

【別紙3】

水質検査方法案

目 次

	ページ
1. 一斉分析法	
一斉1 原子吸光光度法	109
一斉2 誘導結合プラズマ発光分光分析法	113
一斉3 誘導結合プラズマ質量分析法	115
一斉4 イオンクロマトグラフ法(陽イオン類)	118
一斉5 イオンクロマトグラフ法(陰イオン類)	120
一斉6 パージ・トラップーガスクロマトグラフー質量分析法	122
一斉7 ヘッドスペースーガスクロマトグラフー質量分析法	126
一斉8 溶媒抽出ーガスクロマトグラフー質量分析法	129
2. 個別分析法	
基01 一般細菌	132
基02 大腸菌	133
基05 水銀	135
基06 セレン	137
基08 ひ素	140
基09 シアン	143
基12 ほう素	148
基14 1,4-ジオキササン	149
基21 臭素酸	152
基26 総トリハロメタン	154
基30 ホルムアルデヒド	155
基33 塩化物イオン	159
基34 硬度(Ca, Mg等)	160
基39 陰イオン界面活性剤	162
基40 43 ジェオスミン及び2-メチルイソボルネオール	166
基41 非イオン界面活性剤	172
基42 フェノール類	174
基44 有機物質(TOC)	180
基45 味	181
基46 色度	182
基47 臭気	185
基48 蒸発残留物	186
基49 濁度	190
基50 pH値	191
— 残留塩素	193

検査方法一覧(水質基準項目及び残留塩素)

1. 微生物

番号	項目	基準値	水質検査方法
基01	一般細菌	100個/ml	標準寒天培地法
基02	大腸菌	不検出	特定酵素基質培地法

2. 無機物(金属等)

番号	項目	基準値 (mg/l)	水質検査方法							
			AAS	Hy-AAS	CV-AAS	ICP	Hy-ICP	ICP-MS	IC	滴定法
基03	カドミウム	0.01	一斉1			一斉2		一斉3		
基04	クロム(6価)	0.05	一斉1			一斉2		一斉3		
基05	水銀	0.0005			○					
基06	セレン	0.01	一斉1※1	○			○	一斉3		
基07	鉛	0.01	一斉1※1			一斉2		一斉3		
基08	ひ素	0.01	一斉1※1	○			○	一斉3		
基12	ほう素	1				一斉2		一斉3		
基31	亜鉛	1	一斉1			一斉2		一斉3		
基32	アルミニウム	0.2	一斉1※1			一斉2		一斉3		
基34	硬度(Ca,Mg等)	300	一斉1※2			一斉2			一斉4	○
基35	鉄	0.3	一斉1			一斉2				
基36	銅	1	一斉1			一斉2		一斉3		
基37	ナトリウム	200	一斉1			一斉2			一斉4	
基38	マンガン	0.05	一斉1			一斉2		一斉3		

3. 無機物(その他)

番号	項目	基準値 (mg/l)	水質検査方法			
			IC	IC-PC	滴定法	流路AS
基09	シアン(シアンイオン+塩化シアン)	0.01		○		暫定※3
基10	硝酸性窒素及び亜硝酸性窒素	10	一斉5			
基11	ふっ素	0.8	一斉5			
基21	臭素酸	0.01		○		
基33	塩化物イオン	200	一斉5		○	

4. 有機物

番号	項目	基準値 (mg/l)	水質検査方法				
			PT-GC-MS	HS-GC-MS	固相抽出 GC-MS	溶媒抽出 GC-MS	流路AS
基13	四塩化炭素	0.002	一斉6	一斉7			
基14	1,4-ジオキサン	0.05			○		
基15	1,1-ジクロロエチレン	0.02	一斉6	一斉7			
基16	シス-1,2-ジクロロエチレン	0.04	一斉6	一斉7			
基17	ジクロロメタン	0.02	一斉6	一斉7			
基18	テトラクロロエチレン	0.01	一斉6	一斉7			
基19	トリクロロエチレン	0.03	一斉6	一斉7			
基20	ベンゼン	0.01	一斉6	一斉7			
基22	クロロホルム	0.06	一斉6	一斉7			
基23	ジブロモクロロメタン	0.1	一斉6	一斉7			
基24	ブロモジクロロメタン	0.03	一斉6	一斉7			
基25	ブロモホルム	0.09	一斉6	一斉7			
基26	総トリハロメタン	0.1	○	○			
基27	クロロ酢酸	0.02				一斉8	
基28	ジクロロ酢酸	0.04				一斉8	
基29	トリクロロ酢酸	0.2				一斉8	
基30	ホルムアルデヒド	0.08				○	
基40	ジェオスミン	0.00001	○	○	○		
基42	フェノール類	0.005			○		暫定※3
基43	2-メチルイソボルネオール	0.00001	○	○	○		

5. その他

番号	項目	基準値 (mg/l)	水質検査方法
基39	陰イオン界面活性剤	0.2	固相抽出-HPLC、流路AS暫定※3
基41	非イオン界面活性剤	0.02	固相抽出-AS
基44	有機物質(TOC)	5	全有機炭素計測定法
基45	味	異常でない	官能法
基46	色度	5度	比色法、透過光測定法
基47	臭気	異常でない	官能法
基48	蒸発残留物	500	重量法
基49	濁度	2度	比濁法、透過光測定法、積分球式光電光度法、散乱光測定法、透過散乱法
基50	pH	5.8-8.6	ガラス電極法
—	残留塩素	—	比色法(DPD法)、電流法、吸光光度法、ポーラログラフ法

※1 フレームレス—原子吸光光度法のための測定。

※2 フレーム—原子吸光光度法のための測定。

※3 シアン、陰イオン界面活性剤及びフェノール類については、流路型吸光光度法を期間を限り暫定的に認める。

※4 ○印のついた部分は個別の測定方法である。

※5 使用した略号は次のとおり。

- AAS : 原子吸光光度法
- CV-AAS : 還元気化—原子吸光光度法
- Hy-AAS : 水素化物発生—原子吸光光度法
- ICP : 誘導結合プラズマ発光分光分析法
- Hy-ICP : 水素化物発生—誘導結合プラズマ発光分光分析法
- ICP-MS : 誘導結合プラズマ—質量分析法
- IC : イオンクロマトグラフ法
- IC-PC : イオンクロマトグラフ—ポストカラム吸光光度法
- AS : 吸光光度法
- PT-GC-MS : パーシットラップ—ガスクロマトグラフ—質量分析法
- HS-GC-MS : ヘッドスペース—ガスクロマトグラフ—質量分析法
- GC-MS : ガスクロマトグラフ—質量分析法
- HPLC : 高速液体クロマトグラフ法

一斉1 原子吸光光度法

ここでいう原子吸光光度法とは、フレイムレス-原子吸光光度法とフレイム-原子吸光光度法を対象とする。

フレイムレス-原子吸光光度法で対象とする項目は、カドミウム、六価クロム、セレン、鉛、ひ素、亜鉛、アルミニウム、鉄、銅、ナトリウム、マンガンである。

フレイム-原子吸光光度法で対象とする項目は、カドミウム、六価クロム、亜鉛、カルシウム、マグネシウム、鉄、銅、ナトリウム、マンガンである。

(一) 試薬

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

ここで使用する金属類の標準原液の調製方法を表1に示す。

これらの溶液1mlは、それぞれの金属を1mg含む。

これらの標準原液は、褐色瓶に入れて冷暗所に保存する。

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をビーカーに採り、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。
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。
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をビーカーに採り、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。
ひ素	三酸化ヒ素1.320gをビーカーに採り、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。
亜鉛	亜鉛1.000gをビーカーに採り、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をビーカーに採り、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+30)を加えて1Lとしたもの。
カルシウム	硝酸カルシウム(4水塩)5.893gをメスフラスコに採り、硝酸(1+160)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。

鉄	鉄1.000gをビーカーに採り、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をビーカーに採り、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	白金るつぼ中で500ないし550℃で40ないし50分間加熱し、デシケーター中で放冷した塩化ナトリウム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をビーカーに採り、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。

(6) 金属類標準液

ここで使用する金属類の標準液の調製方法を表2に示す。

この溶液は、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。
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。
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。
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。
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。
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。

(二) 器具及び装置

(1) フレームレス-原子吸光光度法

ア. フレームレス-原子吸光光度計及び中空陰極ランプ

イ. アルゴンガス

純度99.99v/v%以上のもの。

(2) フレーム-原子吸光光度法

ア. フレーム-原子吸光光度計及び中空陰極ランプ

バーナーの位置、角度及びガス流量は最適条件に設定する。

イ. アセチレンガス

(三) 試料の採取及び保存

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

(四) 試験操作

(1) 前処理

検水100ml(表3又は表4に示す濃度範囲を含む)又は適量をビーカーに採り、試料採取のときに加えた量を含めて硝酸が1mlとなるように加え、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

7. フレームレス—原子吸光光度法

(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、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、(五)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。

1. フレーム—原子吸光光度法

(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4に示すそれぞれの金属の測定波長で吸光度を測定し、(五)により作成した検量線から試験溶液中の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。

(五) 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と精製水とを加えて100mlとする。以下(四)の(2)の7.又は1.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。

表3 フレームレス-原子吸光光度法

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ないし0.01	228.8
セレン	0.001 ないし0.1	196.0
鉛	0.001 ないし0.1	283.3
ヒ素	0.001 ないし0.1	193.7
六価クロム	0.001 ないし0.1	357.9
亜鉛	0.001 ないし0.1	213.8
アルミニウム	0.001 ないし0.1	309.3
鉄	0.01 ないし1	248.3
銅	0.001 ないし0.1	324.7
ナトリウム	0.002 ないし0.2	589.0
マンガン	0.001 ないし0.1	279.5

表4 フレーム-原子吸光光度法

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ないし0.01	228.8
六価クロム *	0.005ないし0.05	357.9
亜鉛	0.02 ないし0.2	213.8
カルシウム	0.02 ないし0.2	422.7
マグネシウム	0.005ないし0.05	285.2
鉄 *	0.01 ないし0.1	248.3
銅	0.04 ないし0.4	324.7
ナトリウム	0.06 ないし0.6	589.0
マンガン *	0.005ないし0.05	279.5

* 10倍濃縮が必要

一斉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

ここで対象とする項目は、カドミウム、六価クロム、鉛、ほう素、亜鉛、アルミニウム、カルシウム、マグネシウム、鉄、銅、ナトリウム、マンガンである。

(一) 試薬

(1) 内部標準原液

酸化イットリウム(III) 0.318gをビーカーに採り、塩酸3mlを加えて加熱溶解し、冷後、メスフラスコに移し、精製水を加えて250mlとしたもの。

この溶液1mlは、イットリウム1mgを含む。

この溶液は、褐色瓶に入れて冷暗所に保存する。

(2) 内部標準液

内部標準原液を精製水で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+160)

(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

「一斉1 原子吸光光度法」の例による。

なお、ほう素の標準原液の調製方法は表5による。

これらの溶液各1mlは、対象金属を1mg含む。

これらの標準原液は、褐色瓶に入れて冷暗所に保存する。

表5 ほう素の標準原液(1mg/ml)の調製方法

金属類	調製方法
ほう素	ほう酸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。

(8) 金属類混合標準液

カドミウム、六価クロム、鉛、ほう素、亜鉛、アルミニウム、カルシウム、マグネシウム、鉄、銅、ナトリウム、マンガンのそれぞれの標準原液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100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。

(二) 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

純度99.99v/v%以上のもの。

(三) 試料の採取及び保存

「一斉1 原子吸光光度法」の例による。

(四) 試験操作

(1) 前処理

検水500ml(表6に示す濃度範囲を含む)又は適量をビーカーに採り、試料採取のときに加えた量を含めて硝酸が5mlとなるように加え、更に内部標準液5mlを加え、静かに加熱する。液量が50ml以下になったら加熱をやめ、冷後、精製水を加えて50mlとし、これを試験溶液とする。

ただし、濁りがある場合はろ過し、ろ液を試験溶液とする。

(2) 分析

(1)で得られた試験溶液を誘導結合プラズマ発光分光分析装置に導入し、表6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、(五)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。

(五) 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5mlと内部標準液5mlを加え、更に精製水を加えて50mlとする。以下(四)の(2)と同様に操作して、それぞれの金属の濃度と発光強度比との関係を求める。

表6 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ないし0.05	226.502、214.438
六価クロム	0.0008ないし0.08	267.716、206.149
鉛	0.001ないし0.1	220.353
ほう素	0.006ないし0.6	249.773、208.893
亜鉛	0.0006ないし0.06	202.546、213.856
アルミニウム	0.0004ないし0.04	396.152、309.271
カルシウム	0.04ないし4	422.673、396.847、393.366
マグネシウム	0.0006ないし0.06	279.553
鉄	0.001ないし0.1	259.940、238.204
銅	0.0006ないし0.06	324.754、224.700
ナトリウム	0.006ないし0.6	589.592
マンガン	0.0002ないし0.02	257.610
イットリウム※		371.029

※内部標準物質

一斉3 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、六価クロム、セレン、鉛、ひ素、ほう素、亜鉛、アルミニウム、銅、マンガンである。

(一) 試薬

(1) 内部標準原液

ここで使用する内部標準原液の調製方法を表7に示す。

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、褐色瓶に入れて冷暗所に保存する。

表7 内部標準原液の調製方法

内部標準物質	調製方法
スカンジウム	硝酸スカンジウム1.283g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。
イットリウム	酸化イットリウム(III)0.318gをビーカーに採り、塩酸3mlと少量の精製水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。
タリウム	硝酸タリウム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

スカンジウム、イットリウム、タリウムの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、それぞれの金属を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+160)

(5) 金属類標準原液

「一斉1 原子吸光光度法」の例による。

ただし、ほう素の標準原液は、「一斉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」の例による。

これらの標準原液1mlは、対象物質を1mg含む。

これらの標準原液は、褐色瓶に入れて冷暗所に保存する。

(6) 金属類混合標準液

カドミウム、六価クロム、セレン、鉛、ひ素、ほう素、亜鉛、アルミニウム、銅、マンガンのそれぞれの標準原液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100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。

(二) 器具及び装置

(1) 誘導結合プラズマ質量分析装置

(2) アルゴンガス

純度99.999v/v%以上のもの。

(三) 試料の採取及び保存

「一斉1 原子吸光光度法」の例による。

(四) 試験操作

(1) 前処理

検水100ml(表8に示す濃度範囲を含む)又は適量をビーカーに採り、試料採取のときに加えた量を含めて硝酸が1mlとなるように加え、更に混合内部標準液10mlを加え、静かに加熱する。液量が100ml以下になったら加熱をやめ、冷後、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。

(2) 分析

(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8に示すそれぞれの金属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、(五)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。

(五) 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(四)の(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。

表8 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ないし0.007	111、112、114
六価クロム	0.0002 ないし0.02	52、53
セレン	0.0004 ないし0.04	77、78、80、82
鉛	0.0002 ないし0.02	208
ヒ素	0.00006ないし0.006	75
ほう素	0.002 ないし0.2	11
亜鉛	0.0002 ないし0.02	64、66
アルミニウム	0.0004 ないし0.04	27
銅	0.0002 ないし0.02	63、65
マンガン	0.00008ないし0.008	55
スカンジウム※		45
イットリウム※		89
タリウム※		205

※内部標準物質