

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	
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。

これらの溶液は、褐色瓶に入れて冷暗所に保存する。

表1 内部標準原液の調製方法

内部標準	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

「フレイムレス原子吸光光度法」の例による。

ただし、ほう素の標準原液は以下の表1のとおり作成する。

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。

表1 ほう素標準原液(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。

(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

「フレームレス原子吸光光度法」の例による。

(四) 試験操作

(1) 前処理

検水 100ml(表 2 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 1 ml 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 2 に示すそれぞれの金属質量数及び内部標準の質量数のイオン強度を測定し、内部標準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

一斉4 イオンクロマトグラフ（陽イオン類）による一斉分析法

ここで対象とする項目は、ナトリウム、カルシウム、マグネシウムである。

(一) 試薬

(1) 精製水

精製水を約 $0.2\mu\text{m}$ のメンブランフィルターでろ過したもの。

(2) 溶離液

対象物質が分離できるもの。その一例としては、サプレッサ型では、塩酸とジアミノプロピオン酸を混合し、それぞれ 0.005 ないし 0.05mol/L 、 0.0005 ないし 0.005mol/L になるように調製したもの。ノンサプレッサ型では、クエン酸とピリジンカルボン酸を混合し、それぞれ 0.005 ないし 0.01mol/L 、 0.0005 ないし 0.002mol/L になるように調製したもの。

(3) 除去液

水酸化バリウム溶液 (0.04 ないし 0.1mol/L) を使用する。

(4) ナトリウム標準原液

500 ないし 600°C で 45 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。

この溶液 1ml は、ナトリウム 1mg を含む。

この溶液は、冷暗所に保存する。

(5) カルシウム標準原液

110°C で 45 ないし 50 分間加熱し、デシケーター中で放冷した炭酸カルシウム 2.497g を精製水に溶かして 1L としたもの。

この溶液 1ml は、カルシウム 1mg を含む。

この溶液は、冷暗所に保存する。

(6) マグネシウム標準原液

硝酸マグネシウム (6水塩) 10.550g を硝酸 ($1+160$) に溶かして 1L としたもの。

この溶液 1ml は、マグネシウム 1mg を含む。

この溶液は、冷暗所に保存する。

(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 、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、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。

(二) 器具及び装置

(1) メンブランフィルターろ過装置

約 $0.2\mu\text{m}$ のメンブランフィルターを備えたもの。

(2) シリンジ

容量 1 ないし 2ml のもの。

(3) イオンクロマトグラフ

a) 試料導入部

ループインジェクト方式で、サンプルループ容量50ないし200 μ lのもの。

b) 分離カラム

サプレッサ型は、内径2ないし4.6mm，長さ10ないし25cmで，ポリマー材に陽イオン交換体を表面修飾したもの又はこれと同等の分離性能を有するもの。

ノンサプレッサ型は、内径4ないし4.6mm，長さ5ないし25cmで，シリカ材あるいはポリマー基材に陽イオン交換体を表面修飾したもの又はこれと同等の分離性能を有するもの。

c) 溶離液流量

毎分0.5ないし2mlの流量で流せるもの。

d) 除去液流量

毎分0.5ないし5mlの流量で流せるもので，サプレッサ型に使用する。

e) 検出器

恒温槽内に設置された又は温度補償機能付である電気伝導度検出器。

(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。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。

(四) 試験操作

(1) 前処理

検水(又はナトリウムとして0.1ないし50mg/L，カルシウムとして0.1ないし50mg/L，マグネシウムとして0.1ないし50mg/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をシリンジを用いて，サンプルループの数倍の容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，(五)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。

(五) 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(四)の(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。

一斉5 イオンクロマトグラフ（陰イオン類）による一斉分析法

ここで対象とする項目は、硝酸性窒素及び亜硝酸性窒素、フッ素、塩素イオンである。

(一) 試薬

(1) 溶離液

対象物質が分離できるもの。その一例としては、サプレッサー型では、炭酸水素ナトリウム溶液(0.008mol/L)と炭酸ナトリウム溶液(0.008mol/L)とを等容に混合したものの。ノンサプレッサー型では、フタル酸溶液(0.005mol/L)とトリス(ヒドロキシメチル)アミノメタン溶液(0.005mol/L)とを等容に混合したものの。

(2) 除去液

硫酸(0.01ないし0.025mol/L)で、サプレッサー型に使用する。

(3) 硝酸性窒素標準原液

105ないし110℃で4時間乾燥させ、デシケーター中で放冷した硝酸ナトリウム6.066gを精製水に溶かして1Lとしたもの。

この溶液1mlは、硝酸性窒素1mgを含む。

この溶液は、クロロホルム1mlを加え、褐色瓶に入れて冷暗所に保存する。

(4) 亜硝酸性窒素標準原液

デシケーター中で18ないし25時間乾燥させた亜硝酸ナトリウム4.926gを精製水に溶かして1Lとしたもの。

この溶液1mlは、亜硝酸性窒素1mgを含む。

この溶液は、クロロホルム1mlを加え、褐色瓶に入れて冷暗所に保存する。

(5) フッ素標準原液

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。

(6) 塩素イオン標準原液

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1.649gを精製水に溶かして1Lとしたもの。

この溶液1mlは、塩素イオン1mgを含む。

この溶液は、褐色瓶に入れて冷暗所に保存する。

(7) 陰イオン混合標準液

硝酸性窒素標準原液2ml、亜硝酸性窒素標準原液1ml、フッ素標準原液5ml、塩素イオン標準原液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、硝酸性窒素 0.002mg, 亜硝酸性窒素 0.001mg, フッ素 0.005mg, 塩素イオン 0.02mg 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

0.45 μ m のメンブランフィルターを備えたもの。

(2) シリンジ

容量 1 ないし 2ml のもの。

(3) イオンクロマトグラフ

7. 試料導入部

容量 50 ないし 200 μ l のもので、試料の一定量を注入できるもの。

4. 分離管

サプレッサー型は、内径 4 ないし 4.6mm, 長さ 100 ないし 250mm で、陰イオン交換体を被覆したスチレンジビニル重合体を充填したもの又はこれと同等の分離性能を有するもの。

ノンサプレッサー型は、内径 4 ないし 4.6mm, 長さ 50 ないし 250mm で、陰イオン交換体を被覆した表面多孔性のポリアクリレートあるいはシリカを充填したもの又はこれと同等の分離性能を有するもの。

9. 溶離液流速

毎分 1 ないし 2ml にしたもの。

1. 除去液流速

毎分 1 ないし 2ml にしたもので、サプレッサー型に使用する。

2. 検出器

電気伝導度検出器

(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。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。

(四) 試験操作

(1) 前処理

検水(又は硝酸性窒素として 0.02 ないし 2mg/L, 亜硝酸性窒素として 0.01 ないし 1mg/L, フッ素として 0.05 ないし 5mg/L, 塩素イオンとして 0.2 ないし 20mg/L を含むように調製したものを)をメンブランフィルターろ過装置でろ過し、初めのろ液約 10ml は捨て、次のろ液を試験溶液とする。

(2) 分析

(1)で得られた試験溶液の一定量をシリンジを用いて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、(五)により作成した検量線が

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。

(五) 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(四)の(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。

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、1,1-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、ジプロモクロロメタン、プロモジクロロメタン、プロモホルムである。

(一) 試薬

(1) 再精製水

測定対象成分を含まないもの。

(2) 塩酸(1+10)

(3) 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のそれぞれ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。

この溶液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含む。

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

(4) 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。2種類の内部標準物質を使用する場合には、2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-ブロモフルオロベンゼンをA液では0.125mg、B液では0.0125mg含む。

この溶液は、使用の都度調製する。

(5) 揮発性有機化合物標準原液

四塩化炭素、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、ジプロモクロロメタン、プロモジクロロメタン、プロモホルムのそれぞれ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、1,1-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、ジプロモクロロメタン、プロモジクロロメタン、プロモホルムをそれぞれ

れ 50mg 含む。

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

(6) 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 としたものを。

この溶液 1ml は、それぞれの揮発性有機化合物を 0.5mg 含む。

この溶液は、使用の都度調製する。

(二) 器具及び装置

(1) ねじ口瓶

容量 40 ないし 100ml 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) アンプル

容量 1 ないし 2ml のもの。

(3) ガスタイトシリンジ

容量 5 ないし 25ml のルアーロック型シリンジで、2 方バルブ付きのもの。

このシリンジは、メチルアルコールで 3 回以上、再精製水で 3 回以上洗浄する。

(4) マイクロシリンジ

容量 1 ないし 10 μ l のもの。

(5) パージ・トラップ装置

ア. パージ容器

ガラス製で、5 ないし 25ml の再精製水及び検水を処理できるもの。

イ. 恒温槽

40℃に保持できるもの。

ウ. トラップ管

内径 2mm 以上、長さ 5 ないし 30cm の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、活性炭を 3 層に充填したもの又はこれと同等の吸着性能を有するもの。

エ. 脱着装置

トラップ管を 180 ないし 200℃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 ないし 0.53mm の熔融シリカ管で、-50 ないし -120℃程度に冷却でき、かつ 200℃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。

(6) ガスクロマトグラフ-質量分析計

ア. 分離管

内径 0.20 ないし 0.53mm、長さ約 60m の熔融シリカ製のキャピラリーカラムで、

内面に75%ジメチルポリシロキサンを1 μ mの厚さに被覆したもの又はこれと同等の分離性能を有するもの。

イ.分離管の温度

対象物質の最適分離条件に設定できるもの。その一例としては、40℃(1分間保持)
→230℃(3℃/分)。

ウ.検出器

選択イオン測定(S I M)又はこれと同等の性能を有するもの。

エ.イオン化電圧

電子衝撃イオン化電圧(E I)を70Vにしたもの。

オ.キャリアーガス

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、再精製水で洗浄したねじ口瓶に泡立てないように採取し、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ないし0.02gを加える

(四) 試験操作

検水(又はそれぞれの揮発性有機化合物として0.0001ないし0.01mg/Lを含むように調製したものを)をガスタイトシリンジに採り、内部標準液B2 μ lをマイクロシリンジを用いて注入し、これをパージ容器に入れ、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、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、(五)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。

(五) 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A1mlを加え、更にメチルアルコールを加えて10mlとする。再精製水をガスタイトシリンジに採り、これに段階的に調製した溶液2 μ lをマイクロシリンジを用いて注入し、以下(四)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。

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
1,1-ジクロロエチレン	61、96、98
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、77
4-ブロモフルオロベンゼン※	95、174、176

※内部標準物質

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、1,1-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ロロメタン、プロモジクロロメタン、プロモホルムである。

(一) 試薬

(1) 再精製水

「パージ・トラップーガスクロマトグラフー質量分析計による一斉分析法」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。使用する前に、塩化ナトリウムを 500℃で 2 時間焼成し、冷却後、汚染のない場所に密栓して保存する。

(4) 内部標準原液

「パージ・トラップーガスクロマトグラフー質量分析計による一斉分析法」の例による。

(5) 内部標準液

「パージ・トラップーガスクロマトグラフー質量分析計による一斉分析法」の例による。

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

(6) 揮発性有機化合物標準原液

「パージ・トラップーガスクロマトグラフー質量分析計による一斉分析法」の例による。

(7) 揮発性有機化合物混合標準液

「パージ・トラップーガスクロマトグラフー質量分析計による一斉分析法」の例による。

この溶液 1ml は、それぞれの揮発性有機化合物を 0.5mg 含む。

(二) 器具及び装置

(1) ねじ口瓶

「パージ・トラップーガスクロマトグラフー質量分析計による一斉分析法」の例による。

(2) アンプル

「パージ・トラップーガスクロマトグラフー質量分析計による一斉分析法」の例に

よる。

(3) バイアル

容量 10 ないし 100ml のもの。

(4) セブタム

(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 ないし 70℃に保持できるもの。

(9) マイクロシリンジ

「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」の例による。

(10) ガスタイトシリンジ

容量 0.05 ないし 1ml のもの。

(11) ガスクロマトグラフー質量分析計

ア.試料導入部

スプリット方式で、最適温度が設定できるもの。

イ.分離管

「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」の例による。

ウ.分離管の温度

「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」の例による。

エ.検出器

「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」の例による。

オ.イオン化電圧

「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」の例による。

カ.キャリアーガス

「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」の例による。

(三) 試料の採取及び保存

「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」の例による。

(四) 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(又はそれぞれの揮発性有機化合物として 0.0001ないし 0.01mg/L を含むように調製したものを)バイアルに検水の採取量とバイアル容量の比が 0.70 ないし 0.85 になるように採り、内部標準液 B を検水 10ml に対して 2 μ l の割合でマイクロシリンジを用いて注入する。直ちにポリテトラフルオロエチレンシート、セプタム、アルミキャップをのせ、アルミキャップ締め器で固定する。次いで、バイアルを振り混ぜた後、恒温槽で 30 分以上静置し、これを試験溶液とする。

(2) 分 析

(1)で得られた試験溶液の気相をセプタムを通してガスタイトシリンジを用いてその一定量を採り、直ちにガスクロマトグラフ-質量分析計に注入し、「パージ・トラップ-ガスクロマトグラフ-質量分析計による一斉分析法」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、(五)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。

(五) 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 1ml を加え、更にメチルアルコールを加えて 10ml とする。再精製水を(四)の(1)と同様に採り、これに再精製水 10ml に対して段階的に調製した溶液 2 μ l をマイクロシリンジを用いて注入する。以下(四)の(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。

一斉8 溶媒抽出ーガスクロマトグラフー質量分析計による一斉分析法

ここで対象とする項目は、クロロ酢酸、ジクロロ酢酸及びトリクロロ酢酸である。

(一) 試薬

(1) 硫酸 (1+1)

(2) 塩化ナトリウム

塩化ナトリウムを300℃で2時間強熱したもの。

(3) 水酸化ナトリウム溶液 (20w/v%)

(4) 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0.2gに精製水0.5mlと水酸化ナトリウム溶液 (20w/v%) 0.6mlとを加え、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 (MTBE) 3mlに黄色を呈するまで捕集し、このMTBE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。

(5) 内部標準原液

1, 2, 3-トリクロロプロパン0.100gをMTBE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10mlずつをねじロバイアルに入れて冷凍保存する。

(6) 内部標準液

内部標準原液をMTBE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。

(7) 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、トリクロロ酢酸の各0.100gをそれぞれMTBEに溶かし100mlとしたもの。

これらの溶液1mlは、対象物質を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。

(8) 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標準原液を1mlずつメスフラスコに採り、MTBE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、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。

(二) 器具及び装置

(1) ねじ口瓶

「パージ・トラップーガスクロマトグラフー質量分析計による一斉分析法」の例による。

(2) ねじ口バイアル

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) 分液ロート

容量100mlのもの。

(4) ジアゾメタン生成装置

(5) 共栓付き試験管

容量10mlのもの。

(6) マイクロシリンジ

「パージ・トラップーガスクロマトグラフー質量分析計による一斉分析法」の例による。

(7) ガスクロマトグラフー質量分析計

ア. 試料導入部

試料導入方式に応じて最適温度が設定できるもの。

イ. 分離管

内径0.25ないし0.53mm、長さ25ないし30mの溶融シリカ製のキャピラリーカラムで、内面にジメチルポリシロキサンの液相を0.10ないし0.25 μ mの厚さで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. 分離管の温度

対象物質の最適分離条件に設定できるもの。その一例としては、50 $^{\circ}$ C (12分間保持) \rightarrow 150 $^{\circ}$ C (10 $^{\circ}$ C/分、2分間保持)。

エ. 検出器

「パージ・トラップーガスクロマトグラフー質量分析計による一斉分析法」の例による。

オ. イオン化電圧

「パージ・トラップーガスクロマトグラフー質量分析計による一斉分析法」の例による。

カ. キャリヤーガス

「パージ・トラップーガスクロマトグラフー質量分析計による一斉分析法」の例による。

(三) 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0.01ないし0.02gを加える。

(四) 試験操作

(1) 前処理

検水50ml (又は対象物質を0.001ないし0.1mg/Lを含むよう検水を調整したもの) を分液ロートに採り、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MTBE4mlを加えて2分間振り混ぜ、静置後、MTBE層を分取する。次に、無水硫酸ナトリウムを加え、このMTBE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ないし60分間静置し、更に内部標準液20 μ lを加え、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マイクロシリンジを用いて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1,2,3-トリクロロプロパ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、(五)により作成した検量線から検水中のそれぞれの対象物質の濃度を算定する。

(五) 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、それぞれに再精製水を加えて50mlとする。以下(四)の(1)及び(2)と同様に操作して、対象物質と内部標準物質とのフラグメントイオンのピーク高さ又はピーク面積の比を求め、対象物質の濃度との関係を求める。

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)
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

※内部標準物質

1 一般細菌

標準寒天培地法

(一) 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 6.8 ないし 7.2 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。

(二) 器具及び装置

(1) 採水瓶

容量 100ml の共栓付きガラス瓶を乾熱滅菌したもの。

なお, 残留塩素を含む試料を採取する場合には, あらかじめ試料 100ml につきチオ硫酸ナトリウムの粉末 0.02 ないし 0.05g を入れ, 高圧蒸気滅菌したものを使用する。

(2) メスピペット

容量 1 ないし 2ml のもので, 乾熱滅菌したもの。

(3) ペトリ皿

直径約 9cm, 高さ約 1.5cm のガラス製で, 乾熱滅菌したもの又はプラスチック製で, エチレンオキサイドガスで滅菌したもの。

(4) 恒温器

温度を 35 ないし 37℃ に保持できるもの。

(三) 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。

(四) 試験操作

検水をメスピペットにより 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 ないし 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 ないし 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。