それぞれに試験溶液と同じ割合となるように内部標準液を加え、更にメチルアルコールを加えて、濃度を段階的にした溶液を調製する。次いで、精製水を上記4(1)と同様に採り、これに段階的に調製した溶液を精製水10mlに対して $5 \mu\text{l}$ の割合で注入する。この場合、調製した溶液のジェオスミン及び2-メチルイソボルネオールのそれぞれの濃度は、上記4(1)に示す検水の濃度範囲を超えてはならない。また、内部標準物質の濃度が上記4(1)に示す試験溶液の内部標準物質濃度と同一になるよう調整する。以下上記4(1)及び(2)と同様に操作して、ジェオスミン及び2-メチルイソボルネオールのそれぞれと内部標準物質とのフラグメントイオンのピーク高さ又はピーク面積の比を求め、ジェオスミン及び2-メチルイソボルネオールのそれぞれとの関係を求める。

6 空試験

精製水を一定量採り、以下上記4(1)及び(2)と同様に操作して試験溶液中のジェオスミン及び2-メチルイソボルネオールのそれぞれの濃度を求め、検量線の濃度範囲の下限値を下回ることを確認する。

求められた濃度が当該濃度範囲の下限値以上の場合は、是正処置を講じた上で上記4(1)及び(2)と同様の操作を再び行い、求められた濃度が当該濃度範囲の下限値を下回るまで操作を繰り返す。

7 連続試験を実施する場合の措置

オートサンプラーを用いて10以上の試料の試験を連続的に実施する場合には、以下に掲げる措置を講ずる。

- (1) おおむね10の試料ごとの試験終了後及び全ての試料の試験終了後に、上記5で調製した溶液の濃度のうち最も高いものから最も低いものまでの間の一定の濃度（以下この7において「調製濃度」という。）に調製した溶液について、上記4(1)及び(2)に示す操作により試験を行い、算定された濃度と調製濃度との差を求める。
- (2) 上記(1)により求められた差が調製濃度の $\pm 20\%$ の範囲を超えた場合には、是正処置を講じた上で上記(1)で行った試験の前に試験を行ったおおむね10の試料及びそれらの後に試験を行った全ての試料について再び分析を行う。その結果、上記(1)により求められた差が再び調製濃度の $\pm 20\%$ の範囲を超えた場合には、上記4及び5の操作により試験し直す。

別表第28

固相抽出一吸光光度法

ここで対象とする項目は、非イオン界面活性剤である。

1 試薬

- (1) 精製水
測定対象成分を含まないもの
- (2) アスコルビン酸ナトリウム
- (3) 亜硫酸水素ナトリウム溶液 (1 w / v %)
- (4) チオ硫酸ナトリウム溶液 (0.3 w / v %)
- (5) メチルアルコール
測定対象成分を含まないもの
- (6) 窒素ガス
測定対象成分を含まないもの
- (7) トルエン
測定対象成分を含まないもの
- (8) チオシアノコバルト(II)酸アンモニウム溶液
チオシアン酸アンモニウム9.12 gを精製水20mlに溶かし、別に硝酸コバルト(6水塩)0.932 gを精製水20mlに溶かし、使用時に1 : 1の割合に混合したもの
- (9) 水酸化ナトリウム溶液 (4 w / v %)
- (10) 塩化カリウム
- (11) PAR溶液
4—(2—ピリジルアゾ)—レゾルシノール0.01 gを水酸化ナトリウム溶液(4 w / v %)を用いてpH値が11程度になるように調整しながら精製水で100mlとし、更に精製水で10倍に薄め使用時にpH値が9.5程度になるように調整したもの
ただし、完全に溶けないときは、上澄み液を希釈する。
- (12) 非イオン界面活性剤標準原液
ヘプタオキシエチレンドデシルエーテルとして0.100 gをメチルアルコールに溶かし、100mlとしたもの
この溶液1 mlは、ヘプタオキシエチレンドデシルエーテル1 mgを含む。
- (13) 非イオン界面活性剤標準液
非イオン界面活性剤標準原液をメチルアルコールで100倍に薄めたもの
この溶液1 mlは、ヘプタオキシエチレンドデシルエーテル0.01mgを含む。
この溶液は、使用の都度調製する。

2 器具及び装置

- (1) 遠心分離管
容量が10mlで、ふた付きの振盪可能なもの
- (2) 固相カラム
スチレンジビニルベンゼン共重合体、オクタデシル基を化学結合したシリカゲル又はこれと同等以上の性能を有するもの
- (3) 振盪器
- (4) 遠心分離機
- (5) パスツールピペット
- (6) 吸収セル
光路長10mmで容量1 mlのもの
- (7) 分光光度計

3 試料の採取及び保存

試料は、精製水で洗浄したガラス瓶に採取し、速やかに試験する。速やかに試験できない場合は、冷暗所に保存し、72時間以内に試験する。

なお、残留塩素が含まれている場合には、試料1 Lにつきアスコルビン酸ナトリウム0.01~0.5 g、亜硫酸水素ナトリウム溶液(1 w / v %) 1 ml又はチオ硫酸ナトリウム溶

液 (0.3w/v %) 1～2mlを加える。

4 試験操作

(1) 前処理

固相カラムにメチルアルコール 5ml及び精製水 5mlを順次注入する。次に、水酸化ナトリウム溶液 (4 w/v %) を用いてpH値を 9 に調整した検水1000ml (検水に含まれる非イオン界面活性剤としての濃度が0.04mg/Lを超える場合には、0.005～0.04mg/Lとなるように精製水を加えて1000mlに調製したもの) を毎分10～20ml (ディスク型の固相カラムを使用する場合は10～100ml) の流量で固相カラムに流し、更に精製水 10mlを流した後、吸引又は窒素ガスを通気して固相カラムを乾燥させる。次いで、固相カラムの通水方向とは逆から (ディスク型の固相カラムを使用する場合は通水方向から) トルエンを緩やかに流し、遠心分離管に 5mlを採り、これを試験溶液とする。

(2) 分析

上記(1)で得られた試験溶液にチオシアノコバルト(Ⅱ)酸アンモニウム溶液2.5ml及び塩化カリウム1.5gを加えて5分間振り混ぜ、回転数約2,500rpmで10分間遠心分離する。パスツールピペットを用いてトルエン層 4mlを別の遠心分離管に移し、PAR溶液1.5mlを加え、静かに3分間振り混ぜる。これを回転数約2,500rpmで10分間遠心分離し、トルエン層を除去する。

この溶液の一部を吸収セルに採り、分光光度計を用いて波長510nm付近で吸光度を測定し、下記5により作成した検量線から試験溶液中の非イオン界面活性剤の濃度をヘプタオキシエチレンドデシルエーテルの濃度として求め、検水中の非イオン界面活性剤の濃度を算定する。

5 検量線の作成

非イオン界面活性剤標準液を段階的にメスフラスコ 4 個以上に採り、それぞれに精製水を加えて1000mlとする。この場合、調製した溶液の非イオン界面活性剤としての濃度は、上記 4 (1) に示す検水の濃度範囲を超えてはならない。以下上記 4 (1) 及び(2)と同様に操作して、ヘプタオキシエチレンドデシルエーテルの濃度と吸光度との関係を求める。

6 空試験

精製水1000mlを採り、以下上記 4 (1) 及び(2)と同様に操作して試験溶液中の非イオン界面活性剤の濃度を求め、検量線の濃度範囲の下限値を下回ることを確認する。

求められた濃度が当該濃度範囲の下限値以上の場合は、是正処置を講じた上で上記 4 (1) 及び(2)と同様の操作を再び行い、求められた濃度が当該濃度範囲の下限値を下回るまで操作を繰り返す。

7 連続試験を実施する場合の措置

オートサンプラーを用いて10以上の試料の試験を連続的に実施する場合には、以下に掲げる措置を講ずる。

(1) おおむね10の試料ごとの試験終了後及び全ての試料の試験終了後に、上記 5 で調製した溶液の濃度のうち最も高いものから最も低いものまでの間の一定の濃度 (以下この 7 において「調製濃度」という。) に調製した溶液について、上記 4 (1) 及び(2)に示す操作により試験を行い、算定された濃度と調製濃度との差を求める。

(2) 上記(1)により求められた差が調製濃度の±20%の範囲を超えた場合には、是正処置を講じた上で上記(1)で行った試験の前に試験を行ったおおむね10の試料及びそれらの後に試験を行った全ての試料について再び分析を行う。その結果、上記(1)により求められた差が再び調製濃度の±20%の範囲を超えた場合には、上記 4 及び 5 の操作により試験し直す。

別表第28の2

固相抽出—高速液体クロマトグラフ法

ここで対象とする項目は、非イオン界面活性剤である。

1 試薬

- (1) 精製水
別表第28の1(1)の例による。
- (2) アスコルビン酸ナトリウム
- (3) 亜硫酸水素ナトリウム溶液 (1 w / v %)
- (4) チオ硫酸ナトリウム溶液 (0.3 w / v %)
- (5) メチルアルコール
別表第28の1(5)の例による。
- (6) 四ホウ酸ナトリウム溶液 (0.01mol / L)
- (7) 窒素ガス
別表第28の1(6)の例による。
- (8) トルエン
別表第28の1(7)の例による。
- (9) チオシアノコバルト(Ⅱ)酸アンモニウム溶液
別表第28の1(8)の例による。
- (10) 水酸化ナトリウム溶液 (4 w / v %)
- (11) 塩化カリウム
- (12) PAR溶液
別表第28の1(11)の例による。
- (13) 非イオン界面活性剤標準原液
別表第28の1(12)の例による。
- (14) 非イオン界面活性剤標準液
別表第28の1(13)の例による。

2 器具及び装置

- (1) 遠心分離管
別表第28の2(1)の例による。
- (2) 固相カラム
別表第28の2(2)の例による。
- (3) 振盪器
- (4) 遠心分離機
- (5) パスツールピペット
- (6) 高速液体クロマトグラフ

ア 分離カラム

内径4.6mm、長さ15～25cmのステンレス管で、オクタデシルシリル基を化学結合した粒径が5 μmのシリカゲルを充填したもの又はこれと同等以上の分離性能を有するもの

イ 移動相

最適条件に調製したもの

例えば、四ホウ酸ナトリウム溶液 (0.01mol / L) とメチルアルコールを体積比で62 : 38の割合で混合したもの

ウ 可視吸収検出器

波長510nm付近に設定したもの

3 試料の採取及び保存

別表第28の3の例による。

4 試験操作

- (1) 前処理
固相カラムにメチルアルコール5ml及び精製水5mlを順次注入する。次に、水酸化

ナトリウム溶液（4 w/v %）を用いてpH値を9に調整した検水500ml（検水に含まれる非イオン界面活性剤としての濃度が0.05mg/Lを超える場合には、0.002～0.05mg/Lとなるように精製水を加えて500mlに調製したもの）を毎分10～20ml（ディスク型の固相カラムを使用する場合は10～100ml）の流量で固相カラムに流し、更に精製水10mlを流した後、吸引又は窒素ガスを通気して固相カラムを乾燥させる。次いで、固相カラムの通水方向とは逆から（ディスク型の固相カラムを使用する場合は通水方向から）トルエンを緩やかに流し、遠心分離管に5mlを採り、これを試験溶液とする。

(2) 分析

上記(1)で得られた試験溶液にチオシアノコバルト(Ⅱ)酸アンモニウム溶液2.5ml及び塩化カリウム1.5gを加えて5分間振り混ぜ、回転数約2,500rpmで10分間遠心分離する。パスツールピペットを用いてトルエン層4mlを別の遠心分離管に移し、PAR溶液0.75mlを加え、静かに3分間振り混ぜる。これを回転数約2,500rpmで10分間遠心分離し、トルエン層を除去する。

この溶液の一定量を高速液体クロマトグラフに注入し、コバルトと4—（2—ピリジルアゾ）—レゾルシノールの錯体のピーク高さ又はピーク面積を求め、下記5により作成した検量線から試験溶液中の非イオン界面活性剤の濃度をヘプタオキシエチレンドデシルエーテルの濃度として求め、検水中の非イオン界面活性剤の濃度を算定する。

5 検量線の作成

非イオン界面活性剤標準液を段階的にメスフラスコ4個以上に採り、それぞれに精製水を加えて500mlとする。この場合、調製した溶液の非イオン界面活性剤としての濃度は、上記4(1)に示す検水の濃度範囲を超えてはならない。以下上記4(1)及び(2)と同様に操作して、ヘプタオキシエチレンドデシルエーテルの濃度とコバルトと4—（2—ピリジルアゾ）—レゾルシノールの錯体のピーク高さ又はピーク面積との関係を求める。

6 空試験

精製水500mlを採り、以下上記4(1)及び(2)と同様に操作して試験溶液中の非イオン界面活性剤の濃度を求め、検量線の濃度範囲の下限値を下回ることを確認する。

求められた濃度が当該濃度範囲の下限値以上の場合には、是正処置を講じた上で上記4(1)及び(2)と同様の操作を再び行い、求められた濃度が当該濃度範囲の下限値を下回るまで操作を繰り返す。

7 連続試験を実施する場合の措置

オートサンプラーを用いて10以上の試料の試験を連続的に実施する場合には、以下に掲げる措置を講ずる。

(1) おおむね10の試料ごとの試験終了後及び全ての試料の試験終了後に、上記5で調製した溶液の濃度のうち最も高いものから最も低いものまでの間の一定の濃度（以下この7において「調製濃度」という。）に調製した溶液について、上記4(1)及び(2)に示す操作により試験を行い、算定された濃度と調製濃度との差を求める。

(2) 上記(1)により求められた差が調製濃度の±20%の範囲を超えた場合には、是正処置を講じた上で上記(1)で行った試験の前に試験を行ったおおむね10の試料及びそれらの後に試験を行った全ての試料について再び分析を行う。その結果、上記(1)により求められた差が再び調製濃度の±20%の範囲を超えた場合には、上記4及び5の操作により試験し直す。

別表第29

固相抽出—誘導体化—ガスクロマトグラフ—質量分析法

ここで対象とする項目は、フェノール類である。

1 試薬

(1) 精製水

- 測定対象成分を含まないもの
- (2) 硫酸銅（5水塩）
 - (3) リン酸（1＋9）
 - (4) アセトン
- 測定対象成分を含まないもの
- (5) アスコルビン酸ナトリウム
 - (6) チオ硫酸ナトリウム溶液（0.3w／v％）
 - (7) メチルアルコール
- 測定対象成分を含まないもの
- (8) 酢酸エチル
- 測定対象成分を含まないもの
- (9) 塩酸
 - (10) 空気又は窒素ガス
- 測定対象成分を含まないもの
- (11) 無水硫酸ナトリウム
- 測定対象成分を含まないもの
- (12) N，Oービス（トリメチルシリル）トリフルオロアセトアミド
 - (13) 内部標準原液
アセナフテンー d_{10} 1.00 g をアセトンに溶かして10mlとしたもの
この溶液 1 mlは、アセナフテンー d_{10} 100mgを含む。
この溶液は、調製後、直ちに冷凍保存する。
 - (14) 内部標準液
内部標準原液をアセトンで10000倍に薄めたもの
この溶液 1 mlは、アセナフテンー d_{10} 0.01mgを含む。
この溶液は、使用の都度調製する。
 - (15) 臭素酸カリウム・臭化カリウム溶液
臭素酸カリウム2.78 g 及び臭化カリウム10 g を精製水に溶かして 1 Lとしたもの
 - (16) ヨウ化カリウム
 - (17) でんぷん溶液
別表第13の 1 (14) の例による。
 - (18) 炭酸ナトリウム（無水）
 - (19) イソアミルアルコール
測定対象成分を含まないもの
 - (20) ヨウ素酸カリウム溶液（0.017mol／L）
別表第13の 1 (12) の例による。
 - (21) 硫酸（1＋5）
 - (22) チオ硫酸ナトリウム溶液（0.1mol／L）
別表第13の 1 (15) の例による。
 - (23) フェノール標準原液
フェノール 1 g を精製水に溶かして 1 Lとしたもの
なお、次に定める方法により、その含有するフェノールの濃度を測定する。
この溶液50mlを共栓付き三角フラスコに採り、精製水約100mlを加えた後、臭素酸カリウム・臭化カリウム溶液50ml及び塩酸 5 mlを加えて、白色沈澱を生じさせる。密栓して静かに振り混ぜ、10分間静置後、ヨウ化カリウム 1 g を加え、チオ硫酸ナトリウム溶液（0.1mol／L）を用いて滴定し、液の黄色が薄くなってから 1～2 ml のでんぷん溶液を指示薬として加え、液の青色が消えるまで更に滴定し、これに要したチオ硫酸ナトリウム溶液（0.1mol／L）のml数 b を求める。別に、精製水100mlに臭素酸カリ

ウム・臭化カリウム溶液25mlを加えた溶液について同様に操作し、これに要したチオ硫酸ナトリウム溶液 (0.1mol/L) のml数 c を求め、次式により溶液に含まれるフェノールの濃度 (mg/ml) を算定する。

$$\text{フェノール濃度 (mg/ml)} = [(2c - b) / 50] \times f \times 1.569$$

この式において、f はチオ硫酸ナトリウム溶液 (0.1mol/L) のファクターを表す。

この溶液は、褐色瓶に入れて冷蔵保存する。

(24) クロロフェノール標準原液

2-クロロフェノール、4-クロロフェノール、2, 4-ジクロロフェノール、2, 6-ジクロロフェノール及び2, 4, 6-トリクロロフェノールのそれぞれ100mgを別々のメスフラスコに採り、それぞれにアセトンを加えて100mlとしたもの

これらの溶液1mlは、2-クロロフェノール、4-クロロフェノール、2, 4-ジクロロフェノール、2, 6-ジクロロフェノール及び2, 4, 6-トリクロロフェノールをそれぞれ1mg含む。

これらの溶液は、褐色瓶に入れて冷凍保存する。

(25) フェノール類混合標準液

フェノールとして0.1mgに相当するフェノール標準原液とそれぞれのクロロフェノール標準原液0.1mlずつをメスフラスコに採り、アセトンを加えて10mlとしたもの

この溶液1mlは、フェノール、2-クロロフェノール、4-クロロフェノール、2, 4-ジクロロフェノール、2, 6-ジクロロフェノール及び2, 4, 6-トリクロロフェノールをそれぞれ0.01mg含む。

この溶液は、使用の都度調製する。

2 器具及び装置

(1) 固相カラム

ジビニルベンゼン-N-ビニルピロリドン共重合体又はこれと同等以上の性能を有するもの

(2) バイアル

(3) ガスクロマトグラフ-質量分析計

ア 試料導入部

別表第15の2(11)アの例による。

イ 分離カラム

内径0.20~0.53mm、長さ25~30mの熔融シリカ製のキャピラリーカラムで、内面に100%ジメチルポリシロキサンを0.1~0.25μmの厚さに被覆したもの又はこれと同等以上の分離性能を有するもの

ウ 分離カラムの温度

対象物質の最適分離条件に設定できるもの

例えば、50℃を2分間保持し、毎分5℃の速度で80℃まで温度を上昇させ、その後毎分10℃の速度で上昇させ140℃とした後、毎分30℃の速度で290℃まで上昇させ7分間保持できるもの

エ 検出器

別表第14の2(4)ウの例による。

オ イオン化電圧

別表第14の2(4)エの例による。

カ イオン源温度

機器の最適条件に設定する。

キ キャリヤーガス

別表第14の2(4)オの例による。

3 試料の採取及び保存

試料は、精製水で洗浄したガラス瓶に採取し、満水にして密栓する。試料は、氷冷して輸送し、速やかに試験する。速やかに試験できない場合は、試料 1 L につき硫酸銅（5 水塩）1 g 及びリン酸（1 + 9）を加えて pH 値を約 4 とし、冷暗所に保存し、72 時間以内に試験する。

なお、残留塩素が含まれている場合には、試料 1 L につきアスコルビン酸ナトリウム 0.01～0.5 g 又はチオ硫酸ナトリウム溶液（0.3 w / v %）1～2 ml を加える。

4 試験操作

(1) 前処理

固相カラムに酢酸エチル 10 ml、メチルアルコール 10 ml 及び精製水 10 ml を順次注入する。次に、あらかじめ塩酸を用いて pH 値を 2 とした検水 500 ml（検水に含まれるそれぞれのフェノールとしての濃度が 0.01 mg / L を超える場合には、0.0005～0.01 mg / L となるように精製水を加えて 500 ml に調製したもの）を毎分 10～20 ml の流量で固相カラムに流し、更に精製水 10 ml を流した後、30 分間以上空気又は窒素ガスを通気して固相カラムを乾燥させる。次いで、固相カラムに通水方向の逆から酢酸エチル 5 ml を緩やかに流し、試験管に採る。試験管の溶液に酢酸エチルを加えて 5 ml とし、更に無水硫酸ナトリウムを用いて十分脱水する。この溶液 1 ml をバイアルに採り、N，Oービス（トリメチルシリル）トリフルオロアセトアミド 50 μ l を加えて 1 時間以上静置する。静置後、内部標準液 20 μ l を加え、これを試験溶液とする。

(2) 分析

上記 (1) で得られた試験溶液の一定量をガスクロマトグラフィー質量分析計に注入し、表 1 に示すそれぞれのフェノール類とアセナフテン—d₁₀ とのフラグメントイオンのピーク高さ又はピーク面積の比を求め、下記 5 により作成した検量線から試験溶液中のそれぞれのフェノール類の濃度を求め、検水中のそれぞれのフェノール類の濃度を算定する。

それぞれのフェノール類の濃度をフェノールに換算し、その濃度を合計してフェノール類としての濃度を算定する。

表 1 フラグメントイオン

フェノール類	フラグメントイオン (m/z)
フェノール	151、166
2-クロロフェノール	185、200
4-クロロフェノール	185、200
2，4-ジクロロフェノール	219、234
2，6-ジクロロフェノール	219、234
2，4，6-トリクロロフェノール	253、268
アセナフテン—d ₁₀ ※	164、162

※印は内部標準物質である。

5 検量線の作成

フェノール類混合標準液を段階的にメスフラスコ 4 個以上に採り、それぞれに精製水を加えて 500 ml とする。この場合、調製した溶液のそれぞれのフェノールとしての濃度は、上記 4 (1) に示す検水の濃度範囲を超えてはならない。以下上記 4 (1) 及び (2) と同様に操作して、それぞれのフェノール類とアセナフテン—d₁₀ とのフラグメントイオンのピーク高さ又はピーク面積の比を求め、それぞれのフェノール類の濃度との関係を求める。

6 空試験

精製水 500 ml を採り、以下上記 4 (1) 及び (2) と同様に操作して試験溶液中のそれぞれの

フェノール類の濃度を求め、検量線の濃度範囲の下限值を下回ることを確認する。

求められた濃度が当該濃度範囲の下限值以上の場合は、是正処置を講じた上で上記 4 (1) 及び (2) と同様の操作を再び行い、求められた濃度が当該濃度範囲の下限值を下回るまで操作を繰り返す。

7 連続試験を実施する場合の措置

オートサンプラーを用いて10以上の試料の試験を連続的に実施する場合には、以下に掲げる措置を講ずる。

- (1) おおむね10の試料ごとの試験終了後及び全ての試料の試験終了後に、上記 5 で調製した溶液の濃度のうち最も高いものから最も低いものまでの間の一定の濃度（以下この 7 において「調製濃度」という。）に調製した溶液について、上記 4 (1) 及び (2) に示す操作により試験を行い、算定された濃度と調製濃度との差を求める。
- (2) 上記 (1) により求められた差が調製濃度の $\pm 20\%$ の範囲を超えた場合には、是正処置を講じた上で上記 (1) で行った試験の前に試験を行ったおおむね10の試料及びそれらの後に試験を行った全ての試料について再び分析を行う。その結果、上記 (1) により求められた差が再び調製濃度の $\pm 20\%$ の範囲を超えた場合には、上記 4 及び 5 の操作により試験し直す。

別表第 29 の 2

固相抽出—液体クロマトグラフ—質量分析法

ここで対象とする項目は、フェノール類である。

1 試薬

- (1) 精製水
別表第 29 の 1 (1) の例による。
- (2) 硫酸銅（5 水塩）
- (3) リン酸（1 + 9）
- (4) アセトン
別表第 29 の 1 (4) の例による。
- (5) アスコルビン酸ナトリウム
- (6) チオ硫酸ナトリウム溶液（0.3w/v %）
- (7) メチルアルコール
別表第 29 の 1 (7) の例による。
- (8) 塩酸
- (9) 空気又は窒素ガス
別表第 29 の 1 (10) の例による。
- (10) 臭素酸カリウム・臭化カリウム溶液
別表第 29 の 1 (15) の例による。
- (11) ヨウ化カリウム
- (12) でんぷん溶液
別表第 13 の 1 (14) の例による。
- (13) 炭酸ナトリウム（無水）
- (14) イソアミルアルコール
別表第 29 の 1 (19) の例による。
- (15) ヨウ素酸カリウム溶液（0.017mol/L）
別表第 13 の 1 (12) の例による。
- (16) 硫酸（1 + 5）
- (17) チオ硫酸ナトリウム溶液（0.1mol/L）
別表第 13 の 1 (15) の例による。
- (18) フェノール標準原液

別表第 29 の 1 (23) の例による。

(19) クロロフェノール標準原液

別表第 29 の 1 (24) の例による。

(20) フェノール類混合標準液

フェノールとして 1 mg に相当するフェノール標準原液とそれぞれのクロロフェノール標準原液を 1 つのメスフラスコに等量採り、メチルアルコールで 100 倍に薄めたもの

この溶液 1 ml は、フェノール、2-クロロフェノール、4-クロロフェノール、2, 4-ジクロロフェノール、2, 6-ジクロロフェノール及び 2, 4, 6-トリクロロフェノールをそれぞれ 0.01mg 含む。

この溶液は、使用の都度調製する。

2 器具及び装置

(1) 固相カラム

ジビニルベンゼン-N-ビニルピロリドン共重合体若しくは N 含有スチレンジビニルベンゼン-メタクリレート共重合体を詰めたもの又はこれと同等以上の性能を有するもの

(2) 液体クロマトグラフ-質量分析計

ア 分離カラム

内径 2.1mm、長さ 10cm のステンレス管に、オクタデシルシリル基を化学結合した粒径が 3 μ m のシリカゲルを充填したもの又はこれと同等以上の分離性能を有するもの

イ 移動相

最適条件に調製したもの

例えば、A 液は精製水、B 液はメチルアルコールのもの

ウ 移動相流量

対象物質の最適分離条件に設定できるもの

例えば、毎分 0.15ml の流量で、A 液と B 液の混合比が 80 : 20 のものを、1 分後に 60 : 40 にして 10 分間保持した後、B 液の割合を毎分 2 ポイントずつ上昇させて 20 : 80 にして 5 分間保持できるもの

エ 検出器

次のいずれかに該当するもの

① 選択イオン測定 (S I M) 又はこれと同等以上の性能を有するもの

② 選択反応測定 (S R M) 又はこれと同等以上の性能を有するもの

オ モニターイオンを得るための電圧

上記エ①に該当する検出器を用いる場合にあっては、大気圧化学イオン化法 (A P C I 法) (負イオン測定モード) で、最適条件に設定できる電圧

上記エ②に該当する検出器を用いる場合にあっては、大気圧化学イオン化法 (A P C I 法) (負イオン測定モード) により得られたプリカーサイオンを開裂させてプロダクトイオンを得る方法で、最適条件に設定できる電圧

3 試料の採取及び保存

別表第 29 の 3 の例による。

4 試験操作

(1) 前処理

固相カラムにメチルアルコール 5 ml 及び精製水 5 ml を順次注入する。次に、あらかじめ塩酸を用いて pH 値を 2 とした検水 500ml (検水に含まれるそれぞれのフェノールとしての濃度が 0.01mg/L を超える場合には、0.0005~0.01mg/L となるように精製水を加えて 500ml に調製したもの) を毎分 10~20ml の流量で固相カラムに流し、更に

精製水 5 ml を流した後、10 分間以上空気又は窒素ガスを通気して固相カラムを乾燥させる。次いで、固相カラムに通水方向の逆からメチルアルコールを緩やかに流し、試験管に 1 ml を採り、その溶液に精製水を加えて 5 ml とし、これを試験溶液とする。また、固相カラムに通水方向からメチルアルコールを緩やかに流す場合は、試験管に 2 ml を採り、その溶液に精製水を加えて 10 ml とし、これを試験溶液とする。

(2) 分析

上記 (1) で得られた試験溶液の一定量を液体クロマトグラフ質量分析計に注入し、表 1 に示すそれぞれのフェノール類のモニターイオンのピーク高さ又はピーク面積を求め、下記 5 により作成した検量線から試験溶液中のそれぞれのフェノール類の濃度を求め、検水中のそれぞれのフェノール類の濃度を算定する。

それぞれのフェノール類の濃度をフェノールに換算し、その濃度を合計してフェノール類としての濃度を算定する。

表 1 モニターイオンの例

検出器 フェノール類	2 (2) エ①に該当する検出器	2 (2) エ②に該当する検出器	
	モニターイオン (m/z)	プリカーサイオン (m/z)	プロダクトイオン ※ (m/z)
フェノール	93	93	65
2-クロロフェノール	127、129	127、129	91、35
4-クロロフェノール	127、129	127、129	91、35
2, 4-ジクロロフェノール	161、163	161、163	125、35
2, 6-ジクロロフェノール	161、163	161、163	125、35
2, 4, 6-トリクロロフェノール	195、197	195、197	159、35

※プロダクトイオンをモニターイオンとする。

5 検量線の作成

フェノール類混合標準液を段階的にメスフラスコ 4 個以上に採り、それぞれに精製水を加えて 500 ml とする。この場合、調製した溶液のそれぞれのフェノールとしての濃度は、上記 4 (1) に示す検水の濃度範囲を超えてはならない。以下上記 4 (1) 及び (2) と同様に操作して、それぞれのフェノール類のモニターイオンのピーク高さ又はピーク面積を求め、それぞれのフェノール類の濃度との関係を求める。

6 空試験

精製水 500 ml を採り、以下上記 4 (1) 及び (2) と同様に操作して試験溶液中のそれぞれのフェノール類の濃度を求め、検量線の濃度範囲の下限値を下回ることを確認する。

求められた濃度が当該濃度範囲の下限値以上の場合は、是正処置を講じた上で上記 4 (1) 及び (2) と同様の操作を再び行い、求められた濃度が当該濃度範囲の下限値を下回るまで操作を繰り返す。

7 連続試験を実施する場合の措置

オートサンプラーを用いて 10 以上の試料の試験を連続的に実施する場合には、以下に掲げる措置を講ずる。

- (1) おおむね 10 の試料ごとの試験終了後及び全ての試料の試験終了後に、上記 5 で調製した溶液の濃度のうち最も高いものから最も低いものまでの間の一定の濃度（以下こ

の 7において「調製濃度」という。)に調製した溶液について、上記4 (1)及び(2)に示す操作により試験を行い、算定された濃度と調製濃度との差を求める。

- (2) 上記(1)により求められた差が調製濃度の $\pm 20\%$ の範囲を超えた場合には、是正処置を講じた上で上記(1)で行った試験の前に試験を行ったおおむね10の試料及びそれらの後に試験を行った全ての試料について再び分析を行う。その結果、上記(1)により求められた差が再び調製濃度の $\pm 20\%$ の範囲を超えた場合には、上記4 及び5 の操作により試験し直す。

別表第30

全有機炭素計測定法

ここで対象とする項目は、有機物（全有機炭素（TOC）の量）である。

1 試薬

(1) 精製水

イオン交換法、逆浸透膜法、蒸留法又は紫外線照射法の組合せによって精製したもので、全有機炭素濃度が 0.1mg/L 以下のもの又は同等以上の品質を有するもの

(2) 全有機炭素標準原液

フタル酸水素カリウム 0.425g を精製水に溶かして 200ml としたもの

この溶液 1ml は、炭素 1mg を含む。

この溶液は、冷暗所に保存すると2か月間は安定である。

(3) 全有機炭素標準液

全有機炭素標準原液を精製水で100倍に薄めたもの

この溶液 1ml は、炭素 0.01mg を含む。

この溶液は、使用の都度調製する。

(4) その他

装置に必要な試薬を調製する。

2 装置

全有機炭素定量装置

試料導入部、分解部、二酸化炭素分離部、検出部、データ処理装置又は記録装置などを組み合わせたもので、全有機炭素の測定が可能なもの

3 試料の採取及び保存

試料は、精製水で洗浄したガラス瓶又はポリエチレン瓶に採取し、速やかに試験する。速やかに試験できない場合は、冷暗所に保存し、72時間以内に試験する。

4 試験操作

(1) 前処理

全有機炭素の測定において、検水に懸濁物質が含まれている場合には、ホモジナイザー、ミキサー、超音波発生器等で懸濁物質を破碎し、均一に分散させ、これを試験溶液とする。

(2) 分析

装置を作動状態にし、上記(1)で得られた試験溶液の一定量を全有機炭素定量装置で測定を行い、検水中の全有機炭素の濃度を算定する。

5 検量線の作成

全有機炭素標準液をメスフラスコ4個以上に採り、それぞれに精製水を加えて、濃度を段階的にした溶液を調製する。以下装置の補正方法に従い検量線に相当する補正を行う。

6 連続試験を実施する場合の措置

オートサンプラーを用いて10以上の試料の試験を連続的に実施する場合には、以下に掲げる措置を講ずる。

- (1) おおむね10の試料ごとの試験終了後及び全ての試料の試験終了後に、上記5で調製した溶液の濃度のうち最も高いものから最も低いものまでの間の一定の濃度（以下こ

の6において「調製濃度」という。)に調製した溶液について、上記4(2)に示す操作により試験を行い、算定された濃度と調製濃度との差を求める。

- (2) 上記(1)により求められた差が調製濃度の $\pm 20\%$ の範囲を超えた場合には、是正処置を講じた上で上記(1)で行った試験の前に試験を行ったおおむね10の試料及びそれらの後に試験を行った全ての試料について再び分析を行う。その結果、上記(1)により求められた差が再び調製濃度の $\pm 20\%$ の範囲を超えた場合には、上記4及び5の操作により試験し直す。

別表第30の2

連続自動測定機器による全有機炭素計測定法

ここで対象とする項目は、有機物（全有機炭素（TOC）の量）である。

1 試薬

- (1) 精製水
別表第30の1(1)の例による。
- (2) 全有機炭素標準原液
別表第30の1(2)の例による。
- (3) 全有機炭素標準液
別表第30の1(3)の例による。
- (4) 全有機炭素校正用標準液
全有機炭素原液又は全有機炭素標準液を精製水で薄めたもの
希釈割合は、装置で指定している濃度となるようにする。
この溶液は、使用の都度調製する。
- (5) 全有機炭素ゼロ校正水
精製水又は装置で指定しているもの
- (6) その他
装置に必要な試薬を調製する。

2 装置

- (1) 自動採水装置
計量部、採水ポンプ、採水ホース、ホモジナイザー、ミキサー、超音波発生器等を組み合わせたもので、試料の採取及び前処理が可能なもの
- (2) 自動全有機炭素定量装置
試料導入部、分解部、二酸化炭素分離部、検出部、データ処理装置又は記録装置等を組み合わせたもので、全有機炭素の測定が可能な連続自動測定機器で、定量下限値が 0.3mg/L 以下（変動係数20%）の性能を有するもの

3 装置の校正

あらかじめ測定部分及び配管の洗浄を行った後、装置の取扱説明書に従い、全有機炭素ゼロ校正水や全有機炭素校正用標準液を用いて2点以上校正を行う。

4 測定操作

- (1) 前処理
全有機炭素の測定において、検水に懸濁物質が含まれる場合には、ホモジナイザー、ミキサー、超音波発生器等で懸濁物質を破碎し、均一に分散させ、これを試験溶液とする。
- (2) 測定
装置に上記(1)で得られた試験溶液の一定量を通して全有機炭素の濃度を測定する。

備考

- 1 定期保守は、下記2の保守管理基準を満たすため、装置の取扱説明書に従い、定期的に洗浄、点検整備、全有機炭素校正用標準液による校正等を行う。

- 2 保守管理基準は、運用中の装置について常時保持されていなければならない精度の基準で、 $\pm 0.3\text{mg/L}$ 以内とする。保守管理基準が満たされていない場合は、上記備考1により、保守管理基準が満たされていることを確認する。

別表第31

ガラス電極法

ここで対象とする項目は、pH値である。

1 試薬

(1) 精製水

(2) 無炭酸精製水

精製水を約5分間煮沸して二酸化炭素及び炭酸を除いた後、空気中から二酸化炭素を吸収しないように常温まで放冷したもの又はこれと同程度の品質を有するもの

(3) フタル酸塩標準緩衝液 (0.05mol/L)

フタル酸水素カリウム10.21gを無炭酸精製水に溶かして1Lとしたもの

(4) リン酸塩標準緩衝液 (0.025mol/L)

リン酸二水素カリウム3.40g及びリン酸一水素ナトリウム3.55gを無炭酸精製水に溶かして1Lとしたもの

(5) ホウ酸塩標準緩衝液 (0.01mol/L)

四ホウ酸ナトリウム(10水塩)3.81gを無炭酸精製水に溶かして1Lとしたもの

2 装置

pH計

それぞれの標準緩衝液を使用する場合は、液温により表1に示すpH値にメータの指針を合わせる。

表1 各温度における標準緩衝液のpH値

液温 ($^{\circ}\text{C}$)	フタル酸塩標準緩衝液 (0.05mol/L)	リン酸塩標準緩衝液 (0.025mol/L)	ホウ酸塩標準緩衝液 (0.01mol/L)
0	4.01	6.98	9.46
5	4.01	6.95	9.39
10	4.00	6.92	9.33
15	4.00	6.90	9.27
20	4.00	6.88	9.22
25	4.01	6.86	9.18
30	4.01	6.85	9.14
35	4.02	6.84	9.10
40	4.03	6.84	9.07
45	4.04	6.83	9.04
50	4.06	6.83	9.01
55	4.08	6.84	8.99
60	4.10	6.84	8.96

3 試料の採取及び保存

試料は、精製水で洗浄したガラス瓶又はポリエチレン瓶に採取し、速やかに試験する。速やかに試験できない場合は、冷暗所に保存し、12時間以内に試験する。

4 試験操作

pH計を用いて検水のpH値を測定する。

別表第32

連続自動測定機器によるガラス電極法

ここで対象とする項目は、pH値である。

1 試薬

- (1) 精製水
- (2) 無炭酸精製水
別表第31の1(2)の例による。
- (3) フタル酸塩標準緩衝液 (0.05mol/L)
別表第31の1(3)の例による。
- (4) リン酸塩標準緩衝液 (0.025mol/L)
別表第31の1(4)の例による。
- (5) ホウ酸塩標準緩衝液 (0.01mol/L)
別表第31の1(5)の例による。

2 装置

ガラス電極による連続自動測定機器で、繰り返し性 ± 0.1 pH以内の性能を有するもの

3 装置の校正

あらかじめ電極部分及び配管の洗浄を行った後、上記1の各標準緩衝液を用いて2点校正を行う。

4 測定操作

装置に検水を通してpH値を測定する。

備考

- 1 定期保守は、下記2の保守管理基準を満たすため、装置の取扱説明書に従い、定期的にガラス電極及びその周辺の洗浄、点検整備、標準緩衝液による校正等を行う。
- 2 保守管理基準は、運用中の装置について常時保持されていなければならない精度の基準で、 ± 0.1 pH以内とする。保守管理基準が満たされていない場合は、上記備考1により、保守管理基準が満たされていることを確認する。

別表第33

官能法

ここで対象とする項目は、味である。

1 試薬

- (1) 精製水
- (2) 粒状活性炭
- (3) 無臭味水
精製水を粒状活性炭 1 L 当たり毎分100～200mlで通したものの又はこれと同程度の品質を有するもの

2 試料の採取及び保存

試料は、精製水で洗浄したガラス瓶に採取し、直ちに試験する。直ちに試験できない場合は、冷暗所に保存し、12時間以内に試験する。

3 試験操作

検水100mlを採り、40～50℃に加温した後、口に含んで塩素味以外の味を調べる。

4 空試験

無臭味水100mlを採り、以下上記3と同様に操作して味を調べる。

別表第34

官能法

ここで対象とする項目は、臭気である。

1 試薬

- (1) 精製水
- (2) 粒状活性炭
- (3) 無臭味水
別表第33の1(3)の例による。

2 試料の採取及び保存

別表第33の2の例による。

3 試験操作

検水100mlを容量300mlの共栓付き三角フラスコに採り、軽く栓をして40～50℃の温度に加温し、激しく振った後、直ちに塩素臭以外の臭気を調べる。

4 空試験

無臭味水100mlを採り、以下上記3と同様に操作して臭気を調べる。

別表第35

比色法

ここで対象とする項目は、色度である。

1 試薬

(1) 精製水

測定対象成分を含まないもの

(2) 色度標準原液

塩化白金酸カリウム(IV) 2.49 g 及び塩化コバルト(6水塩) 2.02 g を塩酸200mlに溶かし、精製水を加えて1 Lとしたもの

この溶液は、色度1000度に相当する。

この溶液は、褐色瓶に入れて冷暗所に保存する。

(3) 色度標準液

色度標準原液を精製水で10倍に薄めたもの

この溶液は、色度100度に相当する。

(4) 色度標準列

色度標準液0から20mlを段階的に比色管に採り、それぞれに精製水を加えて100mlとしたもの

2 器具

比色管

共栓付き平底無色試験管で、底部から30cmの高さに100mlの刻線を付けたもの

3 試料の採取及び保存

別表第31の3の例による。

4 試験操作

検水100mlを比色管に採り、色度標準列と比色して検水中の色度を求める。

5 空試験

精製水100mlを採り、以下上記4と同様に操作して色度を求める。

別表第36

透過光測定法

ここで対象とする項目は、色度である。

1 試薬

(1) 精製水

別表第35の1(1)の例による。

(2) 色度標準原液

別表第35の1(2)の例による。

(3) 色度標準液

別表第35の1(3)の例による。

この溶液は、色度100度に相当する。

2 器具及び装置

(1) 吸収セル

光路長が50mm又は100mmのもの

(2) 分光光度計又は光電光度計

3 試料の採取及び保存

別表第31の3の例による。

4 試験操作

検水100ml（検水の色度が10度を超える場合には、10度以下となるように精製水を加えて100mlに調製したもの）の一部を吸収セルに採り、分光光度計又は光電光度計を用いて、波長390nm付近で吸光度を測定し、下記5により作成した検量線から検水中の色度を算定する。

5 検量線の作成

色度標準液をメスフラスコ4個以上に採り、それぞれに精製水を加えて、濃度を段階的にした溶液を調製する。この場合、調製した溶液の色度は、上記4に示す検水の色度の範囲を超えてはならない。以下上記4と同様に操作して、色度と吸光度との関係を求める。

6 空試験

精製水を一定量採り、以下上記4と同様に操作して色度を算定する。

7 連続試験を実施する場合の措置

オートサンプラーを用いて10以上の試料の試験を連続的に実施する場合には、以下に掲げる措置を講ずる。

(1) おおむね10の試料ごとの試験終了後及び全ての試料の試験終了後に、上記5で調製した溶液の色度のうち最も高いものから最も低いものまでの間の一定の色度（以下この7において「調製色度」という。）に調製した溶液について、上記4に示す操作により試験を行い、算定された色度と調製色度との差を求める。

(2) 上記(1)により求められた差が調製色度の±20%の範囲を超えた場合には、是正処置を講じた上で上記(1)で行った試験の前に試験を行ったおおむね10の試料及びそれらの後に試験を行った全ての試料について再び試験を行う。その結果、上記(1)により求められた差が再び調製色度の±20%の範囲を超えた場合には、上記4及び5の操作により試験し直す。

別表第37

連続自動測定機器による透過光測定法

ここで対象とする項目は、色度である。

1 試薬

(1) 精製水

(2) 色度標準原液

別表第35の1(2)の例による。

(3) 色度校正用標準液

色度標準原液を精製水で100倍に薄めたもの

この溶液は、色度10度に相当する。

装置に付属している色度標準板を使用する場合は、この溶液を適宜希釈して整合性を確認する。

(4) 色度ゼロ校正水

精製水を孔径約0.2μmのメンブランフィルターを通して微粒子を除去したもの

2 装置

透過光測定方式による連続自動測定機器で、定量下限値が0.2度以下（変動係数20%）の性能を有するもの

3 装置の校正

あらかじめ光学系の測定部分及び配管の洗浄を行った後、色度ゼロ校正水、色度校正用標準液を通水して、装置のゼロ点及びスパンを繰り返し校正する。

(1) ゼロ点校正

装置に色度ゼロ校正水を通水する。信号が十分に安定するまで通水した後、ゼロ点を合わせる。

(2) スパン校正

色度校正用標準液を通水又は色度標準板を用いて校正する。

なお、機種によって色度校正用標準液又は色度標準板で校正したにもかかわらず、水道水の測定値が別表第36で測定した値と一致しない場合は、別表第36で測定した値にスパンを合わせる。

4 測定操作

装置に検水を通して色度を測定する。

備考

- 1 定期保守は、下記2の保守管理基準を満たすため、装置の取扱説明書に従い、定期的に洗浄、点検整備、色度校正用標準液による校正等を行う。
- 2 保守管理基準は、運用中の装置について常時保持されていなければならない精度の基準で、 ± 0.5 度以内とする。保守管理基準が満たされていない場合は、上記備考1により、保守管理基準が満たされていることを確認する。

別表第38

比濁法

ここで対象とする項目は、濁度である。

1 試薬

(1) 精製水

測定対象成分を含まないもの

(2) ポリスチレン系粒子懸濁液（1 w/w %）

表1に示す5種類の標準粒子（ポリスチレン系粒子）

表1 標準粒子（ポリスチレン系粒子）

種類 ※	呼び径（ μm ）
No. 6	0.5
No. 7	1.0
No. 8	2.0
No. 9	5.0
No. 10	10.0

※印はJIS Z 8901による種類である。

(3) ポリスチレン系粒子懸濁液

それぞれのポリスチレン系粒子懸濁液（1 w/w %）を十分に懸濁させた後、速やかにそれぞれ1.000 gを別々のメスフラスコに採り、精製水を加えて100mlとしたもの
これらの溶液1 mlは、ポリスチレンをそれぞれ0.1mg含む。

(4) 濁度標準液

5種類のポリスチレン系粒子懸濁液をよく振り混ぜながら表2に示す量をメスフラスコに採り、精製水を加えて500mlとしたもの

この溶液は、濁度100度に相当する。

表2 濁度標準液（100度）調製時におけるポリスチレン系粒子懸濁液（0.1mgポリスチレン/ml）の混合比率及び分取量

種類	混合比率（%）	分取量（メスフラスコ500mlに対して）（ml）
No. 6	6	10.0
No. 7	17	28.3
No. 8	36	60.0

No. 9	29	48.3
No. 10	12	20.0

(5) 濁度標準列

濁度標準液 0 から10mlを段階的に比色管に採り、それぞれに精製水を加えて100mlとしたもの

2 器具

比色管

別表第35の2の例による。

3 試料の採取及び保存

別表第31の3の例による。

4 試験操作

検水100mlを比色管に採り、濁度標準列と比濁して検水の濁度を求める。

5 空試験

精製水100mlを採り、以下上記4と同様に操作して濁度を求める。

別表第39

透過光測定法

ここで対象とする項目は、濁度である。

1 試薬

(1) 精製水

別表第38の1(1)の例による。

(2) ポリスチレン系粒子懸濁液 (1 w/w%)

別表第38の1(2)の例による。

(3) ポリスチレン系粒子懸濁液

別表第38の1(3)の例による。

(4) 濁度標準液

別表第38の1(4)の例による。

この溶液は、濁度100度に相当する。

2 器具及び装置

(1) 吸収セル

別表第36の2(1)の例による。

(2) 分光光度計又は光電光度計

3 試料の採取及び保存

別表第31の3の例による。

4 試験操作

検水を吸収セルに採り、分光光度計又は光電光度計を用いて、波長660nm付近で吸光度を測定し、下記5により作成した検量線から検水中の濁度を算定する。

5 検量線の作成

濁度標準液をメスフラスコ4個以上に採り、それぞれに精製水を加えて、濃度を段階的にした溶液を調製する。以下上記4と同様に操作して、濁度と吸光度との関係を求める。

6 空試験

精製水を一定量採り、以下上記4と同様に操作して濁度を求める。

7 連続試験を実施する場合の措置

オートサンプラーを用いて10以上の試料の試験を連続的に実施する場合には、以下に掲げる措置を講ずる。

- (1) おおむね10の試料ごとの試験終了後及び全ての試料の試験終了後に、上記5で調製した溶液の濁度のうち最も高いものから最も低いものまでの間の一定の濁度（以下この7において「調製濁度」という。）に調製した溶液について、上記4に示す操作に

より試験を行い、算定された濁度と調製濁度との差を求める。

- (2) 上記(1)により求められた差が調製濁度の $\pm 10\%$ の範囲を超えた場合には、是正処置を講じた上で上記(1)で行った試験の前に試験を行ったおおむね10の試料及びそれらの後に試験を行った全ての試料について再び試験を行う。その結果、上記(1)により求められた差が再び調製濁度の $\pm 10\%$ の範囲を超えた場合には、上記4及び5の操作により試験し直す。

別表第40

連続自動測定機器による透過光測定法

ここで対象とする項目は、濁度である。

1 試薬

(1) 精製水

(2) ポリスチレン系粒子懸濁液 ($1\text{ w/w}\%$)

別表第38の1(2)の例による。

(3) ポリスチレン系粒子懸濁液

別表第38の1(3)の例による。

(4) 濁度標準液

別表第38の1(4)の例による。

(5) 濁度校正用標準液

濁度標準液を精製水で薄めたもの

希釈割合は、装置で指定している濁度となるようにする。

装置に付属している濁度標準板を使用する場合は、この溶液との整合性を確認する。

(6) 濁度ゼロ校正水

精製水を孔径約 $0.2\mu\text{m}$ のメンブランフィルターを通して微粒子を除去したもの

2 装置

透過光方式の連続自動測定機器で、定量下限値が 0.1 度以下（変動係数 10% ）の性能を有するもの

3 装置の校正

あらかじめ光学系の測定部分及び配管の洗浄を行った後、濁度ゼロ校正水、濁度校正用標準液を通水して、装置のゼロ点及びスパンを繰り返し校正する。

(1) ゼロ点校正

装置に濁度ゼロ校正水を通水する。信号が十分に安定するまで通水した後、ゼロ点を合わせる。

(2) スパン校正

濁度校正用標準液を通水又は濁度標準板を用いて校正する。

なお、機種によって濁度校正用標準液又は濁度標準板で校正したにもかかわらず、水道水の測定値が別表第39又は別表第41で測定した値と一致しない場合は、別表第39又は別表第41で測定した値にスパンを合わせる。

4 測定操作

装置に検水を通して濁度を測定する。

備考

1 定期保守は、下記2の保守管理基準を満たすため、装置の取扱説明書に従い、定期的に洗浄、点検整備、濁度校正用標準液による校正等を行う。

2 保守管理基準は、運用中の装置について常時保持されていなければならない精度の基準で、 ± 0.1 度以内とする。保守管理基準が満たされていない場合は、上記備考1により、保守管理基準が満たされていることを確認する。

別表第41

積分球式光電光度法

ここで対象とする項目は、濁度である。

1 試薬

(1) 精製水

別表第38の1(1)の例による。

(2) ポリスチレン系粒子懸濁液 (1 w/w %)

別表第38の1(2)の例による。

(3) ポリスチレン系粒子懸濁液

別表第38の1(3)の例による。

(4) 濁度標準液

別表第38の1(4)の例による。

この溶液は、濁度100度に相当する。

2 装置

積分球式濁度計

3 試料の採取及び保存

別表第31の3の例による。

4 試験操作

積分球式濁度計を用いて検水中の散乱光量を測定し、下記5により作成した検量線から検水中の濁度を算定する。

5 検量線の作成

濁度標準液をメスフラスコ4個以上に採り、それぞれに精製水を加えて、濃度を段階的にした溶液を調製する。以下上記4と同様に操作して、濁度と吸光度との関係を求める。

6 空試験

精製水を一定量採り、以下上記4と同様に操作して濁度を求める。

7 連続試験を実施する場合の措置

オートサンプラーを用いて10以上の試料の試験を連続的に実施する場合には、以下に掲げる措置を講ずる。

(1) おおむね10の試料ごとの試験終了後及び全ての試料の試験終了後に、上記5で調製した溶液の濁度のうち最も高いものから最も低いものまでの間の一定の濁度（以下この7において「調製濁度」という。）に調製した溶液について、上記4に示す操作により試験を行い、算定された濁度と調製濁度との差を求める。

(2) 上記(1)により求められた差が調製濁度の±10%の範囲を超えた場合には、是正処置を講じた上で上記(1)で行った試験の前に試験を行ったおおむね10の試料及びそれらの後に試験を行った全ての試料について再び試験を行う。その結果、上記(1)により求められた差が再び調製濁度の±10%の範囲を超えた場合には、上記4及び5の操作により試験し直す。

別表第42

連続自動測定機器による積分球式光電光度法

ここで対象とする項目は、濁度である。

1 試薬

(1) 精製水

(2) ポリスチレン系粒子懸濁液 (1 w/w %)

別表第38の1(2)の例による。

(3) ポリスチレン系粒子懸濁液

別表第38の1(3)の例による。

(4) 濁度標準液

別表第38の1(4)の例による。

(5) 濁度校正用標準液

別表第40の1(5)の例による。

希釈割合は、装置で指定している濁度となるようにする。

装置に付属している濁度標準板を使用する場合は、この溶液との整合性を確認する。

(6) 濁度ゼロ校正水

別表第40の1(6)の例による。

2 装置

積分球式光電光度方式の連続自動測定機器で、定量下限値が0.1度以下（変動係数10%）の性能を有するもの

3 装置の校正

あらかじめ光学系の測定部分及び配管の洗浄を行った後、濁度ゼロ校正水、濁度校正用標準液を通水して、装置のゼロ点及びスパンを繰り返し校正する。

(1) ゼロ点校正

装置に濁度ゼロ校正水を通水する。信号が十分に安定するまで通水した後、ゼロ点を合わせる。

(2) スパン校正

濁度校正用標準液を通水又は濁度標準板を用いて校正する。

なお、機種によって濁度校正用標準液又は濁度標準板で校正したにもかかわらず、水道水の測定値が別表第39又は別表第41で測定した値と一致しない場合は、別表第39又は別表第41で測定した値にスパンを合わせる。

4 測定操作

装置に検水を通して濁度を測定する。

備考

1 定期保守は、下記2の保守管理基準を満たすため、装置の取扱説明書に従い、定期的に洗浄、点検整備、濁度校正用標準液による校正等を行う。

2 保守管理基準は、運用中の装置について常時保持されていなければならない精度の基準で、 ± 0.1 度以内とする。保守管理基準が満たされていない場合は、上記備考1により、保守管理基準が満たされていることを確認する。

別表第43

連続自動測定機器による散乱光測定法

ここで対象とする項目は、濁度である。

1 試薬

(1) 精製水

(2) ポリスチレン系粒子懸濁液（1 w/w %）

別表第38の1(2)の例による。

(3) ポリスチレン系粒子懸濁液

別表第38の1(3)の例による。

(4) 濁度標準液

別表第38の1(4)の例による。

(5) 濁度校正用標準液

別表第40の1(5)の例による。

希釈割合は、装置で指定している濁度となるようにする。

装置に付属している濁度標準板を使用する場合は、この溶液との整合性を確認する。

(6) 濁度ゼロ校正水

別表第40の1(6)の例による。

2 装置

散乱光測定方式の連続自動測定機器で、定量下限値が0.1度以下（変動係数10％）の性能を有するもの

3 装置の校正

あらかじめ光学系の測定部分及び配管の洗浄を行った後、濁度ゼロ校正水、濁度校正用標準液を通水して、装置のゼロ点及びスパンを繰り返し校正する。

(1) ゼロ点校正

装置に濁度ゼロ校正水を通水する。信号が十分に安定するまで通水した後、ゼロ点を合わせる。

(2) スパン校正

濁度校正用標準液を通水又は濁度標準板を用いて校正する。

なお、機種によって濁度校正用標準液又は濁度標準板で校正したにもかかわらず、水道水の測定値が別表第39又は別表第41で測定した値と一致しない場合は、別表第39又は別表第41で測定した値にスパンを合わせる。

4 測定操作

装置に検水を通して濁度を測定する。

備考

- 1 定期保守は、下記2の保守管理基準を満たすため、装置の取扱説明書に従い、定期的に洗浄、点検整備、濁度校正用標準液による校正等を行う。
- 2 保守管理基準は、運用中の装置について常時保持されていなければならない精度の基準で、 ± 0.1 度以内とする。保守管理基準が満たされていない場合は、上記備考1により、保守管理基準が満たされていることを確認する。

別表第44

連続自動測定機器による透過散乱法

ここで対象とする項目は、濁度である。

1 試薬

(1) 精製水

(2) ポリスチレン系粒子懸濁液（1 w/w %）

別表第38の1(2)の例による。

(3) ポリスチレン系粒子懸濁液

別表第38の1(3)の例による。

(4) 濁度標準液

別表第38の1(4)の例による。

(5) 濁度校正用標準液

別表第40の1(5)の例による。

希釈割合は、装置で指定している濁度となるようにする。

装置に付属している濁度標準板を使用する場合は、この溶液との整合性を確認する。

(6) 濁度ゼロ校正水

別表第40の1(6)の例による。

2 装置

透過散乱方式の連続自動測定機器で、定量下限値が0.1度以下（変動係数10％）の性能を有するもの

3 装置の校正

あらかじめ光学系の測定部分及び配管の洗浄を行った後、濁度ゼロ校正水、濁度校正用標準液を通水して、装置のゼロ点及びスパンを繰り返し校正する。

(1) ゼロ点校正

装置に濁度ゼロ校正水を通水する。信号が十分に安定するまで通水した後、ゼロ点を合わせる。

(2) スパン校正

濁度校正用標準液を通水又は濁度標準板を用いて校正する。

なお、機種によって濁度校正用標準液又は濁度標準板で校正したにもかかわらず、水道水の測定値が別表第39又は別表第41で測定した値と一致しない場合は、別表第39又は別表第41で測定した値にスパンを合わせる。

4 測定操作

装置に検水を通して濁度を測定する。

備考

- 1 定期保守は、下記2の保守管理基準を満たすため、装置の取扱説明書に従い、定期的に洗浄、点検整備、濁度校正用標準液による校正等を行う。
- 2 保守管理基準は、運用中の装置について常時保持されていなければならない精度の基準で、 ± 0.1 度以内とする。保守管理基準が満たされていない場合は、上記備考1により、保守管理基準が満たされていることを確認する。

別表第45

固相抽出—液体クロマトグラフ—質量分析法

ここで対象とする項目は、ペルフルオロ（オクタン—スルホン酸）（別名PFOS）及びペルフルオロオクタン酸（別名PFOA）である。

1 試薬

(1) 精製水

測定対象成分を含まないもの

(2) メチルアルコール

測定対象成分を含まないもの

(3) 0.1%アンモニアメチルアルコール溶液

例として、25%アンモニア水0.4mlとメチルアルコール99.6mlを混合したもの

(4) 酢酸アンモニウム

(5) アセトニトリル

測定対象成分を含まないもの

(6) 内部標準原液

PFOS— ^{13}C 10mg及びPFOA— ^{13}C 10mgを別々のメスフラスコに採り、それぞれをメチルアルコールに溶かして200mlとしたもの

ただし、直鎖PFOS— ^{13}C 及び直鎖PFOA— ^{13}C を主成分とする標準品を用いること。

これらの溶液1mlは、直鎖PFOS— ^{13}C 及び直鎖PFOA— ^{13}C をそれぞれ0.05mg含む。

これらの溶液は、冷凍保存する。

(7) 混合内部標準液

PFOS— ^{13}C 内部標準原液及びPFOA— ^{13}C 内部標準原液を等量ずつメスフラスコに採り、メチルアルコールで500倍に薄めたもの

この溶液1mlは、直鎖PFOS— ^{13}C 及び直鎖PFOA— ^{13}C をそれぞれ0.1 μg 含む。

この溶液は、冷凍保存し、6か月以上を経過したものは使用してはならない。

(8) PFOS及びPFOA標準原液

PFOS 10mg及びPFOA 10mgを別々のメスフラスコに採り、それぞれをメチル

アルコールに溶かして200mlとしたもの

ただし、直鎖PFOS及び直鎖PFOAを主成分とする標準品を用いること。

これらの溶液1mlは、直鎖PFOS及び直鎖PFOAをそれぞれ0.05mg含む。

これらの溶液は、冷凍保存する。

(9) PFOS及びPFOA混合標準液

PFOS標準原液及びPFOA標準原液を等量ずつメスフラスコに採り、メチルアルコールで500倍に薄めたもの

これらの溶液1mlは、直鎖PFOS及び直鎖PFOAをそれぞれ0.0001mg含む。

この溶液は、冷凍保存し、6か月以上を経過したものは使用してはならない。

2 器具及び装置

(1) ガラス瓶

容量500～1000mlのもの

(2) ポリプロピレン瓶

(3) 固相カラム

陰イオン交換基を被覆したシリカゲル若しくはポリマー系充填剤を詰めたもの又はこれと同等以上の性能を有するもの

(4) 液体クロマトグラフー質量分析計

ア 分離カラム

内径2.1～4.6mm、長さ7.5～25cmのステンレス管に、オクタデシルシリル基を化学結合した粒径が5 μ m以下のシリカゲルを充填したもの又はこれと同等以上の分離性能を示すもの

イ 移動相

最適条件に調製したもの

例えば、A液は酢酸アンモニウム溶液(0.01mol/L)、B液はアセトニトリルのもの

ウ 移動相流量

対象物質の最適分離条件に設定できるもの

例えば、毎分0.2mlの流量で、A液とB液の混合比が75:25で1分間保持した後、B液の割合を毎分3ポイントずつ上昇させて100%にして4分間保持できるもの

エ 検出器

別表第17の2の2(4)エの例による。

オ モニターイオンを得るための電圧

別表第17の2の2(4)オの例による。

3 試料の採取及び保存

試料は、精製水で洗浄して、次いでアセトン又はメチルアルコールで洗浄したガラス瓶又はポリプロピレン瓶に採取し、満水にして密栓し、速やかに試験する。速やかに試験できない場合は、冷暗所で保存し、2週間以内に検査する。

4 試験操作

(1) 前処理

固相カラムに0.1%アンモニアメチルアルコール溶液4ml、メチルアルコール4ml、精製水4mlを順次注入する。次に、混合内部標準液を内部標準物質濃度がおおむね0.01 μ g/Lとなるよう一定量加えて攪拌した検水10～500ml(検水に含まれるそれぞれの対象物質の濃度が0.00005mg/Lを超える場合には、0.000001～0.00005mg/Lとなるように精製水を加えて10～500mlに調製したもの)を毎分約5mlの流量で

固相カラムに流す。精製水約5mlで固相カラムを洗浄した後、窒素ガスを通気して固相カラムを乾燥させる。次いで、固相カラムの通水方向から、又は通水方向とは逆から0.1%アンモニアメチルアルコール溶液3～5mlを緩やかに流し、試験管に採る。試験管の溶出液に窒素ガスを緩やかに吹き付けて、0.5～1mlまで濃縮し、これを試験溶液とする。ただし、濃縮後の溶出液に析出物が存在する場合は、上澄み液を試験溶液とする。

(2) 分析

上記(1)で得られた試験溶液の一定量を液体クロマトグラフ質量分析計に注入し、表1に示すそれぞれの対象物質と内部標準物質のモニターイオンのピーク面積の比を求め、下記5により作成した検量線から試験溶液中のそれぞれの対象物質の濃度を求め、検水中のそれぞれの対象物質の濃度を算定する。

なお、PFOS及びPFOAはそれぞれ直鎖と分岐鎖の異性体のピーク面積を合わせて、酸($C_8HF_{17}O_3S$ 及び $C_8HF_{15}O_2$)としての濃度を算定する。

PFOSの濃度とPFOAの濃度を合計してPFOS及びPFOAとしての濃度を算定する。

表1 モニターイオン

検出器 対象物質	別表第17の2の2(4) エ①に該当する検出器	別表第17の2の2(4)エ②に該当する検出器	
	モニターイオン (m/z)	プリカーサイオン (m/z)	プロダクトイオン ※1 (m/z)
PFOS	499	499	80
PFOA	413	413	369
PFOS— $^{13}C_4$ ※2	503	503	80、99
PFOS— $^{13}C_8$ ※2	507	507	80、99
PFOA— $^{13}C_2$ ※3	415	415	169、370
PFOA— $^{13}C_4$ ※3	417	417	169、372
PFOA— $^{13}C_8$ ※3	421	421	172、376

※1 プロダクトイオンをモニターイオンとする。

※2 PFOSの内部標準物質

※3 PFOAの内部標準物質

5 検量線の作成

混合標準液を段階的にメスフラスコ4個以上に採り、それぞれに試験溶液と同じ割合になるように内部混合標準液を加え、更にメチルアルコールを加えて、濃度を段階的にした溶液を調製する。この場合、調製した溶液のPFOS及びPFOAの濃度は、上記4(1)に示す検水の濃度範囲から算定される試験溶液の濃度範囲を超えてはならない。以下、上

記4(2)と同様に操作して、直鎖PFOS及び直鎖PFOAとそれぞれの内部標準物質とのモニターイオンのピーク面積の比を求め、直鎖PFOS及び直鎖PFOAのそれぞれの濃度との関係を求める。

6 空試験

精製水を一定量採り、以下上記4(1)及び(2)同様に操作して試験溶液中のPFOS及びPFOAの濃度を求め、検量線の濃度範囲の下限値を下回ることを確認する。

求められた濃度が当該濃度範囲の下限値以上の場合は、是正処置を講じた上で上記4(1)及び(2)と同様の操作を再び行い、求められた濃度が当該濃度範囲の下限値を下回るまで操作を繰り返す。

7 連続試験を実施する場合の措置

オートサンプラーを用いて10以上の試料の試験を連続的に実施する場合には、以下に掲げる措置を講ずる。

- (1) おおむね10の試料ごとの試験終了後及び全ての試料の試験終了後に、上記5で調製した溶液の濃度のうち最も高いものから最も低いものまでの間の一定の濃度（以下この7において「調製濃度」という。）に調製した溶液について、上記4(2)に示す操作により試験を行い、算定された濃度と調製濃度との差を求める。
- (2) 上記(1)により求められた差が調製濃度の±20%の範囲を超えた場合には、是正処置を講じた上で上記(1)で行った試験の前に試験を行ったおおむね10の試料及びそれらの後に試験を行った全ての試料について再び分析を行う。その結果、上記(1)により求められた差が再び調製濃度の±20%の範囲を超えた場合には、上記4及び5の操作により試験し直す。

備考

- 1 全ての操作において、標準液及び試料と触れる部分にポリテトラフルオロエチレンが使用されている容器を用いないこと。
- 2 上記4(2)において、表1の別表第17の2の2(4)エ②に該当する検出器を用いた場合の確認イオンの例を表2に示す。

表2 確認イオンの例

検出器 対象物質	別表第17の2の2(4)エ②に該当する検出器	
	プリカーサイオン (m/z)	プロダクトイオン (確認イオン) (m/z)
PFOS	499	99、130
PFOA	413	169、219