

○厚生労働省告示第二百六十一号

水質基準に関する省令（平成十五年厚生労働省令第一百一号）の規定に基づき、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次のように定め、平成十六年四月一日から適用する。ただし、平成十九年三月三十一日までの間は、第九号中「別表第十二」とあるのは「別表第十二又は別表第四十六」と、第四十号中「別表第二十四」とあるのは「別表第二十四又は別表第四十七」と、第四十四号中「別表第二十九」とあるのは「別表第二十九又は別表第四十八」とする。

平成十五年七月二十二日

厚生労働大臣 坂口 力

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

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は、次の各号に掲げる事項に応じ、それぞれ当該各号に掲げるとおりとする。

- 一 一般細菌 別表第一に定める方法
- 二 大腸菌 別表第二に定める方法

- 三 カドミウム及びその化合物 別表第三、別表第四、別表第五又は別表第六に定める方法
- 四 水銀及びその化合物 別表第七に定める方法
- 五 セレン及びその化合物 別表第三、別表第六、別表第八又は別表第九に定める方法
- 六 鉛及びその化合物 別表第三、別表第五又は別表第六に定める方法
- 七 ヒ素及びその化合物 別表第三、別表第六、別表第十又は別表第十一に定める方法
- 八 六価クロム化合物 別表第三、別表第四、別表第五又は別表第六に定める方法
- 九 シアン化物イオン及び塩化シアン 別表第十二に定める方法
- 十 硝酸態窒素及び亜硝酸態窒素 別表第十三に定める方法
- 十一 フッ素及びその化合物 別表第十三に定める方法
- 十二 ホウ素及びその化合物 別表第五又は別表第六に定める方法
- 十三 四塩化炭素 別表第十四又は別表第十五に定める方法
- 十四 一・四―ジオキサン 別表第十四、別表第十五又は別表第十六に定める方法
- 十五 シス―一・二―ジクロロエチレン及びトランス―一・二―ジクロロエチレン 別表第十四又は

別表第十五に定める方法

十六 ジクロロメタン 別表第十四又は別表第十五に定める方法

十七 テトラクロロエチレン 別表第十四又は別表第十五に定める方法

十八 トリクロロエチレン 別表第十四又は別表第十五に定める方法

十九 ベンゼン 別表第十四又は別表第十五に定める方法

二十 塩素酸 別表第十六の二に定める方法

二十一 クロロ酢酸 別表第十七に定める方法

二十二 クロロホルム 別表第十四又は別表第十五に定める方法

二十三 ジクロロ酢酸 別表第十七に定める方法

二十四 ジブロモクロロメタン 別表第十四又は別表第十五に定める方法

二十五 臭素酸 別表第十八に定める方法

二十六 総トリハロメタン 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

モホルムごとに、それぞれ第二十二号、第二十四号、第二十八号及び第二十九号に掲げる方法

二十七 トリクロロ酢酸 別表第十七に定める方法

二十八 ブロモジクロロメタン 別表第十四又は別表第十五に定める方法

二十九 ブロモホルム 別表第十四又は別表第十五に定める方法

三十 ホルムアルデヒド 別表第十九に定める方法

三十一 亜鉛及びその化合物 別表第三、別表第四、別表第五又は別表第六に定める方法

三十二 アルミニウム及びその化合物 別表第三、別表第五又は別表第六に定める方法

三十三 鉄及びその化合物 別表第三、別表第四、別表第五又は別表第六に定める方法

三十四 銅及びその化合物 別表第三、別表第四、別表第五又は別表第六に定める方法

三十五 ナトリウム及びその化合物 別表第三、別表第四、別表第五、別表第六又は別表第二十に定

#### める方法

三十六 マンガン及びその化合物 別表第三、別表第四、別表第五又は別表第六に定める方法

三十七 塩化物イオン 別表第十三又は別表第二十一に定める方法

三十八 カルシウム、マグネシウム等（硬度） 別表第四、別表第五、別表第六、別表第二十又は別

表第二十二に定める方法

三十九 蒸発残留物 別表第二十三に定める方法

四十 陰イオン界面活性剤 別表第二十四に定める方法

四十一 (四S・四aS・八aR)―オクタヒドロ―四・八a―ジメチルナフタレン―四a(二H)―

オール(別名ジェオスミン) 別表第二十五、別表第二十六又は別表第二十七に定める方法

四十二 一・二・七・七―テトラメチルビスクロ「二・二・一」ヘプタン―二―オール(別名二―メ

チルイソボルネオール) 別表第二十五、別表第二十六又は別表第二十七に定める方法

四十三 非イオン界面活性剤 別表第二十八に定める方法

四十四 フェノール類 別表第二十九に定める方法

四十五 有機物(全有機炭素(TOC)の量) 別表第三十に定める方法

四十六 pH値 別表第三十一又は別表第三十二に定める方法

四十七 味 別表第三十三に定める方法

四十八 臭気 別表第三十四に定める方法

四十九 色度 別表第三十五、別表第三十六又は別表第三十七に定める方法

五十 濁度 別表第三十八、別表第三十九、別表第四十、別表第四十一、別表第四十二、別表第四十

三又は別表第四十四に定める方法

五十一 有機物等（過マンガン酸カリウム消費量） 別表第四十五に定める方法

## 別表第1

### 標準寒天培地法

ここで対象とする項目は、一般細菌である。

#### 1 培地

##### 標準寒天培地

ペプトン(カゼインのパンクレアチン水解物)5g、粉末酵母エキス2.5g、ブドウ糖1g及び粉末寒天15gを精製水約900mlに加熱溶解させ、滅菌後のpH値が6.9～7.1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 器具及び装置

##### (1) 採水瓶

容量120ml以上の密封できる容器を滅菌したもの

なお、残留塩素を含む試料を採取する場合には、あらかじめチオ硫酸ナトリウムを試料100mlにつき0.02～0.05gの割合で採水瓶に入れ、滅菌したものを使用する。

##### (2) ペトリ皿

直径約9cm、高さ約1.5cmのものであって、ガラス製又はプラスチック製で滅菌したもの

##### (3) 恒温器

温度を35～37℃に保持できるもの

#### 3 試料の採取及び保存

試料は、採水瓶に採取し速やかに試験する。速やかに試験できない場合は、冷暗所に保存し、12時間以内に試験する。

#### 4 試験操作

検水を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℃に保った標準寒天培地を約15mlずつ加えて十分に混合し、培地が固まるまで静置する。次に、ペトリ皿を逆さにして恒温器内で22～26時間培養する。培養後、各ペトリ皿の集落数を数え、その値を平均して菌数とする。

## 別表第2

### 特定酵素基質培地法

ここで対象とする項目は、大腸菌である。

#### 1 培地

##### (1) MMO-MUG培地

硫酸アンモニウム5g、硫酸マンガン0.5mg、硫酸亜鉛0.5mg、硫酸マグネシウム100mg、塩化ナトリウム10g、塩化カルシウム50mg、へペス(N-2-ヒドロキシエチルピペラジン-N'-2-エタンスルホン酸)6.9g、へペスナトリウム塩(N-2-ヒドロキシエチルピペラジン-N'-2-エタンスルホン酸ナトリウム)5.3g、亜硫酸ナトリウム40mg、アムホテ

リシンB1mg、*o*-ニトロフェニル- $\beta$ -D-ガラクトピラノシド500mg、4-メチルウンベリフェリル- $\beta$ -D-グルクロニド75mg及びソラニウム500mgを無菌的に混合し、試験容器に10分の1量ずつ分取したもの

この培地は、黄色く着色したものは使用しない。

この培地は、冷暗所に保存する。

(2) IPTG添加ONPG-MUG培地

硫酸アンモニウム2.5g、硫酸マグネシウム100mg、ラウリル硫酸ナトリウム100mg、塩化ナトリウム2.9g、トリプトース5g、トリプトファン1g、*o*-ニトロフェニル- $\beta$ -D-ガラクトピラノシド100mg、4-メチルウンベリフェリル- $\beta$ -D-グルクロニド50mg、イソプロピル-1-チオ- $\beta$ -D-ガラクトピラノシド100mg及びトリメチルアミン-N-オキシド1gを精製水約80mlに溶かし、pH値が6.1~6.3となるように調整した後、精製水を加えて90mlとし、ろ過除菌した後、試験容器に10mlずつ分注したもの

この培地は、冷暗所に保存する。

(3) XG a 1-MUG培地

塩化ナトリウム5g、リン酸一水素カリウム2.7g、リン酸二水素カリウム2g、ラウリル硫酸ナトリウム100mg、ソルビトール1g、トリプトース5g、トリプトファン1g、4-メチルウンベリフェリル- $\beta$ -D-グルクロニド50mg、5-ブロモ-4-クロロ-3-インドリル- $\beta$ -D-ガラクトピラノシド80mg及びイソプロピル-1-チオ- $\beta$ -D-ガラクトピラノシド100mgを無菌的に混合し、試験容器に10分の1量ずつ分取したもの

この培地は、冷暗所に保存する。

(4) ピルビン酸添加XG a 1-MUG培地

塩化ナトリウム5g、硝酸カリウム1g、リン酸一水素カリウム4g、リン酸二水素カリウム1g、ラウリル硫酸ナトリウム100mg、ピルビン酸ナトリウム1g、ペプトン5g、4-メチルウンベリフェリル- $\beta$ -D-グルクロニド100mg、5-ブロモ-4-クロロ-3-インドリル- $\beta$ -D-ガラクトピラノシド100mg及びイソプロピル-1-チオ- $\beta$ -D-ガラクトピラノシド100mgを無菌的に混合し、試験容器に10分の1量ずつ分取したもの

この培地は、冷暗所に保存する。

## 2 器具及び装置

(1) 採水瓶

別表第1の2(1)の例による。

(2) 試験容器

検水100mlと培地が密封できるもので、滅菌したもの

(3) MMO-MUG培地用比色液

*o*-ニトロフェノール4mg、 $\alpha$ -ペス(N-2-ヒドロキシエチルピペラジン-N'-2-エタンズルホン酸)6.9g、 $\alpha$ -ペスナトリウム塩(N-2-ヒドロキシエチルピペラジン-N'-2-エタンズルホン酸ナトリウム)5.3g及び4-メチルウンベリフェロン1mgを混合し、精製水



を加えて1Lとし、試験容器に分注したもの

この溶液は、冷暗所に保存する。

(4) IPTG添加ONPG-MUG培地用比色液

o-ニトロフェノール2.5mg、4-メチルウンベリフェロン1.25mg及びトリプトース5gを精製水約900mlで溶かし、pH値を7.0となるように調整し、精製水を加えて1Lとし、試験容器に分注したもの

この溶液は、冷暗所に保存する。

(5) XG a 1-MUG培地用比色液

アミドブラック10B0.25mg、4-メチルウンベリフェロン1mg、タートラジン1.25mg、ニューコクシン0.25mg及びエチルアルコール150mlを混合し、精製水を加えて1Lとし、試験容器に分注したもの

この溶液は、冷暗所に保存する。

(6) ピルビン酸添加XG a 1-MUG培地用比色液

インジゴカーミン2mg、o-ニトロフェノール4.8mg、4-メチルウンベリフェロン1mg、リン酸一水素カリウム4g及びリン酸二水素カリウム1gを混合し、精製水を加えて1Lとし、試験容器に分注したもの

この溶液は、冷暗所に保存する。

(7) 恒温器

別表第1の2(3)の例による。

(8) 紫外線ランプ

波長366nmの紫外線を照射できるもの

3 試料の採取及び保存

別表第1の3の例による。

4 試験操作

検水100mlを上記1のいずれかの培地1本に加え、直ちに試験容器を密封し、試験容器を振って培地を溶解又は混合させた後、恒温器内に静置して24時間培養する。培養後、紫外線ランプを用いて波長366nmの紫外線を照射し、蛍光の有無を確認する。培地に対応する比色液より蛍光が強い場合は陽性と判定し、蛍光が弱い場合は陰性と判定する。

別表第3

フレイムレス原子吸光光度計による一斉分析法

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、亜鉛、アルミニウム、鉄、銅、ナトリウム及びマンガンである。

1 試薬

(1) 硝酸(1+1)

(2) 硝酸(1+30)

- (3) 硝酸(1+160)
- (4) 塩酸(1+1)
- (5) 塩酸(1+50)
- (6) 水酸化ナトリウム溶液(0.4w/v%)
- (7) 金属類標準原液

表1に掲げる方法により調製されたもの

これらの溶液1mlは、それぞれの金属を1mg含む。

これらの溶液は、冷暗所に保存する。

表1 金属類標準原液(1mg/ml)の調製方法

金属類	調製方法
カドミウム	カドミウム1.000gを採り、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
セレン	二酸化セレン1.405gをメスフラスコに採り、少量の精製水で溶かした後、硝酸(1+160)を加えて1Lとしたもの
鉛	鉛1.000gを採り、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
ヒ素	三酸化ヒ素1.320gを採り、少量の水酸化ナトリウム溶液(0.4w/v%)を加えて加熱溶解し、冷後、メスフラスコに移し、塩酸(1+50)を加えて1Lとしたもの
六価クロム	二クロム酸カリウム2.829gをメスフラスコに採り、少量の精製水で溶かした後、硝酸(1+160)を加えて1Lとしたもの
亜鉛	亜鉛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
アルミニウム	アルミニウム1.000gを採り、少量の塩酸(1+1)を加えて加熱溶解し、冷後、メスフラスコに移し、硝酸(1+30)を加えて1Lとしたもの
鉄	鉄1.000gを採り、少量の硝酸(1+1)を加えて加熱溶解し、冷後、メスフラスコに移し、硝酸(1+160)を加えて1Lとしたもの
銅	銅1.000gを採り、少量の硝酸(1+1)を加えて加熱溶解し、冷後、メスフラスコに移し、硝酸(1+160)を加えて1Lとしたもの
ナトリウム	塩化ナトリウム2.542gを精製水に溶かして1Lとしたもの
マンガン	マンガン1.000gを採り、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

- (8) 金属類標準液

表2に掲げる方法により調製されたもの

これらの溶液は、使用の都度調製する。

表2 金属類標準液の濃度及び調製方法

金属類	濃度 (mg/ml)	調製方法
カドミウム	0.0001	カドミウム標準原液を精製水で10000倍に薄めたもの
セレン	0.001	セレン標準原液を精製水で1000倍に薄めたもの
鉛	0.001	鉛標準原液を精製水で1000倍に薄めたもの
ヒ素	0.001	ヒ素標準原液を精製水で1000倍に薄めたもの
六価クロム	0.001	六価クロム標準原液を精製水で1000倍に薄めたもの
亜鉛	0.001	亜鉛標準原液を精製水で1000倍に薄めたもの
アルミニウム	0.001	アルミニウム標準原液を精製水で1000倍に薄めたもの
鉄	0.01	鉄標準原液を精製水で100倍に薄めたもの
銅	0.001	銅標準原液を精製水で1000倍に薄めたもの
ナトリウム	0.001	ナトリウム標準原液を精製水で1000倍に薄めたもの
マンガン	0.001	マンガン標準原液を精製水で1000倍に薄めたもの

## 2 器具及び装置

- (1) フレームレスー原子吸光光度計及び中空陰極ランプ
- (2) アルゴンガス

純度99.99v/v%以上のもの

## 3 試料の採取及び保存

試料は、硝酸及び精製水で洗浄したポリエチレン瓶に採取し、試料1Lにつき硝酸10mlを加えて、速やかに試験する。速やかに試験できない場合は、冷暗所に保存し、1か月以内に試験する。

## 4 試験操作

### (1) 前処理

検水10～100ml(検水に含まれるそれぞれの対象物質の濃度が表3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ー原子吸光光度計に注入し、表3に示すそれぞれの金属の測定波長で吸光度を測定し、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3 対象金属の濃度範囲及び測定波長

金属類	濃度範囲 (mg/L)	波長 (nm)
カドミウム	0.0001～0.01	228.8
セレン	0.001～0.1	196.0

鉛	0.001～0.1	283.3
ヒ素	0.001～0.1	193.7
六価クロム	0.001～0.1	357.9
亜鉛	0.001～0.1	213.8
アルミニウム	0.001～0.1	309.3
鉄	0.01～1	248.3
銅	0.001～0.1	324.7
ナトリウム	0.002～0.2	589.0
マンガン	0.001～0.1	279.5

#### 5 検量線の作成

金属類標準液を段階的にメスフラスコに採り、それぞれに硝酸1ml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、それぞれの金属の濃度と吸光度との関係を求める。

#### 別表第4

フレイム原子吸光光度計による一斉分析法

ここで対象とする項目は、カドミウム、六価クロム、亜鉛、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）である。

#### 1 試薬

(1) 硝酸(1+1)

(2) 硝酸(1+160)

(3) 金属類標準原液

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。  
カルシウム及びマグネシウムについては、表1により掲げる方法により調製されたもの

これらの溶液1mlは、それぞれの金属を1mg含む。

これらの溶液は、冷暗所に保存する。

表1 カルシウム及びマグネシウムの標準原液(1mg/ml)の調製方法

金属類	調製方法
カルシウム	炭酸カルシウム2.497gをメスフラスコに採り、少量の硝酸(1+1)で溶かした後、精製水を加えて1Lとしたもの
マグネシウム	硝酸マグネシウム(6水塩)10.550gをメスフラスコに採り、硝酸(1+160)を加えて1Lとしたもの

(4) 金属類標準液

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(8)の例による。  
カルシウム及びマグネシウムについては、表2に掲げる方法により調製されたもの

これらの溶液は、使用の都度調製する。

表2 カルシウム及びマグネシウムの標準液の濃度及び調製方法

金属類	濃度(mg/ml)	調製方法
カルシウム	0.01	カルシウム標準原液を精製水で100倍に薄めたもの
マグネシウム	0.001	マグネシウム標準原液を精製水で1000倍に薄めたもの

## 2 器具及び装置

- (1) フレーム—原子吸光光度計及び中空陰極ランプ
- (2) アセチレンガス

## 3 試料の採取及び保存

別表第3の3の例による。

## 4 試験操作

### (1) 前処理

検水10～100ml(検水に含まれるそれぞれの対象物質の濃度が表3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調製したものを)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中に噴霧し、原子吸光光度計で表3に示すそれぞれの金属の測定波長で吸光度を測定し、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)

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

表3 対象金属の濃度範囲及び測定波長

金属類	濃度範囲(mg/L)	波長(nm)
カドミウム ※	0.001～0.01	228.8
六価クロム ※	0.005～0.05	357.9
亜鉛	0.02～0.2	213.8
鉄 ※	0.01～0.1	248.3
銅	0.04～0.4	324.7
ナトリウム	0.06～0.6	589.0
マンガン ※	0.005～0.05	279.5
カルシウム	0.02～0.2	422.7

マグネシウム	0.005~0.05	285.2
--------	------------	-------

※印は10倍濃縮が必要な金属である。

## 5 検量線の作成

金属類標準液を段階的にメスフラスコに採り、それぞれに硝酸1ml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、それぞれの金属の濃度と吸光度との関係を求める。

## 別表第5

誘導結合プラズマ発光分光分析装置による一斉分析法

ここで対象とする項目は、カドミウム、鉛、六価クロム、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）である。

### 1 試薬

#### (1) 内部標準原液

酸化イットリウム(III)0.318gを採り、硝酸5mlを加えて加熱溶解し、冷後、メスフラスコに移し、精製水を加えて250mlとしたもの

この溶液1mlは、イットリウム1mgを含む。

この溶液は、冷暗所に保存する。

#### (2) 内部標準液

内部標準原液を精製水で200倍に薄めたもの

この溶液1mlは、イットリウム0.005mgを含む。

この溶液は、使用の都度調製する。

#### (3) 硝酸(1+1)

#### (4) 硝酸(1+30)

#### (5) 硝酸(1+160)

#### (6) 塩酸(1+1)

#### (7) 金属類標準原液

カドミウム、鉛、六価クロム、亜鉛、アルミニウム、鉄、銅、ナトリウム及びマンガンについては、別表第3の1(7)の例による。また、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。

ホウ素については、ホウ酸5.715gをメスフラスコに採り、精製水に溶かして1Lとしたもの

これらの溶液1mlは、それぞれの金属を1mg含む。

これらの溶液は、冷暗所に保存する。

#### (8) カルシウム標準液

別表第4の1(4)の例による。

この溶液1mlは、カルシウムを0.01mg含む。

(9) 金属類混合標準液A

鉛、ホウ素、鉄及びナトリウムのそれぞれ一定量の標準原液を混合し、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。

(10) 金属類混合標準液B

カドミウム、六価クロム、亜鉛、アルミニウム、銅、マンガン及びマグネシウムのそれぞれ一定量の標準原液を混合し、精製水で10000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

(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

別表第3の2(2)の例による。

3 試料の採取及び保存

別表第3の3の例による。

4 試験操作

(1) 前処理

検水50～500ml(検水に含まれるそれぞれの対象物質の濃度が表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に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2に示すそれぞれの金属の測定波長で発光強度を測定し、イットリウムに対するそれぞれの金属の発光強度比を求め、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)

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

表2 各金属の濃度範囲及び測定波長

金属類	濃度範囲 (mg/L)	測定波長 (nm)
カドミウム	0.0005～0.05	226.502、214.438
鉛	0.001～0.1	220.353
六価クロム	0.0008～0.08	267.716、206.149
ホウ素	0.006～0.6	249.773、208.893
亜鉛	0.0006～0.06	202.546、213.856
アルミニウム	0.0004～0.04	396.152、309.271
鉄	0.001～0.1	259.940、238.204
銅	0.0006～0.06	324.754、224.700
ナトリウム	0.006～0.6	589.592
マンガン	0.0002～0.02	257.610
カルシウム	0.04～4	422.673、396.847、393.366
マグネシウム	0.0006～0.06	279.553
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

カルシウム標準液、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、それぞれの金属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。

## 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、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）である。

### 1 試薬

#### (1) 内部標準原液

表1に掲げる方法により調製されたもの

これらの溶液1mlは、それぞれの内部標準物質を1mg含む。

これらの溶液は、冷暗所に保存する。

表1 内部標準原液の調製方法

内部標準物質	調製方法
ベリリウム	硫酸ベリリウム(4水塩)4.914gをメスフラスコに採り、少量の精



	製水で溶かした後、硝酸(1+160)を加えて250mlとしたもの
コバルト	コバルト0.250g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250mlとしたもの
ガリウム	ガリウム0.250g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250mlとしたもの
イットリウム	酸化イットリウム(III)0.318gを採り、硝酸5mlを加えて加熱溶解し、冷後、メスフラスコに移し、精製水を加えて250mlとしたもの
インジウム	インジウム0.250g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250mlとしたもの
タリウム	硝酸タリウム(I)0.326gをメスフラスコに採り、少量の硝酸(1+1)で溶かした後、精製水を加えて250mlとしたもの

(2) 混合内部標準液

ベリリウム、コバルト、ガリウム、イットリウム、インジウム及びタリウムのうち使用する内部標準物質を選択し、それぞれの内部標準原液10mlずつをメスフラスコに採り、精製水を加えて1Lとした溶液を精製水で200倍に薄めたもの

この溶液1mlは、それぞれの内部標準物質を0.00005mg含む。

この溶液は、使用の都度調製する。

(3) 硝酸(1+1)

(4) 硝酸(1+30)

(5) 硝酸(1+160)

(6) 塩酸(1+1)

(7) 塩酸(1+50)

(8) 水酸化ナトリウム溶液(0.4w/v%)

(9) 金属類標準原液

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。

ホウ素については、別表第5の1(7)の例による。

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。

これらの溶液1mlは、それぞれの金属を1mg含む。

これらの溶液は、冷暗所に保存する。

(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混合し、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。

(11) 金属類混合標準液B

カドミウム、セレン、鉛、ヒ素、六価クロム、亜鉛、アルミニウム、銅及びマンガンのそれぞれ一定量の標準原液を混合し、精製水で10000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。

(12) 金属類混合標準液C

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

この溶液1mlは、それぞれの金属を0.1mg含む。

この溶液は、使用の都度調製する。

(13) マグネシウム標準液

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

(1) 誘導結合プラズマ質量分析装置

鉄の検査を行う場合は、ガス分子との衝突又は反応による多原子イオン低減化機能を有するもの

(2) アルゴンガス

別表第3の2(2)の例による。

(3) 多原子イオン低減化用ガス

必要な衝突又は反応作用が得られる種類又は組合せであるもの

3 試料の採取及び保存

別表第3の3の例による。

4 試験操作

(1) 前処理

検水(検水に含まれるそれぞれの対象物質の濃度が表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に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を検水100mlに対して1mlの割合となるように加え、静かに加熱する。液量が検水100mlに対して90mlの割合以下になったら加熱をやめ、冷後、混合内部標準液を検水100mlに対して10mlの割合となるように加え、更に精製水を加えて一定量とし、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)

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

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) 過マンガン酸カリウム溶液

過マンガン酸カリウム50gを精製水に溶かして1Lとし、ろ過したもの

##### (2) 塩酸ヒドロキシルアミン溶液

##### (3) 塩化スズ(Ⅱ)溶液

塩化スズ(Ⅱ)(2水塩)10gを精製水60mlに加え、更に硫酸3mlを加えて加熱溶解させ、冷後、精製水を加えて100mlとしたもの

なお、精製の必要がある場合には、冷後、窒素ガスを通気する。

この溶液は、使用の都度調製する。

##### (4) 硝酸(2+15)

##### (5) 水銀標準原液

塩化水銀(Ⅱ)0.135gを硝酸(2+15)100mlに溶かし、精製水を加えて1Lとしたもの

この溶液1mlは、水銀0.1mgを含む。

この溶液は、冷暗所に保存する。

##### (6) 水銀標準液

水銀標準原液を精製水で100倍に薄めた溶液10mlに、硝酸1ml及び精製水を加えて1Lとしたもの

この溶液1mlは、水銀0.00001mgを含む。

この溶液は、使用の都度調製する。

#### 2 器具及び装置

##### (1) 分解容器

##### (2) 原子吸光光度計及び水銀中空陰極ランプ又は水銀測定装置

##### (3) 吸収セル

長さ100~300mmの金属製以外の円筒で、両端に石英ガラス窓を装着したもの

#### 3 試料の採取及び保存

試料は、硝酸及び精製水で洗浄したガラス瓶又はポリエチレン瓶に採取し、試料1Lにつき硝酸10mlを加えて、速やかに試験する。

速やかに試験できない場合は、冷暗所に保存し、2週間以内に試験する。

## 4 試験操作

### (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、0.00005～0.0005 mg/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に対して塩酸ヒドロキシルアミンとして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。

### (2) 分析

上記(1)で得られた試験溶液から分析に必要な量を採り、これに塩化スズ(Ⅱ)溶液を試験溶液25mlに対して1mlの割合で加え、直ちに通気装置に連結して波長253.7nmで吸光度を測定し、下記5により作成した検量線から試験溶液中の水銀の濃度を求め、検水中の水銀の濃度を算定する。

## 5 検量線の作成

水銀標準液を段階的に分解容器に採り、それぞれに精製水を加えて一定量とする。以下上記4(1)及び(2)と同様に操作して、水銀の濃度と吸光度との関係を求める。

## 別表第8

### 水素化物発生—原子吸光光度法

ここで対象とする項目は、セレンである。

### 1 試薬

(1) 塩酸(1+1)

(2) 塩酸(2+3)

(3) 水素化ホウ素ナトリウム溶液

水素化ホウ素ナトリウム5g、水酸化ナトリウム2.5gを精製水に溶かして500mlとしたもの

(4) 硝酸(1+160)

(5) セレン標準原液

別表第3の1(7)の例による。

(6) セレン標準液

別表第3の1(8)の例による。

この溶液1mlは、セレン0.001mgを含む。

### 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セレン中空陰極ランプ

(3) アルゴンガス

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

別表第3の3の例による。

4 試験操作

(1) 前処理

検水20～100ml(検水に含まれるセレンの濃度が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ー原子吸光光度計に導入し、波長196.0nm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セレンの濃度を求め、検水中のセレンの濃度を算定する。

5 検量線の作成

セレン標準液を段階的にメスフラスコに採り、塩酸(1+1)4ml及び精製水を加えて20mlとする。以下上記4(2)と同様に操作して、セレンの濃度と吸光度との関係を求める。

別表第9

水素化物発生ー誘導結合プラズマ発光分光分析法

ここで対象とする項目は、セレンである。

1 試薬

(1) 塩酸(1+1)

(2) 塩酸(2+3)

(3) 水素化ホウ素ナトリウム溶液

別表第8の1(3)の例による。

(4) 硝酸(1+160)

(5) セレン標準原液

別表第3の1(7)の例による。

(6) セレン標準液

別表第3の1(8)の例による。

この溶液1mlは、セレン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

別表第3の2(2)の例による。

## 3 試料の採取及び保存

別表第3の3の例による。

## 4 試験操作

- (1) 前処理

別表第8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196.026nm又は196.090nm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セレンの濃度を求め、検水中のセレンの濃度を算定する。

## 5 検量線の作成

セレン標準液を段階的にメスフラスコに採り、塩酸(1+1)4ml及び精製水を加えて20mlとする。以下上記4(2)と同様に操作して、セレンの濃度と発光強度との関係を求める。

## 別表第10

### 水素化物発生－原子吸光光度法

ここで対象とする項目は、ヒ素である。

## 1 試薬

- (1) 硫酸(1+1)
- (2) 過マンガン酸カリウム溶液(3w/v%)
- (3) 塩酸(1+1)
- (4) ヨウ化カリウム溶液(20w/v%)
- (5) 塩酸(2+3)
- (6) 水素化ホウ素ナトリウム溶液  
別表第8の1(3)の例による。
- (7) 水酸化ナトリウム溶液(0.4w/v%)
- (8) 塩酸(1+50)
- (9) ヒ素標準原液  
別表第3の1(7)の例による。
- (10) ヒ素標準液

別表第3の1(8)の例による。

この溶液1mlは、ヒ素0.001mgを含む。

## 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ヒ素中空陰極ランプ
- (3) アルゴンガス

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

別表第3の3の例による。

## 4 試験操作

### (1) 前処理

検水20～100ml(検水に含まれるヒ素の濃度が0.01mg/Lを超える場合には、0.0001～0.01mg/L以下になるように精製水を加えて調製したもの)を採り、硝酸4ml、硫酸(1+1)2ml及び過マンガン酸カリウム溶液(3w/v%)1滴をそれぞれ加えた後、時計皿をかぶせて加熱する。加熱中に過マンガン酸カリウムの色が消えた後、更に過マンガン酸カリウム溶液(3w/v%)1滴を加える。硫酸の白煙を確認してから乾固しない程度まで加熱操作を続ける。冷後、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とし、これを試験溶液とする。

ただし、濁りがある場合はろ過し、ろ液を試験溶液とする。

### (2) 分析

水素化物発生装置にアルゴンガスを流しながら、試験溶液、塩酸(2+3)、水素化ホウ素ナトリウム溶液を連続的に装置内に導入し、水素化物を発生させる。発生した水素化物を加熱吸収セルー原子吸光光度計に導入し、波長193.7nm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ヒ素の濃度を求め、検水中のヒ素の濃度を算定する。

## 5 検量線の作成

ヒ素標準液を段階的にメスフラスコに採り、塩酸(1+1)4ml及びヨウ化カリウム溶液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、ヒ素の濃度と吸光度との関係を求める。

## 別表第11

水素化物発生ー誘導結合プラズマ発光分光分析法

ここで対象とする項目は、ヒ素である。

### 1 試薬

- (1) 塩酸(1+1)



- (2) ヨウ化カリウム溶液(20w/v%)
- (3) 塩酸(2+3)
- (4) 水素化ホウ素ナトリウム溶液  
別表第8の1(3)の例による。
- (5) 水酸化ナトリウム溶液(0.4w/v%)
- (6) 塩酸(1+50)
- (7) ヒ素標準原液  
別表第3の1(7)の例による。
- (8) ヒ素標準液  
別表第3の1(8)の例による。  
この溶液1mlは、ヒ素0.001mgを含む。

## 2 器具及び装置

別表第9の2の例による。

## 3 試料の採取及び保存

別表第3の3の例による。

## 4 試験操作

### (1) 前処理

別表第10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188.979nm又は189.042nm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ヒ素の濃度を求め、検水中のヒ素の濃度を算定する。

## 5 検量線の作成

ヒ素標準液を段階的にメスフラスコに採り、塩酸(1+1)4ml及びヨウ化カリウム溶液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、ヒ素の濃度と発光強度との関係を求める。

## 別表第12

イオンクロマトグラフィーポストカラム吸光光度法

ここで対象とする項目は、シアン化物イオン及び塩化シアンである。

### 1 試薬

#### (1) 精製水

測定対象成分を含まないもの

#### (2) 酒石酸緩衝液(1mol/L)

- 酒石酸15.0gを精製水に溶かして100mlとしたもの
- (3) 酒石酸ナトリウム緩衝液(1mol/L)  
酒石酸ナトリウム(2水塩)23.0gを精製水に溶かして100mlとしたもの
- (4) 酒石酸－酒石酸ナトリウム混合緩衝液  
酒石酸緩衝液(1mol/L)、酒石酸ナトリウム緩衝液(1mol/L)のそれぞれ10mlずつを採り、精製水を加えて1Lとしたもの
- (5) 溶離液  
測定対象成分が分離できるもの
- (6) リン酸緩衝液  
リン酸二水素カリウム3.40gを精製水に溶かして250mlとし、別にリン酸一水素ナトリウム14.20gを精製水に溶かして1Lとし、両液を合わせたもの
- (7) 塩素化液  
クロラミンT [p-トルエンスルホンクロロアミドナトリウム(3水塩)] 0.5gをリン酸緩衝液に溶かして500mlとしたもの  
この溶液は、使用の都度調製する。
- (8) 発色液  
1-フェニル-3-メチル-5-ピラゾロン2.5gをN,N-ジメチルホルムアミド150mlに溶かし、別に4-ピリジンカルボン酸ナトリウム7.0gを精製水約300mlに溶かし、両液を合わせ、精製水を加えて500mlとしたもの  
この溶液は、10℃以下の冷暗所で保存し、20日以上を経過したものは使用してはならない。
- (9) 次亜塩素酸ナトリウム溶液(有効塩素0.05%)  
次亜塩素酸ナトリウム溶液(有効塩素5～6%)50/Cml(Cは有効塩素濃度%)を精製水に溶かして1Lとしたもの  
この溶液は、使用の都度調製する。
- (10) p-ジメチルアミノベンジリデンローダニン溶液  
p-ジメチルアミノベンジリデンローダニン [5-(4-ジメチルアミノベンジリデン)-2-チオキソ-4-チアゾリジノン] 0.02gをアセトンに溶かして100mlとしたもの
- (11) 塩化ナトリウム溶液(0.1mol/L)  
塩化ナトリウム5.844gを精製水に溶かして1Lとしたもの
- (12) 硝酸銀溶液(5w/v%)
- (13) クロム酸カリウム溶液  
クロム酸カリウム50gを精製水200mlに溶かし、わずかに赤褐色の沈澱が生じるまで硝酸銀溶液(5w/v%)を加え、ろ過した溶液に精製水を加えて1Lとしたもの
- (14) 硝酸銀溶液(0.1mol/L)  
硝酸銀17gを精製水に溶かして1Lとしたもの

この溶液は、褐色瓶に入れて冷暗所に保存する。

なお、次の操作により硝酸銀溶液(0.1mol/L)のファクター(f)を求める。

塩化ナトリウム溶液(0.1mol/L)25mlを白磁皿に採り、クロム酸カリウム溶液約0.2mlを指示薬として加え、硝酸銀溶液(0.1mol/L)を用いて淡黄褐色が消えずに残るまで滴定する。別に、同様に操作して空試験を行い、補正した硝酸銀溶液(0.1mol/L)のml数aから次式によりファクターを算定する。

$$\text{ファクター}(f) = 25 / a$$

(15) シアン化物イオン標準原液

シアン化カリウム2.51gを精製水に溶かして1Lとしたもの

なお、標準液の調製の都度、次に定める方法により、その含有するシアン化物イオンの濃度を測定する。

この溶液100mlを採り、水酸化ナトリウム溶液(4w/v%)0.5mlを加えた後、p-ジメチルアミノベンジリデンローダニン溶液0.5mlを指示薬として加え、硝酸銀溶液(0.1mol/L)を用いて液が赤色を呈するまで滴定し、これに要した硝酸銀溶液(0.1mol/L)のml数bから、次式により溶液に含まれるシアン化物イオンの濃度(mg/ml)を算定する。

$$\text{シアン化物イオン}(mg/ml) = 5.204 \times b \times f / 100$$

この式において、fは硝酸銀溶液(0.1mol/L)のファクターを表す。

この溶液は、褐色瓶に入れて冷暗所に保存する。

(16) シアン化物イオン標準液

シアン化物イオンとして10mgに相当するシアン化物イオン標準原液に精製水を加えて1Lとした溶液20mlに酒石酸緩衝液(1mol/L)10ml及び酒石酸ナトリウム緩衝液(1mol/L)10mlを加え、更に精製水を加えて1Lとしたもの

この溶液1mlは、シアン化物イオン0.0002mgを含む。

この溶液は、使用の都度調製する。

(17) 塩化シアン標準液

あらかじめ冷却した酒石酸-酒石酸ナトリウム混合緩衝液約40mlをメスフラスコに入れ、次いで次亜塩素酸ナトリウム溶液(有効塩素0.05%)0.2mlを加え、更にシアン化物イオン標準液50mlを加えた後、酒石酸-酒石酸ナトリウム混合緩衝液を加えて100mlとしたもの

なお、この溶液は冷却が必要であり、試薬調製時に液温が上がらないように注意する。

この溶液1mlは、シアン化物イオン0.0001mg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

孔径約0.2 $\mu$ mのメンブランフィルターを備えたもの

## (2) イオンクロマトグラフ

### ア 分離カラム

内径4~9mm、長さ5~25cmのもので、多孔性のポリマー基材に-SO<sub>3</sub>Hをイオン交換基として2~4meq/g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

### イ 反応部

分離カラムで分離された液と塩素化液、発色液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、塩素化液を毎分0.5mlの流量で注入して40℃で反応させた後、発色液を毎分0.5mlの流量で注入して100℃で反応させることができるもの

また、反応部は、塩素化液又は発色液に侵されない材質のもの

### ウ 可視吸収検出器

波長638nm付近に設定したもの

## 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又はポリエチレン瓶に採取し、試料100mlにつき次亜塩素酸ナトリウム溶液(有効塩素0.05%)1mlを加えてゆっくりかく拌し、更に酒石酸緩衝液(1mol/L)1ml及び酒石酸ナトリウム緩衝液(1mol/L)1mlを加えた後、満水にして直ちに密栓し、冷蔵して速やかに試験する。

なお、試料に結合残留塩素が含まれていない場合には、次亜塩素酸ナトリウム溶液(有効塩素0.05%)1mlを加えてゆっくりかく拌する操作は省略することができる。

## 4 試験操作

### (1) 前処理

検水(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調製したもの)をメンブランフィルターろ過装置でろ過し、初めのろ液約10mlは捨て、次のろ液を試験溶液とする。

### (2) 分析

上記(1)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、シアン化物イオンと塩化シア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シアン化物イオンと塩化シアンの濃度を求め、この濃度に上記3で加えた酒石酸緩衝液、酒石酸ナトリウム緩衝液及び次亜塩素酸ナトリウム溶液(有効塩素濃度0.05%)の量による補正を加え、検水中のシアン化物イオンと塩化シアンの濃度を算定する。

シアン化物イオンの濃度と塩化シアンの濃度を合計してシアンとしての濃度を算定する。

## 5 検量線の作成

シアン化物イオン標準液を段階的にメスフラスコに採り、それぞれに酒石酸-酒石酸ナトリウム混合緩衝液を加えて100mlとする。以下速やかに上記4(2)と同様に操作して、シ

アン化物イオンの濃度とピーク高さ又はピーク面積との関係を求める。

別に、塩化シアン標準液を段階的にメスフラスコに採り、それぞれに酒石酸－酒石酸ナトリウム混合緩衝液を加えて100mlとする。以下速やかに上記4(2)と同様に操作して、塩化シアンの濃度とピーク高さ又はピーク面積との関係を求める。

### 別表第13

イオンクロマトグラフ（陰イオン）による一斉分析法

ここで対象とする項目は、硝酸態窒素及び亜硝酸態窒素並びにフッ素及び塩化物イオンである。

#### 1 試薬

##### (1) 精製水

測定対象成分を含まないもの

##### (2) 溶離液

測定対象成分が分離できるもの

##### (3) 除去液

サプレッサを動作させることができるもの

##### (4) 硝酸態窒素標準原液

硝酸ナトリウム6.068gを精製水に溶かして1Lとしたもの

この溶液1mlは、硝酸態窒素1mgを含む。

この溶液は、冷暗所に保存する。

##### (5) 亜硝酸態窒素標準原液

亜硝酸ナトリウム4.926gを精製水に溶かして1Lとしたもの

この溶液1mlは、亜硝酸態窒素1mgを含む。

この溶液は、冷暗所に保存する。

##### (6) フッ素標準原液

フッ化ナトリウム2.210gを精製水に溶かして1Lとしたもの

この溶液1mlは、フッ素1mgを含む。

この溶液は、ポリエチレン瓶に入れて冷暗所に保存する。

##### (7) 塩化物イオン標準原液

塩化ナトリウム1.649gを精製水に溶かして1Lとしたもの

この溶液1mlは、塩化物イオン1mgを含む。

この溶液は、冷暗所に保存する。

##### (8) 陰イオン混合標準液

硝酸態窒素標準原液2ml、亜硝酸態窒素標準原液1ml、フッ素標準原液5ml及び塩化物イオン標準原液20mlをメスフラスコに採り、精製水を加えて1Lとしたもの

この溶液1mlは、硝酸態窒素0.002mg、亜硝酸態窒素0.001mg、フッ素0.005mg及び塩

化物イオン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) メンブランフィルターろ過装置

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

サプレッサ型は、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

ノンサプレッサ型は、内径4～4.6mm、長さ5～25cmのもので、陰イオン交換基を被覆した表面多孔性のポリアクリレート若しくはシリカ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 検出器

電気伝導度検出器又は紫外外部吸収検出器

## 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。

ただし、フッ素の検査に用いる試料は、ポリエチレン瓶に採取する。

## 4 試験操作

### (1) 前処理

検水(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調製したもの)をメンブランフィルターろ過装置でろ過し、初めのろ液約10mlは捨て、次のろ液を試験溶液とする。

表1 対象物質の濃度範囲

対象物質	濃度範囲 (mg/L)
硝酸態窒素	0.02～2
亜硝酸態窒素	0.01～1
フッ素	0.05～5
塩化物イオン	0.2～20

### (2) 分析

上記(1)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、それぞれの陰イオンのピーク高さ又はピーク面積を求め、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陰イオンの濃度を求め、検水中のそれぞれの陰イオンの濃度を算定する。

## 5 検量線の作成

陰イオン混合標準液を段階的にメスフラスコに採り、それぞれに精製水を加えて100mlとする。以下上記4(2)と同様に操作して、それぞれの陰イオンの濃度とピーク高さ又はピーク面積との関係を求める。

#### 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、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ロロメタン、ブromोजiクロロメタン並びにブromohホルムである。

#### 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

フルオロベンゼン及び4-ブromofフルオロベンゼンはそれぞれ0.500g、1,4-ジオキサン-d<sub>8</sub>は0.400gをメチルアルコール10mlを入れた別々のメスフラスコに採り、メチルアルコールを加えて100mlとしたもの

これらの溶液1mlは、フルオロベンゼン及び4-ブromofフルオロベンゼンをそれぞれ5mg、1,4-ジオキサン-d<sub>8</sub>を4mg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。

##### (5) 内部標準液

内部標準原液をメチルアルコールで40倍(内部標準液A)及び400倍(内部標準液B)に薄めたもの

3種類の内部標準物質を使用する場合には、3種類の内部標準原液をメチルアルコール少量を入れた1つのメスフラスコに等量採取し、同様の希釈操作を行う。

この溶液1mlは、フルオロベンゼン又は4-ブromofフルオロベンゼンをA液では0.125mg、B液では0.0125mg、1,4-ジオキサン-d<sub>8</sub>をA液では0.1mg、B液では0.01mg含む。

この溶液は、使用の都度調製する。

##### (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、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romokロロメタン、ブromोजi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

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romokクロロメタン、ブromोजクロロメタン及びブromoh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romokクロロメタン、ブromोजクロロメタン及びブromoh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

### (1) ねじ口瓶

容量40~100ml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

### (2) アンフル

容量1~2mlのもの

### (3) パージ・トラップ装置

#### ア パージ容器

ガラス製で、5~25mlの精製水及び検水を処理できるもの

#### イ 恒温槽

30~40°Cに保持できるもの

#### ウ トラップ管

内径2mm以上、長さ5~30cmのもので、ステンレス管又はこの内面にガラスを被覆したものにポリ-2,6-ジフェニル-p-ジフェニレンオキサイド、シリカゲル及び活性炭を3層に充填したもの又はこれと同等以上の吸着性能を有するもの

#### エ 脱着装置

トラップ管を180~200°Cの温度に急速に加熱できるもの

#### オ クライオフォーカス装置

内径0.32~0.53mmの熔融シリカ管で、-50~-120°C程度に冷却でき、かつ200°Cまで加熱できるもの

ただし、クライオフォーカス操作を行わない場合は、この装置を使用しなくても



よい。

#### (4) ガスクロマトグラフー質量分析計

##### ア 分離カラム

内径0.20~0.53mm、長さ60~75mの溶融シリカ製のキャピラリーカラムで、内面に25%フェニル-75%ジメチルポリシロキサンを1 $\mu$ 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

##### イ 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、40℃を1分間保持し、毎分3℃の速度で上昇させ230℃にできるもの

##### ウ 検出器

選択イオン測定(SIM)又はこれと同等以上の性能を有するもの

##### エ イオン化電圧

電子衝撃イオン化(EI)電圧を70Vにしたもの

##### オ キャリヤーガス

純度99.999v/v%以上のヘリウムガス

#### 3 試料の採取及び保存

試料は、精製水で洗浄したねじ口瓶に泡立えないように採取し、pH値が約2となるように塩酸(1+10)を試料10mlにつき1滴程度加え、満水にして直ちに密栓し、速やかに試験する。

なお、残留塩素が含まれている場合には、アスコルビン酸ナトリウム0.01~0.02gを加える。

#### 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 $\mu$ 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

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 $\mu$ 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。

## 別表第15

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、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) 精製水

別表第14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

別表第14の1(3)の例による。

#### (5) 内部標準原液

フルオロベンゼン及び4-ブロモフルオロベンゼンはそれぞれ0.500gをメチルアルコール10mlを入れた別々のメスフラスコに採り、メチルアルコールを加えて100mlとしたもの

1,4-ジオキサン-d<sub>8</sub>は0.400gをメチルアルコール5ml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10mlとしたもの

これらの溶液1mlは、フルオロベンゼン及び4-ブロモフルオロベンゼンをそれぞれ5mg、1,4-ジオキサン-d<sub>8</sub>を40mg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。

(6) 内部標準液

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、1,4-ジオキサン-d<sub>8</sub>をA液では1mg、B液では0.1mg含む。

(7) 揮発性有機化合物標準原液

別表第14の1(6)の例による。

(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。

2 器具及び装置

(1) ねじ口瓶

別表第14の2(1)の例による。

(2) アンフル

別表第14の2(2)の例による。

(3) バイアル

容量10~100mlのもの

(4) セプタム

(5) ポリテトラフルオロエチレンシート

厚さ0.05mm以上のもの

(6) アルミキャップ

(7) アルミキャップ締め器

(8) 恒温槽

60~80℃に保持できるもの

(9) ガスクロマトグラフ-質量分析計

ア 試料導入部

最適温度が設定できるもの

イ 分離カラム

別表第14の2(4)アの例による。

ウ 分離カラムの温度

別表第14の2(4)イの例による。

エ 検出器

別表第14の2(4)ウの例による。

オ イオン化電圧

別表第14の2(4)エの例による。

カ キャリヤーガス

別表第14の2(4)オの例による。

### 3 試料の採取及び保存

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 $\mu$ 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気相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、別表第14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 $\mu$ 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。

## 別表第16

固相抽出ーガスクロマトグラフィー質量分析法

ここで対象とする項目は、1,4-ジオキサンである。

## 1 試薬

### (1) 精製水

1,4-ジオキサンを含まないもの

### (2) メチルアルコール

1,4-ジオキサンを含まないもの

### (3) アセトン

1,4-ジオキサンを含まないもの

### (4) 内部標準原液

1,4-ジオキサン- $d_8$ 1.000gをメスフラスコに採り、メチルアルコールに溶かして1Lとしたもの

この溶液1mlは、1,4-ジオキサン- $d_8$ 1mgを含む。

この溶液は、冷暗所に保存する。

### (5) 内部標準液

内部標準原液をメチルアルコールで10倍に薄めたもの

この溶液1mlは、1,4-ジオキサン- $d_8$ 0.1mgを含む。

この溶液は、使用の都度調製する。

### (6) 1,4-ジオキサン標準原液

1,4-ジオキサン1.000gをメスフラスコに採り、メチルアルコールに溶かして1Lとしたもの

この溶液1mlは、1,4-ジオキサン1mgを含む。

この溶液は、冷暗所に保存する。

### (7) 1,4-ジオキサン標準液

1,4-ジオキサン標準原液をメチルアルコールで100倍に薄めたもの

この溶液1mlは、1,4-ジオキサン0.01mgを含む。

この溶液は、使用の都度調製する。

## 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固相カラム及び活性炭固相カラム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

スプリットレス方式のもので、その温度を200～250℃にしたもの

#### イ 分離カラム

内径0.20～0.53mm、長さ60～75mの溶融シリカ製のキャピラリーカラムで、内面に25%フェニルー75%ジメチルポリシロキサンを0.1～1 $\mu$ mの厚さに被膜したもの

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

最適分離条件に設定できるもの

例えば、45℃を1分間保持し、毎分10℃の速度で上昇させ、200℃を5分間保持できるもの

エ 検出器

別表第14の2(4)ウの例による。

オ イオン化電圧

別表第14の2(4)エの例による。

カ キャリヤーガス

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後、120℃程度で2時間程度加熱し放冷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

スチレンジビニルベンゼン共重合体固相カラムと活性炭固相カラムを直列に接続し、スチレンジビニルベンゼン共重合体固相カラム側からアセトン10ml及び精製水10mlを順次注入する。次に、内部標準液5 $\mu$ lを加えた検水200ml(検水に含まれる1,4-ジオキサンの濃度が0.05mg/Lを超える場合には、0.0005~0.05mg/Lとなるように精製水を加えて200mlに調製したもの)を毎分10mlの流量でスチレンジビニルベンゼン共重合体固相カラム側から流した後、活性炭固相カラムを取り外す。活性炭固相カラムに精製水10mlを流した後、窒素ガスを20分間以上通気して乾燥させる。次いで、活性炭固相カラムに通水方向の逆からアセトン2mlをゆっくり流し、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1mlまで濃縮し、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、1,4-ジオキサンは88、58のフラグメントイオンのピーク高さ又はピーク面積と1,4-ジオキサン-d<sub>8</sub>は96、64のフラグメントイオンのピーク高さ又はピーク面積との比を求め、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1,4-ジオキサンの濃度を求め、検水中の1,4-ジオキサンの濃度を算定する。

(3) 空試験

精製水200ml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。

5 検量線の作成

1,4-ジオキサン標準液を段階的にメスフラスコに採り、それぞれに内部標準液0.05mlずつを加え、更にアセトンを加えて10mlとする。以下上記4(2)と同様に操作して、1,4-ジオキサンと1,4-ジオキサン-d<sub>8</sub>とのフラグメントイオンのピーク高さ又はピーク面積の比を求め、1,4-ジオキサンの濃度との関係を求める。

## 別表第16の2

### イオンクロマトグラフ法

ここで対象とする項目は、塩素酸である。

#### 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)

エチレンジアミン2.5gを精製水に溶かして50mlとしたもの

この溶液は、冷暗所に保存し、1か月以上を経過したものは使用してはならない。

##### (3) ヨウ化カリウム溶液(5w/v%)

##### (4) 窒素ガス

精製が必要な場合には、洗浄瓶を用いてヨウ化カリウム溶液(5w/v%)に通し、酸化剤を除去したもの

ただし、ヨウ化カリウム溶液(5w/v%)は、着色したものは使用してはならない。

##### (5) 溶離液

測定対象成分が分離できるもの

##### (6) 除去液

サプレッサを動作させることができるもの

##### (7) ヨウ素酸カリウム溶液(0.017mol/L)

別表第19の1(3)の例による。

##### (8) 硫酸(1+5)

##### (9) でんぷん溶液

別表第19の1(5)の例による。

##### (10) チオ硫酸ナトリウム溶液(0.1mol/L)

別表第19の1(6)の例による。

##### (11) 塩素酸標準原液

塩素酸ナトリウム1.3g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塩素酸の濃度を測定する。

共栓付き三角フラスコに塩酸10mlを採り、これに塩素酸標準原液10ml及びヨウ化カリウム1gを加え、直ちに栓をする。この溶液を暗所で20分間静置した後、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 b から次式により溶液に含まれる塩素酸の濃度(mg/ml)を算定する。

$$\text{塩素酸(mg/ml)} = (b \times 1.391 \times f) / 10$$

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。

## (12) 塩素酸標準液

塩素酸として10mgに相当する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、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

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

別表第13の2(2)アの例による。

#### イ 検出器

電気伝導度検出器

## 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、試料1Lにつきエチレンジアミン溶液1mlを加えて、速やかに試験する。速やかに試験できない場合は冷暗所に保存する。

ただし、二酸化塩素を含む試料については、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。

## 4 試験操作

### (1) 前処理

検水(検水に含まれる塩素酸の濃度が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イオンクロマトグラフに注入し、塩素酸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塩素酸の濃度を求め、検水中の塩素酸の濃度を算定する。

## 5 検量線の作成

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)と同様に操作して、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。

## 6 その他

上記3により採取又は保存した試料は、別表第13に定める方法の対象とする項目について、各測定対象成分の分析に影響がないことを確認した上で、塩素酸と一斉分析を行うことができる。

ただし、フッ素の検査を行う場合は、試料はポリエチレン瓶に採取する。

## 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

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。

### 1 試薬

(1) 硫酸(1+1)

(2) 塩化ナトリウム

測定対象成分を含まないもの

(3) 水酸化ナトリウム溶液(20w/v%)

(4) tert-ブチル-メチルエーテル

測定対象成分を含まないもの

(5) ジアゾメタン溶液

ジアゾメタン生成装置を用い、N-メチル-N'-ニトロ-N-ニトロソグアニジン0.1～0.2gに精製水0.5ml及び水酸化ナトリウム溶液(20w/v%)0.6mlを加え、発生したジアゾメタンを氷冷したtert-ブチル-メチルエーテル3mlに黄色を呈するまで捕集し、このtert-ブチル-メチルエーテル層をジアゾメタン溶液とする。

この溶液は、使用時に調製する。

なお、この操作は必ずドラフト内で行う。

(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。

(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。

(8) クロロ酢酸標準原液、ジクロロ酢酸標準原液及びトリクロロ酢酸標準原液

クロロ酢酸、ジクロロ酢酸及びトリクロロ酢酸のそれぞれ0.100gを別々のメスフラスコに採り、tert-ブチル-メチルエーテルを加えて100mlとしたもの

これらの溶液1mlは、クロロ酢酸、ジクロロ酢酸及びトリクロロ酢酸をそれぞれ1mg含む。

これらの溶液は、調製後直ちに10mlずつをねじロバイアルに入れて冷凍保存する。

#### (9) ハロ酢酸混合標準液

クロロ酢酸標準原液、ジクロロ酢酸標準原液及びトリクロロ酢酸標準原液のそれぞれ1mlずつをメスフラスコに採り、tert-ブチル-メチルエーテルを加えて全量を100mlとしたものこの溶液1mlは、クロロ酢酸、ジクロロ酢酸及びトリクロロ酢酸をそれぞれ0.01mg含む。

この溶液は、使用の都度調製する。

## 2 器具及び装置

### (1) ねじロ瓶

別表第14の2(1)の例による。

### (2) ねじロバイアル

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) ジアゾメタン生成装置

### (4) バイアル

### (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0.10~0.30 $\mu$ 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12分間保持し、毎分10℃の速度で上昇させ、150℃を2分間保持できるもの

#### エ 検出器

別表第14の2(4)ウの例による。

#### オ イオン化電圧

別表第14の2(4)エの例による。

#### カ キャリアーガス

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、精製水で洗浄したねじロ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を0.01～0.02g加える。

#### 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0.1mg/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20 $\mu$ l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

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 検量線の作成

ハロ酢酸混合標準液を段階的にメスフラスコに採り、それぞれに精製水を加えて50mlとする。以下上記4(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。

#### 別表第18

イオンクロマトグラフィーポストカラム吸光光度法

ここで対象とする項目は、臭素酸である。

##### 1 試薬

###### (1) 精製水

測定対象成分を含まないもの

###### (2) 溶離液

測定対象成分が分離できるもの

(3) 硫酸(1mol/L)

精密分析用のもの又はこれと同等以上のもの

(4) 臭化カリウム-硫酸溶液

臭化カリウム178.5gを硫酸(1mol/L)に溶かして1Lとしたもの

(5) 亜硝酸ナトリウム溶液

亜硝酸ナトリウム8.28gを精製水100mlに溶かした溶液1mlに精製水を加えて1Lとしたもの

(6) 臭素酸標準原液

臭素酸カリウム2.61gを精製水に溶かして1Lとしたもの

この溶液1mlは、臭素酸2mgを含む。

この溶液は、冷暗所に保存する。

(7) 臭素酸標準液

臭素酸標準原液1mlに精製水を加えて1Lとした溶液1mlに精製水を加えて100mlとしたもの

この溶液1mlは、臭素酸0.00002mgを含む。

この溶液は、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

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

イ 反応部

分離カラムで分離された液と2つの反応試薬が別々に混合できるもので、反応温度等が対象物質の最適反応条件に設定できるもの

例えば、亜硝酸ナトリウム溶液を毎分0.2mlの流量で注入した後、臭化カリウム-硫酸溶液を毎分0.4mlの流量で注入して40℃で反応させることができるもの

ウ 検出器

紫外外部吸収検出器で、波長268nmに設定したもの

## 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又はポリエチレン瓶に採取し、速やかに試験する。

## 4 試験操作

(1) 前処理

検水(検水に含まれる臭素酸の濃度が0.02mg/Lを超える場合には、0.001~0.02mg/L

となるように精製水を加えて調製したもの) をメンブランフィルターろ過装置でろ過し、初めのろ液約10mlを捨て、次のろ液を試験溶液とする。

## (2) 分析

上記(1)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、臭素酸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臭素酸の濃度を求め、検水中の臭素酸の濃度を算定する。

## 5 検量線の作成

臭素酸標準液を段階的にメスフラスコに採り、それぞれに精製水を加えて100mlとする。以下上記4(2)と同様に操作して、臭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。

## 別表第19

### 溶媒抽出-誘導体化-ガスクロマトグラフ-質量分析法

ここで対象とする項目は、ホルムアルデヒドである。

## 1 試薬

### (1) 精製水

測定対象成分を含まないもの

### (2) チオ硫酸ナトリウム溶液(0.3w/v%)

### (3) ヨウ素酸カリウム溶液(0.017mol/L)

ヨウ素酸カリウム3.567gを精製水に溶かして1Lとしたもの

### (4) 硫酸(1+5)

### (5) でんぷん溶液

可溶性でんぷん1gを精製水約100mlとよく混ぜながら、熱した精製水200ml中に加え、約1分間煮沸後、放冷したもの

ただし、上澄み液を使用する。

この溶液は、使用の都度調製する。

### (6) チオ硫酸ナトリウム溶液(0.1mol/L)

チオ硫酸ナトリウム(5水塩)26g及び炭酸ナトリウム(無水)0.2g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、次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及び硫酸(1+5)5ml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。別に、同様に操作して空試験を行い、補正した

チオ硫酸ナトリウム溶液(0.1mol/L)のml数 a から次式によりファクターを算定する。

$$\text{ファクター}(f) = 25/a$$

(7) ペンタフルオロベンジルヒドロキシルアミン溶液

ペンタフルオロベンジルヒドロキシルアミン塩酸塩0.1gを精製水に溶かして100mlとしたもの

この溶液は、褐色瓶に入れて冷暗所に保存する。

(8) 硫酸(1+1)

(9) 塩化ナトリウム

測定対象成分を含まないもの

(10) ヨウ素溶液

ヨウ素約13gを採り、ヨウ化カリウム20g及び精製水20mlを加えて溶かした後、精製水を加えて1Lとしたもの

この溶液は、褐色瓶に入れて冷暗所に保存する。

(11) 水酸化カリウム溶液(6w/v%)

(12) 内部標準原液

1-クロロデカン0.100gをヘキサン60mlを入れたメスフラスコに採り、ヘキサンを加えて100mlとしたもの

この溶液1mlは、1-クロロデカン1mgを含む。

この溶液は、調製後直ちに10mlずつをねじロバイアルに入れて冷凍保存する。

(13) 内部標準液

内部標準原液をヘキサンで1000倍に薄めたもの

この溶液1mlは、1-クロロデカン0.001mgを含む。

この溶液は、使用の都度調製する。

(14) ホルムアルデヒド標準原液

ホルマリン10/C(g)をメチルアルコールに溶かして100mlとしたもの

ただし、Cはホルマリン中のホルムアルデヒドの含量(%)であり、次に定める方法により算出する。

ホルマリン約1gを精製水5mlを入れた褐色メスフラスコに採り、精製水を加えて100mlとする。その10mlを共栓付き三角フラスコに採り、これにヨウ素溶液50ml及び水酸化カリウム溶液(6w/v%)20mlを加え、栓をして静かに振り混ぜ、15分間常温で静置する。次いで、硫酸(1+5)5mlを加え、遊離したヨウ素をチオ硫酸ナトリウム溶液

(0.1mol/L)を用いて滴定し、液の黄色が薄くなってから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し、これに要したチオ硫酸ナトリウム溶液(0.1mol/L)のml数 a を求める。別に、精製水10mlについて同様に操作し、これに要したチオ硫酸ナトリウム溶液(0.1mol/L)のml数 b を求め、次式によりホルマリン中のホルムアルデヒドの含量(%)を算定する。

ホルムアルデヒドの含量C (%) =  $1.501 \times f \times (b - a) / W$

この式において、Wはホルマリンの採取量 (g)、fはチオ硫酸ナトリウム溶液 (0.1mol/L) のファクターを表す。

この溶液は、調製後直ちに10mlずつをねじロバイアルに入れて冷凍保存する。

#### (15) ホルムアルデヒド標準液

ホルムアルデヒドとして1mgに相当するホルムアルデヒド標準原液を採り、メチルアルコールで100倍に薄めたもの

この溶液1mlは、ホルムアルデヒド0.01mgを含む。

この溶液は、使用の都度調製する。

### 2 器具及び装置

#### (1) ねじロバイアル

別表第17の2(2)の例による。

#### (2) ガスクロマトグラフ-質量分析計

##### ア 試料導入部

別表第17の2(5)アの例による。

##### イ 分離カラム

別表第17の2(5)イの例による。

##### ウ 分離カラムの温度

最適分離条件に設定できるもの

例えば、100℃を1分間保持し、毎分15℃の速度で上昇させ、200℃を10分間保持できるもの

##### エ 検出器

別表第14の2(4)ウの例による。

##### オ イオン化電圧

別表第14の2(4)エの例による。

##### カ キャリヤーガス

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、チオ硫酸ナトリウム溶液 (0.3w/v%) 0.1~0.2 mlを加える。

### 4 試験操作

#### (1) 前処理

検水50ml(検水に含まれるホルムアルデヒドの濃度が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50mlに調製したもの)を採り、ペンタフ

ルオロベンジルヒドロキシルアミン溶液3mlを加えて混合する。2時間静置後、硫酸(1+1)0.8ml及び塩化ナトリウム20gを加えて混合する。次に、ヘキサン5mlを加えて5分間激しく振り混ぜ、数分間静置後、ヘキサン層を分取し、無水硫酸ナトリウムを少量加える。更に、この溶液の一定量に内部標準液50 $\mu$ 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ー質量分析計に注入し、フッ素誘導体化したホルムアルデヒドは181、195、225のフラグメントイオンのピーク高さ又はピーク面積と1-クロロデカン91、105のフラグメントイオンのピーク高さ又はピーク面積との比を求め、下記5により作成した検量線から試験溶液中のホルムアルデヒドの濃度を求め、検水中のホルムアルデヒドの濃度を算定する。

## 5 検量線の作成

ホルムアルデヒド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50mlとする。以下上記4(1)及び(2)と同様に操作して、ホルムアルデヒドと1-クロロデカンとのフラグメントイオンのピーク高さ又はピーク面積の比を求め、ホルムアルデヒドの濃度との関係を求める。

## 別表第20

イオンクロマトグラフ（陽イオン）による一斉分析法

ここで対象とする項目は、ナトリウム及びカルシウム、マグネシウム等（硬度）である。

### 1 試薬

#### (1) 精製水

測定対象成分を含まないもの

#### (2) 溶離液

測定対象成分が分離できるもの

#### (3) 除去液

サブレッサを動作させることができるもの

#### (4) ナトリウム標準原液

別表第3の1(7)の例による。

この溶液1mlは、ナトリウム1mgを含む。

#### (5) カルシウム標準原液

別表第4の1(3)の例による。

#### (6) マグネシウム標準原液

別表第4の1(3)の例による。

#### (7) 陽イオン混合標準液

ナトリウム標準原液50ml、カルシウム標準原液50ml及びマグネシウム標準原液50ml



をメスフラスコに採り、精製水を加えて1Lとしたもの

この溶液1mlは、ナトリウム、カルシウム及びマグネシウムをそれぞれ0.05mg含む。

この溶液は、使用の都度調製する。

## 2 器具及び装置

### (1) メンブランフィルターろ過装置

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

サプレッサ型は、内径2～5mm、長さ5～25cmのもので、陽イオン交換基を被覆したポリマー系充填材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

ノンサプレッサ型は、内径が4～4.6mm、長さ5～25cmのもので、シリカ材若しくはポリマー基材に陽イオン交換基を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

#### イ 検出器

電気伝導度検出器

## 3 試料の採取及び保存

試料は、精製水で洗浄した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) 前処理

検水(検水に含まれるそれぞれの対象物質の濃度が50mg/Lを超える場合には、0.1～50mg/Lとなるように精製水を加えて調製したもの)をメンブランフィルターろ過装置でろ過し、初めのろ液約10mlは捨て、次のろ液を試験溶液とする。

### (2) 分析

上記(1)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、それぞれの陽イオンのピーク高さ又はピーク面積を求め、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陽イオンの濃度を求め、検水中のそれぞれの陽イオンの濃度を算定する。

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)

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

## 5 検量線の作成

陽イオン混合標準液を段階的にメスフラスコに採り、それぞれに精製水を加えて100mlとする。以下上記4(2)と同様に操作して、それぞれの陽イオンの濃度とピーク高さ又はピーク面積との関係を求める。

## 別表第 2 1

### 滴定法

ここで対象とする項目は、塩化物イオンである。

#### 1 試薬

(1) 硝酸銀溶液 (5w/v%)

(2) クロム酸カリウム溶液

別表第 1 2 の 1 (13) の例による。

(3) 塩化ナトリウム溶液 (0.01mol/L)

塩化ナトリウム 0.584g を精製水に溶かして 1L としたもの

(4) 硝酸銀溶液 (0.01mol/L)

硝酸銀 1.7g を精製水に溶かして 1L としたもの

この溶液は、褐色瓶に入れて冷暗所に保存する。

この溶液 1ml は、塩化物イオンとして 0.355mg を含む量に相当する。

なお、次の操作により硝酸銀溶液 (0.01mol/L) のファクター (f) を求める。

塩化ナトリウム溶液 (0.01mol/L) 25ml を白磁皿に採り、クロム酸カリウム溶液 0.2ml を指示薬として加え、硝酸銀溶液 (0.01mol/L) を用いて淡黄褐色が消えずに残るまで滴定する。

別に、精製水 45ml を白磁皿に採り、塩化ナトリウム溶液 (0.01mol/L) 5.0ml を加え、以下上記と同様に操作して空試験を行い、補正した硝酸銀溶液 (0.01mol/L) の ml 数 a から次式によりファクターを算定する。

$$\text{ファクター}(f) = 20/a$$

#### 2 試料の採取及び保存

別表第 1 3 の 3 の例による。

#### 3 試験操作

検水 100ml を白磁皿に採り、クロム酸カリウム溶液 0.5ml を指示薬として加え、硝酸銀溶液 (0.01mol/L) を用いて淡黄褐色が消えずに残るまで滴定し、これに要した硝酸銀溶液 (0.01mol/L) の ml 数 b を求める。別に、精製水 100ml を白磁皿に採り、塩化ナトリウム溶液 (0.01mol/L) 5.0ml を加え、以下検水と同様に操作し、これに要した硝酸銀溶液 (0.01mol/L) の ml 数 c を求め、次式により検水中の塩化物イオンの濃度を算定する。

$$\text{塩化物イオン}(mg/L) = [b - (c - 5/f)] \times f \times 0.355 \times 1000 / 100$$

この式において、f は硝酸銀溶液 (0.01mol/L) のファクターを表す。

## 別表第 2 2

### 滴定法

ここで対象とする項目は、カルシウム、マグネシウム等 (硬度) である。

## 1 試薬

(1) シアン化カリウム溶液 (10w/v%)

(2) 塩酸 (1+9)

(3) 塩化マグネシウム溶液 (0.01mol/L)

酸化マグネシウム0.403gを少量の塩酸 (1+9) で溶かし、水浴上で塩酸臭がなくなるまで加温した後、精製水を加えて1Lとしたもの

(4) アンモニア緩衝液

塩化アンモニウム67.5gをアンモニア水570mlに溶かし、精製水を加えて1Lとしたもの

(5) E B T 溶液

エリオクロムブラック T 0.5g及び塩酸ヒドロキシルアミン4.5gをエチルアルコール (95v/v%) に溶かして100mlとしたもの

この溶液は、褐色瓶に入れて冷暗所に保存する。

(6) E D T A 溶液 (0.01mol/L)

エチレンジアミン四酢酸二ナトリウム (2水塩) 3.722gを精製水に溶かして1Lとしたもの

この溶液1mlは、炭酸カルシウムとして1mgを含む量に相当する。

この溶液は、褐色瓶に入れて冷暗所に保存する。

## 2 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。

## 3 試験操作

検水100mlを三角フラスコに採り、シアン化カリウム溶液 (10w/v%) 数滴、塩化マグネシウム溶液 (0.01mol/L) 1ml及びアンモニア緩衝液2mlを加える。これにE B T 溶液数滴を指示薬として加え、E D T A 溶液 (0.01mol/L) を用いて液が青色を呈するまで滴定し、これに要したE D T A 溶液 (0.01mol/L) のml数 a から、次式により検水中の硬度を検水に含まれる炭酸カルシウムの濃度として算定する。

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

なお、シアン化カリウム溶液 (10w/v%) を加えなくても滴定の終点が明瞭な場合は、その操作を省略することができる。

## 別表第23

### 重量法

ここで対象とする項目は、蒸発残留物である。

## 1 器具

蒸発皿

## 2 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。

## 3 試験操作

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、検水を100～500 ml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 a mgを求め、次式により検水中の蒸発残留物の濃度を算定する。

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

## 別表第 2 4

### 固相抽出—高速液体クロマトグラフ法

ここで対象とする項目は、陰イオン界面活性剤である。

## 1 試薬

- (1) メチルアルコール
- (2) 過塩素酸ナトリウム
- (3) アセトニトリル

高速液体クロマトグラフ用

- (4) 陰イオン界面活性剤標準原液

デシルベンゼンスルホン酸ナトリウム、ウンデシルベンゼンスルホン酸ナトリウム、ドデシルベンゼンスルホン酸ナトリウム、トリデシルベンゼンスルホン酸ナトリウム及びテトラデシルベンゼンスルホン酸ナトリウムのうち直鎖アルキル基の末端以外の炭素にフェニル基が結合したものをそれぞれ100mgをメチルアルコールに溶かして100mlとしたもの

この溶液1mlは、デシルベンゼンスルホン酸ナトリウム、

ウンデシルベンゼンスルホン酸ナトリウム、ドデシルベンゼンスルホン酸ナトリウム、トリデシルベンゼンスルホン酸ナトリウム及びテトラデシルベンゼンスルホン酸ナトリウムをそれぞれ1mg含む。

この溶液は、冷暗所に保存する。

- (5) 陰イオン界面活性剤標準液

陰イオン界面活性剤標準原液をメチルアルコールで10倍に薄めたもの

この溶液1mlは、デシルベンゼンスルホン酸ナトリウム、ウンデシルベンゼンスルホン酸ナトリウム、ドデシルベンゼンスルホン酸ナトリウム、トリデシルベンゼンスルホン酸ナトリウム及びテトラデシルベンゼンスルホン酸ナトリウムをそれぞれ0.1 mg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若しくはオクタデシルシリル基を化学結合したシリカゲルを詰めたもの又はこれと同等以上の性能を有するもの

(2) 高速液体クロマトグラフ

ア 分離カラム

内径4.6mm、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粒径が3～5 $\mu$ mの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65:35の割合で混合した液1Lに過塩素酸ナトリウム12.3gを溶かしたもの

ウ 検出器

蛍光検出器で、励起波長221nm、蛍光波長284nmに設定したもの

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、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陰イオン界面活性剤としての濃度が0.5mg/Lを超える場合には、0.02～0.5mg/Lとなるように精製水を加えて500mlに調製したもの)を毎分約30mlの流量で固相カラムに流す。次いで、固相カラムの上端からメチルアルコール5mlを緩やかに流し、試験管に採る。試験管の溶出液に窒素ガスを緩やかに吹き付けて2mlとし、これを試験溶液とする。

(2) 分析

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、それぞれの陰イオン界面活性剤のピーク面積を求め、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陰イオン界面活性剤の濃度を求め、検水中のそれぞれの陰イオン界面活性剤の濃度を算定する。

それぞれの陰イオン界面活性剤の濃度を合計して陰イオン界面活性剤としての濃度を算定する。

5 検量線の作成

陰イオン界面活性剤標準液を段階的にメスフラスコに採り、それぞれにメチルアルコールを加えて100mlとする。以下上記4(2)と同様に操作して、それぞれの陰イオン界面活性剤の濃度とピーク面積との関係を求める。

## 別表第 2 5

### ページ・トラップーガスクロマトグラフー質量分析法

ここで対象とする項目は、ジェオスミン及び 2-メチルイソボルネオールである。

#### 1 試薬

##### (1) 精製水

測定対象成分を含まないもの

##### (2) 塩化ナトリウム

測定対象成分を含まないもの

##### (3) ジェオスミン及び 2-メチルイソボルネオール標準原液

ジェオスミン及び 2-メチルイソボルネオールのそれぞれ 0.010g をメチルアルコールに溶かして 100ml としたもの

この溶液 1ml は、ジェオスミン及び 2-メチルイソボルネオールをそれぞれ 0.1mg 含む。

この溶液は、調製後直ちに 10ml ずつをねじロバイアルに入れて冷凍保存する。

##### (4) ジェオスミン及び 2-メチルイソボルネオール標準液

ジェオスミン及び 2-メチルイソボルネオール標準原液 1ml をあらかじめ精製水 90ml を入れた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、ジェオスミン及び 2-メチルイソボルネオールをそれぞれ 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

別表第 1 4 の 2 (1) の例による。

##### (2) ねじロバイアル

別表第 1 7 の 2 (2) の例による。

##### (3) ページ・トラップ装置

###### ア ページ容器

別表第 1 4 の 2 (3) アの例による。

###### イ 恒温槽

別表第 1 4 の 2 (3) イの例による。

###### ウ トラップ管

内径 2mm 以上、長さ 5~30cm のもので、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-ジフェニレンオキシドを 0.2~0.3g 充填したもの又はこれと同等以上の吸着性能を有するもの

###### エ 脱着装置

別表第14の2(3)エの例による。

オ クライオフォーカス装置

別表第14の2(3)オの例による。

#### (4) ガスクロマトグラフー質量分析計

ア 分離カラム

内径0.25~0.53mm、長さ15~30mの溶融シリカ製のキャピラリーカラムで、内面に5%フェニル-95%ジメチルポリシロキサンを0.3~1 $\mu$ 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

イ 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、40℃を1分間保持し、毎分10℃の速度で上昇させ220℃にできるもの

ウ 検出器

別表第14の2(4)ウの例による。

エ イオン化電圧

別表第14の2(4)エの例による。

オ キャリヤーガス

別表第14の2(4)オの例による。

### 3 試料の採取及び保存

別表第17の3の例による。

### 4 試験操作

検水5~25ml（検水に含まれるそれぞれの対象物質の濃度が0.0001mg/Lを超える場合には、0.000001~0.0001mg/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、塩化ナトリウムが15~20w/v%と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ー質量分析計を操作し、ジェオスミンは112、111、125、2-メチルイソボルネオールは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、下記5により作成した検量線から検水中のジェオスミン及び2-メチルイソボルネオールのそれぞれの濃度を算定する。

### 5 検量線の作成

ジェオスミン及び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、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10mlに対して2 $\mu$ lの割合で注入する。以下上記4と同様に操作してジェオスミン及び2-メチルイソボルネオール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。

### 別表第26

## ヘッドスペースガスクロマトグラフ質量分析法

ここで対象とする項目は、ジェオスミン及び2-メチルイソボルネオールである。

### 1 試薬

#### (1) 精製水

別表第25の1(1)の例による。

#### (2) 塩化ナトリウム

別表第25の1(2)の例による。

#### (3) ジェオスミン及び2-メチルイソボルネオール標準原液

別表第25の1(3)の例による。

#### (4) ジェオスミン及び2-メチルイソボルネオール標準液

別表第25の1(4)の例による。

この溶液1mlは、ジェオスミン及び2-メチルイソボルネオールをそれぞれ0.001mg含む。

### 2 器具及び装置

#### (1) ねじ口瓶

別表第14の2(1)の例による。

#### (2) ねじロバイアル

別表第17の2(2)の例による。

#### (3) バイアル

容量20~80mlのもの

#### (4) セプトム

#### (5) ポリテトラフルオロエチレンシート

別表第15の2(5)の例による。

#### (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) ガスクロマトグラフ質量分析計

##### ア 試料導入部

別表第15の2(9)アの例による。

##### イ 分離カラム

別表第25の2(4)アの例による。

##### ウ 分離カラムの温度

別表第25の2(4)イの例による。

##### エ 検出器

別表第14の2(4)ウの例による。



オ イオン化電圧

別表第14の2(4)エの例による。

カ キャリアーガス

別表第14の2(4)オの例による。

### 3 試料の採取及び保存

別表第17の3の例による。

### 4 試験操作

#### (1) 前処理

80℃で塩化ナトリウムが過飽和になるように塩化ナトリウムの一定量をバイアルに加えた後、検水（検水に含まれるそれぞれの対象物質の濃度が0.0002mg/Lを超える場合には、0.000002～0.0002mg/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0.50～0.85となるように採り、直ちにポリテトラフルオロエチレンシート、セプタム及び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ィー質量分析計に注入し、ジェオスミンは112、111、125、2-メチルイソボルネオールは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、下記5により作成した検量線から試験溶液中のジェオスミン及び2-メチルイソボルネオールのそれぞれの濃度を求め、検水中のジェオスミン及び2-メチルイソボルネオールのそれぞれの濃度を算定する。

### 5 検量線の作成

ジェオスミン及び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。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メチルアルコール溶液を精製水10mlに対して2 $\mu$ 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、ジェオスミン及び2-メチルイソボルネオール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。

## 別表第27

### 固相抽出ーガスクロマトグラフィー質量分析法

ここで対象とする項目は、ジェオスミン及び2-メチルイソボルネオールである。

#### 1 試薬

##### (1) 精製水

別表第25の1(1)の例による。

##### (2) ジクロロメタン

測定対象成分を含まないもの

(3) ジェオスミン及び2-メチルイソボルネオール標準原液  
別表第25の1(3)の例による。

(4) ジェオスミン及び2-メチルイソボルネオール標準液  
別表第25の1(4)の例による。

この溶液1mlは、ジェオスミン及び2-メチルイソボルネオールをそれぞれ0.001mg含む。

## 2 器具及び装置

(1) ねじ口瓶

別表第14の2(1)の例による。

(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詰めたもの又はこれと同等以上の性能を有するもの

(3) 遠心分離機

(4) 遠心沈澱管

容量10mlで共栓付きのもの

(5) ガスクロマトグラフ-質量分析計

ア 試料導入部

150~200℃の温度にしたもの

イ 分離カラム

別表第25の2(4)アの例による。

ウ 分離カラムの温度

別表第25の2(4)イの例による。

エ 検出器

別表第14の2(4)ウの例による。

オ イオン化電圧

別表第14の2(4)エの例による。

カ キャリヤーガス

別表第14の2(4)オの例による。

## 3 試料の採取及び保存

別表第17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0.0001mg/Lを超える場合には、0.000001~0.0001mg/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

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、ジェオスミンは112、111、125、2-メチルイソボルネオールは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、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ジェオスミン及び2-メチルイソボルネオールのそれぞれの濃度を求め、検水中のジェオスミン及び2-メチルイソボルネオールのそれぞれの濃度を算定する。

## (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を求める。

## 5 検量線の作成

ジェオスミン及び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、精製水を加えて500mlとする。以下上記4(1)及び(2)と同様に操作して、ジェオスミン及び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。

## 別表第28

### 固相抽出ー吸光光度法

ここで対象とする項目は、非イオン界面活性剤である。

## 1 試薬

(1) 亜硫酸水素ナトリウム溶液(1w/v%)

(2) メチルアルコール

(3) トルエン

(4) チオシアンコバルト(Ⅱ)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) PAR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pH値が11程度になるように調整しながら精製水で1Lとし、更に精製水で10倍に薄め使用時にpH値が9.5程度になるように調整したもの

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

ヘプタ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、ヘプタ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メチルアルコールで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0.01mg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) 遠心分離管

容量が10mlで、ふた付きの振盪可能なもの

(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以上の性能を有するもの

(3) 振盪器

(4) 遠心分離機

(5) パスツールピペット

(6) 吸収セル

光路長10mmで容量1mlのもの

(7) 分光光度計

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、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。

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。

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を順次注入する。次に、水酸化ナトリウム溶液(4w/v%)を用いてpH値を9に調整した検水1000ml(検水に含まれる非イオン界面活性剤としての濃度が0.04mg/Lを超える場合には、0.005~0.04mg/Lとなるように精製水を加えて1000mlに調製したもの)を毎分10~20ml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、固相カラムの通水方向とは逆からトルエンを緩やかに流し、遠心分離管に5mlを採り、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にチオシアノコバルト(II)酸アンモニウム溶液2.5ml及び塩化カリウム1.5gを加えて5分間振り混ぜ、回転数約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4mlを別の遠心分離管に移し、PAR溶

液1.5ml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に採り、分光光度計を用いて波長510nm付近で吸光度を測定し、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。

#### 5 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1000mlとする。以下上記4(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。

### 別表第29

#### 固相抽出ー誘導体化ーガスクロマトグラフィー質量分析法

ここで対象とする項目は、フェノール類である。

#### 1 試薬

##### (1) 精製水

測定対象成分を含まないもの

##### (2) 硫酸銅(5水塩)

##### (3) リン酸(1+9)

##### (4) アセトン

測定対象成分を含まないもの

##### (5) メチルアルコール

測定対象成分を含まないもの

##### (6) 酢酸エチル

測定対象成分を含まないもの

##### (7) N, Oービス(トリメチルシリル)トリフルオロアセトアミド

##### (8) 内部標準原液

アセナフテン-d<sub>10</sub>1.00gをアセトンに溶かして10mlとしたもの

この溶液1mlは、アセナフテン-d<sub>10</sub>100mgを含む。

この溶液は、調製後、直ちに冷凍保存する。

##### (9) 内部標準液

内部標準原液をアセトンで10000倍に薄めたもの

この溶液1mlは、アセナフテン-d<sub>10</sub>0.01mgを含む。

この溶液は、使用の都度調製する。

##### (10) 臭素酸カリウム・臭化カリウム溶液

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

(11) でんぷん溶液

別表第19の1(5)の例による。

(12) ヨウ素酸カリウム溶液(0.017mol/L)

別表第19の1(3)の例による。

(13) 硫酸(1+5)

(14) チオ硫酸ナトリウム溶液(0.1mol/L)

別表第19の1(6)の例による。

(15) 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、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及び塩酸5ml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。

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

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、褐色瓶に入れて冷蔵保存する。

(16) クロロフェノール標準原液

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及び2,4,6-トリクロロフェノールのそれぞれ100mgを別々のメスフラスコに採り、それぞれにアセトンを加えて100mlとしたもの

これらの溶液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及び2,4,6-トリクロロフェノールをそれぞれ1mg含む。

これらの溶液は、褐色瓶に入れて冷凍保存する。

(17) フェノール類混合標準液

フェノールとして1mgに相当するフェノール標準原液とそれぞれのクロロフェノール標準原液1mlずつをメスフラスコに採り、アセトンを加えて100mlとしたもの

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

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

別表第15の2(9)アの例による。

#### 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0.1~0.25 $\mu$ mの厚さに被覆したもの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2分間保持し、毎分5℃の速度で80℃まで温度を上昇させ、その後毎分10℃の速度で上昇させ140℃とした後、毎分30℃の速度で290℃まで上昇させ7分間保持できるもの

#### エ 検出器

別表第14の2(4)ウの例による。

#### オ イオン化電圧

別表第14の2(4)エの例による。

#### カ イオン源温度

機器の最適条件に設定する。

#### キ キャリヤーガス

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、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及びリン酸(1+9)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、残留塩素1mgにつき0.01~0.02gのアスコルビン酸ナトリウムを加える。

## 4 試験操作

### (1) 前処理

固相カラムに酢酸エチル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、あらかじめ塩酸を用いてpH値を2とした検水500ml（検水に含まれるそれぞれのフェノールとしての濃度が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、更に精製水10mlを流した後、30分間以上測定対象成分を含まない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、固相カラムに通水方向の逆から酢酸エチル5mlを緩やかに流し、試験管に採る。試験管の溶液に酢酸エチルを加えて5mlとし、更に無水硫酸ナトリウムを用いて十分脱水する。この溶液4mlを共栓付き試験管に採り、窒素ガスを緩やかに吹き付けて0.8ml程度まで濃縮し、これにN, Oービス(トリメチルシリル)トリフルオロアセトアミド100 $\mu$ lを加えて1時間以上静置する。静置後、内部標準液20 $\mu$ lを加え、更に酢酸エチルを加えて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に示すそれぞれのフェノール類とアセナフテン-d<sub>10</sub>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フェノールに換算し、そ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。

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	151、166
2-クロロフェノール	185、200
4-クロロフェノール	185、200
2,4-ジクロロフェノール	219、234
2,6-ジクロロフェノール	219、234
2,4,6-トリクロロフェノール	253、268
アセナフテン-d <sub>10</sub> ※	164、162

※印は内部標準物質である。

## (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。

## 5 検量線の作成

フェノール類混合標準液を段階的にメスフラスコに採り、それぞれに精製水を加えて500mlとする。以下上記4(1)及び(2)と同様に操作して、それぞれのフェノール類とアセナフテン-d<sub>10</sub>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、それぞれのフェノール類の濃度との関係を求める。



## 別表第30

### 全有機炭素計測定法

ここで対象とする項目は、有機物（全有機炭素（TOC）の量）である。

#### 1 試薬

##### (1) 精製水

イオン交換法、逆浸透膜法、蒸留法又は紫外線照射法の組合せによって精製したもので、全有機炭素濃度が0.1mg/L以下のもの又は同等以上の品質を有するもの

##### (2) 全有機炭素標準原液

フタル酸水素カリウム2.125gを精製水に溶かして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) 全有機炭素標準液

全有機炭素標準原液を精製水で100倍に薄めたもの

この溶液1mlは、炭素0.01mg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。

#### 2 装置

##### 全有機炭素定量装置

試料導入部、分解部、二酸化炭素分離部、検出部、データ処理装置又は記録装置などを組み合わせたもので、全有機炭素の測定が可能なもの

#### 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、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) 前処理

全有機炭素の測定において、検水に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、超音波発生器等で懸濁物質を破碎し、均一に分散させ、これを試験溶液とする。

##### (2) 分析

装置を作動状態にし、上記(1)で得られた試験溶液の一定量を全有機炭素定量装置で測定を行い、検水中の全有機炭素の濃度を算定する。

#### 5 検量線の作成

全有機炭素標準液を用いて、装置の補正方法に従い検量線に相当する補正を行う。

## 別表第31

## ガラス電極法

ここで対象とする項目は、pH値である。

### 1 試薬

(1) 無炭酸精製水

(2) フタル酸塩標準緩衝液 (0.05mol/L)

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

(3) リン酸塩標準緩衝液 (0.025mol/L)

リン酸二水素カリウム3.40g及び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

(4) ホウ酸塩標準緩衝液 (0.01mol/L)

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

### 2 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 (°C)	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

### 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。

### 4 試験操作

pH計を用いて検水のpH値を測定する。

## 別表第3 2

### 連続自動測定機器によるガラス電極法

ここで対象とする項目は、pH値である。

#### 1 試薬

- (1) 無炭酸精製水
- (2) フタル酸塩標準緩衝液(0.05mol/L)  
別表第3 1の1(2)の例による。
- (3) リン酸塩標準緩衝液(0.025mol/L)  
別表第3 1の1(3)の例による。
- (4) ホウ酸塩標準緩衝液(0.01mol/L)  
別表第3 1の1(4)の例による。

#### 2 装置

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

#### 3 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、上記1の各標準緩衝液を用いて2点校正を行う。

#### 4 測定操作

装置に検水を通してpH値を測定する。

#### 備考

- 1 定期保守は、下記2の保守管理基準を満たすため、装置の取扱説明書に従い、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。
- 2 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、 $\pm 0.1$ pH以内とする。保守管理基準が満たされていない場合は、上記備考1により、保守管理基準が満たされていることを確認する。

## 別表第3 3

### 官能法

ここで対象とする項目は、味である。

#### 1 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。

#### 2 試験操作

検水100mlを採り、40～50℃に加温した後、口に含んで塩素味以外の味を調べる。

## 別表第3 4

### 官能法

ここで対象とする項目は、臭気である。

## 1 試料の採取及び保存

別表第33の1の例による。

## 2 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40～50℃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。

## 別表第35

### 比色法

ここで対象とする項目は、色度である。

## 1 試薬

### (1) 色度標準原液

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

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

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から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

## 2 器具

### 比色管

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

## 3 試料の採取及び保存

別表第31の3の例による。

## 4 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。

## 別表第36

### 透過光測定法

ここで対象とする項目は、色度である。

## 1 試薬

### (1) 色度標準原液

別表第35の1(1)の例による。

### (2) 色度標準液

別表第35の1(2)の例による。

この溶液は、色度100度に相当する。

## 2 器具及び装置

### (1) 吸収セル

光路長が50mm又は100mmのもの

### (2) 分光光度計又は光電光度計

## 3 試料の採取及び保存

別表第31の3の例による。

## 4 試験操作

検水100ml(検水の色度が10度を超える場合には、10度以下となるように精製水を加えて100mlに調製したもの)の一部を吸収セルに採り、分光光度計又は光電光度計を用いて、波長390nm付近で吸光度を測定し、下記5により作成した検量線から検水中の色度を算定する。

## 5 検量線の作成

色度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、色度と吸光度との関係を求める。

## 別表第37

連続自動測定機器による透過光測定法

ここで対象とする項目は、色度である。

## 1 試薬

### (1) 色度標準原液

別表第35の1(1)の例による。

### (2) 色度校正用標準液

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

精製水を孔径約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

## 2 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

## 3 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、色度校正用標準液を通水して、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

色度校正用標準液を通水又は色度標準板を用いて校正する。

なお、機種によって色度校正用標準液又は色度標準板で校正したにもかかわらず、水道水の測定値が別表第36で測定した値と一致しない場合は、別表第36で測定した値にスパンを合わせる。

4 測定操作

装置に検水を通して色度を測定する。

備考

- 1 定期保守は、下記2の保守管理基準を満たすため、装置の取扱説明書に従い、定期的に洗浄、点検整備、色度校正用標準液による校正等を行う。
- 2 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、±0.5度以内とする。保守管理基準が満たされていない場合は、上記備考1により、保守管理基準が満たされていることを確認する。

別表第38

比濁法

ここで対象とする項目は、濁度である。

1 試薬

(1) ポリスチレン系粒子懸濁液(1w/w%)

表1に示す5種類の標準粒子(ポリスチレン系粒子)

表1 標準粒子 (ポリスチレン系粒子)

種類 ※	呼び径(μm)
No. 6	0.5
No. 7	1.0
No. 8	2.0
No. 9	5.0
No. 10	10.0

※印はJISZ8901による種類である。

(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(1w/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

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表2に示す量を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。

表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

種類	混合比率 (%)	分取量(メスフラスコ500mlに対して) (ml)
No. 6	6	10.0
No. 7	17	28.3
No. 8	36	60.0
No. 9	29	48.3
No. 10	12	20.0

#### (4) 濁度標準列

濁度標準液0から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

#### 2 器具

比色管

別表第35の2の例による。

#### 3 試料の採取及び保存

別表第31の3の例による。

#### 4 試験操作

検水100mlを比色管に採り、濁度標準列と比濁して検水の濁度を求める。

### 別表第39

透過光測定法

ここで対象とする項目は、濁度である。

#### 1 試薬

(1) ポリスチレン系粒子懸濁液(1w/w%)

別表第38の1(1)の例による。

(2) ポリスチレン系粒子懸濁液

別表第38の1(2)の例による。

(3) 濁度標準液

別表第38の1(3)の例による。

この溶液は、濁度100度に相当する。

#### 2 器具及び装置

(1) 吸収セル

別表第36の2(1)の例による。

(2) 分光光度計又は光電光度計

### 3 試料の採取及び保存

別表第31の3の例による。

### 4 試験操作

検水を吸収セルに採り、分光光度計又は光電光度計を用いて、波長660nm付近で吸光度を測定し、下記5により作成した検量線から検水中の濁度を算定する。

### 5 検量線の作成

濁度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、濁度と吸光度との関係を求める。

## 別表第40

連続自動測定機器による透過光測定法

ここで対象とする項目は、濁度である。

### 1 試薬

(1) ポリスチレン系粒子懸濁液(1w/w%)

別表第38の1(1)の例による。

(2) ポリスチレン系粒子懸濁液

別表第38の1(2)の例による。

(3) 濁度標準液

別表第38の1(3)の例による。

(4) 濁度校正用標準液

濁度標準液を精製水で薄めたもの

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。

(5) 濁度ゼロ校正水

精製水を孔径約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

### 2 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

### 3 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、濁度校正用標準液を通水して、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

濁度校正用標準液を通水又は濁度標準板を用いて校正する。

なお、機種によって濁度校正用標準液又は濁度標準板で校正したにもかかわらず、水道水の測定値が別表第39又は別表第41で測定した値と一致しない場合は、別表第39又は別表第41で測定した値にスパンを合わせる。

## 4 測定操作

装置に検水を通して濁度を測定する。

### 備考

- 1 定期保守は、下記2の保守管理基準を満たすため、装置の取扱説明書に従い、定期的に洗浄、点検整備、濁度校正用標準液による校正等を行う。
- 2 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。保守管理基準が満たされていない場合は、上記備考1により、保守管理基準が満たされていることを確認する。

## 別表第41

### 積分球式光電光度法

ここで対象とする項目は、濁度である。

#### 1 試薬

##### (1) ポリスチレン系粒子懸濁液(1w/w%)

別表第38の1(1)の例による。

##### (2) ポリスチレン系粒子懸濁液

別表第38の1(2)の例による。

##### (3) 濁度標準液

別表第38の1(3)の例による。

この溶液は、濁度100度に相当する。

#### 2 装置

##### 積分球式濁度計

#### 3 試料の採取及び保存

別表第31の3の例による。

#### 4 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、下記5により作成した検量線から検水中の濁度を算定する。

#### 5 検量線の作成

濁度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、濁度と吸光度との関係を求める。

## 別表第 4 2

連続自動測定機器による積分球式光電光度法

ここで対象とする項目は、濁度である。

### 1 試薬

- (1) ポリスチレン系粒子懸濁液(1w/w%)

別表第 3 8 の 1 (1) の例による。

- (2) ポリスチレン系粒子懸濁液

別表第 3 8 の 1 (2) の例による。

- (3) 濁度標準液

別表第 3 8 の 1 (3) の例による。

- (4) 濁度校正用標準液

別表第 4 0 の 1 (4) の例による。

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。

- (5) 濁度ゼロ校正水

別表第 4 0 の 1 (5) の例による。

### 2 装置

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

### 3 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、濁度校正用標準液を通水して、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

濁度校正用標準液を通水又は濁度標準板を用いて校正する。

なお、機種によって濁度校正用標準液又は濁度標準板で校正したにもかかわらず、水道水の測定値が別表第 3 9 又は別表第 4 1 で測定した値と一致しない場合は、別表第 3 9 又は別表第 4 1 で測定した値にスパンを合わせる。

### 4 測定操作

装置に検水を通して濁度を測定する。

### 備考

- 1 定期保守は、下記 2 の保守管理基準を満たすため、装置の取扱説明書に従い、定期的に洗浄、点検整備、濁度校正用標準液による校正等を行う。
- 2 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、±0.1度以内とする。保守管理基準が満たされていない場合は、上記備考1により、保守管理基準が満たされていることを確認する。

#### 別表第43

##### 散乱光測定法

ここで対象とする項目は、濁度である。

#### 1 試薬

- (1) ポリスチレン系粒子懸濁液(1w/w%)

別表第38の1(1)の例による。

- (2) ポリスチレン系粒子懸濁液

別表第38の1(2)の例による。

- (3) 濁度標準液

別表第38の1(3)の例による。

- (4) 濁度校正用標準液

別表第40の1(4)の例による。

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。

- (5) 濁度ゼロ校正水

別表第40の1(5)の例による。

#### 2 装置

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

#### 3 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、濁度校正用標準液を通水して、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

濁度校正用標準液を通水又は濁度標準板を用いて校正する。

なお、機種によって濁度校正用標準液又は濁度標準板で校正したにもかかわらず、水道水の測定値が別表第39又は別表第41で測定した値と一致しない場合は、別表第39又は別表第41で測定した値にスパンを合わせる。

#### 4 測定操作

装置に検水を通して濁度を測定する。

#### 備考

- 1 定期保守は、下記2の保守管理基準を満たすため、装置の取扱説明書に従い、定期的に洗浄、点検整備、濁度校正用標準液による校正等を行う。
- 2 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。保守管理基準が満たされていない場合は、上記備考1により、保守管理基準が満たされていることを確認する。

#### 別表第44

##### 透過散乱法

ここで対象とする項目は、濁度である。

##### 1 試薬

- (1) ポリスチレン系粒子懸濁液(1w/w%)  
別表第38の1(1)の例による。
- (2) ポリスチレン系粒子懸濁液  
別表第38の1(2)の例による。
- (3) 濁度標準液  
別表第38の1(3)の例による。
- (4) 濁度校正用標準液  
別表第40の1(4)の例による。  
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。
- (5) 濁度ゼロ校正水  
別表第40の1(5)の例による。

##### 2 装置

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

##### 3 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、濁度校正用標準液を通水して、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  
濁度校正用標準液を通水又は濁度標準板を用いて校正する。  
なお、機種によって濁度校正用標準液又は濁度標準板で校正したにもかかわらず、水道水の測定値が別表第39又は別表第41で測定した値と一致しない場合は、別表第39又は別表第41で測定した値にスパンを合わせる。

#### 4 測定操作

装置に検水を通して濁度を測定する。

#### 備考

- 1 定期保守は、下記2の保守管理基準を満たすため、装置の取扱説明書に従い、定期的に洗浄、点検整備、濁度校正用標準液による校正等を行う。
- 2 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。保守管理基準が満たされていない場合は、上記備考1により、保守管理基準が満たされていることを確認する。

#### 別表第45

#### 滴定法

ここで対象とする項目は、有機物等（過マンガン酸カリウム消費量）である。

#### 1 試薬

(1) 過マンガン酸カリウム溶液 (0.5w/v%)

(2) 硫酸(1+2)

精製水200mlに硫酸100mlをかく拌しながら徐々に加え、水浴上で加温しながら過マンガン酸カリウム溶液 (0.5w/v%) を用いて微紅色が消えずに残るまで加えたもの

(3) シュウ酸ナトリウム溶液 (0.005mol/L)

シュウ酸ナトリウム0.670gを精製水に溶かして1Lとしたもの

この溶液は、褐色瓶に入れて暗所に保存し、調製後1か月以内に使用する。

(4) 過マンガン酸カリウム溶液 (0.002mol/L)

過マンガン酸カリウム0.316gを精製水に溶かして1Lとしたもの

この溶液は、褐色瓶に入れて暗所に保存する。

この溶液1mlは、過マンガン酸カリウム0.316mgを含む。

なお、次の操作により、過マンガン酸カリウム溶液 (0.002mol/L) のファクター(f)を求める。

精製水100mlを数個の沸騰石を入れた三角フラスコに採り、これに硫酸(1+2)5ml及び過マンガン酸カリウム溶液 (0.002mol/L) 5mlを加えて5分間煮沸した後、シュウ酸ナトリウム溶液 (0.005mol/L) 10ml加えて脱色し、直ちに過マンガン酸カリウム溶液 (0.002mol/L) を用いて微紅色が消えずに残るまで加える。

次に、これに硫酸(1+2)5ml及び過マンガン酸カリウム溶液 (0.002mol/L) 5mlを加えて5分間煮沸した後、シュウ酸ナトリウム溶液 (0.005mol/L) 10mlを加え、直ちに過マンガン酸カリウム溶液 (0.002mol/L) を用いて微紅色が消えずに残るまで滴定し、これに要した過マンガン酸カリウム溶液 (0.002mol/L) のml数 a から次式によりファクター(f)を算定する。

$$\text{ファクター}(f) = 10 / (a + 5)$$

## 2 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。

## 3 試験操作

検水100mlを数個の沸騰石を入れた三角フラスコに採り、硫酸(1+2)5mlと過マンガン酸カリウム溶液(0.002mol/L)10mlを加えて5分間煮沸した後、シュウ酸ナトリウム溶液(0.005mol/L)10mlを加えて脱色し、直ちに過マンガン酸カリウム溶液(0.002mol/L)を用いて微紅色が消えずに残るまで滴定し、前後に要した過マンガン酸カリウム溶液(0.002mol/L)のml数bから次式により検水中の過マンガン酸カリウム消費量(mg/L)を算定する。

$$\text{過マンガン酸カリウム消費量 (mg/L)} = (b \times f - 10) \times (1000/100) \times 0.316$$

この式において、fは過マンガン酸カリウム溶液(0.002mol/L)のファクターを表す。