

一斉 1 原子吸光光度法

ここでいう原子吸光光度法とは、フレイムレス - 原子吸光光度法とフレイム - 原子吸光光度法を対象とする。

フレイムレス - 原子吸光光度法で対象とする項目は、カドミウム、六価クロム、セレン、鉛、ひ素、亜鉛、アルミニウム、鉄、銅、ナトリウム、マンガンである。

フレイム - 原子吸光光度法で対象とする項目は、カドミウム、六価クロム、亜鉛、カルシウム、マグネシウム、鉄、銅、ナトリウム、マンガンである。

(一) 試薬

- (1) 硝酸(1+1)
- (2) 硝酸(1+160)
- (3) 塩酸(1+50)
- (4) 水酸化ナトリウム溶液(0.4w/v%)
- (5) 金属類標準原液

ここで使用する金属類の標準原液の調製方法を表1に示す。

これらの溶液1mlは、それぞれの金属を1mg含む。

これらの標準原液は、褐色瓶に入れて冷暗所に保存する。

表1 金属類標準原液(1mg/ml)の調製方法

金属類	調製方法
カドミウム	カドミウム1.000gをビーカーに採り、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1Lとしたもの。
六価クロム	二クロム酸カリウム2.829g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1Lとしたもの。
セレン	二酸化セレン1.405g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1Lとしたもの。
鉛	鉛1.000gをビーカーに採り、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1Lとしたもの。
ひ素	三酸化ヒ素1.320gをビーカーに採り、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1Lとしたもの。
亜鉛	亜鉛1.000gをビーカーに採り、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1Lとしたもの。
アルミニウム	アルミニウム1.000gをビーカーに採り、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+30)を加えて1Lとしたもの。
カルシウム	硝酸カルシウム(4水塩)5.893gをメスフラスコに採り、硝酸(1+160)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。

鉄	鉄1.000gをビーカーに採り、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1Lとしたもの。
銅	銅1.000gをビーカーに採り、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1Lとしたもの。
ナトリウム	白金るつぼ中で500ないし550 で40ないし50分間加熱し、デシケーター中で放冷した塩化ナトリウム2.542gを精製水に溶かして1Lとしたもの。
マンガン	マンガン1.000gをビーカーに採り、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1Lとしたもの。

(6) 金属類標準液

ここで使用する金属類の標準液の調製方法を表2に示す。

この溶液は、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。
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。
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。
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。
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。
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。

(二) 器具及び装置

(1) フレームレス - 原子吸光光度法

ア. フレームレス - 原子吸光光度計及び中空陰極ランプ

イ. アルゴンガス

純度99.99v/v%以上のもの。

(2) フレーム - 原子吸光光度法

ア. フレーム - 原子吸光光度計及び中空陰極ランプ

バーナーの位置、角度及びガス流量は最適条件に設定する。

イ. アセチレンガス

(三) 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1L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、1か月以内に試験する。

(四) 試験操作

(1) 前処理

検水100ml(表3又は表4に示す濃度範囲を含む)又は適量をビーカーに採り、試料採取のときに加えた量を含めて硝酸が1mlとなるように加え、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

ア. フレームレス - 原子吸光光度法

(1)で得られた試験溶液をフレームレス - 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、(五)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。

イ. フレーム - 原子吸光光度法

(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4に示すそれぞれの金属の測定波長で吸光度を測定し、(五)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。

(五) 検量線の作成

金属類標準液を段階的にメスフラスコに採り、それぞれに硝酸1mlと精製水とを加えて100mlとする。以下(四)の(2)のア.又はイ.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。

表3 フレームレス - 原子吸光光度法

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ないし0.01	228.8
セレン	0.001 ないし0.1	196.0
鉛	0.001 ないし0.1	283.3
ヒ素	0.001 ないし0.1	193.7
六価クロム	0.001 ないし0.1	357.9
亜鉛	0.001 ないし0.1	213.8
アルミニウム	0.001 ないし0.1	309.3
鉄	0.01 ないし1	248.3
銅	0.001 ないし0.1	324.7
ナトリウム	0.002 ないし0.2	589.0
マンガン	0.001 ないし0.1	279.5

表4 フレーム - 原子吸光光度法

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 *	0.001ないし0.01	228.8
六価クロム *	0.005ないし0.05	357.9
亜鉛	0.02 ないし0.2	213.8
カルシウム	0.02 ないし0.2	422.7
マグネシウム	0.005ないし0.05	285.2
鉄 *	0.01 ないし0.1	248.3
銅	0.04 ないし0.4	324.7
ナトリウム	0.06 ないし0.6	589.0
マンガン *	0.005ないし0.05	279.5

* 10倍濃縮が必要

一斉2 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、六価クロム、鉛、ほう素、亜鉛、アルミニウム、カルシウム、マグネシウム、鉄、銅、ナトリウム、マンガンである。

(一) 試薬

(1) 内部標準原液

酸化イットリウム()0.318gをビーカーに採り、塩酸3ml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。

この溶液1mlは、イットリウム1mgを含む。

この溶液は、褐色瓶に入れて冷暗所に保存する。

(2) 内部標準液

内部標準原液を精製水で200倍に薄めたもの。

この溶液1mlは、イットリウム0.005mgを含む。

この溶液は、使用の都度調製する。

(3) 硝酸(1+1)

(4) 硝酸(1+160)

(5) 塩酸(1+50)

(6) 水酸化ナトリウム溶液(0.4w/v%)

(7) 金属類標準原液

「一斉1 原子吸光光度法」の例による。

なお、ほう素の標準原液の調製方法は表5による。

これらの溶液各1mlは、対象金属を1mg含む。

これらの標準原液は、褐色瓶に入れて冷暗所に保存する。

表5 ほう素の標準原液(1mg/ml)の調製方法

金属類	調製方法
ほう素	ほう酸5.715gをメスフラスコに採り、精製水に溶かして1Lとしたもの。

(8) 金属類混合標準液

カドミウム、六価クロム、鉛、ほう素、亜鉛、アルミニウム、カルシウム、マグネシウム、鉄、銅、ナトリウム、マンガンのそれぞれの標準原液10mlずつをメスフラスコに採り、精製水を加えて1Lとした溶液を精製水で100倍に薄めたもの。

この溶液1mlは、それぞれの金属を0.0001mg含む。

この溶液は、使用の都度調製する。

(二) 器具及び装置

(1) 誘導結合プラズマ発光分光分析装置

超音波噴霧装置を備えたもの。

(2) アルゴンガス

純度99.99v/v%以上のもの。

(三) 試料の採取及び保存

「一斉1 原子吸光光度法」の例による。

(四) 試験操作

(1) 前処理

検水500ml(表6に示す濃度範囲を含む)又は適量をビーカーに採り、試料採取のときに加えた量を含めて硝酸が5mlとなるように加え、更に内部標準液5mlを加え、静かに加熱する。液量が50ml以下になったら加熱をやめ、冷後、精製水を加えて50ml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

(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6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、(五)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。

(五) 検量線の作成

金属類混合標準液を段階的にメスフラスコに採り、それぞれに硝酸5mlと内部標準液5mlとを加え、更に精製水を加えて50mlとする。以下(四)の(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。

表6 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	0.0005ないし0.05	226.502、 214.438
六価クロム	0.0008ないし0.08	267.716、 206.149
鉛	0.001 ないし0.1	220.353
ほう素	0.006 ないし0.6	249.773、 208.893
亜鉛	0.0006ないし0.06	202.546、 213.856
アルミニウム	0.0004ないし0.04	396.152、 309.271
カルシウム	0.04ないし4	422.673、 396.847、 393.366
マグネシウム	0.0006ないし0.06	279.553
鉄	0.001 ないし0.1	259.940、 238.204
銅	0.0006ないし0.06	324.754、 224.700
ナトリウム	0.006 ないし0.6	589.592
マンガン	0.0002ないし0.02	257.610
イットリウム		371.029

内部標準物質

一斉3 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、六価クロム、セレン、鉛、ひ素、ほう素、亜鉛、アルミニウム、銅、マンガンである。

(一) 試薬

(1) 内部標準原液

ここで使用する内部標準原液の調製方法を表7に示す。

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、褐色瓶に入れて冷暗所に保存する。

表7 内部標準原液の調製方法

内部標準物質	調製方法
スカンジウム	硝酸スカンジウム1.283g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。
イットリウム	酸化イットリウム()0.318gをビーカーに採り、塩酸3mlと少量の精製水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。
タリウム	硝酸タリウム0.326g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。

(2) 混合内部標準液

スカンジウム、イットリウム、タリウムのそれぞれの内部標準原液10mlずつをメスフラスコに採り、精製水を加えて1Lとした溶液を精製水で200倍に薄めたもの。

この溶液1mlは、それぞれの金属を0.00005mg含む。

この溶液は、使用の都度調製する。

(3) 硝酸(1+1)

(4) 硝酸(1+160)

(5) 金属類標準原液

「一斉1 原子吸光光度法」の例による。

ただし、ほう素の標準原液は、「一斉2 誘導結合プラズマ発光分光分析装置による一斉分析法」の例による。

これらの標準原液1mlは、対象物質を1mg含む。

これらの標準原液は、褐色瓶に入れて冷暗所に保存する。

(6) 金属類混合標準液

カドミウム、六価クロム、セレン、鉛、ひ素、ほう素、亜鉛、アルミニウム、銅、マンガンのそれぞれの標準原液10mlずつをメスフラスコに採り、精製水を加えて1Lとした溶液を精製水で100倍に薄めたもの。

この溶液1mlは、それぞれの金属を0.0001mg含む。

この溶液は、使用の都度調製する。

(二) 器具及び装置

(1) 誘導結合プラズマ - 質量分析装置

(2) アルゴンガス

純度99.999v/v%以上のもの。

(三) 試料の採取及び保存

「一斉1 原子吸光光度法」の例による。

(四) 試験操作

(1) 前処理

検水100ml(表8に示す濃度範囲を含む)又は適量をビーカーに採り、試料採取のときに加えた量を含めて硝酸が1 mlとなるように加え、更に混合内部標準液10mlを加え、静かに加熱する。液量が100ml以下になったら加熱をやめ、冷後、精製水を加えて100 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

(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8に示すそれぞれの金属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、(五)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。

(五) 検量線の作成

金属類混合標準液を段階的にメスフラスコに採り、それぞれに硝酸1mlと混合内部標準液10mlとを加え、更に精製水を加えて100mlとする。以下(四)の(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。

表8 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	0.00007ないし0.007	111、112、114
六価クロム	0.0002 ないし0.02	52、53
セレン	0.0004 ないし0.04	77、78、80、82
鉛	0.0002 ないし0.02	208
ヒ素	0.00006ないし0.006	75
ほう素	0.002 ないし0.2	11
亜鉛	0.0002 ないし0.02	64、66
アルミニウム	0.0004 ないし0.04	27
銅	0.0002 ないし0.02	63、65
マンガン	0.00008ないし0.008	55
スカンジウム		45
イットリウム		89
タリウム		205

内部標準物質

一斉4 イオンクロマトグラフ（陽イオン類）による一斉分析法

ここで対象とする項目は、ナトリウム、カルシウム、マグネシウムである。

(一) 試薬

(1) 精製水

精製水を約0.2 μ mのメンブランフィルターでろ過したもの。

(2) 溶離液

対象物質が分離できるもの。

(3) 除去液

サプレッサを動作させることができるもの。

(4) ナトリウム標準原液

500ないし600 で45ないし50分間加熱し、デシケーター中で放冷した塩化ナトリウム2.542gを精製水に溶かして1Lとしたもの。

この溶液1mlは、ナトリウム1mgを含む。

この溶液は、冷暗所に保存する。

(5) カルシウム標準原液

「一斉2 誘導結合プラズマ発光分光分析装置による一斉分析法」の例による。

(6) マグネシウム標準原液

「一斉2 誘導結合プラズマ発光分光分析装置による一斉分析法」の例による。

(7) 陽イオン混合標準液

ナトリウム標準原液50ml、カルシウム標準原液50ml、マグネシウム標準原液50mlをメスフラスコに採り、精製水を加えて1Lとしたもの。

この溶液1mlは、ナトリウム、カルシウム、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。

(二) 器具及び装置

(1) メンブランフィルターろ過装置

約0.2 μ 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. 試料導入部

容量50ないし250 μ lのもので、試料の一定量を注入できるもの。

イ. 分離カラム

サプレッサ型は、内径2ないし4.6mm、長さ10ないし25cmで、ポリマー材に陽イオン交換体を表面修飾したもの又はこれと同等の分離性能を有するもの。

ノンサプレッサ型は、内径4ないし4.6mm、長さ5ないし25cmで、シリカ材あるいはポリマー基材に陽イオン交換体を表面修飾したもの又はこれと同等の分離性能を有するもの。

ウ. 溶離液流量

毎分0.5ないし2mlの流量で流せるもの。

エ. 除去液流量

毎分0.5ないし5mlの流量で流せるもので、サブレッサ型に使用する。

オ. 検出器

電気伝導度検出器。

(三) 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、24時間以内に試験する。

(四) 試験操作

(1) 前処理

検水(又はナトリウムとして0.1ないし50mg/L、カルシウムとして0.1ないし50mg/L、マグネシウムとして0.1ないし50mg/Lを含むように調製したもの)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

(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、(五)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。

(五) 検量線の作成

陽イオン混合標準液を段階的にメスフラスコに採り、それぞれに精製水を加えて100mlとする。以下(四)の(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。

一斉5 イオンクロマトグラフ（陰イオン類）による一斉分析法

ここで対象とする項目は、硝酸性窒素及び亜硝酸性窒素、ふっ素、塩化物イオンである。

(一) 試薬

(1) 精製水

精製水を約0.2 μ mのメンブランフィルターでろ過したもの。

(2) 溶離液

対象物質が分離できるもの。

(3) 除去液

サプレッサを動作させることができるもの。

(4) 硝酸性窒素標準原液

105ないし110 で4時間乾燥させ、デシケーター中で放冷した硝酸ナトリウム6.068gを精製水に溶かして1Lとしたもの。

この溶液1mlは、硝酸性窒素1mgを含む。

この溶液は、クロロホルム1mlを加え、褐色瓶に入れて冷暗所に保存する。

(5) 亜硝酸性窒素標準原液

デシケーター中で18ないし25時間乾燥させた亜硝酸ナトリウム4.926gを精製水に溶かして1Lとしたもの。

この溶液1mlは、亜硝酸性窒素1mgを含む。

この溶液は、クロロホルム1mlを加え、褐色瓶に入れて冷暗所に保存する。

(6) ふっ素標準原液

白金るつぼ中で500ないし550 で40ないし50分間強熱し、デシケーター中で放冷したフッ化ナトリウム2.210gを精製水に溶かして1Lとしたもの。

この溶液1mlは、ふっ素1mg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。

(7) 塩化物イオン標準原液

白金るつぼ中で500ないし550 で40ないし50分間強熱し、デシケーター中で放冷した塩化ナトリウム1.649gを精製水に溶かして1Lとしたもの。

この溶液1mlは、塩化物イオン1mgを含む。

この溶液は、褐色瓶に入れて冷暗所に保存する。

(8) 陰イオン混合標準液

硝酸性窒素標準原液2ml、亜硝酸性窒素標準原液1ml、ふっ素標準原液5ml、塩化物イオン標準原液20mlをメスフラスコに採り、精製水を加えて1Lとしたもの。

この溶液1mlは、硝酸性窒素0.002mg、亜硝酸性窒素0.001mg、ふっ素0.005mg、塩化物イオン0.02mgを含む。

この溶液は、使用の都度調製する。

(二) 器具及び装置

(1) メンブランフィルターろ過装置

0.20 μm 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. 試料導入部

容量50ないし250 μl のもので、試料の一定量を注入できるもの。

イ. 分離カラム

サプレッサ型は、内径4ないし4.6mm、長さ10ないし25cmで、陰イオン交換体を被覆したスチレンジビニル重合体を充填したもの又はこれと同等の分離性能を有するもの。

ノンサプレッサ型は、内径4ないし4.6mm、長さ5ないし25cmで、陰イオン交換体を被覆した表面多孔性のポリアクリレートあるいはシリカを充填したもの又はこれと同等の分離性能を有するもの。

ウ. 溶離液流量

毎分0.5ないし2mlの流量で流せるもの。

エ. 除去液流量

毎分0.5ないし2mlの流量で流せるもので、サプレッサ型に使用する。

オ. 検出器

電気伝導度検出器又は紫外外部吸収検出器

(三) 試料の採取及び保存

「一斉4 イオンクロマトグラフ(陽イオン類)による一斉分析法」の例による。

ただし、ふっ素の検査に用いる試料は、ポリエチレン瓶に採取する。

(四) 試験操作

(1) 前処理

検水(又は硝酸性窒素として0.02ないし2mg/L、亜硝酸性窒素として0.01ないし1mg/L、ふっ素として0.05ないし5mg/L、塩化物イオンとして0.2ないし20mg/Lを含むように調製したものを)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

(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、(五)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。

(五) 検量線の作成

陰イオン混合標準液を段階的にメスフラスコに採り、それぞれに精製水を加えて100mlとする。以下(四)の(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。

一斉6 パージ・トラップ - 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、四塩化炭素、1,1-ジクロロエチレン、シス - 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、プロモジクロロメタン、プロモホルムである。

(一) 試薬

(1) 再精製水

測定対象成分を含まないもの。

(2) 塩酸(1+10)

(3) メチルアルコール

測定対象成分を含まないもの。

(4) 内部標準原液

フルオロベンゼン及び4-プロモフルオロベンゼンのそれぞれ0.500g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。

この溶液1mlは、フルオロベンゼン及び4-プロモフルオロベンゼンをそれぞれ5mg含む。

この溶液は、調製後直ちに液体窒素等で冷却しながら1ないし2mlのアンプルに小分けし、封入して冷凍保存する。

(5) 内部標準液

内部標準原液をメチルアルコールで40倍(内部標準液A)及び400倍(内部標準液B)に薄めたもの。2種類の内部標準物質を使用する場合には、2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-プロモフルオロベンゼンをA液では0.125mg、B液では0.0125mg含む。

この溶液は、使用の都度調製する。

(6) 揮発性有機化合物標準原液

四塩化炭素、1,1-ジクロロエチレン、シス - 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、プロモジクロロメタン、プロモホルムのそれぞれ0.500g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、1,1-ジクロロエチレン、シス - 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、プロモジクロロメタン、プロモホルムをそれ

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ないし2mlのアンブルに小分けし、封入して冷凍保存する。

(7) 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1mlずつをメチルアルコール10ml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100mlとしたもの。

この溶液1mlは、それぞれの揮発性有機化合物を0.5mg含む。

この溶液は、使用の都度調製する。

(二) 器具及び装置

(1) ねじ口瓶

容量40ないし100ml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) アンブル

容量1ないし2mlのもの。

(3) マイクロシリンジ

容量1ないし10 μ lのもの。

(4) パージ・トラップ装置

ア. パージ容器

ガラス製で、5ないし25mlの再精製水及び検水を処理できるもの。

イ. 恒温槽

40 に保持できるもの。

ウ. トラップ管

内径2mm以上、長さ5ないし30cmの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、活性炭を3層に充填したもの又はこれと同等の吸着性能を有するもの。

エ. 脱着装置

トラップ管を180ないし200 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ないし0.53mmの溶融シリカ管で、-50ないし-120 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。

(5) ガスクロマトグラフ - 質量分析計

ア. 分離管

内径0.20ないし0.53mm、長さ約60mの溶融シリカ製のキャピラリーカラムで、内面に75%ジメチルポリシロキサンを1 μ mの厚さに被覆したもの又はこれと同等の分離性能を有するもの。

イ. 分離管の温度

対象物質の最適分離条件に設定できるもの。その一例としては、40 (1分間保

持) 230 (3 /分)。

ウ. 検出器

選択イオン測定(S I M)又はこれと同等の性能を有するもの。

エ. イオン化電圧

電子衝撃イオン化電圧(E I)を70Vにしたもの。

オ. キャリアーガス

純度99.999v/v%以上のヘリウムガス。

(三) 試料の採取及び保存

試料は、再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。

なお、残留塩素が含まれている場合には、アスコルビン酸ナトリウム0.01ないし0.02gを加える。

(四) 試験操作

検水(又はそれぞれの揮発性有機化合物として0.0001ないし0.01mg/Lを含むように調製したもの)をパージ容器に採り、内部標準液Bを検水5mlに対して2 μ lの割合でマイクロシリンジを用いて注入し、恒温槽に入れて加温する。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9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、(五)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。

(五) 検量線の作成

揮発性有機化合物混合標準液を段階的にメスフラスコに採り、それぞれに内部標準液A 1mlを加え、更にメチルアルコールを加えて10mlとする。再精製水をガスタイトシリンジに採り、これに段階的に調製した溶液2 μ lをマイクロシリンジを用いて注入し、以下(四)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。

表9 フラグメントイオン

揮発性有機化合物	フラグメントイオン(m/z)
四塩化炭素	117、119、121
1,1-ジクロロエチレン	61、96、98
シス-1,2-ジクロロエチレン	61、96、98
ジクロロメタン	49、84、86
テトラクロロエチレン	166、164、129
トリクロロエチレン	130、132、95
ベンゼン	78、77、52
クロロホルム	83、85、47
ジブロモクロロメタン	129、127、131
ブロモジクロロメタン	83、85、47
ブロモホルム	173、171、175
フルオロベンゼン	96、77
4-ブロモフルオロベンゼン	95、174、176

内部標準物質

一斉7 ヘッドスペース - 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、四塩化炭素、1,1-ジクロロエチレン、シス - 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、ブロモホルムである。

(一) 試薬

(1) 再精製水

「一斉6 パージ・トラップ - ガスクロマトグラフ - 質量分析計による一斉分析法」の例による。

(2) 塩酸(1+10)

(3) 塩化ナトリウム

測定対象成分を含まないもの。使用する前に、塩化ナトリウムを500 で2時間焼成し、冷却後、汚染のない場所に密栓して保存する。

(4) メチルアルコール

「一斉6 パージ・トラップ - ガスクロマトグラフ - 質量分析計による一斉分析法」の例による。

(5) 内部標準原液

「一斉6 パージ・トラップ - ガスクロマトグラフ - 質量分析計による一斉分析法」の例による。

(6) 内部標準液

「一斉6 パージ・トラップ - ガスクロマトグラフ - 質量分析計による一斉分析法」の例による。

この溶液1mlは、フルオロベンゼン又は4-ブロモフルオロベンゼンをA液では0.125mg、B液では0.0125mg含む。

(7) 揮発性有機化合物標準原液

「一斉6 パージ・トラップ - ガスクロマトグラフ - 質量分析計による一斉分析法」の例による。

(8) 揮発性有機化合物混合標準液

「一斉6 パージ・トラップ - ガスクロマトグラフ - 質量分析計による一斉分析法」の例による。

この溶液1mlは、それぞれの揮発性有機化合物を0.5mg含む。

(二) 器具及び装置

(1) ねじ口瓶

「一斉6 パージ・トラップ - ガスクロマトグラフ - 質量分析計による一斉分析法」の例による。

(2) アンプル

「一斉6 パージ・トラップ - ガスクロマトグラフ - 質量分析計による一斉分析法」の例による。

(3) バイアル

容量10ないし100mlのもの。

(4) セブタム

(5) ポリテトラフルオロエチレンシート

厚さ0.05mm以上のももの。

(6) アルミキャップ

(7) アルミキャップ締め器

(8) 恒温槽

60ないし70 に保持できるもの。

(9) マイクロシリンジ

「一斉6 パージ・トラップ - ガスクロマトグラフ - 質量分析計による一斉分析法」の例による。

(10) ガスクロマトグラフ - 質量分析計

ア. 試料導入部

最適温度が設定できるもの。

イ. 分離管

「一斉6 パージ・トラップ - ガスクロマトグラフ - 質量分析計による一斉分析法」の例による。

ウ. 分離管の温度

「一斉6 パージ・トラップ - ガスクロマトグラフ - 質量分析計による一斉分析法」の例による。

エ. 検出器

「一斉6 パージ・トラップ - ガスクロマトグラフ - 質量分析計による一斉分析法」の例による。

オ. イオン化電圧

「一斉6 パージ・トラップ - ガスクロマトグラフ - 質量分析計による一斉分析法」の例による。

カ. キャリアーガス

「一斉6 パージ・トラップ - ガスクロマトグラフ - 質量分析計による一斉分析法」の例による。

(三) 試料の採取及び保存

「一斉6 パージ・トラップ - ガスクロマトグラフ - 質量分析計による一斉分析法」の例による。

(四) 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3gを入れた後、検水(又はそれぞ

れの揮発性有機化合物として0.0001ないし0.01mg/Lを含むように調製したもの)をバイアルに検水の採取量とバイアル容量の比が0.70ないし0.85になるように採り、内部標準液Bを検水10mlに対して2 μ lの割合でマイクロシリンジを用いて注入する。直ちにポリテトラフルオロエチレンシート、セプタム、アルミキャップをのせ、アルミキャップ締め器で固定する。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

(1)で得られた試験溶液の気相の一定量を、セプタムを通してガスクロマトグラフ-質量分析計に注入し、「一斉6 パージ・トラップ-ガスクロマトグラフ-質量分析計による一斉分析法」の表9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、(五)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。

(五) 検量線の作成

揮発性有機化合物混合標準液を段階的にメスフラスコに採り、それぞれに内部標準液A 1mlを加え、更にメチルアルコールを加えて10mlとする。再精製水を(四)の(1)と同様に採り、これに再精製水10mlに対して段階的に調製した溶液2 μ lをマイクロシリンジを用いて注入する。以下(四)の(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。

一斉 8 溶媒抽出 - 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。

(一) 試薬

(1) 硫酸(1+1)

(2) 塩化ナトリウム

塩化ナトリウムを300 で2時間強熱したもの。

(3) 水酸化ナトリウム溶液(20w/v%)

(4) *tert*-ブチル-メチルエーテル

測定対象成分を含まないもの。

(5) 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0.2gに精製水0.5mlと水酸化ナトリウム溶液(20w/v%)0.6mlとを加え、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。

(6) 内部標準原液

1,2,3-トリクロロプロパン0.100g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1ml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10mlずつをねじ口バイアルに入れて冷凍保存する。

(7) 内部標準液

内部標準原液を *tert*-ブチル-メチルエーテルで1000倍に薄めたもの。

この溶液1mlは、1,2,3-トリクロロプロパン0.01mgを含む。

この溶液は、使用の都度調製する。

(8) 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、トリクロロ酢酸の各0.100gを別々のメスフラスコに採り、*tert*-ブチル-メチルエーテルを加えて100mlとしたもの。

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

これらの溶液は、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。

(9) 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の標準原液を1mlずつメスフラスコに採り、*tert*-ブチル-メチルエーテルを加えて全量を100mlとしたもの。

この溶液1mlは、クロロ酢酸、ジクロロ酢酸、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。

(二) 器具及び装置

(1) ねじ口瓶

「一斉6 パージ・トラップ - ガスクロマトグラフ - 質量分析計による一斉分析法」の例による。

(2) ねじ口バイアル

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) 分液ロート

容量100mlのもの。

(4) ジアゾメタン生成装置

(5) 共栓付き試験管

容量10mlのもの。

(6) マイクロシリンジ

「一斉6 パージ・トラップ - ガスクロマトグラフ - 質量分析計による一斉分析法」の例による。

(7) 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. 分離管

内径0.25ないし0.53mm、長さ25ないし30mの溶融シリカ製のキャピラリーカラムで、内面にジメチルポリシロキサンの液相を0.10ないし0.30 μm の厚さで被覆したもの又はこれと同等の分離性能を有するもの。

ウ. 分離管の温度

対象物質の最適分離条件に設定できるもの。その一例としては、50 (12分間保持) 150 (10 /分、2分間保持)。

エ. 検出器

「一斉6 パージ・トラップ - ガスクロマトグラフ - 質量分析計による一斉分析法」の例による。

オ. イオン化電圧

「一斉6 パージ・トラップ - ガスクロマトグラフ - 質量分析計による一斉分析法」の例による。

カ. キャリアーガス

「一斉6 パージ・トラップ - ガスクロマトグラフ - 質量分析計による一斉分析法」の例による。

(三) 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、冷蔵保存する。

なお、残留塩素が含まれている場合には、アスコルビン酸ナトリウム0.01ないし0.02gを

加える。

(四) 試験操作

(1) 前処理

検水50ml(又は対象物質を0.001ないし0.1mg/Lを含むよう検水を調整したもの)を分液ロートに採り、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2mlを共栓付き試験管に採り、これにジアゾメタン溶液0.2mlを加えて30ないし60分間静置し、更に内部標準液20 μ lを加え、これを試験溶液とする。

(2) 分析

(1)で得られた試験溶液の一定量をマイクロシリンジを用いてガスクロマトグラフ-質量分析計に注入し、表10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、(五)により作成した検量線から検水中のそれぞれの対象物質の濃度を算定する。

(五) 検量線の作成

八口酢酸混合標準液を段階的にメスフラスコに採り、それぞれに再精製水を加えて50mlとする。以下(四)の(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。

表10 フラグメントイオン

揮発性有機化合物	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

内部標準物質