

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 6.8 ないし 7.2 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 100ml 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。

(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) MMO - MUG 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 100 mg , 塩化ナトリウム 10g , 塩化カルシウム 50mg , 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 , 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, ねじ口試験管に 20 分の 1 量ずつ分注したもの。

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) IPTG 添加 ONPG-MUG 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 450ml 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 500ml とし, ろ過除菌した後, ねじ口試験管に 50ml ずつ分注したもの。

この培地は, 冷暗所に保存する。

(3) XGal-MUG 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romo-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, ねじ口試験管に 20 分の 1 量ずつ分注したもの。

この培地は, 冷暗所に保存する。

(4) ピルビン酸添加 XGal-MUG 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romo-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, ねじ口試験管に 20 分の 1 量ずつ分注したもの。

この培地は、冷暗所に保存する。

(二) 器具及び装置

(1) ねじ口試験管

容量 50ml 又は 100ml で、乾熱滅菌したもの。

(2) 比色液(MMO-MUG培地用)

o-ニトロフェノール 4mg, 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 を混合し, 精製水を加えて 1L とし, ねじ口試験管に分注したもの。

(3) 比色液(IPTG添加ONPG-MUG培地用)

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, ねじ口試験管に分注したもの。

(4) 比色液(XGal-MUG培地用)

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, ニューコクシン 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, ねじ口試験管に分注したもの。

(5) 比色液(ピルビン酸添加XGal-MUG培地用)

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, ねじ口試験管に分注したもの。

(6) 恒温器

「1 一般細菌(標準寒天培地法)」の例による。

(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 50ml をいずれかの培地 1 本に加え, 直ちにねじ口栓を強く締め, 試験管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。ただし, XGal-MUG培地では 48 時間培養する。培養後、紫外線ランプ等を用いて波長 366nm の紫外線を照射し、蛍光の有無を確認する。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 0.005mg/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 とを加えて混合する。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
「フレイムレス - 原子吸光光度法」の例による。
- (6) セレン標準液
「フレイムレス - 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

「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(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

「フレームレス - 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

「フレームレス - 原子吸光光度法」の例による。

(6) セレン標準液

「フレームレス - 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

「フレームレス - 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

「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
「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
「フレイムレス - 原子吸光光度法」の例による。
- (8) ひ素標準液
「フレイムレス - 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

「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(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

「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

「フレームレス - 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

「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

「フレームレス - 原子吸光光度法」の例による。

- (8) ひ素標準液

「フレームレス - 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

「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

「フレームレス - 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

「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

「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

ここで言うシアンとは、シアンイオンと塩化シアンの合計を指す。

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) 酢酸(1+9)

(3) 水酸化ナトリウム溶液(4w/v%)

(4) 溶離液

硫酸(0.001mol/L)

(5) 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。

(6) 塩素化液

クロロミン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。

(7) 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(4水塩)11.0g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、吸引瓶に移し、超音波洗浄器上で減圧で吸引脱気した後、使用する。

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。

(8) リン酸二水素カリウム溶液

リン酸二水素カリウム6.80gを精製水に溶かして1Lとしたもの。

(9) 水酸化ナトリウム(0.004w/v%)

(10) 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。

(11) 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。

(12) 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。

(13) 硝酸銀溶液(5w/v%)

(14) 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。

(15) 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。

$$\text{ファクター}(f) = 25 / a$$

(16) 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。

(17) 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、水酸化ナトリウム溶液(4w/v%)5ml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。

(18) 塩化シアン標準液

リン酸二水素カリウム溶液5ml及び次亜塩素酸ナトリウム溶液(有効塩素0.02%)0.5mlにシアン標準液50mlを加え、更に精製水を加えて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) 超音波洗浄器

20ないし100kHzの高周波を発振するもの。

(2) メンブランフィルターろ過装置

約0.2 μm のメンブランフィルターを備えたもの。

(3) シリンジ

容量1ないし2mlのもの。

(4) イオンクロマトグラフ^{注1}

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 μl のもの。

b) 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 $-\text{SO}_3\text{H}$ 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。

c) 溶離液流量

毎分1.2mlの流量で流せるもの。

d) 反応コイル 1

内径0.5mm、長さ2mのエチレンテトラフルオロエチレン等塩素化液に侵されない材質のもので、その温度を40 に保ったもの。

e) 塩素化液流量

毎分0.5mlの流量で流せるもの。

f) 反応コイル 2

内径0.5mm、長さ10mのポリエーテルエーテルケトン等発色液に侵されない材質のもので、その温度を100 に保ったもの。

g) 発色液流量

毎分0.5mlの流量で流せるもの。

h) 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、速やかに試験する。

なお、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

本法の定量範囲は0.001～0.2mg/Lで、定量下限値付近の測定精度はC V 10%である。

(1) 前処理

検水(シアンイオンとして0.001～0.2mg/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、シアニ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ニオンと塩化シアンの濃度を求め、検水中シアニオンと塩化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、それぞれに水酸化ナトリウム溶液(0.004 w/v%)を加えて100mlとする。以下(四)の(2)と同様に操作して、シアニ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、それぞれに精製水を加えて100mlとする。以下(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。

1 2 ほう素

第1 誘導結合プラズマ発光分光分析法

(一) 試 薬

(1) 内部標準原液

酸化イットリウム()0.318gを採り，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2000倍に薄めたもの。

この溶液1mlは，イットリウム0.0005mgを含む。

この溶液は，使用の都度調製する。

(7) ほう素標準原液

ほう酸5.715gを精製水に溶かして1Lとしたもの。

この溶液1mlは，ほう素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) ほう素標準液

ほう素標準原液を精製水で100倍に薄めたもの。

この溶液1mlは，ほう素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) 誘導結合プラズマ発光分光分析装置

(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

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500ml(又はほう素として0.006ないし0.6mg/Lを含むように検水に精製水を加えて500mlとしたもの)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、ほう素は249.773nm, 208.893nm, イットリウムは371.029nmの発光強度を測定し、イットリウムに対するほう素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ほう素の濃度を求め、検水中のほう素の濃度を算定する。

(五) 検量線の作成

ほう素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、ほう素の濃度と発光強度比との関係を求める。

第2 誘導結合プラズマ - 質量分析法

「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) ジクロロメタン

1,4-ジオキサンを含まないもの。

(5) 1,4-ジオキサン-d₈標準原液

1,4-ジオキサン-d₈ 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-d₈ 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-d₈標準液

1,4-ジオキサン-d₈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-d₈ 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。

(7) 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。

(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

活性炭固相カラム及びスチレンジビニルベンゼンポリマー固相カラム，又はこれと同等の性能を有するもの。

(2) マイクロシリンジ

容量1～10μlのもの。

(3) 固相抽出用装置

(4) 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0.2 μm 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)又はマスキ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時間程度加熱したガラス瓶に採取する。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、冷暗所に保存する。

(四) 試験操作

(1) 前処理

活性炭固相カラムとスチレンジビニルベンゼンポリマー固相カラムを直列に接続し、スチレンジビニルベンゼンポリマー固相カラム側からジクロロメタン10ml，アセトン10ml，再精製水10mlを順次加圧注入する。次に、1,4-ジオキサン-d₈標準液5 μg をサロゲートとして添加した検水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ポリマー固相カラム側から流した後、活性炭固相カラムを取り外し、再精製水10mlで洗浄する。窒素ガス2kg/cm²で20分間以上流して水分を十分除去する。アセトン2mlを毎分約1mlの流速で通水方向とは逆にゆっくり流し、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，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-d₈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1,4-ジオキサン-d₈標準液を0.05mlずつ加え，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-d₈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) 溶離液

炭酸ナトリウムと炭酸水素ナトリウムを混合し、それぞれ0.0027mol/L, 0.0003mol/Lになるように調製したもの(三臭素イオン法)、又は硝酸溶液(0.005mol/L)(*o*-ジアニシジン法)。

(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) 硝酸(2mol/L)

(7) *o*-ジアニシジン溶液

o-ジアニシジン二塩酸塩1.27gを精製水800mlに溶かした後、エチルアルコールを加えて1Lとしたものと、臭化カリウム23.8gを硝酸(2mol/L)で溶かして1Lとしたものを体積比で1:1になるように混合したもの。

(8) 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。

(9) 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 μm 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 μ lのもの。

b) 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。

c) 溶離液流量

毎分1mlの流量で流せるもの。

d) 反応部

分離管で分離された液と1つあるいは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(三臭素イオン法)，あるいは*o*-ジアニシジン溶液を毎分0.5mlの流量で注入し，80℃とした後，同じ温度で反応させることができるポリエーテルエーテルケトン性等非金属性のもの(*o*-ジアニシジン法)。

e) 検出器

三臭素イオン法では紫外吸収検出器を波長268nmに設定したもの，*o*-ジアニシジン法では可視吸収検出器を波長450nm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，速やかに試験する。

なお，残留オゾンが含まれている場合には，採水直後に窒素曝気により除去する。

(四) 試験操作

(1) 前処理

検水(臭素酸として0.0002ないし0.0005mg/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，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

誘導体化 - 溶媒抽出 - 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、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(16.67m mol/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100 ml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

「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」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ぶん溶液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

「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」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

「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」の例による。

(4) マイクロシリンジ

「ページ・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) ガスクロマトグラフ - 質量分析計

ア. 試料導入部

「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」の例による。

イ. 分離管

「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」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

「ページ・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

「ページ・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

「ページ・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 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、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内部標準物質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

「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」の例による。

この場合において、「ジクロロ酢酸」とあるのは「ホルムアルデヒド」と読み替えるものとする。

3 3 塩素イオン

第1 イオンクロマトグラフ法

「イオンクロマトグラフによる一斉分析法」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、デシケーター中で冷却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、塩素イオンとして 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(0.01 mol/L)の ml 数 a から次式によりファクターを算定する。

$$\text{ファクター}(f) = 25 / a$$

(二) 試料の採取及び保存

「イオンクロマトグラフによる一斉分析法」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素イオンの濃度(mg/L)を算定する。

$$\text{塩素イオン(mg/L)} = \{ b - (c - 5 / f) \} \times f \times 0.355 \times 1000 / 100$$

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 カルシウム，マグネシウム等（硬度）

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(mg/L)として算定する。

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

第 2 イオンクロマトグラフ法

「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。

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

3 9 陰イオン界面活性剤

第1 固相抽出 - 高速液体クロマトグラフ法

(一) 試薬

- (1) アスコルビン酸ナトリウム溶液(1w/v%)
- (2) メチルアルコール
- (3) 過塩素酸ナトリウム
- (4) アセトニトリル

高速液体クロマトグラフ用

- (5) L A S 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。

- (6) L A S 標準液

L A S 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(ポリスチレン系ゲル)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) マイクロシリンジ

容量1ないし50 μ lの液体用のもの。

- (3) 高速液体クロマトグラフ

- a) 分離管

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 μ 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。

- b) 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を溶かしたものを。

c) 流速

毎分1.0mlに調節したもの。

d) 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。

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溶液(1w/v%)10mlを加える。

(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マイクロシリンジを用いて高速液体クロマトグラフに注入し、それぞれのLAS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LASの濃度を求め、検水中のそれぞれのLASの濃度を算定する。

それぞれのLAS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

LAS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1Lとする。以下(四)の(1)及び(2)と同様に操作して、それぞれのLASの濃度とピーク高さ又はピーク面積との関係を求める。

第2 酵素免疫測定法

(一) 試薬

(1) メチルアルコール

測定対象成分を含まないもの。

(2) 酵素標識抗原溶液

ペルオキシダーゼ酵素とドデシルベンゼンスルホン酸抗原を結合させたものを緩衝液Aに溶かしたもの。

(3) 抗体固定化試験管

抗直鎖アルキルベンゼンスルホン酸抗体を試験管に固定化したもの

(4) 緩衝液 A

リン酸水素二ナトリウム12水塩13.26g，リン酸二水素ナトリウム2水塩2.02g，塩化ナトリウム8.78g，ツイーン20溶液(10w/v%)2mlを精製水1Lに溶かしたものの。

(5) 緩衝液 B

ダルベッコリン酸緩衝生理食塩末1袋を精製水500mlに溶かし，ツイーン20 0.1gを加えたもの。

(6) 発色溶液

3,3',5,5'-テトラメチルベンチジン250mgをジメチルホルムアミド25mlに溶かした溶液0.15mlと緩衝液 B 15mlとを使用直前に混合したものの。

(7) リン酸溶液(0.5mol/L)

(8) 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として1.000gを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，ドデシルベンゼンスルホン酸ナトリウム1mgを含む。

(9) 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10倍に薄め，更にメチルアルコール(10v/v%)で100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0.001mg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) ガラス繊維ろ紙

孔径1 μ m程度のもの。

(2) 試験管

容量5ml程度のもの。

(3) マイクロピペット

容量1mlの容量可変型のもの。

(4) 比色セル

光路長10mm，容量1mlのもの。

(5) 光電分光光度計

(三) 試料の採取及び保存

「第1 固相抽出 - 高速液体クロマトグラフ法」の例による。

(四) 試験操作

(1) 前処理

濁りのない試料90ml(又は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90mlとしたもの)にメチルアルコール10mlを加え，これを試験溶液とする。濁りがある場合は，試料90mlをガラス繊維ろ紙でろ過し，ろ紙をメチルアルコール10mlで洗浄し，ろ過した液と洗浄液を合わせて試験溶液とする。

(2) 分析

(1)で得られた試験溶液0.5mlと酵素標識抗原溶液0.5mlとを混合し、この混合液0.5mlを抗体固定化試験管に添加し、室温で60分間静置する。抗体固定化試験管内の液を捨て、緩衝液B 3mlを添加して洗浄する操作を3回繰り返す。発色溶液0.5mlを加え、室温で30分間静置した後、リン酸溶液(0.5mol/L)0.5mlを加える。この溶液の一部を比色セルに採り、光電分光光度計を用いて波長450nm付近で吸光度を測定し、(五)により作成した検量線から試験溶液中の陰イオン界面活性剤の濃度をドデシルベンゼンスルホン酸ナトリウムの濃度として求め、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、それぞれにメチルアルコール(10v/v%)を加えて100mlとする。以下(四)の(2)と同様に操作して、ドデシルベンゼンスルホン酸ナトリウムの濃度と吸光度との関係を求め、両対数方眼紙に検量線を作成する。

40 ジェオスミン

第1 パージ・トラップ - 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) アスコルビン酸ナトリウム

(3) 塩化ナトリウム

塩化ナトリウムを約500 で2時間強熱したもの。

(4) ジェオスミン標準原液

ジェオスミン0.010g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、ジェオスミン0.1mg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。

(5) ジェオスミン標準液

標準原液1mlをあらかじめ再精製水90mlを入れたメスフラスコに採り、再精製水を加えて100mlとしたもの。

この溶液1mlは、ジェオスミン0.001mg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) 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) 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の検水を処理できるもの。

イ. 恒温槽

30ないし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ないし0.3g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0.53mm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、試料中に保持時間の近接した化合物がなければ、この装置を用いなくても測定は可能である。

(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. 分離管

内径0.25ないし0.53mm、長さ15ないし30mのキャピラリーカラムで、内面に5%ジフェニル - 95%ジメチルポリシロキサンの液相を1 μ mの厚さに被覆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

ジェオスミン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) 220 (10 /分)。

エ. 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。

オ. 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。

カ. キャリヤーガス

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

検水5ないし25ml(又はジェオスミンとして0.000001ないし0.0001mg/Lを含むように検水を調製したもの)をパージ容器に採り、塩化ナトリウムが15ないし20w/v%になるように加えて溶かし、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、112, 111, 125のフラグメント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検水中のジェオスミンの濃度を算定する。

(五) 検量線の作成

ジェオスミン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10mlとする。次いで、再精製水にマイクロシリンジを用いて段階的に調製したメチルアルコール溶液を再精製水10mlに対して2 μ lの割合で注入し、以下(四)と同様に操作してジェオスミ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。

第2 ヘッドスペース - ガスクロマトグラフ - 質量分析法

(一) 試薬

(1) 再精製水

「第1 パージ・トラップ - ガスクロマトグラフ - 質量分析法」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

「第1 パージ・トラップ - ガスクロマトグラフ - 質量分析法」の例による。

(4) ジェオスミン標準原液

「第1 パージ・トラップ - ガスクロマトグラフ - 質量分析法」の例による。

(5) ジェオスミン標準液

「第1 パージ・トラップ - ガスクロマトグラフ - 質量分析法」の例による。

この溶液1mlは、ジェオスミン0.001mgを含む。

(二) 器具及び装置

(1) ねじ口瓶

「第1 パージ・トラップ - ガスクロマトグラフ - 質量分析法」の例による。

(2) ねじ口バイアル

「第1 パージ・トラップ - ガスクロマトグラフ - 質量分析法」の例による。

(3) バイアル

容量20ないし80ml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

80 に設定できるもの。

(9) マイクロシリンジ

「第1 パージ・トラップ - ガスクロマトグラフ - 質量分析法」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

「第1 パージ・トラップ - ガスクロマトグラフ - 質量分析法」の例による。

イ. 分離管

「第1 パージ・トラップ - ガスクロマトグラフ - 質量分析法」の例による。

ウ. 分離管の温度

「第1 パージ・トラップ - ガスクロマトグラフ - 質量分析法」の例による。

エ. 検出器

「第1 パージ・トラップ - ガスクロマトグラフ - 質量分析法」の例による。

オ. イオン化電圧

「第1 パージ・トラップ - ガスクロマトグラフ - 質量分析法」の例による。

カ. キャリヤーガス

「第1 パージ・トラップ - ガスクロマトグラフ - 質量分析法」の例による。

(三) 試料の採取及び保存

「第1 パージ・トラップ - ガスクロマトグラフ - 質量分析法」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が80 で過飽和になるように一定量加えた後、検水(又はジェオスミンとして0.000002ないし0.0002mg/Lを含むように検水を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、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、112, 111, 125のフラグメント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ジェオスミンの濃度を求め、検水中のジェオスミンの濃度を算定する。

(五) 検量線の作成

ジェオスミン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10mlとする。再精製水を(四)の(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再精製水10mlに対して2 μ lの割合で注入する。以下(四)の(1)及び(2)と同様に操作して、ジェオスミ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。

第3 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

「第1 パージ・トラップ - ガスクロマトグラフ - 質量分析法」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) ジェオスミン標準原液

「第1 パージ・トラップ - ガスクロマトグラフ - 質量分析法」の例による。

(5) ジェオスミン標準液

「第1 パージ・トラップ - ガスクロマトグラフ - 質量分析法」の例による。
この溶液1mlは、ジェオスミン0.001mgを含む。

(二) 器具及び装置

(1) ねじ口瓶

「第1 パージ・トラップ - ガスクロマトグラフ - 質量分析法」の例による。

(2) マイクロシリンジ

「第1 パージ・トラップ - ガスクロマトグラフ - 質量分析法」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の性能を有するもの。

(4) ガラスフィルターろ過装置

懸濁性物質をろ過できるガラスフィルターを備えたもの。

(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 にしたもの。

イ. 分離管

内径0.20ないし0.53mm，長さ15ないし30mのキャピラリーカラムの内面に，100ないし95%ジメチルシリコン又はPEG-20M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。

ウ. 分離管の温度

「第1 パージ・トラップ - ガスクロマトグラフ - 質量分析法」の例による。

エ. 検出器

「第1 パージ・トラップ - ガスクロマトグラフ - 質量分析法」の例による。

オ. イオン化電圧

「第1 パージ・トラップ - ガスクロマトグラフ - 質量分析法」の例による。

カ. イオン源温度

250 にしたもの。

キ. キャリアーガス

「第1 パージ・トラップ - ガスクロマトグラフ - 質量分析法」の例による。

(三) 試料の採取及び保存

「第1 パージ・トラップ - ガスクロマトグラフ - 質量分析法」の例による。

(四) 試験操作

(1) 前処理

固相カラムにジクロロメタン5ml，メチルアルコール5ml，再精製水5mlを順次加圧

注入する。次に、検水500ml(又はジェオスミンとして0.000001ないし0.0001mg/Lを含むように検水を調製したもの)を毎分10ないし20ml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2ml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0.5ml以下まで濃縮し、これにジクロロメタンを加えて0.5ml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、112, 111, 125のフラグメントイオンのピーク高さ又はピーク面積を求め、(3)で求めた空試験のピーク高さ又はピーク面積を差し引いた後、(五)により作成した検量線から試験溶液中のそれぞれのジェオスミンの濃度を求め、検水中のジェオスミンの濃度を算定する。

(3) 空試験

精製水500ml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を求める。

(五) 検量線の作成

ジェオスミン標準液を段階的にアセトン約90mlを入れたメスフラスコに採り、アセトンを加えて100mlとする。以下(四)の(2)と同様に操作して、ジェオスミ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。