

【 産業廃棄物に含まれる金属等の検定方法 】

公布日:昭和 48 年 02 月 17 日

環境庁告示 13 号

[改定]

昭和 49 年 2 月 27 日 環境庁告示 22 号

昭和 49 年 9 月 30 日 環境庁告示 65 号

昭和 51 年 2 月 27 日 環境庁告示 2 号

昭和 52 年 3 月 14 日 環境庁告示 4 号

昭和 55 年 10 月 29 日 環境庁告示 59 号

昭和 57 年 3 月 27 日 環境庁告示 44 号

平成 1 年 9 月 18 日 環境庁告示 43 号

平成 2 年 9 月 26 日 環境庁告示 66 号

平成 4 年 7 月 3 日 環境庁告示 44 号

平成 5 年 3 月 8 日 環境庁告示 21 号

平成 6 年 2 月 1 日 環境庁告示 6 号

平成 6 年 2 月 18 日 環境庁告示 14 号

平成 7 年 3 月 3 日 環境庁告示 10 号

平成 7 年 3 月 30 日 環境庁告示 21 号

平成 7 年 12 月 20 日 環境庁告示 87 号

平成 10 年 4 月 24 日 環境庁告示 16 号

平成 12 年 1 月 14 日 環境庁告示 1 号

平成 25 年 2 月 21 日 環境省告示 9 号

第一 検液の作成

- 一 埋立処分を行おうとする燃え殻、汚泥（トリクロロチレン、テトラクロロエチレン、ジクロロメタン、四塩化炭素、一・二・ジクロロエタン、一・一・ジクロロエチレン、シス一・二・ジクロロエチレン、一・一・一・トリクロロエタン、一・一・二・トリクロロエタン、一・三・ジクロロプロペン、ベンゼン及び一・四・ジオキサン（以下「揮発性物質」という。）の検定に係るものを除く。）、鉍さい若しくはばいじん（一・四・ジオキサンの検定に係るものを除く。）若しくはこれらの産業廃棄物を処分するために処理したもの（揮発性物質の検定に係るものを除く。）又は海洋投入処分を行おうとする無機性の汚泥（揮発性物質の検定に係るものを除く。）に係る検液は、次の表に掲げる方法により試料の作成、試料液の調整及び当該産業廃棄物に含まれる金属等（金属等を含む産業廃棄物に係る判定基準を定める省令別表第一の第一欄に掲げる物質を

いう。以下同じ。)の溶出の操作を行って得られた試料液を三千重力加速度で二十分間遠心分離した後、孔径一マイクロメートルのメンブランフィルター(第二の表の上欄に掲げる物質に対して吸着が起こらない材質のもの。以下同じ。)を用いてろ過した溶液から検定に必要な量を正確に計り取って作成するものとする。

試料	<p>イ 燃え殻、汚泥又はばいじんにあつては、有姿のまま採取し、小石等の異物を除去したものとする。</p> <p>ロ 燃え殻、汚泥及びばいじん以外の産業廃棄物のうち、粒径五ミリメートル以下のものにあつては有姿のまま採取したものとし、それ以外のものにあつては有姿のまま採取し、粉碎した後、日本工業規格Z八八〇一一(二〇〇六)に定める網ふるい(目開きが〇・五ミリメートルのもの及び四・七五ミリメートルのもの)を用いて粒径が〇・五ミリメートル以上五ミリメートル以下となるようにしたものとする。</p>
試料液	<p>イ 埋立処分(海面埋立処分を除く。)を行おうとする燃え殻、汚泥、鉱さい、ばいじん又はこれらの産業廃棄物を処分するために処理したものにあつては、試料(単位グラム)と溶媒(水(日本工業規格K〇五五七(一九九八)に規定するA三又はA四のものをいう。以下同じ。))(単位ミリリットル)とを重量体積比十パーセントの割合で混合し、かつ、その混合液が五百ミリリットル以上となるようにしたものとする。</p> <p>ロ 海面埋立処分を行おうとする燃え殻、汚泥、鉱さい若しくはばいじんを処分するために処理したもの(燃え殻、汚泥及びばいじんであるものを除く。)又は鉱さいにあつては、試料(単位グラム)と溶媒(水)(単位ミリリットル)とを重量体積比十パーセントの割合で混合し、かつ、その混合液が五百ミリリットル以上となるようにしたものとする。</p> <p>ハ 海面埋立処分を行おうとする燃え殻、汚泥若しくはばいじん、燃え殻、鉱さい若しくはばいじんを処分するために処理したもので汚泥であるもの又は海洋投入処分を行おうとする無機性の汚泥にあつては、試料に溶媒(水)を加え、その混合液(単位ミリリットル)に含まれる固型分(単位グラム)の重量体積比が三パーセントとなるようにし、かつ、その混合液が五百ミリリットル以上なるようにしたものとする。</p> <p>ニ イからハまでにおいて用いる容器の容積は溶媒の体積のおおむね二倍とする。</p>
溶出	<p>常温(おおむね摂氏二十度)常圧(おおむね一気圧)で振とう機(あらかじめ振とう回数を毎分約二百回に、振とう幅を四センチメートル以上五センチメートル以下に調整したもの)を用いて、六時間連続して水平に振とうする。</p>
備考	

この表の試料液の項のハに規定する産業廃棄物に含まれる固型分の重量比は次により求めるものとする。

当該産業廃棄物二十グラム以上百グラム以下（aグラム）を平形はかりびん（容量五十ミリリットル以上のもので、あらかじめ乾燥したもの）又は蒸発ざら（容量百ミリリットル以上のもので、あらかじめ乾燥したもの）に正確に計り取り、沸騰しないように注意して蒸発乾固し、摂氏百五度以上百十度以下で二時間乾燥した後、デシケーター中で三十分間放冷する。この結果平形はかりびん又は蒸発ざらに残留した物質の重量（bグラム）を正確に求めこれを固型分の重量とし、次の式により求める。

$$\text{固型分の重量比（パーセント）} = \frac{b}{a} \times 100$$

- 二 海洋投入処分を行おうとする有機性の汚泥（PCB、揮発性物質、チウラム、シマジン、チオベンカルブ及び有機塩素化合物の検定に係るものを除く。）又は摩砕した動植物性残さに係る検液は、有姿のまま採取した試料をビーカー（容量五百ミリリットルのもの）に採り、金属製以外のへらを用いて小塊をつぶし、均質な状態としたものを二ミリメートル目の合成繊維製ふるい（金属製枠のものを除く。）にかけ、通過したものから必要な量（二百グラム以上とする。）を正確に計り取り、共栓付メスシリンダー（容量一リットルのもの）に入れ、これに水を加えて全量を一リットルとし、この試料液を激しく振り混ぜて均質な状態にした後、速やかに検定に必要な量を正確に計り取って作成するものとする。ただし、六価クロムを含む汚泥又は摩砕した動植物性残さに係る検液は、その試料液を三千重力加速度で二十分間遠心分離した後、孔径一マイクロメートルのメンブランフィルターを用いてろ過した溶液から検定に必要な量を正確に計り取って作成するものとする。
- 三 海洋投入処分を行おうとする廃酸若しくは廃アルカリ又は浮遊性のきょう雑物を除去した家畜ふん尿に係る検液は、有姿のまま採取した試料から必要な量（二百ミリリットル以上とする。）を共栓付メスシリンダー（容量一リットルのもの）に正確に計り取り、これに水を加えて全量を一リットルとし、この試料液を激しく振り混ぜて均質な状態とした後、速やかに検定に必要な量を正確に計り取って作成するものとする。ただし、揮発性物質の検定に係る廃酸若しくは廃アルカリ又は浮遊性のきょう雑物を除去した家畜ふん尿にあつては、有姿のまま採取した試料（別表第二(三)イに規定する試料の取扱いに準じて取り扱う。）を検液とする。

第二 検定の方法

検定は、第一の検液、揮発性物質の検定に係る汚泥及び汚泥を処分するために処理したもの、一・四―ジオキサンの検定に係るばいじん及びばいじんを処分するために処理したもの並びに海洋投入処分を行おうとするPCB、チウラム、シマジン、チオベンカルブ及び有機塩素化合物の検定に係る有機性の汚泥につき、次の表の各号上欄に掲げる

金属等の種類ごとにそれぞれ当該各号下欄に掲げる方法により当該検液又はこれらの産業廃棄物に含まれる金属等の重量（単位ミリグラム）を求めることにより行うものとする。

一 アルキル水銀化合物	昭和四十六年十二月環境庁告示第五十九号（以下「水質環境基準告示」という。）付表二及び昭和四十九年九月環境庁告示第六十四号（以下「排水基準告示」という。）付表三に掲げる方法
二 水銀又はその化合物	水質環境基準告示付表一に掲げる方法
三 カドミウム又はその化合物	日本工業規格K〇一〇二（二〇〇八）の五十五に定める方法
四 鉛又はその化合物	日本工業規格K〇一〇二（二〇〇八）の五十四に定める方法
五 有機燐化合物	排水基準告示付表一に掲げる方法又は日本工業規格K〇一〇二（二〇〇八）の三十一・一に定める方法のうちガスクロマトグラフ法以外のもの（メチルジメトンにあっては、排水基準告示付表二に掲げる方法）
六 六価クロム化合物	日本工業規格K〇一〇二（二〇〇八）の六十五・二に定める方法
七 砒素 ^ひ 又はその化合物	日本工業規格K〇一〇二（二〇〇八）の六十一に定める方法
八 シアン化合物	日本工業規格K〇一〇二（二〇〇八）の三十八に定める方法（日本工業規格K〇一〇二（二〇〇八）の三十八・一・一に定める方法を除く。）
九 PCB	水質環境基準告示付表三に掲げる方法又は日本工業規格K〇〇九三（二〇〇六）に定める方法（海洋投入処分を行おうとする有機性の汚泥にあっては、同方法の試験操作のうち、ヘキサン抽出、アルカリ分解及び抽出液の濃縮を別表第一に掲げる方法により行うものとし、シリカゲルカラムクロマト管による妨害物質の除去操作を行った後の溶液は検定が可能な定量限界が得られる量（例えば二ミリリットル）まで濃縮するものとする。）
十 トリクロロエチレン	イ 第一の三に掲げる検液にあっては、日本工業規格K〇一二五（一九九五）の五・一、五・二、五・三・二、五・四・一又は五・五に定める方法 ロ 埋立処分を行おうとする汚泥及び汚泥を処分するために処理したものにあっては、別表第二に掲げる方法又は日本

	<p>工業規格K〇一二五（一九九五）の五・一、五・二、五・三・二若しくは五・四・一に定める方法</p> <p>ハ 海洋投入処分を行おうとする無機性の汚泥にあつては、別表第二に掲げる方法又は日本工業規格K〇一二五（一九九五）の五・一、五・二、五・三・一若しくは五・四・一に定める方法</p> <p>ニ 海洋投入処分を行おうとする有機性の汚泥にあつては、別表第三に掲げる方法又は日本工業規格K〇一二五（一九九五）の五・一に定める方法</p>
十一 テトラクロロエチレン	<p>イ 第一の三に掲げる検液にあつては、日本工業規格K〇一二五（一九九五）の五・一、五・二、五・三・二、五・四・一又は五・五に定める方法</p> <p>ロ 埋立処分を行おうとする汚泥及び汚泥を処分するために処理したものにあつては、別表第二に掲げる方法又は日本工業規格K〇一二五（一九九五）の五・一、五・二、五・三・二若しくは五・四・一に定める方法</p> <p>ハ 海洋投入処分を行おうとする無機性の汚泥にあつては、別表第二に掲げる方法又は日本工業規格K〇一二五（一九九五）の五・一、五・二、五・三・一若しくは五・四・一に定める方法</p> <p>ニ 海洋投入処分を行おうとする有機性の汚泥にあつては、別表第三に掲げる方法又は日本工業規格K〇一二五（一九九五）の五・一に定める方法</p>
十二 ジクロロメタン	<p>イ 第一の三に掲げる検液並びに埋立処分を行おうとする汚泥及び汚泥を処分するために処理したものにあつては、日本工業規格K〇一二五（一九九五）の五・一、五・二、五・三・二又は五・四・一に定める方法</p> <p>ロ 海洋投入処分を行おうとする無機性の汚泥にあつては、日本工業規格K〇一二五（一九九五）の五・一、五・二又は五・三・二に定める方法</p> <p>ハ 海洋投入処分を行おうとする有機性の汚泥にあつては、日本工業規格K〇一二五（一九九五）の五・一に定める方法</p>
十三 四塩化炭素	<p>イ 第一の三に掲げる検液にあつては、日本工業規格K〇一二五（一九九五）の五・一、五・二、五・三・二、五・四・一又は五・五に定める方法</p>

	<p>ロ 埋立処分を行おうとする汚泥及び汚泥を処分するために処理したものにあっては、別表第二に掲げる方法又は日本工業規格K〇一二五（一九九五）の五・一、五・二、五・三・二若しくは五・四・一に定める方法</p> <p>ハ 海洋投入処分を行おうとする無機性の汚泥にあっては、別表第二に掲げる方法又は日本工業規格K〇一二五（一九九五）の五・一、五・二、五・三・一若しくは五・四・一に定める方法</p> <p>ニ 海洋投入処分を行おうとする有機性の汚泥にあっては、別表第三に掲げる方法又は日本工業規格K〇一二五（一九九五）の五・一に定める方法</p>
<p>十四 一・二—ジクロロエタン</p>	<p>イ 第一の三に掲げる検液並びに埋立処分を行おうとする汚泥及び汚泥を処分するために処理したものにあっては、日本工業規格K〇一二五（一九九五）の五・一、五・二、五・三・二又は五・四・一に定める方法</p> <p>ロ 海洋投入処分を行おうとする無機性の汚泥にあっては、日本工業規格K〇一二五（一九九五）の五・一、五・二、五・三・一又は五・三・二に定める方法</p> <p>ハ 海洋投入処分を行おうとする有機性の汚泥にあっては、日本工業規格K〇一二五（一九九五）の五・一に定める方法</p>
<p>十五 一・一—ジクロロエチレン</p>	<p>イ 第一の三に掲げる検液並びに埋立処分を行おうとする汚泥及び汚泥を処分するために処理したものにあっては、日本工業規格K〇一二五（一九九五）の五・一、五・二、五・三・二又は五・四・一に定める方法</p> <p>ロ 海洋投入処分を行おうとする無機性の汚泥にあっては、日本工業規格K〇一二五（一九九五）の五・一、五・二又は五・三・二に定める方法</p> <p>ハ 海洋投入処分を行おうとする有機性の汚泥にあっては、日本工業規格K〇一二五（一九九五）の五・一に定める方法</p>
<p>十六 シス—一・二—ジクロロエチレン</p>	<p>イ 第一の三に掲げる検液並びに埋立処分を行おうとする汚泥及び汚泥を処分するために処理したものにあっては、日本工業規格K〇一二五（一九九五）の五・一、五・二、五・三・二又は五・四・一に定める方法</p> <p>ロ 海洋投入処分を行おうとする無機性の汚泥にあっては、</p>

	<p>日本工業規格K〇一二五（一九九五）の五・一、五・二又は五・三・二に定める方法</p> <p>ハ 海洋投入処分を行おうとする有機性の汚泥にあつては、日本工業規格K〇一二五（一九九五）の五・一に定める方法</p>
<p>十七 一・一・一ト リクロロエタン</p>	<p>イ 第一の三に掲げる検液にあつては、日本工業規格K〇一二五（一九九五）の五・一、五・二、五・三・二、五・四・一又は五・五に定める方法</p> <p>ロ 埋立処分を行おうとする汚泥及び汚泥を処分するために処理したものにあつては、別表第二に掲げる方法又は日本工業規格K〇一二五（一九九五）の五・一、五・二、五・三・二若しくは五・四・一に定める方法</p> <p>ハ 海洋投入処分を行おうとする無機性の汚泥にあつては、別表第二に掲げる方法又は日本工業規格K〇一二五（一九九五）の五・一、五・二、五・三・一若しくは五・四・一に定める方法</p> <p>ニ 海洋投入処分を行おうとする有機性の汚泥にあつては、別表第三に掲げる方法又は日本工業規格K〇一二五（一九九五）の五・一に定める方法</p>
<p>十八 一・一・二ト リクロロエタン</p>	<p>イ 第一の三に掲げる検液にあつては、日本工業規格K〇一二五（一九九五）の五・一、五・二、五・三・二、五・四・一又は五・五に定める方法</p> <p>ロ 埋立処分を行おうとする汚泥及び汚泥を処分するために処理したものにあつては、別表第二に掲げる方法又は日本工業規格K〇一二五（一九九五）の五・一、五・二、五・三・二若しくは五・四・一に定める方法</p> <p>ハ 海洋投入処分を行おうとする無機性の汚泥にあつては、別表第二に掲げる方法又は日本工業規格K〇一二五（一九九五）の五・一、五・二、五・三・一若しくは五・四・一に定める方法</p> <p>ニ 海洋投入処分を行おうとする有機性の汚泥にあつては、別表第三に掲げる方法又は日本工業規格K〇一二五（一九九五）の五・一に定める方法</p>
<p>十九 一・三-ジクロ ロプロペン</p>	<p>イ 第一の三に掲げる検液並びに埋立処分を行おうとする汚泥及び汚泥を処分するために処理したものにあつては、日本工業規格K〇一二五（一九九五）の五・一、五・二、五・</p>

	<p>三・二又は五・四・一に定める方法</p> <p>ロ 海洋投入処分を行おうとする無機性の汚泥にあつては、日本工業規格K〇一二五（一九九五）の五・一、五・二又は五・三・一に定める方法</p> <p>ハ 海洋投入処分を行おうとする有機性の汚泥にあつては、日本工業規格K〇一二五（一九九五）の五・一に定める方法</p>
二〇 チウラム	<p>水質環境基準告示付表四に掲げる方法（第一の三に掲げる検液並びに埋立処分を行おうとする汚泥及び汚泥を処分するために処理したものにあっては、同方法の試験操作のうち前処理における試料の量を百ミリリットルとし、海洋投入処分を行おうとする有機性の汚泥にあつては、同方法の試験操作のうち前処理を別表第四に掲げる方法により行うものとする。）</p>
二一 シマジン	<p>水質環境基準告示付表五に掲げる方法（第一の三に掲げる検液並びに埋立処分を行おうとする汚泥及び汚泥を処分するために処理したものにあっては、同方法の試験操作のうち前処理における試料の量を百ミリリットルとし、海洋投入処分を行おうとする有機性の汚泥にあつては、同方法の試験操作のうち前処理を別表第四に掲げる方法により行うものとする。）</p>
二二 チオベンカルブ	<p>水質環境基準告示付表五に掲げる方法（第一の三に掲げる検液並びに埋立処分を行おうとする汚泥及び汚泥を処分するために処理したものにあっては、同方法の試験操作のうち前処理における試料の量を百ミリリットルとし、海洋投入処分を行おうとする有機性の汚泥にあつては、同方法の試験操作のうち前処理を別表第四に掲げる方法により行うものとする。）</p>
二三 ベンゼン	<p>イ 第一の三に掲げる検液並びに埋立処分を行おうとする汚泥及び汚泥を処分するために処理したものにあっては、日本工業規格K〇一二五（一九九五）の五・一、五・二、五・三・二又は五・四・二に定める方法</p> <p>ロ 海洋投入処分を行おうとする無機性の汚泥にあつては、日本工業規格K〇一二五（一九九五）の五・一、五・二又は五・三・二に定める方法</p> <p>ハ 海洋投入処分を行おうとする有機性の汚泥にあつては、日本工業規格K〇一二五（一九九五）の五・一に定める方法</p>
二四 セレン又はその	<p>日本工業規格K〇一〇二（二〇〇八）の六十七に定める方法</p>

化合物	(海洋投入処分を行おうとする汚泥にあつては、日本工業規格K〇一〇二(二〇〇八)の六十七・一に定める方法を除く。)
二五 有機塩素化合物	別表第五に掲げる方法
二六 銅又はその化合物	日本工業規格K〇一〇二(二〇〇八)の五十二に定める方法 (海洋投入処分を行おうとする有機性の汚泥にあつては、日本工業規格K〇一〇二(二〇〇八)の五十二・一に定める方法を除く。)
二七 亜鉛又はその化合物	日本工業規格K〇一〇二(二〇〇八)の五十三に定める方法
二八 氟 ^ふ 化物	別表第六に掲げる方法又は日本工業規格K〇一〇二(二〇〇八)の三十四に定める方法
二九 ベリリウム又はその化合物	別表第七に掲げる方法
三〇 クロム又はその化合物	日本工業規格K〇一〇二(二〇〇八)の六十五・一に定める方法
三一 ニッケル又はその化合物	日本工業規格K〇一〇二(二〇〇八)の五十九に定める方法
三二 バナジウム又はその化合物	日本工業規格K〇一〇二(二〇〇八)の七十に定める方法
三三 フェノール類	日本工業規格K〇一〇二(二〇〇八)の二十八・一に定める方法
三四 一・四-ジオキ ン	イ 第一の三に掲げる検液、埋立処分を行おうとする汚泥及びばいじん並びにこれらの産業廃棄物を処分するために処理したもの並びに海洋投入処分を行おうとする無機性の汚泥にあつては、水質環境基準告示付表七に掲げる方法(同方法の試験操作のうち前処理における試料水の量を二十ミリリットルとし、活性炭カートリッジカラムの上部にカートリッジODSカラム又はポリスチレン樹脂充填カラムを装着することとする。) ロ 海洋投入処分を行おうとする有機性の汚泥にあつては、別表第九に掲げる方法
備考	1 汚泥及びばいじん並びにこれらの産業廃棄物を処分するために処理したもの(海洋投入処分を行おうとする有機性の汚泥を除く。)の検定に係る第一〇号から第一九号まで、第二三号及び第三四号の下欄に掲げる方法(別表第二に掲げるものを除く。)の試験操作については、試料の取扱い、試料の作成及び検液の調整を

別表第二(三)イ、ロ及びハの規定により行うものとし、試験操作に用いる水は第一の表の試料液の項のイに規定するものとする。この場合において、別表第二(三)ロ中「汚泥」とあるのは「汚泥又はばいじん」と、同表(三)ハ中「埋立処分（海面埋立処分を除く。）を行おうとする汚泥又はこれを処分するために処理したもの」とあるのは「埋立処分（海面埋立処分を除く。）を行おうとする汚泥若しくはばいじん又はこれらの産業廃棄物を処分するために処理したもの」、「海面埋立処分を行おうとする汚泥を処分するために処理したもの」とあるのは「海面埋立処分を行おうとする汚泥又はばいじんを処分するために処理したもの」と、「海面埋立処分を行おうとする汚泥又は海洋投入処分」とあるのは「海面埋立処分を行おうとする汚泥若しくはばいじん又は海洋投入処分」と読み替えるものとする。

2 海洋投入処分を行おうとする有機性の汚泥の検定に係る第一〇号から第一九号まで及び第二三号の下欄に掲げる方法（別表第三に掲げるものを除く。）の試験操作については、試料の取扱い及び試料の作成を別表第三(三)イ及びロの規定により行うものとし、当該試料を別表第八に掲げる方法により調製して得られたメタノール抽出液（十マイクロリットルから百マイクロリットルとする。）を、日本工業規格K〇一二五（一九九五）の五・一に定める方法において用いることとされている試料の量と同量の水に、マイクロシリンジを用いて加えたものを試験操作の試料に用いることとし、試料操作に用いるガスクロマトグラフ質量分析計は揮発性物質の定量限界が〇・〇五ナノグラムから〇・一ナノグラムであるものとし、検量線の作成については、試験操作において用いたメタノール抽出液と同量の検量線用標準溶液を水に加えたものを用いることとする。ガスクロマトグラフ質量分析計においてメタノールによる支障が認められる場合には、メタノールが吸着されにくいトラップ管充填剤を用いるものとする。

第三 濃度の算出

濃度の算出は、次の表の各号上欄に掲げる廃棄物の種類ごとにそれぞれ当該各号下欄に掲げる算式によるものとする。

一 埋立処分（水面埋立処分を除く。）を行おうとする汚泥（含水率八十五パーセント以上のものに限る。）	$C_1 = \frac{A}{V} \times \frac{15}{100 - P} \times 10^3$
二 第一の一に規定する産業廃棄物、揮発性物質の検定に係る汚泥及び一・四―ジオキサンの検定に係るばいじん並びにこれらの産業廃棄物を処分するために処理したもの（前号及び次号に掲げるものを除く。）	$C_1 = \frac{A}{V} \times 10^3$
三 第一の二に規定する汚泥並びに海洋投入処分を行おうとするPCB、揮発性物質、チウ	$C_2 = \frac{A}{V \times W} \times \frac{5}{100 - P} \times 10^6$

ラム、シマジン、チオベンカルブ及び有機塩素化合物の検定に係る有機性の汚泥（含水率九十五パーセント以上のものに限る。）	
四 前三号に掲げる産業廃棄物以外の産業廃棄物	$C_2 = \frac{A}{V \times W} \times 10^6$
<p>備考</p> <p>1 算式においてA、C₁、C₂、P、V及びWはそれぞれ次の数値を表わすものとする。</p> <p>A 検出された金属等の重量（単位ミリグラム）</p> <p>C₁ 金属等の濃度（検液一リットルに溶出したミリグラム数）</p> <p>C₂ 金属等の濃度（試料一キログラム又は試料一リットルに含まれるミリグラム数）</p> <p>P 試料の含水率（単位パーセント）</p> <p>V 検液の体積（単位ミリリットル）</p> <p>W 試料の重量（単位ミリグラム）又は体積（単位ミリリットル）</p> <p>2 検液を作成しないで試料を直接検定したものの濃度の算出に当たっては、算式中「V」とあるのは「10³」とする。</p> <p>3 第一の表の備考の規定は、この表において試料の含水率を求める場合において準用する。この場合において、同表の備考中「この表の試料液の項のハに規定する産業廃棄物に含まれる固型分の重量比」とあるのは、「この表の第一号上欄又は第三号上欄に掲げる汚泥の含水率」と、「固型分の重量比（パーセント）＝$\frac{b}{a} \times 100$」とあるのは、「含水率（パーセント）＝$100 - \frac{b}{a} \times 100$」とする。</p>	

第四 ダイオキシン類に係る検定方法

ダイオキシン類（ダイオキシン類対策特別措置法（平成十一年法律第五号）第二条第一項に規定するダイオキシン類をいう。）に係る燃え殻、汚泥、廃酸、廃アルカリ及びばいじん並びにこれらの廃棄物を処分するために処理したものの検定方法は、平成四年七月厚生省告示第百九十二号第一号に定める方法とする。

別表第一

有姿のまま採取した試料をビーカーにとり、金属製以外のへらを用いて小塊^{かい}をつぶし、均質な状態としたものを二ミリメートル目の合成繊維製ふるい^かにかけ、通過したのから必要な量（二十グラム以上三十グラム以下）を正確に計り取り、これを還流冷却器付フラスコに入れ、水酸化カリウムのエチルアルコール溶液五十ミリリットルを加え、約一時間水浴上で加熱分解を行い、摂氏約五十度になるまで放冷し、ヘキサン五十ミリリットルを加えて振り混ぜる。静置して室温になるまで放冷し、グラスウール又はグラス

ファイバーフィルターペーパー（GFP）を敷いたロートを用いてろ過し、分液ロートに入れる。フラスコの内容物をヘキサン二十ミリリットルずつで三回洗い、洗液をろ過して分液ロートに合わせる。分液ロート中の水の量が約五十ミリリットルになるように水を加えて緩やかに振り混ぜた後、ヘキサンが十分分離するまで静置する（エマルジョンを生ずる場合は、エチルアルコール数ミリリットルを加えて緩やかに振り混ぜる。）。ヘキサン層を分離し、水層を他の分液ロートに移し入れ、再びヘキサン五十ミリリットルを加えて同様に抽出を行い、ヘキサン層を先の分液ロートに合わせる。更にヘキサン層を水百ミリリットルずつで緩やかに振り混ぜながら三回水洗いし、十分に水を分離する。ヘキサン層に無水硫酸ナトリウム約十グラムを加えて脱水した後、濃縮器を用いて全量が約五ミリリットルになるまで濃縮する。

備考

本表における用語その他の事項で本表に定めのないものについては、水質環境基準告示付表三又は日本工業規格K〇〇九三（二〇〇六）に定めるところによる。

別表第二

（一）試薬

イ 水（注一）

水約一・五リットルを分液ロート（容量二千ミリリットルのもの）にとり、ヘキサン約百ミリリットルを加えて振り混ぜ、静置後水層を三角フラスコ（容量二千ミリリットルのもの）に移し、沸騰させてヘキサンを除去した後、蒸留フラスコに移して二回蒸留し冷却したもの又はこれと同程度に水中のトリクロロエチレン、テトラクロロエチレン、四塩化炭素、一・一・一トリクロロエタン及び一・一・二トリクロロエタン（以下本表において「トリクロロエチレン等」という。）が除去されたもの（注二）

ロ ヘキサン（注三）

ガスクロマトグラフに注入したとき、トリクロロエチレン等の保持時間に相当する位置にピークのないもの（試薬の調製及び試験操作には、このヘキサンを用いる。）

ハ トリクロロエチレン標準原液

全量フラスコ（容量五十ミリリットルのもの）にヘキサン約四十ミリリットルを入れて密栓してその質量を測定し、次にトリクロロエチレン約〇・五ミリリットルを速やかに加えて密栓してその質量を測定し、さらにヘキサンを標線まで加えたもの（この溶液の濃度は、トリクロロエチレンを加える前後の質量の差から求める。）

ニ トリクロロエチレン標準液（注四）

全量フラスコ（容量百ミリリットルのもの）にヘキサン約九十ミリリットルを入れ、これにトリクロロエチレン標準原液一ミリリットルを加えた後、ヘキサンを標線まで加えたもの（この溶液の濃度は、トリクロロエチレン標準原液の濃度から算

出する。)

ホ テトラクロロエチレン標準原液

全量フラスコ (容量五十ミリリットルのもの) にヘキサン約四十ミリリットルを入れて密栓してその質量を測定し、次にテトラクロロエチレン約一・三ミリリットルを速やかに加えて密栓してその質量を測定し、さらにヘキサンを標線まで加えたもの (この溶液の濃度は、テトラクロロエチレンを加える前後の質量の差から求める。)

ヘ テトラクロロエチレン中間標準液 (注五)

全量フラスコ (容量百ミリリットルのもの) にヘキサン約九十ミリリットルを入れ、これにテトラクロロエチレン標準原液一ミリリットルを加えた後、ヘキサンを標線まで加えたもの (この溶液の濃度は、テトラクロロエチレン標準原液の濃度から算出する。)

ト テトラクロロエチレン標準液

全量フラスコ (容量百ミリリットルのもの) にヘキサン約八十ミリリットルを入れ、これにテトラクロロエチレン中間標準液十ミリリットルを加えた後、ヘキサンを標線まで加えたもの (この溶液の濃度は、テトラクロロエチレン中間標準液の濃度から算出する。)

チ 四塩化炭素標準原液

全量フラスコ (容量五十ミリリットルのもの) にヘキサン約四十ミリリットルを入れて密栓してその質量を測定し、次に四塩化炭素約三・一ミリリットルを速やかに加えて密栓してその質量を測定し、さらにヘキサンを標線まで加えたもの (この溶液の濃度は、四塩化炭素を加える前後の質量の差から求める。)

リ 四塩化炭素中間標準液 (注六)

全量フラスコ (容量百ミリリットルのもの) にヘキサン約九十ミリリットルを入れ、これに四塩化炭素標準原液一ミリリットルを加えた後、ヘキサンを標線まで加えたもの (この溶液の濃度は、四塩化炭素標準原液に濃度から算出する。)

ヌ 四塩化炭素標準液

全量フラスコ (容量百ミリリットルのもの) にヘキサン約九十ミリリットルを入れ、これに四塩化炭素中間標準液一ミリリットルを加えた後、ヘキサンを標線まで加えたもの (この溶液の濃度は、四塩化炭素中間標準液の濃度から算出する。)

ル 一・一・一・一トリクロロエタン標準原液

全量フラスコ (容量五十ミリリットルのもの) にヘキサン約四十ミリリットルを入れて密栓してその質量を測定し、次に一・一・一・一トリクロロエタン約一・六ミリリットルを速やかに加えて密栓してその質量を測定し、さらにヘキサンを標線まで加えたもの (この溶液の濃度は、一・一・一・一トリクロロエタンを加える前後の質量の差から求める。)

ヲ 一・一・一トリクロロエタン中間標準液（注七）

全量フラスコ（容量百ミリリットルのもの）にヘキサン約九十ミリリットルを入れ、これに一・一・一トリクロロエタン標準原液一ミリリットルを加えた後、ヘキサンを標線まで加えたもの（この溶液の濃度は、一・一・一トリクロロエタン標準原液の濃度から算出する。）

ワ 一・一・一トリクロロエタン標準液

全量フラスコ（容量百ミリリットルのもの）にヘキサン約八十ミリリットルを入れ、これに一・一・一トリクロロエタン中間標準液十ミリリットルを加えた後、ヘキサンを標線まで加えたもの（この溶液の濃度は、一・一・一トリクロロエタン中間標準液の濃度から算出する。）

カ 一・一・二トリクロロエタン標準原液

全量フラスコ（容量五十ミリリットルのもの）にヘキサン約四十ミリリットルを入れて密栓してその質量を測定し、次に一・一・二トリクロロエタン約一・四ミリリットルを速やかに加えて密栓してその質量を測定し、さらにヘキサンを標線まで加えたもの（この溶液の濃度は、一・一・二トリクロロエタンを加える前後の質量の差から求める。）

ヨ 一・一・二トリクロロエタン標準液（注八）

全量フラスコ（容量百ミリリットルのもの）にヘキサン約九十ミリリットルを入れ、これに一・一・二トリクロロエタン標準原液〇・五ミリリットルを加えた後、ヘキサンを標線まで加えたもの（この溶液の濃度は、一・一・二トリクロロエタン標準原液の濃度から算出する。）

タ 混合標準液（注九）

全量フラスコ（容量百ミリリットルのもの）にヘキサン約八十ミリリットルを入れ、これにトリクロロエチレン標準液、テトラクロロエチレン標準液、四塩化炭素標準液、一・一・一トリクロロエタン標準液及び一・一・二トリクロロエタン標準液それぞれ一ミリリットルを入れ、さらにヘキサンを標線まで加えたもの（この溶液の濃度は、トリクロロエチレン標準液、テトラクロロエチレン標準液、四塩化炭素標準液、一・一・一トリクロロエタン標準液及び一・一・二トリクロロエタン標準液の濃度から算出する。）（注十）

（注一） ガスクロマトグラフに注入したとき、トリクロロエチレン等の保持時間に相当する位置にピークのない精製水を用いてもよい。

（注二） ガラスびんに密栓して試験対象物質による汚染のない場所に保存する。使用時に約二十分間沸騰させ、放冷したものをを用いれば安全である。

（注三） ヘキサンのかわりにペンタンを用いてもよい。

（注四） 全量フラスコ（容量百ミリリットルのもの）にヘキサン約九十ミリリットルを入れ、これにトリクロロエチレン十五ミリグラムに相当するミリリ

ットル数のトリクロロエチレン標準原液を加えた後、ヘキサンを標線まで加えて、一ミリリットル当たり百五十マイクログラムの溶液としたものを用いてもよい。

(注五) 全量フラスコ（容量百ミリリットルのもの）にヘキサン約九十ミリリットルを入れ、これにテトラクロロエチレン四十ミリグラムに相当するミリリットル数のテトラクロロエチレン標準原液を加えた後、ヘキサンを標線まで加えて、一ミリリットル当たり四百マイクログラムの溶液としたものを用いてもよい。

(注六) 全量フラスコ（容量百ミリリットルのもの）にヘキサン約九十ミリリットルを入れ、これに四塩化炭素百ミリグラムに相当するミリリットル数の四塩化炭素標準原液を加えた後、ヘキサンを標線まで加えて、一ミリリットル当たり一ミリグラムの溶液としたものを用いてもよい。

(注七) 全量フラスコ（容量百ミリリットルのもの）にヘキサン約九十ミリリットルを入れ、これに一・一・一トリクロロエタン四十ミリグラムに相当するミリリットル数の一・一・一トリクロロエタン標準原液を加えた後、ヘキサンを標線まで加えて、一ミリリットル当たり四百マイクログラムの溶液としたものを用いてもよい。

(注八) 全量フラスコ（容量百ミリリットルのもの）にヘキサン約九十ミリリットルを入れ、これに一・一・二トリクロロエタン二十ミリグラムに相当するミリリットル数の一・一・二トリクロロエタン標準原液を加えた後、ヘキサンを標線まで加えて、一ミリリットル当たり二百マイクログラムの溶液としたものを用いてもよい。

(注九) 濃度が既知の市販品を用いてもよい。

(注十) トリクロロエチレン、テトラクロロエチレン、四塩化炭素、一・一・一トリクロロエタン又は一・一・二トリクロロエタンをそれぞれ単独に試験する場合には、トリクロロエチレン標準液、テトラクロロエチレン標準液、四塩化炭素標準液、一・一・一トリクロロエタン標準液又は一・一・二トリクロロエタン標準液一ミリリットルを用いて夕に準じて希釈し、個別に標準液を調製する。

(二) 器具及び装置

イ ねじ口付三角フラスコ

容量五百ミリリットルのもの

ロ マグネチックスターラー

ハ かくはん子

直径十二ミリメートル、長さ四十ミリメートル程度のもの

ニ マイクロシリンジ

容量一マイクロリットル以上十マイクロリットル以下であって液体用のもの
ホ ガスクロマトグラフ

次の条件を満たすもの又はこれと同等以上の分離能、定量精度を有するもの

(イ) カラム用管

ガラス製で内径三ミリメートル、長さ三メートルのもの

(ロ) カラム充填剤

酸洗浄した白色けい藻土坦体（粒径百八十マイクロメートル以上二百五十マイクロメートル以下）にフェニルシリコン油を約二十パーセント被覆したもの

(ハ) 検出器

電子捕獲検出器

(ニ) キャリヤーガス

体積百分率九十九・九九九以上の窒素（流量は毎分四十ミリリットル以上八十ミリリットル以下に調節する。）

(ホ) 試料気化室温度

摂氏百五十度以上二百五十度以下

(ヘ) カラム槽温度

摂氏六十度以上百度以下

(ト) 検出器槽温度

摂氏百五十度以上二百五十度以下

(三) 試料操作

イ 試料の取扱い

これらの物質は揮発性が高いので、試料は密封できるガラス製容器又はトリクロロエチレン等が吸着しない容器に空げきが残らないように採取する。試験は試料採取後直ちに行う。試験を直ちに行えない場合には、摂氏〇度以上十度以下の暗所に保存し、できるだけ速やかに試験を行う。

ロ 試料の作成

(イ) 汚泥にあつては、有姿のまま採取し、小石等の異物を除去したものとする。

(ロ) 汚泥を処分するために処理したもののうち、粒径五ミリメートル以下のものにあつては、有姿のまま採取したものとし、それ以外のものにあつては有姿のまま採取したものを粒径がおおむね五ミリメートル以下となるように粉碎したものとする。

ハ 検液の調製

(イ) 埋立処分（海面埋立処分を除く。）を行おうとする汚泥又はこれを処分するために処理したものにあつては、あらかじめかくはん子を入れたねじ口付三角フラスコ（容量五百ミリリットルのもの）に、試料（単位グラム）と溶媒（水）（単位ミリリットル）とを重量体積比十パーセントの割合となるように採り（注十一）、速

やかに密栓する。このとき、混合液が五百ミリリットル以上となるようにし、かつ、混合液に対するねじ口付三角フラスコ（容量が五百ミリリットルのもの）のヘッドスペースができるだけ少なくなるようにする。

- (ロ) 海面埋立処分を行おうとする汚泥を処分するために処理したものにあつては、あらかじめかくはん子を入れたねじ口付三角フラスコ（容量五百ミリリットルのもの）に、試料（単位グラム）と溶媒（水）（単位ミリリットル）とを重量体積比十パーセントの割合となるように採り（注十一）、速やかに密栓する。このとき、混合液が五百ミリリットル以上となるようにし、かつ、混合液に対するねじ口付三角フラスコ（容量が五百ミリリットルのもの）のヘッドスペースができるだけ少なくなるようにする。
- (ハ) 海面埋立処分を行おうとする汚泥又は海洋投入処分を行おうとする無機性の汚泥にあつては、あらかじめかくはん子を入れた空げき容量既知（注十二）のねじ口付三角フラスコ（容量五百ミリリットルのもの）に、空げき容量（単位ミリリットル）に対し試料の固型分（単位グラム）（注十三）を重量体積比三パーセントの割合となるように採り、速やかに溶媒（水）を満たして密栓する。
- (ニ) (イ)、(ロ)又は(ハ)について、常温（おおむね摂氏二十度）に保ちマグネチックスターラーで四時間連続してかくはんする（注十四）。
- (ホ) 十分から三十分程度静置後、混合液を正確に十ミリリットル分取し、これを検液とする。

ニ 検定操作

- (イ) ろ紙を分取した共栓付試験管にヘキサン十ミリリットルを加えて密栓し、十秒から二十秒程度激しく振り混ぜた後静置する。
- (ロ) ヘキサン層の一部の一定量（例えば五マイクロリットル）をマイクロシリンジ（注十五）を用いて採り、直ちにガスクロマトグラフに注入し、ガスクロマトグラムを記録する。
- (ハ) トリクロロエチレン等の保持時間に相当する位置のピークについて、ピーク高さ又はピーク面積を測定する（注十六）。
- (ニ) 検量線からトリクロロエチレン等の重量を求める。
- (ホ) 空試験として、あらかじめかくはん子を入れたねじ口付三角フラスコ（容量五百ミリリットルのもの）に水を満たしてハの(ニ)及び(ホ)並びに(イ)から(ハ)までの操作を行い、検液の測定結果を補正する。

（注十一） 試料の一グラム当たりの体積（ミリリットル）を測定し、（注十二）により求めた空げき容量からヘッドスペースを残さないように加える水の量を調整してもよい。

（注十二） 使用するねじ口付三角フラスコ（容量五百ミリリットルのもの）に使用するかくはん子を入れ質量を測定する。これに水を満たして密栓し、

その質量を測定する。前後の質量の差からねじ口付三角フラスコの空げき容量（単位ミリリットル）を求める。一度空げき容量を測定しておけば、同一容器及び同一かくはん子を用いることとすれば毎回測定する必要はなく、二回目以降はその空げき容量を用いてよい。

(注十三) 固型分は第一の表の試料液のハの規定による。

(注十四) 試料と水が均一に混じってかくはんされるようマグネチックスターラーを調整すること。また、試料溶液が発熱しないようにすること。

(注十五) 検量線作成に用いたものと同じものを用いる。

(注十六) 検量線の上限を超える場合には、二(イ)で得られたヘキサン層の一定量を取り、あらかじめヘキサンを入れた全量フラスコに入れ、適当な濃度に希釈して測定する。

四 検量線の作成

ヘキサン約八十ミリリットルを入れた全量フラスコ（容量百ミリリットルのもの）に混合標準液（注十七）を〇・五ミリリットルから十ミリリットルまで段階的に取り、ヘキサンを標線まで加える。この溶液を用いて(三)の二の(ロ)及び(ハ)の操作を行い、トリクロロエチレン等の量（ナノグラム）とピーク高さ又はピーク面積との関係線をそれぞれ作成する。検量線の作成は、試料測定時に行う。

(注十七) トリクロロエチレン等をそれぞれ単独で試験する場合には、(注十)で調製した標準液を用いて検量線を作成する。

備考

この検定方法における用語その他の事項でこの検定方法に定めのないものについては、日本工業規格に定めるところによる。

別表第三

(一) 試薬

イ 水

ロ アセトン

ガスクロマトグラフに注入したとき、トリクロロエチレン、テトラクロロエチレン、四塩化炭素、一・一・一・一トリクロロエタン及び一・一・二トリクロロエタン（以下本表において「トリクロロエチレン等」という。）の保持時間に相当する位置にピークのないもの（試薬の調製及び試験操作には、このアセトンを用いる。）

ハ ヘキサン

別表第二(一)ロに定めるもの

ニ 硫酸ナトリウム（無水）

硫酸ナトリウム（無水）を摂氏百十度で一時間加熱したもの

ホ トリクロロエチレン標準液

別表第二(一)ニに定めるもの

- ヘ テトラクロロエチレン標準液
別表第二(一)トに定めるもの
- ト 四塩化炭素標準液
別表第二(一)ヌに定めるもの
- チ 一・一・一トリクロロエタン標準液
別表第二(一)ワに定めるもの
- リ 一・一・二トリクロロエタン標準液
別表第二(一)ヨに定めるもの
- ヌ 混合標準液
別表第二(一)タに定めるもの

(二) 器具及び装置

- イ 共栓付三角フラスコ
容量百ミリリットルのもの
- ロ 超音波洗浄器
洗浄槽に共栓付三角フラスコ（容量百ミリリットルのもの）が入るもの
- ハ 共栓付試験管
容量十ミリリットルのもの
- ニ ガラス製ロート
- ホ グラスウール
石英のもの
- ヘ マイクロシリンジ
別表第二(二)チに定めるもの
- ト ガスクロマトグラフ
別表第二(二)リに定めるもの

(三) 試験操作

- イ 試料の取扱い
別表第二(三)イに準じて取り扱う。
- ロ 試料の作成
有姿のまま採取し、小石等の異物を除去したものとする。
- ハ 検定操作
 - (イ) 試料五グラムを共栓付三角フラスコ（容量百ミリリットルのもの）に正確に計り取り、これにアセトン百ミリリットルを加えて密栓し（注一）、三十秒程度振り混ぜた後、超音波洗浄器の洗浄槽に入れ、十分間抽出し、静置する。
 - (ロ) アセトン層二ミリリットルを共栓付試験管（容量十ミリリットルのもの）に分取し、ヘキサン二ミリリットル及び水二から三ミリリットルを加えて密栓し、三十秒程度激しく振り混ぜた後静置する。

- (ハ) ヘキサン層約一ミリリットルをとり、グラスウールを敷き硫酸ナトリウム（無水）約一グラムをのせたロートを用いて脱水ろ過する。
- (ニ) ろ液の一定量（例えば五マイクロリットル）をマイクロシリンジを用いてとり、直ちにガスクロマトグラフに注入し、ガスクロマトグラムを記録する。
- (ホ) トリクロロエチレン等の保持時間に相当する位置のピークについて、ピーク高さ又はピーク面積を測定する。
- (ハ) 検量線からトリクロロエチレン等の重量を求める。
- (ト) 空試験として、アセトン百ミリリットルを用いて(ロ)から(ハ)までの操作を行い、検液の測定結果を補正する。

（注一） 試料が固まっている場合にはガラス棒を用いて破砕すること。

四 検量線の作成

ヘキサン約八十ミリリットルを入れた全量フラスコ（容量百ミリリットルのもの）に混合標準液を〇・五ミリリットルから十ミリリットルまで段階的にとり、ヘキサンを標線まで加える。この溶液を用いて(三)のハの(ニ)及び(ホ)の操作を行い、トリクロロエチレン等の量（ナノグラム）とピーク高さ又はピーク面積との関係線をそれぞれ作成する。検量線の作成は、試料測定時に行う。

備考

この検定方法における用語その他の事項でこの検定方法に定めのないものについては、別表第二及び日本工業規格に定めるところによる。

別表第四

前処理は、(一)に掲げるアセトン抽出を行った後、(二)に掲げる溶媒抽出又は固相抽出のいずれかを行うこととし、空試験のための前処理は、(三)に掲げる操作を行うものとする。

(一) アセトン抽出

有姿のまま採取した試料をビーカーに採り、金属製以外のへらを用いて小塊^{かい}をつぶし、均質な状態としたものを二ミリメートル目の合成繊維製ふるい（金属製枠のものを除く。）にかけ、通過したものから十グラムを共栓付三角フラスコ（容量五十ミリリットルのもの）に正確に計り取り、これにアセトン二十ミリリットルを加えて密栓し（注一）、三十秒程度振り混ぜ、超音波洗浄器の洗浄槽に十分間入れ抽出した後、静置する。アセトン層を共栓付メスシリンダー（容量五十ミリリットルのもの）に採り、再び先の共栓付三角フラスコ（容量五十ミリリットルのもの）にアセトン二十ミリリットルを加えて密栓し、同様の抽出操作を行い、分離したアセトン層を先の共栓付メスシリンダーに合わせる。このアセトン層を濃縮器を用いて五ミリリットルに濃縮し、これを共栓付三角フラスコ（容量百ミリリットルのもの）に移し、水を加えて全量を百ミリリットルとする。

（注一） 試料が固まっている場合にはガラス棒を用いて破砕すること。

(二) 溶媒抽出又は固相抽出

イ 溶媒抽出（試験対象物質がシマジン又はチオベンカルブである場合に限る。）

共栓付三角フラスコからアセトン抽出液百ミリリットルを分液ロートに採り、塩化ナトリウム五グラム及びジクロロメタン十ミリリットルを加え、振とう機を用いて約十分間振とうし、放置した後、ジクロロメタン層を三角フラスコ（容量五十ミリリットルのもの）に移す。再び先の分液ロートの水層にジクロロメタン十ミリリットルを加え、同様の抽出操作を行い、分離したジクロロメタン層を先の三角フラスコに合わせる。ジクロロメタン層に硫酸ナトリウム（無水）約三グラムを加えて脱水した後、濃縮器を用いて約一ミリリットルに濃縮する。濃縮液にヘキサン約二十ミリリットルを加え、濃縮器を用いて五ミリリットルに定容する。

ロ 固相抽出（試験対象物質がチウラムである場合に限る。）

共栓付三角フラスコに塩酸（一十一）を加え水素イオン濃度指数が三・五となるように調整したアセトン抽出液百ミリリットルを固相カラム（注二）に吸引しながら毎分十ミリリットル以上二十ミリリットル以下で流下させる。水とアセトニトリルを体積比七対三の割合で混合した液三ミリリットルを流し、固相カラムを洗浄した後、約十分間、吸引、遠心分離等で水分を分離除去する。固相カラムの上端からアセトニトリル三ミリリットルを緩やかに通し、チウラムを溶出させ、試験管に受ける。溶出液に窒素ガスを緩やかに吹き付けて一ミリリットルに定容する。

ハ 固相抽出（試験対象物質がシマジン又はチオベンカルブである場合に限る。）

共栓付三角フラスコからアセトン抽出液百ミリリットルを固相カラム（注二）に吸引しながら毎分十ミリリットル以上二十ミリリットル以下で流下させる。水十ミリリットルを流し、固相カラムを洗浄した後、約十分間、吸引、遠心分離等で水分を分離除去する。固相カラムの上端からアセトン三ミリリットルを緩やかに通し、試験対象物質を溶出させ、試験管に受ける。溶出液に窒素ガスを緩やかに吹き付けて一ミリリットルに定容する。ヘキサン約二十ミリリットルを加え、濃縮器を用いて、五ミリリットルに定容する。

（注二） 妨害物質が存在するために固相カラムに試験対象物質が保持されにくいことが想定される場合には、複数の固相カラムを連結して用いる。

(三) (二)の操作の空試験

アセトン四十ミリリットルを濃縮器を用いて五ミリリットルに濃縮し、これを共栓付三角フラスコ（容量百ミリリットルのもの）に移し、水を加えて全量を百ミリリットルとして試料を用いて、(二)の操作を行う。

備考

本表における用語その他の事項で本表に定めのないものについては、水質環境基準告示付表四及び付表五に定めるところによる。

別表第五

(一) 試薬

イ ヘキサン

ロ 硫酸ナトリウム（無水）

硫酸ナトリウム（無水）百グラムにヘキサン五十ミリリットルを加えて振り混ぜ、ろ別し、残留物に再びヘキサン二十五ミリリットルを加えて振り混ぜ、ろ別した残留物を風乾したもの

ハ ソジウムビフェニル有機溶媒溶液

ガラス製又はポリエチレン製の容器に封入されたものであって、有効期間を過ぎていないもの（保存する場合には、冷暗所で保存する。）

ニ 硝酸溶液（五モル毎リットル）

ホ 硫酸第二鉄アンモニウム溶液

硫酸第二鉄アンモニウム六十・三グラムを全量フラスコ（容量五百ミリリットルのもの）に採り、水百ミリリットルを加え、内容物を緩くかき混ぜながら硝酸二百八十ミリリットルを加え、水で標線まで薄めたもの

ヘ チオシアン酸第二水銀エタノール溶液

チオシアン酸第二水銀一・五グラムをエタノール（九十五容量パーセント）五百ミリリットルに溶かしたものであって、(四)に規定する試薬空試験値が吸光度で〇・〇五以下のもの

ト 塩化物イオン標準液

塩化ナトリウム（容量分析用標準試料）〇・三二九六グラムを全量フラスコ（容量千ミリリットルのもの）に正確に計り取り、水で標線まで薄め、更にこのうち五十ミリリットルを全量フラスコ（容量五百ミリリットルのもの）に正確に計り取り、水で標線まで薄めたもの（この溶液一ミリリットルは塩化物イオン二十マイクログラムを含む。）

(二) 器具及び装置

イ 全量フラスコ

容量二十五ミリリットル、五十ミリリットル、百ミリリットル、五百ミリリットル及び千ミリリットルのもの

ロ 共栓付三角フラスコ

容量百ミリリットル及び二百ミリリットルのもの

ハ 分液ロート

容量百ミリリットル、二百ミリリットル及び五百ミリリットル以上千ミリリットル以下のもの

ニ 遠心分離機

ホ 吸収セル

長さ十ミリメートル以上のもの

へ 光電光度計又は光電分光光度計

(三) 試験操作

イ ヘキサン抽出

(イ) 有機性の汚泥にあつては、有姿のまま採取し、小石等の異物を除去し、均質な状態としたもの二十五グラムを共栓付三角フラスコ（容量二百ミリリットルのもの）に正確に計り取り、これにヘキサン五十ミリリットルを加えて五分間振り混ぜた後、三千重力加速度で十分間遠心分離を行い、ヘキサン層を分液ロート（容量二百ミリリットルのもの）に移し、残留物をもとの共栓付三角フラスコに戻し、ヘキサン五十ミリリットルを加え、同様の抽出操作を繰り返し、分離したヘキサン層を先のロートに合わせる。

無機性の汚泥にあつては、第一の一の検液百二十五ミリリットル、廃酸又は廃アルカリにあつては、第一の三の検液の適量（試料百二十五ミリリットルを含む量）を分液ロートA（容量五百ミリリットル以上千ミリリットル以下のもの）に採り、ヘキサン五十ミリリットルを加え、十分間振り混ぜ、静置した後（必要があれば遠心分離を行う。）、水層を分液ロートB（容量五百ミリリットル以上千ミリリットル以下のもの）に移し、ヘキサン五十ミリリットルを分液ロートBに加え、同様の抽出操作を繰り返し、分離したヘキサン層を分液ロートAに合わせる。

(ロ) ヘキサン層を水十ミリリットルで三回から五回水洗いし、十分に水を分離した後、共栓付三角フラスコ（容量百ミリリットルのもので、あらかじめ乾燥したもの）に移し、少量の硫酸ナトリウム（無水）を加えて脱水する。次に脱水したヘキサン溶液を全量フラスコ（容量百ミリリットルのもの）に移し、残留物を少量のヘキサンで洗い、洗液を全量フラスコに合わせ、ヘキサン溶液をヘキサンで標線まで薄める。

ロ 水による逆抽出

全量フラスコからヘキサン抽出液十ミリリットル以上五十ミリリットル以下を分液ロートC（容量百ミリリットルのもの）に正確に計り取り、ソジウムビフェニル有機溶媒溶液十ミリリットルを加え、ヘキサン溶液に青緑色が残ることを確認した後（青緑色が消える場合は、更にソジウムビフェニル有機溶媒溶液十ミリリットルを加える。）、室温で五分間放置する。次にこのヘキサン溶液に水二十ミリリットルを加えて振り混ぜ、更に硝酸溶液（五モル毎リットル）十ミリリットルを加えて振り混ぜ、静置した後、水層を分液ロートD（容量百ミリリットルのもの）に移し、これにヘキサン二十ミリリットルを加えて振り混ぜ、静置した後、水層を全量フラスコ（容量五十ミリリットルのもの）に移す。分液ロートCのヘキサン層に水十ミリリットルを加えて振り混ぜ、静置した後、分離した水層を分液ロートDに合わせて振り混ぜ、静置した後、水層を先の全量フラスコに合わせ、水で標線まで薄める

(濁りがある場合は、ろ紙五種Bを用いてろ過した後、薄める。)

ハ ロの操作の空試験

ロの操作で用いたヘキサン抽出液と同量のヘキサンについて、ロの操作と同様の操作を行う。

ニ 吸光度の測定

次式によってロの抽出液の正味の吸光度を算出する。

$$\text{正味の吸光度} = A_1 - A_2 - A_3 + A_4$$

ここで、 A_1 、 A_2 、 A_3 及び A_4 は、それぞれ次の(イ)から(ニ)までに掲げる吸光度である。

(イ) 吸光度 A_1

ロの抽出液二十ミリリットルを全量フラスコ（容量二十五ミリリットルのもの）に正確に計り取り、硫酸第二鉄アンモニウム溶液二ミリリットルを加えて振り混ぜ、チオシアン酸第二水銀エタノール溶液二ミリリットルを加え、水で標線まで薄め、約十分間放置した後、吸収セルに移し、水を対照液として波長四百六十ナノメートル付近でその吸光度を測定したもの

(ロ) 吸光度 A_2

ロの抽出液二十ミリリットルを全量フラスコ（容量二十五ミリリットルのもの）に正確に計り取り、硫酸第二鉄アンモニウム溶液二ミリリットルを加えて振り混ぜ、水で標線まで薄め、約十分間放置した後、吸収セルに移し、水を対照液として波長四百六十ナノメートル付近でその吸光度を測定したもの。

(ハ) 吸光度 A_3

ハの抽出液につき、(イ)の操作と同様の操作によって吸光度を測定したもの

(ニ) 吸光度 A_4

ハの抽出液につき、(ロ)の操作と同様の操作によって吸光度を測定したもの

ホ 試料又は検液中の有機塩素化合物に含まれる塩素の重量の算出

次式によって試料又は検液中の有機塩素化合物に含まれる塩素の重量 A （単位ミリグラム）を算出する。

$$A = 2.50 \times M \times \frac{100}{n}$$

ここで、 M は、ニにおいて算出した正味の吸光度から、あらかじめ四により作成した検量線を用いて求めた塩素の重量（単位ミリグラム）であり、 n は、ロの操作に用いたヘキサン抽出液の容量（単位ミリリットル）である。

四 検量線の作成

塩化物イオン標準液一ミリリットルから十ミリリットルまでを全量フラスコ（容量二十五ミリリットルのもの）に段階的に採り、これにそれぞれ水を加えて約二十ミリリットルとした後、(三)ニ(イ)に規定する操作と同様の操作を行い、それぞれ吸光度を測

定する。次に水二十ミリリットルを別の全量フラスコ（容量二十五ミリリットルのもの）に採ったものについて、これと同様の操作を行い、吸光度を測定し、これを試薬空試験値とし、塩化物イオンの重量（溶液二十五ミリリットルに含まれるミリグラム数）と吸光度（試薬空試験値を差し引いたもの）との関係線を求めることにより検量線を作成する。

備考

この検定方法における用語その他の事項でこの検定方法に定めのないものについては、日本工業規格に定めるところによる。

別表第六

(一) 試薬

イ 水

ロ 過塩素酸（六十重量パーセント）

日本工業規格K八二二三（二〇〇六）に定めるものを、加熱して白煙を発生させた後、放冷したもの

ハ リン酸

日本工業規格K九〇〇五（二〇〇六）に定めるもの

ニ 水酸化ナトリウム溶液（百グラム毎リットル）

日本工業規格K八五七六（二〇〇六）に定める水酸化ナトリウム十グラムを水に溶かして百ミリリットルとしたもの

ホ 二酸化珪素

日本工業規格K八八八五（一九九四）に定める二酸化珪素で粒径百マイクロメートル以上百五十マイクロメートル以下のもの（注一）

ヘ フェノールフタレイン溶液（五グラム毎リットル）

日本工業規格K八七九九（二〇一二）に定めるフェノールフタレイン〇・五グラムを日本工業規格K八一〇二（二〇一二）に定めるエタノール（九十五容量パーセント）五十ミリリットルに溶かし、水を加えて百ミリリットルとしたもの

ト 溶離液

溶離液は装置の種類及び分離カラムに充填した陰イオン交換体の種類によって異なるので、あらかじめ分離の状況を確認する（注二）。分離状態が良くない場合には、溶離液の種類及び濃度を変えて検討し、良好ならばその溶離液を用いる（注三）。

チ 除去液

除去液は、除去カラムを用いる場合に使用するが、装置の種類及び除去カラムの種類によって異なるので、あらかじめ分離カラムと組み合わせて性能を確認する。除去液の性能が良くない場合には、除去液の種類及び濃度を変えて検討し、良好ならばその除去液を用いる（注四）。

リ 弗化物イオン標準原液（注五）

日本工業規格K八〇〇五（二〇〇六）に定める容量分析用標準物質の弗化ナトリウムを白金皿に採り、摂氏五百度で約一時間加熱しデシケーター中で放冷した後、弗化ナトリウム百パーセントに対してその〇・二二グラムを採り、少量の水に溶かし、全量フラスコ（容量千ミリリットルのもの）に移し入れ、水を標線まで加えたもの（ポリエチレン瓶に保存する。この溶液一ミリリットルは弗化物イオン百マイクログラムを含む。）

ヌ 弗化物イオン標準液

弗化物イオン標準原液五ミリリットルを全量フラスコ（容量百ミリリットルのもの）に採り、水を標線まで加えたもの（この溶液一ミリリットルは弗化物イオン五マイクログラムを含む。）

（注一） 結晶質のものを用いる。品質が分からない場合には、白金るつぼ中で摂氏千百五十度以上で約一時間加熱し、デシケーター中で放冷したものを用いる。この場合弗化物イオン標準液十ミリリットルを採り、(三)イ(ロ)から(ホ)まで、ロ及びハの操作を行って回収率を確認する。

（注二） 陰イオン混合標準液（一リットル中に弗化物イオン十ミリグラム、塩化物イオン十ミリグラム、亜硝酸イオン十ミリグラム、臭化物イオン十ミリグラム、硝酸イオン十ミリグラム及び硫酸イオン十ミリグラムを含むもの）の一定量をシリンジでイオンクロマトグラフの分離カラムに注入し、溶離液を一定の流量（例えば毎分一ミリリットルから二ミリリットル）で流してクロマトグラムを求め、それぞれの陰イオンが分離（分離度一・三程度）できるものを用いる。

（注三） 例えば、分離カラムと除去カラムを組み合わせた方式では、炭酸水素ナトリウム溶液（八ミリモル毎リットル）と炭酸ナトリウム溶液（八ミリモル毎リットル）を等容に混合したもの。分離カラム単独の方式では、フタル酸溶液（五ミリモル毎リットル）と二アミノ二ヒドロキシメチル一・三プロパンジオール〔トリス（ヒドロキシメチル）アミノメタン〕溶液（五ミリモル毎リットル）を等容に混合したもの

（注四） 例えば、硫酸でその濃度が十ミリモル毎リットルから二十五ミリモル毎リットルのもの

（注五） 市販品を用いてもよい。

(二) 器具及び装置

イ 水蒸気蒸留装置

ロ シリンジ

容量一ミリリットル以上十ミリリットル以下のもの

ハ イオンクロマトグラフ

次に掲げる条件を満たすもので、一リットル中に含まれる〇・一ミリグラムの^{ふつ}弗化物イオンを検出できるもの（分離カラムと除去カラム（注六）を組み合わせた方式のものと分離カラム単独の方式のものがある。）

(イ) 分離カラム

ステンレス鋼製又は合成樹脂製のもの（注七）に、強塩基性陰イオン交換体を充填したもの（注二）

(ロ) 検出器

電気伝導度検出器

(注六) 溶離液中の陽イオンを水素イオンに変換するためのもので、溶離液中の陽イオン濃度に対して十分なイオン交換容量をもった陽イオン交換膜又は同様な性能をもった陽イオン交換体を充填したもの。除去液と組み合わせて用いる。

(注七) 例えば、^{ふつ}四弗化エチレン樹脂製、ポリエーテルエーテルケトン製等がある。

(三) 試験操作

イ 水蒸気蒸留

(イ) 検液の適量（^{ふつ}弗化物イオンとして〇・〇二五ミリグラム以上を含む量）を磁器蒸発皿又はビーカーに採り、フェノールフタレイン溶液（五グラム毎リットル）二、三滴を加え、水酸化ナトリウム溶液（百グラム毎リットル）を滴加して微アルカリ性とした後、加熱して約三十ミリリットルに濃縮する（注八）。

(ロ) 蒸留フラスコ（注九）中に水約十ミリリットルで洗い移す。次に、二酸化^{けい}硅素約一グラム、^{りん}磷酸一ミリリットル、過塩素酸（六十重量パーセント）四十ミリリットル（注十）及び粒径二ミリメートル以上三ミリメートル以下の沸騰石約十個を加える。受器の全量フラスコ（容量二百五十ミリリットルのもの）には水二十ミリリットル（注十一）を加え、逆流止めの先端は水面下に保つ。

(ハ) 蒸留フラスコを直接加熱し、蒸留フラスコ内の液温が摂氏約百四十度に達してから、水蒸気を通す。

(ニ) 蒸留温度を摂氏百四十度以上百五十度以下、留出速度を毎分三ミリリットル以上五ミリリットル以下に調節し、受器の液量が約二百二十ミリリットルになるまで蒸留を続ける。

(ホ) 冷却器と逆流止めを取り外し、冷却器の内管及び逆流止めの内外を少量の水で洗い、洗液も受器に加え、更に水を標線まで加える。

ロ イオンクロマトグラフによる測定

(イ) イオンクロマトグラフを作動できる状態にし、分離カラムに溶離液を一定の流量（例えば毎分一ミリリットルから二ミリリットル）で流しておく。除去カラムを必要とする装置では除去液を一定の流量で流しておく。

- (ロ) イの蒸留操作で得た留出液（注十二）の一定量（例えば五十マイクロリットルから二百マイクロリットル）をシリンジを用いてイオンクロマトグラフの分離カラムに注入し、一定の流量（例えば毎分一ミリリットルから二ミリリットル）の溶離液で溶離し、クロマトグラムを記録する（注十三）。
- (ハ) クロマトグラフ上の^{フッ}化物イオンの保持時間に相当するピークについて、指示値を読み取る。
- (ニ) 試料を薄めた場合（注十二の操作による。）には、(ロ)の空試験として試料と同量の水をシリンジで採り、(ロ)の操作を行って結果を補正する。
- ハ 検液中の^{フッ}化物に含まれる^{フッ}素の重量の算出
次式によって検液中の^{フッ}化物に含まれる^{フッ}素の重量A（単位ミリグラム）を算出する。

$$A = M \times \frac{250}{V}$$

ここで、Mは、ロの操作で得られた指示値から、あらかじめ四により作成した検量線を用いて求めた^{フッ}化物イオンの量（単位ミリグラム）であり、Vは、ロの操作においてシリンジを用いてイオンクロマトグラフに注入した留出液の量（単位ミリリットル）である。

(注八) 有機性の汚泥並びに廃酸及び廃アルカリにあつては、第一の二又は三の検液の適量を直接蒸留フラスコ中に採り、水で約四十ミリリットルとした後、イ(ロ)以降の操作を行つてよい。

(注九) 蒸留フラスコに代えて二重管形の蒸留フラスコを用いてイ(ロ)の操作を行つてもよい。この場合、その外筒に日本工業規格K九五二〇（一九九二）に定める一・一・二・二-テトラクロロエタン（沸点摂氏百四十六・三度）を入れ、外筒を直接加熱して一・一・二・二-テトラクロロエタンが沸騰し始めてから水蒸気を通し、以下イ(ニ)及び(ハ)の操作を行う。

(注十) 日本工業規格K八九五一（二〇〇六）に定める硫酸三十ミリリットルをビーカーに入れ加熱して、白煙を発生させた後、放冷したものをを用いてもよい。

(注十一) 検液中に^{フッ}化物イオン以外のハロゲン化物が多量に含まれる場合には、水酸化ナトリウム溶液（四十グラム毎リットル）数滴とフェノールフタレイン溶液（五グラム毎リットル）数滴を加えておく。受器中の溶液は蒸留が終わるまで微紅色を保つように、必要に応じて水酸化ナトリウム溶液（四十グラム毎リットル）を滴加する。

(注十二) 濁りがある場合には、孔径〇・四五マイクロメートルのろ過材、ろ紙五種C又はろ紙六種（いずれもあらかじめ水及び少量の留出液で洗つておく。）でろ過する。また、電気伝導率が十ミリジーメンス毎メートル

(摂氏二十五度) を超える場合には、水を加えて電気伝導率が十ミリジーメンズ毎メートル以下になるようにする。

(注十三) 有機酸と弗化物イオンのピークが重なることがあるので注意する。

四 検量線の作成

弗化物イオン標準液を全量フラスコ(容量百ミリリットルのもの)に段階的に採り、これにそれぞれ水を標線まで加えた後、(三)ロ(イ)から(ハ)までに規定する操作と同様の操作を行い、それぞれの弗化物イオンに相当する指示値を読み取る。別に、空試験として水について(三)ロ(イ)から(ハ)までに規定する操作と同様の操作を行い、それぞれ弗化物イオンに相当する指示値を補正した後、弗化物イオンの量と指示値との関係線を作成する。検量線の作成は、試料測定時に行う。

備考

この検定方法における用語その他の事項でこの検定方法に定めのないものについては、日本工業規格に定めるところによる。

別表第七

第一 フレーム原子吸光法

(一) 試薬

イ 水

ロ ベリリウム標準液

日本工業規格K〇一〇二(二〇〇八)の附属書一のXIVに定めるもの

(二) 器具及び装置

イ フレーム原子吸光分析装置

一酸化二窒素・アセチレン用高温バーナーを備えたもの

ロ ベリリウム中空陰極ランプ

(三) 試験操作

イ 検液を日本工業規格K〇一〇二(二〇〇八)の五・五に定める方法によって前処理する。

ロ イの操作を行った検液を日本工業規格K〇一〇二(二〇〇六)の八に定める操作に従って、一酸化二窒素・アセチレンフレーム中に噴霧し、二百三十四・九ナノメートルの波長の指示値を読み取る。

ハ 空試験として、イの操作を行う前の検液の量と同量の水を採り、イ及びロの操作を行って、検液について得た指示値を補正する。

ニ 検量線からベリリウムの量を求め、検液中のベリリウム濃度を算出する。

(四) 検量線の作成

ベリリウム標準液を全量フラスコ(容量百ミリリットルのもの)に段階的に採り、(三)イの操作を行った検液と同じ条件になるように酸を加えた後、水を標線まで加え

る。この溶液について(三)ロの操作を行い、ベリリウムの量と指示値との関係線を作成する。検量線の作成は、試料測定時に行う。

第二 電気加熱原子吸光法

(一) 試薬

イ 第一(一)に定めるもの

ロ 硝酸パラジウム(Ⅱ)溶液

日本工業規格K〇一〇二(二〇〇八)の五十四・二に定めるもの

(二) 器具及び装置

イ 電気加熱原子吸光装置

電気加熱方式でバックグラウンド補正が可能なもの

ロ 発熱体

黒鉛製又は耐熱金属製のもの

ハ ベリリウム中空陰極ランプ又は無電極放電ランプを備えた電気加熱原子吸光分析装置

バックグラウンド補正が可能なもの

ニ フローガス

日本工業規格K一一〇五(二〇〇五)に定めるアルゴン二級

ホ マイクロピペット

日本工業規格K〇九七〇(一九八九)に定めるプッシュボタン式液体用微量体積計(容量五マイクロリットル以上五百マイクロリットル以下のもの)又は自動注入装置

(三) 試験操作

イ 検液を日本工業規格K〇一〇二(二〇〇八)の五・五に定める方法によって前処理する。

ロ イの操作を行った検液の一定量(例えば十マイクロリットルから五十マイクロリットル)をマイクロピペットで発熱体に注入し、日本工業規格K〇一〇二(二〇〇八)の五十四・二に定める操作に従って、乾燥した後、灰化し、次に原子化し、二百三十四・九ナノメートルの波長の指示値を読み取る(注一)(注二)(注三)。

ハ 空試験として、イの操作を行う前の検液の量と同量の水を採り、イ及びロの操作を行って、検液について得た指示値を補正する。

ニ 検量線からベリリウムの量を求め、検液中のベリリウムの濃度を算出する。

(注一) 乾燥、灰化及び原子化の条件は装置によって異なる。検液の注入量及び共存する塩類の濃度によっても異なることがある。

(注二) 引き続き少なくともロの操作を三回繰り返し、指示値が合うことを確認する。

(注三) 必要に応じマトリックスモディファイヤーとして硝酸パラジウムを測定時に添加する。操作は日本工業規格K〇一〇二(二〇〇八)の五十四・二に定める方法によって行う。

四 検量線の作成

ベリリウム標準液を全量フラスコ(容量百ミリリットルのもの)に段階的に採り、(三)イの操作を行った検液と同じ条件になるように酸を加えた後、水を標線まで加える。この溶液について(三)ロの操作を行い、ベリリウムの量と指示値との関係線を作成する。検量線の作成は、試料測定時に行う。

第三 ICP発光分析法

(一) 試薬

イ 第一(一)に定めるもの

ロ イットリウム溶液(五十マイクログラム毎ミリリットル)

日本工業規格K〇一〇二(二〇〇八)の四十七・三の備考五の六)に定めるもの

(二) 器具及び装置

ICP発光分析装置

(三) 試験操作

イ 検液を日本工業規格K〇一〇二(二〇〇八)の五・五に定める方法によって前処理する。

ロ イの操作を行った検液を全量フラスコ(容量百ミリリットルのもの)に採り、内標準法の操作に従って、イットリウム溶液(五十マイクログラム毎ミリリットル)十ミリリットルを加え、水を標線まで加える。

ハ ロの溶液を日本工業規格K〇一一六(二〇〇三)の五に定める操作に従って、プラズマ中に噴霧し、ベリリウム(三百十三・〇四ナノメートル、二百三十四・九ナノメートル又は三百十三・一一ナノメートル)及びイットリウム(三百七十一・〇三ナノメートル)の発光強度を測定し、イットリウムに対するベリリウムの発光強度比を求める(注一)。

ニ 空試験として、試料に代えて水を用いてイ及びロの操作を行い、イットリウムに対するベリリウムの発光強度比を求め、ハで得た発光強度比を補正する。

ホ 検量線からベリリウムの量を求め、検液中のベリリウムの濃度を算出する(注二)。

(注一) 共存元素による分光干渉の有無を必ず確認する。

(注二) 塩類濃度が高く内標準法が適用できない場合には、日本工業規格K〇一一六(二〇〇三)の五・八・三のb)に定める標準添加法を用いる。ただし、この場合は、検液の種類によらずバックグラウンド補正を行う必要がある。

(四) 検量線の作成

ベリリウム標準液を全量フラスコ(容量百ミリリットルのもの)に段階的に採り、(三)イの操作を行った検液と同じ条件になるように酸を加えた後、イットリウム溶液(五十マイクログラム毎ミリリットル)十ミリリットルを加え、水を標線まで加える。この溶液について(三)ハの操作を行い、イットリウムに対するベリリウムの発光強度比を求める。別に空試験として水について検量線の作成に用いた標準溶液と同じ操作を行って、ベリリウムの量とイットリウムに対するベリリウムの発光強度比との関係線を作成する。検量線の作成は、試料測定時に行う。

第四 I C P 質量分析法

(一) 試薬

第一(一)に定めるもの

(二) 器具及び装置

I C P 質量分析計

(三) 試験操作

イ 検液を日本工業規格K〇一〇二(二〇〇八)の五・五に定める方法によって前処理する。

ロ イの操作を行った検液に内標準元素を加え、日本工業規格K〇一〇二(二〇〇八)の五十二・五に定める操作に従って、プラズマ中に噴霧し、内標準元素に対するベリリウムの質量数/電荷の指示値との比を求める(注一)。

ハ 空試験として、イの操作を行う前の検液の量と同量の水を採り、イ及びロの操作を行って、検液について得た定量値を補正する。

ニ 内標準法からベリリウムの量を求め、検液中のベリリウムの濃度を算出する(注二)。

(注一) ベリリウムの質量数は九で、内標準元素はイットリウムを用いる。ただし、検液にイットリウムが存在する場合は、ガリウム、ゲルマニウム等検液に含まれない元素を用いる。

(注二) 塩類濃度が高く内標準法が適用できない場合には、日本工業規格K〇一三三(二〇〇七)の十二・二c)に定める標準添加法を用いる。

(四) 検量線の作成

ベリリウム標準液を全量フラスコ(容量百ミリリットルのもの)に段階的に採り、(三)イの操作を行った検液と同じ条件になるように酸及び内標準液を加えた後、水を標線まで加える。この溶液について(三)ロの操作を行う。別に空試験として水について検量線の作成に用いた標準溶液と同じ条件になるように酸及び内標準液を加えた後、(三)ロの操作を行って、ベリリウムと内標準元素の指示値との比を求め、ベリリウムの量との関係線を作成する。検量線の作成は、試料測定時に行う。

備考

この検定方法における用語その他の事項でこの検定方法に定めのないものについては、日本工業規格の定めるところによる。

別表第八

試料五グラムを共栓付三角フラスコ（容量百ミリリットルのもの）に正確に計り取り、これにメタノール百ミリリットルを加えて密栓し（注）、三十秒程度振り混ぜた後、超音波洗浄器（洗浄槽に共栓付三角フラスコ（容量百ミリリットルのもの）が入るもの）の洗浄槽に入れ、十分間抽出し、静置する。

（注） 試料が固まっている場合にはガラス棒を用いて破砕すること。

備考

本表における用語その他の事項で本表に定めのないものについては、日本工業規格に定めるところによる。

別表第九

（一） 試薬

イ 水（注一）

ロ メタノール

日本工業規格K八八九一（二〇〇六）に定めるもの（注一）

ハ 一・四ージオキサン

日本工業規格K八四六一（二〇〇七）に定めるもの

ニ 一・四ージオキサン標準原液（一グラム毎リットル）

一・四ージオキサン標準物質百ミリグラムを全量フラスコ（容量百ミリリットルのもの）に採り、メタノールを標線まで加えたもの（注二）

ホ 内標準原液（一グラム毎リットル）

一・四ージオキサン—d八標準品百ミリグラムを全量フラスコ（容量百ミリリットルのもの）に採り、メタノールを標線まで加えたもの（注二）

ヘ 内標準液（百ミリグラム毎リットル）

内標準原液十ミリリットルを全量フラスコ（容量百ミリリットルのもの）に採り、水を標線まで加えたもの（注三）

（注一） 一・四ージオキサンを含まないことを確認しておく。

（注二） 暗所摂氏マイナス二十度以下で保存する。

（注三） 暗所摂氏四度で保存し、保存期間は一月とする。

（二） 器具及び装置

イ バイアル

ガラス製で、試料五グラム及びメタノール十ミリリットルを入れ超音波抽出を行うことができる容量があり、密栓できるもの

- ロ ガラス製注射筒
容量五ミリリットルのもの
- ハ カートリッジ型ODS充填カラム
あらかじめメタノール十ミリリットル及び水二十ミリリットルで洗浄したもの
- ニ カートリッジ型陰イオン交換樹脂充填カラム
あらかじめ〇・二モル毎リットル水酸化ナトリウム十ミリリットル、メタノール二十ミリリットル及び水二十ミリリットルで洗浄したもの
- ホ カートリッジ型陽イオン交換樹脂充填カラム
あらかじめ一モル毎リットル塩酸十ミリリットル、メタノール二十ミリリットル及び水二十ミリリットルで洗浄したもの
- ヘ マイクロシリンジ
別表第二(二)ニに定めるもの
- ト ガスクロマトグラフ質量分析計
次の条件を満たすもの又はこれと同等以上の分離能、定量精度を有するもの
 - (イ) ガスクロマトグラフ
 - (i) キャピラリーカラム (注四)
内径〇・二ミリメートル以上〇・三二ミリメートル以下、長さ二十五メートル以上百二十メートル以下の石英ガラス製、硬質ガラス製若しくは内面を不活性処理したステンレス鋼製のものであって、内面にフェニルメチルポリシロキサン若しくはジメチルポリシロキサンを〇・一マイクロメートル以上三マイクロメートル以下の厚さで被覆したもの又はこれと同等の分離能を有するもの
 - (ii) キャリヤーガス
体積百分率九十九・九九九九以上のヘリウム (注五) であって、線速度を毎秒二十センチメートル以上四十センチメートル以下としたもの
 - (iii) 試料導入方法
一対十のスプリット比で導入できるもの
 - (iv) 試料導入部温度
摂氏百五十度以上二百五十度以下
 - (v) カラム槽昇温プログラム
摂氏三十五度から二百三十度までの温度調節の精度があり、昇温が可能なもの (例えば、摂氏四十度に約二分間保ち、毎分摂氏三度で摂氏百度まで昇温した後に、毎分摂氏三十度で摂氏二百二十度まで昇温し、四分間保つことができるもの。)
 - (ロ) 質量分析計
 - (i) 検出器

電子衝撃イオン化法（E I 法）が可能で、選択イオン検出法又はこれと同等の性能を有する方法でクロマトグラム測定が可能なもの

(ii) イオン源

温度を摂氏百五十度から二百五十度までに保つことができるもの

(注四) きょう雑物の影響がある場合、シアノプロピルメチルポリシロキサンを被覆したもので分離できることがある。

(注五) キャリヤーガスから対象とする物質が検出された場合は、モレキュラーシーブ等を充填した精製管で精製する必要がある。

(三) 試験操作 (注六)

イ 試料の取扱い

別表第二(三)に準じて取り扱う。

ロ 試料の作成

別表第三(三)に準じて取り扱う。

ハ 検定操作

(イ) 試料五グラムをバイアルに正確に計り取り、これに内標準液適量とメタノール十ミリリットルを加えて密栓する。(注七) (注八)

(ロ) 三十秒程度振り混ぜた後、超音波洗浄器の洗浄槽に入れ、十分間抽出し、静置する。

(ハ) 上澄みのメタノール層五ミリリットル(注九)をカートリッジ型ODS充填カラムに通し、精製する。

(ニ) (ハ)の精製液四ミリリットルを、連結したカートリッジ型陰イオン交換樹脂充填カラム及び陽イオン交換樹脂充填カラムに通し、精製する。

(ホ) (ニ)の精製液の一定量(例えば一マイクロリットル)をマイクロシリンジを用いて採り、直ちにガスクロマトグラフ質量分析計に導入する。

(ヘ) 一・四ージオキサン及び一・四ージオキサン-d 八の保持時間、定量用質量数及び確認用質量数(注十)のイオン強度比を確認し、該当するピーク面積を測定する。(注十一)

(ト) 検量線から一・四ージオキサンの重量を求める。

(チ) 空試験として、バイアルに内標準液適量とメタノール十ミリリットルを加えて密栓した後に(ロ)から(ヘ)までの操作を行い、検液の測定結果を補正する。

(注六) 試料を分析する前に添加回収試験を行い、一・四ージオキサンの回収率が七十パーセント以上百二十パーセント以下であることを確認する。

(注七) 試料が固まっている場合にはガラス棒を用いて破碎すること。

(注八) ハ(ホ)でガスクロマトグラフ質量分析計に導入する検液一ミリリットルにつき、一・四ージオキサン-d 八を〇・五マイクログラム含むように調製する。

(注九) 所定量の上澄み液が得られない場合は、遠心分離を行うことにより、上澄み液を得る。

(注十) 定量用質量数及び確認用質量数の例として、一・四ージオキサンでは八十八及び五十八、一・四ージオキサン-d八では九十六及び六十四がある。

(注十一) 検量線の上限を超える場合には、ハ(ハ)で加えるメタノールの量を増やす。

四 検量線の作成

一・四ージオキサン標準原液を段階的に採り、内標準原液を加えてメタノールで希釈する(注十二)。この溶液を用いて(三)のハの(ホ)及び(ハ)の操作を行い、一・四ージオキサン及び内標準物質(一・四ージオキサン-d八)の含有量比とピーク面積比との関係線を作成する。検量線の作成は、試料測定時に行う。

(注十二) この溶液一ミリリットルにつき、一・四ージオキサンを〇・〇二五マイクログラム以上〇・五マイクログラム以下、一・四ージオキサン-d八を〇・五マイクログラム含むように調製する。

備考

この検定方法における用語その他の事項でこの検定方法に定めのないものについては、日本工業規格に定めるところによる。