

## 一斉1 フレームレス - 原子吸光光度法

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、亜鉛、アルミニウム、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	純度99.9%以上のアルミニウム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。

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。
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。

#### (二) 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 99.99v/v%以上のもの。

(2) メンブレンフィルターろ過装置

約 0.45  $\mu\text{m}$  のメンブレンフィルターを備えたもの。

### (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 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。

ただし、アルミニウムについては、採取後、メンブレンフィルターろ過装置でろ過した後、硝酸を加えたものを試料を分析すること。

### (四) 試験操作

(1) 前処理

検水 100ml(表 3 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

(1)で得られた試験溶液をマイクロピペットでフレームレス - 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。

### (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)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 各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

## 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、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

「フレームレス - 原子吸光光度法」の例による。

なお、カルシウム及びマグネシウムの標準原液の調製方法は表 1 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 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	110 で40ないし50分間加熱しデシケーター中で放冷した炭酸カルシウム 2.497gをメスフラスコに移し、精製水に溶かして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。

#### (8) 金属類混合標準液

カドミウム、六価クロム、鉛、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

「フレイムレス - 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 2 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 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、(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 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	0.0005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	
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、ヒ素、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。

これらの溶液は、褐色瓶に入れて冷暗所に保存する。

表1 内部標準原液の調製方法

内部標準	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

「フレームレス - 原子吸光光度法」の例による。

ただし、ほう素の標準原液は以下の表1のとおり作成する。

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。

表1 ほう素標準原液(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。

(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

「フレイムレス - 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 2 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 100ml 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 2 に示すそれぞれの金属質量数及び内部標準の質量数のイオン強度を測定し、内部標準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	0.00007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

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 $\mu$ 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。その一例としては、サプレッサ型では、塩酸とジアミノプロピオン酸を混合し、それぞれ0.005ないし0.05mol/L，0.0005ないし0.005mol/Lになるように調製したもの。ノンサプレッサ型では、クエン酸とピリジンカルボン酸を混合し、それぞれ0.005ないし0.01mol/L，0.0005ないし0.002mol/Lになるように調製したもの。

#### (3) 除去液

水酸化バリウム溶液(0.04ないし0.1mol/L)を使用する。

#### (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

110 で45ないし50分間加熱し、デシケーター中で放冷した炭酸カルシウム2.497gを精製水に溶かして1Lとしたもの。

この溶液1mlは、カルシウム1mgを含む。

この溶液は、冷暗所に保存する。

#### (6) マグネシウム標準原液

硝酸マグネシウム(6水塩)10.550gを硝酸(1+160)に溶かして1Lとしたもの。

この溶液1mlは、マグネシウム1mgを含む。

この溶液は、冷暗所に保存する。

#### (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 $\mu$ mのメンブランフィルターを備えたもの。

#### (2) シリンジ

容量1ないし2mlのもの。

### (3) イオンクロマトグラフ

#### a) 試料導入部

ループインジェクト方式で，サンプルループ容量50ないし200 $\mu$ lのもの。

#### b) 分離カラム

サブレッサ型は，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。

ノンサブレッサ型は，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。

#### c) 溶離液流量

毎分0.5ないし2mlの流量で流せるもの。

#### d) 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。

#### e) 検出器

恒温槽内に設置された又は温度補償機能付である電気伝導度検出器。

### (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をシリンジを用いて，サンプルループの数倍の容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、フッ素、塩素イオンである。

### (一) 試薬

#### (1) 溶離液

対象物質が分離できるもの。その一例としては、サプレッサー型では、炭酸水素ナトリウム溶液(0.008mol/L)と炭酸ナトリウム溶液(0.008mol/L)とを等容に混合したもの。ノンサプレッサー型では、フタル酸溶液(0.005mol/L)とトリス(ヒドロキシメチル)アミノメタン溶液(0.005mol/L)とを等容に混合したもの。

#### (2) 除去液

硫酸(0.01 ないし 0.025mol/L)で、サプレッサー型に使用する。

#### (3) 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 6.066g 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。

#### (4) 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。

#### (5) フッ素標準原液

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、フッ素 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。

#### (6) 塩素イオン標準原液

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、塩素イオン 1mg を含む。

この溶液は、褐色瓶に入れて冷暗所に保存する。

#### (7) 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、フッ素標準原液 5ml、塩素イオン標準原液 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、フッ素 0.005mg、塩素イオン 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

0.45  $\mu$ m のメンブランフィルターを備えたもの。

### (2) シリンジ

容量 1 ないし 2ml のもの。

### (3) イオンクロマトグラフ

#### ア.試料導入部

容量 50 ないし 200  $\mu$ l のもので、試料の一定量を注入できるもの。

#### イ.分離管

サブレッサー型は、内径 4 ないし 4.6mm、長さ 100 ないし 250mm 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。

ノンサブレッサー型は、内径 4 ないし 4.6mm、長さ 50 ないし 250mm 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.溶離液流速

毎分 1 ないし 2ml にしたもの。

#### エ.除去液流速

毎分 1 ないし 2ml にしたもので、サブレッサー型に使用する。

#### 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。

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。

## (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、フッ素として 0.05 ないし 5mg/L、塩素イオンとして 0.2 ないし 20mg/L を含むように調製したものを)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シリンジを用いて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romok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) 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-ブ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。

### (4) 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-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。

この溶液は、使用の都度調製する。

### (5) 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romok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romok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

れ 50mg 含む。

これらの溶液は、調製後直ちに液体窒素で冷却しながら 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。

(6) 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 としたものを。

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) アンプル

容量 1 ないし 2ml のもの。

(3) ガスタイトシリンジ

容量 5 ないし 25ml のルアーロック型シリンジで、2 方バルブ付きのもの。

このシリンジは、メチルアルコールで 3 回以上、再精製水で 3 回以上洗浄する。

(4) マイクロシリンジ

容量 1 ないし 10  $\mu$ l のもの。

(5) 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*-ジフェニレンオキシド、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 の熔融シリカ管で、- 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。

(6) 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 の熔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 μm 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 にしたものを。

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えないように採取し、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)をガスタイトシリンジに採り、内部標準液 B 2 μl をマイクロシリンジを用いて注入し、これをパージ容器に入れ、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 μl 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 1 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、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

「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) 内部標準原液

「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) 内部標準液

「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。

### (6) 揮発性有機化合物標準原液

「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) 揮発性有機化合物混合標準液

「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

「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

「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。

よる。

(3) バイアル

容量 10 ないし 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) 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

「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) ガスタイトシリンジ

容量 0.05 ないし 1ml のもの。

(11) ガスクロマトグラフ - 質量分析計

ア.試料導入部

スプリット方式で、最適温度が設定できるもの。

イ.分離管

「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

「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

「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

「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

「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

「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 $\mu$ 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をセプタムを通してガスタイトシリンジを用いてその一定量を採り、直ちにガスクロマトグラフ - 質量分析計に注入し、「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 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、(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 $\mu$ 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) 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(MTBE)3mlに黄色を呈するまで捕集し、このMTBE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。

(5) 内部標準原液

1,2,3-トリクロロプロパン0.100gをMTBE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。

(6) 内部標準液

内部標準原液をMTBE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。

(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

クロロ酢酸、ジクロロ酢酸、トリクロロ酢酸の各0.100gをそれぞれMTBEに溶かし100mlとしたもの。

これらの溶液1mlは、対象物質を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。

(8) 八口酢酸混合標準液

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、MTBE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

「パ - 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

「パ - 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0.25  $\mu\text{m}$ 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

「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

「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

「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MTBE4mlを加えて2分間振り混ぜ、静置後、MTBE層を分取する。次に、無水硫酸ナトリウムを加え、このMTBE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 $\mu$ 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1に示す対象物質と内部標準物質1,2,3-トリクロロプロパ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、(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

ハロ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1 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