

平成 1 1 年度環境測定分析統一精度管理調査
実 施 要 領

－水質試料－

1. 調査目的

本調査は、環境測定分析に従事する諸機関が、均一に調製された環境試料を指定された方法又は、任意の方法により分析することによって得られる結果と前処理条件、測定機器の使用条件等との関係その他分析実施上の具体的な問題点等の調査を行うことにより、①全国の分析機関におけるデータのばらつきの程度に関する実態を把握し、②参加機関の分析者が自己の技術を客観的に認識して、環境測定分析技術の一層の向上を図る契機とするとともに、③各分析法についての得失を明らかにして、分析手法、分析技術の改善を図り、もって、環境測定分析の精度の向上を図り、環境測定データの信頼性の確保に資することを目的とする。

2. 分析対象項目

(1) 模擬排水試料（窒素類分析用）

試料中の硝酸性窒素、亜硝酸性窒素、アンモニア性窒素及び全窒素の 4 項目を測定対象とする。

(2) 模擬水質試料 1（ウラン分析用）

試料中のウランを測定対象とする。

(3) 模擬水質試料 2（内分泌攪乱化学物質（いわゆる環境ホルモン類）分析用）

試料中のアルキルフェノール類（ノニルフェノール及び4-t-オクチルフェノール）、フタル酸ジ-2-エチルヘキシル及びビスフェノール A の 3 種類（4 項目）のうち 1 項目以上を測定対象とする。

(4) 模擬水質試料 3（農薬類分析用）

試料中のピリブチルカルブ、ジチオピル及びアセフェートの 3 項目のうち 1 項目以上を測定対象とする。

3. 共通試料の概要

区分	名 称	送付量	容 器	個数	備 考
共通試料 1	模擬排水試料 (窒素類分析用)	約 100 ml	ガラス製 ビン	1	水溶液
共通試料 2	模擬水質試料 1 (ウラン分析用)	約 25 ml	ポリエチレン ビン	1	1mol/l硝酸 水溶液 In、Bi:微量含む 塩化ナトリウム:7.5g/l
共通試料 3	模擬水質試料 2 (環境ホルモン類 分析用)	約 20 ml	ガラス製 フラスコ	1	有機溶媒(メタノール) 溶液
共通試料 4	模擬水質試料 3 (農薬類分析用)	約 20 ml	ガラス製 フラスコ	1	有機溶媒(アセトン) 溶液

上記の共通試料 1～4 は、いずれも高濃度に調製しているので、分析に際しては、必ず 5. の(1)に示す希釈方法に従って分析用試料を作成すること。

4. 分析方法

共通試料 1 については、「水質汚濁に係る環境基準について」(昭和 46 年環境庁告示第 59 号。以下、「水質環境基準告示」という)に定める方法、「排水基準を定める総理府令の規定に基づく環境庁長官が定める排水基準に係る検定方法」(昭和 49 年環境庁第 64 号。以下、「排水基準告示」という)又は、「JIS K 0102」(以下、「規格」という)に定める方法により分析する。

共通試料 2 については、「水質基準を補完する項目にかかる測定方法」(平成 5 年衛水第 104 号。以下、「監視項目測定方法通知」という)に準じて分析する。

共通試料 3 については、「外因性内分泌攪乱化学物質調査暫定マニュアル」(平成 10 年環境庁水質保全局水質管理課。以下、「環境ホルモン測定方法通知」とい

う)に定める方法により分析する。

共通試料4については、「ゴルフ場で使用される農薬による水質汚濁の防止に係る暫定指導指針について」(平成2年環水土第77号。以下、「ゴルフ場使用農薬測定方法通知」という)に定める方法により分析する。

なお、以上の方法から作成した別添の「平成11年度環境測定分析統一精度管理調査参考方法」により分析して報告してもよい。

【分析方法の概要】

(1) 排水試料 (窒素類)

分析方法	NO ₃ ⁻ -N	NO ₂ ⁻ -N	NH ₄ ⁺ -N	T-N
滴定法	○		○	
吸光光度法	○ ○	○ ○	○	● ○
イオンクロマトグラフ法	○ ○	○ ○	○	
イオン電極法			○	

注) ○: 水質環境基準告示の方法
●: 排水基準告示の方法
◎: 規格の方法

(2) 水質試料1 (ウラン)

分析方法	ウラン
I C P質量分析法	○

注) ○: 監視項目測定方法通知の方法

(3) 水質試料2 (環境ホルモン類)

分析方法	アルキルフェノール類	フタル酸ジ-2-エチルヘキシル	ビスフェノールA
溶媒抽出-ガスクロマトグラフ質量分析法	○	○	○
固相抽出-ガスクロマトグラフ質量分析法	○		○

注) ○: 環境ホルモン測定方法通知の方法

(4) 水質試料3 (ゴルフ場使用農薬類)

分析方法	トリプロパチカルブ	ジチオピリ	アセフェート
溶媒抽出-ガスクロマトグラフ質量分析法	○	○	○
溶媒抽出-ガスクロマトグラフ法(FTD, NPD)	○	○	
溶媒抽出-ガスクロマトグラフ法(ECD)		○	
溶媒抽出-ガスクロマトグラフ法(FPD)			○

注1) ○: ゴルフ場使用農薬測定方法通知の方法

注2) アセフェートについては、溶媒抽出を行わない方法である。

【基準値等及び測定方法】

項 目	基準値、指針値 (mg/l)	測定方法	備 考 (目標検出限 界)
硝酸性窒素 ($\text{NO}_3^- - \text{N}$)	10以下 (水質環境基準)	規格43.2.1、43.2.3又は43.2.5に定める方法による方法	—
亜硝酸性窒素 ($\text{NO}_2^- - \text{N}$)		規格43.1.1又は43.1.2に定める方法	
アンモニウム性窒素 ($\text{NH}_4^+ - \text{N}$)	—	規格42に定める方法	—
全窒素 (T-N)	1以下 (例えば、湖沼の類型Vの水質環境基準)	規格45.1又は45.2に定める方法	—
ウラン (U)	0.002以下 (水道水質指針：監視項目)	監視項目測定方法通知に定める方法	—
アルキルフェノール類	—	環境ホルモン測定方法通知に定める方法	ノニルフェノール: 0.1 その他 : 0.01 μg/l
フタル酸ジ-2-エチルヘキシル	—		0.5 μg/l
ビスフェノールA	—		0.01 μg/l
ピリジチルカルブ	0.2以下 (暫定指導指針)	ゴルフ場使用農薬測定方法通知に定める方法	—
ジチオピル	0.08以下 (暫定指導指針)		
アセフェート	0.8以下 (暫定指導指針)		

5. 分析実施上の注意

(1) 分析用試料の作成方法

① 共通試料 1（窒素類分析用、模擬排水試料）

試料到着後、直ちに測定できない場合は、冷蔵庫等冷暗所で保存する。

試料を水で正確に 100 倍に希釈し、分析用試料とする（例えば、全量ピペットで10mlをとり、1000ml全量フラスコに入れ、水を標線まで加えて分析用試料とする）。

なお、分析用試料を調製後、直ちに分析する。

② 共通試料 2（ウラン分析用、模擬水質試料 1）

試料到着後、直ちに測定できない場合は、冷蔵庫等冷暗所で保存する。

試料を水で正確に 500 倍に希釈し、分析用試料とする（例えば、全量ピペットで2mlをとり、1000ml全量フラスコに入れ、水を標線まで加えて分析用試料とする）。

なお、分析用試料を調製後、直ちに分析する。

③ 共通試料 3（環境ホルモン類分析用、模擬水質試料 2）

試料到着後、直ちに測定できない場合は、冷蔵庫等冷暗所で保存する。

試料をメタノール及び水で、次のように正確に 10000 倍に希釈し、分析用試料を調製する。

まず、試料をアセトンで正確に 10 倍に希釈し、10 倍希釈試料を調製する。（例えば、全量ピペットで10mlをとり、100ml全量フラスコに入れ、メタノールを標線まで加えて、10 倍希釈試料とする）。次に、この 10 倍希釈試料を水で正確に 1000 倍に希釈し、分析用試料とする（例えば、全量ピペットで 10 倍希釈試料2mlをとり、2000ml全量フラスコに入れ、水を標線まで加えて、分析用試料とする）。

ただし、希釈水には、ヘキサン洗浄水を用い、イオン交換水は用いない。

なお、分析用試料を調製後、直ちに分析する。

④ 共通試料 4（農薬等分析用、模擬水質試料 3）

試料到着後、直ちに測定できない場合は、冷蔵庫等冷暗所で保存する。

試料をアセトン及び水で、次のように正確に 1000 倍に希釈し、分析用試料を調製する。

まず、試料をアセトンで正確に 10 倍に希釈し、10 倍希釈試料を調製する。（例えば、全量ピペットで10mlをとり、100ml全量フラスコに入れ、アセトンを標線まで加えて、10 倍希釈試料とする）。次に、この 1

0 倍希釈試料を水で正確に 100 倍に希釈し、分析用試料とする（例えば、全量ピペットで 10 倍希釈試料 10ml をとり、1000ml 全量フラスコに入れ、水を標線まで加えて、分析用試料とする）。

なお、分析用試料を調製後、直ちに分析する。

(2) 分析結果については、共通試料 1、共通試料 2 及び共通試料 4 は希釈した分析試料 1 リットル当たりの各成分 mg (mg/l) とし、共通試料 3 は希釈した分析試料 1 リットル当たりの各成分 μg ($\mu\text{g/l}$) として報告する。

なお、共通試料 3 のノニルフェノールについては、異性体の合計濃度 (mg/l) として報告する。

(3) 分析にあたっては、試薬、器具等からの汚染に十分注意して行う。また、上記 (1) の分析用試料の作成においても汚染に十分注意して行う。

6. 報告書記入に当たっての留意点

(以下に示す番号①、②、・・・、④、⑤、・・・は報告書中の回答欄番号)

- ・ ＊印の欄には記入しない。
- ・ 報告書分析結果及びフローシートの記入例を参考とし、次の点に留意して記入すること。
 - ① ISO9001等の認証を得ているかどうか、平成11年7月1日時点で記入する。
 - ② 「分析主担当者氏名」欄は、実際にその項目の分析を手がけた人の氏名（複数で分析を行った場合は主として実施した人の氏名）を記入する。
 - ③ 「分析主担当者の経験年数」欄には分析主担当者の分析業務経験年数を記入する。
 - ④ 「分析主担当者の実績（検体数）」欄は、分析主担当者が昨年度（平成9年度）に分析を行った環境試料の該当項目のおよその検体数を記入する。
 - ⑤ 「分析結果」は、有効数字3桁（有効数字4桁目を四捨五入する）で表示する。2回以上の測定を行った場合には、平均値を記入する。
(ただし、不検出の場合は検出限界値（例：<○○）を示すこと）
 - ⑥ 3回以上の測定を行った場合には「標準偏差」欄に次式で計算した結果を有効数字3桁で表示する。

- ⑦ 「測定回数」はn（整数）を記入する。「測定回数」とは、分析用試料の計り取りから吸光度等の測定までの一連の操作を行った回数である。

$$\text{標準偏差} = \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^n (x_i - \bar{x})^2}{n - 1}}$$

ただし、 x_i は分析結果
 $\bar{x}$ は平均値
 n は測定回数

- ⑧⑨「分析開始日」には分析（前処理操作を含む）を開始した日を、また「分析終了日」には定量操作を完了した日付を記入する。

⑩以降は、2回以上の測定を行った場合には、それらの中から代表となる一例を選び、その測定について必要事項を記入欄に記入する。

- ① ・ 選択した分析法の番号を選ぶ。
 - ② ・ 選択した分析法が吸光光度法の場合には、測定波長を記入する。
 - ③ ・ 試料の計り取り量（試料量）を記入する。
 - ④ ・ 還元蒸留法における測定条件について記入する。
 - ⑤ ・ 滴定法における測定条件について記入する。
 - ⑥ ・ イオンクロマトグラフ法における測定条件について記入する。
 - ⑦ ・ 検量線の作成方法等について記入する。
- （なお、提出するクロマトグラム（チャート）には、ベースラインを引いてください。）

- ・ 質問のうち、番号はそのうちのひとつを選び、（ ）内には具体的に記入する。
- ・ 硝酸性窒素以外の項目についても、上記を参考にして記入する。
- ・ 報告書は必要に応じてコピーして使用する。
- ・ 報告書用紙は、「参考方法」の内容を考慮して作成してあるので、それ以外の方法を用いる場合には「分析実施にあたっての留意した点及び問題と感じ

た点」の記入欄に記入し、必要な場合はフローシートを添付する。

7. 提出報告書等

報告書 分析結果及びフローシート

イオンクロマトグラフ法等のチャートの写し及び検量線

(チャートの写し及び検量線については整理の都合上、分析項目別に1、2枚以内にまとめて下さい)

8. 報告書の提出期限

平成11年9月27日(月)(必着)

9. 提出書類の送り先及び本調査に対する問合せ先

〒210-0828 川崎市川崎区四谷上町10-6

(財)日本環境衛生センター 環境科学部環境対策課

TEL 044(288)5132 担当者 柏平、西尾

平成11年度環境測定分析統一精度管理調査参考方法

－水質試料－

1. 硝酸性窒素

JIS K 0102の43.2に定める方法（以下の（１）～（５）の方法）により、硝酸イオンの濃度を求める。硝酸性窒素の濃度は、次式により算出する。

$$\text{硝酸性窒素 (mgNO}_3^-\text{-N/l)} = \text{硝酸イオン (mgNO}_3^-\text{/l)} \times 0.2259$$

（１）還元蒸留-インドフェノール青吸光光度法

省略（JIS K 0102の43.2.1を参考にする）。

（２）還元蒸留-中和滴定法

省略（JIS K 0102の43.2.2を参考にする）。

（３）銅・カドミウムカラム還元-ナフチルエチレンジアミン吸光光度法

省略（JIS K 0102の43.2.3を参考にする）。

（４）ブルシン吸光光度法

省略（JIS K 0102の43.2.4を参考にする）。

（５）イオンクロマトグラフ法

省略（JIS K 0102の43.2.5を参考にする）。

2. 亜硝酸性窒素

JIS K 0102の43.1に定める方法（以下の（１）又は（２）の方法）により、亜硝

酸イオンの濃度を求める。亜硝酸性窒素の濃度は、次式により算出する。

$$\text{亜硝酸性窒素 (mgNO}_2^- \text{-N/l)} = \text{亜硝酸イオン (mgNO}_2^- \text{/l)} \times 0.3045$$

(1) ナフチルエチレンジアミン吸光光度法

省略 (JIS K 0102の43.1.1を参考にする)。

(2) イオンクロマトグラフ法

省略 (JIS K 0102の43.1.2を参考にする)。

3. アンモニア性窒素

JIS K 0102の42に定める方法 (以下の(1)～(4)の方法) により、アンモニウムイオンの濃度を求める。アンモニア性窒素の濃度は、次式により算出する。

$$\text{アンモニア性窒素 (mgNH}_4^+ \text{-N/l)} = \text{アンモニウムイオン (mgNH}_4^+ \text{/l)} \times 0.7766$$

(1) インドフェノール青吸光光度法

省略 (JIS K 0102の42.2を参考にする)。

(2) 中和滴定法

省略 (JIS K 0102の42.3を参考にする)。

(3) イオン電極法

省略 (JIS K 0102の42.4を参考にする)。

(4) イオンクロマトグラフ法

省略 (JIS K 0102の42.5を参考にする)。

4. 全窒素

(1) 総和法

省略（JIS K 0102の45.1を参考にする）。

(2) 紫外吸光光度法

省略（JIS K 0102の45.2を参考にする）。

5. ウラン

(1) ICP質量分析法

1) 試薬

【ウラン標準液（1000mgU/l）】⁽¹⁾

硝酸ウラニル（VI）水和物を水に溶解し、1000mg/lの標準溶液とする。

【ウラン標準液（10mgU/l）】⁽¹⁾

ウラン標準液（1000mgU/l）1ml及び硝酸1mlを全量フラスコ100mlにとり、水を標線まで加える。

【ウラン標準液（0.5mgU/l）】⁽¹⁾

ウラン標準液（10mgU/l）5ml及び硝酸1mlを全量フラスコ100mlにとり、水を標線まで加える。

【タリウム内標準液（1000mgTl/l）】⁽¹⁾

原子吸光分析用の標準液（1000mg/l）を用いる。

【タリウム内標準液（10mgTl/l）】⁽¹⁾ タリウム内標準液（1000mgTl/l）1ml及び硝酸1mlを全量フラスコ100mlにとり、水を標線まで加える。

【タリウム内標準液（0.5mgTl/l）】⁽¹⁾ タリウム内標準液（10mgTl/l）5ml及び硝酸1mlを全量フラスコ100mlにとり、水を標線まで加える。

注(1)市販の標準液で特に規格されていない場合、できるだけ不純物含有量が少ないものを用いる。

2) 器具及び装置

【 I C P 質量分析装置】

3) 操作

試料（実施要領 5. (1)②により作成した分析用試料）⁽²⁾を I C P 質量分析装置に導入し、ウラン（238）の測定質量数のイオンカウント値を測定する⁽³⁾。

空試験として水について、試料と同様に操作を行ってイオンカウント値を読み、結果を補正する。

検量線からウランの量を求め、試料中の濃度（mgU/l）を算出する。

検量線：ウラン標準液（0.5mgU/l）を段階的に（200 μl以下の量）全量フラスコ 100mlにとり、それぞれに硝酸1mlをとる、水を標線まで加えた後、3）と同様に操作を行ってイオンカウント値を読みとる。別に、空試験として水について、同様に操作を行ってイオンカウント値を補正した後、ウランの量とイオンカウント値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(2) 妨害物質の存在が不明の場合には、定量に先だって I C P 質量分析による定性分析を行って、妨害を推定することができる。妨害が認められる場合には、試料の希釈等を行うとよい。

注(3) 内標準法を用いる場合には、試料の適量を全量フラスコ100mlにとり、タリウム内標準液（0.5mgTl/l）200 μlを加えた後、水を標線まで加え、この溶液について同様の操作を行って、ウランの質量数におけるイオンカウント値と内標準元素〔タリウム（205）〕の質量数におけるイオンカウント値との比を求める。

別に、ウラン標準液（0.5mgU/l）を段階的に全量フラスコ100mlにとり、試料と同様に内標準物質を加え、この溶液について同様の操作を行って、ウランの濃度に対するウランと内標準元素〔タリウム〕とのイオンカウント値比の関係線を作成し、検量線とする。この検量線から試料について得たイオンカウント値比に相当するウランの量を求め、試料中の濃度（mgU/l）を算出する。

6. フェノール類（アルキルフェノール類及びビスフェノールA）

（1）溶媒抽出又は固相抽出によるガスクロマトグラフ質量分析法

この方法はアルキルフェノール類の分析に適用する。

1) 試薬

【標準原液 (1mg/ml)】対象物質 (4-t-オクチルフェノール及びノニルフェノール)

0.1gを全量フラスコ100mlにとり、ジクロロメタンを標線まで加える。

【混合標準液】標準原液 (1mg/ml) を適宜ジクロロメタンで希釈して調製する。

【内標準液】ナフタレン- d_8 又はフェナントレン- d_{10} をヘキサンに溶かし、各々1 $\mu\text{g/ml}$ とする。

2) 器具及び装置

【ガスクロマトグラフ質量分析計】(一例)

(a)キャピラリーカラム：内径0.25mm、長さ30mの溶融シリカ製のもので、内面をフェニルシリコンを被覆したもの。

(b)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 (S I M 法) 又はこれと同等の性能有する方法によるクロマトグラフ測定が可能なもの。

(c)キャリアーガス：ヘリウムであって、線速度を40cm/秒としたもの。

(d)インターフェース部：温度を280℃に保つことができるもの

(e)イオン源：温度を250℃に保つことができるもの。

(f)カラム槽昇温プログラム：60℃で1分間保ち、60～280℃の範囲で10℃/分の昇温を行うことができるもの。

(g)試料導入部：スプリットレス方式、1 μl 注入。

(h)定量イオン

- ・対象物質と測定質量数 (確認用質量数)

- 4-t-オクチルフェノール:135(107)

- ノニルフェノール:135(107)

- ・内標準とその測定質量数

- ナフタレン- d_8 :136

- フェナントレン- d_{10} :188

【固相抽出器具】(カラム又はディスク型の固相。吸引装置等)

【シリカゲルカラム】コック付きガラス製カラム (内径20mm、長さ200mm) に5%含水シリカゲル15gをヘキサンを用いて充てんし、上部に硫酸ナトリウム (無水) を20mm積層したもの。

3) 操作

(1)前処理

(a)溶媒抽出

- (7)試料（実施要領 5. (1)③により作成した分析用試料） 1000mlを 1mol/l塩酸で pH3前後に調整後、塩化ナトリウム 30 gを加え、十分に混合して溶解する。
- (i)ジクロロメタン 50mlを加え、10分間振とうし、抽出を行う。この抽出を2回行い、ジクロロメタン層を合わせる。
- (ii)硫酸ナトリウム（無水）で脱水後、ロータリーエバポレーターで濃縮し、窒素ガスを吹き付けて約 0.5mlとする⁽¹⁾。
- (j)内標準液（ナフタレン-d₈又はフェナントレン-d₁₀の 1μg/mlヘキサン溶液） 1 mlを加えた後、窒素ガスを吹き付けて 1mlとし、測定用試料液とする。
- (k)空試験として、水について(7)～(j)までの操作を行う。

(b) 固相抽出

- (7)あらかじめ有機溶剤と水で洗浄及びコンディショニングをした固相カラム（又はディスク）に、1mol/l塩酸で pH3.5に調整した試料（実施要領 5. (1)③により作成した分析用試料） 1000mlを通水する。
- (i)通水後、水分を除去し、酢酸メチル 5mlで吸着された対象物質を溶出させる。この際、約 0.3ml程度の水が下層にできる。
- (ii)軽く加温しながら、窒素ガスを吹き付け、水層の上にわずかな量（0.2～0.3 ml）の酢酸メチルが残る程度まで濃縮する。
- (j)内標準液（ナフタレン-d₈又はフェナントレン-d₁₀の 1μg/mlヘキサン溶液） 1 mlを加え、栓をして振り混ぜた後、硫酸ナトリウム（無水） 3gを加えて脱水し、測定用試料液とする。
- (k)空試験として、水について(7)～(j)までの操作を行う。

(2) 測定

- (7)測定用試料液 1μlをガスクロマトグラフに注入し、得られた対象物質と内標準物質とのピーク面積（又はピーク高さ）の比を求める。
- (i)空試験について(7)の操作を行い、試料について得た結果を補正する。
- (ii)あらかじめ作成した検量線を用いて対象物質の量を求め、試料中の濃度を算出する⁽²⁾。

検量線の作成

混合標準液に内標準液を試料液と同様に加えて、検量線用標準溶液とする。検量線の濃度範囲は、検出限界値と想定される濃度レベルを含む5段階以上とする。

(7)の操作を行って、対象物質の量に対する対象物質と内標準物質とのピーク面積（又はピーク高さ）の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(1) 必要に応じて、次のシリカゲルカラムクロマトグラフィーを行った後、(エ)の操作を行う。

(ウ)の溶液をシリカゲルカラムに流し、液面をカラムヘッドとする。ヘキサン100mlを流し、ヘキサン溶出液を捨てる。少量(約0.5ml)のジクロロメタンで抽出液の容器を洗い、洗液をカラムに流し、アセトン100mlを流す(事前に、対象物質の溶出パターンを確認し、必要なヘキサン及びアセトンの量を求めておく)。得られたアセトン溶出液をロータリーエバポレーターで濃縮し、窒素ガスを吹き付けて約1mlとする。

注(2) ノニルフェノールについては、異性体濃度の合計とする。

(2) 溶媒抽出又は固相抽出によるガスクロマトグラフ質量分析法

(トリメチルシリル誘導体化法)

この方法はビスフェノールAの分析に適用する。

1) 試薬

【標準原液(1mg/ml)】ビスフェノールA 0.1gを全量フラスコ100mlにとり、ジクロロメタンを標線まで加える。

【標準液】標準原液(1mg/ml)を適宜ジクロロメタンで希釈して調製する。

【内標準液】ピレン-d₁₀をジクロロメタンに溶かし、1μg/mlとする。

【サロゲート溶液】重水素化ビスフェノールAをジクロロメタンに溶かして調製する。

2) 器具及び装置

【ガスクロマトグラフ質量分析計】(一例)

(a) キャピラリーカラム：内径0.25mm、長さ30mの溶融シリカ製のもので、内面をフェニルシリコンを被覆したもの。

(b) 検出器：電子衝撃イオン化法(EI法)が可能で、選択イオン検出法(SIM法)又はこれと同等の性能有する方法によるクロマトグラフ測定が可能なもの。

(c) キャリヤーガス：ヘリウムであって、線速度を40cm/秒としたもの。

(d) インターフェース部：温度を280℃に保つことができるもの

(e) イオン源：温度を250℃に保つことができるもの。

(f) カラム槽昇温プログラム：60℃で1分間保ち、60～280℃の範囲で10℃/分の昇

温を行うことができるもの。

(g) 試料導入部：スプリットレス方式、1 μ l 注入。

(h) 定量イオン

- ・対象物質と測定質量数（確認用質量数）

ビスフェノールAのTMS体⁽¹⁾ : 357(372)

- ・サロゲート物質と測定質量数（確認用質量数）

重水素化ビスフェノールAのTMS体 : 371(386)⁽²⁾

- ・内標準とその測定質量数

ピレン-d₁₀ : 212

【固相抽出器具】（カラム又はディスク型の固相。吸引装置等）

【シリカゲルカラム】 コック付きガラス製カラム（内径20mm、長さ200mm）に5%含水シリカゲル15gをヘキサンをを用いて充てんし、上部に硫酸ナトリウム（無水）を20mm積層したもの。

注(1) TMS体とは、トリメチルシリル化を行ったものである。

注(2) ここに示す質量数はビスフェノールA-d₁₀のものである。重水素数が異なる場合には、TMS体の質量数は異なり、最適な質量数を決める。

3) 操作

(1) 前処理

(a) 溶媒抽出

(ア) 試料（実施要領5. (1)③により作成した分析用試料） 1000ml⁽³⁾を1mol/l塩酸でpH3前後に調整後、塩化ナトリウム30gを加え、十分に混合して溶解する。

(イ) ジクロロメタン50mlを加え、10分間振とうし、抽出を行う。この抽出を2回行い、ジクロロメタン層を合わせる。

(ウ) 硫酸ナトリウム（無水）で脱水後、ロータリーエバポレーターで濃縮し、窒素ガスを吹き付けて約0.5mlとする⁽⁴⁾。

(エ) 内標準液（ピレン-d₁₀、1 μ g/mlジクロロメタン溶液） 1mlを加えた後、窒素ガスを吹き付けて約0.5mlとする。

(オ) N,0-bis(trimethylsilyl)trifluoroacetamide 200 μ lを加え、すばやく栓をしてよく振り混ぜた後、室温で1時間放置させ、誘導体化する。この後、窒素ガスを吹き付けて約0.2～0.3mlまで濃縮し、ジクロロメタンを加えて1mlとし、これを測定用試料液とする。

(カ) 空試験として、水について(ア)～(オ)までの操作を行う。

(b) 固相抽出

(7) あらかじめ有機溶剤と水で洗浄及びコンディショニングをした固相カラム（又はディスク）に、1mol/l塩酸でpH 3.5に調整した試料（実施要領5. (1)③により作成した分析用試料）1000ml⁽³⁾を通水する。

(i) 通水後、水で洗浄し、窒素ガスを通気して水分を除去する。ジクロロメタン9mlで吸着された対象物質を溶出させる。

(ii) 硫酸ナトリウム（無水）で脱水後、軽く加温しながら、窒素ガスを吹き付けて0.5ml程度まで濃縮する。

(j) 内標準液（ピレン-d₁₀、1μg/mlジクロロメタン溶液）1mlを加えた後、窒素ガスを吹き付けて約0.5mlとする。

(k) N,O-bis(trimethylsilyl)trifluoroacetamide 200μlを加え、すばやく栓をしてよく振り混ぜた後、室温で1時間放置させ、誘導体化する。この後、窒素ガスを吹き付けて約0.2～0.3mlまで濃縮し、ジクロロメタンを加えて1mlとし、これを測定用試料液とする。

(k) 空試験として、水について(7)～(k)までの操作を行う。

(2) 測定

(7) 測定用試料液1μlをガスクロマトグラフに注入し、得られた対象物質のTMS体と内標準物質とのピーク面積（又はピーク高さ）の比を求める。

(i) 空試験について(7)の操作を行い、試料について得た結果を補正する。

(ii) あらかじめ作成した検量線を用いて対象物質の量を求め、試料中の濃度を算出する。

検量線の作成⁽³⁾

標準液1～数mlに内標準液を試料液と同様に加えて、窒素ガスを吹き付けて約0.5mlとし、(1)の(k)の誘導体化の操作を行う。

(7)の操作を行って、対象物質の量に対するTMS体と内標準物質とのピーク面積（又はピーク高さ）の比との関係線を作成する。

検量線の濃度範囲は、検出限界値と想定される濃度レベルを含む5段階以上とする。検量線の作成は試料測定時に行う。

注(3) サロゲート法で測定する場合には、サロゲート物質として重水素化ビスフェノールAを添加する。また、検量線の作成時にも加える。

注(4) 必要に応じて、次のシリカゲルカラムクロマトグラフィーを行った後、(エ)の操作を行う。

(ウ)の溶液をシリカゲルカラムに流し、液面をカラムヘッドとする。少量のジクロロメタンで容器を洗い、洗液をシリカゲルカラムに流す。ヘキサン100mlを流し、ヘキサン溶出液を捨てる。次に、アセトン100mlを流す（事前に、対象物質の溶出パターンを確認し、必要なヘキサン及びアセトンの量を求めておく）。得られたアセトン溶出液をロータリーエバポレーターで数mlまで濃縮し、ジクロロメタン15mlを加え、硫酸ナトリウム（無水）で脱水後、ロータリーエバポレーターと窒素ガスを吹き付けて約0.5mlとする。

（３）固相抽出によるガスクロマトグラフ質量分析法（エチル誘導体化法）

この方法はアルキルフェノール類及びビスフェノールAの分析に適用する。

１）試薬

【標準原液（0.1mg/ml又は1mg/ml）】対象物質（4-t-オクチルフェノール及びビスフェノールA）の0.1mg/mlアセトン溶液をそれぞれ調製する。対象物質（ノニルフェノール）については、1mg/mlアセトン溶液を調製する。

【混合標準液（1μg/ml、10μg/ml）】標準原液（0.1mg/ml又は1mg/ml）をアセトンで希釈して、それぞれが1μg/ml（ノニルフェノールについては10μg/ml）含むように調製する。

【内標準液（0.5μg/ml）】アセナフテン-d₁₀、フェナントレン-d₁₀及びフルオランテン-d₁₀をヘキサンに溶かし、各々0.5μg/mlとする。

２）器具及び装置

【ガスクロマトグラフ質量分析計】（一例）

(a)キャピラリーカラム：内径0.25mm、長さ30mの溶融シリカ製のもので、内面をフェニルシリコンを被覆したもの。

(b)検出器：電子衝撃イオン化法（EI法）が可能で、選択イオン検出法（SIM法）又はこれと同等の性能有する方法によるクロマトグラフ測定が可能なもの。

(c)キャリアーガス：ヘリウムであって、線速度を40cm/秒としたもの。

(d)インターフェース部：温度を280℃に保つことができるもの

(e)イオン源：温度を250℃に保つことができるもの。

(f)カラム槽昇温プログラム：60℃で1分間保ち、60～280℃の範囲で10℃/分の昇温を行うことができるもの。

(g)試料導入部：スプリットレス方式、1μl注入。

(h) 定量イオン

- ・対象物質と測定質量数（確認用質量数）

4-t-オクチルフェノール:163(135)

ノニルフェノール:177(163)

ビスフェノールA:269(284)

- ・内標準とその測定質量数

アセナフテン-d₁₀:164（4-t-オクチルフェノール測定用）

フェナントレン-d₁₀:188（ノニルフェノール測定用）

フルオランテン-d₁₀:212（ビスフェノールA測定用）

【固相抽出器具】（カラム又はディスク型の固相抽出用。吸引装置等）

【固相カラム】（クリーンアップ用。フロリジルカラム型等）

3) 操作

(1) 前処理

(ア) あらかじめ有機溶剤と水で洗浄及びコンディショニングをした固相カラム（又はディスク）に、試料（実施要領5. (1)③により作成した分析用試料）1000 mlを通水する。

(イ) 通水後、水分を除去し、酢酸メチル4mlで吸着された対象物質を溶出させる。この際、約0.3ml程度の水が下層にできる。

(ウ) 軽く加温しながら、窒素ガスを吹き付け、水層の上にわずかな量（0.2～0.3 ml）の酢酸メチルが残る程度まで濃縮する。

(エ) ヘキサン5mlを加え、栓をして振り混ぜる。別に、KD濃縮管に小漏斗をセットし、軽く綿栓し、この上に硫酸ナトリウム（無水）約7gをおく。

(オ) 振り混ぜた含水ヘキサン溶液を硫酸ナトリウム（無水）上に入れ、更に容器をヘキサン3mlで洗浄し、これも硫酸ナトリウム（無水）上に入れて合わせる。窒素ガスを吹き付けて乾固する（乾固しすぎると揮散によるロスをまねくので、溶媒等がわずかに残る程度とする）。

(カ) 空試験として、水について(ア)～(オ)までの操作を行う。

(2) 試料液の調製

(ア) 乾固した試料に1mol/l水酸化カリウム-エタノール溶液0.5mlを加え、次いでジエチル硫酸0.2mlを加え、室温で約10分間放置する。これに1mol/l水酸化カリウム-エタノール溶液を5mlの標線まで加え、栓をして70℃の水浴に1時間放置する。

(イ) 室温に戻した試料に8mlの標線まで水を加え、振り混ぜて固形物を溶解させる。

(ウ) 内標準液（0.5 μg/mlヘキサン溶液）1mlを加え、栓をして激しく振り混ぜて静

置する。別に、K D濃縮管に小漏斗をセットし、軽く綿栓し、この上に硫酸ナトリウム（無水）約3gをおく。

(イ)パストゥールピペットを用いて振り混ぜたヘキサン層の約0.7mlをとり⁽¹⁾、硫酸ナトリウム（無水）の上にしみ込ませ、ヘキサン3mlで溶出させる。窒素気流下で乾固させ、4%エーテル/ヘキサン1mlを加えて溶かす。

(オ)あらかじめ4%エーテル/ヘキサン10mlで洗浄した固相カラム（クリーンアップ用）に入れ、4%エーテル/ヘキサンで展開させ、最初からの溶出液8mlをとる⁽²⁾。これを窒素気流下で0.5mlまで濃縮し、測定用試料液とする。

(カ)空試験も同様に、(7)～(オ)までの操作を行う。

(3)測定

(7)測定用試料液1μlをガスクロマトグラフに注入し、得られた対象物質（エチル化物）と内標準物質とのピーク面積（又はピーク高さ）の比を求める。

(イ)空試験について(7)の操作を行い、試料について得た結果を補正する。

(ウ)あらかじめ作成した検量線を用いて対象物質の量を求め、試料中の濃度を算出する⁽³⁾。

検量線の作成

混合標準液（各1.0μg/ml、ノニルフェノールは10μg/mlアセトン溶液）0～1.0mlで段階的にK D濃縮管にとり、窒素気流で乾固する。1mol/l水酸化カリウム-エタノール溶液0.5mlを加え、次いでジエチル硫酸0.2mlを加え、室温で約10分間放置する。これに1mol/l水酸化カリウム-エタノール溶液を5mlの標線まで加え、次いで8mlの標線まで水を加え、振り混ぜて固形物を溶解させる。内標準液（0.5μg/mlヘキサン溶液）1mlを加え、栓をして激しく振り混ぜて静置する。パストゥールピペットを用いてヘキサン層の約0.7mlをとり⁽¹⁾、少量の硫酸ナトリウム（無水）を加えて脱水し、この1μlをガスクロマトグラフに注入し、得られた対象物質（エチル化物）と内標準物質とのピーク面積（又はピーク高さ）の比から検量線を作成する。この検量線用標準液は一度作成すると何度でも使用できる⁽⁴⁾。

注(1)すでに内標準を加えて、サロゲート的な性格を持たせているので、ヘキサン層の全量を採取する必要はない。

注(2)使用するカラムの溶出パターンを事前に調べておく。通常、試料の場合は標準液より早く溶出するので、標準液の溶出液量をとればよい。

注(3)ノニルフェノールについては、異性体濃度の合計とする。

注(4)フェネトール体は原体のフェノールよりも安定であり、検量線用標準液は測

定の毎に調製する必要はない。冷蔵庫内に保管する。

7. フタル酸ジ-2-エチルヘキシル

(1) 溶媒抽出によるガスクロマトグラフ質量分析法

1) 試薬

【塩化ナトリウム】塩化ナトリウムを500～700℃で8時間加熱し、放冷する。

【フタル酸ジ-2-エチルヘキシル標準原液 (1mg/ml)】フタル酸ジ-2-エチルヘキシル 0.1 gを全量フラスコ100mlにとり、ヘキサンを標線まで加える。

【フタル酸ジ-2-エチルヘキシル標準液 (0.001mg/ml)】フタル酸ジ-2-エチルヘキシル標準液 (1mg/ml) 0.1mlを全量フラスコ100mlにとり、ヘキサンを標線まで加える。

【内標準原液 (1mg/ml)】内標準物質 (4-クロロトルエン-d₄、ナフタレン-d₈、ビフェニル-d₁₀、フェナントレン-d₁₀、フルオランテン-d₁₀、クリセン-d₁₂又はペリレン-d₁₂) をヘキサンに溶かして調製する。

【内標準液】内標準原液 (1mg/ml) を適宜アセトンに溶かして調製する。

【サロゲート原液 (0.1mg/ml)】フタル酸ジ-2-エチルヘキシル-d₄をヘキサンに溶かして調製する。

【サロゲート溶液】サロゲート原液 (0.1mg/ml) を適宜アセトンに溶かして調製する。

2) 器具及び装置

【ガスクロマトグラフ質量分析計】(一例)

(a) キャピラリーカラム：内径0.25mm、長さ30mの溶融シリカ製のもので、内面をメチルシリコンを被覆したもの。

(b) 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 (S I M 法) 又はこれと同等の性能有する方法によるクロマトグラフ測定が可能なもの。

(c) キャリヤガス：ヘリウムであって、線速度を40cm/秒としたもの。

(d) インターフェース部：温度を270℃に保つことができるもの

(e) イオン源：温度を220～280℃以上に保つことができるもの。

(f) カラム槽昇温プログラム：50℃で2分間保ち、50～270℃の範囲で10℃/分の昇温を行うことができるもの。

(g) 試料導入部：スプリットレス方式、1μl注入。

(h) 定量イオン

- ・ 測定質量数：149
- ・ 確認用質量数：167
- ・ サロゲートの測定質量数：153
- ・ 内標準とその測定質量数
 - 4-クロロトルエン- d_4 :130、ナフタレン- d_8 :136、ビフェニル- d_{10} :164
 - フェナントレン- d_{10} :188、フルオランテン- d_{10} :212、クリセン- d_{12} :240
 - ペリレン- d_{12} :264

3) 操作

(7)試料（実施要領5. (1)③により作成した分析用試料）95mlを共栓付き試験管にとり、サロゲート物質⁽¹⁾及び塩化ナトリウム15g、ヘキサン2.5ml、攪拌子を加え、マグネットスターラーで1～4時間攪拌を行う。

(イ)ヘキサン層をとり、窒素ガスを穏やかに吹き付けて1mlに濃縮し、更に硫酸ナトリウム（無水）を加えて脱水し、これを測定用試料液とする⁽²⁾⁽³⁾。

(ウ)この1μlをガスクロマトグラフに注入し、得られたフタル酸ジ-2-エチルヘキシルとサロゲート物質とのピーク面積（又はピーク高さ）の比を求める。

(エ)空試験として、水について(7)～(ウ)の操作を行い、試料について得た結果を補正する。

(エ)あらかじめ作成した検量線を用いてフタル酸ジ-2-エチルヘキシルの検出量を求め、これにサロゲート物質の量を乗じてフタル酸ジ-2-エチルヘキシルの量とし、試料中の濃度を算出する。

なお、サロゲート物質と内標準物質とのピーク面積（又はピーク高さ）の比を求め、相対感度係数からサロゲート物質の量を求め、回収率を算出する。回収率が70～130%の範囲内にある測定値を採用する。

検量線の作成

フタル酸ジ-2-エチルヘキシル標準液（0.001mg/ml）を段階的に全量フラスコにとり、サロゲート物質、内標準物質を試料液と同様に加え、ヘキサンを標線まで加えて検量線用標準溶液とする。検量線の濃度範囲は、検出限界値と想定される濃度レベルを含む5段階以上とする。

(ウ)の操作を行って、フタル酸ジ-2-エチルヘキシルの量に対するフタル酸ジ-2-エチルヘキシルと内標準物質とのピーク面積（又はピーク高さ）の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(1) サロゲート法で測定する場合には、サロゲート物質としてフタル酸ジ-2-エチルヘキシル- d_4 を用いるとよい。サロゲート法で測定しない場合には、サロゲート物質を加えず、又検量線の作成時にも加えない。

注(2) 内標準法で測定する場合には、測定用試料液に内標準物質を加える。

注(3) 夾雑物の多い試料では、GPCカラムクロマトグラフィー又はフロリジルカラムクロマトグラフィーを行った後、(ウ)の操作を行う。

8. ピリブチカルブ

(1) 溶媒抽出によるガスクロマトグラフ質量分析法

1) 試薬

【ケイ酸マグネシウム】カラムクロマトグラフィー用合成ケイ酸マグネシウムを用いる。

【ピリブチカルブ標準液】ピリブチカルブを適宜ヘキサンに溶かして調製する。

2) 器具及び装置

【分析機器】(一例)

(a) ガスクロマトグラフ部 (GC)

- ・キャピラリーカラム：内径0.2～約0.7mm、長さ10～30mの熔融シリカ製の管の内面に5%フェニルメチルポリシロキサンを0.1～1.5 μm の厚さで被覆したもの。
- ・キャリアーガス：ヘリウムガス又は高純度窒素ガスを用い、線速度を20～40 cm/秒としたもの。
- ・試料導入部温度：スプリットレス方式の場合200～270℃、コールドオンカラムの場合50～100℃。
- ・カラム槽昇温プログラム：60℃で2分間保ち、60～約260℃の範囲で2～20℃/分の昇温を行うことができるもの。

(b) 検出部

- ・質量分析計 (MS)

インターフェース部温度：200～270℃

イオン源温度：150℃以上

測定質量数：165、108、181

感度：ピリブチカルブの0.05ngが十分確認できるように調整する。

【ケイ酸マグネシウムミニカラム】内径10mm、長さ25mmのカラムにケイ酸マグネシウム900mgを充てんしたもの又はこれと同等の性能を有するもの。

3) 操作

(1) 測定用試料液の調製

(7) 抽出

試料（実施要領 5. (1)④により作成した分析用試料）100mlを300mlの分液漏斗にはかりとり、塩化ナトリウム10g及びヘキサン100mlを加え、振とう機を用いて5分間激しく振とうし、しばらく放置した後、ヘキサン層を分取する。残った水層についても、ヘキサン50mlを加え、同様の振とう及び分取の操作を繰り返す。ヘキサン層を300mlの三角フラスコに合わせる。

(4) 脱水、濃縮

硫酸ナトリウム（無水）20gを加え、時々振り混ぜながら30分間放置した後、300mlのナス型フラスコ中にろ過する。使用した三角フラスコをヘキサン20mlで洗い、その洗液でろ紙上の残留物を洗い、その洗液をナス型フラスコに合わせ、すり合わせ減圧濃縮器を用いて40℃以下で溶媒を留去する。この残留物にヘキサン10mlを加えて溶かす。

(5) カラムクロマトグラフィー

ケイ酸マグネシウムミニカラムにあらかじめヘキサン10mlを流し入れ、洗浄しておく。これにナス型フラスコ中の溶液を流し入れ、ヘキサン及びアセトンの混液（4：1）20mlで展開し、溶出液を100mlのナス型フラスコにとり、すり合わせ減圧濃縮器を用いて40℃以下で溶媒を留去する。この残留物にヘキサンを加えて溶かし、4mlとして測定用試料液とする。

(2) 測定

(7) 定量

測定用試料液から2 μ lをとり、ガスクロマトグラフに注入し、検量線によりピリブチカルブの量を求め、試料中の濃度を算出する。

(4) 検量線の作成

ピリブチカルブ標準液（0.025～0.5mg/1のヘキサン溶液）を数点調製し、それぞれを2 μ lずつガスクロマトグラフに注入し、縦軸にピーク高、横軸に量をとってピリブチカルブの検量線を作成する。

(2) 溶媒抽出によるガスクロマトグラフ法

1) 試薬

(1) の 1) と同じ。

2) 器具及び装置

(1) の 2) と同じ。ただし、【分析機器】(一例) の (b) 検出部については、次のとおりとする。

- ・アルカリ熱イオン型検出器 (F T D) 又は高感度窒素・燐型検出器 (N P D)

検出器温度：260～300℃

ガス流量：水素ガス、空気及び追加ガス（高純度窒素ガス又はヘリウムガス）

の流量を至適条件となるように調整する。

感度：ピリブチカルブの0.05ngが十分確認できるように調整する。

3) 操作

(1) の 3) と同じ。

9. ジチオピル

(1) 溶媒抽出によるガスクロマトグラフ質量分析法

1) 試薬

【ジチオピル標準液】ジチオピルを適宜アセトンに溶かして調製する。

2) 器具及び装置

【分析機器】(一例)

(a) ガスクロマトグラフ部 (G C)

- ・キャピラリーカラム：内径0.2～約0.7mm、長さ10～30mの溶融シリカ製の管の内面に5%フェニルメチルポリシロキサンを0.1～1.5 μm の厚さで被覆したもの。
- ・キャリアーガス：ヘリウムガス又は高純度窒素ガスを用い、線速度を20～40 cm/秒としたもの。
- ・試料導入部温度：スプリットレス方式の場合200～270℃、コールドオンカラムの場合50～100℃。
- ・カラム槽昇温プログラム：60℃で2分間保ち、60～約260℃の範囲で2～20℃/分の昇温を行うことができるもの。

(b) 検出部

・質量分析計（MS）

インターフェース部温度：200～270℃

イオン源温度：150℃以上

測定質量数：354、286、306

感度：ジチオピルの0.4ngが十分確認できるように調整する。

3）操作

（1）測定用試料液の調製

（ア）抽出

試料（実施要領5.（1）④により作成した分析用試料）250mlを500mlの分液漏斗にはかりとり、塩化ナトリウム10g及びヘキサン50mlを加え、振とう機を用いて5分間激しく振とうし、しばらく放置した後、ヘキサン層を分取する。残った水層についても、ヘキサン50mlを加え、同様の振とう及び分取の操作を繰り返す。ヘキサン層を300mlの三角フラスコに合わせる。

（イ）脱水、濃縮

硫酸ナトリウム（無水）20gを加え、時々振り混ぜながら30分間放置した後、300mlのナス型フラスコ中にろ過する。使用した三角フラスコをヘキサン20mlで洗い、その洗液でろ紙上の残留物を洗い、その洗液をナス型フラスコに合わせ、2%ジエチレングリコールアセトン溶液0.5mlを加え、すり合わせ減圧濃縮器を用いて40℃以下で溶媒を留去する。この残留物にアセトンを加えて溶かし、1mlとして測定用試料液とする。

（2）測定

（ア）定量

測定用試料液から2μlをとり、ガスクロマトグラフに注入し、検量線によりジチオピルの量を求め、試料中の濃度を算出する。

（イ）検量線の作成

ジチオピル標準液（0.2～4mg/1のアセトン溶液）を数点調製し、それぞれを2μlずつガスクロマトグラフに注入し、縦軸にピーク高、横軸に量をとってジチオピルの検量線を作成する。

（2）溶媒抽出によるガスクロマトグラフ法

1）試薬

(1) の 1) と同じ。

2) 器具及び装置

(1) の 2) と同じ。ただし、【分析機器】(一例)の(b)検出部については、次のとおりとする。

- ・アルカリ熱イオン型検出器 (F T D) 又は高感度窒素・燐型検出器 (N P D)

検出器温度: 260~300℃

ガス流量: 水素ガス、空気及び追加ガス (高純度窒素ガス又はヘリウムガス)

の流量を至適条件となるように調整する。

感度: ジチオピルの0.4ngが十分確認できるように調整する。

- ・電子捕獲型検出器 (E C D)

検出器温度: 260~300℃

ガス流量: 追加ガスとして高純度窒素ガスを用い、流量を至適条件となるように調整する。

感度: ジチオピルの0.004ngが十分確認できるように調整する。

3) 操作

(1) 測定用試料液の調製

(7) 抽出

(1) の 3) の (1) の (7) と同じ。

(1) 脱水、濃縮

(1) の 3) の (1) の (1) と同じ。ただし、E C D 付きガスクロマトグラフを用いる場合には、測定用試料液は100mlとする。

(2) 測定

(7) 定量

(1) の 3) の (2) の (7) と同じ。

(1) 検量線の作成

(1) の 3) の (2) の (1) と同じ。ただし、E C D 付きガスクロマトグラフを用いる場合には、ジチオピル標準液は0.002~0.04mg/1のアセトン溶液とする。

10. アセフェート

(1) ガスクロマトグラフ質量分析法

1) 試薬

【アセフェート標準液】アセフェートを適宜アセトンに溶かして調製する。

【メタミドホス標準液】メタミドホスを適宜アセトンに溶かして調製する。

2) 器具及び装置

【分析機器】(一例)

(a) ガスクロマトグラフ部 (GC)

- ・キャピラリーカラム：内径0.2～約0.7mm、長さ5～15mの溶融シリカ製の管のポリエチレングリコール20Mを0.1～1.5μmの厚さで被覆したもの。
- ・キャリアーガス：ヘリウムガス又は高純度窒素ガスを用い、線速度を20～40 cm/秒としたもの。
- ・試料導入部温度：スプリットレス方式の場合200～270℃、コールドオンカラムの場合50～100℃。
- ・カラム槽昇温プログラム：50℃で2分間保ち、50～約260℃の範囲で2～20℃/分の昇温を行うことができるもの。

(b) 検出部

- ・質量分析計 (MS)

インターフェース部温度：200～270℃

イオン源温度：150℃以上

対象物質と測定質量数：アセフェード (136、94、125、183)

メタミドホス (94、95、141)

感度：アセフェート及びメタミドホスのそれぞれ0.2ngが十分確認できるように調整する。

【多孔性ケイソウ土カラム】内径約20mmのカラムに20ml保持量のカラムクロマトグラフィー用粒状多孔性ケイソウ土を充てんしたもの又はこれと同等の性能を有するもの。

3) 操作

(1) 測定用試料液の調製

(7) 濃縮

試料 (実施要領 5. (1)④により作成した分析用試料) 250mlを500mlのナス型フラスコにはかりとり、すり合わせ減圧濃縮器を用いて50℃以下で20mlに濃縮する。これに、塩化ナトリウム5gを加えて溶かす。

(1) カラムクロマトグラフィー

これを多孔性ケイソウ土カラムに流し入れ、15分間放置する。酢酸エチル200 mlで展開し、溶出液を300mlのナス型フラスコにとり、すり合わせ減圧濃縮器を用いて40℃以下で溶媒を留去する。この残留物にアセトンを加えて溶かし、1mlとして測定用試料液とする。

(2) 測定

(7) 定量

測定用試料液から2 μ lをとり、ガスクロマトグラフに注入し、検量線によりアセフェート及びメタミドホスの量を求める。アセフェート及びメタミドホスの量の値に1.30を乗じてアセフェートの量に換算したものを和し、試料中の濃度を算出する。

(1) 検量線の作成

アセフェート及びメタミドホス標準液（それぞれが0.1～2mg/1のアセトン溶液）を数点調製し、それぞれを2 μ lずつガスクロマトグラフに注入し、縦軸にピーク高、横軸に量をとってアセフェート及びメタミドホスの検量線を作成する。

(2) ガスクロマトグラフ法

1) 試薬

(1) の1) と同じ。

2) 器具及び装置

(1) の2) と同じ。ただし、【分析機器】(一例)の(b)検出部については、次のとおりとする。

・ 炎光光度型検出器 (FPD)

検出器のフィルター：燐用干渉フィルター（波長526nm）

検出器温度：260～300℃

ガス流量：水素ガス、空気及び追加ガス（高純度窒素ガス又はヘリウムガス）の流量を至適条件となるように調整する。

感度：アセフェート及びメタミドホスのそれぞれ0.2ngが十分確認できるように調整する。

3) 操作

(1) の 3) と同じ。