

2 1 臭素酸

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 $0.2\mu\text{m}$ 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。

(3) 硫酸 (1mol/L)

(4) 臭化カリウムー硫酸溶液

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を精製水を加えて1Lとしたもの。

(6) 臭素酸標準原液

105ないし110℃で乾燥し、デシケーター中で放冷した臭素酸カリウム2.63g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) 臭素酸イオン標準液

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、冷暗所に保存する。

(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) 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

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陰イオン交換体を表面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1mlの流量で流せるもの。

1. 反応部

分離管で分離された液と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。その一例としては、臭化カリウム-硫酸溶液を毎分0.4mlの流量で注入して40℃で反応させた後、亜硝酸ナトリウム溶液を毎分0.2mlの流量で注入して40℃で反応させることができるもの。

h. 検出器

紫外外部吸収検出器で、波長268nm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、速やかに試験する。

(四) 試験操作

(1) 前処理

検水(臭素酸として0.001ないし0.02mg/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を捨て、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、臭素酸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臭素酸の濃度を求め、検水中の臭素酸の濃度を算定する。

(五) 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(四)の(2)と同様に操作して、臭素酸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。

26 総トリハロメタン

総トリハロメタンは、クロロホルム、ジブロモクロロメタン、プロモジクロロメタン及びプロモホルムのそれぞれの濃度の総和であり、それぞれの項目に掲げる方法により検査を行うこととする。

30 ホルムアルデヒド

溶媒抽出－誘導体化－ガスクロマトグラフ－質量分析法

(一) 試薬

(1) 再精製水

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)

120ないし140℃で1.5ないし2時間乾燥させ、デシケーター中で放冷したヨウ素酸カリウム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と炭酸ナトリウム (無水) 0.2gと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、以下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と硫酸 (1+5) 5mlと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でんぷん溶液1ないし2ml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を再精製水に溶かして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

「一斉8 溶媒抽出－ガスクロマトグラフ－質量分析計による一斉分析法」の例による。

(10) ヨウ素溶液

ヨウ素約13gをビーカーに採り、ヨウ化カリウム20gと精製水20mlと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10000倍に薄めたもの。

この溶液1mlは、1-クロロデカン0.0001mg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、その含有するホルムアルデヒドの濃度を測定する。

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と水酸化カリウム溶液(6w/v%)20mlとを加え、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でんぷん溶液1ないし2ml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。

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

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。

(二) 器具及び装置

(1) ねじロバイアル

「一斉8 溶媒抽出-ガスクロマトグラフィー質量分析計による一斉分析法」の例によ

る。

- (2) 共栓付き比色管
容量50mlのもの。

- (3) 分液ロート

「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」の例による。

- (4) ガスクロマトグラフー質量分析計

7. 試料導入部

「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」の例による。

イ. 分離管

「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」の例による。

ウ. 分離管の温度

ホルムアルデヒドの最適分離条件に設定できるもの。その一例としては、100℃ (1分間保持) → 200℃ (15℃/分、10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%)を加える。

(四) 試験操作

(1) 前処理

検水50ml(又はホルムアルデヒドとして0.001ないし0.1mg/Lを含むように検水に再精製水を加えて50mlとしたもの)を共栓付き比色管に採り、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と塩化ナトリウム20gとを加えて混合する。次に、分液ロートに移し、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た後、分取した一定量に内部標準液50 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ガスクロマトグラフ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-クロロデカンの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、(五)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。

(五) 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、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。

3 3 塩化物イオン

第1 イオンクロマトグラフ法

「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」の例による。

第2 滴定法

(一) 試薬

(1) 硝酸銀溶液(5w/v%)

(2) 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。

(3) 塩化ナトリウム溶液(0.01mol/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、以下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を正確に加え、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。

$$\text{ファクター}(f) = 20/a$$

(二) 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。

(三) 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を正確に加え、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。

3 4 硬度（カルシウム、マグネシウム等）

第1 滴定法

(一) 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)

白金るつぼ中で700℃以上で1時間強熱し、デシケーター中で放冷した酸化マグネシウム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) EBT溶液

エリオクロムブラックT0.5g及び塩酸ヒドロキシルアミン4.5gと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) EDTA溶液 (0.01mol/L)

80℃で5時間乾燥し、デシケーター中で放冷した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、褐色瓶に入れて暗所に保存する。

(二) 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。

(三) 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EBT溶液数滴を指示薬として加え、EDTA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EDTA溶液 (0.01mol/L) のml数 a から、次式により検水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。

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

第2 イオンクロマトグラフ法

「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、カルシウムとマグネシウムのそれぞれの濃度を次式により算定し、合計したものを硬度とする。

硬度(炭酸カルシウム mg/L)

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

第3 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。

ただし、カルシウムとマグネシウムのそれぞれの濃度を次式により算定し、合計したものを硬度とする。

硬度(炭酸カルシウム mg/L)

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

第4 フレーン-原子吸光光度法

「一斉1 原子吸光光度法」の例による。

ただし、カルシウムとマグネシウムのそれぞれの濃度を次式により算定し、合計したものを硬度とする。

硬度(炭酸カルシウム mg/L)

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

39 陰イオン界面活性剤

固相抽出—高速液体クロマトグラフ法

(一) 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、テトラデシルベンゼンスルホン酸ナトリウムのそれぞれ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、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。

(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、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0.1mg含む。

この溶液は、冷暗所に保存し、調製後1か月以内に使用する。

(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又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ないし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3ないし5 μ mのシリカゲル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。

イ. 移動相

アセトニトリルと水を体積比で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. 移動相流量

毎分0.5ないし1.5mlの流量で流せるもの。

I. 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。

(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、冷暗所に保存する。

(四) 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を順次加圧注入する。次に、検水1L（又はそれぞれの陰イオン界面活性剤として0.02ないし0.5mg/Lを含むように検水に精製水を加えて1Lとしたもの）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2ml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。

(五) 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(四)の(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高さ又はピーク面積との関係を求める。

なお、陰イオン界面活性剤の検査方法として、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) 亜硫酸水素ナトリウム溶液 (0.1w/v%)

(2) 水酸化ナトリウム溶液 (5mol/L)

(3) 緩衝液

四ほう酸ナトリウム (10水塩) 10gを精製水約900mlに溶かし、水酸化ナトリウム溶液 (5mol/L) 10mlを加えた後、精製水を加えて1Lとしたもの。

(4) メチレンブルー溶液 (0.025w/v%)

メチレンブルー(3水塩)0.05gを精製水200mlに溶かしたものを。

(5) 緩衝液-メチレンブルー溶液

メチレンブルー溶液(0.025w/v%)20mlに緩衝液を加えて100mlとしたものを分液ロートに採り、クロロホルム約20mlを用いてクロロホルム層が赤く着色しなくなるまで数回洗浄した後、メチレンブルー層をろ紙でろ過したもの。

(6) アルカリ性メチレンブルー溶液

緩衝液-メチレンブルー溶液60mlに緩衝液を加えて200mlとし、更にメチルアルコール20mlを加えたもの。

(7) 硫酸(10%)

(8) 酸性メチレンブルー溶液

メチレンブルー溶液(0.025w/v%)2mlに硫酸(10%)0.1mlを加えて精製水で200mlとし、メチルアルコール80mlを加えたもの。

(9) 陰イオン界面活性剤標準原液

ドデシルベンゼンスルホン酸ナトリウム(100%換算)1.000gを精製水に溶かして1Lとしたもの。

この溶液1mlは、ドデシルベンゼンスルホン酸ナトリウム1mgを含む。

この溶液は、褐色瓶に入れて冷暗所に保存する。

(10) 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精製水で500倍に薄めたもの。

この溶液1mlは、ドデシルベンゼンスルホン酸ナトリウム0.002mg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) 流路型分光光度測定装置

検水、アルカリ性メチレンブルー溶液、クロロホルムを順次混合し、水層を捨て、クロロホルム層に酸性メチレンブルー溶液を加えて混合した後、水層を捨て、クロロホルム層を波長660nm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、残留塩素が含まれている場合には、残留塩素1mgに対して亜硫酸水素ナトリウム溶液(0.1w/v%)1.5ないし15mlを加える。

(四) 試験操作

検水(陰イオン界面活性剤として0.02ないし0.2mg/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陰イオン界面活性剤の濃度を算定する。

(五) 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、それぞれに精製水を加えて

100mlとする。以下(四)と同様に操作して、陰イオン界面活性剤の濃度と吸光度との関係を求める。

40 ジェオスミン及び43 2-メチルイソボルネオール

第1 パージ・トラップーガスクロマトグラフー質量分析法

(一) 試薬

(1) 再精製水

測定対象成分を含まないもの。

(2) アスコルビン酸ナトリウム

(3) 塩化ナトリウム

塩化ナトリウムを約500℃で2時間強熱したもの。

(4) 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、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、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。

(5) 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をあらかじめ再精製水90mlを入れたメスフラスコに採り、再精製水を加えて100mlとしたもの。

この溶液1mlは、ジェオスミン、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。

(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) 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) 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の検水を処理できるもの。

イ. 恒温槽

30ないし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で、ポリ-2,6-ジフェニル-p-ジフェニレンオキサイドを0.2ないし0.3g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。

ホ. クライオフォーカス装置

内径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、試料中に保持時間の近接した化合物がなければ、この装置を用いなくても測定は可能である。

(5) ガスクロマトグラフー質量分析計

7. 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15ないし30mのキャピラリーカラムで、内面に5%ジフェニル-95%ジメチルポリシロキサンの液相を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。

ウ. 分離管の温度

ジェオスミン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)→220℃(10℃/分)。

エ. 検出器

選択イオン測定(SIM)又はこれと同等の性能を有するもの。

オ. イオン化電圧

電子衝撃イオン化電圧(EI)を70Vにしたもの。

カ. 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

検水5ないし25ml(又はジェオスミン、2-メチルイソボルネオールとしてそれぞれ0.000001ないし0.0001mg/Lを含むように検水を調製したもの)をパージ容器に採り、塩化ナトリウムが15ないし20w/v%に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、(五)により作成した検量線から検水中のジェオスミン、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。

(五) 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、再精製水にマイクロシリレンジ

を用いて段階的に調製したメチルアルコール溶液を再精製水10mlに対して2 μ lの割合で注入し、以下(四)と同様に操作してジェオスミン、2-メチルイソボルネオール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。

第2 ヘッドスペース-ガスクロマトグラフ-質量分析法

(一) 試薬

(1) 再精製水

「第1 パージ・トラップ-ガスクロマトグラフ-質量分析法」の例による。

(2) アスコルビン酸ナトリウム

(3) 塩化ナトリウム

「第1 パージ・トラップ-ガスクロマトグラフ-質量分析法」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原液

「第1 パージ・トラップ-ガスクロマトグラフ-質量分析法」の例による。

(5) ジェオスミン及び2-メチルイソボルネオール標準液

「第1 パージ・トラップ-ガスクロマトグラフ-質量分析法」の例による。

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

(二) 器具及び装置

(1) ねじ口瓶

「第1 パージ・トラップ-ガスクロマトグラフ-質量分析法」の例による。

(2) ねじ口バイアル

「第1 パージ・トラップ-ガスクロマトグラフ-質量分析法」の例による。

(3) バイアル

容量20ないし80ml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

80℃に設定できるもの。

(9) マイクロシリンジ

「第1 パージ・トラップ-ガスクロマトグラフ-質量分析法」の例による。

(10) ガスクロマトグラフ-質量分析計

7. 試料導入部

「第1 パージ・トラップ-ガスクロマトグラフ-質量分析法」の例による。

4. 分離管

「第1 パージ・トラップーガスクロマトグラフー質量分析法」の例による。
ウ. 分離管の温度

「第1 パージ・トラップーガスクロマトグラフー質量分析法」の例による。
エ. 検出器

「第1 パージ・トラップーガスクロマトグラフー質量分析法」の例による。
オ. イオン化電圧

「第1 パージ・トラップーガスクロマトグラフー質量分析法」の例による。
カ. キャリヤーガス

「第1 パージ・トラップーガスクロマトグラフー質量分析法」の例による。

(三) 試料の採取及び保存

「第1 パージ・トラップーガスクロマトグラフー質量分析法」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が80℃で過飽和になるように一定量加えた後、検水(又はジェオスミン、2-メチルイソボルネオールとしてそれぞれ0.000002ないし0.0002 mg/Lを含むように検水を調製したもの)をバイアルに検水の採取量とバイアル容量の比が0.50ないし0.85になるように採り、直ちにポリテトラフルオロエチレンシート、セプタム、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、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、(五)により作成した検量線から試験溶液中のジェオスミン、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、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。

(五) 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。再精製水を(四)の(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再精製水10mlに対して2 μ lの割合で注入する。以下(四)の(1)及び(2)と同様に操作して、ジェオスミン、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。

第3 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

「第1 パージ・トラップーガスクロマトグラフー質量分析法」の例による。

(2) アスコルビン酸ナトリウム

(3) ジクロロメタン

測定対象成分を含まないもの。

(4) ジェオスミン及び2-メチルイソボルネオール標準原液

「第1 パージ・トラップーガスクロマトグラフー質量分析法」の例による。

(5) ジェオスミン及び2-メチルイソボルネオール標準液

「第1 パージ・トラップーガスクロマトグラフー質量分析法」の例による。

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

(二) 器具及び装置

(1) ねじ口瓶

「第1 パージ・トラップーガスクロマトグラフー質量分析法」の例による。

(2) マイクロシリンジ

「第1 パージ・トラップーガスクロマトグラフー質量分析法」の例による。

(3) 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の性能を有するもの。

(4) ガラスフィルターろ過装置

懸濁性物質をろ過できるガラスフィルターを備えたもの。

(5) 遠心分離機

(6) 遠心沈澱管

容量10mlで共栓付きのもの。

(7) ガスクロマトグラフー質量分析計

7. 試料導入部

150~200℃にしたもの。

イ. 分離管

「第1 パージ・トラップーガスクロマトグラフー質量分析法」の例による。

ウ. 分離管の温度

「第1 パージ・トラップーガスクロマトグラフー質量分析法」の例による。

エ. 検出器

「第1 パージ・トラップーガスクロマトグラフー質量分析法」の例による。

オ. イオン化電圧

「第1 パージ・トラップーガスクロマトグラフー質量分析法」の例による。

カ. イオン源温度

250℃にしたもの。

キ. キャリアーガス

「第1 パージ・トラップーガスクロマトグラフー質量分析法」の例による。

(三) 試料の採取及び保存

「第1 パージ・トラップーガスクロマトグラフィー質量分析法」の例による。

(四) 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、再精製水5mlを順次加圧注入する。次に、検水500ml(又はジェオスミン、2-メチルイソボルネオールとしてそれぞれ0.000001ないし0.0001mg/Lを含むように検水を調製したもの)を毎分10ないし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

(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、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、(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、(五)により作成した検量線から試験溶液中のジェオスミン、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、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(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。

(五) 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、再精製水を加えて500mlとする。以下(四)の(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。