

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 μ 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。

(3) 除去液

サプ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

500ないし600 $^{\circ}$ 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

「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。

(6) マグネシウム標準原液

「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。

(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 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。

4. 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。

ウ. 溶離液流量

毎分0.5ないし2mlの流量で流せるもの。

エ. 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。

オ. 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。

(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、(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、ふっ素、塩化物イオンである。

(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。

(2) 溶離液

対象物質が分離できるもの。

(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6.068g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。

(5) 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。

(6) ふっ素標準原液

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、ふっ素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

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、塩化物イオン1mgを含む。

この溶液は、褐色瓶に入れて冷暗所に保存する。

(8) 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、ふっ素標準原液5ml、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、硝酸性窒素0.002mg、亜硝酸性窒素0.001mg、ふっ素0.005mg、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。

(二) 器具及び装置

(1) メンブランフィルターろ過装置

0. 20 μm 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 μl のもので、試料の一定量を注入できるもの。

1. 分離カラム

サプレッサ型は、内径4ないし4.6mm、長さ10ないし25cm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。

ノンサプレッサ型は、内径4ないし4.6mm、長さ5ないし25cm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。

ウ. 溶離液流量

毎分0.5ないし2mlの流量で流せるもの。

1. 除去液流量

毎分0.5ないし2mlの流量で流せるもので、サプレッサ型に使用する。

オ. 検出器

電気伝導度検出器又は紫外外部吸収検出器

(三) 試料の採取及び保存

「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」の例による。

ただし、ふっ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、ふっ素として0.05ないし5mg/L、塩化物イオンとして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。

(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、ジブromokロロメタン、ブromोजクロロメタン、ブromオホルムである。

(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) 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romof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等で冷却しながら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。

(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。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romof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。

(6) 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、ジブromokロロメタン、ブromोजクロロメタン、ブromオホルムのそれぞれ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、ジブromokロロメタン、ブromोजクロロメタン、ブromオホルムをそれ

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ないし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、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) アンフル

容量1ないし2mlのもの。

(3) マイクロシリンジ

容量1ないし10 μ lのもの。

(4) 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。

(5) 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、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) をパージ容器に採り、内部標準液 B を検水 5ml 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し、恒温槽に入れて加温する。次いで、パージ・トラップ装置及びガスクロマトグラフ質量分析計を操作し、表 9 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 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9 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、ブromोजクロロメタン、ブromohホルムである。

(一) 試薬

(1) 再精製水

「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」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) メチルアルコール

「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」の例による。

(5) 内部標準原液

「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」の例による。

(6) 内部標準液

「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」の例による。

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含む。

(7) 揮発性有機化合物標準原液

「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」の例による。

(8) 揮発性有機化合物混合標準液

「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」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

「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」の例による。

(2) アンプル

「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」の例による。

(3) バイアル

容量10ないし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ないし70℃に保持できるもの。

(9) マイクロシリンジ

「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」の例による。

(10) ガスクロマトグラフー質量分析計

7. 試料導入部

最適温度が設定できるもの。

イ. 分離管

「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」の例による。

ウ. 分離管の温度

「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」の例による。

エ. 検出器

「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」の例による。

オ. イオン化電圧

「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」の例による。

カ. キャリアーガス

「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」の例による。

(三) 試料の採取及び保存

「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」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分間以上静置し、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の一定量を、セプタムを通してガスクロマトグラフー質量分析計に注入し、「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」の表9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) *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0.2g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10mlずつを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。

(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、トリクロロ酢酸の各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、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標準原液を1mlずつ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、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

「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」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

「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」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の熔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0.30 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

「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」の例による。

オ. イオン化電圧

「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」の例による。

カ. キャリアーガス

「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」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tert-ブチル-メチルエーテル4mlを加えて2分間振り混ぜ、静置後、tert-ブチル-メチルエーテル層を分取する。次に、無水硫酸ナトリウムを加え、このtert-ブチル-メチルエーテル溶液2mlを共栓付き試験管に採り、これにジアゾメタン溶液0.2mlを加えて30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10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、(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10 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6.9ないし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。

(二) 器具及び装置

(1) 採水瓶

容量120ml以上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、又はプラスチック製でエチレンオキサイドガスあるいはガンマー線で滅菌したもの。

(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あるいはガンマー線で滅菌したもの。

(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。

2 大腸菌

特定酵素基質培地法

(一) 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、ヘペス(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、ヘペスナトリウム塩(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- β -D-ガラクトピラノシド500mg、4-メチルウンベリフェリル- β -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- β -D-ガラクトピラノシド100mg、4-メチルウンベリフェリル- β -D-グルクロニド50mg、イソプロピル-1-チオ- β -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ないし6.3となるように調整する。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) XGal-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- β -D-グルクロニド50mg、5-ブロモ-4-クロロ-3-インドリル- β -D-ガラクトピラノシド80mg及びイソプロピル-1-チオ- β -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XGal-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- β -D-グルクロニド100mg、5-ブロモ-4-クロロ-3-インドリル- β -D-ガラクトピラノシド100mg及びイソプロピル-1-チオ- β -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。

(二) 器具及び装置

(1) 採水瓶

「1 一般細菌(標準寒天培地法)」の例による。

(2) 試験容器

容量100mlの密封できるもので、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、ヘペス(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、ヘペスナトリウム塩(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、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) XGal-MUG培地用比色液

アミドブラック10B 0.25mg、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、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XGal-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、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

「1 一般細菌(標準寒天培地法)」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。

(三) 試料の採取及び保存

「1 一般細菌(標準寒天培地法)」の例による。

(四) 試験操作

検水100mlを(一)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あるいは混合させた後、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。