

○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（平成15年厚生労働省告示第261号）

（下線の部分は改正部分）

改 正 後 (略)	改 正 前 (略)
<p>別表第6 誘導結合プラズマ質量分析装置による一斉分析法 ここで対象とする項目は、カドミウム、セレン、鉛、ヒ素、六価クロム、<u>ホウ素、亜鉛、アルミニウム、鉄、銅、ナトリウム、マンガン及びカルシウム、マグネシウム等（硬度）</u>である。</p> <p>1 試薬 (1)～(8) (略) <u>(9) 金属類標準原液</u> <u>ホウ素、カルシウム及びマグネシウム以外の物質については、別表第3の1(7)の例による。</u> <u>ホウ素については、別表第5の1(7)の例による。</u> <u>カルシウム及びマグネシウムについては、別表第4の1(3)の例による。</u> <u>これらの溶液1mlは、それぞれの金属を1mg含む。</u> <u>これらの溶液は、冷暗所に保存する。</u></p> <p>(10) 金属類混合標準液A ホウ素及び鉄のそれぞれ一定量の標準原液を<u>混合し、精製水で1000倍に薄めたもの</u> この溶液1mlは、それぞれの金属を0.001mg含む。 この溶液は、使用の都度調製する。</p> <p>(11) (略) <u>(12) 金属類混合標準液C</u> <u>ナトリウム及びカルシウムのそれぞれ一定量の標準原液を混合し、精製水で10倍に薄めたもの</u> <u>この溶液1mlは、それぞれの金属を0.1mg含む。</u> <u>この溶液は、使用の都度調製する。</u></p> <p><u>(13) マグネシウム標準液</u> <u>マグネシウムの一定量の標準原液を精製水で20倍に薄めた</u></p>	<p>別表第6 誘導結合プラズマ質量分析装置による一斉分析法 ここで対象とする項目は、カドミウム、セレン、鉛、ヒ素、六価クロム、<u>ホウ素、亜鉛、アルミニウム、鉄、銅及びマンガン</u>である。</p> <p>1 試薬 (1)～(8) (略) <u>(9) 金属類標準原液</u> <u>ホウ素以外の物質については、別表第3の1(7)の例による。</u> <u>ホウ素については、別表第5の1(7)の例による。</u> <u>これらの溶液1mlは、それぞれの金属を1mg含む。</u> <u>これらの溶液は、冷暗所に保存する。</u></p> <p>(10) 金属類混合標準液A ホウ素及び鉄のそれぞれ一定量の標準原液を精製水で1000倍に薄めたもの この溶液1mlは、それぞれの金属を0.001mg含む。 この溶液は、使用の都度調製する。</p> <p>(11) (略)</p>

もの

この溶液1mlは、マグネシウムを0.05mg含む。

この溶液は、使用の都度調製する。

- 2 器具及び装置 (略)  
3 試料の採取及び保存 (略)  
4 試験操作

- (1) 前処理 (略)  
(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2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。

ただし、カルシウム、マグネシウム等(硬度)については、まずカルシウム及びマグネシウムの濃度を測定し、次式により濃度を算定する。

硬度(炭酸カルシウム mg/L)

$$= \frac{[\text{カルシウム}(\text{mg/L}) \times 2.497] + [\text{マグネシウム}(\text{mg/L}) \times 4.118]}{10}$$

表2 各金属の濃度範囲及び質量数

金属類	濃度範囲 (mg/L)	質量数
カドミウム	0.00007～ 0.007	111、112、114
セレン	0.0004 ～ 0.04	77、78、80、82
鉛	0.0002 ～ 0.02	208
ヒ素	0.00006～ 0.006	75
六価クロム	0.0002 ～ 0.02	52、53
ホウ素	0.002 ～ 0.2	11
亜鉛	0.0002 ～ 0.02	64、66
アルミニウム	0.0004 ～ 0.04	27
鉄	0.001 ～ 0.3	54、56
銅	0.0002 ～ 0.02	63、65

- 2 器具及び装置 (略)  
3 試料の採取及び保存 (略)  
4 試験操作

- (1) 前処理 (略)  
(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2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2 各金属の濃度範囲及び質量数

金属類	濃度範囲 (mg/L)	質量数
カドミウム	0.00007～ 0.007	111、112、114
セレン	0.0004 ～ 0.04	77、78、80、82
鉛	0.0002 ～ 0.02	208
ヒ素	0.00006～ 0.006	75
六価クロム	0.0002 ～ 0.02	52、53
ホウ素	0.002 ～ 0.2	11
亜鉛	0.0002 ～ 0.02	64、66
アルミニウム	0.0004 ～ 0.04	27
鉄	0.001 ～ 0.3	54、56
銅	0.0002 ～ 0.02	63、65

ナトリウム	0.1 ~ 20	23
マンガン	0.00008 ~ 0.008	55
カルシウム	0.1 ~ 20	44
マグネシウム	0.1 ~ 10	24、25
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A及び金属類混合標準液Bをそれぞれ段階的にメスフラスコに採り、それぞれに試験溶液と同じ割合となるように硝酸及び混合内部標準液を加え、更に精製水を加えて一定量とする。これとは別に、金属類混合標準液C及びマグネシウム標準液をそれぞれ段階的にメスフラスコに採り、それぞれに試験溶液と同じ割合となるように硝酸及び混合内部標準液を加え、更に精製水を加えて一定量とする。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。

#### 別表第7

##### 還元気化—原子吸光光度法

ここで対象とする項目は、水銀である。

#### 1 試薬

- (1) (略)
- (2) 塩酸ヒドロキシルアミン溶液
- (3) ~ (6) (略)

#### 2 器具及び装置 (略)

#### 3 試料の採取及び保存 (略)

#### 4 試験操作

マンガン	0.00008 ~ 0.008	55
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A及び金属類混合標準液Bをそれぞれ段階的にメスフラスコに採り、それぞれに試験溶液と同じ割合となるように硝酸及び混合内部標準液を加え、更に精製水を加えて一定量とする。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。

#### 別表第7

##### 還元気化—原子吸光光度法

ここで対象とする項目は、水銀である。

#### 1 試薬

- (1) (略)
- (2) 塩酸ヒドロキシルアミン溶液 (10w/v%)
- (3) ~ (6) (略)

#### 2 器具及び装置 (略)

#### 3 試料の採取及び保存 (略)

#### 4 試験操作

<p>(1) 前処理  検水(検水に含まれる水銀の濃度が0.0005mg/Lを超える場合には、0.00005～0.0005mg/Lとなるように精製水を加えて調製したもの)を分解容器に採り、硫酸及び硝酸を検水20mlに対してそれぞれ1ml及び0.5mlの割合で加えて混合する。次に、過マンガン酸カリウム溶液を検水20mlに対して2mlの割合で加えて振り混ぜ、分解容器を約95℃で2時間加熱する。冷後、塩酸ヒドロキシルアミン溶液を検水20mlに対して<u>塩酸ヒドロキシルアミン</u>として0.08gの割合で加えて振り混ぜ、更に精製水を加えて一定量とし、これを試験溶液とする。</p> <p>(2) 分析 (略)</p> <p>5 検量線の作成 (略)</p>	<p>(1) 前処理  検水(検水に含まれる水銀の濃度が0.0005mg/Lを超える場合には、0.00005～0.0005mg/Lとなるように精製水を加えて調製したもの)を分解容器に採り、硫酸及び硝酸を検水20mlに対してそれぞれ1ml及び0.5mlの割合で加えて混合する。次に、過マンガン酸カリウム溶液を検水20mlに対して2mlの割合で加えて振り混ぜ、分解容器を約95℃で2時間加熱する。冷後、<u>塩酸ヒドロキシルアミン溶液(10w/v%)</u>を検水20mlに対して<u>0.8ml</u>の割合で加えて振り混ぜ、更に精製水を加えて一定量とし、これを試験溶液とする。</p> <p>(2) 分析 (略)</p> <p>5 検量線の作成 (略)</p>
(略)	(略)
<p>別表第14  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  ここで対象とする項目は、<u>四塩化炭素、1,4-ジオキサン、シス-1,2-ジクロロエチレン及びトランス-1,2-ジクロロエチレン、ジクロロメタン、テトラクロロエチレン、トリクロロエチレン、ベンゼン、クロロホルム、ジブromokクロロメタン、ブromोजクロロメタン並びにブromohホルム</u>である。</p> <p>1 試薬  (1)～(5) (略)  (6) 揮発性有機化合物標準原液  四塩化炭素、1,4-ジオキサン、<u>シス-1,2-ジクロロエチレン、トランス-1,2-ジクロロエチレン</u>、ジクロロメタン、テトラクロロエチレン、トリクロロエチレン、ベンゼン、クロロホルム、ジブromokクロロメタン、ブromोजクロロメタン及びブromohホルムのそれぞれ0.500gについて、メチルアルコール少量を入れた別々のメスフラスコに採り、メチルアルコールを加えて10mlとしたもの</p>	<p>別表第14  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  ここで対象とする項目は、<u>四塩化炭素、1,4-ジオキサン、1,1-ジクロロエチレン、シス-1,2-ジクロロエチレン、ジクロロメタン、テトラクロロエチレン、トリクロロエチレン、ベンゼン、クロロホルム、ジブromokクロロメタン、ブromोजクロロメタン及びブromohホルム</u>である。</p> <p>1 試薬  (1)～(5) (略)  (6) 揮発性有機化合物標準原液  四塩化炭素、1,4-ジオキサン、<u>1,1-ジクロロエチレン、シス-1,2-ジクロロエチレン</u>、ジクロロメタン、テトラクロロエチレン、トリクロロエチレン、ベンゼン、クロロホルム、ジブromokクロロメタン、ブromोजクロロメタン及びブromohホルムのそれぞれ0.500gについて、メチルアルコール少量を入れた別々のメスフラスコに採り、メチルアルコールを加えて10mlとしたもの</p>

これらの溶液1mlは、四塩化炭素、1,4-ジオキサン、シス-1,2-ジクロロエチレン、トランス-1,2-ジクロロエチレン、ジクロロメタン、テトラクロロエチレン、トリクロロエチレン、ベンゼン、クロロホルム、ジブロモクロロメタン、ブロモジクロロメタン及びブロモホルムをそれぞれ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、四塩化炭素、1,4-ジオキサン、シス-1,2-ジクロロエチレン、トランス-1,2-ジクロロエチレン、ジクロロメタン、テトラクロロエチレン、トリクロロエチレン、ベンゼン、クロロホルム、ジブロモクロロメタン、ブロモジクロロメタン及びブロモホルムをそれぞれ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 (略)

3 試料の採取及び保存 (略)

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 $\mu$ 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)
----------	----------------

これらの溶液1mlは、四塩化炭素、1,4-ジオキサン、1,1-ジクロロエチレン、シス-1,2-ジクロロエチレン、ジクロロメタン、テトラクロロエチレン、トリクロロエチレン、ベンゼン、クロロホルム、ジブロモクロロメタン、ブロモジクロロメタン及びブロモホルムをそれぞれ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、四塩化炭素、1,4-ジオキサン、1,1-ジクロロエチレン、シス-1,2-ジクロロエチレン、ジクロロメタン、テトラクロロエチレン、トリクロロエチレン、ベンゼン、クロロホルム、ジブロモクロロメタン、ブロモジクロロメタン及びブロモホルムをそれぞれ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 (略)

3 試料の採取及び保存 (略)

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 $\mu$ 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)
----------	----------------

四塩化炭素	117、119、121
1,4-ジオキサン	88、58
シス-1,2-ジクロロエチレン	61、96、98
トランス-1,2-ジクロロエチレン	61、96、98
ジクロロメタン	49、84、86
テトラクロロエチレン	166、164、129
トリクロロエチレン	130、132、95
ベンゼン	78、77、52
クロロホルム	83、85、47
ジブロモクロロメタン	129、127、131
ブロモジクロロメタン	83、85、47
ブロモホルム	173、171、175
フルオロベンゼン ※	96、70
4-ブロモフルオロベンゼン ※	95、174、176
1,4-ジオキサン-d <sub>8</sub> ※	96、64

※印は内部標準物質である。

#### 5 検量線の作成 (略)

四塩化炭素	117、119、121
1,4-ジオキサン	88、58
<u>1,1-ジクロロエチレン</u>	<u>61、96、98</u>
シス-1,2-ジクロロエチレン	61、96、98
ジクロロメタン	49、84、86
テトラクロロエチレン	166、164、129
トリクロロエチレン	130、132、95
ベンゼン	78、77、52
クロロホルム	83、85、47
ジブロモクロロメタン	129、127、131
ブロモジクロロメタン	83、85、47
ブロモホルム	173、171、175
フルオロベンゼン ※	96、70
4-ブロモフルオロベンゼン ※	95、174、176
1,4-ジオキサン-d <sub>8</sub> ※	96、64

※印は内部標準物質である。

#### 5 検量線の作成 (略)

#### 別表第15

ヘッドスペース-ガスクロマトグラフ-質量分析計による一斉分析法

ここで対象とする項目は、四塩化炭素、1,4-ジオキサン、シス-1,2-ジクロロエチレン及びトランス-1,2-ジクロロエチレン、ジクロロメタン、テトラクロロエチレン、トリクロロエチレン、ベンゼン、クロロホルム、ジブロモクロロメタン、ブロモジクロロメタン並びにブロモホルムである。

#### 1 試薬

(1)～(7) (略)

(8) 揮発性有機化合物混合標準液

別表第14の1(7)の例による。

この溶液1mlは、四塩化炭素、1,4-ジオキサン、シス-1,2-ジクロロエチレン、トランス-1,2-ジクロロエチレン、ジク

#### 別表第15

ヘッドスペース-ガスクロマトグラフ-質量分析計による一斉分析法

ここで対象とする項目は、四塩化炭素、1,4-ジオキサン、1,1-ジクロロエチレン、シス-1,2-ジクロロエチレン、ジクロロメタン、テトラクロロエチレン、トリクロロエチレン、ベンゼン、クロロホルム、ジブロモクロロメタン、ブロモジクロロメタン及びブロモホルムである。

#### 1 試薬

(1)～(7) (略)

(8) 揮発性有機化合物混合標準液

別表第14の1(7)の例による。

この溶液1mlは、四塩化炭素、1,4-ジオキサン、1,1-ジクロロエチレン、シス-1,2-ジクロロエチレン、ジクロロメタン、

<p>ロロメタン、テトラクロロエチレン、トリクロロエチレン、ベンゼン、クロロホルム、ジブロモクロロメタン、ブロモジクロロメタン及びブロモホルムをそれぞれ0.5mg含む。</p> <p>2 器具及び装置 (略)</p> <p>3 試料の採取及び保存 (略)</p> <p>4 試験操作 (略)</p> <p>5 検量線の作成 (略)</p>	<p>テトラクロロエチレン、トリクロロエチレン、ベンゼン、クロロホルム、ジブロモクロロメタン、ブロモジクロロメタン及びブロモホルムをそれぞれ0.5mg含む。</p> <p>2 器具及び装置 (略)</p> <p>3 試料の採取及び保存 (略)</p> <p>4 試験操作 (略)</p> <p>5 検量線の作成 (略)</p>
(略)	(略)
<p>別表第17 溶媒抽出—誘導体化—ガスクロマトグラフ—質量分析計による一斉分析法</p> <p>ここで対象とする項目は、クロロ酢酸、ジクロロ酢酸及びトリクロロ酢酸である。</p> <p>1 試薬</p> <p>(1) ~ (5) (略)</p> <p>(6) 内部標準原液 1,2,3-トリクロロプロパン0.100gをtert-ブチル-メチルエーテルに溶かして10mlとしたもの この溶液1mlは、1,2,3-トリクロロプロパン10mgを含む。 この溶液は、調製後直ちにねじロバイアルに入れて冷凍保存する。</p> <p>(7) 内部標準液 内部標準原液をtert-ブチル-メチルエーテルで2000倍に薄めたもの この溶液1mlは、1,2,3-トリクロロプロパン0.005mgを含む。 この溶液は、使用の都度調製する。</p> <p>(8) ~ (9) (略)</p> <p>2 器具及び装置</p> <p>(1) ~ (3) (略)</p> <p>(4) <u>バイアル</u></p>	<p>別表第17 溶媒抽出—ガスクロマトグラフ—質量分析計による一斉分析法</p> <p>ここで対象とする項目は、クロロ酢酸、ジクロロ酢酸及びトリクロロ酢酸である。</p> <p>1 試薬</p> <p>(1) ~ (5) (略)</p> <p>(6) 内部標準原液 1,2,3-トリクロロプロパン0.100gをtert-ブチル-メチルエーテルに溶かして10mlとしたもの この溶液1mlは、1,2,3-トリクロロプロパン10mgを含む。 この溶液は、調製後直ちに<u>10mlずつ</u>をねじロバイアルに入れて冷凍保存する。</p> <p>(7) 内部標準液 内部標準原液をtert-ブチル-メチルエーテルで1000倍に薄めたもの この溶液1mlは、1,2,3-トリクロロプロパン0.01mgを含む。 この溶液は、使用の都度調製する。</p> <p>(8) ~ (9) (略)</p> <p>2 器具及び装置</p> <p>(1) ~ (3) (略)</p> <p>(4) <u>共栓付き試験管</u> <u>容量10mlのもの</u></p>

(5) ガスクロマトグラフー質量分析計

ア～カ (略)

3 試料の採取及び保存 (略)

4 試験操作

(1) 前処理

検水50ml(検水に含まれるそれぞれの対象物質の濃度が0.1 mg/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50mlに調製したもの)を採り、硫酸(1+1)を用いてpH値を0.5以下とし、塩化ナトリウム20gを加えて振り混ぜる。これにtert-ブチル-メチルエーテル4mlを加えて2分間振り混ぜ、静置後、tert-ブチル-メチルエーテル層を分取する。次に、無水硫酸ナトリウムを加え、このtert-ブチル-メチルエーテル溶液1mlをバイアルに採り、これに内部標準液20μlを加えた後、ジアゾメタン溶液0.1mlを加え、直ちに栓をする。次いで、30～60分間静置後、この溶液を30～40℃で30分程度加温し、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

対象物質	フラグメントイオン(m/z)
クロロ酢酸	77、108
ジクロロ酢酸	83、85
トリクロロ酢酸	117、119
1, 2, 3-トリクロロプロパン ※	75、110

※印は内部標準物質である。

(5) ガスクロマトグラフー質量分析計

ア～カ (略)

3 試料の採取及び保存 (略)

4 試験操作

(1) 前処理

検水50ml(検水に含まれるそれぞれの対象物質の濃度が0.1 mg/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50mlに調製したもの)を採り、硫酸(1+1)を用いてpH値を0.5以下とし、塩化ナトリウム20gを加えて振り混ぜる。これにtert-ブチル-メチルエーテル4mlを加えて2分間振り混ぜ、静置後、tert-ブチル-メチルエーテル層を分取する。次に、無水硫酸ナトリウムを加え、このtert-ブチル-メチルエーテル溶液2mlを共栓付き試験管に採り、これにジアゾメタン溶液0.2mlを加えて30～60分間静置する。静置後、この溶液を30～40℃で30分程度加温した後、内部標準液20μl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

揮発性有機物	フラグメントイオン(m/z)
クロロ酢酸	77、108
ジクロロ酢酸	83、85
トリクロロ酢酸	117、119
1, 2, 3-トリクロロプロパン ※	75、110

※印は内部標準物質である。



5 検量線の作成 (略)	5 検量線の作成 (略)
(略)	(略)