

水質管理目標設定項目の検査方法

(平成15年10月10日付健水発第1010001号)

(最終改正 平成19年11月15日)

厚生労働省健康局水道課

－ 目 次 －

目標 1	アンチモン	1
目標 2	ウラン	3
目標 3	ニッケル	4
目標 4	亜硝酸態窒素	7
目標 5	1,2-ジクロロエタン	7
目標 6	トランス-1,2-ジクロロエチレン	7
目標 7	1,1,2-トリクロロエタン	7
目標 8	トルエン	7
目標 9	フタル酸ジ(2-エチルヘキシル)	7
目標 10	亜塩素酸	9
目標 11	削除	
目標 12	二酸化塩素	9
目標 13	ジクロロアセトニトリル	13
目標 14	抱水クロラール	13
目標 15	農薬類	13
目標 16	残留塩素	17
目標 17	カルシウム、マグネシウム等(硬度)	18
目標 18	マンガン	18
目標 19	遊離炭酸	19
目標 20	1,1,1-トリクロロエタン	21
目標 21	メチル-t-ブチルエーテル	21
目標 22	有機物等(過マンガン酸カリウム消費量)	21
目標 23	臭気強度(TON)	21
目標 24	蒸発残留物	22
目標 25	濁度	22
目標 26	pH値	23
目標 27	腐食性(ランゲリア指数)	23
目標 28	従属栄養細菌	25
別添方法 1	ページ・トラップーガスクロマトグラフー質量分析計による 一斉分析法	27
別添方法 2	ヘッドスペースーガスクロマトグラフー質量分析計による一斉分析法	29
別添方法 3	溶媒抽出ーガスクロマトグラフー質量分析計による一斉分析法	31
別添方法 4	誘導結合プラズマー質量分析装置による一斉分析法	34
別添方法 5	固相抽出ーガスクロマトグラフー質量分析計による一斉分析法	36
別添方法 6	固相抽出ー誘導体化ーガスクロマトグラフー質量分析計による 一斉分析法	43

別添方法7	パージ・トラップーガスクロマトグラフー質量分析法	46
別添方法8	ヘッドスペースーガスクロマトグラフー質量分析法	48
別添方法9	固相抽出ー高速液体クロマトグラフによる一斉分析法	50
別添方法10	固相抽出ー高速液体クロマトグラフ法	52
別添方法11	固相抽出ー高速液体クロマトグラフ法	54
別添方法12	誘導体化ー高速液体クロマトグラフ法	56
別添方法13	誘導体化ー高速液体クロマトグラフ法	58
別添方法14	高速液体クロマトグラフーポストカラムによる一斉分析法	61
別添方法15	高速液体クロマトグラフーポストカラム法	63
別添方法16	固相抽出ー高速液体クロマトグラフーポストカラム法	65
別添方法17	溶媒抽出ー高速液体クロマトグラフーポストカラム法	68
別添方法18	固相抽出ー液体クロマトグラフー質量分析計による一斉分析法	71
別添方法19	固相抽出ー液体クロマトグラフー質量分析法	76
別添方法20	液体クロマトグラフー質量分析計による一斉分析法	78
別紙1	水質管理目標設定項目の測定精度	81
別紙2	農薬類(水質管理目標設定項目15)の測定精度	83

※ 本紙中、「検査方法告示」は平成15年厚生労働省告示第261号(最終改正平成19年厚生労働省告示第386号)「水質基準に関する省令の規定に基づき厚生労働大臣が定める方法」をいい、「残留塩素検査方法告示」は平成15年厚生労働省告示第318号(最終改正平成17年厚生労働省告示第75号)「水道法施行規則第17条第2項の規定に基づき厚生労働大臣が定める遊離残留塩素及び結合残留塩素の検査方法」をいう。

目標 1 アンチモン

第 1 水素化物発生－原子吸光光度法

1 試 薬

- (1) 塩酸 (1+1)
- (2) 塩酸 (1+3)
- (3) 塩酸 (2+3)
- (4) ヨウ化カリウム溶液 (20w/v%)
- (5) 水素化ホウ素ナトリウム溶液
検査方法告示の別表第 8 の 1 (3) の例による。
- (6) アンチモン標準原液
別添方法 4 の 1 (7) の例による。
- (7) アンチモン標準液
アンチモン標準原液を精製水で1000倍に薄めたもの
この溶液1mlは、アンチモン0.001mgを含む。
この溶液は、使用の都度調製する。

2 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アンチモン中空陰極ランプ
- (3) アルゴンガス
検査方法告示の別表第 3 の 2 (2) の例による。
- (4) 加熱吸収セル

3 試料の採取及び保存

検査方法告示の別表第 3 の 3 の例による。

4 試験操作

(1) 前処理

検水 20～100ml (検水に含まれるアンチモンの濃度が 0.01mg/L を超える場合には、0.0001～0.01mg/L となるように精製水を加えて調製したもの) を採り、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

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) 及び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 217.6nm で吸光度を測定し、下記 5 により作成した検量線から試験溶液中のアンチモンの濃度を求め、検水中のアンチモンの濃度を算定する。

5 検量線の作成

アンチモン標準液を段階的にメスフラスコに採り、それぞれに塩酸(1+1)4ml及びヨウ化カリウム溶液(20w/v%)2mlを加え、更に精製水を加えて20mlとする。以下上記4(2)と同様に操作して、アンチモンの濃度と吸光度との関係を求める。

第2 水素化物発生－誘導結合プラズマ発光分光分析法

1 試薬

- (1) 塩酸(1+1)
- (2) 塩酸(1+3)
- (3) 塩酸(2+3)
- (4) ヨウ化カリウム溶液(20w/v%)
- (5) 水素化ホウ素ナトリウム溶液
検査方法告示の別表第8の1(3)の例による。
- (6) アンチモン標準原液
別添方法4の1(7)の例による。
- (7) アンチモン標準液
第1の1(7)の例による。
この溶液1mlは、アンチモン0.001mgを含む。

2 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
検査方法告示の別表第3の2(2)の例による。

3 試料の採取及び保存

検査方法告示の別表第3の3の例による。

4 試験操作

- (1) 前処理
第1の4(1)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)及び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217.581nmで発光強度を測定し、下記5により作成した検量線から試験溶液中のアンチモンの濃度を求め、検水中のアンチモンの濃度を算定する。

5 検量線の作成

アンチモン標準液を段階的にメスフラスコに採り、それぞれに塩酸(1+1)4ml及びヨウ化カリウム溶液(20w/v%)2mlを加え、更に精製水を加えて20mlとする。以下上記4(2)と同

様に操作して、アンチモンの濃度と発光強度との関係を求める。

第3 誘導結合プラズマ質量分析法

別添方法4に定める方法

目標2 ウラン

第1 誘導結合プラズマ質量分析法

別添方法4に定める方法

第2 固相抽出ー誘導結合プラズマ発光分光分析法

1 試薬

(1) 硝酸(1+13)

(2) 硝酸(2+13)

(3) 酢酸アンモニウム

(4) 酢酸アンモニウム溶液(0.1mol/L)

(5) 水酸化ナトリウム溶液(1mol/L)

(6) CyDTA溶液(0.1mol/L)

trans-1,2-シクロヘキサンジアミン-N,N,N',N'-四酢酸(1水塩)(CyDTA)3.6gを
水酸化ナトリウム溶液(1mol/L)に溶かして100mlとしたもの

(7) 内部標準原液

検査方法告示の別表第5の1(1)の例による。

(8) 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。

(9) ウラン標準原液

この溶液1mlは、ウラン0.001mgを含む。

(10) ウラン標準液

ウラン標準原液を精製水で10倍に薄めたもの

この溶液1mlは、ウラン0.0001mgを含む。

2 器具及び装置

(1) 固相カラム

イミノ二酢酸キレート樹脂を充填したディスク若しくはミニカラム又はこれと同等
以上の性能を有するもの

(2) 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

(3) アルゴンガス

検査方法告示の別表第3の2(2)の例による。

3 試料の採取及び保存

検査方法告示の別表第3の3の例による。

4 試験操作

(1) 前処理

固相カラムに硝酸(2+13)20ml、精製水50mlを2回、酢酸アンモニウム溶液(0.1mol/L)50mlを順次注入する。次に、検水1000ml(検水に含まれるウランの濃度が0.02mg/Lを超える場合には、0.0002~0.02mg/Lとなるように精製水を加えて1000mlに調製したもの)を採り、試料採取のときに加えた量を含めて硝酸の量が10mlとなるように硝酸を加え、更に酢酸アンモニウム7.7gを加え、溶解させた後、C y D T A溶液(0.1mol/L)10mlを加える。この溶液をアンモニア水を用いてpH値を5.6に調整した後、毎分50~100ml(ミニカラムの場合は毎分10~20ml)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硝酸(1+13)5mlを2回緩やかに流し、試験管に採る。試験管の溶出液に内部標準液2mlを加え、更に精製水を加えて20mlとし、これを試験溶液とする。

なお、内部標準液は、分析装置による自動添加でもよい。

(2) 分 析

上記(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、ウランの測定波長385.958nm及びイットリウムの測定波長371.029nmでそれぞれの発光強度を測定し、イットリウムに対するウランの発光強度比を求め、下記5により作成した検量線から試験溶液中のウランの濃度を求め、検水中のウランの濃度を算定する。

5 検量線の作成

ウラン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及び内部標準液10mlを加え、更に精製水を加えて100mlとする。以下上記4(2)と同様に操作して、ウランの濃度と発光強度比との関係を求める。

なお、内部標準液の添加は、試験溶液と同様とする。

目標3 ニッケル

第1 フレームレス—原子吸光度法

1 試 薬

(1) 硝酸(1+1)

(2) 硝酸(1+160)

(3) ニッケル標準原液

別添方法4の1(9)の例による。

(4) ニッケル標準液

ニッケル標準原液を精製水で1000倍に薄めたもの

この溶液1mlは、ニッケル0.001mgを含む。

この溶液は、使用の都度調製する。

2 器具及び装置

(1) フレームレス原子吸光光度計及びニッケル中空陰極ランプ

(2) アルゴンガス

検査方法告示の別表第3の2(2)の例による。

3 試料の採取及び保存

検査方法告示の別表第3の3の例による。

4 試験操作

(1) 前処理

検水10～100ml(検水に含まれるニッケルの濃度が0.03mg/Lを超える場合には、0.0003～0.03mg/Lとなるように精製水を加えて調製したもの)を採り、試料採取のときに加えた量を含めて硝酸の量が1mlとなるように硝酸を加え、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

上記(1)で得られた試験溶液をフレームレス原子吸光光度計に注入し、波長232.0nmで吸光度を測定し、下記5により作成した検量線から試験溶液中のニッケルの濃度を求め、検水中のニッケルの濃度を算定する。

5 検量線の作成

ニッケル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及び精製水を加えて10mlとする。以下上記4(2)と同様に操作して、ニッケルの濃度と吸光度との関係を求める。

第2 誘導結合プラズマ発光分光分析法

1 試薬

(1) 内部標準原液

検査方法告示の別表第5の1(1)の例による。

(2) 内部標準液

検査方法告示の別表第5の1(2)の例による。

この溶液1mlは、イットリウム0.005mgを含む。

(3) 硝酸(1+1)

(4) 硝酸(1+160)

- (5) ニッケル標準原液
別添方法4の1(9)の例による。
- (6) ニッケル標準液
第1の1(4)の例による。
この溶液1mlは、ニッケルを0.001mg含む。

2 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
検査方法告示の別表第3の2(2)の例による。

3 試料の採取及び保存

検査方法告示の別表第3の3の例による。

4 試験操作

(1) 前処理

検水50～500ml(検水に含まれるニッケルの濃度が0.01mg/Lを超える場合には、0.0001～0.01mg/Lとなるように精製水を加えて調製したもの)を採り、試料採取のときに加えた量を含めて硝酸の量が5mlとなるように硝酸を加え、静かに加熱する。液量が45ml以下になったら加熱をやめ、冷後、内部標準液5mlを加え、更に精製水を加えて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。

なお、内部標準液は、前処理の任意の段階での添加又は分析装置による自動添加でもよい。

(2) 分 析

上記(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1に示す測定波長でニッケルとイットリウムの発光強度を測定し、イットリウムに対するニッケルの発光強度比を求め、下記5により作成した検量線から試験溶液中のニッケルの濃度を求め、検水中のニッケルの濃度を算定する。

表1 測定波長

金 属	測定波長 (nm)
ニッケル	231.604、232.003、221.647
イットリウム ※	371.029

※印は内部標準物質である。

5 検量線の作成

ニッケル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及び内部標準液5mlを加え、更に精製水を加えて50mlとする。以下上記4(2)と同様に操作して、ニッケルの濃度と発光強度比との関係を求める。

なお、内部標準液の添加は、試験溶液と同様とする。

第3 誘導結合プラズマ質量分析法

別添方法4に定める方法

目標 4 亜硝酸態窒素

イオンクロマトグラフ法

検査方法告示の別表第13の例による。ただし、測定濃度範囲は0.005～0.5mg/Lとする。

目標 5 1,2-ジクロロエタン

目標 6 トランス-1,2-ジクロロエチレン

目標 7 1,1,2-トリクロロエタン

目標 8 トルエン

第1 パージ・トラップーガスクロマトグラフー質量分析計による一斉分析法

別添方法1に定める方法

第2 ヘッドスペースーガスクロマトグラフー質量分析計による一斉分析法

別添方法2に定める方法

目標 9 フタル酸ジ(2-エチルヘキシル)

溶媒抽出ーガスクロマトグラフー質量分析法

1 試薬

(1) 精製水

測定対象成分を含まないもの

(2) ヘキサン

測定対象成分を含まないもの

(3) 内部標準原液

フェナントレン d₁₀0.100gをヘキサンに溶かして100mlとしたもの

この溶液1mlは、フェナントレン d₁₀1mgを含む。

この溶液は、冷暗所に保存する。

(4) 内部標準液

内部標準原液をヘキサンで100倍に薄めたもの

この溶液1mlは、フェナントレン d₁₀0.01mgを含む。

この溶液は、使用の都度調製する。

(5) フタル酸ジ(2-エチルヘキシル)標準原液

フタル酸ジ(2-エチルヘキシル)0.100gをヘキサンに溶かして100mlとしたもの

この溶液1mlは、フタル酸ジ(2-エチルヘキシル)1mgを含む。

この溶液は、冷暗所に保存する。

(6) フタル酸ジ(2-エチルヘキシル)標準液

フタル酸ジ(2-エチルヘキシル)標準原液をヘキサンで100倍に薄めたもの

この溶液1mlは、フタル酸ジ(2-エチルヘキシル)0.01mgを含む。

この溶液は、使用の都度調製する。

2 器具及び装置

(1) 共栓付き比色管

容量25mlのもので、精製水、アセトン及びヘキサンの順で洗浄したもの

(2) ガスクロマトグラフー質量分析計

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 分離カラム

内径0.20~0.53mm、長さ25~30mの溶融シリカ製のキャピラリーカラムで、内面に100%ジメチルポリシロキサンを0.10~0.50 μ mの厚さに被覆したもの又はこれと同等以上の分離性能を有するもの

ウ 分離カラムの温度

フタル酸ジ(2-エチルヘキシル)の最適分離条件に設定できるもの

例えば、50℃を2分間保持し、毎分20℃の速度で180℃まで上昇させ、更に毎分4℃の速度で上昇させ、260℃を4分間保持できるもの

エ 検出器

検査方法告示の別表第14の2(4)ウの例による。

オ イオン化電圧

検査方法告示の別表第14の2(4)エの例による。

カ キャリアーガス

検査方法告示の別表第14の2(4)オの例による。

3 試料の採取及び保存

試料は、精製水、アセトン及びヘキサンの順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、冷暗所に保存する。

4 試験操作

(1) 前処理

検水20ml(検水に含まれるフタル酸ジ(2-エチルヘキシル)の濃度が0.5mg/Lを超える場合には、0.005~0.5mg/Lとなるように精製水を加えて20mlに調製したもの)を共栓付き比色管に採り、ヘキサン2mlを加え、5分間激しく振り混ぜる。静置後、ヘキサン層の一定量を分取し、これに内部標準液50 μ lを加え、これを試験溶液とする。

(2) 分 析

上記(1)で得られた試験溶液の一定量をガスクロマトグラフィー質量分析計に注入し、表1に示すフタル酸ジ(2-エチルヘキシル)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、下記5により作成した検量線から試験溶液中のフタル酸ジ(2-エチルヘキシル)の濃度を求め、検水中のフタル酸ジ(2-エチルヘキシル)の濃度を算定する。

表1 フラグメントイオン

	フラグメントイオン(m/z) (イオン強度順)
フタル酸ジ(2-エチルヘキシル)	149、167
フェナントレン d ₁₀ ※	188、160

※印は内部標準物質である。

5 検量線の作成

フタル酸ジ(2-エチルヘキシル)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20mlとする。以下上記4の(1)及び(2)と同様に操作して、フタル酸ジ(2-エチルヘキシル)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、フタル酸ジ(2-エチルヘキシル)の濃度との関係を求める。

目標10 亜塩素酸

目標12 二酸化塩素

第1 イオンクロマトグラフ法

1 試 薬

(1) 精製水

測定対象成分を含まないもの

(2) エチレンジアミン溶液(50mg/ml)

検査方法告示の別表第16の2の1(2)の例による。

(3) 亜硝酸ナトリウム溶液(1w/v%)

亜硝酸ナトリウム10g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。

(4) 溶離液

測定対象成分が分離できるもの

(5) 除去液

検査方法告示の別表第13の1(3)の例による。

(6) ヨウ化カリウム溶液(5w/v%)

(7) 窒素ガス

検査方法告示の別表第16の2の1(4)の例による。

(8) ヨウ素酸カリウム溶液(0.017mol/L)

検査方法告示の別表第19の1(3)の例による。

(9) 硫酸(1+5)

(10) でんぷん溶液

検査方法告示の別表第19の1(5)の例による。

(11) チオ硫酸ナトリウム溶液(0.1mol/L)

検査方法告示の別表第19の1(6)の例による。

(12) 塩酸(1+24)

(13) 亜塩素酸標準原液

亜塩素酸ナトリウム1.8g(純度80%)を精製水に溶かして1Lとしたもの

なお、次に定める方法により含有する亜塩素酸の濃度を測定する。

共栓付き三角フラスコにヨウ化カリウム1g及び塩酸(1+24)50mlを採り、これに亜塩素酸標準原液20mlを加え、チオ硫酸ナトリウム溶液(0.1mol/L)で滴定し、液の褐色が淡黄色に変わったら1~2mlのでんぷん溶液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。これに要したチオ硫酸ナトリウム溶液(0.1mol/L)のml数 a から次式により溶液に含まれる亜塩素酸の濃度(mg/ml)を算定する。

$$\text{亜塩素酸(mg/ml)} = (a \times 1.686 \times f) / 20$$

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、冷暗所に保存する。

(14) 亜塩素酸標準液

亜塩素酸として10mgに相当する亜塩素酸標準原液を採り、精製水を加えて1Lとしたもの

この溶液1mlは、亜塩素酸0.01mgを含む。

この溶液は、使用の都度調製する。

2 器具及び装置

(1) メンブランフィルターろ過装置

検査方法告示の別表第12の2(1)の例による。

(2) イオンクロマトグラフ

ア 分離カラム

内径2~8mm、長さ5~25cmのもので、陰イオン交換基を被覆したポリマー系充填剤を充填したもの又はこれと同等以上の分離性能を有するもの

なお、懸濁物質や有機物による分離カラムの汚染を防ぐため、プレカラムが接続していること。

イ 検出器

電気伝導度検出器

3 試料の採取及び保存

(1) 二酸化塩素及び亜塩素酸

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泡立てないように採取し、試料1Lにつきエチレンジアミン溶液1ml及び亜硝酸ナトリウム溶液(1w/v%)50mlを加え、速やかに試験する。

(2) 亜塩素酸

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、散気用フィルター付きの管を用い窒素ガスで15分間曝気した後、試料1Lにつきエチレンジアミン溶液1mlを加える。

ただし、二酸化塩素を含まない試料については、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1Lにつきエチレンジアミン溶液1mlを加え、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。

4 試験操作

(1) 前処理

ア 二酸化塩素及び亜塩素酸

上記3(1)の検水(検水に含まれる二酸化塩素及び亜塩素酸の濃度が1.2mg/Lを超える場合には、0.06~1.2mg/Lとなるように精製水を加えて調製したものを)をメンブランフィルターろ過装置でろ過し、初めのろ液約10mlは捨て、次のろ液を試験溶液とする。

イ 亜塩素酸

上記3(2)の検水(検水に含まれる亜塩素酸の濃度が1.2mg/Lを超える場合には、0.06~1.2mg/Lとなるように精製水を加えて調製したものを)をメンブランフィルターろ過装置でろ過し、初めのろ液約10mlは捨て、次のろ液を試験溶液とする。

(2) 分析

ア 二酸化塩素及び亜塩素酸

上記(1)ア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、亜塩素酸のピーク高さ又はピーク面積を求める。

イ 亜塩素酸

上記(1)イ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、亜塩素酸のピーク高さ又はピーク面積を求める。

(3) 濃度の計算

ア 二酸化塩素及び亜塩素酸

上記(2)アで得られた亜塩素酸のピーク高さ又はピーク面積から、下記5により作成した検量線から試験溶液中の亜塩素酸濃度を求め、上記3(1)で加えた亜硝酸ナトリウム(1w/v%)の量による補正係数1.05を乗じて、検水中の二酸化塩素及び亜塩素酸の濃度(b)を求める。

イ 亜塩素酸

上記(2)イで得られた亜塩素酸のピーク高さ又はピーク面積から、下記5により作成した検量線から試験溶液中の亜塩素酸濃度を求め、検水中の亜塩素酸の濃度

(c)を求める。

ウ 二酸化塩素

ア及びイで得られた濃度の差(b-c)から、検水中の二酸化塩素の濃度を算定する。

5 検量線の作成

亜塩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。以下上記4(2)イと同様に操作して、亜塩素酸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 イオンクロマトグラフーポストカラム吸光光度法

1 試薬

(1) 精製水

第1の1(1)の例による。

(2) エチレンジアミン溶液

検査方法告示の別表第16の2の1(2)の例による。

(3) 亜硝酸ナトリウム溶液(1w/v%)

第1の1(3)の例による。

(4) 溶離液

第1の1(4)の例による。

(5) ヨウ化カリウム溶液(5w/v%)

(6) 窒素ガス

検査方法告示の別表第16の2の1(4)の例による。

(7) 硫酸(1mol/L)

検査方法告示の別表第18の1(3)の例による。

(8) 臭化カリウムー硫酸溶液

検査方法告示の別表第18の1(4)の例による。

(9) 亜硝酸ナトリウム溶液(1.2mmol/L)

検査方法告示の別表第18の1(5)の例による。

(10) ヨウ素酸カリウム溶液(0.017mol/L)

検査方法告示の別表第19の1(3)の例による。

(11) 硫酸(1+5)

(12) でんぷん溶液

検査方法告示の別表第19の1(5)の例による。

(13) チオ硫酸ナトリウム溶液(0.1mol/L)

検査方法告示の別表第19の1(6)の例による。

(14) 塩酸(1+24)

(15) 亜塩素酸標準原液

第1の1(13)の例による。

(16) 亜塩素酸標準液

第1の1(14)の例による。

この溶液1mlは、亜塩素酸0.01mgを含む。

2 器具及び装置

(1) メンブランフィルターろ過装置

検査方法告示の別表第12の2(1)の例による。

(2) イオンクロマトグラフ

検査方法告示の別表第18の2(2)の例による。

3 試料の採取及び保存

第1の3の例による。

4 試験操作

第1の4の例による。

5 検量線の作成

第1の5の例による。

6 その他

第1の3(2)の例により採取又は保存した試料を用いて検査方法告示の別表第18に定める方法により、臭素酸と亜塩素酸を一斉に分析することができる。

目標13 ジクロロアセトニトリル

目標14 抱水クロラール

溶媒抽出ーガスクロマトグラフー質量分析計による一斉分析法

別添方法3に定める方法

目標15 農薬類

表1に掲げる農薬ごとに、それぞれ同表に定める方法による。ただし、クロロニトロフェン(CNP)、CNP-アミノ体、ダラポン、ジクワット、イミノクタジン酢酸塩及びポリカーバメートの検査方法については、別紙2「農薬類(水質管理目標設定項目15)の測定精度」に示すとおり、定量下限値が目標値の100分の1を確保できないため、参考として示したものである。

表1 農薬類検査方法一覧

番号	農薬名	検査方法	別添方法
1	チウラム	固相抽出ーLC-MS法(ポジティブモード)	別添方法18
2	シマジン(CAT)	固相抽出ーGC-MS法	別添方法5

3	チオベンカルブ	固相抽出-G C-M S 法	別添方法 5
4	1,3-ジクロロプロペン(D-D) 注1)	P T-G C-M S 法 H S-G C-M S 法	別添方法 7 別添方法 8
5	イソキサチオン 注2)	固相抽出-G C-M S 法	別添方法 5
6	ダイアジノン 注2)	固相抽出-G C-M S 法	別添方法 5
7	フェニトロチオン(MEP) 注2)	固相抽出-G C-M S 法	別添方法 5
8	イソプロチオラン(IPT)	固相抽出-G C-M S 法	別添方法 5
9	クロロタロニル(TPN)	固相抽出-G C-M S 法	別添方法 5
10	プロピザミド	固相抽出-G C-M S 法	別添方法 5
11	ジクロルボス(DDVP)	固相抽出-G C-M S 法	別添方法 5
12	フェノブカルブ(BPMC)	固相抽出-G C-M S 法	別添方法 5
13	クロルニトロフェン(CNP)：失効 農薬	固相抽出-G C-M S 法	別添方法 5
14	CNP-アミノ体	固相抽出-G C-M S 法	別添方法 5
15	イプロベンホス(IBP)	固相抽出-G C-M S 法	別添方法 5
16	EPN 注2)	固相抽出-G C-M S 法	別添方法 5
17	ベンタゾン：失効農薬	固相抽出-誘導体化-G C-M S 法 固相抽出-L C-M S 法(ポジティブモード・ ネガティブモード)	別添方法 6 別添方法 18
18	カルボフラン(カルボスルファン 代謝物)	H P L C-ポストカラム法 固相抽出-L C-M S 法(ポジティブモード)	別添方法 14 別添方法 18
19	2,4-ジクロロフェノキシ酢酸(2, 4-D)	固相抽出-誘導体化-G C-M S 法 固相抽出-L C-M S 法(ネガティブモード)	別添方法 6 別添方法 18
20	トリクロピル	固相抽出-誘導体化-G C-M S 法 固相抽出-L C-M S 法(ネガティブモード)	別添方法 6 別添方法 18
21	アセフェート	L C-M S 法(ポジティブモード)	別添方法 20
22	イソフェンホス：失効農薬 注2)	固相抽出-G C-M S 法	別添方法 5
23	クロルピリホス 注2)	固相抽出-G C-M S 法	別添方法 5
24	トリクロルホン(DEP)	固相抽出-G C-M S 法	別添方法 5
25	ピリダフェンチオン：失効農薬	固相抽出-G C-M S 法	別添方法 5
26	イプロジオン	固相抽出-G C-M S 法 固相抽出-H P L C 法 固相抽出-L C-M S 法(ポジティブモード)	別添方法 5 別添方法 9 別添方法 18
27	エトリジアゾール(エクロメゾール)	固相抽出-G C-M S 法	別添方法 5
28	オキシシン銅	固相抽出-L C-M S 法(ポジティブモード) L C-M S 法(ポジティブモード)	別添方法 18 別添方法 20
29	キャプタン	固相抽出-G C-M S 法	別添方法 5
30	クロロネブ	固相抽出-G C-M S 法	別添方法 5
31	トルクロホスメチル 注2)	固相抽出-G C-M S 法	別添方法 5

32	フルトラニル	固相抽出-G C-M S 法	別添方法 5
33	ペンシクロン	固相抽出-G C-M S 法	別添方法 5
34	メタラキシル	固相抽出-G C-M S 法	別添方法 5
35	メプロニル	固相抽出-G C-M S 法	別添方法 5
36	アシュラム	固相抽出-H P L C 法 固相抽出-L C-M S 法(ポジティブモード・ ネガティブモード)	別添方法 9 別添方法 18
37	ジチオピル	固相抽出-G C-M S 法	別添方法 5
38	テルブカルブ(MBPMC)：失効農薬	固相抽出-G C-M S 法	別添方法 5
39	ナプロパミド	固相抽出-G C-M S 法	別添方法 5
40	ピリプチカルブ	固相抽出-G C-M S 法	別添方法 5
41	ブタミホス 注2)	固相抽出-G C-M S 法	別添方法 5
42	ベンスリド(SAP)：失効農薬	固相抽出-L C-M S 法(ポジティブモード・ ネガティブモード)	別添方法 18
43	ベンフルラリン(ベスロジン)	固相抽出-G C-M S 法	別添方法 5
44	ペンディメタリン	固相抽出-G C-M S 法	別添方法 5
45	メコプロップ(MCPP)	固相抽出-誘導体化-G C-M S 法 固相抽出-L C-M S 法(ネガティブモード)	別添方法 6 別添方法 18
46	メチルダイムロン：失効農薬	固相抽出-G C-M S 法	別添方法 5
47	アラクロール	固相抽出-G C-M S 法	別添方法 5
48	カルバリル(NAC)	固相抽出-H P L C 法 H P L C-ポストカラム法 固相抽出-L C-M S 法(ポジティブモード)	別添方法 10 別添方法 14 別添方法 18
49	エディフェンホス(エジフェンホス、EDDP)	固相抽出-G C-M S 法	別添方法 5
50	ピロキロン	固相抽出-G C-M S 法	別添方法 5
51	フサライド	固相抽出-G C-M S 法	別添方法 5
52	メフェナセット	固相抽出-G C-M S 法	別添方法 5
53	プレチラクロール	固相抽出-G C-M S 法	別添方法 5
54	イソプロカルブ(MIPC)	固相抽出-G C-M S 法	別添方法 5
55	チオファネートメチル	固相抽出-H P L C 法 固相抽出-L C-M S 法(ポジティブモード)	別添方法 9 別添方法 19
56	テニルクロール	固相抽出-G C-M S 法	別添方法 5
57	メチダチオン(DMTP)	固相抽出-G C-M S 法	別添方法 5
58	カルプロパミド	固相抽出-L C-M S 法(ポジティブモード・ ネガティブモード)	別添方法 18
59	プロモブチド	固相抽出-G C-M S 法	別添方法 5
60	モリネート	固相抽出-G C-M S 法	別添方法 5
61	プロシミドン	固相抽出-G C-M S 法	別添方法 5
62	アニロホス	固相抽出-G C-M S 法	別添方法 5

63	アトラジン	固相抽出－GC－MS法	別添方法5
64	ダラボン	LC－MS法(ネガティブモード)	別添方法20
65	ジクロベニル(DBN)	固相抽出－GC－MS法	別添方法5
66	ジメトエート	固相抽出－GC－MS法	別添方法5
67	ジクワット	固相抽出－HPLC法	別添方法11
68	ジウロン(DCMU)	固相抽出－LC－MS法(ポジティブモード・ ネガティブモード)	別添方法18
69	エンドスルファン(ベンゾエピン) 注3)	固相抽出－GC－MS法	別添方法5
70	エトフェンプロックス	固相抽出－GC－MS法	別添方法5
71	フェンチオン(MPP) 注6)	固相抽出－GC－MS法 固相抽出－LC－MS法(ポジティブモード)	別添方法5 別添方法18
72	グリホサート 注4)	誘導体化－HPLC法 HPLC－ポストカラム法	別添方法12 別添方法15
73	マラソン(マラチオン) 注2)	固相抽出－GC－MS法	別添方法5
74	メソミル	HPLC－ポストカラム法 固相抽出－LC－MS法(ポジティブモード)	別添方法14 別添方法18
75	ベノミル 注5)	固相抽出－LC－MS法(ポジティブモード)	別添方法18
76	ベンフラカルブ	固相抽出－LC－MS法(ポジティブモード)	別添方法19
77	シメトリン	固相抽出－GC－MS法	別添方法5
78	ジメピペレート：失効農薬	固相抽出－GC－MS法	別添方法5
79	フェントエート (PAP)	固相抽出－GC－MS法	別添方法5
80	ブプロフェジン	固相抽出－GC－MS法	別添方法5
81	エチルチオメトン	固相抽出－GC－MS法	別添方法5
82	プロベナゾール	固相抽出－LC－MS法(ポジティブモード)	別添方法18
83	エスプロカルブ	固相抽出－GC－MS法	別添方法5
84	ダイムロン	固相抽出－LC－MS法(ポジティブモード・ ネガティブモード)	別添方法18
85	ピフェノックス：失効農薬	固相抽出－GC－MS法	別添方法5
86	ベンスルフロンメチル	固相抽出－LC－MS法(ポジティブモード・ ネガティブモード)	別添方法18
87	トリシクラゾール	固相抽出－LC－MS法(ポジティブモード)	別添方法18
88	ピペロホス：失効農薬	固相抽出－GC－MS法	別添方法5
89	ジメタメトリン	固相抽出－GC－MS法	別添方法5
90	アゾキシストロビン	固相抽出－LC－MS法(ポジティブモード)	別添方法18
91	イミノクタジン酢酸塩	固相抽出－HPLC－ポストカラム法 溶媒抽出－HPLC－ポストカラム法	別添方法16 別添方法17
92	ホセチル	LC－MS法(ネガティブモード)	別添方法20
93	ポリカーバメート	誘導体化－HPLC法	別添方法13
94	ハロスルフロンメチル	固相抽出－LC－MS法(ポジティブモード・	別添方法18

		ネガティブモード)	
95	フラザスルフロン	固相抽出－LC－MS法(ポジティブモード・ネガティブモード)	別添方法18
96	チオジカルブ	固相抽出－LC－MS法(ポジティブモード)	別添方法18
97	プロピコナゾール	固相抽出－GC－MS法	別添方法5
98	シデュロン	固相抽出－HPLC法 固相抽出－LC－MS法(ポジティブモード・ネガティブモード)	別添方法9 別添方法18
99	ピリプロキシフェン	固相抽出－GC－MS法	別添方法5
100	トリフルラリン	固相抽出－GC－MS法	別添方法5
101	カフェンストロール	固相抽出－GC－MS法	別添方法5
102	フィプロニル	固相抽出－LC－MS法(ネガティブモード)	別添方法18

注1) 1,3-ジクロロプロペン(D-D)の濃度は、異性体であるシス-1,3-ジクロロプロペン及びトランス-1,3-ジクロロプロペンの濃度を合計して算出すること。

注2) 有機リン系農薬のうち、イソキサチオン、ダイアジノン、フェニトロチオン、EPN、イソフェンホス、クロルピリホス、トルクロホスメチル、ブタミホス及びマラソンについては、別添方法5に従ってオキソンの濃度も測定し、測定結果についてはそれぞれ別途記録すること。また、総農薬の指標値の算出に当たっては、それぞれの原体の濃度と、当該オキソン体の濃度を原体に換算し、その濃度を合計して算出すること。

注3) エンドスルファン(ベンゾエピン)の濃度は、異性体である α -エンドスルファン、 β -エンドスルファン及び代謝物であるエンドスルフェート(ベンゾエピンスルフェート)の濃度を合計して算出すること。

注4) グリホサートについては、代謝物であるアミノメチルリン酸(AMPA)も測定すること。

注5) ベノミルはメチル-2-ベンツイミダゾールカルバメート(MBC)に変化することから、メチル-2-ベンツイミダゾールカルバメート(MBC)として測定すること。

注6) フェンチオン(MPP)は別添方法5又は別添方法18に従ってその酸化物であるMPPスルホキシド、MPPスルホン、MPPオキソン、MPPオキシンスルホキシド及びMPPオキシンスルホンの濃度も測定し、測定結果についてはそれぞれ別途記録すること。また、総農薬の指標値の算出に当たっては、フェンチオン(MPP)の原体の濃度と、その酸化物それぞれの濃度を原体に換算し、その濃度を合計して算出すること。

目標16 残留塩素

第1 ジエチル-p-フェニレンジアミン法

残留塩素検査方法告示の別表第1に定める方法

第2 電流法

残留塩素検査方法告示の別表第2に定める方法

第3 吸光光度法

残留塩素検査方法告示の別表第3に定める方法

第4 連続自動測定機器による吸光光度法

残留塩素検査方法告示の別表第4に定める方法

第5 ポーラログラフ法

残留塩素検査方法告示の別表第5に定める方法

目標17 カルシウム、マグネシウム等(硬度)

第1 フレームー原子吸光光度計による一斉分析法

検査方法告示の別表第4に定める方法

第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

検査方法告示の別表第5に定める方法

第3 イオンクロマトグラフによる一斉分析法

検査方法告示の別表第20に定める方法

第4 滴定法

検査方法告示の別表第22に定める方法

目標18 マンガン

第1 フレームレスー原子吸光光度計による一斉分析法

検査方法告示の別表第3に定める方法

第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

検査方法告示の別表第5に定める方法

第3 誘導結合プラズマー質量分析装置による一斉分析法

検査方法告示の別表第6に定める方法

目標19 遊離炭酸

滴定法

1 試薬

(1) 水酸化ナトリウム溶液(0.1w/v%)

(2) フェノールフタレイン溶液

フェノールフタレイン0.5gをエチルアルコール(50v/v%)100mlに溶かし、この溶液が微紅色を呈するまで水酸化ナトリウム溶液(0.1w/v%)を加えたもの

(3) MR混合溶液

メチルレッド0.02g及びブロムクレゾールグリーン0.1gをエチルアルコール(95v/v%)に溶かして100mlとしたもの

(4) 炭酸ナトリウム溶液(0.01mol/L)

炭酸ナトリウム1.060gを精製水に溶かして1Lとしたもの

(5) 無炭酸精製水

(6) 硫酸(0.01mol/L)

硫酸3mlを精製水約100ml中に徐々に加え、冷後、精製水を加えて1Lとした溶液を精製水で5倍に薄めたもの

なお、次に定める操作により硫酸(0.01mol/L)のファクター(f_1)を求める。

炭酸ナトリウム溶液(0.01mol/L)25mlを白磁皿に採り、数滴のMR混合溶液を指示薬として加え、硫酸(0.01mol/L)を用いて液が赤紫色を呈するまで滴定する。別に、同様に操作して空試験を行い、補正した硫酸(0.01mol/L)のml数 a から次式によりファクターを算定する。

$$\text{ファクター}(f_1) = 25 / a$$

(7) 水酸化ナトリウム溶液(0.02mol/L)

精製水約100mlを採り、これに水酸化ナトリウム約100gを徐々に加えて飽和溶液を作り、密栓して一夜静置する。次いで、その上澄液1mlを採り、無炭酸精製水を加えて1Lとしたもの

なお、次に定める操作により水酸化ナトリウム溶液(0.02mol/L)のファクター(f_2)を求める。

硫酸(0.01mol/L)25mlを白磁皿に採り、フェノールフタレイン溶液数滴を指示薬として加え、水酸化ナトリウム溶液(0.02mol/L)を用いて微紅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、補正した水酸化ナトリウム溶液(0.02mol/L)のml数 b から次式によりファクターを算定する。

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

この式において、 f_1 は硫酸(0.01mol/L)のファクターを表す。

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。

(8) アスコルビン酸ナトリウム溶液(1w/v%)

2 器 具

共栓付き比色管

容量100mlのもの

3 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泡立てないように採取し、直ちに試験する。

4 試験操作

(1) 総酸度の試験

検水100mlをなるべく揺らないように注意して共栓付き比色管に採り、数滴のフェノールフタレイン溶液を指示薬として加え、水酸化ナトリウム溶液(0.02mol/L)を用いて微紅色が消えずに残るまで滴定し、これを予備試験とする。

次に、検水100mlを別の共栓付き比色管に採り、数滴のフェノールフタレイン溶液を指示薬として加え、これに予備試験で要した量の水酸化ナトリウム溶液(0.02mol/L)を一時に加え、密栓して軽く揺り動かす。このとき、微紅色が消えずに残った場合は、これに要した水酸化ナトリウム溶液(0.02mol/L)のml数 c から次式により検水中の総酸度の濃度(mg/L)を算定する。また、検水が無色になった場合は、微紅色が消えずに残るまで水酸化ナトリウム溶液(0.02mol/L)で更に滴定し、前後に要した水酸化ナトリウム溶液(0.02mol/L)のml数 c から次式により検水中の総酸度の濃度(mg/L)を算定する。

$$\text{総酸度(mg/L)} = c \times f_2 \times 1 \times 1000 / 100$$

この式において、 f_2 は水酸化ナトリウム溶液(0.02mol/L)のファクターを表す。

(2) 鉍酸酸度の試験

検水100mlを白磁皿に採り、数滴のMR混合溶液を指示薬として加え、水酸化ナトリウム溶液(0.02mol/L)を用いて液が青色を呈するまで滴定する。これに要した水酸化ナトリウム溶液(0.02mol/L)のml数 d から次式により検水中の鉍酸酸度の濃度(mg/L)を算定する。

$$\text{鉍酸酸度(mg/L)} = d \times f_2 \times 1 \times 1000 / 100$$

この式において、 f_2 は水酸化ナトリウム溶液(0.02mol/L)のファクターを表す。

なお、残留塩素を含む試料の場合には、アスコルビン酸ナトリウム溶液(1w/v%)1mlを加えたものを検水とする。

(3) 遊離炭酸の算定

上記(1)及び(2)の操作によって得られた総酸度及び鉍酸酸度の濃度から次式により遊離炭酸の濃度(mg/L)を算定する。

$$\text{遊離炭酸(mg/L)} = (\text{総酸度(mg/L)} - \text{鉍酸酸度(mg/L)}) \times 0.88$$

目標20 1, 1, 1-トリクロロエタン

目標21 メチル-*t*-ブチルエーテル

第1 パージ・トラップーガスクロマトグラフー質量分析計による一斉分析法

別添方法1に定める方法

第2 ヘッドスペースーガスクロマトグラフー質量分析計による一斉分析法

別添方法2に定める方法

目標22 有機物等(過マンガン酸カリウム消費量)

滴定法

検査方法告示の別表第45の例による。

目標23 臭気強度(TON)

官能法

1 試薬

無臭味水

精製水を活性炭1L当たり毎分100～200mlで通し、初めの流出水を捨てた後のろ過水を用いる。

2 器具及び装置

(1) 共栓付き三角フラスコ

容量300mlのもの

(2) 恒温水槽

40～50℃に保持できるもの

3 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。

4 試験操作

(1) 予備試験

検水200、40、10、4mlをそれぞれ共栓付き三角フラスコに採り、無臭味水を加えて

それぞれ200mlとし、これを予備試験水とする。別に、対照水として無臭味水200mlを共栓付き三角フラスコに採る。

次に、それぞれの三角フラスコを恒温水槽で加温した後、まず対照水を激しく振り、開栓と同時に発生する蒸気の臭気をかぐ。

次いで、検水量の少ないほうから同様に操作して予備試験水の臭気を対照水と比較し、臭気を感じられる最小検水量を求める。

(2) 本試験

上記(1)で求めた最小検水量を表1の数値に照らして該当する予備試験検水量の縦系列に示す本試験に用いる検水量を求め、それぞれの量を共栓付き三角フラスコに採り、無臭味水を加えてそれぞれ200mlとし、これを本試験水とする。

次いで、本試験水を予備試験と同様に操作して臭気を検知する最小検水量 a (ml)を求め、次式により試料の臭気強度を算出する。

$$\text{臭気強度(TON)} = 200 / a$$

表1 臭気強度決定のための希釈検水量

予備試験の検水量(ml)	200	40	10	4
本試験に用いる検水量(ml)	200	40	10	4.0
	100	28.5	8.0	2.9
	67	20	6.7	2.0
	50	13.3	5.0	1.3
	40	10	4.0	1.0

目標24 蒸発残留物

重量法

検査方法告示の別表第23の例による。

目標25 濁度

第1 比濁法

検査方法告示の別表第38の例による。

第2 透過光測定法

検査方法告示の別表第39の例による。

第3 連続自動測定機器による透過光測定法

検査方法告示の別表第40の例による。

第4 積分球式光電光度法

検査方法告示の別表第41の例による。

第5 連続自動測定機器による積分球式光電光度法

検査方法告示の別表第42の例による。

第6 散乱光測定法

検査方法告示の別表第43の例による。

第7 透過散乱法

検査方法告示の別表第44の例による。

目標26 pH値

第1 ガラス電極法

検査方法告示の別表第31の例による。

第2 連続自動測定機器によるガラス電極法

検査方法告示の別表第32の例による。

目標27 腐食性(ランゲリア指数)

計算法

1 試薬

(1) チオ硫酸ナトリウム溶液(0.3w/v%)

(2) MR混合溶液

目標19の1(3)の例による。

(3) 炭酸ナトリウム溶液(0.01mol/L)

目標19の1(4)の例による。

(4) 硫酸(0.01mol/L)

目標19の1(6)の例による。

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。

(5) その他必要な試薬

カルシウムイオンの試験に必要な試薬

2 器具及び装置

(1) ろ過装置

孔径1 μ mのメンブランフィルターを備えたもの

(2) 蒸発皿

(3) その他必要な装置

カルシウムイオンの試験に必要な装置

3 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。

4 試験操作

(1) カルシウムイオンの試験

検査方法告示の別表第4、別表第5又は別表第20の例による。

(2) 総アルカリ度の試験

検水100mlを白磁皿に採り、数滴のMR混合溶液を指示薬として加え、硫酸(0.01mol/L)を用いて液が赤紫色を呈するまで滴定する。これに要した硫酸(0.01mol/L)のml数 a から次式により検水中の総アルカリ度(mg/L)を算定する。

$$\text{総アルカリ度 (mg/L)} = a \times f \times 1 \times 1000 / 100$$

この式において、fは硫酸(0.01mol/L)のファクターを表す。

なお、残留塩素を含む試料の場合には、あらかじめチオ硫酸ナトリウム溶液(0.3w/v%)を加えたものを検水とする。

(3) 溶解性物質の試験

検水100mlを採り、ろ過装置でろ過し、フィルター上の残留物は少量の精製水を用いて洗浄する。

次に、105~110℃で乾燥させてデシケーター中で放冷後、秤量した蒸発皿にろ液及び洗液を採り、水浴上で蒸発乾固する。次に、これを105~110℃で2~3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 b (mg)を求め、次式により検水中の溶解性物質の濃度(mg/L)を算定する。

$$\text{溶解性物質 (mg/L)} = b \times 1000 / 100$$

(4) ランゲリア指数の算定

上記(1)から(3)までの試験操作により得られたカルシウムイオンの濃度、総アルカリ度及び溶解性物質の濃度から、次式によりランゲリア指数を算定する。

$$\text{ランゲリア指数} = \text{pH値} - \text{pH}_s + [(T-25) \times 1.5 \times 10^{-2}]$$

$$\text{pH}_s = 8.313 - \log [\text{Ca}^{2+}] - \log [A] + S$$

T : 検水の水温(°C)

1.5×10^{-2} : 温度における補正係数

8.313 : 定数

[Ca²⁺] : meq/Lで示されたカルシウムイオン量

$$[\text{Ca}^{2+}] = [\text{Ca}^{2+}] (\text{mg/L}) \div (40.1 \div 2)$$

[A] : meq/Lで示された総アルカリ度

$$[\text{A}] = [\text{A}] (\text{mg/L}) \div (100 \div 2)$$

S : 補正值で、次式により求める。

$$S = 2\sqrt{\mu} / (1 + \sqrt{\mu})$$

$$\mu = 2.5 \times 10^{-5} \times \text{Sd}$$

Sd : 溶解性物質(mg/L)

目標28 従属栄養細菌

R 2 A 寒天培地法

1 培地及び試薬

(1) R 2 A 寒天培地

プロテオースペプトンNo. 3又はポリペプトン 0.5g、カザミノ酸0.5g、粉末酵母エキス0.5g、ピルビン酸ナトリウム0.3g、ブドウ糖0.5g、硫酸マグネシウム(7水塩) 0.05g、溶性でんぷん0.5g、リン酸一水素カリウム0.3g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7.1~7.3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

(2) 水酸化ナトリウム溶液(1mol/L)

(3) リン酸塩溶液

リン酸二水素カリウム42.5gを精製水500mlに溶かし、更に水酸化ナトリウム溶液(1mol/L)を用いてpH値を7.2に調整した後、精製水を加えて全量を1Lとしたもの

(4) リン酸塩緩衝希釈水

リン酸塩溶液1mlを精製水1Lに溶かし、高圧蒸気滅菌したもの

2 器具及び装置

(1) 採水瓶

検査方法告示の別表第1の2(1)の例による。

(2) ペトリ皿

検査方法告示の別表第1の2(2)の例による。

(3) 低温恒温器

温度を19~21°Cに保持できるもの

3 試料の採取及び保存

検査方法告示の別表第1の3の例による。

4 試験操作

検水(培養後の従属栄養細菌の集落数がペトリ皿1枚当たり300を超える場合には、30～300となるようにリン酸塩緩衝希釈水を加えて調製したもの)を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45～50℃に保ったR2A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低温恒温器内で7日間培養する。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。

5 留意事項

- (1) 一般細菌の検査に合わせて実施することが望ましい。
- (2) 給水栓から採水するときは、栓口を火炎滅菌してから、しばらく放流して採水することが望ましい。火炎滅菌ができない場合は十分な放流を行う。
- (3) 菌数算出については、同一プレートで培養開始から48時間後、72時間後の菌数及び可能ならば14日間培養した後の菌数についても算出することが望ましい。

別添方法 1 パージ・トラップー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、1,2-ジクロロエタン、トランス-1,2-ジクロロエチレン、1,1,2-トリクロロエタン、トルエン、1,1,1-トリクロロエタン及びメチル-*t*-ブチルエーテルである。

1 試薬

(1) 精製水

測定対象成分を含まないもの

(2) 塩酸 (1+10)

(3) メチルアルコール

測定対象成分を含まないもの

(4) 内部標準原液

検査方法告示の別表第14の1(4)の例による。

(5) 内部標準液

検査方法告示の別表第14の1(5)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

1,2-ジクロロエタン、トランス-1,2-ジクロロエチレン、1,1,2-トリクロロエタン、トルエン、1,1,1-トリクロロエタン及びメチル-*t*-ブチルエーテルのそれぞれ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、それぞれに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、1,2-ジクロロエタン、トランス-1,2-ジクロロエタン、1,1,2-トリクロロエチレン、トルエン、1,1,1-トリクロロエタン及びメチル-*t*-ブチルエーテルをそれぞれ50mg含む。

これらの溶液は、調製後直ちに液体窒素等で冷却しながら1~2mlのアンフルに小分けし、封入して冷凍保存する。

(7) 揮発性有機化合物混合標準液

それぞれの揮発性有機化合物標準原液1mlずつをメチルアルコール10mlを入れたメスフラスコに採り、メチルアルコールを加えて100mlとしたもの

この溶液1mlは、それぞれの揮発性有機化合物を0.5mg含む。

この溶液は、使用の都度調製する。

2 器具及び装置

検査方法告示の別表第14の2(1)~(4)の例による。

3 試料の採取及び保存

検査方法告示の別表第14の3の例による。

4 試験操作

検水(検水に含まれるそれぞれの対象物質の濃度が0.01mg/Lを超える場合には、0.0001～0.01mg/Lとなるように精製水を加えて調製したもの)をパージ容器に採り、内部標準液Bを検水量5mlに対して2 μ lの割合で注入する。次いで、パージ・トラップ装置及びガスクロマトグラフィー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、下記5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。

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) (イオン強度順)
1,2-ジクロロエタン	62、 49、 64
トランス-1,2-ジクロロエチレン	61、 96、 98
1,1,2-トリクロロエタン	97、 83、 85
トルエン	91、 92
1,1,1-トリクロロエタン	97、 99、 61
メチル- <i>t</i> -ブチルエーテル	73、 57
フルオロベンゼン ※	96、 70
4-ブロモフルオロベンゼン ※	95、 174、 176

※印は内部標準物質である。

5 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を1ml加え、更にメチルアルコールを加えて10mlとする。精製水を上記4と同様に採り、これに段階的に調製した溶液を精製水5mlに対して2 μ lの割合で注入する。以下上記4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。

別添方法2 ヘッドスペースーガスクロマトグラフー質量分析計による一斉分析法

ここで対象とする項目は、1,2-ジクロロエタン、トランス-1,2-ジクロロエチレン、1,1,2-トリクロロエタン、トルエン、1,1,1-トリクロロエタン及びメチル-*t*-ブチルエーテルである。

1 試薬

(1) 精製水

別添方法1の1(1)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

(4) メチルアルコール

別添方法1の1(3)の例による。

(5) 内部標準原液

検査方法告示の別表第15の1(5)の例による。

(6) 内部標準液

検査方法告示の別表第15の1(6)の例による。

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

(7) 揮発性有機化合物標準原液

別添方法1の1(6)の例による。

(8) 揮発性有機化合物混合標準液

別添方法1の1(7)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。

2 器具及び装置

検査方法告示の別表第15の2(1)～(9)の例による。

3 試料の採取及び保存

検査方法告示の別表第14の3の例による。

4 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(検水に含まれるそれぞれの対象物質の濃度が0.01mg/Lを超える場合には、0.0001～0.01mg/Lとなるように精製水を加えて調製したもの)をバイアル容量に対して0.70～0.85となるように採り、内部標準液Bを検水10mlに対して2 μ lの割合で注入する。直ちにポリテトラフルオロエチレンシート、セプタム、アルミキャップをのせ、アルミキャップ締め器で固定する。次いで、バイアルを振り混ぜた後、恒温槽で30分間以上静置し、これを試験溶液とする。

(2) 分 析

上記(1)で得られた試験溶液の気相の一定量をガスクロマトグラフ質量分析計に注入し、別添方法1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、下記5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。

5 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を1ml加え、更にメチルアルコールを加えて10mlとする。精製水を上記4(1)と同様に採り、これに段階的に調製した溶液を精製水10mlに対して2 μ lの割合で注入する。以下上記4(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。

別添方法 3 溶媒抽出ーガスクロマトグラフー質量分析計 による一斉分析法

ここで対象とする項目は、ジクロロアセトニトリル及び抱水クロラールである。

1 試 薬

(1) 塩化ナトリウム

測定対象成分を含まないもの

(2) メチル-*t*-ブチルエーテル

測定対象成分を含まないもの

(3) 内部標準原液

検査方法告示の別表第17の1(6)の例による。

(4) 内部標準液

検査方法告示の別表第17の1(7)の例による。

この溶液1mlは、1,2,3-トリクロロプロパン0.01mgを含む。

(5) ジクロロアセトニトリル標準原液

ジクロロアセトニトリル0.100gをメチル-*t*-ブチルエーテルに溶かして100mlとしたもの

この溶液1mlは、ジクロロアセトニトリル1mgを含む。

この溶液は、冷暗所に保存する。

(6) 抱水クロラール標準原液

抱水クロラール0.100gをメチル-*t*-ブチルエーテルに溶かして100mlとしたもの

この溶液1mlは、抱水クロラール1mgを含む。

この溶液は、冷暗所に保存する。

(7) 混合標準液

ジクロロアセトニトリル標準原液及び抱水クロラール標準原液のそれぞれ0.1mlずつをメスフラスコに採り、メチル-*t*-ブチルエーテルを加えて100mlとしたもの

この溶液1mlは、ジクロロアセトニトリル及び抱水クロラールをそれぞれ0.001mg含む。

この溶液は、使用の都度調製する。

2 器具及び装置

(1) ねじ口瓶

検査方法告示の別表第14の2(1)の例による。

(2) ねじロバイアル

検査方法告示の別表第17の2(2)の例による。

(3) 共栓付き比色管

容量30mlのもので、300℃で1時間加熱したもの

(4) ガスクロマトグラフー質量分析計

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 分離カラム

内径0.20～0.53mm、長さ25～30mの溶融シリカ製のキャピラリーカラムで、内面に100%ジメチルポリシロキサンを0.10～0.25 μ mの厚さに被覆したもの又はこれと同等以上の分離性能を有するもの

ウ 分離カラムの温度

対象物質の最適分離条件に設定できるもの

例えば、35℃を3.5分間保持し、毎分15℃の速度で100℃まで上昇させ、更に毎分20℃の速度で250℃まで上昇させ、3分間保持できるもの

エ 検出器

検査方法告示の別表第14の2(4)ウの例による。

オ イオン化電圧

検査方法告示の別表第14の2(4)エの例による。

カ キャリアーガス

検査方法告示の別表第14の2(4)オの例による。

3 試料の採取及び保存

検査方法告示の別表第17の3の例による。

4 試験操作

(1) 前処理

検水20ml(検水に含まれるそれぞれの対象物質の濃度が0.1mg/Lを超える場合には、0.001～0.1mg/Lとなるように精製水を加えて20mlに調製したもの)を共栓付き比色管に採り、塩化ナトリウム8gを加え、軽く振って溶かした後、メチル-*t*-ブチルエーテル2mlを加えて1分間激しく振り混ぜ、静置後、メチル-*t*-ブチルエーテル層の一定量を分取する。次に、無水硫酸ナトリウムを加え、更に内部標準液50 μ lを加え、これを試験溶液とする。

(2) 分析

上記(1)で得られた試験溶液の一定量をガスクロマトグラフィー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、下記5により作成した検量線から試験溶液中のそれぞれの対象物質の濃度を求め、検水中のそれぞれの対象物質の濃度を算定する。

表1 フラグメントイオン

	フラグメントイオン(m/z) (イオン強度順)
ジクロロアセトニトリル	74、82
抱水クロラール	82、111、146
1,2,3-トリクロロプロパン ※	75、110

※印は内部標準物質である。

5 検量線の作成

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。以下上記4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。

別添方法 4 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、アンチモン、ウラン及びニッケルである。

1 試薬

- (1) 硝酸(1+1)
- (2) 硝酸(1+160)
- (3) 塩酸(1+1)
- (4) 塩酸(1+3)
- (5) 内部標準原液

検査方法告示の別表第6の1(1)の例による。

- (6) 混合内部標準液

検査方法告示の別表第6の1(2)の例による。

この溶液1mlは、それぞれの内部標準物質を0.00005mg含む。

- (7) アンチモン標準原液

塩化アンチモン(Ⅲ)1.874gをメスフラスコに採り、少量の塩酸(1+1)で溶かした後、塩酸(1+3)で1Lとしたもの

この溶液1mlは、アンチモン1mgを含む。

この溶液は、冷暗所に保存する。

- (8) ウラン標準原液

この溶液1mlは、ウラン0.001mgを含む。

- (9) ニッケル標準原液

ニッケル1.000gを採り、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

この溶液1mlは、ニッケル1mgを含む。

この溶液は、冷暗所に保存する。

- (10) 金属類混合標準液

アンチモン標準原液及びニッケル標準原液のそれぞれ1mlずつをメスフラスコに採り、精製水を加えて1Lとした溶液と、ウラン標準原液を等量ずつ混合し、精製水で10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。

2 器具及び装置

検査方法告示の別表第6の2(1)及び(2)の例による。

3 試料の採取及び保存

検査方法告示の別表第3の3の例による。

4 試験操作

- (1) 前処理

検水100ml(検水に含まれるそれぞれの対象物質の濃度が表1に示す濃度範囲の上限値を超える場合には、同表に示す濃度範囲になるように精製水を加えて100mlに調製したもの)を採り、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90ml以下になったら加熱をやめ、冷後、混合内部標準液10mlを加え、更に精製水を加えて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。

なお、混合内部標準液は、前処理の任意の段階での添加又は分析装置による自動添加でもよい。

(2) 分 析

上記(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1に示すそれぞれの金属の質量数及び内部標準物質の質量数のイオン強度を測定し、内部標準物質に対するそれぞれの金属のイオン強度比を求め、下記5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。

表1 金属類の濃度範囲及び質量数

金属類	濃度範囲 (mg/L)	質量数
アンチモン	0.0003～0.03	121、123
ニッケル	0.0004 ～0.04	58、 60、 62
ウラン	0.0001～0.01	238
ベリリウム ※		9
コバルト ※		59
ガリウム ※		71
イットリウム ※		89
インジウム ※		115
タリウム ※		205

※印は内部標準物質である。

5 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。以下上記4(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。

なお、混合内部標準液の添加は、試験溶液と同様とする。

別添方法5 固相抽出ーガスクロマトグラフー質量分析計 による一斉分析法

ここで対象とする農薬は、シマジン(CAT)、チオベンカルブ、イソキサチオン、ダイアジノン、フェニトロチオン(MEP)、イソプロチオラン(IPT)、クロロタロニル(TPN)、プロピザミド、ジクロロボス(DDVP)、フェノブカルブ(BPMC)、クロルニトロフェン(CNP)、CNP-アミノ体、イプロベンホス(IBP)、EPN、イソフェンホス、クロルピリホス、トリクロロホン(DEP)、ピリダフェンチオン、イプロジオン、エトリジアゾール(エクロメゾール)、キャプタン、クロロネブ、トルクロホスメチル、フルトラニル、ペンシクロン、メタラキシル、メプロニル、ジチオピル、テルブカルブ(MBPMC)、ナプロパミド、ピリブチカルブ、ブタミホス、ベンフルラリン(ベスロジン)、ペンディメタリン、メチルダイムロン、アラクロール、エディフェンホス(エジフェンホス、EDDP)、ピロキロン、フサライド、メフェナセット、プレチラクロール、イソプロカルブ(MIPC)、テニルクロール、メチダチオン(DMTP)、プロモブチド、モリネート、プロシミドン、アニロホス、アトラジン、ジクロベニル(DBN)、ジメトエート、エンドスルファン(ベンゾエピン)、エトフェンプロックス、フェンチオン(MPP)、マラソン(マラチオン)、シメトリン、ジメピペレート、フェントエート(PAP)、ブプロフェジン、エチルチオメトン、エスプロカルブ、ビフェノックス、ピペロホス、ジメタメトリン、プロピコナゾール、ピリプロキシフェン、トリフルラリン及びカフェンストロールである。ただし、エンドスルファン(ベンゾエピン)は α -エンドスルファン及び β -エンドスルファンの異性体、代謝物であるエンドスルフェート(ベンゾエピンスルフェート)をそれぞれ測定する。また、プロピコナゾールは2つのピークに分かれるので、それぞれ測定する。更に、イソキサチオン、ダイアジノン、フェニトロチオン、EPN、イソフェンホス、クロルピリホス、トルクロホスメチル、ブタミホス及びマラソンについては、それぞれのオキサソン体を測定する。また、フェンチオン(MPP)については、その酸化物であるMPPスルホキシド、MPPスルホン、MPPオキサソン、MPPオキサソンスルホキシド及びMPPオキサソンスルホンをそれぞれ測定する。

1 試薬

(1) アスコルビン酸ナトリウム

(2) ジクロロメタン

測定対象成分を含まないもの

(3) アセトン

測定対象成分を含まないもの

(4) メチルアルコール

測定対象成分を含まないもの

(5) 内部標準原液

9-ブromoアントラセン、アントラセン-d₁₀、クリセン-d₁₂のそれぞれ10mgを別々のメスフラスコに採り、それぞれをジクロロメタンに溶かして100mlとしたもの

この溶液1mlは、9-ブromoアントラセン、アントラセン-d₁₀、クリセン-d₁₂をそれぞれ0.1mg含む。

この溶液は、冷凍保存する。

(6) 内部標準液

それぞれの内部標準原液の等量ずつをメスフラスコに採り、ジクロロメタンで100倍に薄めたもの

この溶液1mlは、9-ブromoアントラセン、アントラセン-d₁₀、クリセン-d₁₂をそれぞれ0.001mg含む。

この溶液は、使用の都度調製する。

(7) 農薬標準原液

シマジン(CAT)、チオベンカルブ、イソキサチオン、ダイアジノン、フェニトロチオン(MEP)、イソプロチオラン(IPT)、クロロタロニル(TPN)、プロピザミド、ジクロロボス(DDVP)、フェノブカルブ(BPMC)、クロルニトロフェン(CNP)、イプロベンホス(IBP)、EPN、イソフェンホス、クロルピリホス、ピリダフェンチオン、イプロジオン、エトリジアゾール(エクロメゾール)、キャプタン、クロロネブ、トルクロホスメチル、フルトラニル、ペンシクロン、メタラキシル、メプロニル、ジチオピル、テルブカルブ(MBPMC)、ナプロパミド、ピリブチカルブ、ブタミホス、ベンフルラリン(ベスロジン)、ペンディメタリン、メチルダイムロン、アラクロール、エディフェンホス(エジフェンホス、EDDP)、ピロキロン、フサライド、メフェナセット、プレチラクロール、イソプロカルブ(MIPC)、テニルクロール、メチダチオン(DMTP)、プロモブチド、モリネート、アニロホス、アトラジン、ジクロベニル(DBN)、ジメトエート、 α -、 β -エンドスルファン(ベンゾエピン)、エンドスルフェート(ベンゾエピンスルフェート)、エトフェンプロックス、フェンチオン(MPP)、マラソン(マラチオン)、シメトリン、ジメピペレート、フェントエート(PAP)、ブプロフェジン、エチルチオメトン、エスプロカルブ、ビフェノックス、ピペロホス、ジメタメトリン、ピリプロキシフェン、トリフルラリン、カフェンストロール、ダイアジノンオキソン、フェニトロチオンオキソン、イソフェンホスオキソン、トルクロホスメチルオキソン、MPPスルホキシド、MPPスルホン、MPPオキソン、MPPオキシンスルホキシド及びMPPオキシンスルホンはそれぞれ10mg、CNP-アミノ体、トリクロルホン(DEP)、プロシミドン、プロピコナゾール、イソキサチオンオキソン、EPNオキソン、クロルピリホスオキソン、ブタミホスオキソン及びマラオキソンはそれぞれ100mgを別々のメスフラスコに採り、それぞれをジクロロメタンに溶かして100mlとしたもの

これらの溶液1mlは、シマジン(CAT)、チオベンカルブ、イソキサチオン、ダイアジノン、フェニトロチオン(MEP)、イソプロチオラン(IPT)、クロロタロニル(TPN)、プロピザミド、ジクロロボス(DDVP)、フェノブカルブ(BPMC)、クロルニトロフェン(CNP)、イプロベンホス(IBP)、EPN、イソフェンホス、クロルピリホス、ピリダフェンチオン、イプロジオン、エトリジアゾール(エクロメゾール)、キャプタン、クロロネブ、トルクロホスメチル、フルトラニル、ペンシクロン、メタラキシル、メプロニル、ジチオピル、テルブカルブ(MBPMC)、ナプロパミド、ピリブチカルブ、ブタミホス、ベンフルラリン(ベスロジン)、ペンディメタリン、メチルダイムロン、アラクロール、

エディフェンホス(エジフェンホス、EDDP)、ピロキロン、フサライド、メフェナセット、プレチラクロール、イソプロカルブ(MIPC)、テニルクロール、メチダチオン(DMT P)、プロモブチド、モリネート、アニロホス、アトラジン、ジクロベニル(DBN)、ジメトエート、 α -、 β -エンドスルファン(ベンゾエピン)、エンドスルフェート(ベンゾエピンスルフェート)、エトフェンプロックス、フェンチオン(MPP)、マラソン(マラチオン)、シメトリン、ジメピペレート、フェントエート(PAP)、ブプロフェジン、エチルチオメトン、エスプロカルブ、ビフェノックス、ピペロホス、ジメタメトリン、ピリプロキシフェン、トリフルラリン、カフェンストロール、ダイアジノンオキソン、フェニトロチオンオキソン、イソフェンホスオキソン、トルクロホスメチルオキソン、MPPスルホキシド、MPPスルホン、MPPオキソン、MPPオキシンスルホキシド及びMPPオキシンスルホンをそれぞれ0.1mg、CNP-アミノ体、トリクロルホン(DEP)、プロシミドン、プロピコナゾール、イソキサチオンオキソン、EPNオキソン、クロルピリホスオキソン、ブタミホスオキソン及びマラオキシソンをそれぞれ1mg含む。

これらの溶液は、冷凍保存する。

(8) 農薬混合標準液

それぞれの農薬標準原液の等量ずつをメスフラスコに採り、ジクロロメタンで100倍に薄めたもの

この溶液1mlは、シマジン(CAT)、チオベンカルブ、イソキサチオン、ダイアジノン、フェニトロチオン(MEP)、イソプロチオラン(IPT)、クロロタロニル(TPN)、プロピザミド、ジクロロボス(DDVP)、フェノブカルブ(BPMC)、クロルニトロフェン(CNP)、イプロベンホス(IBP)、EPN、イソフェンホス、クロルピリホス、ピリダフェンチオン、イプロジオン、エトリジアゾール(エクロメゾール)、キャプタン、クロロネブ、トルクロホスメチル、フルトラニル、ペンシクロン、メタラキシル、メプロニル、ジチオピル、テルブカルブ(MBPMC)、ナプロパミド、ピリブチカルブ、ブタミホス、ベンフルラリン(ベスロジン)、ペンディメタリン、メチルダイムロン、アラクロー、エディフェンホス(エジフェンホス、EDDP)、ピロキロン、フサライド、メフェナセット、プレチラクロール、イソプロカルブ(MIPC)、テニルクロール、メチダチオン(DMTP)、プロモブチド、モリネート、アニロホス、アトラジン、ジクロベニル(DBN)、ジメトエート、 α -、 β -エンドスルファン(ベンゾエピン)、エンドスルフェート(ベンゾエピンスルフェート)、エトフェンプロックス、フェンチオン(MPP)、マラソン(マラチオン)、シメトリン、ジメピペレート、フェントエート(PAP)、ブプロフェジン、エチルチオメトン、エスプロカルブ、ビフェノックス、ピペロホス、ジメタメトリン、ピリプロキシフェン、トリフルラリン、カフェンストロール、ダイアジノンオキソン、フェニトロチオンオキソン、イソフェンホスオキソン、トルクロホスメチルオキソン、MPPスルホキシド、MPPスルホン、MPPオキソン、MPPオキシンスルホキシド及びMPPオキシンスルホンをそれぞれ0.001mg、CNP-アミノ体、トリクロルホン(DEP)、プロシミドン、プロピコナゾール、イソキサチオンオキソン、EPNオキソン、クロルピリホスオキソン、ブタミホスオキソン及びマラオキシソンをそれぞれ0.01mg含む。

この溶液は、使用の都度調製する。

2 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、オクタデシ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以上の性能を有するもの

(2) ガスクロマトグラフー質量分析計

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 分離カラム

内径0.25～0.53mm、長さ15～60mの熔融シリカ製のキャピラリーカラムで、内面に100%ジメチルポリシロキサンを0.10～0.50 μ mの厚さに被覆したもの又はこれと同等以上の分離性能を有するもの

ウ 分離カラムの温度

対象物質の最適分離条件に設定できるもの

例えば、50℃を1分間保持し、毎分20℃の速度で上昇させて140℃とし、続いて毎分10℃の速度で上昇させ、280℃に3分間保持できるもの

エ 検出器

検査方法告示の別表第14の2(4)ウの例による。

オ イオン化電圧

検査方法告示の別表第14の2(4)エの例による。

カ キャリヤーガス

検査方法告示の別表第14の2(4)オの例による。

3 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、アスコルビン酸ナトリウム0.01～0.02gを加える。

4 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及び精製水5mlを順次注入する。次に、検水500ml(検水に含まれるそれぞれの対象物質の濃度が0.01mg/Lを超える場合には、0.0001～0.01mg/Lとなるように精製水を加えて500mlに調製したものを)を毎分10～20mlの流量で固相カラムに流した後、30分間以上空気又は窒素ガスを通気して固相カラムを乾燥させる。次いで、固相カラムの上端からジクロロメタン3mlを緩やかに流し、試験管に採る。試験管の溶出液に窒素ガスを緩やかに吹き付けて0.8ml以下に濃縮し、これに内部標準液0.2mlを加えた後、ジクロロメタンを加えて1mlとし、これを試験溶液とする。

(2) 分析

上記(1)で得られた試験溶液の一定量をガスクロマトグラフィー質量分析計に注入し、表1に示すそれぞれの農薬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、下記(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、下記5により作成した検量線から試験溶液中のそれぞれの農薬の濃度を求め、検水中のそれぞれの農薬の濃度を算定する。

ただし、エンドスルファン(ベンゾエピン)は、異性体である α -エンドスルファン、 β -エンドスルファン及び代謝物であるエンドスルフェート(ベンゾエピンスルフェート)のそれぞれの濃度を合計してエンドスルファンとしての濃度を算定する。また、プロピコナゾールは、2つのピークに分かれるので、それぞれのピーク高さ又はピーク面積の合計値からプロピコナゾールとしての濃度を算定する。更に、イソキサチオン、ダイアジノン、フェニトロチオン、EPN、イソフェンホス、クロルピリホス、トルクロホスメチル、ブタミホス及びマラソンについては、当該オキソン体の濃度を原体に換算し、その濃度を合計してそれぞれの濃度を算定する。また、フェンチオン(MPP)については、その酸化物であるMPPスルホキシド、MPPスルホン、MPPオキソン、MPPオキシンスルホキシド及びMPPオキシンスルホンのそれぞれの濃度を原体に換算し、それらの濃度と原体濃度とを合計してフェンチオン(MPP)としての濃度を算定する。

(3) 空試験

精製水500mlを採り、以下上記(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。

表1 フラグメントイオン

	農 薬 名	フラグメントイオン(m/z) (イオン強度順)
2	シマジン(CAT)	201、186、173
3	チオベンカルブ	100、72、125
5	イソキサチオン イソキサチオンオキソン	105、177、313 161、105、125
6	ダイアジノン ダイアジノンオキソン	179、137、304 137、273、288
7	フェニトロチオン(MEP) フェニトロチオンオキソン	277、260、125 244、109、261
8	イソプロチオラン(IPT)	118、189、290
9	クロロタロニル(TPN)	266、264、268
10	プロピザミド	173、145、175
11	ジクロルボス(DDVP)	79、109、185
12	フェノブカルブ(BPMC)	121、208、150
13	クロルニトロフェン(CNP)	317、319、289
14	CNP-アミノ体	108、289、287
15	イプロベンホス(IBP)	91、204、246
16	EPN	157、169、185

	EPNオキソン	141、169、306
22	イソフェンホス イソフェンホスオキソン	213、121、185 229、201、314
23	クロルピリホス クロルピリホスオキソン	197、199、314 270、242、298
24	トリクロルホン (DEP)	109、79、185
25	ピリダフェンチオン	340、199、125
26	イプロジオン	314、316、187
27	エトリジアゾール (エクロメゾール)	211、183、213
29	キャプタン	79、149、117
30	クロロネブ	191、193、206
31	トルクロホスメチル トルクロホスメチルオキソン	265、125、250 249、109、251
32	フルトラニル	173、145、281
33	ペンシクロン	125、180、127
34	メタラキシル	160、206、132
35	メプロニル	119、269、91
37	ジチオピル	354、306、286
38	テルブカルブ (MBPMC)	205、220、206
39	ナプロパミド	72、128、100
40	ピリプチカルブ	165、108、181
41	ブタミホス ブタミホスオキソン	286、258、200 244、216、287
43	ベンフルラリン (ベスロジン)	292、264、276
44	ペンディメタリン	252、191、281
46	メチルダイムロン	107、119、91
47	アラクロール	188、160、146
49	エディフェンホス (エジフェンホス、EDDP)	109、173、310
50	ピロキロン	173、130、144
51	フサライド	243、241、215
52	メフェナセット	192、120、136
53	プレチラクロール	176、238、262
54	イソプロカルブ (MIPC)	121、136、122
56	テニルクロール	127、288、141
57	メチダチオン (DMTP)	145、85、302
59	プロモブチド	119、232、120
60	モリネート	126、98、188
61	プロシミドン	283、96、285
62	アニロホス	226、125、228

63	アトラジン	200、215、173
65	ジクロベニル(DBN)	171、100、173
66	ジメトエート	87、125、93
69	エンドスルファン(ベンゾエピン) エンドスルフェート(ベンゾエピンスルフェート)	α 195、241、267 β 195、241、267 272、274、229
70	エトフェンプロックス	163、135、183
71	フェンチオン(MPP) MPPスルホキシド MPPスルホン MPPオキソン MPPオキシンスルホキシド MPPオキシンスルホン	278、153、125 278、125、294 310、125、231 262、109、247 262、278、247 294、109、215
73	マラソン(マラチオン) マラオキソン	127、173、93 127、195、99
77	シメトリン	213、170、155
78	ジメピペレート	119、145、91
79	フェントエート(PAP)	274、125、93
80	ブプロフェジン	105、175、106
81	エチルチオメトン	89、97、186
83	エスプロカルブ	91、222、162
85	ビフェノックス	341、310、343
88	ピペロホス	122、140、320
89	ジメタメトリン	212、255、240
97	プロピコナゾール	259、173、261
99	ピリプロキシフェン	136、226、137
100	トリフルラリン	306、264、290
101	カフェンストロール	100、188、167
—	9-ブロモアントラセン ※	256、258、176
—	アントラセン-d ₁₀ ※	188、160、189
—	クリセン-d ₁₂ ※	240、236、241

※印は内部標準物質である。

5 検量線の作成

農薬混合標準液を段階的にメスフラスコに採り、それぞれにジクロロメタンを加えて10 mlとする。以下上記4(2)と同様に操作して、それぞれの農薬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、それぞれの農薬の濃度との関係を求める。

別添方法 6 固相抽出－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

ここで対象とする農薬は、ベンタゾン、2,4-ジクロロフェノキシ酢酸(2,4-D)、トリクロピル及びメコプロップ(MCPP)である。

1 試薬

- (1) アスコルビン酸ナトリウム
- (2) 塩酸(1+10)
- (3) 水酸化ナトリウム溶液(20w/v%)
- (4) メチル-*t*-ブチルエーテル
測定対象成分を含まないもの
- (5) ジクロロメタン
測定対象成分を含まないもの
- (6) アセトン
測定対象成分を含まないもの
- (7) メチルアルコール
測定対象成分を含まないもの
- (8) ジアゾメタン溶液
検査方法告示の別表第17の1(5)の例による。
- (9) 内部標準原液
別添方法5の1(5)の例による。
- (10) 内部標準液
別添方法5の1(6)の例による。
この溶液1mlは、9-ブロモアントラセン、アントラセン-d₁₀、クリセン-d₁₂をそれぞれ0.001mg含む。
- (11) 農薬標準原液
ベンタゾン、2,4-ジクロロフェノキシ酢酸(2,4-D)、トリクロピル及びメコプロップ(MCPP)のそれぞれ100mgを別々のメスフラスコに採り、それぞれをアセトンに溶かして100mlとしたもの
これらの溶液1mlは、それぞれの農薬を1mg含む。
これらの溶液は、冷凍保存する。
- (12) 農薬混合標準液
それぞれの農薬標準原液の等量ずつをメスフラスコに採り、ジクロロメタンで100倍に薄めたもの
この溶液1mlは、それぞれの農薬を0.01mg含む。
この溶液は、使用の都度調製する。

2 器具及び装置

- (1) 固相カラム
別添方法5の2(1)の例による。

(2) ガスクロマトグラフー質量分析計

ア 試料導入部

別添方法 5 の 2 (2)アの例による。

イ 分離カラム

別添方法 5 の 2 (2)イの例による。

ウ 分離カラムの温度

対象物質の最適分離条件に設定できるもの

例えば、50℃を1分間保持し、毎分10℃の速度で上昇させて120℃とし、続いて25℃の速度で上昇させ、300℃に5分間保持できるもの

エ 検出器

検査方法告示の別表第14の 2 (4)ウの例による。

オ イオン化電圧

検査方法告示の別表第14の 2 (4)エの例による。

カ キャリアーガス

検査方法告示の別表第14の 2 (4)オの例による。

3 試料の採取及び保存

別添方法 5 の 3 の例による。

4 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及び精製水5mlを順次注入する。次に、検水500ml(検水に含まれるそれぞれの対象物質の濃度が0.001mg/Lを超える場合には、0.00002~0.001mg/Lとなるように精製水を加えて500mlに調製したものを塩酸(1+10)でpH値を3.5に調整し、毎分10~20mlで流した後、30分間以上空気又は窒素ガスを通気して固相カラムを乾燥させる。次いで、固相カラムの上端からジクロロメタン3mlを緩やかに流し、試験管に採る。試験管の溶出液に窒素ガスを緩やかに吹き付けて0.5ml以下に濃縮し、これにジアゾメタン溶液0.5mlを加え、10分間静置する。静置後、窒素ガスを緩やかに吹き付けて0.5ml以下に濃縮し、これに内部標準液0.5mlを加え、更にジクロロメタンを加えて1mlとし、これを試験溶液とする。

(2) 分 析

上記(1)で得られた試験溶液の一定量をガスクロマトグラフー質量分析計に注入し、表 1 に示すそれぞれの農薬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、下記(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、下記 5 により作成した検量線から試験溶液中のそれぞれの農薬の濃度を求め、検水中のそれぞれの農薬の濃度を算定する。

(3) 空試験

精製水500mlを採り、以下上記(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。

表1 フラグメントイオン

	農 薬 名	フラグメントイオン(m/z) (イオン強度順)
17	ベンタゾン	212、254、105
19	2,4-ジクロロフェノキシ酢酸(2,4-D)	199、234、175
20	トリクロピル	210、212、271
45	メコプロップ(MCPP)	169、228、143
—	9-ブロモアントラセン ※	256、258、176
—	アントラセン-d ₁₀ ※	188、160、189
—	クリセン-d ₁₂ ※	240、236、241

※印は内部標準物質である。

5 検量線の作成

農薬混合標準液を段階的にメスフラスコに採り、それぞれにジクロロメタンを加えて100mlとする。それぞれの溶液0.5mlを試験管に採り、ジアゾメタン溶液0.5mlを加え、10分間静置した後、窒素ガスを緩やかに吹き付けて0.5ml以下に濃縮し、内部標準液0.5mlを加え、更にジクロロメタンを加えて1mlとする。以下上記4(2)と同様に操作して、それぞれの農薬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、それぞれの農薬の濃度との関係を求める。

別添方法 7 パージ・トラップーガスクロマトグラフ 質量分析法

ここで対象とする農薬は、1,3-ジクロロプロペン(D-D)である。ただし、1,3-ジクロロプロペン(D-D)には、シス及びトランスの異性体があるのでそれぞれ測定する。

1 試薬

(1) アスコルビン酸ナトリウム

(2) 精製水

測定対象成分を含まないもの

(3) 塩酸(1+10)

(4) メチルアルコール

測定対象成分を含まないもの

(5) 内部標準原液

検査方法告示の別表第14の1(4)の例による。

(6) 内部標準液

検査方法告示の別表第14の1(5)の例による。

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

(7) 農薬標準原液

シス-1,3-ジクロロプロペン及びトランス-1,3-ジクロロプロペンのそれぞれ500mgについて、少量のメチルアルコールを入れた別々の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としたもの

これらの溶液1mlは、シス-1,3-ジクロロプロペン及びトランス-1,3-ジクロロプロペンをそれぞれ50mg含む。

これらの溶液は、調製後直ちに液体窒素等で冷却しながら1~2mlのアンフルに小分けし、封入して冷凍保存する。

(8) 農薬混合標準液

シス-1,3-ジクロロプロペン及びトランス-1,3-ジクロロプロペンのそれぞれの農薬標準原液1mlずつをメチルアルコール10mlを入れたメスフラスコに採り、メチルアルコールを加えて100mlとしたもの

この溶液1mlは、シス-1,3-ジクロロプロペン及びトランス-1,3-ジクロロプロペンをそれぞれ0.5mg含む。

この溶液は、使用の都度調製する。

2 器具及び装置

検査方法告示の別表第14の2(1)~(4)の例による。

3 試料の採取及び保存

検査方法告示の別表第14の3の例による。

4 試験操作

検水(検水に含まれるそれぞれの対象物質の濃度が0.01mg/Lを超える場合には、0.0001～0.01mg/Lとなるように精製水を加えて調製したもの)をパージ容器に採り、内部標準液Bを検水5mlに対して2 μ lの割合で注入する。次いで、パージ・トラップ装置及びガスクロマトグラフー質量分析計を操作し、表1に示すそれぞれの農薬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、下記5により作成した検量線から検水中のそれぞれの農薬の濃度を算定する。

ただし、シス-1,3-ジクロロプロペン及びトランス-1,3-ジクロロプロペンのそれぞれの濃度を合計して1,3-ジクロロプロペン(D-D)としての濃度を算定する。

表1 フラグメントイオン

農 薬 名	フラグメントイオン(m/z) (イオン強度順)
シス-1,3-ジクロロプロペン	75、77、49
トランス-1,3-ジクロロプロペン	75、77、49
フルオロベンゼン ※	96、70
4-ブロモフルオロベンゼン ※	95、174、176

※印は内部標準物質である。

5 検量線の作成

農薬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を1ml加え、更にメチルアルコールを加えて10mlとする。精製水を上記4と同様に採り、これに段階的に調製した溶液を精製水5mlに対して2 μ lの割合で注入する。以下上記4と同様に操作して、それぞれの農薬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、それぞれの農薬の濃度との関係を求める。

別添方法 8 ヘッドスペースーガスクロマトグラフー質量分析法

ここで対象とする農薬は、1,3-ジクロロプロペン(D-D)である。ただし、1,3-ジクロロプロペン(D-D)には、シス及びトランスの異性体があるのでそれぞれ測定する。

1 試薬

(1) アスコルビン酸ナトリウム

(2) 精製水

別添方法7の1(2)の例による。

(3) 塩酸(1+10)

(4) 塩化ナトリウム

測定対象成分を含まないもの

(5) メチルアルコール

別添方法7の1(4)の例による。

(6) 内部標準原液

検査方法告示の別表第15の1(5)の例による。

(7) 内部標準液

検査方法告示の別表第15の1(6)の例による。

この溶液1mlは、フルオロベンゼン又は4-ブromofluorobenzeneをA液では0.125mg、B液では0.0125mg含む。

(8) 農薬標準原液

別添方法7の1(7)の例による。

(9) 農薬混合標準液

別添方法7の1(8)の例による。

この溶液1mlは、シス-1,3-ジクロロプロペン及びトランス-1,3-ジクロロプロペンをそれぞれ0.5mg含む。

2 器具及び装置

検査方法告示の別表第15の2(1)～(9)の例による。

3 試料の採取及び保存

検査方法告示の別表第14の3の例による。

4 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(検水に含まれるそれぞれの対象物質の濃度が0.01mg/Lを超える場合には、0.0001～0.01mg/Lとなるように精製水を加えて調製したもの)をバイアル容量に対して0.70～0.85となるように採り、内部標準液Bを検水10mlに対して2 μ lの割合で注入する。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

上記(1)で得られた試験溶液の気相の一定量をガスクロマトグラフ質量分析計に注入し、別添方法7の表1に示すそれぞれの農薬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、下記5により作成した検量線から試験溶液中のそれぞれの農薬の濃度を求め、検水中のそれぞれの農薬の濃度を算定する。

ただし、シス-1,3-ジクロロプロペン及びトランス-1,3-ジクロロプロペンのそれぞれの濃度を合計して1,3-ジクロロプロペン(D-D)としての濃度を算定する。

5 検量線の作成

農薬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を1ml加え、更にメチルアルコールを加えて10mlとする。精製水を上記4(1)と同様に採り、これに段階的に調製した溶液を精製水10mlに対して2 μ lの割合で注入する。以下上記4(1)及び(2)と同様に操作して、それぞれの農薬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、それぞれの農薬の濃度との関係を求める。

別添方法 9 固相抽出—高速液体クロマトグラフによる一斉分析法

ここで対象とする農薬は、イプロジオン、アシュラム、チオフアネートメチル及びシデュロンである。

1 試薬

(1) アスコルビン酸ナトリウム

(2) アセトニトリル

測定対象成分を含まないもの

(3) リン酸緩衝液(0.05mol/L)

リン酸二水素カリウム6.8gを精製水1Lで溶かし、リン酸でpH値を3.0に調整したもの

(4) EDTA溶液

エチレンジアミン四酢酸2ナトリウム(2水塩)10gを精製水に溶かして100mlとしたもの

(5) 硝酸(1+10)

(6) 塩酸

(7) メチルアルコール

測定対象成分を含まないもの

(8) 農薬標準原液

イプロジオン100mg、アシュラム100mg及びシデュロン200mgをそれぞれ別々のメスフラスコに採り、それぞれをアセトニトリルに溶かして100mlとしたもの

これらの溶液1mlは、イプロジオン及びアシュラムをそれぞれ1mg、シデュロンを2mg含む。

これらの溶液は、冷凍保存する。

(9) チオフアネートメチル標準原液

チオフアネートメチル20mgをメスフラスコに採り、アセトニトリルに溶かして10mlとしたもの

この溶液1mlは、チオフアネートメチル2mgを含む。

この溶液は、使用の都度調製する。

(10) 農薬混合標準液

イプロジオン、アシュラム、シデュロン及びチオフアネートメチルのそれぞれの標準原液5mlずつをメスフラスコに採り、アセトニトリルを加えて100mlとしたもの

この溶液1mlは、イプロジオン及びアシュラムをそれぞれ0.05mg、シデュロン及びチオフアネートメチルをそれぞれ0.1mg含む。

この溶液は、使用の都度調製する。

2 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充填し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3~6mm、長さ15~25cmのステンレス管にポリマー系ゲルを充填したもの又はこれと同等以上の分離性能を有するもの

イ 移動相

最適条件に調製したもの

例えば、アセトニトリルとリン酸緩衝液(0.05mol/L)を体積比で55:45の割合で混合したもの

ウ 検出器

紫外吸収検出器を使用する場合は、アシュラムが溶出するまでは270nmで、その後は230nmで測定し、フォトダイオードアレイ検出器を使用する場合は200~400nmの範囲で測定する。

3 試料の採取及び保存

別添方法5の3の例による。

4 試験操作

(1) 前処理

固相カラムにアセトニトリル5ml及び精製水5mlを順次注入する。次に、検水500ml(検水に含まれるイプロジオン及びアシュラムの濃度が0.05mg/Lを超える場合には、0.0005~0.05mg/Lとなるように、またチオフアネートメチル及びシデュロンの濃度が0.1mg/Lを超える場合には、0.002~0.1mg/Lとなるように精製水を加えて500mlに調製したもの)にEDTA溶液10mlを加え、硝酸(1+10)でpH値を3.5に調整した後、毎分10~20mlの流量で固相カラムに流す。次に、固相カラムを精製水10mlで洗浄した後、1分間の通気又は遠心分離等によって固相カラムを乾燥させる。次いで、固相カラムの上端からアセトニトリル3mlを緩やかに流して試験管に採る。試験管の溶出液に窒素ガスを緩やかに吹き付けて1ml以下にした後、アセトニトリルを加えて1mlとし、これを試験溶液とする。

(2) 分析

上記(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、紫外吸収検出器又はフォトダイオードアレイ検出器で測定し、それぞれの農薬の保持時間に相当するピーク高さ又はピーク面積を求め、下記5により作成した検量線から試験溶液中のそれぞれの農薬の濃度を求め、検水中のそれぞれの農薬の濃度を算定する。

5 検量線の作成

農薬混合標準液を段階的にメスフラスコに採り、それぞれにアセトニトリルを加えて10mlとする。以下上記4(2)と同様に操作して、それぞれの農薬の濃度とピーク高さ又はピーク面積との関係を求める。

別添方法10 固相抽出—高速液体クロマトグラフ法

ここで対象とする農薬は、カルバリル(NAC)である。

1 試薬

(1) アスコルビン酸ナトリウム

(2) アセトニトリル

測定対象成分を含まないもの

(3) カルバリル標準原液

カルバリル(NAC)10mgをメスフラスコに採り、アセトニトリルに溶かして100mlとしたもの

この溶液1mlは、カルバリル(NAC)0.1mgを含む。

この溶液は、冷凍保存する。

(4) カルバリル標準液

カルバリル標準原液をアセトニトリルで10倍に薄めたもの

この溶液1mlは、カルバリル(NAC)0.01mgを含む。

この溶液は、使用の都度調製する。

2 器具及び装置

(1) 固相カラム

オクタデシルシラン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3~5mm、長さ15~25cm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以上の分離性能を有するもの

イ 移動相

最適条件に調製したもの

例えば、アセトニトリルと精製水を体積比で30:70の割合で混合したもの

ウ 検出器

蛍光検出器で、励起波長を279nm、測定波長を307nmに設定したもの

3 試料の採取及び保存

別添方法5の3の例による。

4 試験操作

(1) 前処理

固相カラムにアセトニトリル10ml及び精製水20mlを順次注入する。次に、検水500ml(検水に含まれるカルバリル(NAC)の濃度が0.01mg/Lを超える場合には、0.0005~0.01mg/Lとなるように精製水を加えて500mlに調製したもの)を毎分10~20mlの流量で固相カラムに流した後、15分間の通気又は遠心分離等によって固相カラムを乾燥させる。次いで、固相カラムの上端からアセトニトリル3mlを緩やかに流して試験管に採る。試験管の溶出液に窒素ガスを緩やかに吹き付けて1ml以下にした後、アセトニト

リルを加えて1mlとし、これを試験溶液とする。

(2) 分 析

上記(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、蛍光検出器で測定し、カルバリルの保持時間に相当するピーク高さ又はピーク面積を求め、下記5により作成した検量線から試験溶液中のカルバリルの濃度を求め、検水中のカルバリルの濃度を算定する。

5 検量線の作成

カルバリル標準液を段階的にメスフラスコに採り、それぞれにアセトニトリルを加えて10mlとする。以下上記4(2)と同様に操作して、カルバリ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。

別添方法11 固相抽出—高速液体クロマトグラフ法

ここで対象とする農薬は、ジクワットである。

1 試薬

(1) アスコルビン酸ナトリウム

(2) メチルアルコール

測定対象成分を含まないもの

(3) 水酸化ナトリウム溶液(1mol/L)

(4) 塩酸(0.1mol/L)

(5) 溶離液

リン酸13.5ml、1-ペンタンスルホン酸ナトリウム3.0g及びジエチルアミン10mlを精製水に溶かして1Lとしたもの

(6) ジクワット標準原液

ジクワット100mgをメスフラスコに採り、溶離液に溶かして100mlとしたもの

この溶液1mlは、ジクワット1mgを含む。

この溶液は、冷暗所に保存する。

(7) ジクワット標準液

ジクワット標準原液を溶離液で50倍に薄めたもの

この溶液1mlは、ジクワット0.02mgを含む。

この溶液は、使用の都度調製する。

2 器具及び装置

(1) 器具及び容器

ポリテトラフルオロエチレン製のもの

(2) 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充填したもの又はこれと同等以上の性能を有するもの

(3) 高速液体クロマトグラフ

ア 分離カラム

別添方法10の2(2)アの例による。

イ 移動相

上記1(5)を使用する。

ウ 検出器

紫外外部吸収検出器で、測定波長を313nmに設定したもの

3 試料の採取及び保存

別添方法5の3の例による。ただし、ガラス瓶の代わりにポリテトラフルオロエチレン製の容器を使用する。

4 試験操作

(1) 前処理

固相カラムにメチルアルコール5ml及び精製水20mlを順次注入する。次に、検水500

ml (検水に含まれるジクワットの濃度が0.04mg/Lを超える場合には、0.001~0.04mg/Lとなるように精製水を加えて500mlに調製したもの)を水酸化ナトリウム溶液(1mol/L)でpH値を10.5に調整した後、固相カラムの上端にポリテトラフルオロエチレン管を接続し、吸引により毎分5ml程度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塩酸(0.1mol/L)4.5mlを毎分2.5mlの流量で流して試験管に採る。試験管の溶出液に塩酸(0.1mol/L)を加えて5mlとし、これを試験溶液とする。

(2) 分 析

上記(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、紫外部吸収検出器で測定し、ジクワットの保持時間に相当するピーク高さ又はピーク面積を求め、下記5により作成した検量線から試験溶液中のジクワットの濃度を求め、検水中のジクワットの濃度を算定する。

5 検量線の作成

ジクワット標準液を段階的にメスフラスコに採り、それぞれに塩酸(0.1mol/L)を加えて100mlとする。以下上記4(2)と同様に操作して、ジクワットの濃度とピーク高さ又はピーク面積との関係を求める。

別添方法12 誘導體化－高速液体クロマトグラフ法

ここで対象とする農薬は、グリホサートである。なお、グリホサートの代謝物であるアミノメチルリン酸 (AMPA) も測定するものとする。

1 試 薬

(1) アスコルビン酸ナトリウム

(2) リン酸二水素カリウム緩衝液 (0.05mol/L)

リン酸二水素カリウム6.8gを精製水1Lで溶かし、リン酸でpH値を2.5に調整したものの

(3) 水酸化ナトリウム溶液 (10w/v%)

(4) ホウ酸緩衝液

ホウ酸12.36gをビーカーに採り、精製水約140mlを加え、水酸化ナトリウム溶液 (10w/v%) でpH値を9.5に調整し、更に精製水を加えて200mlとしたもの

(5) FMOC 溶液

クロロギ酸9-フルオレニルメチル0.1gをアセトンに溶かして100mlとしたもの

(6) 酢酸エチル

測定対象成分を含まないもの

(7) 農薬標準原液

グリホサート及びアミノメチルリン酸 (AMPA) のそれぞれ10mgを別々のメスフラスコに採り、精製水に溶かして100mlとしたもの

これらの溶液1mlは、グリホサート及びアミノメチルリン酸 (AMPA) をそれぞれ0.1mg含む。

これらの溶液は、冷蔵保存する。

(8) 農薬混合標準液

グリホサート及びアミノメチルリン酸 (AMPA) のそれぞれの農薬標準原液1mlずつをメスフラスコに採り、精製水を加えて100mlとし、更にこの溶液を精製水で10倍に薄めたもの

この溶液1mlは、グリホサート及びアミノメチルリン酸 (AMPA) をそれぞれ0.0001mg含む。

この溶液は、使用の都度調製する。

2 器具及び装置

(1) 共栓付き試験管

容量20mlのもの

(2) 高速液体クロマトグラフ

ア 分離カラム

別添方法10の2(2)アの例による。

イ 移動相

最適条件に調製したもの

例えば、リン酸二水素カリウム緩衝液 (0.05mol/L) とアセトニトリルを体積比で5

0:50の割合に混合したもの

ウ 検出器

蛍光検出器であって、励起波長を255nm及び測定波長を300nmに設定したもの、又は励起波長を270nm及び測定波長を315nmに設定したもの

3 試料の採取及び保存

別添方法5の3の例による。

4 試験操作

(1) 前処理

検水10ml(検水に含まれるグリホサート及びアミノメチルリン酸(AMPA)の濃度が0.2mg/Lを超える場合には、0.0005~0.2mg/Lとなるように精製水を加えて10mlに調製したもの)を共栓付き試験管に採り、ホウ酸緩衝液0.5ml及びFMOC溶液2.6mlを加えて5分間振盪し、30分間静置する。次いで、酢酸エチル5mlを加え、5分間振盪後、水層を分離し、水層を試験溶液とする。

(2) 分析

上記(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、蛍光検出器で測定し、それぞれの農薬の保持時間に相当するピーク高さ又はピーク面積を求め、下記5により作成した検量線から試験溶液中のそれぞれの農薬の濃度を求め、検水中のそれぞれの農薬の濃度を算定する。

ただし、アミノメチルリン酸(AMPA)の濃度をグリホサートに換算し、グリホサートの濃度と合計してグリホサートとしての濃度を算定する。

5 検量線の作成

農薬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。以下上記4(1)及び(2)と同様に操作して、グリホサート及びアミノメチルリン酸(AMPA)のそれぞれの濃度とピーク高さ又はピーク面積との関係を求める。

別添方法13 誘導体化－高速液体クロマトグラフ法

ここで対象とする農薬は、ポリカーバメートである。

1 試薬

- (1) アスコルビン酸ナトリウム
- (2) アセトニトリル
測定対象成分を含まないもの
- (3) アセトン
測定対象成分を含まないもの
- (4) エチレンジアミン四酢酸二ナトリウム
エチレンジアミン四酢酸二ナトリウム(2水塩)で測定対象成分を含まないもの
- (5) L-システイン塩酸塩
L-システイン塩酸塩(1水塩)で測定対象成分を含まないもの
- (6) 水酸化ナトリウム溶液(12mol/L)
- (7) 硫酸水素テトラブチルアンモニウム溶液(0.4mol/L)
測定対象成分を含まないもの
- (8) 塩酸(2mol/L)
- (9) ヨウ化メチル含有ジクロロメタン溶液(0.05mol/L)
ヨウ化メチル0.229mlをジクロロメタンに溶かして100mlとしたもの
測定対象成分を含まないもの
- (10) ヨウ化メチル含有ジクロロメタン及びヘキサン混液
ヨウ化メチル含有ジクロロメタン溶液(0.05mol/L)とヘキサンを体積比で3:1の割合に混合したもの
測定対象成分を含まないもの
- (11) ポリエチレングリコールアセトン溶液(1v/v%)
ポリエチレングリコール400(平均分子量400)1mlをアセトンに溶かして100mlとしたもの
測定対象成分を含まないもの
- (12) アセトニトリル溶液
アセトニトリルと精製水を体積比で30:70の割合に混合したもの
- (13) ジメチルスルホキシド
測定対象成分を含まないもの
- (14) ポリカーバメート標準原液
ポリカーバメート100mgをメスフラスコに採り、ジメチルスルホキシドに溶かして100mlとしたもの
この溶液1mlは、ポリカーバメート1mgを含む。
この溶液は、冷凍保存する。
- (15) ポリカーバメート標準液
ポリカーバメート標準原液をジメチルスルホキシドで100倍に薄めたものを更に精

製水で5倍に薄めたもの

この溶液1mlは、ポリカーバメート0.002mgを含む。

この溶液は、使用の都度調製する。

2 器具及び装置

(1) 振盪機

(2) 減圧濃縮器

すり合わせのもの

(3) C18シリカゲルミニカラム

内径15mm、長さ65mmのカラムにカラムクロマトグラフ用C18シリカゲル360mgを充填したもの又はこれと同等以上の性能を有するもの

(4) アルミナミニカラム

内径10mm、長さ25mmのカラムにカラムクロマトグラフ用中性アルミナ1710mgを充填したもの又はこれと同等以上の性能を有するもの

(5) 高速液体クロマトグラフ

ア 分離カラム

内径2～6mm、長さ15～30cmのステンレス管にオクタデシルシラン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以上の分離性能を有するもの

イ 移動相

最適条件に調製したもの

例えば、アセトニトリルと精製水を体積比で30：70の割合で混合したもの

ウ 検出器

紫外分光光度検出器であって、270nmに設定したもの

3 試料の採取及び保存

別添方法5の3の例による。

4 試験操作

(1) 前処理

検水200ml(検水に含まれるポリカーバメートの濃度が0.05mg/Lを超える場合には、0.002～0.05mg/Lとなるように精製水を加えて200mlに調製したもの)を採り、エチレンジアミン四酢酸二ナトリウム15g及びL-システイン塩酸塩21.75gを加えた後、水酸化ナトリウム溶液(12mol/L)を加えてpH値を9.6～10に調整する。60分間静置後、硫酸水素テトラブチルアンモニウム溶液(0.4mol/L)5mlを加えた後、塩酸(2mol/L)を加えてpH値を7.5～7.8に調整する。ヨウ化メチル含有ジクロロメタン及びヘキサン混液70mlを加え、振盪機を用いて5分間激しく振り混ぜ、静置後、有機溶媒層を分取する。水層には、新たにヨウ化メチル含有ジクロロメタン及びヘキサン混液70mlを加え、同様に振盪機を用いて5分間激しく振り混ぜ、静置後、有機溶媒層を先の有機溶媒層に合わせる。有機溶媒溶液に無水硫酸ナトリウム20gを加え、30分間静置後、ろ過する。ろ液にL-システイン塩酸塩0.15g及びポリエチレングリコールアセトン溶液(1v/v%)0.5mlを加え、減圧濃縮器を用いて40℃以下で溶媒を留去する。乾固直前の残留物に精製

水5mlを加えて溶かした後、あらかじめアセトニトリル5ml及び精製水5mlで順次洗浄を行ったC18シリカゲルミニカラムに流し、続いて精製水5mlを流し、流出してくる溶液は捨てる。次いで、アセトニトリル5mlを流し、溶出液を採る。次に、あらかじめアセトニトリル5mlで洗浄を行ったアルミナミニカラムにアセトニトリル溶出液を流し、続いてアセトニトリル30mlを流し、溶出液を採る。この溶液にL-システイン塩酸塩0.15g及びポリエチレングリコールアセトン溶液(1v/v%)0.5mlを加え、減圧濃縮器を用いて40℃以下で溶媒を留去する。乾固直前の残留物をアセトニトリル溶液で溶かして2mlとし、これを試験溶液とする。

(2) 分 析

上記(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、ポリカーバメートから誘導されるジメチルジチオカルバミンのピーク高さ又はピーク面積を求め、下記5により作成した検量線から試験溶液中のポリカーバメートの濃度を求め、検水中のポリカーバメートの濃度を算定する。

5 検量線の作成

ポリカーバメート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200mlとする。以下上記4(1)及び(2)と同様に操作して、ポリカーバメートから誘導されるジメチルジチオカルバ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。

別添方法14 高速液体クロマトグラフィーポストカラムによる一斉分析法

ここで対象とする農薬は、カルボフラン(カルボスルファン代謝物)、カルバリル(NAC)及びメソミルである。

1 試薬

- (1) アスコルビン酸ナトリウム
- (2) 水酸化ナトリウム溶液(0.05mol/L)
- (3) 四ホウ酸ナトリウム溶液(0.05mol/L)
- (4) メチルアルコール

測定対象成分を含まないもの

- (5) 2-メルカプトエチルアルコール

測定対象成分を含まないもの

- (6) *o*-フタルアルデヒド溶液

o-フタルアルデヒド0.2gをメチルアルコール2.5mlに溶かし、四ホウ酸ナトリウム溶液(0.05mol/L)で250mlとし、超音波処理等で脱気した後、2-メルカプトエチルアルコール0.5mlを加えたもの

この溶液は、使用の都度調製する。

- (7) 農薬標準原液

カルボフラン(カルボスルファン代謝物)、カルバリル(NAC)及びメソミルのそれぞれ10mgを別々のメスフラスコに採り、メチルアルコールに溶かして100mlとしたもの
これらの溶液1mlは、それぞれの農薬を0.1mg含む。

これらの溶液は、冷凍保存する。

- (8) 農薬混合標準液

カルボフラン(カルボスルファン代謝物)、カルバリル(NAC)及びメソミルの農薬標準原液1mlずつをメスフラスコに採り、メチルアルコールを加えて100mlとし、更にこの溶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、それぞれの農薬を0.0001mg含む。

この溶液は、使用の都度調製する。

2 器具及び装置

- (1) 高速液体クロマトグラフィーポストカラム装置

機器構成及び流路の例を図1に示す。

ア 分離カラム

別添方法10の2(2)アの例による。

イ 移動相

最適条件に調製したもの

例えば、2-プロピルアルコールと精製水を体積比で8:92の割合で混合したもの

ウ 反応部

分離カラムで分離された液と二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

例えば、水酸化ナトリウム溶液(0.05mol/L)を毎分0.5~0.7mlの流量で注入して80~100℃で反応させた後、*o*-フタルアルデヒド溶液を毎分0.5~0.7mlの流量で注入して反応させることができるもの

エ 検出器

蛍光検出器で、励起波長を339nm、測定波長を455nmに設定したもの

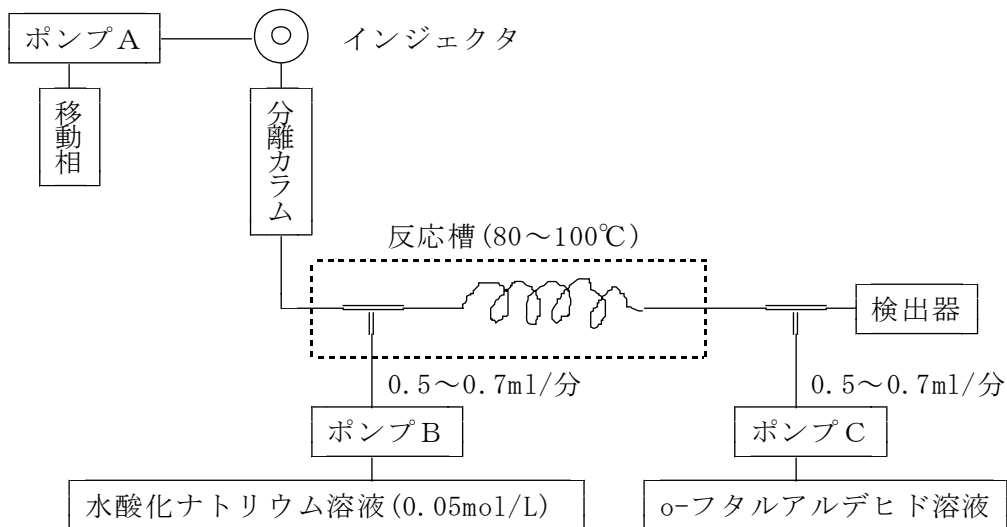


図1 高速液体クロマトグラフーポストカラム装置の例

3 試料の採取及び保存

別添方法5の3の例による。

4 試験操作

検水0.5ml(検水に含まれるカルボフラン(カルボスルファン代謝物)、カルバリル(NAC)及びメソミルの濃度が0.005mg/Lを超える場合には、0.0001~0.005mg/Lとなるように精製水を加えて0.5mlに調製したもの)を高速液体クロマトグラフに注入し、それぞれの農薬のピーク高さ又はピーク面積を求め、下記5により作成した検量線から試験溶液中のそれぞれの農薬の濃度を求め、検水中のそれぞれの農薬の濃度を算定する。

5 検量線の作成

農薬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。以下上記4と同様に操作して、それぞれの農薬の濃度とピーク高さ又はピーク面積との関係を求める。

別添方法15 高速液体クロマトグラフィーポストカラム法

ここで対象とする農薬は、グリホサートである。なお、グリホサートの代謝物であるアミノメチルリン酸(AMPA)も測定するものとする。

1 試薬

(1) アスコルビン酸ナトリウム

(2) 次亜塩素酸ナトリウム溶液

水酸化ナトリウム0.4gをビーカーに採り、精製水約800mlを加えた後、リン酸二水素カリウム1.4g、塩化ナトリウム11.6g及び次亜塩素酸ナトリウム液(5%)0.2mlを加え、更に精製水で1Lとし、超音波処理等で十分に脱気したもの

(3) 四ホウ酸ナトリウム溶液(0.05mol/L)

(4) メチルアルコール

測定対象成分を含まないもの

(5) 2-メルカプトエチルアルコール

測定対象成分を含まないもの

(6) *o*-フタルアルデヒド溶液

別添方法14の1(6)の例による。

(7) 農薬標準原液

別添方法12の1(7)の例による。

(8) 農薬混合標準液

別添方法12の1(8)の例による。

この溶液1mlは、グリホサート及びアミノメチルリン酸(AMPA)をそれぞれ0.0001mg含む。

2 器具及び装置

(1) 高速液体クロマトグラフィーポストカラム装置

機器構成及び流路の例を別添方法14の図1に示す。

ア 分離カラム

内径3~10mm、長さ15~25cmのステンレス管に陰イオン交換基を被覆したポリマー系充填剤を充填したもの又はこれと同等以上の分離性能を有するもの

イ 移動相

最適条件に調製したもの

例えば、リン酸を精製水で薄めて0.05v/v%溶液にしたもの

ウ 反応部

分離カラムで分離された液と二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

例えば、次亜塩素酸ナトリウム溶液を毎分0.4ml程度の流量で注入して30~40℃で反応させた後、*o*-フタルアルデヒド溶液を毎分0.5ml程度の流量で注入して反応させることができるもの

エ 検出器

蛍光検出器で、励起波長を339nm、測定波長を455nmに設定したもの

3 試料の採取及び保存

別添方法5の3の例による。

4 試験操作

検水0.2ml(検水に含まれるグリホサート及びアミノメチルリン酸(AMPA)の濃度が0.04mg/Lを超える場合には、0.002~0.04mg/Lとなるように精製水を加えて0.2mlに調製したもの)を高速液体クロマトグラフに注入し、それぞれの農薬のピーク高さ又はピーク面積を求め、下記5により作成した検量線から試験溶液中のそれぞれの農薬の濃度を求め、検水中のそれぞれの農薬の濃度を算定する。

ただし、アミノメチルリン酸(AMPA)の濃度をグリホサートに換算し、グリホサートの濃度と合計してグリホサートとしての濃度を算定する。

5 検量線の作成

農薬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。以下上記4と同様に操作して、グリホサート及びアミノメチルリン酸(AMPA)のそれぞれの濃度とピーク高さ又はピーク面積との関係を求める。

別添方法16 固相抽出—高速液体クロマトグラフィーポスト カラム法

ここで対象とする農薬は、イミノクタジン酢酸塩である。

1 試薬

- (1) アスコルビン酸ナトリウム
- (2) 酢酸
測定対象成分を含まないもの
- (3) メチルアルコール
測定対象成分を含まないもの
- (4) アンモニア・メチルアルコール溶液
アンモニア水(25v/v%)2ml及びメチルアルコール80mlに精製水を加えて100mlとしたもの
- (5) 酢酸・メチルアルコール溶液
酢酸2mlにメチルアルコールを加えて100mlとしたもの
- (6) 水酸化ナトリウム溶液(0.5mol/L)
- (7) 過塩素酸ナトリウム溶液
過塩素酸ナトリウム14.1g、水酸化ナトリウム400mg及び乳酸1.8mlを精製水に溶かして1Lとしたもの
- (8) アセトニトリル
測定対象成分を含まないもの
- (9) 過塩素酸ナトリウム・アセトニトリル混液
過塩素酸ナトリウム溶液とアセトニトリルを体積比で17:5の割合に混合したもの
- (10) ニンヒドリン溶液
ニンヒドリン3gを精製水に溶かして1Lとしたもの
- (11) イミノクタジン酢酸塩標準原液
イミノクタジン三酢酸塩100mgをメスフラスコに採り、過塩素酸ナトリウム・アセトニトリル混液に溶かして100mlとしたもの
この溶液1mlは、イミノクタジン三酢酸塩1mgを含む。
この溶液は、ポリプロピレン製容器に入れて冷凍保存する。
- (12) イミノクタジン酢酸塩標準液
イミノクタジン酢酸塩標準原液を過塩素酸ナトリウム・アセトニトリル混液で10倍に薄めたもの
この溶液1mlは、イミノクタジン三酢酸塩0.1mgを含む。
この溶液は、使用の都度調製する。

2 器具及び装置

- (1) 器具及び容器
別添方法11の2(1)の例による。

(2) 固相カラム

別添方法5の2(1)の例による。

(3) 高速液体クロマトグラフーポストカラム装置

機器構成及び流路の例は別添方法14の図1による。

ア 分離カラム

内径2~6mm、長さ15~30cm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以上の分離性能を有するもの

イ 移動相

最適条件に調製したもの

例えば、過塩素酸ナトリウム・アセトニトリル混液を超音波処理等で十分脱気したもの

ウ 反応部

分離カラムで分離された液と二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

例えば、水酸化ナトリウム溶液(0.5mol/L)を毎分0.1~0.3mlの流量で注入して80~100℃で反応させた後、ニンヒドリン溶液を毎分0.05~0.2mlの流量で注入して反応させることができるもの。

エ 検出器

蛍光検出器で、励起波長を395nm、測定波長を500nmに設定したもの

3 試料の採取及び保存

別添方法5の3の例による。ただし、ガラス瓶の代わりにポリテトラフルオロエチレン製の容器を使用する。

4 試験操作

(1) 前処理

固相カラムにメチルアルコール5ml及び精製水5mlを順次緩やかに注入する。次に、検水500ml(検水に含まれるイミノクタジン酢酸塩の濃度が0.5mg/Lを超える場合には、0.005~0.5mg/Lとなるように精製水を加えて500mlに調製したもの)を毎分10~20mlの流量で固相カラムに流した後、30分間以上通気又は窒素ガスを吹き付けて固相カラムを乾燥させる。次いで、アンモニア・メチルアルコール溶液3mlを緩やかに流した後、30分間以上通気又は窒素ガスを吹き付けて固相カラムを乾燥させる。次に、固相カラムに酢酸・メチルアルコール溶液3mlを緩やかに流して試験管に採る。試験管の溶出液に窒素ガスを緩やかに吹き付けて濃縮乾固した後、過塩素酸ナトリウム・アセトニトリル混液で溶かして1mlとし、これを試験溶液とする。

(2) 分析

上記(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、蛍光検出器で測定し、イミノクタジン酢酸塩の保持時間に相当する位置のピーク高さ又はピーク面積を求め、下記5により作成した検量線から試験溶液中のイミノクタジン酢酸塩の濃度を求め、検水中のイミノクタジン酢酸塩の濃度を算定する。

5 検量線の作成

イミノクタジン酢酸塩標準液を段階的にメスフラスコに採り、それぞれに過塩素酸ナトリウム・アセトニトリル混液を加えて100mlとする。以下上記4(2)と同様に操作して、イミノクタジン酢酸塩の濃度とピーク高さ又はピーク面積との関係を求める。

別添方法17 溶媒抽出—高速液体クロマトグラフィーポスト カラム法

ここで対象とする農薬は、イミノクタジン酢酸塩である。

1 試薬

- (1) アスコルビン酸ナトリウム
- (2) トリエチルアミン
純度99%以上で、測定対象成分を含まないもの
- (3) 水酸化ナトリウム
測定対象成分を含まないもの
- (4) ブチルアルコール
測定対象成分を含まないもの
- (5) ヘキサン
測定対象成分を含まないもの
- (6) ブチルアルコール・ヘキサン混液
ブチルアルコールとヘキサンを体積比で1:1の割合で混合したもの
- (7) 硫酸(1mol/L)
- (8) リン酸一カリウム溶液
リン酸二水素一カリウム2.713gを精製水に溶かして1000mlとしたもの
- (9) 水酸化ナトリウム溶液(0.1mol/L)
- (10) リン酸緩衝液
リン酸一カリウム溶液40mlに水酸化ナトリウム溶液(0.1mol/L)を加えてpH値を6に調整したもの
- (11) メチルアルコール
別添方法16の1(3)の例による。
- (12) 塩酸・メチルアルコール溶液
塩酸にメチルアルコールを加えて0.1mol/Lになるように調製したもの
- (13) 過塩素酸ナトリウム溶液
別添方法16の1(7)の例による。
- (14) アセトニトリル
別添方法16の1(8)の例による。
- (15) 過塩素酸ナトリウム・アセトニトリル混液
別添方法16の1(9)の例による。
- (16) 水酸化ナトリウム溶液(0.5mol/L)
- (17) ニンヒドリン溶液
別添方法16の1(10)の例による。
- (18) イミノクタジン酢酸塩標準原液
別添方法16の1(11)の例による。

(19) イミノクタジン酢酸塩標準液

別添方法16の1(12)の例による。

この溶液1mlは、イミノクタジン三酢酸塩0.1mgを含む。

2 器具及び装置

(1) 器具及び容器

別添方法11の2(1)の例による。

(2) 振盪機

(3) 減圧濃縮器

すり合わせのもの

(4) シリカゲルカラム

内径15mm、長さ65mmのガラス製カラムに、カラムクロマトグラフ用のカルボキシメチル基を結合したシリカゲルを充填したもの又はこれと同等以上の性能を有するもの

(5) 高速液体クロマトグラフーポストカラム装置

機器構成及び流路の例は別添方法14の図1による。

ア 分離カラム

別添方法16の2(3)アの例による。

イ 移動相

別添方法16の2(3)イの例による。

ウ 反応部

別添方法16の2(3)ウの例による。

エ 検出器

別添方法16の2(3)エの例による。

3 試料の採取及び保存

別添方法5の3の例による。ただし、ガラス瓶の代わりにポリテトラフルオロエチレン製の容器を使用する。

4 試験操作

(1) 前処理

検水400ml(検水に含まれるイミノクタジン酢酸塩の濃度が0.5mg/Lを超える場合には、0.005~0.5mg/Lとなるように精製水を加えて400mlに調製したもの)を採り、トリエチルアミン0.15ml、水酸化ナトリウム5g及びブチルアルコール・ヘキサン混液200mlを加え、振盪機を用いて5分間振り混ぜ、静置後、有機溶媒層を分取する。残った溶液にブチルアルコール・ヘキサン混液200mlを加えて同様の操作を繰り返し、有機溶媒層を先の有機溶媒層に合わせる。有機溶媒層に精製水30ml及び硫酸(1mol/L)2mlを加え、振盪機を用いて5分間振り混ぜ、静置後、水層を分取する。残った溶液に精製水30ml及び硫酸(1mol/L)2mlを加えて同様の操作を繰り返し、水層を先の水層に合わせる。水層を減圧濃縮器に入れ、40℃以下の温度で2mlに濃縮する。この濃縮液にリン酸緩衝液5mlを加え、更に水酸化ナトリウム溶液(0.1mol/L)を加えてpH値を6に調整する。あらかじめメチルアルコール5ml及び精製水5mlで順次洗浄したシリカゲルカ

ラムにpH値を調整した濃縮液を流し、次いでリン酸緩衝液5mlを流し、流出液を捨てる。シリカゲルカラムに塩酸・メチルアルコール溶液10mlを流し、溶出液を採る。溶出液を減圧濃縮器に入れ、40℃以下の温度で濃縮する。濃縮残留物を過塩素酸ナトリウム・アセトニトリル混液で溶かして2mlとし、これを試験溶液とする。

(2) 分 析

上記(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、蛍光検出器で測定し、イミノクタジン酢酸塩の保持時間に相当するピーク高さ又はピーク面積を求め、下記5により作成した検量線から試験溶液中のイミノクタジン酢酸塩の濃度を求め、検水中のイミノクタジン酢酸塩の濃度を算定する。

5 検量線の作成

イミノクタジン酢酸塩標準液を段階的にメスフラスコに採り、それぞれに過塩素酸ナトリウム・アセトニトリル混液を加えて100mlとする。以下上記4(2)と同様に操作して、イミノクタジン酢酸塩の濃度とピーク高さ又はピーク面積との関係を求める。

別添方法18 固相抽出—液体クロマトグラフ—質量分析計 による一斉分析法

ここでポジティブモードで対象とする農薬は、チウラム、ベンタゾン、カルボフラン(カルボスルファン代謝物)、イプロジオン、オキシシン銅、アシュラム、ベンスリド(SAP)、カルバリル(NAC)、カルプロパミド、ジウロン(DCMU)、フェンチオン(MPP)、メソミル、ベノミル、プロベナゾール、ダイムロン、ベンスルフロンメチル、トリシクラゾール、アゾキシストロビン、ハロスルフロンメチル、フラザスルフロン、チオジカルブ及びシデュロンである。ただし、ベノミルはメチル-2-ベンツイミダゾールカルバメート(MBC)に変化することから、メチル-2-ベンツイミダゾールカルバメート(MBC)として測定する。また、フェンチオン(MPP)については、その酸化物であるMPPスルホキシド、MPPスルホン、MPPオキソン、MPPオキシソンスルホキシド及びMPPオキシソンスルホンをそれぞれ測定する。

ここでネガティブモードで対象とする農薬は、ベンタゾン、2,4-ジクロロフェノキシ酢酸(2,4-D)、トリクロピル、アシュラム、ベンスリド(SAP)、メコプロップ(MCPP)、カルプロパミド、ジウロン(DCMU)、ダイムロン、ベンスルフロンメチル、ハロスルフロンメチル、フラザスルフロン、シデュロン及びフィプロニルである。

1 試薬

(1) アスコルビン酸ナトリウム

(2) アセトニトリル

測定対象成分を含まないもの

(3) ぎ酸(0.1~0.2v/v%)

(4) 酢酸(0.15v/v%)

(5) メチルアルコール

測定対象成分を含まないもの

(6) EDTA溶液

別添方法9の1(4)の例による。

(7) 硝酸(1+10)

(8) 農薬標準原液

チウラム、ベンタゾン、カルボフラン(カルボスルファン代謝物)、2,4-ジクロロフェノキシ酢酸(2,4-D)、トリクロピル、イプロジオン、アシュラム、ベンスリド(SAP)、メコプロップ(MCPP)、カルバリル(NAC)、カルプロパミド、ジウロン(DCMU)、フェンチオン(MPP)、メソミル、プロベナゾール、ダイムロン、ベンスルフロンメチル、トリシクラゾール、アゾキシストロビン、ハロスルフロンメチル、フラザスルフロン、チオジカルブ、シデュロン、フィプロニル、MPPスルホキシド、MPPスルホン、MPPオキソン、MPPオキシソンスルホキシド及びMPPオキシソンスルホンのそれぞれ100mgを別々のメスフラスコに採り、それぞれをアセトニトリルに溶かして100mlとしたもの

これらの溶液1mlは、それぞれの農薬を1mg含む。

これらの溶液は、冷凍保存する。

(9) M B C 標準原液

メチル-2-ベンツイミダゾールカルバメート (MBC) 10mg をメスフラスコに採り、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、メチル-2-ベンツイミダゾールカルバメート (MBC) 0.1mg を含む。

この溶液は、冷凍保存する。

(10) オキシシン銅標準原液

オキシシン銅100mg をメスフラスコに採り、少量の塩酸で溶かした後、アセトニトリルを加えて100mlとしたもの

この溶液1mlは、オキシシン銅1mg を含む。

この溶液は、冷凍保存する。

(11) 農薬混合標準液

チウラム、ベンタゾン、カルボフラン(カルボスルファン代謝物)、2,4-ジクロロフェノキシ酢酸(2,4-D)、トリクロピル、イプロジオン、アシュラム、ベンスリド(SAPP)、メコプロップ(MCPP)、カルバリル(NAC)、カルプロパミド、ジウロン(DCMU)、フェンチオン(MPP)、メソミル、プロベナゾール、ダイムロン、ベンスルフロンメチル、トリシクラゾール、アゾキシストロビン、ハロスルフロンメチル、フラザスルフロン、チオジカルブ、シデュロン、フィプロニル、MPPスルホキシド、MPPスルホン、MPPオキシソン、MPPオキシソンスルホキシド及びMPPオキシソンスルホンのそれぞれの農薬標準原液5mlずつとM B C 標準原液50ml をメスフラスコに採り、アセトニトリルを加えて250mlとしたもの

この溶液1mlは、それぞれの農薬を0.02mg含む。

この溶液は、使用の都度調製する。

(12) オキシシン銅標準液

オキシシン銅標準原液をアセトニトリルで50倍に薄めたもの

この溶液1mlは、オキシシン銅0.02mg を含む。

この溶液は、使用の都度調製する。

2 器具及び装置

(1) 固相カラム

ジビニルベンゼン-メタクリレート共重合体又はこれと同等以上の性能を有するもの

(2) 液体クロマトグラフ-質量分析計

ア 分離カラム

内径2.1~4.6mm、長さ15~25cmのステンレス管にオクタデシ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以上の分離性能を有するもの

イ 移動相

最適条件に調製したもの

例えば、A液はアセトニトリル、B液はぎ酸(0.1~0.2v/v%)又は酢酸(0.15v/v%)のもの

ウ 移動相流量

対象物質の最適分離条件に設定できるもの

例えば、A液及びB液の容量の比が5:95のものを、A液の容量比を毎分2.5%で上昇させて100%にできるもの

エ イオン化法

エレクトロスプレー法で、ポジティブモード又はネガティブモードのもの

オ 検出器

検査方法告示の別表第14の2(4)ウの例による。

カ フラグメントを得るための電圧

最適条件に設定できるもの

3 試料の採取及び保存

別添方法5の3の例による。

4 試験操作

(1) 前処理

固相カラムにアセトニトリル10ml、メチルアルコール10ml及び精製水10mlを順次注入する。次に、EDTA溶液10mlを加え、硝酸(1+10)でpH値を3.5に調整した検水500ml(検水に含まれるそれぞれの農薬の濃度が表1及び表2に示す濃度範囲の上限値を超える場合には、同表に示す濃度範囲となるように精製水を加えて500mlに調製したものを)を毎分10~20mlの流量で固相カラムに流した後、窒素ガスを吹き付けて固相カラムを乾燥させる。次いで、固相カラムの上端からアセトニトリル5mlを緩やかに流し、試験管に採る。試験管の溶出液に窒素ガスを緩やかに吹き付けて0.2ml以下に濃縮した後、精製水を加えて1mlとし、これを試験溶液とする。

(2) 分析

上記(1)で得られた試験溶液の一定量を液体クロマトグラフィー質量分析計に注入し、ポジティブモードは表1に示すそれぞれの農薬のモニターイオンのピーク高さ又はピーク面積を求め、下記5により作成した検量線から試験溶液中のそれぞれの農薬の濃度を求め、検水中のそれぞれの農薬の濃度を算定する。

ただし、メチル-2-ベンツイミダゾールカルバメート(MBC)の濃度をベノミルに換算し、ベノミルの濃度とする。また、フェンチオン(MPP)は、その酸化物であるMPPスルホキシド、MPPスルホン、MPPオキソン、MPPオキシンスルホキシド及びMPPオキシンスルホンのそれぞれの濃度を原体に換算し、それらの濃度と原体濃度とを合計してフェンチオン(MPP)としての濃度を算定する。

また、ネガティブモードは表2に示すそれぞれの農薬のモニターイオンのピーク高さ又はピーク面積を求め、下記5により作成した検量線から試験溶液中のそれぞれの農薬の濃度を求め、検水中のそれぞれの農薬の濃度を算定する。

表1 ポジティブモードのモニターイオン及び濃度範囲

	農薬名	モニターイオン(m/z)	濃度範囲(mg/L)
1	チウラム	241	0.0002 ~0.02

17	ベンタゾン	241	0.00005 ~0.005
18	カルボフラン	222	0.000004~0.0004
26	イプロジオン	330	0.0002 ~0.02
28	オキシソ銅	146	0.00008 ~0.008
36	アシュラム	231	0.0001 ~0.01
42	ベンスリド	356	0.00003 ~0.003
48	カルバリル	202	0.00002 ~0.002
58	カルプロパミド	334、336	0.00003 ~0.003
68	ジウロン	233	0.0001 ~0.01
71	フェンチオン(MPP)	279	0.00002 ~0.002
	MPPスルホキシド	295	0.00000004 ~0.00001
	MPPスルホン	311	0.0000004 ~0.00004
	MPPオキソン	263	0.0000001 ~0.00002
	MPPオキシソンスルホキシド	279	0.0000004 ~0.00004
	MPPオキシソンスルホン	295	0.0000002 ~0.00004
74	メソミル	163	0.0002 ~0.02
75	メチル-2-ベンツイミダ ゾールカルバメート(MB C) ※	192	0.00002 ~0.002
82	プロベナゾール	224	0.0002 ~0.02
84	ダイムロン	269	0.00005 ~0.005
86	ベンスルフロメチル	411	0.00001 ~0.001
87	トリシクラゾール	190	0.000003~0.0003
90	アゾキシストロビン	372	0.00002 ~0.002
94	ハロスルフロメチル	435	0.00005 ~0.005
95	フラザスルフロ	408	0.000002~0.0002
96	チオジカルブ	355	0.00005 ~0.005
98	シデュロン	233	0.00002 ~0.002

※印はベノミルの代謝物である。

注) ここに示すモニターイオンは一例である。

表2 ネガティブモードのモニターイオン及び濃度範囲

	農 薬 名	モニターイオン(m/z)	濃度範囲(mg/L)
17	ベンタゾン	239	0.000002~0.0002
19	2,4-D	161、219	0.00005 ~0.005
20	トリクロピル	196	0.00002 ~0.002
36	アシュラム	229	0.00001 ~0.001
42	ベンスリド	213	0.00001 ~0.001

45	メコプロップ	213	0.00002 ~0.002
58	カルプロパミド	334	0.00005 ~0.005
68	ジウロン	231	0.0001 ~0.01
84	ダイムロン	267	0.00005 ~0.005
86	ベンスルフロンメチル	409	0.00001 ~0.001
94	ハロスルフロンメチル	433	0.00001 ~0.001
95	フラザスルフロン	406	0.000002~0.0002
98	シデュロン	277	0.00002 ~0.002
102	フィプロニル	435、437	0.000005 ~0.0005

注) ここに示すモニターイオンは一例である。

5 検量線の作成

農薬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10mlとする。以下上記4(2)と同様に操作して、それぞれの農薬のモニターイオンのピーク高さ又はピーク面積を求め、それぞれの農薬の濃度との関係を求める。

別に、オキシシン銅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10mlとする。以下上記4(2)と同様に操作して、オキシシン銅のモニターイオンのピーク高さ又はピーク面積を求め、オキシシン銅の濃度との関係を求める。

別添方法19 固相抽出ー液体クロマトグラフー質量分析法

ここで対象とする農薬は、チオファネートメチル及びベンフラカルブである。

1 試 薬

(1) アスコルビン酸ナトリウム

(2) アセトニトリル

測定対象成分を含まないもの

(3) メチルアルコール

測定対象成分を含まないもの

(4) ぎ酸(0.1~0.2v/v%)

(5) 酢酸(0.15v/v%)

(6) 農薬標準原液

チオファネートメチル及びベンフラカルブのそれぞれ100mgを別々のメスフラスコに採り、それぞれをアセトニトリルに溶かして100mlとしたもの

これらの溶液1mlは、それぞれの農薬を1mg含む。

これらの溶液は、冷凍保存する。

(7) 農薬混合標準液

チオファネートメチル及びベンフラカルブのそれぞれの標準原液の等量ずつをメスフラスコに採り、アセトニトリルで50倍に薄めたもの

この溶液1mlは、それぞれの農薬を0.02mg含む。

この溶液は、使用の都度調製する。

2 器具及び装置

(1) 固相カラム

別添方法18の2(1)の例による。

(2) 液体クロマトグラフー質量分析計

ア 分離カラム

別添方法18の2(2)アの例による。

イ 移動相

別添方法18の2(2)イの例による。

ウ 移動相流量

別添方法18の2(2)ウの例による。

エ イオン化法

エレクトロスプレー法で、ポジティブモードのもの

オ 検出器

検査方法告示の別表第14の2(4)ウの例による。

カ フラグメントを得るための電圧

最適条件に設定できるもの

3 試料の採取及び保存

別添方法 5 の 3 の例による。

4 試験操作

(1) 前処理

固相カラムにアセトニトリル10ml、メチルアルコール10ml及び精製水10mlを順次注入する。次に、検水500ml(検水に含まれるそれぞれの農薬の濃度が表 1 に示す濃度範囲の上限値を超える場合には、同表に示す濃度範囲となるように精製水を加えて500mlに調製したものを)を毎分10~20mlの流量で固相カラムに流した後、窒素ガスを吹き付けて固相カラムを乾燥させる。次いで、固相カラムの上端からアセトニトリル5mlを緩やかに流し、試験管に採る。試験管の溶出液に窒素ガスを緩やかに吹き付けて0.2ml以下に濃縮した後、精製水を加えて1mlとし、これを試験溶液とする。

(2) 分析

上記(1)で得られた試験溶液の一定量を液体クロマトグラフー質量分析計に注入し、表 1 に示すそれぞれの農薬のモニターイオンのピーク高さ又はピーク面積を求め、下記(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、下記 5 により作成した検量線から試験溶液中のそれぞれの農薬の濃度を求め、検水中のそれぞれの農薬の濃度を算定する。

(3) 空試験

精製水500mlを採り、以下上記(1)及び(2)と同様に操作してそれぞれの農薬のモニターイオンのピーク高さ又はピーク面積を求める。

表 1 モニターイオン及び濃度範囲

	農 薬 名	モニターイオン(m/z)	濃度範囲(mg/L)
55	チオファネートメチル	343	0.00002 ~0.002
76	ベンフラカルブ	222	0.000004~0.0004

注) ここに示すモニターイオンは一例である。

5 検量線の作成

農薬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10mlとする。以下上記 4 (2)と同様に操作して、それぞれの農薬のモニターイオンのピーク高さ又はピーク面積を求め、それぞれの農薬の濃度との関係を求める。

別添方法20 液体クロマトグラフー質量分析計による一斉分析法

ここでポジティブモードで対象とする農薬は、アセフェート及びオキシシ銅である。

ここでネガティブモードで対象とする農薬は、ダラポン及びホセチルである。

1 試薬

(1) アスコルビン酸ナトリウム

(2) アセトニトリル

測定対象成分を含まないもの

(3) ぎ酸(0.1~0.2v/v%)

(4) 酢酸(0.15v/v%)

(5) アセフェート標準原液

アセフェート100mgをアセトニトリルに溶かして100mlとしたもの

この溶液1mlは、アセフェート1mgを含む。

この溶液は、冷凍保存する。

(6) オキシシ銅標準原液

別添方法18の1(10)の例による。

(7) ダラポン標準原液

ダラポン100mgをメスフラスコに採り、精製水に溶かして100mlとしたもの

この溶液1mlは、ダラポン1mgを含む。

この溶液は、冷蔵保存する。

(8) ホセチル標準原液

ホセチル100mgをメスフラスコに採り、精製水に溶かして100mlとしたもの

この溶液1mlは、ホセチル1mgを含む。

この溶液は、冷蔵保存する。

(9) 農薬混合標準液

アセフェート、オキシシ銅及びダラポンのそれぞれの標準原液0.1mlずつ、ホセチル標準原液1mlをメスフラスコに採り、精製水を加えて100mlとしたもの

この溶液1mlは、アセフェート、オキシシ銅及びダラポンをそれぞれ0.001mg、ホセチルを0.01mg含む。

この溶液は、使用の都度調製する。

2 器具及び装置

(1) メンブランフィルターろ過装置

検査方法告示の別表第12の2(1)の例による。

(2) 液体クロマトグラフー質量分析計

ア 分離カラム

別添方法18の2(2)アの例による。

イ 移動相

別添方法18の2(2)イの例による。

ウ 移動相流量

別添方法18の2(2)ウの例による。

エ イオン化法

別添方法18の2(2)エの例による。

オ 検出器

検査方法告示の別表第14の2(4)ウの例による。

カ フラグメントを得るための電圧

最適条件に設定できるもの

3 試料の採取及び保存

別添方法5の3の例による。

4 試験操作

(1) 前処理

検水100ml(検水に含まれるそれぞれの農薬の濃度が表1及び表2に示す濃度範囲の上限値を超える場合には、同表に示す濃度範囲となるように精製水を加えて100mlに調製したものを)をメンブランフィルターろ過装置でろ過し、初めのろ液約10mlは捨て、次のろ液を試験溶液とする。

(2) 分析

上記(1)で得られた試験溶液の一定量を液体クロマトグラフ質量分析計に注入し、ポジティブモードは表1に示すそれぞれの農薬のモニターイオンのピーク高さ又はピーク面積を求め、下記(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、下記5により作成した検量線から試験溶液中のそれぞれの農薬の濃度を求め、検水中のそれぞれの農薬の濃度を算定する。

また、ネガティブモードは表2に示すそれぞれの農薬のモニターイオンのピーク高さ又はピーク面積を求め、下記(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、下記5により作成した検量線から試験溶液中のそれぞれの農薬の濃度を求め、検水中のそれぞれの農薬の濃度を算定する。

(3) 空試験

精製水100mlを採り、以下上記(1)及び(2)と同様に操作してそれぞれの農薬のモニターイオンのピーク高さ又はピーク面積を求める。

表1 ポジティブモードのモニターイオン及び濃度範囲

	農薬名	モニターイオン(m/z)	濃度範囲(mg/L)
21	アセフェート	184	0.0008~0.08
28	オキシシン銅	146	0.0004~0.04

注) ここに示すモニターイオンは一例である。

表2 ネガティブモードのモニターイオン及び濃度範囲

	農 薬 名	モニターイオン (m/z)	濃度範囲 (mg/L)
64	ダラポン	141	0.001 ~0.1
92	ホセチル	109	0.02 ~2

注) ここに示すモニターイオンは一例である。

5 検量線の作成

農薬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10mlとする。以下上記4(2)と同様に操作して、それぞれの農薬のモニターイオンのピーク高さ又はピーク面積を求め、それぞれの農薬の濃度との関係を求める。

別紙1 水質管理目標設定項目の測定精度

水質検査の実施に当たっては、目標値の10分の1まで測定すること。この場合において、目標値の10分の1付近における値の変動が、下表の変動係数で示す値以下となるよう精度を確保すること。

項	目	目 標 値	検 査 方 法	変動係数
1	アンチモン及びその化合物	アンチモンの量に関して、0.015mg/L以下	水素化物発生-原子吸光光度法 水素化物発生-ICP法 ICP-MS法	10% 10% 10%
2	ウラン及びその化合物	ウランの量に関して、0.002mg/L以下(暫定)	ICP-MS法 固相抽出-ICP法	10% 10%
3	ニッケル及びその化合物	ニッケルの量に関して、0.01mg/L(暫定)	フレイムレス-原子吸光光度法 ICP法 ICP-MS法	10% 10% 10%
4	亜硝酸態窒素	0.05mg/L以下(暫定)	イオンクロマトグラフ法	10%
5	1,2-ジクロロエタン	0.004mg/L以下	PT-GC-MS法 HS-GC-MS法	20% 20%
6	トランス-1,2-ジクロロエチレン	0.04mg/L以下	PT-GC-MS法 HS-GC-MS法	20% 20%
7	1,1,2-トリクロロエタン	0.006mg/L以下	PT-GC-MS法 HS-GC-MS法	20% 20%
8	トルエン	0.2mg/L以下	PT-GC-MS法 HS-GC-MS法	20% 20%
9	フタル酸ジ(2-エチルヘキシル)	0.1mg/L以下	溶媒抽出-GC-MS法	20%
10	亜塩素酸	0.6mg/L以下	イオンクロマトグラフ法 イオンクロマトグラフ-ポストカラム 吸光光度法	10% 10%
11	削除	削除	削除	削除
12	二酸化塩素	0.6mg/L以下	イオンクロマトグラフ法 イオンクロマトグラフ-ポストカラム 吸光光度法	10% 10%
13	ジクロロアセトニトリル	0.04mg/L以下(暫定)	溶媒抽出-GC-MS法	20%
14	抱水クロラール	0.03mg/L以下(暫定)	溶媒抽出-GC-MS法	20%
15	農薬類	検出値と目標値の比の和として、1以下	農薬ごとに定められた方法による	-
16	残留塩素	1mg/L以下	ジエチル-p-フェニレンジアミン法 電流法 吸光光度法 連続自動測定機器による吸光光度法 ポーラログラフ法	10% 10% 10% 10% 10%
17	カルシウム、マグネシウム等(硬度)	10mg/L以上 100mg/L以下	フレイム-原子吸光光度法 ICP法 イオンクロマトグラフ法 滴定法	10% 10% 10% 10%
18	マンガン及びその化合物	マンガンの量に関して、0.01mg/L以下	フレイムレス-原子吸光光度法 ICP法 ICP-MS法	10% 10% 10%

項 目		目 標 値	検 査 方 法	変動係数
19	遊離炭酸	20mg/L以下	滴定法	10%
20	1,1,1-トリクロロエタン	0.3mg/L以下	PT-GC-MS法 HS-GC-MS法	20% 20%
21	メチル-t-ブチルエーテル	0.02mg/L以下	PT-GC-MS法 HS-GC-MS法	20% 20%
22	有機物等（過マンガン酸カリウム消費量）	3mg/L以下	滴定法	10%
23	臭気強度（TON）	3以下	官能法	—
24	蒸発残留物	30mg/L以上 200mg/L以下	重量法	—
25	濁度	1度以下	比濁法 透過光測定法 連続自動測定機器による透過光測定法 積分球式光電光度法 連続自動測定機器による積分球式光電光度法 散乱光測定法 透過散乱法	— 10% 10% 10% 10% 10% 10%
26	pH値	7.5程度	ガラス電極法 連続自動測定機器によるガラス電極法	— —
27	腐食性（ランゲリア指数）	—1程度以上とし、 極力0に近づける	計算法	—
28	従属栄養細菌	1mlの検水で形成される集落数が2,000以下 （暫定）注	R2A寒天培地法	—

別紙2 農薬類（水質管理目標設定項目15）の測定精度

水質検査の実施に当たっては、原則として目標値の100分の1まで測定し、更に下表の変動係数で示す値以下となるよう精度を確保すること。なお、一般的測定機器・通常の検査方法を採用した場合の定量下限値の目安を農薬別・検査方法別に下表に併せて示す。

番号	農薬名	目標値 (mg/L)	検査方法	定量下限値 (mg/L)	変動係数
1	チウラム	0.02	固相抽出-LC-MS法(P)	0.0002	20%
2	シマジン(CAT)	0.003	固相抽出-GC-MS法	0.00001	20%
3	チオベンカルブ	0.02	固相抽出-GC-MS法	0.00002	20%
4	1,3-ジクロロプロペン(D-D)	0.002	PT-GC-MS法 HS-GC-MS法	0.0001 0.0001	20% 20%
5	イソキサチオン	0.008	固相抽出-GC-MS法	0.00001	20%
6	ダイアジノン	0.005	固相抽出-GC-MS法	0.00002	20%
7	フェニトロチオン(MEP)	0.003	固相抽出-GC-MS法	0.00001	20%
8	イソプロチオラン(IPT)	0.04	固相抽出-GC-MS法	0.00001	20%
9	クロロタロニル(TPN)	0.05	固相抽出-GC-MS法	0.00001	20%
10	プロピザミド	0.05	固相抽出-GC-MS法	0.00001	20%
11	ジクロロボス(DDVP)	0.008	固相抽出-GC-MS法	0.00005	20%
12	フェノブカルブ(BPMC)	0.03	固相抽出-GC-MS法	0.00001	20%
13	クロロニトロフェン(CNP) : 失効農薬	0.0001	固相抽出-GC-MS法	0.0001	20%
14	CNP-アミノ体	—	固相抽出-GC-MS法	0.0001	20%
15	イプロベンホス(IBP)	0.008	固相抽出-GC-MS法	0.00005	20%
16	EPN	0.006	固相抽出-GC-MS法	0.00005	20%
17	ベンタゾン : 失効農薬	0.2	固相抽出-誘導体化-GC-MS法 固相抽出-LC-MS法(P) 固相抽出-LC-MS法(N)	0.00001 0.00005 0.00002	20% 20% 20%
18	カルボフラン(カルボスルファン代謝物)	0.005	HPLC-ポストカラム法 固相抽出-LC-MS法(P)	0.00005 0.00005	20% 20%
19	2,4-ジクロロフェノキシ酢酸(2,4-D)	0.03	固相抽出-誘導体化-GC-MS法 固相抽出-LC-MS法(N)	0.00001 0.00005	20% 20%
20	トリクロピル	0.006	固相抽出-誘導体化-GC-MS法 固相抽出-LC-MS法(N)	0.00001 0.00002	20% 20%
21	アセフェート	0.08	LC-MS法(P)	0.0008	20%
22	イソフェンホス : 失効農薬	0.001	固相抽出-GC-MS法	0.00003	20%
23	クロロピリホス	0.03	固相抽出-GC-MS法	0.00005	20%
24	トリクロロホン(DEP)	0.03	固相抽出-GC-MS法	0.0002	20%
25	ピリダフェンチオン : 失効農薬	0.002	固相抽出-GC-MS法	0.00005	20%
26	イプロジオン	0.3	固相抽出-GC-MS法 固相抽出-HPLC法 固相抽出-LC-MS法(P)	0.00002 0.001 0.0001	20% 20% 20%
27	エトリジアゾール(エクロメゾール)	0.004	固相抽出-GC-MS法	0.00001	20%
28	オキシシン銅	0.04	固相抽出-LC-MS法(P) LC-MS法(P)	0.00005 0.0004	20% 20%
29	キャプタン	0.3	固相抽出-GC-MS法	0.0001	20%
30	クロロネブ	0.05	固相抽出-GC-MS法	0.00002	20%
31	トルクロホスメチル	0.2	固相抽出-GC-MS法	0.00001	20%
32	フルトラニル	0.2	固相抽出-GC-MS法	0.00001	20%
33	ペンシクロン	0.04	固相抽出-GC-MS法	0.0001	20%
34	メトラキシル	0.05	固相抽出-GC-MS法	0.00005	20%

番号	農 薬 名	目標値 (mg/L)	検 査 方 法	定量下限値 (mg/L)	変動 係数
35	メプロニル	0.1	固相抽出-GC-MS法	0.00001	20%
36	アシラム	0.2	固相抽出-HPLC法 固相抽出-LC-MS法(P) 固相抽出-LC-MS法(N)	0.001 0.0001 0.0005	20% 20% 20%
37	ジチオピル	0.008	固相抽出-GC-MS法	0.00001	20%
38	テルブカルブ(MBPMC)：失効 農薬	0.02	固相抽出-GC-MS法	0.00001	20%
39	ナプロパミド	0.03	固相抽出-GC-MS法	0.00001	20%
40	ピリブチカルブ	0.02	固相抽出-GC-MS法	0.00002	20%
41	ブタミホス	0.01	固相抽出-GC-MS法	0.0001	20%
42	ベンスリド(SAP)：失効農薬	0.1	固相抽出-LC-MS法(P) 固相抽出-LC-MS法(N)	0.00001 0.00001	20% 20%
43	ベンフルラリン(ベスロジン)	0.08	固相抽出-GC-MS法	0.00001	20%
44	ペンディメタリン	0.1	固相抽出-GC-MS法	0.00001	20%
45	メコプロップ(MCPP)	0.005	固相抽出-誘導体化-GC-MS法 固相抽出-LC-MS法(N)	0.00005 0.00002	20% 20%
46	メチルダイムロン：失効農薬	0.03	固相抽出-GC-MS法	0.00005	20%
47	アラクロール	0.01	固相抽出-GC-MS法	0.00002	20%
48	カルバリル(NAC)	0.05	固相抽出-HPLC法 HPLC-ポストカラム法 固相抽出-LC-MS法(P)	0.0005 0.0001 0.00002	20% 20% 20%
49	エディフェンホス(エジフェ ンホス, EDDP)	0.006	固相抽出-GC-MS法	0.00005	20%
50	ピロキロン	0.04	固相抽出-GC-MS法	0.00001	20%
51	フサライド	0.1	固相抽出-GC-MS法	0.00001	20%
52	メフェナセット	0.009	固相抽出-GC-MS法	0.00001	20%
53	プレチラクロール	0.04	固相抽出-GC-MS法	0.00001	20%
54	イソプロカルブ(MIPC)	0.01	固相抽出-GC-MS法	0.00005	20%
55	チオファネートメチル	0.3	固相抽出-HPLC法 固相抽出-LC-MS法(P)	0.002 0.00005	20% 20%
56	テニルクロール	0.2	固相抽出-GC-MS法	0.00002	20%
57	メチダチオン(DMTP)	0.004	固相抽出-GC-MS法	0.00001	20%
58	カルプロパミド	0.04	固相抽出-LC-MS法(P) 固相抽出-LC-MS法(N)	0.00002 0.00005	20% 20%
59	プロモブチド	0.04	固相抽出-GC-MS法	0.0001	20%
60	モリネート	0.005	固相抽出-GC-MS法	0.00001	20%
61	プロシミドン	0.09	固相抽出-GC-MS法	0.0001	20%
62	アニロホス	0.003	固相抽出-GC-MS法	0.00005	20%
63	アトラジン	0.01	固相抽出-GC-MS法	0.00005	20%
64	ダラボン	0.08	LC-MS法(N)	0.001	20%
65	ジクロベニル(DBN)	0.01	固相抽出-GC-MS法	0.00001	20%
66	ジメトエート	0.05	固相抽出-GC-MS法	0.00005	20%
67	ジクワット	0.005	固相抽出-HPLC法	0.001	20%
68	ジウロン(DCMU)	0.02	固相抽出-LC-MS法(P) 固相抽出-LC-MS法(N)	0.0001 0.0001	20% 20%
69	エンドスルファン(ベンゾエ ピン)	0.01	固相抽出-GC-MS法	0.00005	20%

番号	農 薬 名	目標値 (mg/L)	検 査 方 法	定量下限値 (mg/L)	変動 係数
70	エトフェンプロックス	0.08	固相抽出-GC-MS法	0.00005	20%
71	フェンチオン(MPP)	0.001	固相抽出-GC-MS法 固相抽出-LC-MS法(P)	0.00001 0.00002	20% 20%
72	グリホサート	2	誘導体化-HPLC法 HPLC-ポストカラム法	0.0005 0.002	20% 20%
73	マラソン (マラチオン)	0.05	固相抽出-GC-MS法	0.00005	20%
74	メソミル	0.03	HPLC-ポストカラム法 固相抽出-LC-MS法(P)	0.0001 0.00002	20% 20%
75	ベノミル	0.02	固相抽出-LC-MS法(P)	0.00002	20%
76	ベンフラカルブ	0.04	固相抽出-LC-MS法(P)	0.000004	20%
77	シメトリン	0.03	固相抽出-GC-MS法	0.00002	20%
78	ジメピペレート：失効農薬	0.003	固相抽出-GC-MS法	0.00002	20%
79	フェントエート(PAP)	0.004	固相抽出-GC-MS法	0.00004	20%
80	ブプロフェジン	0.02	固相抽出-GC-MS法	0.00001	20%
81	エチルチオメトン	0.004	固相抽出-GC-MS法	0.00004	20%
82	プロベナゾール	0.05	固相抽出-LC-MS法(P)	0.0001	20%
83	エスプロカルブ	0.01	固相抽出-GC-MS法	0.0001	20%
84	ダイムロン	0.8	固相抽出-LC-MS法(P) 固相抽出-LC-MS法(N)	0.00005 0.00005	20% 20%
85	ビフェノックス：失効農薬	0.2	固相抽出-GC-MS法	0.0001	20%
86	ベンスルフロンメチル	0.4	固相抽出-LC-MS法(P) 固相抽出-LC-MS法(N)	0.00001 0.00001	20% 20%
87	トリシクラゾール	0.08	固相抽出-LC-MS法(P)	0.000002	20%
88	ピペロホス：失効農薬	0.0009	固相抽出-GC-MS法	0.00005	20%
89	ジメタメトリン	0.02	固相抽出-GC-MS法	0.00001	20%
90	アゾキシストロビン	0.5	固相抽出-LC-MS法(P)	0.00002	20%
91	イミノクタジン酢酸塩	0.006	固相抽出-HPLC-ポストカ ラム法 溶媒抽出-HPLC-ポストカ ラム法	0.005 0.005	20% 20%
92	ホセチル	2	LC-MS法(N)	0.02	20%
93	ポリカーバメート	0.03	誘導体化-HPLC法	0.002	20%
94	ハロスルフロンメチル	0.3	固相抽出-LC-MS法(P) 固相抽出-LC-MS法(N)	0.00005 0.00005	20% 20%
95	フラザスルフロン	0.03	固相抽出-LC-MS法(P) 固相抽出-LC-MS法(N)	0.000002 0.000002	20% 20%
96	チオジカルブ	0.08	固相抽出-LC-MS法(P)	0.00005	20%
97	プロピコナゾール	0.05	固相抽出-GC-MS法	0.0002	20%
98	シデュロン	0.3	固相抽出-HPLC法 固相抽出-LC-MS法(P) 固相抽出-LC-MS法(N)	0.002 0.00002 0.00002	20% 20% 20%
99	ピリプロキシフェン	0.2	固相抽出-GC-MS法	0.00001	20%
100	トリフルラリン	0.06	固相抽出-GC-MS法	0.00001	20%
101	カフェンストロール	0.008	固相抽出-GC-MS法	0.00001	20%
102	フィプロニル	0.0005	固相抽出-LC-MS法(N)	0.000005	20%

注) 検査方法の欄中、Pはポジティブモード、Nはネガティブモードのことである。