

5 水 銀

還元気化—原子吸光光度法

(一) 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 (10w/v%)

(3) 塩化第一スズ溶液

塩化第一スズ (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、窒素ガスを通気し、精製水を加えて100mlとしたもの。

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

塩化第二水銀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、褐色瓶に入れて冷暗所に保存する。

(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と精製水とを加えて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。

(二) 器具及び装置

(1) 還元フラスコ

還流冷却器付きの容量350mlの三角フラスコで、容量250mlの位置に刻線を付けたもの。

(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ないし300mmのガラス製又は塩化ビニル製の円筒で、両端に石英ガラス窓を装着したもの。

(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2ml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。

(四) 試験操作

(1) 前処理

検水200ml (又は水銀として0.00005ないし0.0005mg/Lを含むように検水に精製水を加えて200mlとしたもの)を還元フラスコに採り、硫酸10mlと硝酸5mlとを加えて混合

する。次に、過マンガン酸カリウム溶液20mlを加えて振り混ぜ、還流冷却器を装着した後、約95℃の水浴中に還元フラスコを浸して2時間加熱する。冷後、塩酸ヒドロキシルアミン溶液(10w/v%) 8mlを加えて振り混ぜ、更に精製水を加えて250mlとし、これを試験溶液とする。

(2) 分 析

(1)で得られた試験溶液に塩化第一スズ溶液10mlを加え、直ちに通気装置に連結して波長253.7nmで吸光度を測定し、(五)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。

(五) 検量線の作成

水銀標準液を段階的に還元フラスコに採り、それぞれに精製水を加えて200mlとする。以下(四)の(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。

6 セレン

第1 水素化物発生—原子吸光光度法

(一) 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

「一斉1 原子吸光光度法」の例による。

- (6) セレン標準液

「一斉1 原子吸光光度法」の例による。

この溶液1mlは、セレン0.001mgを含む。

(二) 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

純度99.99v/v%以上のもの。

- (4) 加熱吸収セル

(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 (セレンとして0.0001ないし0.01mg/Lを含む)又は適量をビーカーに採り、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)、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196.0 nm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セレンの濃度を求め、検水中のセレンの濃度を算定する。

(五) 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と精製水とを加えて20mlと

する。以下(四)の(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。

第2 フレームレス—原子吸光光度法

「一斉1 原子吸光光度法」の例による。

第3 水素化物発生—誘導結合プラズマ発光分光分析法

(一) 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

「第1 水素化物発生—原子吸光光度法」の例による。

(4) 硝酸(1+160)

(5) セレン標準原液

「一斉1 原子吸光光度法」の例による。

(6) セレン標準液

「一斉1 原子吸光光度法」の例による。

この溶液1mlは、セレン0.001mgを含む。

(二) 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

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

「第1 水素化物発生—原子吸光光度法」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)、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196.090nmで発光強度を測定し、(五)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。

(五) 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と精製水とを加えて20mlとする。以下(四)の(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。

第4 誘導結合プラズマ質量分析法

「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」の例による。
ただし、共存物質の影響があるので、確認が必要である。

8 ひ素

第1 水素化物発生－原子吸光光度法

(一) 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
「6 セレン(第1 水素化物発生－原子吸光光度法)」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) ひ素標準原液
「一斉1 原子吸光光度法」の例による。
- (8) ひ素標準液
「一斉1 原子吸光光度法」の例による。
この溶液1mlは、ひ素0.001mgを含む。

(二) 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ひ素中空陰極ランプ
- (3) アルゴンガス
純度99.99v/v%以上のもの。
- (4) 加熱吸収セル

(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(ひ素として0.0001ないし0.01mg/Lを含む)又は適量をビーカーに採り、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

「6 セレン(第1 水素化物発生－原子吸光光度法)」の例による。

この場合において、「セレン」とあるのは「ひ素」、「波長196.0nm」とあるのは「波長193.7nm」と読み替えるものとする。

(五) 検量線の作成

ひ素標準液を段階的にメスフラスコに採り、塩酸(1+1)4mlとヨウ化カリウム溶液2mlと

を加え、更に精製水を加えて20mlとする。以下(四)の(2)と同様に操作して、ひ素の濃度と吸光度との関係を求める。

第2 フレームレス—原子吸光光度法

「一斉1 原子吸光光度法」の例による。

第3 水素化物発生—誘導結合プラズマ発光分光分析法

(一) 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

「6 セレン(第1 水素化物発生—原子吸光光度法)」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) ひ素標準原液

「一斉1 原子吸光光度法」の例による。

- (8) ひ素標準液

「一斉1 原子吸光光度法」の例による。

この溶液1mlは、ひ素0.001mgを含む。

(二) 器具及び装置

「6 セレン(第3 水素化物発生—誘導結合プラズマ発光分光分析法)」の例による。

(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

「第1 水素化物発生—原子吸光光度法」の例による。

- (2) 分 析

「6 セレン(第3 水素化物発生—誘導結合プラズマ発光分光分析法)」の例による。

この場合において、「セレン」とあるのは「ひ素」、「波長196.090nm」とあるのは「波長189.042nm」と読み替えるものとする。

(五) 検量線の作成

ひ素標準液を段階的にメスフラスコに採り、塩酸(1+1)4mlと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(四)の(2)と同様に操作して、ひ素の濃度と発光強度との関係を求める。

第4 誘導結合プラズマ質量分析法

「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」の例による。
ただし、共存物質の影響があるので、確認が必要である。

9 シアン

ここでいうシアンとは、シアンイオンと塩化シアンの合計のことである。

イオンクロマトグラフーポストカラム吸光光度法

(一) 試薬

(1) 精製水

精製水を約0.2 μ mのメンブランフィルターでろ過したもので、クロマトグラムにおいて測定対象イオンの保持時間にピークを有しないこと。

(2) 酒石酸緩衝液 (1mol/L)

DL-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

対象物質が分離できるもの。

(6) 緩衝液 (pH7.5)

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を緩衝液 (pH7.5) 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0.02%)

次亜塩素酸ナトリウム溶液 (有効塩素5~6%) 20/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)

白金るつぼ中で500ないし550℃で40ないし50分間強熱し、デシケーター中で放冷した塩化ナトリウム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、褐色瓶に入れて暗所に保存する。

なお、以下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の濃度を測定する。

この溶液100mlをビーカーに採り、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の濃度 (mg/ml) を算定する。

$$\text{シアン (mg/ml)} = 5.204 \times b \times f / 100$$

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) シアン標準液

シアンとして10mgに相当するシア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と酒石酸ナトリウム緩衝液 (1mol/L) 10mlとを加え、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

あらかじめ酒石酸緩衝液 (1mol/L) 1mlと酒石酸ナトリウム緩衝液 (1mol/L) 1mlとを入れたメスフラスコに精製水約40mlを加え、次いで次亜塩素酸ナトリウム溶液 (有効塩素0.02%) 0.5mlを加え、更にシアン標準液50mlを加えた後、精製水を加えて100mlとしたもの。

この溶液1mlは、シアン0.0001mgを含む。

この溶液は、使用の都度調製する。

(二) 器具及び装置

(1) メンブランフィルターろ過装置

約0.2 μ 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

7. 試料導入部

容量50ないし250 μ lのもので、試料の一定量を注入できるもの。

イ. 分離カラム

内径4ないし8mm、長さ5ないし25cmのもので、多孔性のポリスチレン系基材に-SO₃Hをイオン交換基として2ないし4meq/g被覆したもの又はこれと同等の分離性能を有するもの。

ウ. 溶離液流量

毎分0.5ないし1.2mlの流量で流せるもの。

エ. 反応部

分離管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。その一例としては、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、塩素化液や発色液に侵されない材質のもの。

オ. 可視吸収検出器

波長638nm付近に設定したもの。

(三) 試料の採取及び保存

試料は、精製水で洗浄したガラス瓶又はポリエチレン瓶に採取し、試料98mlにつき酒石酸緩衝液(1mol/L)1mlと酒石酸ナトリウム緩衝液(1mol/L)1mlとを加えた後、速やかに試験する。

(四) 試験操作

(1) 前処理

検水(シアンイオンとして0.001ないし0.1mg/Lを含むように調製したもの)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

(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、(五)により作成した検量線から試験溶液中のシアンイオンと塩化シアンの濃度を求め、この濃度に(三)で加えたフタル酸塩緩衝液の量による補正を加え、検水中シアンイオンと塩化シアンの濃度を算定する。

塩化シアンの濃度をシアンに換算し、シアンイオンの濃度と合計してシアンとして

の濃度を算定する。

(五) 検量線の作成

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(四)の(2)と同様に操作して、シアン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(四)の(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。

なお、シアンの検査方法として、今後3年の間、「流路型吸光光度法」を使用してもよい。

流路型吸光光度法

(一) 試薬

- (1) アスコルビン酸ナトリウム
- (2) 酢酸 (1+9)
- (3) 水酸化ナトリウム溶液 (4w/v%)
- (4) 緩衝液

リン酸二水素カリウム3.0g、リン酸水素二ナトリウム(12水塩)15.0g及びクエン酸三ナトリウム(2水塩)3.0gを精製水に溶かして1Lとしたもの。

- (5) クロラミンT溶液

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)〕0.1gを精製水に溶かして100mlとしたもの。

- (6) 水酸化ナトリウム溶液 (5mol/L)
- (7) 4-ピリジンカルボン酸溶液

1-フェニル-3-メチル-5-ピラゾロン1.5gをジメチルホルムアミド20mlに溶かし、別に精製水約100mlに水酸化ナトリウム溶液(5mol/L)0.5ml及び4-ピリジンカルボン酸ナトリウム4.0gを溶かし、両液を合わせ、精製水を加えて200mlとしたもの。

- (8) *p*-ジメチルアミノベンジリデンローダニン溶液

「イオンクロマトグラフィーポストカラム吸光光度法」の例による。

- (9) 塩化ナトリウム溶液 (0.1mol/L)

「イオンクロマトグラフィーポストカラム吸光光度法」の例による。

- (10) 硝酸銀溶液 (5w/v%)

- (11) クロム酸カリウム溶液

「イオンクロマトグラフィーポストカラム吸光光度法」の例による。

- (12) 硝酸銀溶液 (0.1mol/L)

「イオンクロマトグラフィーポストカラム吸光光度法」の例による。

(13) シアン標準原液

「イオンクロマトグラフィーポストカラム吸光光度法」の例による。

(14) シアン標準液

「イオンクロマトグラフィーポストカラム吸光光度法」の例による。

この溶液1mlは、シアン0.0002mgを含む。

この溶液は、使用の都度調製する。

(15) その他

装置に必要な試薬を調製する。

(二) 器具及び装置

(1) 流路型分光光度測定装置

緩衝液、検水、クロラミンT溶液、4-ピリジンカルボン酸溶液を順次混合し、60℃で反応させた溶液を波長630nm付近の吸光度で測定できるもの。

(2) その他

装置に必要な器具等

(三) 試料の採取及び保存

試料は、精製水で洗浄したガラス瓶又はポリエチレン瓶に採取し、速やかに試験する。

なお、試料中に残留塩素を含む場合は、残留塩素1mgに対してアスコルビン酸ナトリウム5ないし10mgを加え、また試料のpH値が6ないし8の範囲にない場合には、酢酸(1+9)又は水酸化ナトリウム溶液(4w/v%)で調整し、速やかに試験する。

(四) 試験操作

検水(シアンイオンとして0.001ないし0.01mg/Lを含むように調製したもの)を装置に導入して吸光度を測定し、(五)により作成した検量線から検水中のシアンの濃度を算定する。

(五) 検量線の作成

シアン標準液を段階的にメスフラスコに採り、それぞれに精製水を加えて100mlとする。以下(四)と同様に操作して、シアンの濃度と吸光度との関係を求める。

1 2 ほう素

第1 誘導結合プラズマ発光分光分析法

「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。

第2 誘導結合プラズマ質量分析法

「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」の例による。

ただし、共存物質の影響があるので、確認が必要である。

1 4 1,4-ジオキサン

固相抽出ーガスクロマトグラフー質量分析法

(一) 試 薬

(1) 再精製水

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-d₈ 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-d₈ 1mgを含む。

この溶液は、褐色のアンフルに封入して保存する。

(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-d₈ 0.1mgを含む。

この溶液は、褐色のアンフルに封入して保存する。

(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、褐色のアンフルに封入して保存する。

(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。

(二) 器具及び装置

(1) 固相カラム

スチレンジビニルベンゼン共重合体固相カラム及び活性炭固相カラム又はこれと同等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

7. 試料導入部

スプリットレス方式のもので、その温度を200ないし250℃にしたもの。

1. 分離管

内径0.20ないし0.53mm、長さ60ないし75mの溶融シリカ製又はホウ硅酸ガラス製

のもので、内面に25%フェニル-75%ジメチルポリシロキサンを0.1ないし1 μ mの厚さで被膜したもの、又はこれと同等の分離性能を有するもの。

ウ. 分離管の温度

最適分離条件に設定できるもの。その一例としては、45℃ (1分間保持) → 10℃/分 → 200℃ (5分間保持)。

エ. 検出器

選択イオン測定 (SIM) 又はマスクロマトグラフ法が行えるもの。

オ. セパレーター温度

機器の最適条件に設定する。

カ. イオン化電圧

電子衝撃イオン化電圧 (EI) を70Vにしたもの。

キ. イオン源温度

機器の最適条件に設定する。

ク. キャリヤーガス

純度99.999v/v%以上のヘリウムガス。

(三) 試料の採取及び保存

試料は、精製水及びアセトンで洗浄した後、120℃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。

(四) 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、再精製水10mlを順次加圧注入する。次に、内部標準液5 μ lを加えた検水200ml (又は1,4-ジオキサンとして0.0005ないし0.05mg/Lを含むように検水に再精製水を加えて200mlとしたもの)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再精製水10mlを流した後、窒素ガスを20分間以上吹き付ける。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、試験管に受ける。試験管の溶出液に窒素ガスを緩やかに吹き付けて正確に1mlまで濃縮し、これを試験溶液とする。

(2) 分析

(1)で得られた試験溶液の一定量を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-d₈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、(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、(五)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

再精製水200mlを採り、以下(1)及び(2)と同様に操作してピーク高さ又はピーク面

積の比を求める。

(五) 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(四)の(2)と同様に操作して、1,4-ジオキサンと1,4-ジオキサン-d₈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。