

# 1 一般細菌

## 標準寒天培地法

### (一) 培地

#### 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)5g、粉末酵母エキス2.5g、ブドウ糖1g及び粉末寒天15gを精製水約900mlに加熱溶解させ、滅菌後のpH値が6.9ないし7.1となるように調整した後、精製水を加えて1Lとし、高圧蒸気滅菌したもの。

### (二) 器具及び装置

#### (1) 採水瓶

容量120ml以上の共栓付きガラス瓶を乾熱滅菌したもの。

なお、残留塩素を含む試料を採取する場合には、あらかじめ試料100mlにつきチオ硫酸ナトリウムの粉末0.02ないし0.05gを入れ、高圧蒸気滅菌したものを使用する。

#### (2) メスピペット

容量1ないし2mlのもので、乾熱滅菌したもの、又はプラスチック製でエチレンオキサイドガスあるいはガンマー線で滅菌したもの。

#### (3) ペトリ皿

直径約9cm、高さ約1.5cmのガラス製で乾熱滅菌したもの、又はプラスチック製でエチレンオキサイドガスあるいはガンマー線で滅菌したもの。

#### (4) 恒温器

温度を35ないし37 に保持できるもの。

### (三) 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。

### (四) 試験操作

検水をメスピペットにより2枚以上のペトリ皿に1mlずつ採り、これにあらかじめ加熱溶解させて45ないし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ないし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。

## 2 大腸菌

### 特定酵素基質培地法

#### (一) 培地

##### (1) M M O - M U G 培地

硫酸アンモニウム5g、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10g、塩化カルシウム50mg、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)6.9g、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)5.3g、亜硫酸ナトリウム40mg、アムホテリシンB 1mg、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。

##### (2) I P T G 添加 O N P G - M U G 培地

硫酸アンモニウム2.5g、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2.9g、トリプトース5g、トリプトファン1g、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1gを精製水約80mlに溶かし、pH値が6.1ないし6.3となるように調整する。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。

##### (3) X G a l - M U G 培地

塩化ナトリウム5g、リン酸一水素カリウム2.7g、リン酸二水素カリウム2g、ラウリル硫酸ナトリウム100mg、ソルビトール1g、トリプトース5g、トリプトファン1g、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。

##### (4) ピルビン酸添加 X G a l - M U G 培地

塩化ナトリウム5g、硝酸カリウム1g、リン酸一水素カリウム4g、リン酸二水素カリウム1g、ラウリル硫酸ナトリウム100mg、ピルビン酸ナトリウム1g、ペプトン5g、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。

#### (二) 器具及び装置

(1) 採水瓶

「1 一般細菌(標準寒天培地法)」の例による。

(2) 試験容器

容量100mlの密封できるもので、滅菌したもの。

(3) M M O - M U G 培地用比色液

o-ニトロフェノール4mg、ヘベス(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)6.9g、ヘベスナトリウム塩(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)5.3gを混合し、精製水を加えて1L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) I P T G 添加 O N P G - M U G 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、トリプトース5g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1L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) X G a l - M U G 培地用比色液

アミドブラック10B 0.25mg、4-メチルウンベリフェロン1mg、タートラジン1.25mg、ニューコキシシン0.25mg、エチルアルコール150mlを混合し、精製水を加えて1L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 X G a l - M U G 培地用比色液

インジゴカーミン2mg、o-ニトロフェノール4.8mg、4-メチルウンベリフェロン1mg、リン酸一水素カリウム4g、リン酸二水素カリウム1gを混合し、精製水を加えて1L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

「1 一般細菌(標準寒天培地法)」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。

(三) 試料の採取及び保存

「1 一般細菌(標準寒天培地法)」の例による。

(四) 試験操作

検水100mlを(一)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あるいは混合させた後、恒温器内に静置して24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。

## 5 水 銀

### 還元気化 - 原子吸光光度法

#### (一) 試 薬

(1) 過マンガン酸カリウム溶液

過マンガン酸カリウム50gを精製水に溶かして1Lとし、ろ過したもの。

(2) 塩酸ヒドロキシルアミン溶液(10w/v%)

(3) 塩化第一スズ溶液

塩化第一スズ(2水塩)10gを精製水60mlに加え、更に硫酸3mlを加えて加熱溶解させ、冷後、窒素ガスを通気し、精製水を加えて100mlとしたもの。

この溶液は、使用の都度調製する。

(4) 硝酸(2+15)

(5) 水銀標準原液

塩化第二水銀0.135gを硝酸(2+15)100mlに溶かし、精製水を加えて1Lとしたもの。

この溶液1mlは、水銀0.1mgを含む。

この溶液は、褐色瓶に入れて冷暗所に保存する。

(6) 水銀標準液

水銀標準原液を精製水で100倍に薄めた溶液10mlに、硝酸1mlと精製水を加えて1Lとしたもの。

この溶液1mlは、水銀0.00001mg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) 還元フラスコ

還流冷却器付きの容量350mlの三角フラスコで、容量250mlの位置に刻線を付けたもの。

(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ないし300mmのガラス製又は塩化ビニル製の円筒で、両端に石英ガラス窓を装着したもの。

#### (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ガラス瓶又はポリエチレン瓶に採取し、試料1Lにつき硝酸2ml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。

#### (四) 試験操作

(1) 前処理

検水200ml(又は水銀として0.00005ないし0.0005mg/Lを含むように検水に精製水を加えて200mlとしたもの)を還元フラスコに採り、硫酸10mlと硝酸5mlを加えて混合

する。次に、過マンガン酸カリウム溶液20mlを加えて振り混ぜ、還流冷却器を装着した後、約95℃の水浴中に還元フラスコを浸して2時間加熱する。冷後、塩酸ヒドロキシルアミン溶液(10w/v%)8mlを加えて振り混ぜ、更に精製水を加えて250mlとし、これを試験溶液とする。

## (2) 分 析

(1)で得られた試験溶液に塩化第一スズ溶液10mlを加え、直ちに通気装置に連結して波長253.7nmで吸光度を測定し、(五)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。

## (五) 検量線の作成

水銀標準液を段階的に還元フラスコに採り、それぞれに精製水を加えて200mlとする。以下(四)の(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 セレン

### 第1 水素化物発生 - 原子吸光光度法

#### (一) 試薬

(1) 塩酸(1+1)

(2) 塩酸(2+3)

(3) 水素化ホウ素ナトリウム溶液

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

(4) 硝酸(1+160)

(5) セレン標準原液

「一斉1 原子吸光光度法」の例による。

(6) セレン標準液

「一斉1 原子吸光光度法」の例による。

この溶液1mlは、セレン0.001mgを含む。

#### (二) 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

純度99.99v/v%以上のもの。

(4) 加熱吸収セル

#### (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(セレンとして0.0001ないし0.01mg/Lを含む)又は適量をビーカーに採り、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)、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196.0 nm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セレンの濃度を求め、検水中のセレンの濃度を算定する。

#### (五) 検量線の作成

セレン標準液を段階的にメスフラスコに採り、塩酸(1+1)4mlと精製水とを加えて20mlと

する。以下(四)の(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。

## 第2 フレームレス - 原子吸光光度法

「一斉1 原子吸光光度法」の例による。

## 第3 水素化物発生 - 誘導結合プラズマ発光分光分析法

### (一) 試薬

(1) 塩酸(1+1)

(2) 塩酸(2+3)

(3) 水素化ホウ素ナトリウム溶液

「第1 水素化物発生 - 原子吸光光度法」の例による。

(4) 硝酸(1+160)

(5) セレン標準原液

「一斉1 原子吸光光度法」の例による。

(6) セレン標準液

「一斉1 原子吸光光度法」の例による。

この溶液1mlは、セレン0.001mgを含む。

### (二) 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

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

「第1 水素化物発生 - 原子吸光光度法」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)、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196.090nmで発光強度を測定し、(五)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。

### (五) 検量線の作成

セレン標準液を段階的にメスフラスコに採り、塩酸(1+1)4mlと精製水とを加えて20mlとする。以下(四)の(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。

#### 第4 誘導結合プラズマ - 質量分析法

「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」の例による。  
ただし、共存物質の影響があるので、確認が必要である。



## 8 ひ素

### 第1 水素化物発生 - 原子吸光光度法

#### (一) 試薬

- (1) 塩酸(1+1)
- (2) ヨウ化カリウム溶液(20w/v%)
- (3) 塩酸(2+3)
- (4) 水素化ホウ素ナトリウム溶液  
「6 セレン(第1 水素化物発生 - 原子吸光光度法)」の例による。
- (5) 水酸化ナトリウム溶液(0.4w/v%)
- (6) 塩酸(1+50)
- (7) ひ素標準原液  
「一斉1 原子吸光光度法」の例による。
- (8) ひ素標準液  
「一斉1 原子吸光光度法」の例による。  
この溶液1mlは、ひ素0.001mgを含む。

#### (二) 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ひ素中空陰極ランプ
- (3) アルゴンガス  
純度99.99v/v%以上のもの。
- (4) 加熱吸収セル

#### (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(ひ素として0.0001ないし0.01mg/Lを含む)又は適量をビーカーに採り、塩酸(1+1)4ml及びヨウ化カリウム溶液(20w/v%)2ml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

「6 セレン(第1 水素化物発生 - 原子吸光光度法)」の例による。

この場合において、「セレン」とあるのは「ひ素」、「波長196.0nm」とあるのは「波長193.7nm」と読み替えるものとする。

#### (五) 検量線の作成

ひ素標準液を段階的にメスフラスコに採り、塩酸(1+1)4mlとヨウ化カリウム溶液2mlと

を加え、更に精製水を加えて20mlとする。以下(四)の(2)と同様に操作して、ひ素の濃度と吸光度との関係を求める。

## 第2 フレームレス - 原子吸光光度法

「一斉1 原子吸光光度法」の例による。

## 第3 水素化物発生 - 誘導結合プラズマ発光分光分析法

### (一) 試薬

- (1) 塩酸(1+1)
- (2) ヨウ化カリウム溶液(20w/v%)
- (3) 塩酸(2+3)
- (4) 水素化ホウ素ナトリウム溶液

「6 セレン(第1 水素化物発生 - 原子吸光光度法)」の例による。

- (5) 水酸化ナトリウム溶液(0.4w/v%)
- (6) 塩酸(1+50)
- (7) ひ素標準原液

「一斉1 原子吸光光度法」の例による。

- (8) ひ素標準液

「一斉1 原子吸光光度法」の例による。

この溶液1mlは、ひ素0.001mgを含む。

### (二) 器具及び装置

「6 セレン(第3 水素化物発生 - 誘導結合プラズマ発光分光分析法)」の例による。

### (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

「第1 水素化物発生 - 原子吸光光度法」の例による。

- (2) 分析

「6 セレン(第3 水素化物発生 - 誘導結合プラズマ発光分光分析法)」の例による。

この場合において、「セレン」とあるのは「ひ素」、「波長196.090nm」とあるのは「波長189.042nm」と読み替えるものとする。

### (五) 検量線の作成

ひ素標準液を段階的にメスフラスコに採り、塩酸(1+1)4mlとヨウ化カリウム溶液2mlとを加え、更に精製水を加えて20mlとする。以下(四)の(2)と同様に操作して、ひ素の濃度と発光強度との関係を求める。

#### 第4 誘導結合プラズマ - 質量分析法

「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」の例による。  
ただし、共存物質の影響があるので、確認が必要である。

## 9 シアン

ここでいうシアンとは、シアンイオンと塩化シアンの合計のことである。

### イオンクロマトグラフ - ポストカラム吸光光度法

#### (一) 試薬

##### (1) 精製水

精製水を約0.2 μmのメンブランフィルターでろ過したもので、クロマトグラムにおいて測定対象イオンの保持時間にピークを有しないこと。

##### (2) 酒石酸緩衝液(1mol/L)

DL-酒石酸15.0gを精製水に溶かして100mlとしたもの。

##### (3) 酒石酸ナトリウム緩衝液(1mol/L)

酒石酸ナトリウム(2水塩)23.0gを精製水に溶かして100mlとしたもの。

##### (4) 酒石酸 - 酒石酸ナトリウム混合緩衝液

酒石酸緩衝液(1mol/L)、酒石酸ナトリウム緩衝液(1mol/L)のそれぞれ10mlずつを採り、精製水を加えて1Lとしたもの。

##### (5) 溶離液

対象物質が分離できるもの。

##### (6) 緩衝液(pH7.5)

リン酸二水素カリウム3.40g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14.20gを精製水に溶かして1Lとし、両液を合わせたもの。

##### (7) 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)〕0.5gを緩衝液(pH7.5)に溶かして500mlとしたもの。

この溶液は、使用の都度調製する。

##### (8) 発色液

1-フェニル-3-メチル-5-ピラゾロン2.5gをN,N-ジメチルホルムアミド150mlに溶かし、別に4-ピリジンカルボン酸ナトリウム7.0gを精製水約300mlに溶かし、両液を合わせ、精製水を加えて500mlとしたもの。

この溶液は、10 以下の暗所で保存し、20日以上を経過したものは使用してはならない。

##### (9) 次亜塩素酸ナトリウム溶液(有効塩素0.02%)

次亜塩素酸ナトリウム溶液(有効塩素5~6%)20/C ml(Cは有効塩素濃度)を精製水に溶かして1Lとしたもの。

この溶液は、使用の都度調製する。

##### (10) 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〕0.02gをアセトンに溶かして100mlとしたもの。

(11) 塩化ナトリウム溶液(0.1mol/L)

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5.844gを精製水に溶かして1Lとしたもの。

(12) 硝酸銀溶液(5w/v%)

(13) クロム酸カリウム溶液

クロム酸カリウム50g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(5w/v%)を加え、ろ過した溶液に精製水を加えて1Lとしたもの。

(14) 硝酸銀溶液(0.1mol/L)

硝酸銀17gを精製水に溶かして1Lとしたもの。

この溶液は、褐色瓶に入れて暗所に保存する。

なお、以下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、同様に操作して空試験を行い、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。

$$\text{ファクター}(f) = 25 / a$$

(15) シアン標準原液

シアン化カリウム2.51gを精製水に溶かして1L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の濃度を測定する。

この溶液100mlをビーカーに採り、水酸化ナトリウム溶液(4w/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の濃度(mg/ml)を算定する。

$$\text{シアン}(mg/ml) = 5.204 \times b \times f / 100$$

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。

(16) シアン標準液

シアンとして10mgに相当するシアン標準原液に精製水を加えて1Lとした溶液20mlに酒石酸緩衝液(1mol/L)10mlと酒石酸ナトリウム緩衝液(1mol/L)10mlとを加え、更に精製水を加えて1Lとしたもの。

この溶液1mlは、シアン0.0002mgを含む。

この溶液は、使用の都度調製する。

(17) 塩化シアン標準液

あらかじめ酒石酸緩衝液(1mol/L)1mlと酒石酸ナトリウム緩衝液(1mol/L)1mlとを入れたメスフラスコに精製水約40mlを加え、次いで次亜塩素酸ナトリウム溶液(有効塩素0.02%)0.5mlを加え、更にシアン標準液50mlを加えた後、精製水を加えて100mlとしたもの。

この溶液1mlは、シアン0.0001mg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

約0.2 $\mu$ 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 $\mu$ 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

内径4ないし8mm、長さ5ないし25cmのもので、多孔性のポリスチレン系基材に-SO<sub>3</sub>Hをイオン交換基として2ないし4meq/g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. 溶離液流量

毎分0.5ないし1.2mlの流量で流せるもの。

#### エ. 反応部

分離管で分離された液と塩素化液、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。その一例としては、塩素化液を毎分0.5mlの流量で注入して40℃で反応させた後、発色液を毎分0.5mlの流量で注入して100℃で反応させることができるもの。また、反応部は、塩素化液や発色液に侵されない材質のもの。

#### オ. 可視吸収検出器

波長638nm付近に設定したもの。

## (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、試料98mlにつき酒石酸緩衝液(1mol/L)1mlと酒石酸ナトリウム緩衝液(1mol/L)1mlとを加えた後、速やかに試験する。

## (四) 試験操作

### (1) 前処理

検水(シアンイオンとして0.001ないし0.1mg/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、シアン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、(五)により作成した検量線から試験溶液中のシアンイオンと塩化シアンの濃度を求め、この濃度に(三)で加えたフタル酸塩緩衝液の量による補正を加え、検水中シアンイオンと塩化シアンの濃度を算定する。

塩化シアンの濃度をシアンに換算し、シアンイオンの濃度と合計してシアンとして

の濃度を算定する。

#### (五) 検量線の作成

シアン標準液を段階的にメスフラスコに採り、それぞれに酒石酸 - 酒石酸ナトリウム混合緩衝液を加えて100mlとする。以下速やかに(四)の(2)と同様に操作して、シアン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、塩化シアン標準液を段階的にメスフラスコに採り、それぞれに酒石酸 - 酒石酸ナトリウム混合緩衝液を加えて100mlとする。以下速やかに(四)の(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。

なお、シアンの検査方法として、今後3年の間、「流路型吸光光度法」を使用してもよい。

### 流路型吸光光度法

#### (一) 試薬

(1) アスコルビン酸ナトリウム

(2) 酢酸(1+9)

(3) 水酸化ナトリウム溶液(4w/v%)

(4) 緩衝液

リン酸二水素カリウム3.0g、リン酸水素二ナトリウム(12水塩)15.0g及びクエン酸三ナトリウム(2水塩)3.0gを精製水に溶かして1Lとしたもの。

(5) クロラミンT溶液

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)〕0.1gを精製水に溶かして100mlとしたもの。

(6) 水酸化ナトリウム溶液(5mol/L)

(7) 4-ピリジンカルボン酸溶液

1-フェニル-3-メチル-5-ピラゾロン1.5gをジメチルホルムアミド20mlに溶かし、別に精製水約100mlに水酸化ナトリウム溶液(5mol/L)0.5ml及び4-ピリジンカルボン酸ナトリウム4.0gを溶かし、両液を合わせ、精製水を加えて200mlとしたもの。

(8) *p*-ジメチルアミノベンジリデンローダニン溶液

「イオンクロマトグラフ - ポストカラム吸光光度法」の例による。

(9) 塩化ナトリウム溶液(0.1mol/L)

「イオンクロマトグラフ - ポストカラム吸光光度法」の例による。

(10) 硝酸銀溶液(5w/v%)

(11) クロム酸カリウム溶液

「イオンクロマトグラフ - ポストカラム吸光光度法」の例による。

(12) 硝酸銀溶液(0.1mol/L)

「イオンクロマトグラフ - ポストカラム吸光光度法」の例による。

(13) シアン標準原液

「イオンクロマトグラフ - ポストカラム吸光光度法」の例による。

(14) シアン標準液

「イオンクロマトグラフ - ポストカラム吸光光度法」の例による。

この溶液1mlは、シアン0.0002mgを含む。

この溶液は、使用の都度調製する。

(15) その他

装置に必要な試薬を調製する。

**(二) 器具及び装置**

(1) 流路型分光光度測定装置

緩衝液、検水、クロラミンT溶液、4-ピリジンカルボン酸溶液を順次混合し、60で反応させた溶液を波長630nm付近の吸光度で測定できるもの。

(2) その他

装置に必要な器具等

**(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。

なお、試料中に残留塩素を含む場合は、残留塩素1mgに対してアスコルビン酸ナトリウム5ないし10mgを加え、また試料のpH値が6ないし8の範囲にない場合には、酢酸(1+9)又は水酸化ナトリウム溶液(4w/v%)で調整し、速やかに試験する。

**(四) 試験操作**

検水(シアンイオンとして0.001ないし0.01mg/Lを含むように調製したもの)を装置に導入して吸光度を測定し、(五)により作成した検量線から検水中のシアンの濃度を算定する。

**(五) 検量線の作成**

シアン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)と同様に操作して、シアンの濃度と吸光度との関係を求める。



## 1 2 ほう素

### 第 1 誘導結合プラズマ発光分光分析法

「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。

### 第 2 誘導結合プラズマ - 質量分析法

「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」の例による。

ただし、共存物質の影響があるので、確認が必要である。

## 1 4 1,4-ジオキサン

### 固相抽出 - ガスクロマトグラフ - 質量分析法

#### (一) 試 薬

(1) 再精製水

1,4-ジオキサンを含まないもの。

(2) メチルアルコール

1,4-ジオキサンを含まないもの。

(3) アセトン

1,4-ジオキサンを含まないもの。

(4) 内部標準原液

1,4-ジオキサン-d<sub>8</sub> 1.000gをメスフラスコに採り、メチルアルコールに溶かして1Lとしたもの。

この溶液1mlは、1,4-ジオキサン-d<sub>8</sub> 1mgを含む。

この溶液は、褐色のアンブルに封入して保存する。

(5) 内部標準液

内部標準原液をメチルアルコールで10倍に薄めたもの。

この溶液1mlは、1,4-ジオキサン-d<sub>8</sub> 0.1mgを含む。

この溶液は、褐色のアンブルに封入して保存する。

(6) 1,4-ジオキサン標準原液

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

この溶液1mlは、1,4-ジオキサン1mgを含む。

この溶液は、褐色のアンブルに封入して保存する。

(7) 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1ml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。

#### (二) 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ないし250 にしたものの。

イ. 分離管

内径0.20ないし0.53mm、長さ60ないし75mの溶融シリカ製又はホウ硅酸ガラス製

のもので、内面に25%フェニル-75%ジメチルポリシロキサンを0.1ないし1 $\mu$ mの厚さで被膜したものの、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

最適分離条件に設定できるもの。その一例としては、45 (1分間保持) 10 /分  
200 (5分間保持)。

エ.検出器

選択イオン測定(S I M)又はマスクロマトグラフ法が行えるもの。

オ.セパレーター温度

機器の最適条件に設定する。

カ.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。

キ.イオン源温度

機器の最適条件に設定する。

ク.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、精製水及びアセトンで洗浄した後、120 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、冷暗所に保存する。

(四) 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、再精製水10mlを順次加圧注入する。次に、内部標準液5 $\mu$ lを加えた検水200ml(又は1,4-ジオキサンとして0.0005ないし0.05mg/Lを含むように検水に再精製水を加えて200mlとしたもの)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再精製水10mlを流した後、窒素ガスを20分間以上吹き付ける。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、試験管に受ける。試験管の溶出液に窒素ガスを緩やかに吹き付けて正確に1mlまで濃縮し、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<sub>8</sub>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、(3)で求めた空試験のピーク高さ又はピーク面積の比を差し引いた後、(五)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。

(3) 空試験

再精製水200mlを採り、以下(1)及び(2)と同様に操作してピーク高さ又はピーク面

積の比を求める。

**(五) 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に採り、それぞれに内部標準液0.05mlずつを加え、更にアセトンを加えて10mlとする。以下(四)の(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。

## 2 1 臭素酸

### イオンクロマトグラフ - ポストカラム吸光光度法

#### (一) 試薬

##### (1) 精製水

精製水を約0.2  $\mu\text{m}$ 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) 硫酸(1mol/L)

##### (4) 臭化カリウム - 硫酸溶液

臭化カリウム178.5gを硫酸(1mol/L)に溶かして1Lとしたもの。

##### (5) 亜硝酸ナトリウム溶液

亜硝酸ナトリウム8.28gを精製水100mlに溶かした溶液1mlを精製水を加えて1Lとしたもの。

##### (6) 臭素酸標準原液

105ないし110 で乾燥し、デシケーター中で放冷した臭素酸カリウム2.63gを精製水に溶かして1Lとしたもの。

この溶液1mlは、臭素酸2mgを含む。

この溶液は、冷暗所に保存する。

##### (7) 臭素酸イオン標準液

臭素酸標準原液1mlに精製水を加えて1Lとした溶液1mlに精製水を加えて100mlとしたもの。

この溶液1mlは、臭素酸0.00002mgを含む。

この溶液は、冷暗所に保存する。

#### (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  $\mu\text{m}$ 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. 試料導入部

容量50ないし250  $\mu\text{l}$ のもので、試料の一定量を注入できるもの。

###### イ. 分離カラム

内径4ないし8mm、長さ5ないし25cmのもので、多孔性のポリスチレン系基材陰イオン交換体を表面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. 溶離液流量

毎分1mlの流量で流せるもの。

###### エ. 反応部

分離管で分離された液と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。その一例としては、臭化カリウム - 硫酸溶液を毎分0.4mlの流量で注入して40 で反応させた後、亜硝酸ナトリウム溶液を毎分0.2mlの流量で注入して40 で反応させることができるもの。

オ. 検出器

紫外外部吸収検出器で、波長268nmに設定したもの。

**(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。

**(四) 試験操作**

(1) 前処理

検水(臭素酸として0.001ないし0.02mg/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を捨て、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、臭素酸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臭素酸の濃度を求め、検水中の臭素酸の濃度を算定する。

**(五) 検量線の作成**

臭素酸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、臭素酸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。

## 2 6 総トリハロメタン

総トリハロメタンは、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及びプロモホルムのそれぞれの濃度の総和であり、それぞれの項目に掲げる方法により検査を行うこととする。

## 30 ホルムアルデヒド

### 溶媒抽出 - 誘導体化 - ガスクロマトグラフ - 質量分析法

#### (一) 試薬

(1) 再精製水

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) ヨウ素酸カリウム溶液(0.017mol/L)

120ないし140 で1.5ないし2時間乾燥させ、デシケーター中で放冷したヨウ素酸カリウム3.567gを精製水に溶かして1Lとしたもの。

(4) 硫酸(1+5)

(5) でんぷん溶液

可溶性でんぷん1g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。

(6) 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)26gと炭酸ナトリウム(無水)0.2gとを精製水に溶かして1Lとし、イソamil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、以下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2gと硫酸(1+5)5mlと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でんぷん溶液1ないし2ml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、同様に操作して空試験を行い、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。

$$\text{ファクター}(f) = 25 / a$$

(7) 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を再精製水に溶かして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。

(8) 硫酸(1+1)

(9) 塩化ナトリウム

「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」の例による。

(10) ヨウ素溶液



ヨウ素約13gをビーカーに採り、ヨウ化カリウム20gと精製水20mlと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、褐色瓶に入れて暗所に保存する。

(11) 水酸化カリウム溶液(6w/v%)

(12) 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ずつをねじ口バイアルに入れて冷凍保存する。

(13) 内部標準液

内部標準原液をヘキサンで10000倍に薄めたもの。

この溶液1mlは、1-クロロデカン0.0001mgを含む。

この溶液は、使用の都度調製する。

(14) 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、その含有するホルムアルデヒドの濃度を測定する。

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と水酸化カリウム溶液(6w/v%)20mlとを加え、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(0.1 mol/L)を用いて滴定し、液の黄色が薄くなってからでんぷん溶液1ないし2ml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(0.1 mol/L)のファクターを表す。

この溶液は、調製後直ちに10mlずつをねじ口バイアルに入れて冷凍保存する。

(15) 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。

## (二) 器具及び装置

(1) ねじ口バイアル

「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」の例によ

る。

(2) 共栓付き比色管

容量50mlのもの。

(3) 分液ロート

「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」の例による。

(4) ガスクロマトグラフ - 質量分析計

ア. 試料導入部

「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」の例による。

イ. 分離管

「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」の例による。

ウ. 分離管の温度

ホルムアルデヒドの最適分離条件に設定できるもの。その一例としては、100 (1分間保持) 200 (15 /分、10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、精製水及びアセトンで洗浄したガラス瓶に採取し、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、冷蔵保存する。

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

**(四) 試験操作**

(1) 前処理

検水50ml(又はホルムアルデヒドとして0.001ないし0.1mg/Lを含むように検水に再精製水を加えて50mlとしたもの)を共栓付き比色管に採り、ペンタフルオロベンジ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と塩化ナトリウム20gとを加えて混合する。次に、分液ロートに移し、ヘキサン5mlを加えて5分間激しく振り混ぜ、数分間静置後、ヘキサン層を分取し、無水硫酸ナトリウムを少量加えた後、分取した一定量に内部標準液50 $\mu$ 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、225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-クロロデカンの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、(五)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。

#### (五) 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、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。

## 3 3 塩化物イオン

### 第1 イオンクロマトグラフ法

「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」の例による。

### 第2 滴定法

#### (一) 試薬

(1) 硝酸銀溶液(5w/v%)

(2) クロム酸カリウム溶液

クロム酸カリウム50g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(5w/v%)を加え、ろ過した溶液に精製水を加えて1Lとしたもの。

(3) 塩化ナトリウム溶液(0.01mol/L)

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0.584gを精製水に溶かして1Lとしたもの。

(4) 硝酸銀溶液(0.01mol/L)

硝酸銀1.7gを精製水に溶かして1Lとしたもの。

この溶液は、褐色瓶に入れて暗所に保存する。

この溶液1mlは、塩化物イオンとして0.355mgを含む量に相当する。

なお、以下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を正確に加え、以下上記と同様に操作して空試験を行い、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。

$$\text{ファクター}(f) = 20 / a$$

#### (二) 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。

#### (三) 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を正確に加え、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。

## 3 4 硬度（カルシウム、マグネシウム等）

### 第1 滴定法

#### (一) 試薬

- (1) シアン化カリウム溶液(10w/v%)
- (2) 塩酸(1+9)
- (3) 塩化マグネシウム溶液(0.01mol/L)

白金るつぼ中で700℃以上で1時間強熱し、デシケーター中で放冷した酸化マグネシウム0.403g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1Lとしたもの。

- (4) アンモニア緩衝液

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

- (5) E B T 溶液

エリオクロムブラック T 0.5g及び塩酸ヒドロキシルアミン4.5gとをエチルアルコール(95v/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。

- (6) E D T A 溶液(0.01mol/L)

80℃で5時間乾燥し、デシケーター中で放冷したエチレンジアミン四酢酸二ナトリウム(2水塩)3.722gを精製水に溶かして1Lとしたもの。

この溶液1mlは、炭酸カルシウムとして1mgを含む量に相当する。

この溶液は、褐色瓶に入れて暗所に保存する。

#### (二) 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。

#### (三) 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)1ml及びアンモニア緩衝液2ml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。

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

### 第2 イオンクロマトグラフ法

「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、カルシウムとマグネシウムのそれぞれの濃度を次式により算定し、合計したものを硬度とする。

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

### 第3 誘導結合プラズマ発光分光分析法

「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。

ただし、カルシウムとマグネシウムのそれぞれの濃度を次式により算定し、合計したものを硬度とする。

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

### 第4 フレーム - 原子吸光光度法

「一斉1 原子吸光光度法」の例による。

ただし、カルシウムとマグネシウムのそれぞれの濃度を次式により算定し、合計したものを硬度とする。

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

## 3 9 陰イオン界面活性剤

### 固相抽出 - 高速液体クロマトグラフ法

#### (一) 試 薬

- (1) メチルアルコール
- (2) 過塩素酸ナトリウム
- (3) アセトニトリル

高速液体クロマトグラフ用

- (4) 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、テトラデシルベンゼンスルホン酸ナトリウムのそれぞれ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1ml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、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。

- (5) 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1ml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、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、冷暗所に保存し、調製後1か月以内に使用する。

#### (二) 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又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、長さ15ないし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3ないし5 $\mu$ mのシリカゲル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。

##### イ. 移動相

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

##### ウ. 移動相流量

毎分0.5ないし1.5mlの流量で流せるもの。

#### I. 検出器

蛍光検出器で、励起波長221nm、蛍光波長284nmに設定したもの。

### (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、冷暗所に保存する。

### (四) 試験操作

#### (1) 前処理

固相カラムにメチルアルコール5ml、精製水5mlを順次加圧注入する。次に、検水1L (又はそれぞれの陰イオン界面活性剤として0.02ないし0.5mg/Lを含むように検水に精製水を加えて1Lとしたもの)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5mlを緩やかに流し、試験管に受ける。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

(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。

### (五) 検量線の作成

陰イオン界面活性剤標準液を段階的にメスフラスコに採り、それぞれにメチルアルコールを加えて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界面活性剤の濃度とピーク高さ又はピーク面積との関係を求める。

なお、陰イオン界面活性剤の検査方法として、今後3年の間、「流路型吸光光度法」を使用してもよい。

## 流路型吸光光度法

### (一) 試 薬

(1) 亜硫酸水素ナトリウム溶液(0.1w/v%)

(2) 水酸化ナトリウム溶液(5mol/L)

(3) 緩衝液

四ほう酸ナトリウム(10水塩)10gを精製水約900mlに溶かし、水酸化ナトリウム溶液(5mol/L)10mlを加えた後、精製水を加えて1Lとしたもの。

(4) メチレンブルー溶液(0.025w/v%)



メチレンブルー(3水塩)0.05gを精製水200mlに溶かしたものを。

(5) 緩衝液 - メチレンブルー溶液

メチレンブルー溶液(0.025w/v%)20mlに緩衝液を加えて100mlとしたものを分液漏斗に採り、クロロホルム約20mlを用いてクロロホルム層が赤く着色しなくなるまで数回洗浄した後、メチレンブルー層をろ紙でろ過したもの。

(6) アルカリ性メチレンブルー溶液

緩衝液 - メチレンブルー溶液60mlに緩衝液を加えて200mlとし、更にメチルアルコール20mlを加えたもの。

(7) 硫酸(10%)

(8) 酸性メチレンブルー溶液

メチレンブルー溶液(0.025w/v%)2mlに硫酸(10%)0.1mlを加えて精製水で200mlとし、メチルアルコール80mlを加えたもの。

(9) 陰イオン界面活性剤標準原液

ドデシルベンゼンスルホン酸ナトリウム(100%換算)1.000gを精製水に溶かして1Lとしたもの。

この溶液1mlは、ドデシルベンゼンスルホン酸ナトリウム1mgを含む。

この溶液は、褐色瓶に入れて冷暗所に保存する。

(10) 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精製水で500倍に薄めたもの。

この溶液1mlは、ドデシルベンゼンスルホン酸ナトリウム0.002mg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) 流路型分光光度測定装置

検水、アルカリ性メチレンブルー溶液、クロロホルムを順次混合し、水層を捨て、クロロホルム層に酸性メチレンブルー溶液を加えて混合した後、水層を捨て、クロロホルム層を波長660nm付近の吸光度で測定できるもの。

(2) その他

装置に必要な器具等

## (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。

なお、残留塩素が含まれている場合には、残留塩素1mgに対して亜硫酸水素ナトリウム溶液(0.1w/v%)1.5ないし15mlを加える。

## (四) 試験操作

検水(陰イオン界面活性剤として0.02ないし0.2mg/Lを含むように調製したもの)を装置に導入して吸光度を測定し、(五)により作成した検量線から検水中の陰イオン界面活性剤の濃度を算定する。

## (五) 検量線の作成

陰イオン界面活性剤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)と同様に操作して、陰イオン界面活性剤の濃度と吸光度との関係を求める。