

## 4 1 非イオン界面活性剤

### 第1 固相抽出 - 吸光光度法

#### (一) 試薬

(1) 亜硫酸水素ナトリウム溶液(1w/v%)

(2) トルエン

(3) メチルアルコール

(4) チオシアノコバルト( )酸アンモニウム溶液

チオシアン酸アンモニウム456gを精製水1Lに溶かし，別に硝酸コバルト(6水塩)46.6gを精製水1Lに溶かし，使用時に1:1の割合に混合したもの。

(5) 水酸化ナトリウム溶液(4w/v%)

(6) 塩化カリウム

(7) P A R 溶液

4-(2-ピリジアルアゾ)-レゾルシノール0.1gを水酸化ナトリウム溶液(4w/v%)を用いてpH11程度に調整しながら，精製水で1Lとし，使用時にpH9.5になるように調整しながら精製水で10倍に希釈したもの。ただし，完全に溶けないときは，上澄み液を希釈する。

(8) 非イオン界面活性剤標準原液

ヘptaオキシエチレンドデシルエーテルとして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，ヘptaオキシエチレンドデシルエーテル1mgを含む。

(9) 非イオン界面活性剤標準液

非イオン界面活性剤標準原液を精製水で20倍に薄めたもの。

この溶液1mlは，ヘptaオキシエチレンドデシルエーテル0.05mg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) 共栓付き遠心分離管

容量が10mlで，振盪可能なもの。

(2) 固相カラム

スチレンジビニルベンゼン共重合体，オクタデシル基を化学結合したシリカゲル又はこれと同等の性能を有するもの。

(3) 振盪器

(4) 遠心分離器

(5) パスツールピペット

(6) 光電分光光度計

#### (三) 試料の採取及び保存

試料は，精製水でよく洗浄したガラス瓶に採取し，速やかに試験する。速やかに試験で

きない場合には、冷暗所に保存するか、試料にアジ化ナトリウムを1g/Lの割合で添加して保存する。

なお、残留塩素を含む場合は、亜硫酸水素ナトリウム溶液(1w/v%)1mlを加える。

#### (四) 試験操作

##### (1) 前処理

固相カラムにトルエン5ml、メチルアルコール5ml、精製水5mlを順次加圧注入する。次に、水酸化ナトリウム溶液(4w/v%)を用いてpH9に調整した検水500ml(又はヘプタオキシエチレンドデシルエーテルとして0.02ないし0.2mg/Lを含むように検水に精製水を加えて500mlとしたもの)を毎分10ないし20mlの流量で固相カラムに流し、更に精製水10mlを流した後、吸引又は窒素ガス吹き付けにより水分を除去する。次いで、固相カラムの下端からトルエン7mlを緩やかに流し、共栓付き遠心分離管10mlに受け、これを試験溶液とする。

##### (2) 分析

(1)で得られた試験溶液にチオシアノコバルト( )酸アンモニウム溶液3.5mlと塩化カリウム2gとを加えて5分間振り混ぜ、回転数2,500rpmで10分間遠心分離する。パスツールピペットを用いてトルエン層5mlを別の共栓付き遠心分離管10mlに移し、PAR溶液4mlを加え、静かに3分間振り混ぜる。これを回転数約2,500rpmで10分間遠心分離し、トルエン層を除去する。

この溶液の一部を吸収セル(10mm)に採り、光電分光光度計を用いて波長510nm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非イオン界面活性剤の濃度をヘプタオキシエチレンドデシルエーテルの濃度として求め、検水中の非イオン界面活性剤の濃度を算定する。

#### (五) 検量線の作成

非イオン界面活性剤標準液を段階的にメスフラスコに採り、それぞれに精製水を加えて500mlとする。以下(四)の(1)及び(2)と同様に操作して、ヘプタオキシエチレンドデシルエーテルの濃度と吸光度との関係を求める。

## 第2 酵素免疫測定法

### (一) 試薬

(1) 水酸化ナトリウム溶液(4w/v%)

(2) メチルアルコール

測定対象成分を含まないもの。

(3) 緩衝液 A

トリス(ヒドロキシメチル)アミノメタン1.21gを精製水900mlに溶かし、塩酸(1mol/L)でpH値を7.5に調整した後、塩化ナトリウム5.84gを加え、更に精製水を加えて1Lとしたもの。

(4) 緩衝液 B

リン酸水素二ナトリウム12水塩14.33gを精製水1Lに溶かしたものと、クエン酸1水塩4.2gを精製水500mlに溶かしたものを混合し、更にウレアヒドロゲンペルオキサイド525mgを加えたもの。

(5) 酵素標識抗原溶液

ペルオキシダーゼ酵素とヘプタオキシエチレンドデシルエーテル抗原を結合させたものを緩衝液Aに溶かしたもの。

(6) 抗体固定化試験管

抗ポリオキシエチレンアルキルエーテル抗体を試験管に固定化したもの。

(7) 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。

(8) リン酸溶液(0.5mol/L)

(9) 非イオン界面活性剤標準原液

「第1 固相抽出 - 吸光光度法」の例による。

(10) 非イオン界面活性剤標準液

非イオン界面活性剤標準原液を精製水で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、ヘプタオキシエチレンドデシルエーテル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) 固相カラム

スチレンジビニルベンゼン共重合体を詰めたもの又はこれと同等の性能を有するもの。

(2) マイクロピペット

容量1mlの容量可変型のもの。

(3) 試験管

容量5ml程度のもの。

(4) 比色セル

光路長10mmで容量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 - 吸光光度法」の例による。

**(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300ml(又はヘプタオキシエチレンドデシルエーテルとして0.002ないし0.2mg/Lを含むように検水に精製水を加えて300mlとしたもの)を水酸化ナトリウム溶液(4w/v%)を用いてpH9に調整した後、毎分10ないし20mlの流量で固相カラムに流し、精製水10mlで

カラムを洗浄した後，吸引又は窒素ガスを吹き付けて乾燥する。次いで，固相カラムの下端からメチルアルコール3mlを緩やかに流し，試験管に受ける。試験管の溶出液にメチルアルコールを加えて3mlとし，更に精製水を加えて30ml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採り，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A 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，更にリン酸溶液(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非イオン界面活性剤の濃度をヘプタオキシエチレンドデシルエーテルの濃度として求め，検水中の非イオン界面活性剤の濃度を算定する。

## (五) 検量線の作成

非イオン界面活性剤標準液を段階的にメスフラスコに採り，それぞれにメチルアルコール(10v/v%)を加えて30mlとする。以下(四)の(2)と同様に操作して，ヘプタオキシエチレンドデシルエーテルの濃度と吸光度との関係を求め，両対数方眼紙に検量線を作成する。

## 4 2 フェノール類

### 第1 固相抽出 - 誘導体化 - ガスクロマトグラフ - 質量分析法

#### (一) 試薬

(1) アスコルビン酸ナトリウム

(2) リン酸(1+9)

(3) アセトン

測定対象成分を含まないもの。

(4) 2-プロパノール

測定対象成分を含まないもの。

(5) 誘導体化試薬

ペンタフルオロベンジルブロマイド1mlと18-クラウン-6-エーテル1gとを採り，2-プロパノールで溶かして50mlとしたもの。

この溶液は，褐色瓶に入れて冷暗所に保存し，調製後1週間以内に使用する。

(6) 臭素酸カリウム・臭化カリウム溶液

臭素酸カリウム2.78gと臭化カリウム10gとを精製水に溶かして1Lとしたもの。

(7) でんぷん溶液

可溶性でんぷん1gを精製水100mlと混ぜながら，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。

(8) 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。

(9) 硫酸(1+5)

(10) 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10mlを加えて振り混ぜた，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。

$$\text{ファクター}(f) = \frac{25}{a}$$

(11) フェノール標準原液

フェノール1g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、その含有するフェノールの濃度を測定する。

この溶液50mlを共栓付き三角フラスコに採り、精製水約100mlを加えた後、臭素酸カリウム・臭化カリウム溶液50mlと塩酸5mlとを加えて、白色沈澱を生じさせる。密栓して静かに振り混ぜ、10分間静置後、ヨウ化カリウム1gを加え、チオ硫酸ナトリウム溶液(0.1mol/L)を用いて滴定し、液の黄色が薄くなってからでんぷん溶液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bを求める。別に、精製水100mlに臭素酸カリウム・臭化カリウム溶液25mlを加えた溶液について同様に操作し、これに要したチオ硫酸ナトリウム溶液(0.1mol/L)のml数cを求め、次式により溶液に含まれるフェノールの濃度(mg/ml)を算定する。

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

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

この溶液は、褐色瓶に入れて冷暗所に保存する。

(12) フェノール標準液

フェノールとして10mgに相当するフェノール標準原液を採り、精製水を加えて1Lとした溶液を精製水で10倍に薄めたもの。

この溶液1mlは、フェノール0.001mgを含む。

この溶液は、使用の都度調製する。

(13) クロロフェノール標準液

2-クロロフェノール、4-クロロフェノール、2,4-ジクロロフェノール、2,6-ジクロロフェノール、2,4,6-トリクロロフェノールのそれぞれ100mgを別々に採り、それぞれをアセトンに溶かして100mlとしたもの。

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

(二) 器具及び装置

(1) 固相カラム

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

(2) 濃縮器

クデルナ・ダニッシュ濃縮器又はロータリーエバポレーター

(3) マイクロシリンジ

容量1ないし10 $\mu$ lのガスクロマトグラフ用のもの。

#### (4) ガスクロマトグラフ - 質量分析計

##### ア. 試料導入部

試料導入方法に応じて最適温度が設定できるもの。

##### イ. 分離管

内径0.20ないし0.53mm，長さ25ないし30mの熔融シリカ製又はホウ硅酸ガラス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を0.1ないし0.5 $\mu$ 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（2分間保持） 10 /分 250（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. インターフェース温度

250（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(機器の最適条件に設定する)

##### キ. イオン源温度

機器の最適条件に設定する。

##### ク. 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，精製水及びアセトンで洗浄し，乾燥したガラス瓶に採取し，満水にして密栓する。試料は，氷冷して輸送し，速やかに試験する。速やかに試験できない場合は，試料1Lにつき硫酸銅(5水塩)1gとリン酸(1+9)とを加えてpH値を約4とし，冷暗所に保存する。

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

固相カラムに2-プロパノール5ml，精製水5mlを順次加圧注入する。次に，あらかじめ塩酸を用いてpH2とした検水200ml(又はそれぞれのフェノールとして0.0005~0.05 mg/Lを含むように検水に精製水を加えて200mlとしたもの)を毎分10ないし20mlの流量で固相カラムに流し，更に精製水3mlを流した後，30分間以上吸引又は窒素ガスを吹き付けて固相カラム中の水分を除去する。次いで，固相カラムの上端から2-プロパノール5mlを緩やかに流し，ねじ口試験管に受ける。ねじ口試験管の溶液に誘導体化試薬1mlと炭酸カリウム3mgとを加えて混合し，密栓して80 の水浴中で約1時間反応させる。反応後，放冷し，ヘキサン10mlを加えて約1分間振り混ぜ，更に精製水3mlを加えて約2分間振り混ぜた後，ヘキサン層を分取する。濃縮器で約1mlになるまで濃縮し，

ヘキサンを加えて1ml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、表1に示すそれぞれのフェノール類のフラグメントイオンのピークの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フェノール類の濃度を求め、検水中のそれぞれのフェノール類の濃度を算定する。

それぞれのフェノール類の濃度を合計してフェノール類としての濃度を算定する。

## (3) 空試験

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を求める。

## (五) 検量線の作成

それぞれのフェノール類の標準液を段階的にメスフラスコに採り、それぞれ混合溶液とし、それぞれに2-プロパノールを加えて100mlとする。次に、それぞれの混合溶液から1mlずつを数個のねじ口試験管に採り、誘導体化試薬1mlと炭酸カリウム3mgとを加えて混合し、以下(四)の(1)及び(2)と同様に操作して、それぞれのフェノール類の濃度とピーク高さ又はピーク面積との関係を求める。

表1 フラグメントイオン

フェノール類	フラグメントイオン(m/z)
フェノール	181, 274
2-クロロフェノール	181, 308, 310
4-クロロフェノール	181, 308, 310
2,4-ジクロロフェノール	181, 342, 344
2,6-ジクロロフェノール	181, 342, 344
2,4,6-トリクロロフェノール	181, 376, 378

## 第2 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

(2) 塩酸(1+9)

(3) アセトニトリル

測定対象成分を含まないもの。

(4) リン酸緩衝液

リン酸一水素カリウム8.7gを精製水に溶かして1Lとし、リン酸を加えてpH6.0としたもの。

(5) フェノール標準原液



「第1 固相抽出 - 誘導体化 - ガスクロマトグラフ - 質量分析法」の例による。

(6) フェノール標準液

「第1 固相抽出 - 誘導体化 - 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、フェノール0.001mgを含む。

(7) クロロフェノール標準液

「第1 固相抽出 - 誘導体化 - 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、2-クロロフェノール、4-クロロフェノール、2,4-ジクロロフェノール、2,6-ジクロロフェノール、2,4,6-トリクロロフェノールをそれぞれ1mg含む。

(二) 器具及び装置

(1) 固相カラム

「第1 固相抽出 - 誘導体化 - 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

容量1ないし50 $\mu$ 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3ないし5mm、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

アセトニトリルとリン酸緩衝液を体積比で45:55の割合で混合し、超音波処理等で脱気したもの。

c) 流量

毎分0.6mlの流量で流せるもの。

d) 検出器

励起波長を283nm、測定波長を315nmに設定した蛍光検出器、及び2-クロロフェノールは277nm、2,6-ジクロロフェノールは280nm、2,4-ジクロロフェノールは288nm、2,4,6-トリクロロフェノールは297nmに設定した紫外吸収検出器。

(三) 試料の採取及び保存

「第1 固相抽出 - 誘導体化 - 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

固相カラムにアセトニトリル10ml、精製水20mlを順次加圧注入する。次に、検水600ml(又はそれぞれのフェノール類として0.0005ないし0.01mg/Lを含むように検水に精製水を加えて600mlとしたもの)を1 $\mu$ mのガラス繊維ろ紙でろ過し、塩酸を用いてpH2に調整する。これを毎分10ないし20mlの流量で固相カラムに流し、精製水10mlで洗浄した後、5分間吸引する。次いで、固相カラムの上端からアセトニトリル3mlを緩やかに流し、試験管に受ける。試験管の溶出液にアセトニトリルを加えて3ml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、それぞれのフェノール類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フェノール類の濃度を求め、検水中のそれぞれのフェノール類の濃度を算定する。

それぞれのフェノール類の濃度を合計してフェノール類としての濃度を算定する。

**(3) 空試験**

精製水600ml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**

それぞれのフェノール類の標準液を段階的にメスフラスコに採り、アセトニトリルを加えて100mlとする。以下(四)の(2)と同様に操作して、それぞれのフェノール類の濃度とピーク高さ又はピーク面積との関係を求める。

## 4 3 2 - メチルイソボルネオール

### 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) 2 - メチルイソボルネオール標準原液

2 - メチルイソボルネオール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、2 - メチルイソボルネオール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) 2 - メチルイソボルネオール標準液

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、2 - メチルイソボルネオール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 $\mu$ 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、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 $\mu$ 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

2 - メチルイソボルネオール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2 - メチルイソボルネオールとして0.000001ないし0.0001mg/Lを含むように検水を調製したものを)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、95, 107, 135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2 - メチルイソボルネオールの濃度を算定する。

#### (五) 検量線の作成

2 - メチルイソボルネオール標準液を段階的にメスフラスコに採り、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 $\mu$ lの割合で注入し、以下(四)と同様に操作して2 - メチルイソボルネオール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) 2 - メチルイソボルネオール標準原液

「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) 2 - メチルイソボルネオール標準液

「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、2 - メチルイソボルネオール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

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2 - メチルイソボルネオールとして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、95, 107, 135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2 - メチルイソボルネオールの濃度を求め、検水中の2 - メチルイソボルネオールの濃度を算定する

### (五) 検量線の作成

2 - メチルイソボルネオール標準液を段階的にメスフラスコに採り、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 $\mu$ 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、2 - メチルイソボルネオール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) 2 - メチルイソボルネオール標準原液

「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) 2 - メチルイソボルネオール標準液

「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、2 - メチルイソボルネオール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 $\mu$ 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2 - メチルイソボルネオールとして0.000001ないし0.0001mg/Lを含むように検水を調製したものを)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，95，107，135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2 - メチルイソボルネオールの濃度を求め，検水中の2 - メチルイソボルネオールの濃度を算定する。

##### (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

2 - メチルイソボルネオール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，2 - メチルイソボルネオールの濃度とピーク高さ又はピーク面積との関係を求める。



## 4 4 有機物質(TOC)

### 総有機炭素計測定法

#### (一) 試薬

##### (1) 再精製水

イオン交換法，逆浸透膜法，蒸留法あるいは紫外線照射法の組合せによって精製したもの。この水は，総有機炭素濃度が0.2mg/L以下又は同等の品質を有するもの。

##### (2) 総有機炭素標準原液

120 で1時間加熱し，デシケーター中で放冷したフタル酸水素カリウム2.125gを再精製水に溶かして1Lとしたもの。

この溶液1mlは，炭素1mgを含む。

この溶液は，冷暗所に保存すると2か月間は安定である。

##### (3) 総有機炭素標準液

総有機炭素標準原液を再精製水で10倍に薄めたもの。

この溶液1mlは，炭素0.1mgを含む。

この溶液は，使用の都度調製する。

##### (4) その他

装置に必要な試薬を調製する。

#### (二) 装置

##### 総有機炭素定量装置

無機炭素除去部，試料採取部，反応器，除湿器，データ処理部などを組み合わせたもの。

#### (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

有機炭素の測定において，懸濁物質が含まれている場合には，ホモジナイザー，ミキサー，超音波発生器などで懸濁物質を破碎し，均一に分散させ，これを試験溶液(有機炭素として0.2ないし10mg/L)とする。

溶存有機炭素の測定は，試料を1 $\mu$ mのガラス繊維ろ紙でろ過する。直径47mmのろ紙を用いたときは，初めのろ液20mlを捨て，その後のろ液を試験溶液とする。

##### (2) 分析

装置を作動状態にし，総有機炭素標準液を再精製水で希釈して濃度0.2mg/Lの標準液を調製し，試料容器に入れ，無機炭素と有機炭素を測定してピーク高さ又はピーク面積を求める。この操作を数回繰り返す，ピーク高さ又はピーク面積が一定となり，通常の感度があることを確認する。

(1)で得られた試験溶液の一定量を総有機炭素定量装置で測定を行い，ピーク高さは又はピーク面積を求め，(五)により作成した検量線から総有機炭素の濃度を算定す

る。

#### (五) 検量線の作成

総有機炭素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100mlとする。以下(四)の(2)と同様に操作して，総有機炭素濃度とピーク高さ又はピーク面積との関係を求める。

## 4 5 味

### 官能法

#### (一) 試料の採取及び保存

試料は、精製水で洗浄したガラス瓶に採取し、直ちに試験する。

#### (二) 試験操作

検水 100ml をビーカーに採り、40 ないし 50 に加温した後、口に含んで塩素味以外の味を調べる。

## 4 6 色度

### 第 1 比色法

#### (一) 試 薬

##### (1) 色度標準原液

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

この溶液は，色度 1000 度に相当する。

この溶液は，褐色瓶に入れて冷暗所に保存する。

##### (2) 色度標準液

色度標準原液を精製水で 10 倍に薄めたものの。

この溶液は，色度 100 度に相当する。

##### (3) 色度標準列

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

#### (二) 器 具

##### 比色管

全長約 37cm の共栓付き平底無色試験管で，底部から 30cm の高さに 100ml の刻線を付けたものの。

#### (三) 試料の採取及び保存

「3 7 蒸発残留物(重量法)」の例による。

#### (四) 試験操作

検水 100ml を比色管に採り，色度標準列と比色して検水中の色度を求める。

### 第 2 透過光測定法(その 1)

#### (一) 試 薬

##### (1) 色度標準原液

「第 1 比色法」の例による。

##### (2) 色度標準液

「第 1 比色法」の例による。

この溶液は，色度 100 度に相当する。

#### (二) 装 置

光電分光光度計

#### (三) 試料の採取及び保存

「37 蒸発残留物(重量法)」の例による。

#### (四) 試験操作

検水 100ml(又は検水の色度が 10 度以上のときは適量を探り，精製水を加えて 100ml としたもの)の一部を吸収セル(50mm 又は 100mm)に採り，光電分光光度計を用いて，波長 390nm 付近で吸光度を測定し，(五)により作成した検量線から検水中の色度を算定する。

#### (五) 検量線の作成

色度標準液を段階的に比色管に採り，それぞれに精製水を加えて 100ml とする。以下(四)と同様に操作して，色度と吸光度との関係を求める。

## 第 2 透過光測定法(その 2)

### (一) 試薬

#### (1) 色度標準原液

「第 1 比色法」の例による。

#### (2) 色度標準液

色度標準原液を精製水で 100 倍に薄めたもの。

この溶液は，色度 10 度に相当する。

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

#### (3) 色度ゼロ校正水

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

### (二) 装置

透過光測定方式による連続自動測定機器で，定量下限値が 0.2 度以下(変動係数 10%)の性能を有するもの。

### (三) 装置の校正

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

#### (1) ゼロ点校正

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

#### (2) スパン校正

色度標準液を通水又は色度標準板を用いて校正する。

なお，機種によって色度標準液又は色度標準板で校正したにもかかわらず，水道水の測定値が「第 2 透過光測定法(その 1)」で測定した値と一致しない場合は，「第 2 透過光測定法(その 1)」で測定した値にスパンを合わせる。

### (四) 保守管理基準

保守管理基準は、運用中の装置について常時保持されていなければならない精度の基準で、 $\pm 0.5$  度以内とする。

保守管理基準を満たしていない場合は、原則として保守管理基準を満たしていることが確認された直近の時点以降の測定値は本方法による値として扱うことはできないものとする。

#### **(五) 測定操作**

装置に検水を通して色度を測定する。

#### **(六) 定期保守**

保守管理基準を満たすため、定期的に洗浄、点検整備、標準液による校正等を行う。

## 4 7 臭気

### 官能法

#### (一) 試料の採取及び保存

「4 3 味(官能法)」の例による。

#### (二) 試験操作

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

## 4 8 蒸発残留物

### 重量法

#### (一) 器具

蒸発皿

#### (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。

#### (三) 試験操作

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

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



## 4 9 濁度

### 第 1 比濁法

#### (一) 試 薬

- (1) ポリスチレン系粒子懸濁液(10w/w%)

表 1 - 1 に示す5種類の標準粒子(ポリスチレン系粒子)。

- (2) ポリスチレン系粒子懸濁液

それぞれのポリスチレン系粒子懸濁液(10w/w%)を十分に懸濁させた後、速やかにそれぞれ1.000gを別々のメスフラスコに採り、精製水を加えて100mlとしたもの。

これらの溶液1mlは、ポリスチレンをそれぞれ0.1mg含む。

- (3) 濁度標準液

表 1 - 2 に示す量の5種類のポリスチレン系粒子懸濁液をよく振り混ぜながらホールピペットなどを用いてメスフラスコに採り、精製水を加えて500mlとしたもの。

この溶液は、濁度100度に相当する。

- (4) 濁度標準列

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

表 1 - 1 標準粒子(ポリスチレン系粒子)

呼び径 ( $\mu\text{m}$ )	平均粒子径の範囲 ( $\mu\text{m}$ )	最大変動係数値 (%)
0.5	0.475 ~ 0.525	3.0
1.0	0.950 ~ 1.050	3.0
2.0	1.900 ~ 2.100	3.0
5.0	4.750 ~ 5.250	3.0
10.0	9.50 ~ 10.50	3.0
備考	比重 1.04 ~ 1.07 屈折率 1.54 ~ 4.65 形状 球状	

表 1 - 2 濁度標準液(100度)調製時におけるポリスチレン系粒子懸濁液(0.1mgポリスチレン/ml)の混合比率及び分取量

呼び径 ( $\mu\text{m}$ )	混合比率 (%)	分取量(メスフラスコ500mlに対して) (ml)
0.5	6	10.0
1.0	17	28.3
2.0	36	60.0
5.0	29	48.3
10.0	12	20.0

## (二) 器具

### 比色管

全長約37cmの栓付き平底無色試験管で、底部から30cmの高さに100mlの刻線をつけたもの。

## (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

検水100mlを比色管に採り、濁度標準列の比濁して検水の濁度を求める。

## 第2 透過光測定法(その1)

### (一) 試薬

(1) ポリスチレン系粒子懸濁液(10w/w%)

「第1 比濁法」の例による。

(2) ポリスチレン系粒子懸濁液

「第1 比濁法」の例による。

(3) 濁度標準液

「第1 比濁法」の例による。

この溶液は、濁度100度に相当する。

### (二) 器具及び装置

(1) 比色管

「第1 比濁法」の例による。

(2) 光電分光光度計

### (三) 試料の採取及び保存

「第1 比濁法」の例による。

### (四) 試験操作

検水を吸収セル(20mm)に採り、光電分光光度計を用いて、波長660nm付近で吸光度を測定し、(五)により作成した検量線から検水中の濁度を算定する。

### (五) 検量線の作成

濁度標準液を段階的に比色管に採り、それぞれに精製水を加えて100mlとする。以下(四)と同様に操作して、濁度と吸光度との関係を求める。

## 第2 透過光測定法(その2)

### (一) 試薬

(1) ポリスチレン系粒子懸濁液(10w/w%)

「第1 比濁法」の例による。

(2) ポリスチレン系粒子懸濁液

「第1 比濁法」の例による。

### (3) 濁度標準液

濁度標準原液を精製水で希釈したもの。希釈割合は、装置で指定している濁度となるようにする。

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

### (4) 濁度ゼロ校正水

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

## (二) 装置

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

## (三) 装置の校正

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

### (1) ゼロ点校正

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

### (2) スパン校正

濁度標準液を通水又は濁度標準板を用いて校正する。

なお、機種によって濁度標準液又は濁度標準板で校正したにもかかわらず、水道水の測定値が「第2 透過光測定法(その1)」又は「第3 積分球式光電光度法(その1)」で測定した値と一致しない場合は、「第2 透過光測定法(その1)」又は「第3 積分球式光電光度法(その1)」で測定した値にスパンを合わせる。

## (四) 保守管理基準

保守管理基準は、運用中の装置について常時保持されていなければならない精度の基準で、 $\pm 0.1$ 度以内とする。

保守管理基準を満たしていない場合は、原則として保守管理基準を満たしていることが確認された直近の時点以降の測定値は本方法による値として扱うことはできないものとする。

## (五) 測定操作

装置に検水を通して濁度を測定する。

## (六) 定期保守

保守管理基準を満たすため、定期的に洗浄、点検整備、標準液による校正等を行う。

## 第3 積分球式光電光度法(その1)

### (一) 試薬

#### (1) ポリスチレン系粒子懸濁液(10w/w%)

「第1 比濁法」の例による。

#### (2) ポリスチレン系粒子懸濁液

「第1 比濁法」の例による。

(3) 濁度標準液

「第1 比濁法」の例による。

この溶液は、濁度100度に相当する。

(二) 器具及び装置

(1) 比色管

「第1 比濁法」の例による。

(2) 積分球式濁度計

(三) 試料の採取及び保存

「第1 比濁法」の例による。

(四) 試験操作

積分球式濁度計を用いて検水中の散乱光量を測定し、(五)により作成した検量線から検水中の濁度を算定する。

(五) 検量線の作成

濁度標準液を段階的に比色管に採り、それぞれに精製水を加えて100mlとする。以下(四)と同様に操作して、濁度と吸光度との関係を求める。

### 第3 積分球式光電光度法(その2)

「第2 透過光測定法(その2)」の例による。

ただし、「(二)装置」については、「積分球式光電光度方式の連続自動測定機器で、定量下限値が0.1度以下(変動係数10%)の性能を有するもの。」とする。

### 第4 散乱光測定法

「第2 透過光測定法(その2)」の例による。

ただし、「(二)装置」については、「散乱光測定方式の連続自動測定機器で、定量下限値が0.1度以下(変動係数10%)の性能を有するもの。」とする。

### 第5 透過散乱法

「第2 透過光測定法(その2)」の例による。

ただし、「(二)装置」については、「透過散乱方式の連続自動測定機器で、定量下限値が0.1度以下(変動係数10%)の性能を有するもの。」とする。

# 50 pH値

## 第1 ガラス電極法(その1)

### (一) 試薬

(1) 無炭酸精製水

(2) フタル酸塩標準緩衝液(0.05mol/L) [pH4.01(25℃)]

メノウ乳鉢中で微粉末とし、105℃ないし110℃で3ないし4時間以上乾燥させ、デシケーター中で放冷したフタル酸水素カリウム 10.21g を無炭酸精製水に溶かして 1L としたものを。

(3) リン酸塩標準緩衝液(0.025mol/L) [pH6.86(25℃)]

110℃ないし120℃で2時間以上乾燥し、デシケーター中で放冷したリン酸二水素カリウム 3.40g 及び同様に乾燥したリン酸一水素ナトリウム 3.55g を無炭酸精製水に溶かして 1L としたものを。

(4) ホウ酸塩標準緩衝液(0.01mol/L) [pH9.18(25℃)]

臭化ナトリウム(2水塩)を入れたデシケーター中で乾燥した四ホウ酸ナトリウム(10水塩)3.81g を無炭酸精製水に溶かして 1L としたものを。

### (二) 装置

pH計

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

表1 各温度における標準緩衝液のpH値

液温(℃)	フタル酸塩標準緩衝液 (0.05mol/L)	リン酸塩標準緩衝液 (0.025mol/L)	ホウ酸塩標準緩衝液 (0.01mol/L)
0	4.01	6.98	9.46
5	4.01	6.95	9.39
10	4.00	6.92	9.33
15	4.00	6.90	9.27
20	4.00	6.88	9.22
25	4.01	6.86	9.18
30	4.01	6.85	9.14
35	4.02	6.84	9.10
40	4.03	6.84	9.07
45	4.04	6.83	9.04
50	4.06	6.83	9.01

55	4.08	6.84	8.99
60	4.10	6.84	8.96

### (三) 試料の採取及び保存

「蒸発残留物(重量法)」の例による。

### (四) 試験操作

pH 計を用いて検水の pH 値を測定する。

## 第 1 ガラス電極法(その 2)

### (一) 試薬

- (1) 無炭酸精製水
- (2) フタル酸塩標準緩衝液(0.05mol/L) [ pH4.01(25 ) ]  
「第 1 ガラス電極法」の例による。
- (3) リン酸塩標準緩衝液(0.025mol/L) [ pH6.86(25 ) ]  
「第 1 ガラス電極法」の例による。
- (4) ホウ酸塩標準緩衝液(0.01mol/L) [ pH9.18(25 ) ]  
「第 1 ガラス電極法」の例による。

### (二) 装置

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

### (三) 装置の校正

あらかじめ電極部分及び配管の洗浄を行った後、(一)の各標準緩衝液を用いて、pH4 と pH7 又は pH7 と pH9 の 2 点校正を行う。

### (四) 保守管理基準

保守管理基準は、運用中の装置について常時保持されていなければならない精度の基準で、 $\pm 0.1\text{pH}$  以内とする。

保守管理基準を満たしていない場合は、原則として保守管理基準を満たしていることが確認された直近の時点以降の測定値は本方法による値として扱うことはできないものとする。

### (五) 測定操作

装置に検水を通して pH 値を測定する。

### (六) 定期保守

保守管理基準を満たすため、定期的にガラス電極及びその周辺の洗浄、点検整備、標準緩衝液による校正等を行う。

# 残留塩素

## 第1 比色法(DPD法)

### (一) 試薬

#### (1) DPD試薬

N,N-ジエチル-*p*-フェニレンジアミン硫酸塩1.0gをメノウ乳鉢中で粉碎し，これに無水硫酸ナトリウム24gを加え，結晶粒を粉碎しない程度に混和したもの。

この試薬は，褐色瓶に入れて冷暗所に保存する。

#### (2) リン酸二水素カリウム溶液(0.2mol/L)

リン酸二水素カリウム27.22gを精製水に溶かして1Lとしたもの。

#### (3) 水酸化ナトリウム溶液(0.2mol/L)

水酸化ナトリウム8.00gを精製水に溶かして1Lとしたもの。

#### (4) リン酸緩衝液

リン酸二水素カリウム溶液(0.2mol/L)100mlと水酸化ナトリウム溶液(0.2mol/L)35.4mlとを混合した後，これにトランス-1,2-シクロヘキサンジアミン四酢酸0.13gを溶かしたもの。

この溶液のpH値は6.5である。

#### (5) Acid Red 265標準原液

105ないし110 で3ないし4時間乾燥させ，デシケーター中で放冷したAcid Red 265(N-*p*-トリルスルホニルH酸)0.329gを精製水に溶かして1Lとしたもの。

#### (6) Acid Red 265標準液

Acid Red 265標準原液を精製水で10倍に薄めたもの。

#### (7) 残留塩素標準比色列

Acid Red 265標準液と精製水とを表1に従って共栓付き比色管に採り，混合したもの。

この標準比色列は，密栓して暗所に保存する。

表1 DPD法残留塩素標準比色列

残留塩素(mg/L)	Acid Red 265標準液(ml)	精製水(ml)
0.05	0.5	49.5
0.1	1.0	49.0
0.2	2.0	48.0
0.3	3.0	47.0
0.4	4.0	46.0

0.5	5.0	45.0
0.6	6.0	44.0
0.7	7.0	43.0
0.8	8.0	42.0
0.9	9.0	41.0
1.0	10.0	40.0
1.1	11.0	39.0
1.2	12.0	38.0
1.3	13.0	37.0
1.4	14.0	36.0
1.5	15.0	35.0
1.6	16.0	34.0
1.7	17.0	33.0
1.8	18.0	32.0
1.9	19.0	31.0
2.0	20.0	30.0

## (二) 器具

共栓付き比色管

容量50mlのもの。

## (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に採取し、直ちに試験する。

## (四) 試験操作

### (1) 遊離残留塩素

リン酸緩衝液2.5mlを共栓付き比色管に採り、これにD P D試薬0.5gを加える。次に、検水を加えて全量を50mlとし、混和後、呈色を残留塩素標準比色列と側面から比色して、試料中の遊離残留塩素の濃度を求める。

### (2) 残留塩素

(1)で発色させた溶液にヨウ化カリウム約0.5gを加えて溶かし、約2分間静置後の呈色を残留塩素標準比色列と側面から比色して、試料中の残留塩素の濃度を求める。

### (3) 結合残留塩素

残留塩素濃度と遊離残留塩素濃度との差から試料中の結合残留塩素の濃度を算定する。



## 第2 電流法

### (一) 試薬

#### (1) でんぷん溶液

可溶性でんぷん1gを精製水約100mlと混ぜながら、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。

#### (2) 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。

#### (3) 硫酸(1+5)

#### (4) チオ硫酸ナトリウム溶液(0.1mol/L)

チオ硫酸ナトリウム溶液(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  $f_1$  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を続ける。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。

$$\text{ファクター}(f_1) = 25 / a$$

#### (5) ヨウ素溶液(0.0141mol/L)

ヨウ素約13g及びヨウ化カリウム20gを精製水20mlに溶かした後、更に精製水を加えて1Lとし、以下の操作によりヨウ素溶液のファクター  $f_2$  を求める。

ヨウ素溶液25mlを三角フラスコに採り、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を加え、液の青色が消えるまで更に滴定を続ける。これに要したチオ硫酸ナトリウム溶液(0.1mol/L)のml数  $b$  から次式によりファクターを算定する。

$$\text{ファクター}(f_2) = b \times f_1 / 25$$

この式において、 $f_1$ はチオ硫酸ナトリウム溶液(0.1mol/L)のファクターを表す。

次いで、ヨウ化カリウム20gを精製水20mlに溶かし、これに上記ヨウ素溶液の  $28 / f_2$  ml ( $f_2$ はヨウ素溶液のファクター)を加え、更に精製水を加えて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。

(6) 水酸化ナトリウム溶液(0.3mol/L)

(7) 塩酸(1+10)

(8) フェニルアルセノオキサイド溶液(0.00282mol/L)

フェニルアルセノオキサイド(酸化フェニルヒ素)0.8gを水酸化ナトリウム溶液(0.3mol/L)150mlに溶かす。この溶液110mlに精製水800mlを加えて混合し、更に塩酸(1+10)でpH値を6.0ないし7.0とし、以下の操作によりフェニルアルセノオキサイド溶液(0.00282mol/L)のファクター $f_3$ を算定する。

ヨウ素溶液(0.0141mol/L)1mlをメスフラスコに採り、精製水を加えて200mlとする。この一定量(V)を採り、電流滴定器を用いてフェニルアルセノオキサイド溶液(0.00282mol/L)で滴定し、これに要したフェニルアルセノオキサイド溶液(0.00282mol/L)のml数cから次式によりファクターを算定する。

$$\text{ファクター}(f_3) = \{ 0.0141 / (0.00282 \times c) \} \times V / 200$$

上記フェニルアルセノオキサイド溶液(0.00282mol/L)の1000/ $f_3$ ml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、有効塩素として0.2mgを含む量に相当する。

この溶液は、クロロホルム1mlを加え、褐色瓶に入れて暗所に保存する。

(9) 次亜塩素酸ナトリウム溶液(1w/v%)

この溶液は、使用の都度調製する。

(10) 亜硫酸ナトリウム溶液(5w/v%)

この溶液は、使用の都度調製する。

(11) リン酸緩衝液(pH7)

リン酸二水素カリウム25.4gとリン酸一水素ナトリウム34.1gとを精製水800mlに溶かし、次亜塩素酸ナトリウム溶液(1w/v%)を遊離残留塩素が検出される程度に加え、更に精製水を加えて1Lとし、4ないし5日間暗所に静置する。

次いで、直射日光にさらすか、亜硫酸ナトリウム溶液(5w/v%)を用いて残留塩素を除去する。

(12) 酢酸緩衝液(pH4)

酢酸480gと酢酸ナトリウム(3水塩)243gとを精製水400mlに溶かし、次亜塩素酸ナトリウム溶液(1w/v%)を遊離残留塩素が検出される程度に加え、更に精製水を加えて1Lとし、4ないし5日間暗所に静置する。

次いで、直射日光にさらすか、亜硫酸ナトリウム溶液(5w/v%)を用いて残留塩素を除去する。

(13) ヨウ化カリウム溶液

ヨウ化カリウム25gを精製水に溶かして500ml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。

## (二) 装置

電流滴定器

## (三) 試料の採取及び保存

「第1 ジエチル-*p*-フェニレンジアミン法」の例による。

## (四) 試験操作

### (1) 遊離残留塩素

検水の適量にリン酸緩衝液(pH7)1mlを加え、電流滴定器を用いてフェニルアルセノオキサイド溶液(0.00282mol/L)で滴定し、これに要したフェニルアルセノオキサイド溶液(0.00282mol/L)のml数 *d* から、次式により試料中の遊離残留塩素の濃度を算定する。

$$\text{遊離残留塩素(mg/L)} = d \times 0.200 \times 1000 / \text{検水(ml)}$$

### (2) 残留塩素

検水の適量にヨウ化カリウム溶液1mlと酢酸緩衝液(pH4)1mlとを加えた後、電流滴定器を用いて(1)と同様に操作して、試料中の残留塩素の濃度を算定する。

### (3) 結合残留塩素

残留塩素濃度と遊離残留塩素濃度との差から試料中の結合残留塩素の濃度を算定する。

## 第3 吸光光度法(その1)

### (一) 試薬

#### (1) DPD 試薬

「第1 ジエチル-*p*-フェニレンジアミン法」の例による。

#### (2) リン酸二水素カリウム溶液(0.2mol/L)

「第1 ジエチル-*p*-フェニレンジアミン法」の例による。

#### (3) 水酸化ナトリウム溶液(0.2mol/L)

「第1 ジエチル-*p*-フェニレンジアミン法」の例による。

#### (4) リン酸緩衝液

「第1 ジエチル-*p*-フェニレンジアミン法」の例による。

#### (5) ヨウ化カリウム

#### (6) 希釈水

精製水1Lに塩素水(濃度約50mg/L)約3mlを加えた後、直火で煮沸又は紫外線(太陽光線など)を照射して残留塩素を除いたもの。

#### (7) でんぷん溶液

「第2 電流法」の例による。

#### (8) 硫酸(1+5)

(9) ヨウ素酸カリウム溶液(0.017mol/L)

「第2 電流法」の例による。

(10) ヨウ素酸カリウム溶液(0.0017mol/L)

ヨウ素酸カリウム溶液(0.017mol/L)を精製水で10倍に薄めたもの。

(11) チオ硫酸ナトリウム溶液(0.1mol/L)

「第2 電流法」の例による。

(12) チオ硫酸ナトリウム溶液(0.01mol/L)

チオ硫酸ナトリウム溶液(0.1mol/L)を精製水で10倍に薄めたもの。

なお，以下の操作によりチオ硫酸ナトリウム溶液(0.01mol/L)のファクター  $f_2$  を求める。

ヨウ素酸カリウム溶液(0.0017mol/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(0.01mol/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(0.01mol/L)のml数  $b$  から次式によりファクターを算定する。

$$\text{ファクター}(f_2) = 25 / b$$

(13) 標準塩素水(50mg Cl/L)

浄水処理において液体塩素を用いている場合は，有効塩素濃度約5%の次亜塩素酸ナトリウム溶液に硫酸(1+4)を滴加して発生した塩素ガスを精製水に吸収させて塩素水を調製する。

次亜塩素酸ナトリウムを用いている場合は，次亜塩素酸ナトリウムを精製水に溶かして塩素水を調製する。

その他の塩素剤で処理している場合は，その塩素剤を精製水に溶かして塩素水を調製する。

なお，以下の操作により塩素水の有効塩素を測定する。

塩素水100mlをフラスコ1Lに採り，ヨウ化カリウム1g，硫酸(1+5)5ml及びでんぷん溶液5mlを加え，ここに生じた青色が消えるまでチオ硫酸ナトリウム溶液(0.1mol/L)で手早く滴定する。

もし，析出したヨウ素量が多い場合は，でんぷん溶液を加える前にチオ硫酸ナトリウム溶液(0.1mol/L)を検水の褐色が淡黄色になるまで滴加し，次いででんぷん溶液5mlを加え，上記と同様に滴定する。滴定に要したチオ硫酸ナトリウム溶液(0.1mol/L)のml数  $a$  から，次式により塩素水に含まれる有効塩素の量(mg/L)を算定する。

$$\text{有効塩素(mg/L)} = 3.545 \times a \times f_1 \times 1000 / \text{検水ml}$$

この式において、 $f_1$ はチオ硫酸ナトリウム溶液(0.1mol/L)のファクターを表す。有効塩素濃度を測定した塩素水を約50mg/Lになるように希釈水を用いて希釈し、これを標準塩素水とする。

50mg/Lに調製した場合は、その1mlは有効塩素0.05mgを含む。

標準塩素水は、使用の都度その有効塩素濃度を測定する。

## (二) 器具及び装置

### (1) 共栓付き比色管

「第1 ジエチル-*p*-フェニレンジアミン法」の例による。

### (2) 光電分光光度計

## (三) 試料の採取及び保存

「第1 ジエチル-*p*-フェニレンジアミン法」の例による。

## (四) 試験操作

### (1) 遊離残留塩素の測定

リン酸緩衝液2.5mlを共栓付き比色管50mlに採り、これにD P D試薬0.5gを加える。次に、検水を加えて全量を50mlとし、混和後、呈色した検液の適量を吸収セルに採り、光電分光光度計を用いて波長510ないし555nm付近における吸光度を測定し、(五)により作成した検量線から試料中の遊離残留塩素の濃度を求める。

ただし、検水を測定する波長と検量線を作成するとき波長は、同一の波長とする。

### (2) 残留塩素の測定

(1)で発色させた溶液にヨウ化カリウム約0.5gを加えて溶かし、約2分間静置後、(1)と同様に測定して試料中の残留塩素の濃度を求める。

### (3) 結合残留塩素の測定

残留塩素濃度と遊離残留塩素濃度との差から試料中の結合残留塩素の濃度を算定する。

## (五) 検量線の作成

標準塩素水を用いて希釈水で適宜に希釈し、段階的に0.05ないし3mg/L程度の標準列を調製する。次いで、直ちに各標準列について(四)(1)と同様に操作して吸光度を測定すると同時に、(一)(11)の方法により、それぞれの遊離残留塩素の濃度を求め、それを基準として検量線を作成する。ただしその際、チオ硫酸ナトリウム溶液(0.01mol/L)を使用し、計算式の係数3.545は0.3545とする。

## 第3 吸光光度法(その2)

### (一) 試薬

#### (1) D P D 試薬

「第1 DPD法」の例による。

(2) リン酸緩衝液

「第1 DPD法」の例による。

(3) 遊離残留塩素ゼロ校正水

精製水又は測定の対象とする水道水から遊離残留塩素を除いたもの。

(4) 遊離残留塩素スパン校正水

次亜塩素酸ナトリウム液を精製水又は水道水で薄めて約2mg/Lとし、「第1 ジエチル-p-フェニレンジアミン法(DPD法)」、「第2 電流法」、「第3 吸光度法(その1)」によって遊離残留塩素濃度を求めたもの。

**(二) 装置**

光電分光光度計による連続自動測定機器で、定量下限値が0.05mg/L以下(変動係数10%)の性能を有するもの。

**(三) 装置の校正**

あらかじめ測定部分及び配管の洗浄を行った後、遊離残留塩素ゼロ校正水、遊離残留塩素スパン校正水を通水して、装置のゼロ点及びスパンを繰り返し校正する。

(1) ゼロ点校正

装置に遊離残留塩素ゼロ校正水を通水する。信号が十分に安定した後、ゼロ点を合わせる。

(2) スパン校正

遊離残留塩素スパン校正水を通水する。信号が十分に安定した後、あらかじめ測定した遊離残留塩素スパン校正水の遊離残留塩素濃度値に合わせる。

**(四) 保守管理基準**

保守管理基準は、運用中の装置について常時保持されていなければならない精度の基準で、 $\pm 0.05\text{mg/L}$ 以内とする。

保守管理基準を満たしていない場合は、原則として保守管理基準を満たしていることが確認された直近の時点以降の測定値は本方法による値として扱うことはできないものとする。

**(五) 試験操作**

装置に検水を通して遊離残留塩素を測定する。

**(六) 定期保守**

保守管理基準を満たすため、定期的に洗浄、点検整備、校正水による校正等を行う。

## 第4 ポーラログラフ法

**(一) 試薬**

(1) 臭化カリウム溶液(4w/v%)

臭化カリウム40gを精製水で1Lとしたもの。

(2) 酢酸ナトリウム溶液(1w/v%)

無水酢酸ナトリウム10gを精製水で1Lとしたもの。

(3) 酢酸溶液(1v/v%)

酢酸10mlを精製水で1Lとしたもの。

(4) 遊離残留塩素ゼロ校正水

測定の対象とする水道水から遊離残留塩素を除いたもの。

(5) 遊離残留塩素スパン校正水

次亜塩素酸ナトリウム液を水道水で薄めて約2mg/Lとし、「第1 ジエチル-*p*-フェニレンジアミン法(DPD法)」、「第2 電流法」、「第3 吸光光度法(その1)」によって遊離残留塩素濃度を求めたもの。

**(二) 装置**

無試薬方式又は有試薬方式によるポーラログラフ方式の連続自動測定機器で、定量下限値が0.05mg/L以下(変動係数10%)の性能を有するもの。ただし、有試薬方式は、(一)の(1)から(3)の試薬を注入するようになっているもの。

**(三) 装置の校正**

あらかじめ測定部分及び配管の洗浄を行った後、遊離残留塩素ゼロ校正水、遊離残留塩素スパン校正水を通水して、残留塩素計のゼロ点及びスパンを繰り返し校正する。

(1) ゼロ点校正

「第3 吸光光度法(その2)」の例による。

(2) スパン校正

「第3 吸光光度法(その2)」の例による。

ただし、無試薬方式の場合は、遊離残留塩素スパン校正水のpH値を測定対象の水道水のpH値に合わせる。

**(四) 保守管理基準**

「第3 吸光光度法(その2)」の例による。

**(五) 測定操作**

「第3 吸光光度法(その2)」の例による。

**(六) 定期保守**

「第3 吸光光度法(その2)」の例による。