

別添 1 新水質基準項目等の検査における、給水栓以外での採取の可否、検査の回数、検査の省略の可否

番号	項目名	給水栓以外での水の採取	検査回数	検査回数の減	省略の可否
-	色、濁り及び消毒の残留効果	不可	1日1回以上	不可	不可
1	一般細菌	不可	概ね1月に1回以上	不可	不可
2	大腸菌				
3	カドミウム及びその化合物	一定の場合可 ^{注1}	概ね3月に1回以上	注2の通り	注3の通り
4	水銀及びその化合物				
5	セレン及びその化合物				
6	鉛及びその化合物	不可			注4の通り
7	ヒ素及びその化合物	一定の場合可 ^{注1}			注3の通り
8	六価クロム化合物	不可			注4の通り
9	シアン化物イオン及び塩化シアン			不可	不可
10	硝酸態窒素及び亜硝酸態窒素	一定の場合可 ^{注1}		注2の通り	
11	フッ素及びその化合物				注3の通り
12	ホウ素及びその化合物				注3の通り。(海水を原水とする場合不可。)
13	四塩化炭素				当該事項についての過去の検査結果が基準値の2分の1を超えたことがなく、かつ、原水並びに水源及びその周辺の状況(地下水を水源とする場合は、近傍の地域における地下水の状況を含む。)を勘案し、検査を行う必要がないことが明らかであると認められる場合、省略可。
14	1,4 - ジオキサン				
15	1,1 - ジクロロエチレン				
16	シス - 1,2 - ジクロロエチレン				
17	ジクロロメタン				
18	テトラクロロエチレン				
19	トリクロロエチレン				
20	ベンゼン				
21	クロロ酢酸	不可		不可	不可
22	クロロホルム				
23	ジクロロ酢酸				
24	ジブロモクロロメタン				
25	臭素酸				注3の通り。(浄水処理にオゾン処理、消毒に次亜塩素酸を用いる場合不可。)
26	総トリハロメタン(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)				不可
27	トリクロロ酢酸				
28	プロモジクロロメタン				
29	プロモホルム				

番号	項目名	給水栓以外での水の採取	検査回数	検査回数の減	省略の可否		
30	ホルムアルデヒド	不可	概ね3月に1回以上	不可 注2の通り	不可 注4の通り		
31	亜鉛及びその化合物						
32	アルミニウム及びその化合物						
33	鉄及びその化合物						
34	銅及びその化合物						
35	ナトリウム及びその化合物					一定の場合可 ^{注1}	注3の通り
36	マンガン及びその化合物					不可	
37	塩化物イオン	一定の場合可 ^{注1}	自動連続測定・記録をしている場合、概ね3月に1回以上とすることが可。	不可	注3の通り		
38	カルシウム、マグネシウム等(硬度)						
39	蒸発残留物						
40	陰イオン界面活性剤						
41	(4S,4aS,8aR)-オクタヒドロ-4,8a-ジメチルナフタレン-4a(2H)-オール(別名ジェオスミン)	不可	概ね1月に1回以上(左記の事項を産出する藻類の発生が少なく、検査を行う必要がないことが明らかであると認められる期間を除く。)	不可	当該事項についての過去の検査結果が基準値の2分の1を超えたことがなく、かつ、原水並びに水源及びその周辺の状況(湖沼等の停滞水源を水源とする場合は、当該基準項目を産出する藻類の発生状況を含む。)を勘案し、検査を行う必要がないことが明らかであると認められる場合、省略可。		
42	1,2,7,7-テトラメチルピシクロ[2,2,1]ヘプタン-2-オール(別名2-メチルイソボルネオール)						
43	非イオン界面活性剤	一定の場合可 ^{注1}	概ね3月に1回以上	注2の通り	注3の通り		
44	フェノール類						
45	有機物(全有機炭素(TOC)の量)	不可	概ね1月に1回以上	自動連続測定・記録をしている場合、概ね3月に1回以上とすることが可。	不可		
46	pH値						
47	味						
48	臭気						
49	色度						
50	濁度						

注1 一定の場合とは、送水施設及び配水施設内で濃度が上昇しないことが明らかであると認められる場合であり、この場合には、浄水施設の出口、送水施設又は配水施設のいずれかにおいて採取をすることができる。

注2 水源に水又は汚染物質を排出する施設の設置の状況等から、原水の水質が大きく変わるおそれが少ないと認められる場合(過去3年間に水源の種別、取水地点又は浄水方法を変更した場合を除く。)であって、過去3年間における当該事項についての検査結果が、基準値の5分の1以下であるときは、概ね1年に1回以上と、過去3年間における当該事項についての検査結果が、基準値の10分の1以下であるときは、概ね3年に1回以上とすることができる。

注3 当該事項についての過去の検査結果が基準値の2分の1を超えたことがなく、かつ、原水並びに水源及びその周辺の状況を勘案し、検査を行う必要がないことが明らかであると認められる場合、省略可。

注4 当該事項についての過去の検査結果が基準値の2分の1を超えたことがなく、かつ、原水並びに水源及びその周辺の状況並びに薬品等及び資機材等の使用状況を勘案し、検査を行う必要がないことが明らかであると認められる場合、省略可。

別添 2

1. 浄水に係る水質検査結果書

浄水水質検査結果書

採水年月日	年 月 日		
採水地点			
採水者	(所属)		
気 温 水 温 一般細菌 大腸菌 …… (検査項目を記載)	(検査結果を記載)	(検査項目を記載) ……	(検査結果を記載)
		判定	
検査期日	年 月 日 ~ 年 月 日		
検査機関			
検査責任者			

- (注) 1 上記に掲げる事項以外の事項に係る水質検査についても添付すること。
 2 定量試験(検査)を実施した項目については、必ず数値で記入し、検出限界を下回る場合には、検出限界を数値で示し、「未満」と表示すること。
 3 判定欄には、「上記水質項目については、水質基準に適合」あるいは「については、水質基準に不適合」と記入すること。

2. 原水に係る水質試験(検査)結果書

原水水質試験(検査)結果書

採水年月日	年 月 日	天 候	前日	当日
水源の名称	(採水地点)			
採水者	(所属)			
気 温 水 温 一般細菌 大腸菌 …… (検査項目を記載)	(検査結果を記載)	(検査項目を記載) ……	(検査結果を記載)	
		試験(検査)期日	年 月 日 ~ 年 月 日	
試験(検査)機関				
試験(検査)責任者				

- (注) 1 上記に掲げる事項以外の事項に係る水質検査についても添付すること。
 2 定量試験(検査)を実施した項目については、必ず数値で記入し、検出限界を下回る場合には、検出限界を数値で示し、「未満」と表示すること。

水質異常時の対応について

水質異常時の対応については、以下によるものとする。

1 新基準省令の表中 1 の項から 3 0 の項までの上欄に掲げる事項

(1) 基準値超過が継続することが見込まれる場合の措置

基準値超過が継続することが見込まれ、人の健康を害するおそれがある場合には、取水及び給水の緊急停止措置を講じ、かつ、その旨を関係者に周知させる措置を講じること。具体的には次のような場合が考えられる。

イ 水源又は取水若しくは導水の過程にある水が、浄水操作等により除去を期待するのが困難な病原生物若しくは人の健康に影響を及ぼすおそれのある物質により汚染されているか、又はその疑いがあるとき

ロ 浄水場以降の過程にある水が、病原生物若しくは人の健康に影響を及ぼすおそれのある物質により汚染されているか、又はその疑いがあるとき

ハ 塩素注入機の故障又は薬剤の欠如のために消毒が不可能となったとき

ニ 工業用水道の水管等に誤接合されていることが判明したとき

また、水源又は取水若しくは導水の過程にある水に次のような変化があり、給水栓水が水質基準値を超えるおそれがある場合は、直ちに取水を停止して水質検査を行うとともに、必要に応じて給水を停止すること。

イ 不明の原因によって色及び濁りに著しい変化が生じた場合

ロ 臭気及び味に著しい変化が生じた場合

ハ 魚が死んで多数浮上した場合

ニ 塩素消毒のみで給水している水道の水源において、ごみや汚泥等の汚物の浮遊を発見した場合

(2) 関係者への周知

水質に異常が発生したこと又はそのおそれが生じたことを、その水が供給される者又は使用する可能性のある者に周知するときは、テレビ、ラジオ、広報車を用いることなどにより緊急事態にふさわしい方法をとること。

(3) 水源の監視

原水における水質異常を早期に把握するため、各水道にあっては水源の監視を強化するとともに、水道原水による魚類の飼育、自動水質監視機器の導入等を図ること。

また、水源の水質異常時に直ちに適切な対策が講じられるよう、平常より関係者との連絡通報体制を整備すること等を図ること。

2 新基準省令の表中 3 1 の項から 5 0 の項までの上欄に掲げる事項

基準値を超過し、生活利用上又は施設管理上障害の生じるおそれのある場合は、直ちに原因究明を行い、必要に応じ当該項目に係る低減化対策を実施することにより、基準を満たす水質を確保すべきであること。なお、色度、濁度のよう、健康に関連する項目の水質汚染の可能性を示す項目や、銅のように過剰量の存在が健康に影響を及ぼすおそれのある項目については、健康に関連する項目に準じて適切に対応すること。

水質管理目標設定項目の検査方法

各都道府県・政令市・特別区水道行政担当部（局）長あて
厚生労働省健康局水道課長通知
「水質基準に関する省令の制定及び水道法施行規則の一部改正等
並びに水道水質管理における留意事項について」
（平成15年10月10日健水発第1010001号）

各厚生労働大臣認可水道事業者・水道用水供給事業者あて
厚生労働省健康局水道課長通知
「水質基準に関する省令の制定及び水道法施行規則の一部改正等
並びに水道水質管理における留意事項について」
（平成15年10月10日健水発第1010001号）

厚生労働省健康局水道課

- 目次 -

目標 1	アンチモン	1
目標 2	ウラン	3
目標 3	ニッケル	4
目標 4	亜硝酸態窒素	7
目標 5	1,2-ジクロロエタン	7
目標 6	トランス-1,2-ジクロロエチレン	7
目標 7	1,1,2-トリクロロエタン	7
目標 8	トルエン	7
目標 9	フタル酸ジ(2-エチルヘキシル)	7
目標10	亜塩素酸	9
目標11	塩素酸	9
目標12	二酸化塩素	9
目標13	ジクロロアセトニトリル	13
目標14	抱水クロラル	13
目標15	農薬類	13
目標16	残留塩素	17
目標17	カルシウム、マグネシウム等(硬度)	17
目標18	マンガン	18
目標19	遊離炭酸	18
目標20	1,1,1-トリクロロエタン	20
目標21	メチル-t-ブチルエーテル	20
目標22	有機物等(過マンガン酸カリウム消費量)	20
目標23	臭気強度(TON)	20
目標24	蒸発残留物	22
目標25	濁度	22
目標26	pH値	22
目標27	腐食性(ランゲリア指数)	23
別添方法 1	ページ・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	25
別添方法 2	ヘッドスペース - ガスクロマトグラフ - 質量分析計による一斉分析法	27
別添方法 3	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	29
別添方法 4	誘導結合プラズマ - 質量分析装置による一斉分析法	32
別添方法 5	固相抽出 - ガスクロマトグラフ - 質量分析計による一斉分析法	34
別添方法 6	固相抽出 - 誘導体化 - ガスクロマトグラフ - 質量分析計による 一斉分析法	40
別添方法 7	ページ・トラップ - ガスクロマトグラフ - 質量分析法	43

別添方法 8	ヘッドスペース - ガスクロマトグラフ - 質量分析法	45
別添方法 9	固相抽出 - 高速液体クロマトグラフによる一斉分析法	47
別添方法 10	固相抽出 - 高速液体クロマトグラフ法	49
別添方法 11	固相抽出 - 高速液体クロマトグラフ法	51
別添方法 12	誘導体化 - 高速液体クロマトグラフ法	53
別添方法 13	高速液体クロマトグラフ - ポストカラムによる一斉分析法	55
別添方法 14	高速液体クロマトグラフ - ポストカラム法	57
別添方法 15	高速液体クロマトグラフ - ポストカラム法	59
別添方法 16	固相抽出 - 液体クロマトグラフ - 質量分析計による一斉分析法	62
別添方法 17	固相抽出 - 液体クロマトグラフ - 質量分析法	67
別添方法 18	液体クロマトグラフ - 質量分析法	69
別添方法 19	液体クロマトグラフ - 質量分析法	71
別紙 1	水質管理目標設定項目の測定精度	73
別紙 2	農薬類（水質管理目標設定項目15）の測定精度	75

本紙中、「検査方法告示」は平成15年厚生労働省告示第261号「水質基準に関する省令の規定に基づき厚生労働大臣が定める方法」をいい、「残留塩素検査方法告示」は平成15年厚生労働省告示第318号「水道法施行規則第17条第2項の規定に基づき厚生労働大臣が定める遊離残留塩素及び結合残留塩素の検査方法」をいう。

目標 1 アンチモン

第 1 水素化物発生 - 原子吸光光度法

1 試薬

- (1) 塩酸(1+1)
- (2) 塩酸(1+3)
- (3) 塩酸(2+3)
- (4) ヨウ化カリウム溶液(20w/v%)
- (5) 水素化ホウ素ナトリウム溶液

水素化ホウ素ナトリウム5g、水酸化ナトリウム2.5gを精製水に溶かして500mlとしたもの

- (6) アンチモン標準原液

別添方法4の1(7)の例による。

- (7) アンチモン標準液

アンチモン標準原液を精製水で1000倍に薄めたもの

この溶液1mlは、アンチモン0.001mgを含む。

この溶液は、使用の都度調製する。

2 器具及び装置

- (1) 水素化物発生装置
- (2) 原子吸光光度計及びアンチモン中空陰極ランプ
- (3) アルゴンガス
純度99.99v/v%以上のもの
- (4) 加熱吸収セル

3 試料の採取及び保存

検査方法告示の別表第3の3の例による。

4 試験操作

- (1) 前処理

検水20～100ml(検水に含まれるアンチモンの濃度が0.01mg/Lを超える場合には、0.0001～0.01mg/Lとなるように精製水を加えて調製したもの)をビーカーに採り、塩酸(1+1)4ml及びヨウ化カリウム溶液(20w/v%)2mlを加え、静かに加熱する。液量が20ml以下になったら加熱をやめ、冷後、精製水を加えて20ml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

水素化物発生装置にアルゴンガスを流しながら、試験溶液、塩酸(2+3)及び水素化ホウ素ナトリウム溶液を連続的に装置内に導入し、水素化物を発生させる。発生した水素化物を加熱吸収セル - 原子吸光光度計に導入し、波長217.6nmで吸光度を測定し、

下記 5 により作成した検量線から試験溶液中のアンチモンの濃度を求め、検水中のアンチモンの濃度を算定する。

5 検量線の作成

アンチモン標準液を段階的にメスフラスコに採り、それぞれに塩酸(1+1)4ml及びヨウ化カリウム溶液(20w/v%)2mlを加え、更に精製水を加えて20mlとする。以下上記 4 (2)と同様に操作して、アンチモンの濃度と吸光度との関係を求める。

第 2 水素化物発生 - 誘導結合プラズマ発光分光分析法

1 試薬

- (1) 塩酸(1+1)
- (2) 塩酸(1+3)
- (3) 塩酸(2+3)
- (4) ヨウ化カリウム溶液(20w/v%)
- (5) 水素化ホウ素ナトリウム溶液
第 1 の 1 (5)の例による。
- (6) アンチモン標準原液
別添方法 4 の 1 (7)の例による。
- (7) アンチモン標準液
第 1 の 1 (7)の例による。
この溶液1mlは、アンチモン0.001mgを含む。

2 器具及び装置

- (1) 水素化物発生装置
- (2) 誘導結合プラズマ発光分光分析装置
- (3) アルゴンガス
第 1 の 2 (3)の例による。

3 試料の採取及び保存

検査方法告示の別表第 3 の 3 の例による。

4 試験操作

- (1) 前処理
第 1 の 4 (1)の例による。
- (2) 分析

水素化物発生装置にアルゴンガスを流しながら、試験溶液、塩酸(2+3)及び水素化ホウ素ナトリウム溶液を連続的に装置内に導入し、水素化物を発生させる。発生した水素化物を誘導結合プラズマ発光分光分析装置のプラズマトーチに導入し、波長 217.581nm で発光強度を測定し、下記 5 により作成した検量線から試験溶液中のアンチモンの濃度を求め、検水中のアンチモンの濃度を算定する。

5 検量線の作成

アンチモン標準液を段階的にメスフラスコに採り、それぞれに塩酸(1+1)4ml及びヨウ化カリウム溶液(20w/v%)2mlを加え、更に精製水を加えて20mlとする。以下上記4(2)と同様に操作して、アンチモンの濃度と発光強度との関係を求める。

第3 誘導結合プラズマ - 質量分析法

別添方法4に定める方法

目標2 ウラン

第1 誘導結合プラズマ - 質量分析法

別添方法4に定める方法

第2 固相抽出 - 誘導結合プラズマ発光分光分析法

1 試薬

(1) 硝酸(1+13)

(2) 硝酸(2+13)

(3) 酢酸アンモニウム

(4) 酢酸アンモニウム溶液(0.1mol/L)

酢酸アンモニウム7.7gを精製水に溶かして1Lとしたもの

(5) 水酸化ナトリウム溶液(1mol/L)

(6) C y D T A 溶液(0.1mol/L)

trans-1,2-シクロヘキサンジアミン-N,N,N',N'-四酢酸(1水塩)(C y D T A)3.6gをメスフラスコに採り、水酸化ナトリウム溶液(1mol/L)に溶かして100mlとしたもの

(7) 内部標準原液

検査方法告示の別表第6の1(1)のイットリウムの例による。

(8) 内部標準液

内部標準原液を精製水で2000倍に薄めたもの

この溶液1mlは、イットリウム0.0005mgを含む。

(9) ウラン標準原液

この溶液1mlは、ウラン0.001mgを含む。

(10) ウラン標準液

ウラン標準原液を精製水で10倍に薄めたもの

この溶液1mlは、ウラン0.0001mgを含む。

2 器具及び装置

(1) 固相カラム

イミノ二酢酸キレート樹脂を充填したディスク若しくはミニカラム又はこれと同等以上の性能を有するもの

(2) 誘導結合プラズマ発光分光分析装置

超音波噴霧装置を備えたもの

(3) アルゴンガス

目標 1 の第 1 の 2 (3) の例による。

3 試料の採取及び保存

検査方法告示の別表第 3 の 3 の例による。

4 試験操作

(1) 前処理

固相カラムに硝酸(2+13)20ml、精製水50mlを2回、酢酸アンモニウム溶液(0.1mol/L)50mlを順次加圧注入する。次に、検水1000ml(検水に含まれるウランの濃度が0.02 mg/Lを超える場合には、0.0002~0.02mg/Lとなるように精製水を加えて1000mlに調製したものを)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10mlとなるように加え、更に酢酸アンモニウム7.7gを加え、溶解させた後、C y D T A 溶液(0.1 mol/L)10mlを加える。この溶液をアンモニア水を用いてpH値を5.6に調整した後、毎分50~100ml(ミニカラムの場合は毎分10~20ml)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硝酸(1+13)5mlを2回緩やかに流し、試験管に受ける。試験管の溶出液に内部標準液2mlを加え、更に精製水を加えて20mlとし、これを試験溶液とする。

(2) 分 析

上記(1)で得られた試験溶液を誘導結合プラズマ発光分光分析装置に導入し、ウランの測定波長385.958nm及びイットリウムの測定波長371.029nmでそれぞれの発光強度を測定し、イットリウムに対するウランの発光強度比を求め、下記5により作成した検量線から試験溶液中のウランの濃度を求め、検水中のウランの濃度を算定する。

5 検量線の作成

ウラン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及び内部標準液10mlを加え、更に精製水を加えて100mlとする。以下上記4(2)と同様に操作して、ウランとイットリウムの発光強度比を求め、ウランの濃度との関係を求める。

目標 3 ニッケル

第 1 フレームレス - 原子吸光光度法

1 試 薬

(1) 硝酸(1+1)

- (2) 硝酸(1+160)
- (3) ニッケル標準原液
別添方法4の1(9)の例による。
- (4) ニッケル標準液
ニッケル標準原液を精製水で1000倍に薄めたもの
この溶液1mlは、ニッケル0.001mgを含む。
この溶液は、使用の都度調製する。

2 器具及び装置

- (1) フレームレス - 原子吸光光度計及びニッケル中空陰極ランプ
- (2) アルゴンガス
目標1の第1の2(3)の例による。

3 試料の採取及び保存

検査方法告示の別表第3の3の例による。

4 試験操作

- (1) 前処理
検水10～100ml(検水に含まれるニッケルの濃度が0.03mg/Lを超える場合には、0.0003～0.03mg/Lとなるように精製水を加えて調製したものを)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の量が試験溶液中に1mlとなるように硝酸を加え、静かに加熱する。液量が10ml以下になったら加熱をやめ、冷後、精製水を加えて10ml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
上記(1)で得られた試験溶液をフレームレス - 原子吸光光度計に注入し、波長232.0nmで吸光度を測定し、下記5により作成した検量線から試験溶液中のニッケルの濃度を求め、検水中のニッケルの濃度を算定する。

5 検量線の作成

ニッケル標準液を段階的にメスフラスコに採り、それぞれに硝酸10ml及び精製水を加えて100mlとする。以下上記4(2)と同様に操作して、ニッケルの濃度と吸光度との関係を求める。

第2 誘導結合プラズマ発光分光分析法

1 試薬

- (1) 内部標準原液
別添方法4の1(5)のイットリウム(III)の例による。
- (2) 内部標準液
内部標準原液を精製水で200倍に薄めたもの
この溶液1mlは、イットリウム0.005mgを含む。

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) ニッケル標準原液

別添方法4の1(9)の例による。

(6) ニッケル標準液

第1の1(4)の例による。

この溶液1mlは、ニッケルを0.001mg含む。

2 器具及び装置

(1) 誘導結合プラズマ発光分光分析装置

超音波噴霧装置を備えたもの

(2) アルゴンガス

目標1の第1の2(3)の例による。

3 試料の採取及び保存

検査方法告示の別表第3の3の例による。

4 試験操作

(1) 前処理

検水50～500ml(検水に含まれるニッケルの濃度が0.01mg/Lを超える場合には、0.0001～0.01mg/Lとなるように精製水を加えて調製したものを)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の量が試験溶液中に5mlとなるように硝酸を加え、静かに加熱する。液量が45ml以下になったら加熱をやめ、冷後、内部標準液5mlを加え、更に精製水を加えて50ml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

上記(1)で得られた試験溶液を誘導結合プラズマ発光分光分析装置に導入し、表1に示す測定波長でニッケルとイットリウムの発光強度を測定し、イットリウムに対するニッケルの発光強度比を求め、下記5により作成した検量線から試験溶液中のニッケルの濃度を求め、検水中のニッケルの濃度を算定する。

表1 測定波長

金属	測定波長(nm)
ニッケル	231.604、 232.003、 221.647
イットリウム	371.029

印は内部標準物質である。

5 検量線の作成

ニッケル標準液を段階的にメスフラスコに採り、それぞれに硝酸5ml及び内部標準液5mlを加え、更に精製水を加えて50mlとする。以下上記4(2)と同様に操作して、ニッケルとイットリウムの発光強度比を求め、ニッケルの濃度との関係を求める。

第3 誘導結合プラズマ - 質量分析法

別添方法4に定める方法

目標4 亜硝酸態窒素

イオンクロマトグラフ法

検査方法告示の別表第13の例による。ただし、測定濃度範囲は0.005～0.5mg/Lとする。

目標5 1,2-ジクロロエタン

目標6 トランス-1,2-ジクロロエチレン

目標7 1,1,2-トリクロロエタン

目標8 トルエン

第1 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

別添方法1に定める方法

第2 ヘッドスペース - ガスクロマトグラフ - 質量分析計による一斉分析法

別添方法2に定める方法

目標9 フタル酸ジ(2-エチルヘキシル)

溶媒抽出 - ガスクロマトグラフ - 質量分析法

1 試薬

(1) 再精製水

測定対象成分を含まないもの

(2) ヘキサン

測定対象成分を含まないもの

(3) 内部標準原液

フェナントレンd₁₀0.100gをヘキサンに溶かして100mlとしたもの

この溶液1mlは、フェナントレン d_{10} 1mgを含む。

この溶液は、冷暗所に保存する。

(4) 内部標準液

内部標準原液をヘキサンで100倍に薄めたもの

この溶液1mlは、フェナントレン d_{10} 0.01mgを含む。

この溶液は、使用の都度調製する。

(5) フタル酸ジ(2-エチルヘキシル)標準原液

フタル酸ジ(2-エチルヘキシル)0.100gをヘキサンに溶かして100mlとしたもの

この溶液1mlは、フタル酸ジ(2-エチルヘキシル)を1mg含む。

この溶液は、冷暗所に保存する。

(6) フタル酸ジ(2-エチルヘキシル)標準液

フタル酸ジ(2-エチルヘキシル)標準原液をヘキサンで100倍に薄めたもの

この溶液1mlは、フタル酸ジ(2-エチルヘキシル)を0.01mg含む。

この溶液は、使用の都度調製する。

2 器具及び装置

(1) 共栓付き試験管

容量25mlのもので、再精製水、アセトン及びヘキサンの順で洗浄したもの

(2) ガスクロマトグラフ - 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 分離カラム

内径0.20～0.53mm、長さ25～30m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0.10～0.50 μ mの厚さで被覆したもの又はこれと同等以上の分離性能を有するもの

ウ 分離カラムの温度

フタル酸ジ(2-エチルヘキシル)の最適分離条件に設定できるもの

例えば、50 を2分間保持し、毎分20 の速度で180 まで上昇させ、更に毎分4 の速度で上昇させ、260 を4分間保持できるもの

エ 検出器

検査方法告示の別表第14の2(5)ウの例による。

オ イオン化電圧

検査方法告示の別表第14の2(5)エの例による。

カ キャリアーガス

検査方法告示の別表第14の2(5)オの例による。

3 試料の採取及び保存

試料は、再精製水、アセトン及びヘキサンの順で洗浄したガラス瓶に採取し、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。

4 試験操作

(1) 前処理

検水20ml (検水に含まれるフタル酸ジ(2-エチルヘキシル)の濃度が0.5mg/Lを超える場合には、0.005~0.5mg/Lとなるように再精製水を加えて20mlに調製したもの)を共栓付き比色管に採り、ヘキサン2mlを加え、5分間激しく振り混ぜる。静置後、ヘキサン層の一定量を分取し、これに内部標準液50 μ lを加え、これを試験溶液とする。

(2) 分 析

上記(1)で得られた試験溶液のヘキサン層の一定量をガスクロマトグラフ - 質量分析計に注入し、表1に示すフタル酸ジ(2-エチルヘキシル)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、下記5により作成した検量線から試験溶液中のフタル酸ジ(2-エチルヘキシル)の濃度を求め、検水中のフタル酸ジ(2-エチルヘキシル)の濃度を算定する。

表1 フラグメントイオン

	フラグメントイオン(m/z)
フタル酸ジ(2-エチルヘキシル)	149
フェナントレン d ₁₀	240

印は内部標準物質である。

5 検量線の作成

フタル酸ジ(2-エチルヘキシル)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20mlとする。以下上記4の(1)及び(2)と同様に操作して、フタル酸ジ(2-エチルヘキシル)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、フタル酸ジ(2-エチルヘキシル)の濃度との関係を求める。

目標10 亜塩素酸

目標11 塩素酸

目標12 二酸化塩素

イオンクロマトグラフ法

1 試 薬

(1) 精製水

検査方法告示の別表第13の1(1)の例による。

(2) リン酸緩衝液(pH6.45)

105~110 で乾燥し、デシケーター中で放冷したリン酸一水素ナトリウム22.86g及びリン酸二水素カリウム46.14gを無炭酸精製水で溶かして1Lとし、数日間静置して析出した沈でん物をろ別したものを原液とし、この原液400mlに無炭酸精製水を加えて2Lとしたもの

(3) 亜硝酸ナトリウム溶液(1w/v%)

この溶液は、使用の都度調製する。

(4) 溶離液

対象物質が分離できるもの

(5) 除去液

検査方法告示の別表第13の1(3)の例による。

(6) ヨウ化カリウム溶液(5w/v%)

(7) 窒素ガス

洗浄瓶を用いてヨウ化カリウム溶液(5w/v%)に通し、酸化剤を除去したもの

ただし、ヨウ化カリウム溶液(5w/v%)は、着色したら取り替えなければならない。

(8) ヨウ素酸カリウム溶液(0.017mol/L)

130 で約2時間乾燥し、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

(9) 硫酸(1+5)

(10) 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。

(11) 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及び炭酸ナトリウム(無水)0.2g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、次に定める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及び硫酸(1+5)5ml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1~2mlのでんぷん溶液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。

$$\text{ファクター}(f) = 25 / a$$

(12) 塩酸(1+24)

(13) 亜塩素酸イオン標準原液

亜塩素酸ナトリウム1.8g(純度80%)を精製水に溶かして1Lとしたもの

なお、標準液を調製の都度、次に定める方法により含有する亜塩素酸イオンの濃度を測定する。

共栓付き三角フラスコにヨウ化カリウム1g及び塩酸(1+24)50mlを採り、これに亜塩素酸イオン標準原液20mlを正確に加え、チオ硫酸ナトリウム溶液(0.1mol/L)で滴定し、

液の褐色が淡黄色に変わったら3mlのでんぷん溶液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。これに要したチオ硫酸ナトリウム溶液(0.1mol/L)のml数 b から次式により溶液に含まれる亜塩素酸イオンの濃度(mg/ml)を算定する。

$$\text{亜塩素酸イオン(mg/ml)} = (b \times 1.686 \times f) / S_1$$

この式において、f はチオ硫酸ナトリウム溶液(0.1mol/L)のファクター、S₁は滴定に供した亜塩素酸イオン標準原液のml数を表す。

(14) 塩素酸イオン標準原液

塩素酸ナトリウム1.4gを精製水に溶かして1Lとしたもの

なお、標準液を調製の都度、次に定める方法により含有する塩素酸イオンの濃度を測定する。

共栓付き三角フラスコに塩酸10mlを採り、これに塩素酸イオン標準原液10ml及びヨウ化カリウム1gを加え、直ちに栓をする。この溶液を暗所で20分間静置した後、5mlのでんぷん溶液を指示薬として加え、液の青色が消えるまでチオ硫酸ナトリウム溶液(0.1mol/L)で滴定する。これに要したチオ硫酸ナトリウム溶液(0.1mol/L)のml数 c から次式により溶液に含まれる塩素酸イオンの濃度(mg/ml)を算定する。

$$\text{塩素酸イオン(mg/ml)} = (c \times 1.391 \times f) / S_2$$

この式において、f はチオ硫酸ナトリウム溶液(0.1mol/L)のファクター、S₂は滴定に供した塩素酸イオン原液のml数を表す。

(15) 亜塩素酸イオン標準液

亜塩素酸イオンとして10mgに相当する亜塩素酸イオン標準原液を採り、精製水を加えて1Lとしたもの

この溶液1mlは、亜塩素酸イオン0.01mgを含む。

この溶液は、使用の都度調製する。

(16) 塩素酸イオン標準液

塩素酸イオンとして10mgに相当する塩素酸標準原液を採り、精製水を加えて1Lとしたもの

この溶液1mlは、塩素酸イオン0.01mgを含む。

この溶液は、使用の都度調製する。

2 器具及び装置

(1) メンブランフィルターろ過装置

検査方法告示の別表第12の2(1)の例による。

(2) イオンクロマトグラフ

ア 試験導入部

検査方法告示の別表第12の2(2)アの例による。

イ 分離カラム

内径2~6mm、長さ15~25cmのものであって、第4級アルキルアミンを被覆したポリマー材を高密度充填したもの又はこれと同等以上の分離性能を有するもの

なお、分離カラムの懸濁物質や有機物による汚染を防ぐため、プレカラムが接続

していること。

ウ 溶離液流量

検査方法告示の別表第13の2(2)ウの例による。

エ 除去液流量

検査方法告示の別表第13の2(2)エの例による。

オ 検出器

電気伝導度検出器

3 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、直ちに試験する。

4 試験操作

(1) 分析

ア 二酸化塩素及び亜塩素酸イオンの測定

検水10mlにリン酸緩衝液1ml及び亜硝酸ナトリウム溶液(1w/v%)0.5mlを加えて混合する。この溶液の一定量をイオンクロマトグラフに注入し、ピーク高さ又はピーク面積(d)を求める。

イ 亜塩素酸イオン及び塩素酸イオンの測定

検水10mlにリン酸緩衝液1.5mlを加え、窒素ガスで15分間曝気する。この溶液の一定量をイオンクロマトグラフに注入し、亜塩素酸イオンのピーク高さ又はピーク面積(e)と塩素酸イオンのピーク高さ又はピーク面積(g)を求める。

(2) 濃度の計算

ア 二酸化塩素

上記(1)ア及びイで得られた亜塩素酸イオンに相当するピーク高さ又はピーク面積の差(d - e)を求め、下記5により作成した亜塩素酸イオンの検量線から検水中の二酸化塩素の濃度を算定する。

イ 亜塩素酸イオン及び塩素酸イオン

上記(1)イで得られた亜塩素酸イオンに相当するピーク高さ又はピーク面積(e)と塩素酸イオンに相当するピーク高さ又はピーク面積(g)から、下記5により作成した検量線から検水中の亜塩素酸イオン及び塩素酸イオンの濃度を算定する。

5 検量線の作成

亜塩素酸イオン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。以下上記4(1)イと同様に操作して、亜塩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。

塩素酸イオン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。以下上記4(1)イと同様に操作して、塩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。

目標13 ジクロロアセトニトリル

目標14 抱水クロラール

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

別添方法3に定める方法

目標15 農薬類

表1に掲げる農薬ごとに、それぞれ同表に定める方法による。ただし、クロルニトロフェン(CNP)、CNP-アミノ体、ジクワット及びイミノクタジン酢酸塩の検査方法については、別紙2「農薬類(水質管理目標設定項目15)の測定精度」に示すとおり、定量下限値が目標値の10分の1を確保できないため、参考として示したものである。

表1 農薬類検査方法一覧

番号	農薬名	検査方法	別添方法
1	チウラム	固相抽出 - LC - MS法(ポジティブモード)	別添方法16
2	シマジン (CAT)	固相抽出 - GC - MS法	別添方法5
3	チオベンカルブ	固相抽出 - GC - MS法	別添方法5
4	1,3-ジクロロプロペン(D-D) 注1)	PT - GC - MS法 HS - GC - MS法	別添方法7 別添方法8
5	イソキサチオン	固相抽出 - GC - MS法	別添方法5
6	ダイアジノン	固相抽出 - GC - MS法	別添方法5
7	フェニトロチオン (MEP)	固相抽出 - GC - MS法	別添方法5
8	イソプロチオラン (IPT)	固相抽出 - GC - MS法	別添方法5
9	クロロタロニル (TPN)	固相抽出 - GC - MS法	別添方法5
10	プロピザミド	固相抽出 - GC - MS法	別添方法5
11	ジクロルボス (DDVP)	固相抽出 - GC - MS法	別添方法5
12	フェノブカルブ (BPMC)	固相抽出 - GC - MS法	別添方法5
13	クロルニトロフェン (CNP) : 失効農薬	固相抽出 - GC - MS法	別添方法5
14	CNP-アミノ体	固相抽出 - GC - MS法	別添方法5
15	イプロベンホス (IBP)	固相抽出 - GC - MS法	別添方法5
16	EPN	固相抽出 - GC - MS法	別添方法5
17	ベントazon	固相抽出 - 誘導体化 - GC - MS法 固相抽出 - LC - MS法(ポジティブモード・ネガティブモード)	別添方法6 別添方法16
18	カルボフラン (カルボスルフ)	HPLC - ポストカラム法	別添方法13

	アン代謝物)	固相抽出 - L C - M S 法(ポジティブモード)	別添方法16
19	2,4-ジクロロフェノキシ酢酸 (2,4-D)	固相抽出 - 誘導体化 - G C - M S 法 固相抽出 - L C - M S 法(ネガティブモード)	別添方法 6 別添方法16
20	トリクロピル	固相抽出 - 誘導体化 - G C - M S 法 固相抽出 - L C - M S 法(ネガティブモード)	別添方法 6 別添方法16
21	アセフェート	固相抽出 - L C - M S 法(ポジティブモード)	別添方法17
22	イソフェンホス	固相抽出 - G C - M S 法	別添方法 5
23	クロルピリホス	固相抽出 - G C - M S 法	別添方法 5
24	トリクロルホン (DEP)	固相抽出 - G C - M S 法	別添方法 5
25	ピリダフェンチオン	固相抽出 - G C - M S 法	別添方法 5
26	イプロジオン	固相抽出 - G C - M S 法 固相抽出 - H P L C 法 固相抽出 - L C - M S 法(ポジティブモード)	別添方法 5 別添方法 9 別添方法16
27	エトリジアゾール (エクロメ ゾール)	固相抽出 - G C - M S 法	別添方法 5
28	オキシ銅	固相抽出 - L C - M S 法(ポジティブモード)	別添方法16
29	キャプタン	固相抽出 - G C - M S 法	別添方法 5
30	クロロネブ	固相抽出 - G C - M S 法	別添方法 5
31	トルクロホスメチル	固相抽出 - G C - M S 法	別添方法 5
32	フルトラニル	固相抽出 - G C - M S 法	別添方法 5
33	ペンシクロン	固相抽出 - G C - M S 法	別添方法 5
34	メタラキシル	固相抽出 - G C - M S 法	別添方法 5
35	メプロニル	固相抽出 - G C - M S 法	別添方法 5
36	アシュラム	固相抽出 - H P L C 法 固相抽出 - L C - M S 法(ポジティブモード・ ネガティブモード)	別添方法 9 別添方法16
37	ジチオピル	固相抽出 - G C - M S 法	別添方法 5
38	テルブカルブ (MBPMC) : 失効農 薬	固相抽出 - G C - M S 法	別添方法 5
39	ナプロパミド	固相抽出 - G C - M S 法	別添方法 5
40	ピリプチカルブ	固相抽出 - G C - M S 法	別添方法 5
41	ブタミホス	固相抽出 - G C - M S 法	別添方法 5
42	ベンスリド (SAP)	固相抽出 - L C - M S 法(ポジティブモード・ ネガティブモード)	別添方法16
43	ベンフルラリン (ベスロジン)	固相抽出 - G C - M S 法	別添方法 5
44	ペンディメタリン	固相抽出 - G C - M S 法	別添方法 5
45	メコプロップ (MCP)	固相抽出 - 誘導体化 - G C - M S 法 固相抽出 - L C - M S 法(ネガティブモード)	別添方法 6 別添方法16

46	メチルダイムロン	固相抽出 - G C - M S 法	別添方法 5
47	アラクロール	固相抽出 - G C - M S 法	別添方法 5
48	カルバリル (NAC)	固相抽出 - H P L C 法 H P L C - ポストカラム法 固相抽出 - L C - M S 法(ポジティブモード)	別添方法 10 別添方法 13 別添方法 16
49	エディフェンホス (エジフェンホス, EDDP)	固相抽出 - G C - M S 法	別添方法 5
50	ピロキロン	固相抽出 - G C - M S 法	別添方法 5
51	フサライド	固相抽出 - G C - M S 法	別添方法 5
52	メフェナセット	固相抽出 - G C - M S 法	別添方法 5
53	プレチラクロール	固相抽出 - G C - M S 法	別添方法 5
54	イソプロカルブ (MIPC)	固相抽出 - G C - M S 法	別添方法 5
55	チオファネートメチル	固相抽出 - H P L C 法 固相抽出 - L C - M S 法(ポジティブモード)	別添方法 9 別添方法 16
56	テニルクロール	固相抽出 - G C - M S 法	別添方法 5
57	メチダチオン (DMTP)	固相抽出 - G C - M S 法	別添方法 5
58	カルプロパミド	固相抽出 - L C - M S 法(ポジティブモード・ネガティブモード)	別添方法 16
59	プロモブチド	固相抽出 - G C - M S 法	別添方法 5
60	モリネート	固相抽出 - G C - M S 法	別添方法 5
61	プロシミドン	固相抽出 - G C - M S 法	別添方法 5
62	アニコホス	固相抽出 - G C - M S 法	別添方法 5
63	アトラジン	固相抽出 - G C - M S 法	別添方法 5
64	ダラボン	固相抽出 - L C - M S 法(ネガティブモード)	別添方法 16
65	ジクロベニル (DBN)	固相抽出 - G C - M S 法	別添方法 5
66	ジメトエート	固相抽出 - G C - M S 法	別添方法 5
67	ジクワット	固相抽出 - H P L C 法	別添方法 11
68	ジウロン (DCMU)	固相抽出 - L C - M S 法(ポジティブモード・ネガティブモード)	別添方法 16
69	エンドスルファン (エンドスルフェート, ベンゾエピン) 注2)	固相抽出 - G C - M S 法	別添方法 5
70	エトフェンブロックス	固相抽出 - G C - M S 法	別添方法 5
71	フェンチオン (MPP)	固相抽出 - G C - M S 法	別添方法 5
72	グリホサート 注3)	誘導体化 - H P L C 法 H P L C - ポストカラム法	別添方法 12 別添方法 14
73	マラソン (マラチオン)	固相抽出 - G C - M S 法	別添方法 5
74	メソミル	H P L C - ポストカラム法	別添方法 13

		固相抽出 - L C - M S 法(ポジティブモード)	別添方法16
75	ベノミル 注4)	固相抽出 - L C - M S 法(ポジティブモード)	別添方法16
76	ベンフラカルブ	固相抽出 - L C - M S 法(ポジティブモード)	別添方法16
77	シメトリン	固相抽出 - G C - M S 法	別添方法5
78	ジメピペレート	固相抽出 - G C - M S 法	別添方法5
79	フェントエート (PAP)	固相抽出 - G C - M S 法	別添方法5
80	ブプロフェジン	固相抽出 - G C - M S 法	別添方法5
81	エチルチオメトン	固相抽出 - G C - M S 法	別添方法5
82	プロベナゾール	固相抽出 - L C - M S 法(ポジティブモード)	別添方法16
83	エスプロカルブ	固相抽出 - G C - M S 法	別添方法5
84	ダイムロン	固相抽出 - L C - M S 法(ポジティブモード・ ネガティブモード)	別添方法16
85	ピフェノックス	固相抽出 - G C - M S 法	別添方法5
86	ベンスルフロンメチル	固相抽出 - L C - M S 法(ポジティブモード・ ネガティブモード)	別添方法16
87	トリシクラゾール	固相抽出 - L C - M S 法(ポジティブモード)	別添方法16
88	ピペロホス	固相抽出 - G C - M S 法	別添方法5
89	ジメタメトリン	固相抽出 - G C - M S 法	別添方法5
90	アゾキシストロピン	固相抽出 - L C - M S 法(ポジティブモード)	別添方法16
91	イミノクタジン酢酸塩	H P L C - ポストカラム法	別添方法15
92	ホセチル	L C - M S 法(ネガティブモード)	別添方法18
93	ポリカーバメート	L C - M S 法(ネガティブモード)	別添方法19
94	ハロスルフロンメチル	固相抽出 - L C - M S 法(ポジティブモード・ ネガティブモード)	別添方法16
95	フラザスルフロン	固相抽出 - L C - M S 法(ポジティブモード・ ネガティブモード)	別添方法16
96	チオジカルブ	固相抽出 - L C - M S 法(ポジティブモード)	別添方法16
97	プロピコナゾール	固相抽出 - G C - M S 法	別添方法5
98	シデュロン	固相抽出 - H P L C 法 固相抽出 - L C - M S 法(ポジティブモード・ ネガティブモード)	別添方法9 別添方法16
99	ピリプロキシフェン	固相抽出 - G C - M S 法	別添方法5
100	トリフルラリン	固相抽出 - G C - M S 法	別添方法5
101	カフェンストロール	固相抽出 - G C - M S 法	別添方法5

注1) 1,3-ジクロロプロペン(D-D)の濃度は、異性体であるシス-1,3-ジクロロプロペン及びトランス-1,3-ジクロロプロペンの濃度を合計して算出すること。

注2) エンドスルファン (エンドスルフェート, ベンゾエピン)の濃度は、異性体であるエンドスルファン()及びエンドスルファン()の濃度を合計して算出すること。

注3) グリホサートについては、代謝物であるアミノメチルリン酸(AMPM)も測定すること。

注4) ベノミルの大部分は、前処理及び測定操作中にメチル-2-ベンツイミダゾールカルバメート(MBC)に変化することから、メチル-2-ベンツイミダゾールカルバメート(MBC)も測定すること。

目標16 残留塩素

第1 ジエチル-p-フェニレンジアミン法

残留塩素検査方法告示の別表第1に定める方法

第2 電流法

残留塩素検査方法告示の別表第2に定める方法

第3 吸光光度法

残留塩素検査方法告示の別表第3に定める方法

第4 連続自動測定機器による吸光光度法

残留塩素検査方法告示の別表第4に定める方法

第5 ポーラログラフ法

残留塩素検査方法告示の別表第5に定める方法

目標17 カルシウム、マグネシウム等（硬度）

第1 フレーム - 原子吸光光度計による一斉分析法

検査方法告示の別表第4に定める方法

第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

検査方法告示の別表第5に定める方法

第3 イオンクロマトグラフによる一斉分析法

検査方法告示の別表第20に定める方法

第4 滴定法

検査方法告示の別表第22に定める方法

目標18 マンガン

第1 フレームレス - 原子吸光光度計による一斉分析法

検査方法告示の別表第3に定める方法

第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

検査方法告示の別表第5に定める方法

第3 誘導結合プラズマ - 質量分析装置による一斉分析法

検査方法告示の別表第6に定める方法

目標19 遊離炭酸

滴定法

1 試薬

(1) 水酸化ナトリウム溶液(0.1w/v%)

(2) フェノールフタレイン溶液

フェノールフタレイン0.5gをエチルアルコール(50v/v%)100mlに溶かし、この溶液が微紅色を呈するまで水酸化ナトリウム溶液(0.1w/v%)を加えたもの

(3) MR混合溶液

メチルレッド0.02g及びブロムクレゾールグリーン0.1gをエチルアルコール(95v/v%)に溶かして100mlとしたもの

(4) 炭酸ナトリウム溶液(0.01mol/L)

500~550℃で40~50分間強熱し、デシケーター中で放冷した炭酸ナトリウム1.060gを精製水に溶かして1Lとしたもの

(5) 無炭酸精製水

(6) 硫酸(0.01mol/L)

硫酸3mlを精製水約100ml中に徐々に加え、冷後、精製水を加えて1Lとした溶液を精製水で5倍に薄めたもの

なお、次に定める操作により硫酸(0.01mol/L)のファクター(f_1)を求める。

炭酸ナトリウム溶液(0.01mol/L)25mlを白磁皿に採り、数滴のMR混合溶液を指示

薬として加え、硫酸(0.01mol/L)を用いて液が赤紫色を呈するまで滴定する。別に、同様に操作して空試験を行い、補正した硫酸(0.01mol/L)のml数 a から次式によりファクターを算定する。

$$\text{ファクター}(f_1) = 25 / a$$

(7) 水酸化ナトリウム溶液(0.02mol/L)

精製水約100mlを三角フラスコに採り、これに水酸化ナトリウム約100gを徐々に加えて飽和溶液を作り、ゴム栓をして一夜静置する。次いで、その上澄液1mlを採り、無炭酸精製水を加えて1Lとしたもの

なお、次に定める操作により水酸化ナトリウム溶液(0.02mol/L)のファクター(f_2)を求める。

硫酸(0.01mol/L)25mlを白磁皿に採り、フェノールフタレイン溶液数滴を指示薬として加え、水酸化ナトリウム溶液(0.02mol/L)を用いて微紅色が消えずに残るまで滴定する。別に、同様に操作して空試験を行い、補正した水酸化ナトリウム溶液(0.02mol/L)のml数 b から次式によりファクターを算定する。

$$\text{ファクター}(f_2) = 25 \times f_1 / b$$

この式において、 f_1 は硫酸(0.01mol/L)のファクターを表す。

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。

(8) アスコルビン酸ナトリウム溶液(1w/v%)

2 器具

共栓付き比色管

容量100mlのもの

3 試料の採取及び保存

試料は、精製水で洗浄したガラス瓶に泡立てないように採取し、直ちに試験する。

4 試験操作

(1) 総酸度の試験

検水100mlをなるべく揺らないように注意して共栓付き比色管に採り、数滴のフェノールフタレイン溶液を指示薬として加え、水酸化ナトリウム溶液(0.02mol/L)を用いて微紅色が消えずに残るまで滴定し、これを予備試験とする。

次に、検水100mlを別の共栓付き比色管に採り、数滴のフェノールフタレイン溶液を指示薬として加え、これに予備試験で要した量の水酸化ナトリウム溶液(0.02mol/L)を一時に加え、密栓して軽く揺り動かす。このとき、微紅色が消えずに残った場合は、これに要した水酸化ナトリウム溶液(0.02mol/L)のml数 c から次式により検水中の総酸度の濃度(mg/L)を算定する。また、検水が無色になった場合は、微紅色が消えずに残るまで水酸化ナトリウム溶液(0.02mol/L)で更に滴定し、前後に要した水酸化ナトリウム溶液(0.02mol/L)のml数 c から次式により検水中の総酸度の濃度(mg/L)を算定する。

$$\text{総酸度(mg/L)} = c \times f_2 \times 1 \times 1000 / 100$$

この式において、 f_2 は水酸化ナトリウム溶液(0.02mol/L)のファクターを表す。

(2) 鉍酸酸度の試験

検水100mlを白磁皿に採り、数滴のMR混合溶液を指示薬として加え、水酸化ナトリウム溶液(0.02mol/L)を用いて液が青色を呈するまで滴定する。これに要した水酸化ナトリウム溶液(0.02mol/L)のml数dから次式により検水中の鉍酸酸度の濃度(mg/L)を算定する。

$$\text{鉍酸酸度(mg/L)} = d \times f_2 \times 1 \times 1000 / 100$$

この式において、 f_2 は水酸化ナトリウム溶液(0.02mol/L)のファクターを表す。

なお、残留塩素を含む試料の場合には、アスコルビン酸ナトリウム溶液(1w/v%)1mlを加えたものを検水とする。

(3) 遊離炭酸の算定

上記(1)及び(2)の操作によって得られた総酸度及び鉍酸酸度の濃度から次式により遊離炭酸の濃度(mg/L)を算定する。

$$\text{遊離炭酸(mg/L)} = (\text{総酸度(mg/L)} - \text{鉍酸酸度(mg/L)}) \times 0.88$$

目標20 1,1,1-トリクロロエタン

目標21 メチル-t-ブチルエーテル

第1 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

別添方法1に定める方法

第2 ヘッドスペース - ガスクロマトグラフ - 質量分析計による一斉分析法

別添方法2に定める方法

目標22 有機物等(過マンガン酸カリウム消費量)

滴定法

検査方法告示の別表第45の例による。

目標23 臭気強度(TON)

官能法

1 試薬

無臭味水

精製水を活性炭1L当たり毎分100～200mlで通し、初めの流出水を捨てた後のろ過水を用いる。

2 器具及び装置

(1) 共栓付き三角フラスコ

容量300mlのもの

(2) 恒温水槽

40～50 に保持できるもの

3 試料の採取及び保存

試料は、精製水で洗浄したガラス瓶に採取し、直ちに試験する。

4 試験操作

(1) 予備試験

検水200、40、10、4mlをそれぞれ共栓付き三角フラスコに採り、無臭味水を加えてそれぞれ200mlとし、これを予備試験水とする。別に、対照水として無臭味水200mlを共栓付き三角フラスコに採る。

次に、それぞれの三角フラスコを恒温水槽で加温した後、まず対照水を激しく振り、開栓と同時に発生する蒸気の臭気をかぐ。

次いで、検水量の少ないほうから同様に操作して予備試験水の臭気を対照水と比較し、臭気を感じられる最小検水量を求める。

(2) 本試験

上記(1)で求めた最小検水量を表1の数値に照らして該当する予備試験検水量の縦系列に示す本試験に用いる検水量を求め、それぞれの量を共栓付き三角フラスコに採り、無臭味水を加えてそれぞれ200mlとし、これを本試験水とする。

次いで、本試験水を予備試験と同様に操作して臭気を感じ取る最小検水量 a (ml) を求め、次式により試料の臭気強度を算出する。

$$\text{臭気強度 (TON)} = 200 / a$$

表1 臭気強度決定のための希釈検水量

予備試験の検水量(ml)	200	40	10	4
本試験に用いる検水量(ml)	200	40	10	4.0
	100	28.5	8.0	2.9
	67	20	6.7	2.0
	50	13.3	5.0	1.3
	40	10	4.0	1.0

目標24 蒸発残留物

重量法

検査方法告示の別表第23の例による。

目標25 濁度

第1 比濁法

検査方法告示の別表第38の例による。

第2 透過光測定法

検査方法告示の別表第39の例による。

第3 連続自動測定機器による透過光測定法

検査方法告示の別表第40の例による。

第4 積分球式光電光度法

検査方法告示の別表第41の例による。

第5 連続自動測定機器による積分球式光電光度法

検査方法告示の別表第42の例による。

第6 散乱光測定法

検査方法告示の別表第43の例による。

第7 透過散乱法

検査方法告示の別表第44の例による。

目標26 pH値

第1 ガラス電極法

検査方法告示の別表第31の例による。

第2 連続自動測定機器によるガラス電極法

検査方法告示の別表第32の例による。

目標27 腐食性(ランゲリア指数)

計算法

1 試薬

- (1) チオ硫酸ナトリウム溶液(0.3w/v%)
- (2) M R 混合溶液
目標19の1(3)の例による。
- (3) 炭酸ナトリウム溶液(0.01mol/L)
目標19の1(4)の例による。
- (4) 硫酸(0.01mol/L)
目標19の1(6)の例による。
- (5) その他必要な試薬
カルシウムイオンの試験に必要な試薬

2 器具及び装置

- (1) ろ過装置
孔径1µmのメンブランフィルターを備えたもの
- (2) 蒸発皿
- (3) その他必要な装置
カルシウムイオンの試験に必要な装置

3 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。

4 試験操作

- (1) カルシウムイオンの試験
検査方法告示の別表第4、別表第5又は別表第20の例による。
- (2) 総アルカリ度の試験
検水100mlを白磁皿に採り、数滴のM R 混合溶液を指示薬として加え、硫酸(0.01mol/L)を用いて液が赤紫色を呈するまで滴定する。これに要した硫酸(0.01mol/L)のml数 a から次式により検水中の総アルカリ度(mg/L)を算定する。

$$\text{総アルカリ度 (mg/L)} = a \times 1 \times 1000 / 100$$

なお、残留塩素を含む試料の場合には、あらかじめチオ硫酸ナトリウム溶液(0.3w/

v%)を加えたものを検水とする。

(3) 溶解性物質の試験

検水100mlを採り、ろ過装置でろ過し、フィルター上の残留物は少量の精製水を用いて洗浄する。

次に、105～110℃で乾燥させてデシケーター中で放冷後、秤量した蒸発皿にろ液及び洗液を採り、水浴上で蒸発乾固する。次に、これを105～110℃で2～3時間乾燥させ、デシケーター中で放冷後、秤量し、蒸発皿の前後の重量差 b (mg)を求め、次式により検水中の溶解性物質の濃度 (mg/L)を算定する。

$$\text{溶解性物質 (mg/L)} = b \times 1000 / 100$$

(4) ランゲリア指数の算定

上記(1)から(3)までの試験操作により得られたカルシウムイオンの濃度、総アルカリ度及び溶解性物質の濃度から、次式によりランゲリア指数を算定する。

$$\text{ランゲリア指数} = \text{pH値} - \text{pH}_s + \{ (T - 25) \times 1.5 \times 10^{-2} \}$$

$$\text{pH}_s = 8.313 - \log [\text{Ca}^{2+}] - \log [A] + S$$

T : 検水の水温 ()

1.5×10^{-2} : 温度における補正係数

8.313 : 定数

[Ca²⁺] : meq/Lで示されたカルシウムイオン量

$$[\text{Ca}^{2+}] = [\text{Ca}^{2+}] (\text{mg/L}) \div (40.1 \div 2)$$

[A] : meq/Lで示された総アルカリ度

$$[A] = [A] (\text{mg/L}) \div (100 \div 2)$$

S : 補正值で、次式により求める。

$$S = 2 \mu / (1 + \mu)$$

$$\mu = 2.5 \times 10^{-5} \times S_d$$

S_d : 溶解性物質 (mg/L)

別添方法 1 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

ここで対象とする項目は、1,2-ジクロロエタン、トランス-1,2-ジクロロエチレン、1,1,2-トリクロロエタン、トルエン、1,1,1-トリクロロエタン及びメチル-t-ブチルエーテルである。

1 試薬

(1) 再精製水

検査方法告示の別表第14の1(1)の例による。

(2) 塩酸(1+10)

(3) メチルアルコール

検査方法告示の別表第14の1(3)の例による。

(4) 内部標準原液

検査方法告示の別表第14の1(4)の例による。

(5) 内部標準液

検査方法告示の別表第14の1(5)の例による。

(6) 揮発性有機化合物標準原液

1,2-ジクロロエタン、トランス-1,2-ジクロロエチレン、1,1,2-トリクロロエタン、トルエン、1,1,1-トリクロロエタン及びメチル-t-ブチルエーテルのそれぞれ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、1,2-ジクロロエタン、トランス-1,2-ジクロロエタン、1,1,2-トリクロロエチレン、トルエン、1,1,1-トリクロロエタン及びメチル-t-ブチルエーテルをそれぞれ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1~2ml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。

2 器具及び装置

検査方法告示の別表第14の2(1)~(5)の例による。

3 試料の採取及び保存

検査方法告示の別表第14の3の例による。

4 試験操作

検水(検水に含まれるそれぞれの対象物質の濃度が0.01mg/Lを超える場合には、0.0001~0.01mg/Lとなるように再精製水を加えて調製したものを)をパージ容器に採り、内部標準

液 B を検水量 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 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、下記 5 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。

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)
1,2-ジクロロエタン	62、 49、 64
トランス-1,2-ジクロロエチレン	61、 96、 98
1,1,2-トリクロロエタン	97、 83、 85
トルエン	91、 92
1,1,1-トリクロロエタン	97、 99、 61
メチル-t-ブチルエーテル	73、 57
フルオロベンゼン	96、 77
4-プロモフルオロベンゼン	95、 174、 176

印は内部標準物質である。

5 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 を 1ml 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する。以下上記 4 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。

別添方法 2 ヘッドスペース - ガスクロマトグラフ - 質量分析計による一斉分析法

ここで対象とする項目は、1,2-ジクロロエタン、トランス-1,2-ジクロロエチレン、1,1,2-トリクロロエタン、トルエン、1,1,1-トリクロロエタン及びメチル-t-ブチルエーテルである。

1 試薬

(1) 再精製水

検査方法告示の別表第15の1(1)の例による。

(2) 塩酸(1+10)

(3) 塩化ナトリウム

検査方法告示の別表第15の1(3)の例による。

(4) メチルアルコール

検査方法告示の別表第15の1(4)の例による。

(5) 内部標準原液

検査方法告示の別表第15の1(5)の例による。

(6) 内部標準液

検査方法告示の別表第15の1(6)の例による。

(7) 揮発性有機化合物標準原液

別添方法1の1(6)の例による。

(8) 揮発性有機化合物混合標準液

別添方法1の1(7)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。

2 器具及び装置

検査方法告示の別表第15の2(1)～(10)の例による。

3 試料の採取及び保存

検査方法告示の別表第15の3の例による。

4 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(検水に含まれるそれぞれの対象物質の濃度が0.01mg/Lを超える場合には、0.0001～0.01mg/Lとなるように再精製水を加えて調製したものを)バイアル容量に対して0.70～0.85となるようにバイアルに採り、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

上記(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 - 質量分析計に注入し、別添方法 1 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、下記 5 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。

5 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 を 1ml 加え、更にメチルアルコールを加えて 10ml とする。再精製水を上記 4 (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。以下上記 4 (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。

別添方法 3 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

ここで対象とする項目は、ジクロロアセトニトリル及び抱水クロラールである。

1 試薬

(1) 塩化ナトリウム

検査方法告示の別表第17の1(2)の例による。

(2) tert-ブチル-メチルエーテル

検査方法告示の別表第17の1(4)の例による。

(3) 内部標準原液

検査方法告示の別表第17の1(6)の例による。

この溶液1mlは、1,2,3-トリクロロプロパン10mgを含む。

(4) 内部標準液

検査方法告示の別表第17の1(7)の例による。

この溶液1mlは、1,2,3-トリクロロプロパン0.01mgを含む。

(5) ジクロロアセトニトリル標準原液

ジクロロアセトニトリル0.1gをtert-ブチル-メチルエーテルに溶かして100mlとしたもの

この溶液1mlは、ジクロロアセトニトリル1mgを含む。

この溶液は、冷暗所に保存する。

(6) 抱水クロラール標準原液

抱水クロラール0.1gをtert-ブチル-メチルエーテルに溶かして100mlとしたもの

この溶液1mlは、抱水クロラールを1mg含む。

この溶液は、冷暗所に保存する。

(7) 混合標準液

ジクロロアセトニトリル標準原液及び抱水クロラール標準原液のそれぞれ0.1mlずつを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

この溶液1mlは、ジクロロアセトニトリル及び抱水クロラールをそれぞれ0.001mg含む。

この溶液は、使用の都度調製する。

2 器具及び装置

(1) ねじ口瓶

検査方法告示の別表第14の2(1)の例による。

(2) ねじ口バイアル

検査方法告示の別表第17の2(2)の例による。

(3) 共栓付き比色管

容量30mlのもので、300 で1時間加熱したもの

(4) ガスクロマトグラフ - 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 分離カラム

内径0.20～0.53mm、長さ25～30m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液相を0.10～0.25 μmの厚さで被覆したもの又はこれと同等以上の分離性能を有するもの

ウ 分離カラムの温度

対象物質の最適分離条件に設定できるもの

例えば、35℃を3.5分間保持し、毎分15℃の速度で100℃まで上昇させ、更に毎分20℃の速度で250℃まで上昇させ、3分間保持できるもの

エ 検出器

検査方法告示の別表第14の2(5)ウの例による。

オ イオン化電圧

検査方法告示の別表第14の2(5)エの例による。

カ キャリヤーガス

検査方法告示の別表第14の2(5)オの例による。

3 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静かに採取し、満水にして直ちに密栓して速やかに試験する。速やかに試験できない場合は、冷暗所に保存する。

なお、残留塩素が含まれている場合は、アスコルビン酸ナトリウム0.01～0.02gを加える。

4 試験操作

(1) 前処理

検水20ml(検水に含まれるそれぞれの対象物質の濃度が0.1mg/Lを超える場合には、0.001～0.1mg/Lとなるように精製水を加えて20mlに調製したもの)を共栓付き比色管に採り、塩化ナトリウム8gを加え、軽く振って溶かした後、tert-ブチル-メチルエーテル2mlを加え、1分間激しく振り混ぜ、静置後、tert-ブチル-メチルエーテル層の一定量を分取する。次に、無水硫酸ナトリウムを加え、更に内部標準液50 μlを加え、これを試験溶液とする。

(2) 分析

上記(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、表1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、下記5により作成した検量線から試験溶液中のそれぞれの対象物質の濃度を求め、検水中のそれぞれの対象物質の濃度を算定する。

表1 フラグメントイオン

	フラグメントイオン(m/z)
ジクロロアセトニトリル	74、82
抱水クロラール	82、111、146

1,2,3-トリクロロプロパン	75、110
-----------------	--------

印は内部標準物質である。

5 検量線の作成

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。以下上記4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。

別添方法 4 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、アンチモン、ウラン及びニッケルである。

1 試薬

- (1) 硝酸(1+1)
- (2) 硝酸(1+160)
- (3) 塩酸(1+1)
- (4) 塩酸(1+3)
- (5) 内部標準原液

検査方法告示の別表第6の1(1)の例による。

- (6) 混合内部標準液

検査方法告示の別表第6の1(2)の例による。

この溶液1mlは、それぞれの内部標準物質を0.00005mg含む。

- (7) アンチモン標準原液

塩化アンチモン()1.874gをメスフラスコに採り、少量の塩酸(1+1)で溶かした後、塩酸(1+3)で1Lとしたもの

この溶液1mlは、アンチモン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) ウラン標準原液

この溶液1mlは、ウラン0.001mgを含む。

- (9) ニッケル標準原液

ニッケル1.000gをビーカーに採り、少量の硝酸(1+1)を加えて加熱溶解し、冷後、メスフラスコに移し、硝酸(1+160)を加えて1Lとしたもの

この溶液1mlは、ニッケル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) 金属類混合標準液

アンチモン標準原液及びニッケル標準原液のそれぞれ1mlずつをメスフラスコに採り、精製水を加えて1Lとした溶液とウラン標準原液を混合し、精製水で10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。

2 器具及び装置

検査方法告示の別表第6の2(1)及び(2)の例による。

3 試料の採取及び保存

検査方法告示の別表第3の3の例による。

4 試験操作

- (1) 前処理

検水100ml(検水に含まれるそれぞれの対象物質の濃度が表2に示す濃度範囲の上限値を超える場合には、同表に示す濃度範囲になるように精製水を加えて100mlに調製したものをビーカーに採り、試料採取のときに加えた量を含めて硝酸が1mlとなるように加え、静かに加熱する。液量が90ml以下になったら加熱をやめ、冷後、混合内部標準液10mlを加え、更に精製水を加えて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

上記(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の質量数及び内部標準物質の質量数のイオン強度を測定し、内部標準物質に対するそれぞれの金属のイオン強度比を求め、下記5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。

表2 金属類の濃度範囲及び質量数

金属類	濃度範囲 (mg/L)	質量数
アンチモン	0.0003 ~ 0.03	121、123
ニッケル	0.0004 ~ 0.04	58、60、62
ウラン	0.0001 ~ 0.01	238
スカンジウム		45
イットリウム		89
タリウム		205

印は内部標準物質である。

5 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。以下上記4(2)と同様に操作して、それぞれの金属と内部標準物質とのイオン強度比を求め、それぞれの金属の濃度との関係を求める。

別添方法 5 固相抽出 - ガスクロマトグラフ - 質量分析計 による一斉分析法

ここで対象とする農薬は、シマジン(CAT)、チオベンカルブ、イソキサチオン、ダイアジノン、フェニトロチオン(MEP)、イソプロチオラン(IPT)、クロロタロニル(TPN)、プロピザミド、ジクロロボス(DDVP)、フェノブカルブ(BPMC)、クロルニトロフェン(CNP)、CNP-アミノ体、イプロベンホス(IBP)、EPN、イソフェンホス、クロルピリホス、トリクロルホン(DEP)、ピリダフェンチオン、イプロジオン、エトリジアゾール(エクロメゾール)、キャプタン、クロロネブ、トルクロホスメチル、フルトラニル、ペンシクロン、メタラキシル、メプロニル、ジチオピル、テルブカルブ(MBPMC)、ナプロパミド、ピリブチカルブ、ブタミホス、ベンフルラリン(ベスロジン)、ペンディメタリン、メチルダイムロン、アラクロール、エディフェンホス(エジフェンホス, EDDP)、ピロキロン、フサライド、メフェナセット、プレチラクロール、イソプロカルブ(MIPC)、テニルクロール、メチダチオン(DMTP)、プロモブチド、モリネート、プロシミドン、アニコホス、アトラジン、ジクロベニル(DBN)、ジメトエート、エンドスルファン(エンゾスルフェート, ベンゾエピン)、エトフェンプロックス、フェンチオン(MPP)、マラソン(マラチオン)、シメトリン、ジメピペレート、フェントエート(PAP)、ブプロフェジン、エチルチオメトン、エスプロカルブ、ピフェノックス、ピペロホス、ジメタメトリン、プロピコナゾール、ピリプロキシフェン、トリフルラリン及びカフェンストロールである。ただし、エンドスルファアン(エンゾスルフェート, ベンゾエピン)には 及び の異性体があるので、それぞれ測定する。また、プロピコナゾールは2つのピークに分かれるので、それぞれ測定する。

1 試薬

(1) アスコルビン酸ナトリウム

(2) ジクロロメタン

測定対象成分を含まないもの

(3) アセトン

測定対象成分を含まないもの

(4) メチルアルコール

測定対象成分を含まないもの

(5) 内部標準原液

9-プロモアントラセン、フェナントレン-d₁₀、アントラセン-d₁₀のそれぞれ10mgをメスフラスコに採り、ジクロロメタンに溶かして100mlとしたもの

この溶液1mlは、9-プロモアントラセン、フェナントレン-d₁₀、アントラセン-d₁₀をそれぞれ0.1mg含む。

この溶液は、調製後直ちに10mlずつをねじ口バイアルに入れて冷凍保存する。

(6) 内部標準液

内部標準原液をジクロロメタンで100倍に薄めたもの

この溶液1mlは、9-プロモアントラセン、フェナントレン-d₁₀、アントラセン-d₁₀をそれぞれ0.001mg含む。

この溶液は、使用の都度調製する。

(7) 農薬標準原液

シマジン(CAT)、チオベンカルブ、イソキサチオン、ダイアジノン、フェニトロチオン(MEP)、イソプロチオラン(IPT)、クロロタロニル(TPN)、プロピザミド、ジクロルボス(DDVP)、フェノブカルブ(BPMC)、クロルニトロフェン(CNP)、CNP - アミノ体、イプロベンホス(IBP)、EPN、イソフェンホス、クロルピリホス、トリクロルホン(DEP)、ピリダフェンチオン、イプロジオン、エトリジアゾール(エクロメゾール)、キャプタン、クロロネブ、トルクロホスメチル、フルトラニル、ペンシクロン、メタラキシル、メプロニル、ジチオピル、テルブカルブ(MBPMC)、ナプロパミド、ピリプチカルブ、ブタミホス、ベンフルラリン(ベスロジン)、ペンディメタリン、メチルダイムロン、アラクロール、エディフェンホス(エジフェンホス, EDDP)、ピロキロン、フサライド、メフェナセット、プレチラクロール、イソプロカルブ(MIPC)、テニルクロール、メチダチオン(DMTP)、プロモブチド、モリネート、プロシミドン、アニコホス、アトラジン、ジクロベニル(DBN)、ジメトエート、エンドスルファン, (エンゾスルフェート, ベンゾエピン)、エトフェンプロックス、フェンチオン(MPP)、マラソン(マラチオン)、シメトリン、ジメピペレート、フェントエート(PAP)、プロプロフェジン、エチルチオメトン、エスプロカルブ、ピフェノックス、ピペロホス、ジメタメトリン、プロピコナゾール、ピリプロキシフェン、トリフルラリン及びカフェンストロールのそれぞれ100mgを別々のメスフラスコに採り、アセトンに溶かして100mlとしたもの

これらの溶液1mlは、それぞれの農薬を1mg含む。

これらの溶液は、調製後直ちに10mlずつをねじ口バイアルに入れて冷凍保存する。

(8) 農薬混合標準液

それぞれの農薬標準原液の等量ずつをメスフラスコに採り、ジクロロメタンで20倍に薄めたもの

この溶液1mlは、それぞれの農薬を0.05mg含む。

この溶液は、使用の都度調製する。

2 器具及び装置

(1) 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

(2) 固相カラム

スチレンジビニルベンゼン共重合体を充填したもの又はこれと同等以上の性能を有するもの

(3) ガスクロマトグラフ - 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 分離カラム

内径0.25～0.53mm、長さ15～60m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を0.10～0.5 μmの厚さで被覆したもの又はこれと同等以上の分離性能を有するもの

ウ 分離カラムの温度

対象物質の最適分離条件に設定できるもの

例えば、50 を2分間保持し、毎分10 の速度で上昇させて220 とし、続いて毎分2.5 の速度で上昇させて270 とし、更に毎分10 の速度で上昇させ、300 に5分間保持できるもの

エ 検出器

検査方法告示の別表第14の2(5)ウの例による。

オ イオン化電圧

検査方法告示の別表第14の2(5)エの例による。

カ キャリアーガス

検査方法告示の別表第14の2(5)オの例による。

3 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、アスコルビン酸ナトリウム0.01～0.02gを加える。

4 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、精製水5mlを順次加圧注入する。次に、検水500ml(検水に含まれるそれぞれの対象物質の濃度が0.01mg/Lを超える場合には、0.0001～0.01mg/Lとなるように精製水を加えて500mlに調製したもの)を毎分10～20mlの流量で固相カラムに流した後、30分間以上吸引乾燥する。次いで、固相カラムの上端からジクロロメタン3ml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、これに内部標準液0.5mlを加えた後、ジクロロメタンを加えて1mlとし、これを試験溶液とする。

(2) 分析

上記(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、表1に示すそれぞれの農薬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、下記(3)で求めた空試験のピーク高さ又はピーク面積の比を差し引いた後、下記5により作成した検量線から試験溶液中のそれぞれの農薬の濃度を求め、検水中のそれぞれの農薬の濃度を算定する。

ただし、エンドスルファン(エンゾスルフェート、ベンゾエピン)は、及び のそれぞれの濃度を合計してエンドスルファンとしての濃度を算定する。また、プロピコナゾールは、2つのピークに分かれるので、それぞれの濃度を合計してプロピコナゾールとしての濃度を算定する。

(3) 空試験

精製水500mlを採り、以下上記(1)及び(2)と同様に操作してピーク高さ又はピーク面積の比を求める。

表1 フラグメントイオン

	農 薬 名	フラグメントイオン(m/z)
2	シマジン(CAT)	201、186
3	チオベンカルブ	100、72
5	イソキサチオン	105、177
6	ダイアジノン	179、137
7	フェニトロチオン(MEP)	277、260
8	イソプロチオラン(IPT)	118、189
9	クロロタロニル(TPN)	266、264
10	プロピザミド	173、145
11	ジクロルボス(DDVP)	79、109
12	フェノブカルブ(BPMC)	121、208
13	クロルニトロフェン(CNP)	317、319
14	CNP - アミノ体	289、108
15	イプロベンホス(IBP)	91、204
16	EPN	157、169
22	イソフェンホス	213、121
23	クロルピリホス	197、199
24	トリクロルホン(DEP)	109、79
25	ピリダフェンチオン	340、199
26	イプロジオン	314、316
27	エトリジアゾール(エクロメゾール)	211、183
29	キャプタン	79、149
30	クロロネブ	191、193
31	トルクロホスメチル	265、125
32	フルトラニル	173、145
33	ペンシクロン	125、180
34	メタラキシル	160、206
35	メプロニル	119、269
37	ジチオピル	354、306
38	テルブカルブ(MBPMC)	205、220
39	ナプロパミド	72、128
40	ピリブチカルブ	165、108
41	ブタミホス	286、258
43	ベンフルラリン(ベスロジン)	292、264
44	ペンディメタリン	252、191

46	メチルダイムロン	107、 119
47	アラクロール	188、 160
49	エディフェンホス(エジフェンホス , EDDP)	109、 173
50	ピロキロン	173、 130
51	フサライド	243、 241
52	メフェナセット	192、 120
53	プレチラクロール	176、 238
54	イソプロカルブ(MIPC)	121、 136
56	テニルクロール	127、 288
57	メチダチオン(DMTP)	145、 85
59	プロモブチド	119、 232
60	モリネート	126、 98
61	プロシミドン	283、 96
62	アニロホス	226、 125
63	アトラジン	200、 215
65	ジクロベニル(DBN)	171、 100
66	ジメトエート	87、 125
69	エンドスルファン(エンゾスルフェート , ベンゾエピン)	195、 241 195、 241
70	エトフェンプロックス	163、 183
71	フェンチオン(MPP)	278、 153
73	マラソン(マラチオン)	127、 173
77	シメトリン	213、 170
78	ジメピペレート	119、 145
79	フェントエート(PAP)	274、 125
80	ブプロフェジン	105、 175
81	エチルチオメトン	89、 97
83	エスプロカルブ	91、 222
85	ビフェノックス	341、 310
88	ピペロホス	320、 140
89	ジメタメトリン	212、 255
97	プロピコナゾール	259、 173
99	ピリプロキシフェン	136、 226
100	トリフルラリン	306、 264
101	カフェンストロール	100、 188
-	9-プロモアントラセン	256、 258、 176
-	フェナントレン-d ₁	188、 160
-	アントラセン-d ₁₀	188、 189、 184

印は内部標準物質である。

5 検量線の作成

農薬混合標準液を段階的にメスフラスコに採り、それぞれにジクロロメタンを加えて10 mlとする。以下上記4(2)と同様に操作して、それぞれの農薬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、それぞれの農薬の濃度との関係を求める。

別添方法 6 固相抽出 - 誘導体化 - ガスクロマトグラフ - 質量分析計による一斉分析法

ここで対象とする農薬は、ベンタゾン、2,4-ジクロロフェノキシ酢酸(2,4-D)、トリクロピル及びメコプロップ(MCPP)である。

1 試薬

- (1) アスコルビン酸ナトリウム
- (2) 塩酸(1+10)
- (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) ジクロロメタン
測定対象成分を含まないもの
- (6) アセトン
測定対象成分を含まないもの
- (7) メチルアルコール
測定対象成分を含まないもの
- (8) 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が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、使用の都度調製する。

なお、この操作は必ずドラフト内で行う。

- (9) 内部標準原液
9-プロモアントラセン10mgをメスフラスコに採り、ジクロロメタンに溶かして100mlとしたもの
この溶液1mlは、9-プロモアントラセン0.1mgを含む。
この溶液は、調製後直ちに冷凍保存する。
- (10) 内部標準液
内部標準原液をジクロロメタンで100倍に薄めたもの
この溶液1mlは、9-プロモアントラセン0.001mgを含む。
この溶液は、使用の都度調製する。
- (11) 農薬標準原液
ベンタゾン、2,4-ジクロロフェノキシ酢酸(2,4-D)、トリクロピル及びメコプロップ(MCPP)のそれぞれ10mgを別々のメスフラスコに採り、アセトンに溶かして100mlとしたもの
これらの溶液1mlは、それぞれの農薬を0.1mg含む。
これらの溶液は、調製後直ちに冷凍保存する。

(12) 農薬混合標準液

それぞれの農薬標準原液10mlずつをメスフラスコに採り、ジクロロメタンを加えて100mlとしたもの

この溶液1mlは、それぞれの農薬を0.01mg含む。

この溶液は、使用の都度調製する。

2 器具及び装置

(1) ねじ口バイアル

別添方法5の2(1)の例による。

(2) 固相カラム

別添方法5の2(2)の例による。

(3) ガスクロマトグラフ - 質量分析計

ア 試料導入部

別添方法5の2(3)アの例による。

イ 分離カラム

別添方法5の2(3)イの例による。

ウ 分離カラムの温度

別添方法5の2(3)ウの例による。

エ 検出器

検査方法告示の別表第14の2(5)エの例による。

オ イオン化電圧

検査方法告示の別表第14の2(5)オの例による。

カ キャリヤーガス

検査方法告示の別表第14の2(5)カの例による。

3 試料の採取及び保存

別添方法5の3の例による。

4 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、精製水5mlを順次加圧注入する。次に、検水500ml(検水に含まれるそれぞれの対象物質の濃度が0.001mg/Lを超える場合には、0.00002~0.001mg/Lとなるように精製水を加えて500mlに調製したものを塩酸(1+10)でpH値を3.5に調整し、毎分10~20mlで流した後、30分間以上吸引乾燥する。次いで、固相カラムの上端からジクロロメタン3ml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0.1ml以下まで濃縮し、これにジアゾメタン溶液0.1mlを加え、30分間静置する。これに内部標準液0.25mlを加え、更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

上記(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、表1に示すそれぞれの農薬のフラグメントイオンのピーク高さ又はピーク面積と9-ブ

ロモアントラセン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、下記(3)で求めた空試験のピーク高さ又はピーク面積の比を差し引いた後、下記5により作成した検量線から試験溶液中のそれぞれの農薬の濃度を求め、検水中のそれぞれの農薬の濃度を算定する。

(3) 空試験

精製水500mlを採り、以下上記(1)及び(2)と同様に操作してピーク高さ又はピーク面積の比を求める。

表1 フラグメントイオン

	農 薬 名	フラグメントイオン(m/z)
17	ベンタゾン	212、254
19	2,4-ジクロロフェノキシ酢酸(2,4-D)	199、234
20	トリクロピル	210、212
45	メコプロップ(MCPP)	169、228
-	9-プロモアントラセン	256、258

印は内部標準物質である。

5 検量線の作成

農薬混合標準液を段階的にメスフラスコに採り、それぞれにジクロロメタンを加えて100mlとする。それぞれの溶液0.5mlを試験管に採り、窒素ガスを緩やかに吹き付けて0.1mlまで濃縮し、ジアゾメタン溶液0.1mlを加え、30分間静置した後、内部標準液0.25mlを加え、更にジクロロメタンを加えて0.5mlとする。以下上記4(2)と同様に操作して、それぞれの農薬と9-プロモアントラセ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、それぞれの農薬の濃度との関係を求める。

別添方法7 パージ・トラップ - ガスクロマトグラフ - 質量分析法

ここで対象とする農薬は、1,3-ジクロロプロペン(D-D)である。ただし、1,3-ジクロロプロペン(D-D)には、シス及びトランスの異性体があるのでそれぞれ測定する。

1 試薬

(1) アスコルビン酸ナトリウム

(2) 再精製水

検査方法告示の別表第14の1(1)の例による。

(3) 塩酸(1+10)

(4) メチルアルコール

検査方法告示の別表第14の1(3)の例による。

(5) 内部標準原液

検査方法告示の別表第14の1(4)の例による。

(6) 内部標準液

検査方法告示の別表第14の1(5)の例による。

(7) 農薬標準原液

シス-1,3-ジクロロプロペン及びトランス-1,3-ジクロロプロペンのそれぞれ500mgについて、少量のメチルアルコール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、シス-1,3-ジクロロプロペン及びトランス-1,3-ジクロロプロペンをそれぞれ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1~2mlのアンフルに小分けし、封入して冷凍保存する。

(8) 農薬混合標準液

シス-1,3-ジクロロプロペン及びトランス-1,3-ジクロロプロペンのそれぞれの農薬標準原液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、シス-1,3-ジクロロプロペン及びトランス-1,3-ジクロロプロペンをそれぞれ0.5mg含む。

この溶液は、使用の都度調製する。

2 器具及び装置

検査方法告示の別表第14の2(1)~(5)の例による。

3 試料の採取及び保存

検査方法告示の別表第14の3の例による。

4 試験操作

検水(検水に含まれるそれぞれの対象物質の濃度が0.01mg/Lを超える場合には、0.0001~0.01mg/Lとなるように再精製水を加えて調製したものを)をパージ容器に採り、内部標準

液 B を検水量 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 1 に示すそれぞれの農薬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、下記 5 により作成した検量線から検水中のそれぞれの農薬の濃度を算定する。

ただし、シス-1,3-ジクロロプロペン及びトランス-1,3-ジクロロプロペンのそれぞれの濃度を合計して 1,3-ジクロロプロペン(D-D)としての濃度を算定する。

表 1 フラグメントイオン

農 薬 名	フラグメントイオン(m/z)
シス-1,3-ジクロロプロペン	75、 77、 49
トランス-1,3-ジクロロプロペン	75、 77、 49
フルオロベンゼン	96、 77
4-プロモフルオロベンゼン	95、 174、 176

印は内部標準物質である。

5 検量線の作成

農薬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 を 1ml 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する。以下上記 4 と同様に操作して、それぞれの農薬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、それぞれの農薬の濃度との関係を求める。

別添方法 8 ヘッドスペース - ガスクロマトグラフ - 質量分析法

ここで対象とする農薬は、1,3-ジクロロプロペン(D-D)である。ただし、1,3-ジクロロプロペン(D-D)には、シス及びトランスの異性体があるのでそれぞれ測定する。

1 試薬

- (1) アスコルビン酸ナトリウム
- (2) 再精製水
検査方法告示の別表第15の1(1)の例による。
- (3) 塩酸(1+10)
- (4) 塩化ナトリウム
検査方法告示の別表第15の1(3)の例による。
- (5) メチルアルコール
検査方法告示の別表第15の1(4)の例による。
- (6) 内部標準原液
検査方法告示の別表第15の1(5)の例による。
- (7) 内部標準液
検査方法告示の別表第15の1(6)の例による。
- (8) 農薬標準原液
別添方法7の1(7)の例による。
- (9) 農薬混合標準液
別添方法7の1(8)の例による。
この溶液1mlは、それぞれの農薬を0.5mg含む。

2 器具及び装置

検査方法告示の別表第15の2(1)～(10)の例による。

3 試料の採取及び保存

検査方法告示の別表第15の3の例による。

4 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(検水に含まれるそれぞれの対象物質の濃度が0.01mg/Lを超える場合には、0.0001～0.01mg/Lとなるように再精製水を加えて調製したものを)バイアル容量に対して0.70～0.85となるようにバイアルに採り、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

上記(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 - 質量分析計に注入し、別添方法 7 の表 1 に示すそれぞれの農薬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、下記 5 により作成した検量線から試験溶液中のそれぞれの農薬の濃度を求め、検水中のそれぞれの農薬の濃度を算定する。

ただし、シス-1,3-ジクロロプロペン及びトランス-1,3-ジクロロプロペンのそれぞれの濃度を合計して1,3-ジクロロプロペン(D-D)としての濃度を算定する。

5 検量線の作成

農薬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 を 1ml 加え、更にメチルアルコールを加えて 10ml とする。再精製水を上記 4 (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。以下上記 4 (1) 及び(2)と同様に操作して、それぞれの農薬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、それぞれの農薬の濃度との関係を求める。

別添方法 9 固相抽出 - 高速液体クロマトグラフによる一斉分析法

ここで対象とする農薬は、イプロジオン、アシュラム、チオファネートメチル及びシデュロンである。

1 試薬

(1) アスコルビン酸ナトリウム

(2) アセトニトリル

測定対象成分を含まないもの

(3) リン酸緩衝液(0.05mol/L)

リン酸二水素カリウム6.8gを精製水1Lで溶かし、リン酸でpH値を3.0に調整したものの

(4) EDTA溶液(10w/v%)

エチレンジアミン四酢酸2ナトリウム(2水塩)10gを精製水に溶かして100mlとしたもの

(5) 硝酸(1+10)

(6) 塩酸

(7) メチルアルコール

測定対象成分を含まないもの

(8) 農薬標準原液

イプロジオン100mg、アシュラム100mg及びシデュロン200mgをそれぞれ別々のメスフラスコに採り、アセトニトリルに溶かして100mlとしたもの

これらの溶液1mlは、イプロジオン及びアシュラムをそれぞれ1mg、シデュロンを2mg含む。

これらの溶液は、冷凍保存する。

(9) チオファネートメチル標準原液

チオファネートメチル20mgをメスフラスコに採り、アセトニトリルに溶かして10mlとしたもの

この溶液1mlは、チオファネートメチルを2.0mg含む。

この溶液は、使用の都度調製する。

(10) 農薬混合標準液

イプロジオン、アシュラム、シデュロン及びチオファネートメチルのそれぞれの標準原液5mlずつをメスフラスコに採り、これにアセトニトリルを加えて100mlとしたもの

この溶液1mlは、イプロジオン及びアシュラムをそれぞれ0.05mg、シデュロン及びチオファネートメチルをそれぞれ0.1mg含む。

この溶液は、使用の都度調製する。

2 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を充填し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3～6mm、長さ15～25cmのステンレス管にポリマー系ゲルを充填したもの又はこれと同等以上の分離性能を有するもの

イ 移動相

アセトニトリル及びリン酸緩衝液(0.05mol/L)を体積比で55:45の割合で混合したもの

ウ 移動相流量

毎分1mlの流量で流せるもの

エ 検出器

紫外外部吸収検出器を使用する場合は、アシュラムが溶出するまでは270nmで、その後は230nmで測定し、フォトダイオードアレイ検出器を使用する場合は200～400nmの範囲で測定する。

3 試料の採取及び保存

別添方法5の3の例による。

4 試験操作

(1) 前処理

固相カラムにアセトニトリル5ml及び精製水5mlを順次加圧注入する。次に、検水500ml(検水に含まれるイプロジオン及びアシュラムの濃度が0.05mg/Lを超える場合には、0.0005～0.05mg/Lとなるように、またチオフアネートメチル及びシデュロンの濃度が0.1mg/Lを超える場合には、0.002～0.1mg/Lとなるように精製水を加えて500mlに調製したもの)にEDTA溶液(10w/v%)10mlを加え、硝酸(1+10)でpH値を3.5に調整した後、毎分10～20mlの流量で固相カラムに流す。次に固相カラムを精製水10mlで洗浄した後、1分間の吸引又は遠心分離等によって水分を除去する。次いで、固相カラムの上端からアセトニトリル3mlを緩やかに流して試験管に受ける。試験管の溶出液に窒素ガスを緩やかに吹き付けて1mlとし、これを試験溶液とする。

(2) 分析

上記(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、紫外外部吸収検出器又はフォトダイオードアレイ検出器で測定し、それぞれの農薬の保持時間に相当するピーク高さ又はピーク面積を求め、下記5により作成した検量線から試験溶液中のそれぞれの農薬の濃度を求め、検水中のそれぞれの農薬の濃度を算定する。

5 検量線の作成

農薬混合標準液を段階的にメスフラスコに採り、それぞれにアセトニトリルを加えて10mlとする。以下上記4(2)と同様に操作して、それぞれの農薬の濃度とピーク高さ又はピーク面積との関係を求める。

別添方法10 固相抽出 - 高速液体クロマトグラフ法

ここで対象とする農薬は、カルバリル(NAC)である。

1 試薬

(1) アスコルビン酸ナトリウム

(2) アセトニトリル

カルバリル(NAC)を含まないもの

(3) カルバリル標準原液

カルバリル(NAC)10mgをメスフラスコに採り、アセトニトリルに溶かして100mlとしたもの

この溶液1mlは、カルバリル(NAC)を0.1mg含む。

この溶液は、冷凍保存する。

(4) カルバリル標準液

カルバリル標準原液をアセトニトリルで10倍に薄めたもの

この溶液1mlは、カルバリル(NAC)を0.01mg含む。

この溶液は、使用の都度調製する。

2 器具及び装置

(1) 固相カラム

オクタデシルシランを化学結合したシリカゲルを充填し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3~5mm、長さ15~25cm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シリカゲルを充填したもの又はこれと同等以上の分離性能を有するもの

イ 移動相

アセトニトリル及び精製水を体積比で30:70の割合で混合したもの

ウ 移動相流量

別添方法9の2(2)ウの例による。

エ 検出器

蛍光検出器で、励起波長を279nm及び測定波長を307nmに設定したもの

3 試料の採取及び保存

別添方法5の3の例による。

4 試験操作

(1) 前処理

固相カラムにアセトニトリル10ml及び精製水20mlを順次加圧注入する。次に、検水500ml(検水に含まれるカルバリル(NAC)の濃度が0.01mg/Lを超える場合には、0.0005~0.01mg/Lとなるように精製水を加えて500mlに調製したもの)を毎分10~20mlの流量で固相カラムに流した後、15分間の吸引又は遠心分離等によって固相カラムから水分を除去する。次いで、固相カラムの上端からアセトニトリル3mlを緩やかに流して試

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1ml以下にした後、アセトニトリルを加えて1mlとし、これを試験溶液とする。

(2) 分 析

上記(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、蛍光検出器で測定し、カルバリルの保持時間に相当するピーク高さ又はピーク面積を求め、下記5により作成した検量線から試験溶液中のカルバリルの濃度を求め、検水中のカルバリルの濃度を算定する。

5 検量線の作成

農薬混合標準液を段階的にメスフラスコに採り、それぞれにアセトニトリルを加えて10 mlとする。以下上記4(2)と同様に操作して、カルバリ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。

別添方法11 固相抽出 - 高速液体クロマトグラフ法

ここで対象とする農薬は、ジクワットである。

1 試薬

(1) アスコルビン酸ナトリウム

(2) メチルアルコール

ジクワットを含まないもの

(3) 水酸化ナトリウム溶液(1mol/L)

水酸化ナトリウム40gを精製水に溶かして1Lとしたもの

(4) 塩酸(0.1mol/L)

塩酸8.8mlに精製水を加えて1Lとしたもの

(5) 溶離液

リン酸13.5ml、1-ペンタンスルホン酸ナトリウム3.0g及びジエチルアミン10mlを精製水に溶かして1Lとしたもの

(6) ジクワット標準原液

ジクワット100mgをメスフラスコに採り、溶離液に溶かして100mlとしたもの

この溶液1mlは、ジクワット1mgを含む。

この溶液は、冷暗所に保存する。

(7) ジクワット標準液

ジクワット標準原液を溶離液で50倍に薄めたもの

この溶液1mlは、ジクワット0.02mgを含む

この溶液は、使用の都度調製する。

2 器具及び装置

(1) 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充填し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3～5mm、長さ15～25cm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シリカゲルを充填したもの又はこれと同等以上の分離性能を有するもの

イ 移動相

上記1(5)を使用する。

ウ 移動相流量

別添方法9の2(2)ウの例による。

エ 検出器

紫外外部吸収検出器で、測定波長を313nmに設定したもの

3 試料の採取及び保存

別添方法5の3の例による。

4 試験操作

(1) 前処理

固相カラムにメチルアルコール5ml及び精製水20mlを順次加圧注入する。次に、検水500ml(検水に含まれるジクワットの濃度が0.04mg/Lを超える場合には、0.001～0.04mg/Lとなるように精製水を加えて500mlに調製したもの)を水酸化ナトリウム溶液(1mol/L)でpH値を10.5に調整した後、固相カラムの上端にポリテトラフルオロエチレン管を接続し、吸引により毎分5ml程度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塩酸(0.1mol/L)4.5mlを毎分2.5mlの流量で流して試験管に受ける。試験管の溶出液に塩酸(0.1mol/L)を加えて5mlとし、これを試験溶液とする。

(2) 分 析

上記(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、紫外部吸収検出器で測定し、ジクワットの保持時間に相当するピーク高さ又はピーク面積を求め、下記5により作成した検量線から試験溶液中のジクワットの濃度を求め、検水中のジクワットの濃度を算定する。

5 検量線の作成

ジクワット標準液を段階的にメスフラスコに採り、それぞれに塩酸(0.1mol/L)を加えて100mlとする。以下上記4(2)と同様に操作して、ジクワットの濃度とピーク高さ又はピーク面積との関係を求める。

別添方法12 誘導体化 - 高速液体クロマトグラフ法

ここで対象とする農薬は、グリホサートである。なお、グリホサートの代謝物であるアミノメチルリン酸(AMPM)も測定するものとする。

1 試薬

(1) アスコルビン酸ナトリウム

(2) リン酸二水素カリウム緩衝液(0.05mol/L)

リン酸二水素カリウム6.8gを精製水1Lで溶かし、リン酸でpH値を2.5に調整したものの

(3) 水酸化ナトリウム溶液(10w/v%)

(4) ホウ酸緩衝液

ホウ酸12.36gをビーカーに採り、精製水約140mlを加え、水酸化ナトリウム溶液(10w/v%)でpH値を9.5に調整し、更に精製水を加えて200mlとしたもの

(5) F M O C 溶液

クロロギ酸9-フルオレニルメチル0.1gをアセトンに溶かして100mlとしたもの

(6) 酢酸エチル

測定対象成分を含まないもの

(7) 農薬標準原液

グリホサート及びアミノメチルリン酸(AMPM)のそれぞれ100mgを別々のメスフラスコに採り、精製水に溶かして100mlとしたもの

これらの溶液1mlは、グリホサート及びアミノメチルリン酸(AMPM)をそれぞれ1mg含む。

これらの溶液は、冷凍保存する。

(8) 農薬混合標準液

グリホサート及びアミノメチルリン酸(AMPM)のそれぞれの農薬標準原液10mlずつをメスフラスコに採り、精製水を加えて100mlとしたもの

この溶液1mlは、グリホサート及びアミノメチルリン酸(AMPM)をそれぞれ0.1mg含む。

この溶液は、使用の都度調製する。

2 器具及び装置

(1) 共栓付き試験管

容量20mlのもの

(2) 高速液体クロマトグラフ

ア 分離カラム

内径3~5mm、長さ15~25cm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シリカゲルを充填したもの又はこれと同等以上の分離性能を有するもの

イ 移動相

リン酸二水素カリウム緩衝液(0.05mol/L)及びアセトニトリルを体積比で50:50の割合に混合したもの

ウ 移動相流量

毎分0.7mlの流量で流せるもの

工 検出器

蛍光検出器であって、励起波長を255nm及び測定波長を300nmに設定したもの、又は励起波長を270nm及び測定波長を315nmに設定したもの

3 試料の採取及び保存

別添方法5の3の例による。

4 試験操作

(1) 前処理

検水10ml(検水に含まれるグリホサート及びアミノメチルリン酸(AMPM)の濃度が0.2mg/Lを超える場合には、0.0005~0.2mg/Lとなるように精製水を加えて10mlに調製したもの)を共栓付き試験管に採り、ホウ酸緩衝液0.5ml及びF M O C溶液2.6mlを加えて5分間振盪し、30分間静置する。次いで、酢酸エチル5mlを加え、5分間振盪後、水層を分離し、水層を試験溶液とする。

(2) 分析

上記(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、蛍光検出器で測定し、それぞれの農薬の保持時間に相当するピーク高さ又はピーク面積を求め、下記5により作成した検量線から試験溶液中のそれぞれの農薬の濃度を求め、検水中のそれぞれの農薬の濃度を算定する。

ただし、アミノメチルリン酸(AMPM)の濃度をグリホサートに換算し、グリホサートの濃度と合計してグリホサートとしての濃度を算定する。

5 検量線の作成

農薬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。以下上記4(1)及び(2)と同様に操作して、それぞれの農薬の濃度とピーク高さ又はピーク面積との関係を求める。

別添方法13 高速液体クロマトグラフ - ポストカラムによる一斉分析法

ここで対象とする農薬は、カルボフラン(カルボスルファン代謝物)、カルバリル(NAC)及びメソミルである。

1 試薬

(1) アスコルビン酸ナトリウム

(2) 水酸化ナトリウム溶液(0.05mol/L)

(3) 四ホウ酸ナトリウム溶液(0.05mol/L)

(4) メチルアルコール

測定対象成分を含まないもの

(5) 2-メルカプトエチルアルコール

測定対象成分を含まないもの

(6) o-フタルアルデヒド溶液

o-フタルアルデヒド0.2gをメチルアルコール2.5mlに溶かし、四ホウ酸ナトリウム溶液(0.05mol/L)で250mlとし、超音波処理等で脱気した後、2-メルカプトエチルアルコール0.5mlを加えたもの

この溶液は、使用の都度調製する。

(7) 農薬標準原液

カルボフラン(カルボスルファン代謝物)、カルバリル(NAC)及びメソミルのそれぞれ10mgを別々のメスフラスコに採り、メチルアルコールに溶かして100mlとしたもの
これらの溶液1mlは、それぞれの農薬を0.1mg含む。

これらの溶液は、調製後直ちに10mlずつをねじ口バイアルに入れて冷暗所に保存する。

(8) 農薬混合標準液

カルボフラン(カルボスルファン代謝物)、カルバリル(NAC)及びメソミルの農薬標準原液1mlずつをメスフラスコに採り、メチルアルコールを加えて100mlとし、更にこの溶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、それぞれの農薬を0.0001mg含む。

この溶液は、使用の都度調製する。

2 器具及び装置

(1) ねじ口バイアル

別添方法5の2(1)の例による。

(2) 高速液体クロマトグラフ - ポストカラム装置

機器構成及び流路の例を図1に示す。

ア 分離カラム

内径3~5mm、長さ15~25cmのステンレス管にオクタデシルシリル化シリカゲルを充填したもの又はこれと同等以上の分離性能を有するもの

イ 移動相

- 2-プロピルアルコール及び精製水を体積比で8:92の割合で混合したもの
- ウ 移動相流量
毎分0.8～1.0mlの流量で流せるもの
- エ 反応部
分離管で分離された液と二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
例えば、水酸化ナトリウム溶液(0.05mol/L)を毎分0.5～0.7mlの流量で注入して80～100℃で反応させた後、o-フタルアルデヒド溶液を毎分0.5～0.7mlの流量で注入して反応させることができるもの
- オ 検出器
蛍光検出器で、励起波長を339nm及び測定波長を455nmに設定したもの

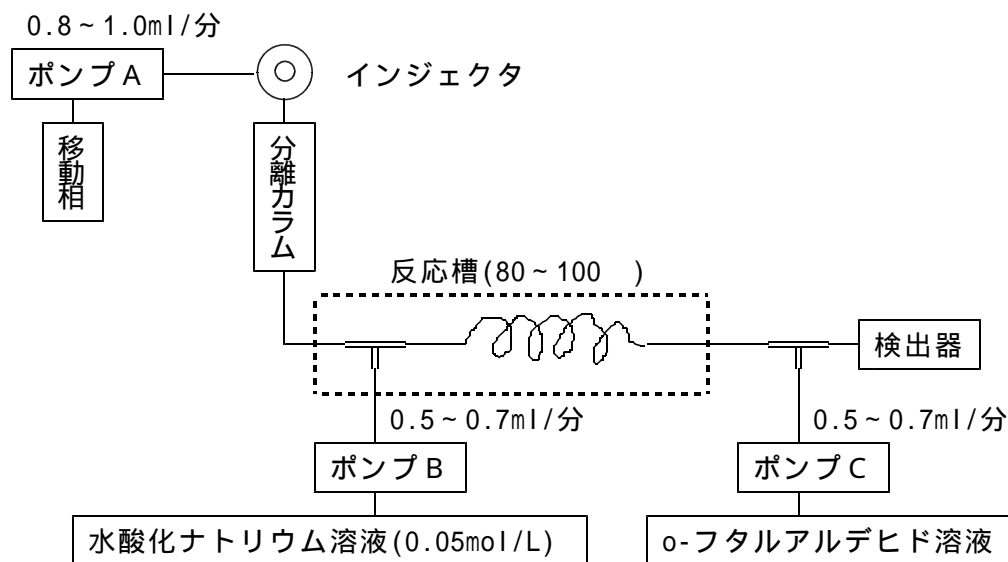


図1 高速液体クロマトグラフ - ポストカラム装置の例

3 試料の採取及び保存

別添方法5の3の例による。

4 試験操作

検水0.5ml(検水に含まれるカルボフラン(カルボスルファン代謝物)、カルバリル(NAC)及びメソミルの濃度が0.005mg/Lを超える場合には、0.0001～0.005mg/Lとなるように精製水を加えて0.5mlに調製したもの)を高速液体クロマトグラフに注入し、それぞれの農薬のピーク高さ又はピーク面積を求め、下記5により作成した検量線から試験溶液中のそれぞれの農薬の濃度を求め、検水中のそれぞれの農薬の濃度を算定する。

5 検量線の作成

農薬混合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。以下上記4と同様に操作して、それぞれの農薬の濃度とピーク高さ又はピーク面積との関係を求める。

別添方法14 高速液体クロマトグラフ - ポストカラム法

ここで対象とする農薬は、グリホサートである。なお、グリホサートの代謝物であるアミノメチルリン酸(AMPM)も測定するものとする。

1 試薬

(1) アスコルビン酸ナトリウム

(2) 次亜塩素酸ナトリウム溶液

水酸化ナトリウム0.4gをビーカーに採り、精製水約800mlを加えた後、リン酸二水素カリウム1.4g、塩化ナトリウム11.6g及び次亜塩素酸ナトリウム液(5%)0.2mlを加え、更に精製水で1Lとし、超音波処理等で十分に脱気したもの

(3) 四ホウ酸ナトリウム溶液(0.05mol/L)

(4) メチルアルコール

測定対象成分を含まないもの

(5) 2-メルカプトエチルアルコール

測定対象成分を含まないもの

(6) o-フタルアルデヒド溶液

別添方法13の1(5)の例による。

この溶液は、使用の都度調製する。

(7) 農薬標準原液

グリホサート及びアミノメチルリン酸(AMPM)のそれぞれ10mgを別々のメスフラスコに採り、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、グリホサート及びアミノメチルリン酸(AMPM)をそれぞれ0.1mg含む。

この溶液は、調製後直ちに10mlずつをねじ口バイアルに入れて冷暗所に保存する。

(8) 農薬混合標準液

グリホサート及びアミノメチルリン酸(AMPM)のそれぞれの標準原液1mlずつをメスフラスコに採り、メチルアルコールを加えて100mlとし、更にこの溶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、グリホサート及びアミノメチルリン酸(AMPM)をそれぞれ0.0001mg含む。

この溶液は、使用の都度調製する。

2 器具及び装置

(1) ねじ口バイアル

別添方法5の2(1)の例による。

(2) 高速液体クロマトグラフ - ポストカラム装置

機器構成及び流路の例を別添方法13の図1に示す。

ア 分離カラム

内径3~10mm、長さ15~25cmのステンレス管に陰イオン交換体を表面被覆したスチレンジビニルポリマーを充填したもの又はこれと同等以上の分離性能を有するもの

イ 移動相

リン酸及び精製水を体積比で5:95の割合で混合したもの

ウ 移動相流量

毎分1.0～1.5mlの流量で流せるもの

エ 反応部

分離管で分離された液と二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

例えば、次亜塩素酸ナトリウム溶液を毎分0.4ml程度の流量で注入して30～40で反応させた後、o-フタルアルデヒド溶液を毎分0.5ml程度の流量で注入して反応させることができるもの

オ 検出器

蛍光検出器で、励起波長を339nm及び測定波長を455nmに設定したもの

3 試料の採取及び保存

別添方法5の3の例による。

4 試験操作

検水0.2ml(検水に含まれるグリホサート及びアミノメチルリン酸(AMPM)の濃度が0.04mg/Lを超える場合には、0.002～0.04mg/Lとなるように精製水を加えて0.2mlに調製したもの)を高速液体クロマトグラフに注入し、それぞれの農薬のピーク高さ又はピーク面積を求め、下記5により作成した検量線から試験溶液中のそれぞれの農薬の濃度を求め、検水中のそれぞれの農薬の濃度を算定する。

ただし、アミノメチルリン酸(AMPM)の濃度をグリホサートに換算し、グリホサートの濃度と合計してグリホサートとしての濃度を算定する。

5 検量線の作成

農薬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。以下上記4と同様に操作して、それぞれの農薬の濃度とピーク高さ又はピーク面積との関係を求める。

別添方法15 高速液体クロマトグラフ - ポストカラム法

ここで対象とする農薬は、イミノクタジン酢酸塩である。

1 試薬

- (1) アスコルビン酸ナトリウム
- (2) トリエチルアミン
純度99%以上で、イミノクタジン酢酸塩を含まないもの
- (3) ブチルアルコール
イミノクタジン酢酸塩を含まないもの
- (4) ヘキサン
イミノクタジン酢酸塩を含まないもの
- (5) ブチルアルコール・ヘキサン混合液
ブチルアルコール及びヘキサンを体積比で1:1の割合で混合したもの
- (6) 硫酸(1mol/L)
- (7) リン酸一カリウム溶液
リン酸二水素一カリウム2.713gを精製水に溶かして1000mlとしたもの
- (8) 水酸化ナトリウム溶液(0.1mol/L)
- (9) リン酸緩衝液
リン酸一カリウム溶液40mlと水酸化ナトリウム溶液(0.1mol/L)7mlとを混ぜ、pH値を6に調整したもの
- (10) メチルアルコール
イミノクタジン酢酸塩を含まないもの
- (11) 塩酸メチルアルコール溶液
塩酸をメチルアルコールで0.1mol/Lになるように薄めたもの
- (12) 過塩素酸ナトリウム溶液
過塩素酸ナトリウム14.1g、水酸化ナトリウム400mg及び乳酸1.8mlを精製水に溶かして1000mlとしたもの
- (13) アセトニトリル
イミノクタジン酢酸塩を含まないもの
- (14) 過塩素酸ナトリウム・アセトニトリル混液
過塩素酸ナトリウム溶液とアセトニトリルを体積比で17:5の割合で混合したもの
- (15) 水酸化ナトリウム溶液(0.5mol/L)
- (16) ニンヒドリン溶液
ニンヒドリン3gを精製水に溶かして1000mlとしたもの
- (17) イミノクタジン酢酸塩標準原液
イミノクタジン三酢酸塩100mgをメスフラスコに採り、アセトニトリルに溶かして100mlとしたもの
この溶液1mlは、イミノクタジン三酢酸塩1mgを含む。

この溶液は、冷凍保存する。

(18) イミノクタジン酢酸塩標準液

イミノクタジン酢酸塩標準原液をアセトニトリルで10倍に薄めたもの

この溶液1mlは、イミノクタジン三酢酸塩0.1mgを含む。

この溶液は、使用の都度調製する。

2 器具及び装置

(1) 分液ロート

容量1000mlのもの

(2) ナス型フラスコ

容量500ml及び50mlのもの

(3) 振盪機

(4) 減圧濃縮器

すりあわせのもの

(4) シリカゲルカラム

内径15mm、長さ65mmのガラス製カラムに、カラムクロマトグラフ用のカルボキシメチル基を結合したシリカゲルを充填したもの又はこれと同等以上の性能を有するもの

(5) 高速液体クロマトグラフ - ポストカラム装置

機器構成及び流路の例は別添方法13の図1による。

ア 分離カラム

内径2~6mm、長さ15~30cm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シリカゲルを充填したもの又はこれと同等以上の分離性能を有するもの

イ 移動相

過塩素酸ナトリウム溶液及びアセトニトリルを体積比で17:5の割合に混合したものの

ウ 移動相流量

イミノクタジン酢酸塩の誘導体が10分で流出するような流量で流せるもの

エ 分離カラム温度

50

オ 反応部

分離管で分離された液と、二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

例えば、水酸化ナトリウム溶液(0.5mol/L)を毎分0.1ml~0.3mlの流量で注入して80~100 で反応させた後、ニンヒドリン溶液を毎分0.05~0.2mlの流量で注入して反応させることができるもの

カ 検出器

蛍光検出器で、励起波長を395nm及び測定波長を500nmに設定したもの

3 試料の採取及び保存

別添方法5の3の例による。

4 試験操作

(1) 前処理

検水400ml(検水に含まれるイミノクタジン酢酸塩の濃度が0.5mg/Lを超える場合には、0.005~0.5mg/Lとなるように精製水を加えて400mlに調製したもの)を分液ロートに採り、トリエチルアミン0.15ml、水酸化ナトリウム5g及びブタノール・ヘキサン混合液200mlを加え、振盪機を用いて5分間攪拌し、分離した有機溶媒層を別の分液ロートに移す。残った溶液にブタノール・ヘキサン混合液200mlを加えて同様の操作を繰り返す。分離した有機溶媒層を先の有機溶媒層を入れた分液ロートに合わせる。有機溶媒層の入った分液ロートに精製水30ml及び硫酸(1mol/L)2mlを加え、振盪機を用いて5分間攪拌し、分離した水層を500mlのナス型フラスコに移す。残った溶液に精製水30ml及び硫酸(1mol/L)2mlを加えて同様の操作を繰り返す。分離した水層を先の水層を入れたナス型フラスコに合わせる。水層の入ったナス型フラスコを減圧濃縮器に入れ、40℃以下の温度で2mlに濃縮する。この濃縮液にリン酸緩衝液5mlを加え、更に水酸化ナトリウム溶液(0.1mol/L)を加えてpH値を6に調整する。あらかじめメチルアルコール5ml及び精製水5mlで順次洗浄したシリカゲルカラムにpH値を調整した濃縮液を流し、次いでリン酸緩衝液5mlを流し、流出液を捨てる。シリカゲルカラムに塩酸メチルアルコール溶液10mlを流し、溶出液を50mlのナス型フラスコに採る。ナス型フラスコの溶出液を減圧濃縮器に入れ、40℃以下の温度で濃縮する。濃縮残留物に過塩素酸ナトリウム・アセトニトリル混液を加えて溶かし、2mlとし、これを試験溶液とする。

(2) 分析

上記(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、蛍光検出器で測定し、イミノクタジン酢酸塩の保持時間に相当するピーク高さ又はピーク面積を求め、下記5により作成した検量線から試験溶液中のイミノクタジン酢酸塩の濃度を求め、検水中のイミノクタジン酢酸塩の濃度を算定する。

5 検量線の作成

イミノクタジン酢酸塩標準液を段階的にメスフラスコに採り、それぞれに過塩素酸ナトリウム・アセトニトリル混液を加えて100mlとする。以下上記4(2)と同様に操作して、イミノクタジン酢酸塩の濃度とピーク高さ又はピーク面積との関係を求める。

別添方法16 固相抽出 - 液体クロマトグラフ - 質量分析計 による一斉分析法

ここでポジティブモードで対象とする農薬は、チウラム、ベンタゾン、カルボフラン(カルボスルファン代謝物)、イプロジオン、オキシシン銅、アシュラム、ベンスリド(SAP)、カルバリル(NAC)、チオファネートメチル、カルプロパミド、ジウロン(DCMU)、メソミル、ベノミル、ベンフラカルブ、プロベナゾール、ダイムロン、ベンスルフロロンメチル、トリシクラゾール、アゾキシストロピン、ハロスルフロロンメチル、フラザスルフロロン、チオジカルブ及びシデュロンである。ただし、ベノミルの大部分は、前処理及び測定操作中に対象農薬でない物質のメチル-2-ベンツイミダゾールカルバメート(MBC)に変化することから、メチル-2-ベンツイミダゾールカルバメート(MBC)も測定する。

ここでネガティブモードで対象とする農薬は、ベンタゾン、2,4-ジクロロフェノキシ酢酸(2,4-D)、トリクロピル、アシュラム、ベンスリド(SAP)、メコプロップ(MCPP)、カルプロパミド、ダラポン、ジウロン(DCMU)、ダイムロン、ベンスルフロロンメチル、ハロスルフロロンメチル、フラザスルフロロン及びシデュロンである。

1 試薬

(1) アスコルビン酸ナトリウム

(2) アセトニトリル

測定対象成分を含まないもの

(3) ぎ酸(0.1w/v%)

(4) 酢酸(0.15w/v%)

(5) メチルアルコール

測定対象成分を含まないもの

(6) EDTA溶液

エチレンジアミン四酢酸2ナトリウム10gを精製水に溶かして100mlとしたもの

(7) 硝酸(1+10)

(8) 農薬標準原液

チウラム、ベンタゾン、カルボフラン(カルボスルファン代謝物)、2,4-ジクロロフェノキシ酢酸(2,4-D)、トリクロピル、イプロジオン、アシュラム、ベンスリド(SAP)、メコプロップ(MCPP)、カルバリル(NAC)、チオファネートメチル、カルプロパミド、ダラポン、ジウロン(DCMU)、メソミル、ベノミル、ベンフラカルブ、プロベナゾール、ダイムロン、ベンスルフロロンメチル、トリシクラゾール、アゾキシストロピン、ハロスルフロロンメチル、チオジカルブ及びシデュロンのそれぞれ100mgを別々のメスフラスコに採り、アセトニトリルに溶かして100mlとしたもの

これらの溶液1mlは、それぞれの農薬を1mg含む。

これらの溶液は、調製後直ちに10mlずつをねじ口バイアルに入れて冷凍保存する。

(9) MBC標準原液

メチル-2-ベンツイミダゾールカルバメート(MBC)50mgをメスフラスコに採り、メチ

ルアルコールに溶かして50mlとしたもの

この溶液1mlは、メチル-2-ベンツイミダゾールカルバメート(MBC)1mgを含む。

この溶液は、使用の都度調製する。

(10) オキシシン銅標準原液

オキシシン銅100mgを少量の塩酸で溶かした後、アセトニトリルで100mlとしたもの

この溶液1mlは、オキシシン銅を1mg含む。

この溶液は、調製後直ちに10mlずつをねじ口バイアルに入れて冷凍保存する。

(11) 農薬混合標準液

チウラム、ベンタゾン、カルボフラン(カルボスルファン代謝物)、2,4-ジクロロフェノキシ酢酸(2,4-D)、トリクロピル、イプロジオン、アシュラム、ベンスリド(SAP)、メコプロップ(MCPP)、カルバリル(NAC)、チオファネートメチル、カルプロパミド、ダラポン、ジウロン(DCMU)、メソミル、ベノミル、ベンフラカルブ、プロベナゾール、ダイムロン、ベンスルフロロンメチル、トリシクラゾール、アゾキシストロピン、ハロスルフロロンメチル、チオジカルブ、シデュロン及びメチル-2-ベンツイミダゾールカルバメート(MBC)のそれぞれの農薬標準原液の等量ずつをメスフラスコに採り、アセトニトリルで20倍に薄めたもの

この溶液1mlは、それぞれの農薬を0.05mg含む。

この溶液は、使用の都度調製する。

(12) オキシシン銅標準液

オキシシン銅標準原液をアセトニトリルで20倍に薄めたもの

この溶液1mlは、オキシシン銅を0.05mg含む。

この溶液は、使用の都度調製する。

2 器具及び装置

(1) ねじ口バイアル

別添方法5の2(1)の例による。

(2) 固相カラム

ジビニルベンゼン-メタクリレート共重合体又はこれと同等以上の性能を有するもの

(3) 液体クロマトグラフ-質量分析計

ア 分離カラム

内径2.1~4.6mmで、長さ15~25cmのステンレス管にオクタデシル基を化学結合したシリカゲルを充填したもの又はこれと同等以上の分離性能を有するもの

イ 移動相

A液はアセトニトリル、B液はぎ酸(0.1w/v%)又は酢酸(0.15w/v%)のもの

ウ 移動相流量

毎分0.2~1mlの流量で流せるもので、A液及びB液の流量を対象物質の最適分離条件に設定できるもの

例えば、A液及びB液の容量の比が5:95のものを、A液の容量比を毎分2.5%で

上昇させて100%にできるもの

エ イオン化法

エレクトロスプレー法で、ポジティブモード又はネガティブモードのもの

オ 検出器

検査方法告示の別表第14の2(5)ウの例による。

カ フラグメントを得るための電圧

最適条件が設定できるもの

3 試料の採取及び保存

別添方法5の3の例による。

4 試験操作

(1) 前処理

固相カラムにアセトニトリル10ml、メチルアルコール10ml及び精製水10mlを順次加圧注入する。次に、EDTA溶液10mlを加え、硝酸(1+10)でpH値を3.5に調整した検水500ml(検水に含まれるそれぞれの農薬の濃度が表1に示す濃度範囲の上限値を超える場合には、同表に示す濃度範囲になるように精製水を加えて500mlに調製したもの)を毎分10~20mlの流量で固相カラムに流した後、窒素ガスを吹き付けて乾燥する。次いで、固相カラムの上端からアセトニトリル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0.2ml以下まで濃縮し、これに精製水を加えて1mlとし、これを試験溶液とする。

(2) 分析

上記(1)で得られた試験溶液の一定量を液体クロマトグラフ-質量分析計に注入し、ポジティブモードは表1に示すそれぞれの農薬のモニターイオンのピーク高さ又はピーク面積を求め、下記5により作成した検量線から試験溶液中のそれぞれの農薬の濃度を求め、検水中のそれぞれの農薬の濃度を算定する。

ただし、メチル-2-ベンツイミダゾールカルバメート(MBC)の濃度をベノミルに換算し、ベノミルの濃度と合計してベノミルとしての濃度を算定する。

また、ネガティブモードは表2に示すそれぞれの農薬のモニターイオンのピーク高さ又はピーク面積を求め、下記5により作成した検量線から試験溶液中のそれぞれの農薬の濃度を求め、検水中のそれぞれの農薬の濃度を算定する。

表1 ポジティブモードのモニターイオン及び濃度範囲

	農薬名	モニターイオン(m/z)	濃度範囲(mg/L)
1	チウラム	241	0.0002 ~ 0.02
17	ベンタゾン	241	0.00005 ~ 0.005
18	カルボフラン	222	0.000004 ~ 0.0004
26	イプロジオン	330	0.0002 ~ 0.02
28	オキシシン銅	146	0.00008 ~ 0.008
36	アシュラム	231	0.0001 ~ 0.01
42	ベンスリド	356	0.00003 ~ 0.003

48	カルバリル	202	0.00002 ~ 0.002
55	チオファネートメチル	343	0.00002 ~ 0.002
58	カルプロパミド	334、336	0.00003 ~ 0.003
68	ジウロン	233	0.0001 ~ 0.01
74	メソミル	163	0.0002 ~ 0.02
75	ベノミル	192	0.00002 ~ 0.002
76	ベンフラカルブ	222	0.000004 ~ 0.0004
82	プロベナゾール	224	0.0002 ~ 0.02
84	ダイムロン	269	0.00005 ~ 0.005
86	ベンスルフロンメチル	411	0.00001 ~ 0.001
87	トリシクラゾール	190	0.000003 ~ 0.0003
90	アゾキシストロピン	372	0.00002 ~ 0.002
94	ハロスルフロンメチル	435	0.00005 ~ 0.005
95	フラザスルフロン	408	0.000002 ~ 0.0002
96	チオジカルブ	355	0.00005 ~ 0.005
98	シデュロン	233	0.00002 ~ 0.002
-	メチル-2-ベンツイミ ダゾールカルバメート (MBC)	192	0.00002 ~ 0.002

印はベノミルの代謝物である。

表2 ネガティブモードのモニターイオンと濃度範囲

	農 薬 名	モニターイオン(m/z)	濃度範囲(mg/L)
17	ベンタゾン	239	0.000002 ~ 0.0002
19	2,4-D	161	0.00005 ~ 0.005
20	トリクロピル	196	0.00002 ~ 0.002
36	アシュラム	229	0.00001 ~ 0.001
42	ベンスリド	213	0.00001 ~ 0.001
45	メコプロップ	213	0.00002 ~ 0.002
58	カルプロパミド	334	0.00005 ~ 0.005
64	ダラボン	141	0.0001 ~ 0.01
68	ジウロン	231	0.0001 ~ 0.01
84	ダイムロン	267	0.00005 ~ 0.005
86	ベンスルフロンメチル	409	0.00001 ~ 0.001
94	ハロスルフロンメチル	433	0.00001 ~ 0.001
95	フラザスルフロン	406	0.000002 ~ 0.0002
98	シデュロン	291	0.00002 ~ 0.002

5 検量線の作成

農薬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10mlとする。以下上記4(2)と同様に操作して、それぞれの農薬のモニターイオンのピーク高さ又はピーク面積を求め、それぞれの農薬の濃度との関係を求める。

別に、オキシシン銅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10mlとする。以下上記4(2)と同様に操作して、オキシシン銅のモニターイオンのピーク高さ又はピーク面積を求め、オキシシン銅の濃度との関係を求める。

別添方法17 固相抽出 - 液体クロマトグラフ - 質量分析法

ここで対象とする農薬は、アセフェートである。

1 試薬

(1) アスコルビン酸ナトリウム

(2) アセトニトリル

アセフェートを含まないもの

(3) メチルアルコール

アセフェートを含まないもの

(4) ぎ酸(0.1w/v%)

(5) 酢酸(0.15w/v%)

(6) アセフェート標準原液

アセフェート100mgをアセトニトリルに溶かして100mlとしたもの

この溶液1mlは、アセフェート1mgを含む。

この溶液は、調製後直ちに10mlずつをねじ口バイアルに入れて冷凍保存する。

(7) アセフェート標準液

アセフェート標準原液をアセトニトリルで20倍に薄めたもの

この溶液1mlは、アセフェート0.05mgを含む。

この溶液は、使用の都度調製する。

2 器具及び装置

(1) ねじ口バイアル

別添方法5の2(1)の例による。

(2) 固相カラム

活性炭カラム又はこれと同等以上の性能を有するもの

(3) 液体クロマトグラフ - 質量分析計

ア 分離カラム

別添方法16の2(3)アの例による。

イ 移動相

別添方法16の2(3)イの例による。

ウ 移動相流量

別添方法16の2(3)ウの例による。

エ イオン化法

エレクトロスプレー法で、ポジティブモードのもの

オ 検出器

検査方法告示の別表第14の2(5)ウの例による。

カ フラグメントを得るための電圧

アセフェートの最適条件に設定できるもの

3 試料の採取及び保存

別添方法 5 の 3 の例による。

4 試験操作

(1) 前処理

固相カラムにメチルアルコール10ml及び精製水10mlを順次加圧注入する。次に、検水500ml(検水に含まれるアセフェートの濃度が0.0005mg/Lを超える場合には、0.000005～0.0005mg/Lとなるように精製水を加えて500mlに調製したもの)を毎分10～20mlの流量で固相カラムに流す。次いで、固相カラムに通水方向の逆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0.2ml以下まで濃縮し、これに精製水を加えて1mlとし、これを試験溶液とする。

(2) 分 析

上記(1)で得られた試験溶液の一定量を液体クロマトグラフ - 質量分析計に注入し、アセフェートの184のモニターイオンのピーク高さ又はピーク面積を求め、下記5により作成した検量線から試験溶液中のアセフェートの濃度を求め、検水中のアセフェートの濃度を算定する。

5 検量線の作成

アセフェート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10mlとする。以下上記4(2)と同様に操作して、アセフェートのモニターイオンのピーク高さ又はピーク面積を求め、アセフェートの濃度との関係を求める。

別添方法18 液体クロマトグラフ - 質量分析法

ここで対象とする農薬は、ホセチルである。

1 試薬

- (1) アスコルビン酸ナトリウム
- (2) アセトニトリル
ホセチルを含まないもの
- (3) 酢酸(5w/v%)
- (4) 酢酸ジブチルアンモニウム溶液(0.005mol/L)
- (5) ホセチル標準原液
ホセチル100mgをアセトニトリルに溶かして100mlとしたもの
この溶液1mlは、ホセチル1mgを含む。
この溶液は、調製後直ちに10mlずつをねじ口バイアルに入れて冷凍保存する。
- (6) ホセチル標準液
ホセチル標準原液をアセトニトリルで20倍に薄めたもの
この溶液1mlは、ホセチル0.05mgを含む。
この溶液は、使用の都度調製する。

2 器具及び装置

- (1) ねじ口バイアル
別添方法5の2(1)の例による。
- (2) メンブランフィルターろ過装置
検査方法告示の別表第12の2(1)の例による。
- (3) 液体クロマトグラフ - 質量分析計
 - ア 分離カラム
別添方法16の2(3)アの例による。
 - イ 移動相
A液及びB液を体積比で5:95の割合で混合したもの
なお、A液はアセトニトリル、B液は酢酸(5w/v%)及び酢酸ジブチルアンモニウム溶液(0.005mol/L)を体積比で1:1の割合で混合したもの
 - ウ 移動相流量
毎分0.2~1mlの流量で流せるもの
 - エ イオン化法
エレクトロスプレー法で、ネガティブモードのもの
 - オ 検出器
検査方法告示の別表第14の2(5)ウの例による。
 - カ フラグメントを得るための電圧
ホセチルの最適条件に設定できるもの

3 試料の採取及び保存

別添方法 5 の 3 の例による。

4 試験操作

(1) 前処理

検水100ml(検水に含まれるホセチルの濃度が0.1mg/Lを超える場合には、0.001～0.1mg/Lとなるように精製水を加えて100mlに調製したもの)をメンブランフィルター過装置でろ過し、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

上記(1)で得られた試験溶液の一定量を液体クロマトグラフ - 質量分析計に注入し、ホセチルの109のモニターイオンのピーク高さ又はピーク面積を求め、下記 5 により作成した検量線から試験溶液中のホセチルの濃度を求め、検水中のホセチルの濃度を算定する。

5 検量線の作成

ホセチル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10mlとする。以下上記 4 (2)と同様に操作して、ホセチルのモニターイオンのピーク高さ又はピーク面積を求め、ホセチルの濃度との関係を求める。

別添方法19 液体クロマトグラフ - 質量分析法

ここで対象とする農薬は、ポリカーバメートである。

1 試薬

(1) アスコルビン酸ナトリウム

(2) アセトニトリル

ポリカーバメートを含まないもの

(3) ぎ酸(0.1w/v%)

(4) 酢酸(5w/v%)

(5) ジメチルスルホキシド

ポリカーバメートを含まないもの

(6) ポリカーバメート標準原液

ポリカーバメート100mgをジメチルスルホキシドに溶かして100mlとしたもの

この溶液1mlは、ポリカーバメートを1mg含む。

この溶液は、調製後直ちに10mlずつをねじ口バイアルに入れて冷凍保存する。

(7) ポリカーバメート標準液

ポリカーバメート標準原液を精製水で20倍に薄めたもの

この溶液1mlは、ポリカーバメートを0.05mg含む。

この溶液は、使用の都度調製する。

2 器具及び装置

(1) ねじ口バイアル

別添方法5の2(1)の例による。

(2) メンブランフィルターろ過装置

検査方法告示の別表第12の2(1)の例による。

(3) 液体クロマトグラフ - 質量分析計

ア 分離カラム

別添方法16の2(2)アの例による。

イ 移動相

A液はアセトニトリル、B液はぎ酸(0.1w/v%)又は酢酸(0.15w/v%)のもの

ウ 移動相流量

毎分0.2~1mlの流量で流せるもの

エ イオン化法

別添方法18の2(3)エの例による。

オ 検出器

検査方法告示の別表第14の2(5)ウの例による。

カ フラグメントを得るための電圧

ポリカーバメートの最適条件に設定できるもの

3 試料の採取及び保存

別添方法 5 の 3 の例による。

4 試験操作

(1) 前処理

検水100ml (検水に含まれるポリカーバメートの濃度が0.05mg/Lを超える場合には、0.002~0.05mg/Lとなるように精製水を加えて100ml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

上記(1)で得られた試験溶液の一定量を液体クロマトグラフ - 質量分析計に注入し、ポリカーバメートの241のモニターイオンのピーク高さ又はピーク面積を求め、下記 5 により作成した検量線から試験溶液中のポリカーバメートの濃度を求め、検水中のポリカーバメートの濃度を算定する。

5 検量線の作成

ポリカーバメート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10 mlとする。以下上記 4 (2)と同様に操作して、ポリカーバメートのモニターイオンのピーク高さ又はピーク面積を求め、ポリカーバメートの濃度との関係を求める。

別紙1 水質管理目標設定項目の測定精度

水質検査の実施に当たっては、目標値の10分の1まで測定すること。この場合において、目標値の10分の1付近における値の変動が、下表の変動係数で示す値以下となるよう精度を確保すること。

項	目	目 標 値	検 査 方 法	変動係数
1	アンチモン及びその化合物	アンチモンの量に関して、0.015mg/L以下	水素化物発生 - 原子吸光光度法 水素化物発生 - I C P法 I C P - M S法	10% 10% 10%
2	ウラン及びその化合物	ウランの量に関して、0.002mg/L以下(暫定)	I C P - M S法 固相抽出 - I C P法	10% 10%
3	ニッケル及びその化合物	ニッケルの量に関して、0.01mg/L(暫定)	フレイムレス - 原子吸光光度法 I C P法 I C P - M S法	10% 10% 10%
4	亜硝酸態窒素	0.05mg/L以下(暫定)	イオンクロマトグラフ法	10%
5	1,2-ジクロロエタン	0.004mg/L以下	P T - G C - M S法 H S - G C - M S法	20% 20%
6	トランス-1,2-ジクロロエチレン	0.04mg/L以下	P T - G C - M S法 H S - G C - M S法	20% 20%
7	1,1,2-トリクロロエタン	0.006mg/L以下	P T - G C - M S法 H S - G C - M S法	20% 20%
8	トルエン	0.2mg/L以下	P T - G C - M S法 H S - G C - M S法	20% 20%
9	フタル酸ジ(2-エチルヘキシル)	0.1mg/L以下	溶媒抽出 - G C - M S法	20%
10	亜塩素酸	0.6mg/L以下	イオンクロマトグラフ法	10%
11	塩素酸	0.6mg/L以下	イオンクロマトグラフ法	10%
12	二酸化塩素	0.6mg/L以下	イオンクロマトグラフ法	10%
13	ジクロロアセトニトリル	0.04mg/L以下(暫定)	溶媒抽出 - G C - M S法	20%
14	抱水クロラール	0.03mg/L以下(暫定)	溶媒抽出 - G C - M S法	20%
15	農薬類	検出値と目標値の比の和として、1以下	農薬ごとに定められた方法による	-
16	残留塩素	1mg/L以下	ジエチル-p-フェニレンジアミン法 電流法 吸光光度法 連続自動測定機器による吸光光度法 ポーラログラフ法	10% 10% 10% 10% 10%
17	カルシウム、マグネシウム等(硬度)	10mg/L以上 100mg/L以下	フレイム - 原子吸光光度法 I C P法 イオンクロマトグラフ法 滴定法	10% 10% 10% 10%
18	マンガン及びその化合物	マンガンの量に関して、0.01mg/L以下	フレイムレス - 原子吸光光度法 I C P法 I C P - M S法	10% 10% 10%
19	遊離炭酸	20mg/L以下	滴定法	10%
20	1,1,1-トリクロロエタン	0.3mg/L以下	P T - G C - M S法 H S - G C - M S法	20% 20%

項 目		目 標 値	検 査 方 法	変動係数
21	メチル-t-ブチルエーテル	0.02mg/L以下	P T - G C - M S 法 H S - G C - M S 法	20% 20%
22	有機物等（過マンガン酸カリウム消費量）	3mg/L以下	滴定法	10%
23	臭気強度（TON）	3 以下	官能法	-
24	蒸発残留物	30mg/L以上 200mg/L以下	重量法	-
25	濁度	1 度以下	比濁法 透過光測定法 連続自動測定機器による透過光測定法 積分球式光電光度法 連続自動測定機器による積分球式光電光度法 散乱光測定法 透過散乱法	- 10% 10% 10% 10% 10% 10%
26	pH値	7.5程度	ガラス電極法 連続自動測定機器によるガラス電極法	- -
27	腐食性（ランゲリア指数）	- 1 程度以上とし、 極力 0 に近づける	計算法	-

別紙2 農薬類(水質管理目標設定項目15)の測定精度

水質検査の実施に当たっては、原則として目標値の100分の1まで測定し、更に下表の変動係数で示す値以下となるよう精度を確保すること。なお、一般的測定機器・通常の検査方法を採用した場合の定量下限値の目安を農薬別・検査方法別に下表に併せて示す。

番号	農薬名	目標値 (mg/L)	検査方法	定量下限値 (mg/L)	変動 係数
1	チウラム	0.02	固相抽出 - LC - MS法(P)	0.0002	20%
2	シマジン(CAT)	0.003	固相抽出 - GC - MS法	0.00001	20%
3	チオベンカルブ	0.02	固相抽出 - GC - MS法	0.00002	20%
4	1,3-ジクロロプロペン(D-D)	0.002	PT - GC - MS法 HS - GC - MS法	0.0001 0.0001	20% 20%
5	イソキサチオン	0.008	固相抽出 - GC - MS法	0.00001	20%
6	ダイアジノン	0.005	固相抽出 - GC - MS法	0.00002	20%
7	フェントロチオン(MEP)	0.003	固相抽出 - GC - MS法	0.00001	20%
8	イソプロチオラン(IPT)	0.04	固相抽出 - GC - MS法	0.00001	20%
9	クロロタロニル(TPN)	0.05	固相抽出 - GC - MS法	0.00001	20%
10	プロピザミド	0.05	固相抽出 - GC - MS法	0.00001	20%
11	ジクロルボス(DDVP)	0.008	固相抽出 - GC - MS法	0.00005	20%
12	フェノブカルブ(BPMC)	0.03	固相抽出 - GC - MS法	0.00001	20%
13	クロルニトロフェン(CNP) : 失効農薬	0.0001	固相抽出 - GC - MS法	0.0001	20%
14	CNP-アミノ体	-	固相抽出 - GC - MS法	0.0001	20%
15	イプロベンホス(IBP)	0.008	固相抽出 - GC - MS法	0.00005	20%
16	EPN	0.006	固相抽出 - GC - MS法	0.00005	20%
17	ベンタゾン	0.2	固相抽出 - 誘導体化 - GC - MS法 固相抽出 - LC - MS法(P) 固相抽出 - LC - MS法(N)	0.00001 0.00005 0.000002	20% 20% 20%
18	カルボフラン(カルボスル ファン代謝物)	0.005	HPLC - ポストカラム法 固相抽出 - LC - MS法(P)	0.00005 0.000005	20% 20%
19	2,4-ジクロロフェノキシ酢 酸(2,4-D)	0.03	固相抽出 - 誘導体化 - GC - MS法 固相抽出 - LC - MS法(N)	0.00001 0.00005	20% 20%
20	トリクロピル	0.006	固相抽出 - 誘導体化 - GC - MS法 固相抽出 - LC - MS法(N)	0.00001 0.00002	20% 20%
21	アセフェート	0.08	固相抽出 - LC - MS法(P)	0.000005	20%
22	イソフェンホス	0.001	固相抽出 - GC - MS法	0.00003	20%
23	クロルピリホス	0.03	固相抽出 - GC - MS法	0.00005	20%
24	トリクロルホン(DEP)	0.03	固相抽出 - GC - MS法	0.0002	20%
25	ピリダフェンチオン	0.002	固相抽出 - GC - MS法	0.00005	20%
26	イプロジオン	0.3	固相抽出 - GC - MS法 固相抽出 - HPLC法 固相抽出 - LC - MS法(P)	0.00002 0.001 0.0001	20% 20% 20%
27	エトリジアゾール(エクロ メゾール)	0.004	固相抽出 - GC - MS法	0.00001	20%
28	オキシシン銅	0.04	固相抽出 - LC - MS法(P)	0.00005	20%
29	キャプタン	0.3	固相抽出 - GC - MS法	0.0001	20%
30	クロロネブ	0.05	固相抽出 - GC - MS法	0.00002	20%
31	トルクロホスメチル	0.2	固相抽出 - GC - MS法	0.00001	20%
32	フルトラニル	0.2	固相抽出 - GC - MS法	0.00001	20%

番号	農薬名	目標値 (mg/L)	検査方法	定量下限値 (mg/L)	変動 係数
33	ベンシクロン	0.04	固相抽出 - G C - M S 法	0.0001	20%
34	メタラキシル	0.05	固相抽出 - G C - M S 法	0.00005	20%
35	メプロニル	0.1	固相抽出 - G C - M S 法	0.00001	20%
36	アシラム	0.2	固相抽出 - H P L C 法 固相抽出 - L C - M S 法 (P) 固相抽出 - L C - M S 法 (N)	0.001 0.0001 0.0005	20% 20% 20%
37	ジチオピル	0.008	固相抽出 - G C - M S 法	0.00001	20%
38	テルブカルブ (MBPMC) : 失効農薬	0.02	固相抽出 - G C - M S 法	0.00001	20%
39	ナプロパミド	0.03	固相抽出 - G C - M S 法	0.00001	20%
40	ピリプチカルブ	0.02	固相抽出 - G C - M S 法	0.00002	20%
41	ブタミホス	0.01	固相抽出 - G C - M S 法	0.0001	20%
42	ベンスリド (SAP)	0.1	固相抽出 - L C - M S 法 (P) 固相抽出 - L C - M S 法 (N)	0.00001 0.00001	20% 20%
43	ベンフルラリン (ベスロジン)	0.08	固相抽出 - G C - M S 法	0.00001	20%
44	ペンディメタリン	0.1	固相抽出 - G C - M S 法	0.00001	20%
45	メコプロップ (MCPP)	0.005	固相抽出 - 誘導体化 - G C - M S 法 固相抽出 - L C - M S 法 (N)	0.00005 0.00002	20% 20%
46	メチルダイムロン	0.03	固相抽出 - G C - M S 法	0.00005	20%
47	アラクロール	0.01	固相抽出 - G C - M S 法	0.00002	20%
48	カルバリル (NAC)	0.05	固相抽出 - H P L C 法 H P L C - ポストカラム法 固相抽出 - L C - M S 法 (P)	0.0005 0.0001 0.00002	20% 20% 20%
49	エディフェンホス (エジフェンホス, EDDP)	0.006	固相抽出 - G C - M S 法	0.00005	20%
50	ピロキロン	0.04	固相抽出 - G C - M S 法	0.00001	20%
51	フサライド	0.1	固相抽出 - G C - M S 法	0.00001	20%
52	メフェナセット	0.009	固相抽出 - G C - M S 法	0.00001	20%
53	プレチラクロール	0.04	固相抽出 - G C - M S 法	0.00001	20%
54	イソプロカルブ (MIPC)	0.01	固相抽出 - G C - M S 法	0.00005	20%
55	チオファネートメチル	0.3	固相抽出 - H P L C 法 固相抽出 - L C - M S 法 (P)	0.002 0.00005	20% 20%
56	テニルクロール	0.2	固相抽出 - G C - M S 法	0.00002	20%
57	メチダチオン (DMTP)	0.004	固相抽出 - G C - M S 法	0.00001	20%
58	カルプロパミド	0.04	固相抽出 - L C - M S 法 (P) 固相抽出 - L C - M S 法 (N)	0.00002 0.00005	20% 20%
59	プロモブチド	0.04	固相抽出 - G C - M S 法	0.0001	20%
60	モリネート	0.005	固相抽出 - G C - M S 法	0.00001	20%
61	プロシミドン	0.09	固相抽出 - G C - M S 法	0.0001	20%
62	アニロホス	0.003	固相抽出 - G C - M S 法	0.00005	20%
63	アトラジン	0.01	固相抽出 - G C - M S 法	0.00005	20%
64	ダラボン	0.08	固相抽出 - L C - M S 法 (N)	0.0001	20%
65	ジクロベニル (DBN)	0.01	固相抽出 - G C - M S 法	0.00001	20%
66	ジメトエート	0.05	固相抽出 - G C - M S 法	0.00005	20%
67	ジクワット	0.005	固相抽出 - H P L C 法	0.001	20%

番号	農薬名	目標値 (mg/L)	検査方法	定量下限値 (mg/L)	変動 係数
68	ジウロン(DCMU)	0.02	固相抽出 - LC - MS法(P) 固相抽出 - LC - MS法(N)	0.0001 0.0001	20% 20%
69	エンドスルファン(エンド スルフェート, ベンゾエピ ン)	0.01	固相抽出 - GC - MS法	0.00005	20%
70	エトフェプロックス	0.08	固相抽出 - GC - MS法	0.00005	20%
71	フェンチオン(MPP)	0.001	固相抽出 - GC - MS法	0.00001	20%
72	グリホサート	2	誘導体化 - HPLC法 HPLC - ポストカラム法	0.0005 0.002	20% 20%
73	マラソン (マラチオン)	0.05	固相抽出 - GC - MS法	0.00005	20%
74	メソミル	0.03	HPLC - ポストカラム法 固相抽出 - LC - MS法(P)	0.0001 0.00002	20% 20%
75	ベノミル	0.02	固相抽出 - LC - MS法(P)	0.00002	20%
76	ベンフラカルブ	0.04	固相抽出 - LC - MS法(P)	0.000004	20%
77	シメトリン	0.03	固相抽出 - GC - MS法	0.00002	20%
78	ジメピペレート	0.003	固相抽出 - GC - MS法	0.00002	20%
79	フェントエート(PAP)	0.004	固相抽出 - GC - MS法	0.00004	20%
80	プロプロフェジン	0.02	固相抽出 - GC - MS法	0.00001	20%
81	エチルチオメトン	0.004	固相抽出 - GC - MS法	0.00004	20%
82	プロベナゾール	0.05	固相抽出 - LC - MS法(P)	0.0001	20%
83	エスプロカルブ	0.01	固相抽出 - GC - MS法	0.0001	20%
84	ダイムロン	0.8	固相抽出 - LC - MS法(P) 固相抽出 - LC - MS法(N)	0.00005 0.00005	20% 20%
85	ピフェノックス	0.2	固相抽出 - GC - MS法	0.0001	20%
86	ベンスルフロメチル	0.4	固相抽出 - LC - MS法(P) 固相抽出 - LC - MS法(N)	0.00001 0.00001	20% 20%
87	トリシクラゾール	0.08	固相抽出 - LC - MS法(P)	0.000002	20%
88	ピペロホス	0.0009	固相抽出 - GC - MS法	0.00005	20%
89	ジメタメトリン	0.02	固相抽出 - GC - MS法	0.00001	20%
90	アゾキシストロピン	0.5	固相抽出 - LC - MS法(P)	0.00002	20%
91	イミノクタジン酢酸塩	0.006	HPLC - ポストカラム法	0.005	20%
92	ホセチル	2	LC - MS法(N)	0.001	20%
93	ポリカーバメート	0.03	LC - MS法(N)	0.002	20%
94	ハロスルフロメチル	0.3	固相抽出 - LC - MS法(P) 固相抽出 - LC - MS法(N)	0.00005 0.00005	20% 20%
95	フラザスルフロ	0.03	固相抽出 - LC - MS法(P) 固相抽出 - LC - MS法(N)	0.000002 0.000002	20% 20%
96	チオジカルブ	0.08	固相抽出 - LC - MS法(P)	0.00005	20%
97	プロピコナゾール	0.05	固相抽出 - GC - MS法	0.0002	20%
98	シデュロン	0.3	固相抽出 - HPLC法 固相抽出 - LC - MS法(P) 固相抽出 - LC - MS法(N)	0.002 0.00002 0.00002	20% 20% 20%
99	ピリプロキシフェン	0.2	固相抽出 - GC - MS法	0.00001	20%
100	トリフルラリン	0.06	固相抽出 - GC - MS法	0.00001	20%
101	カフェンストロール	0.008	固相抽出 - GC - MS法	0.00001	20%

注) 検査方法の欄中、Pはポジティブモード、Nはネガティブモードのことである。

別添5 水質基準項目の測定精度

水質検査の実施に当たっては、基準値の10分の1（ただし、非イオン界面活性剤については4分の1）まで測定すること。この場合において、基準値の10分の1（ただし、非イオン界面活性剤については4分の1）付近における値の変動が下表の変動係数で示す値以下となるよう精度を確保すること。

項 目	基 準 値	検 査 方 法	変動係数
1 一般細菌	1mlの検水で形成される集落数が100以下であること	標準寒天培地法	—
2 大腸菌	検出されないこと	特定酵素基質培地法	—
3 カドミウム及びその化合物	カドミウムの量に関して、0.01mg/L以下	フレイムレス - 原子吸光光度法 フレイム - 原子吸光光度法 I C P 法 I C P - M S 法	10% 10% 10% 10%
4 水銀及びその化合物	水銀の量に関して、0.0005mg/L以下	還元気化 - 原子吸光光度法	10%
5 セレン及びその化合物	セレンの量に関して、0.01mg/L以下	フレイムレス - 原子吸光光度法 I C P - M S 法 水素化物発生 - 原子吸光光度法 水素化物発生 - I C P 法	10% 10% 10% 10%
6 鉛及びその化合物	鉛の量に関して、0.01mg/L以下	フレイムレス - 原子吸光光度法 I C P 法 I C P - M S 法	10% 10% 10%
7 ヒ素及びその化合物	ヒ素の量に関して、0.01mg/L以下	フレイムレス - 原子吸光光度法 I C P - M S 法 水素化物発生 - 原子吸光光度法 水素化物発生 - I C P 法	10% 10% 10% 10%
8 六価クロム化合物	六価クロムの量に関して、0.05mg/L以下	フレイムレス - 原子吸光光度法 フレイム - 原子吸光光度法 I C P 法 I C P - M S 法	10% 10% 10% 10%
9 シアン化物イオン及び塩化シアン 注1)	シアンの量に関して、0.01mg/L以下	イオンクロマトグラフ - ポストカラム吸光光度法	10%
10 硝酸態窒素及び亜硝酸態窒素	10mg/L以下	イオンクロマトグラフ法(陰イオン)	10%
11 フッ素及びその化合物	フッ素の量に関して、0.8mg/L以下	イオンクロマトグラフ法(陰イオン)	10%
12 ホウ素及びその化合物	ホウ素の量に関して、1.0mg/L以下	I C P 法 I C P - M S 法	10% 10%
13 四塩化炭素	0.002mg/L以下	P T - G C - M S 法 H S - G C - M S 法	20% 20%
14 1,4-ジオキサン	0.05mg/L以下	固相抽出 - G C - M S 法	20%
15 1,1-ジクロロエチレン	0.02mg/L以下	P T - G C - M S 法 H S - G C - M S 法	20% 20%
16 シス-1,2-ジクロロエチレン	0.04mg/L以下	P T - G C - M S 法 H S - G C - M S 法	20% 20%
17 ジクロロメタン	0.02mg/L以下	P T - G C - M S 法 H S - G C - M S 法	20% 20%

項	目	基 準 値	検 査 方 法	変動係数
18	テトラクロロエチレン	0.01mg/L以下	P T - G C - M S法 H S - G C - M S法	20% 20%
19	トリクロロエチレン	0.03mg/L以下	P T - G C - M S法 H S - G C - M S法	20% 20%
20	ベンゼン	0.01mg/L以下	P T - G C - M S法 H S - G C - M S法	20% 20%
21	クロロ酢酸	0.02mg/L以下	溶媒抽出 - G C - M S法	20%
22	クロロホルム	0.06mg/L以下	P T - G C - M S法 H S - G C - M S法	20% 20%
23	ジクロロ酢酸	0.04mg/L以下	溶媒抽出 - G C - M S法	20%
24	ジブロモクロロメタン	0.1mg/L以下	P T - G C - M S法 H S - G C - M S法	20% 20%
25	臭素酸	0.01mg/L以下	イオンクロマトグラフ - ポストカラム 吸光光度法	10%
26	総トリハロメタン	0.1mg/L以下	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 ごとに22の項、24の項、28の項及び 29の項に掲げる方法	—
27	トリクロロ酢酸	0.2mg/L以下	溶媒抽出 - G C - M S法	20%
28	プロモジクロロメタン	0.03mg/L以下	P T - G C - M S法 H S - G C - M S法	20% 20%
29	プロモホルム	0.09mg/L以下	P T - G C - M S法 H S - G C - M S法	20% 20%
30	ホルムアルデヒド	0.08mg/L以下	溶媒抽出 - 誘導体化 - G C - M S法	20%
31	亜鉛及びその化合物	亜鉛の量に関して、 1.0mg/L以下	フレイムレス - 原子吸光光度法 フレイム - 原子吸光光度法 I C P法 I C P - M S法	10% 10% 10% 10%
32	アルミニウム及びその化合物	アルミニウムの量に 関して、0.2mg/L以下	フレイムレス - 原子吸光光度法 I C P法 I C P - M S法	10% 10% 10%
33	鉄及びその化合物	鉄の量に関して、0.3 mg/L以下	フレイムレス - 原子吸光光度法 フレイム - 原子吸光光度法 I C P法	10% 10% 10%
34	銅及びその化合物	銅の量に関して、1.0 mg/L以下	フレイムレス - 原子吸光光度法 フレイム - 原子吸光光度法 I C P法 I C P - M S法	10% 10% 10% 10%
35	ナトリウム及びその化合物	ナトリウムの量に 関して、200mg/L以下	フレイムレス - 原子吸光光度法 フレイム - 原子吸光光度法 I C P法 イオンクロマトグラフ法(陽イオン)	10% 10% 10% 10%
36	マンガン及びその化合物	マンガンの量に 関して、0.05mg/L以下	フレイムレス - 原子吸光光度法 フレイム - 原子吸光光度法 I C P法 I C P - M S法	10% 10% 10% 10%

項 目	基 準 値	検 査 方 法	変動係数
37 塩化物イオン	200mg/L以下	イオンクロマトグラフ法(陰イオン) 滴定法	10% 10%
38 カルシウム、マグネシウム等 (硬度)	300mg/L以下	フレイム - 原子吸光光度法 ICP法 イオンクロマトグラフ法(陽イオン) 滴定法	10% 10% 10% 10%
39 蒸発残留物	500mg/L以下	重量法	—
40 陰イオン界面活性剤 注1)	0.2mg/L以下	固相抽出 - 高速液体クロマトグラフ法	10%
41 (4S, 4aS, 8aR)-オクタヒドロ-4,8a-ジメチルナフタレン-4a(2H)-オール(別名ジェオスミン)	0.00001mg/L以下	PT - GC - MS法 HS - GC - MS法 固相抽出 - GC - MS法	20% 20% 20%
42 1,2,7,7-テトラメチルピシクロ[2,2,1]ヘプタン-2-オール(別名2-メチルイソボルネオール)	0.00001mg/L以下	PT - GC - MS法 HS - GC - MS法 固相抽出 - GC - MS法	20% 20% 20%
43 非イオン界面活性剤	0.02mg/L以下	固相抽出 - 吸光光度法	20%
44 フェノール類 注1)	フェノールの量に換算して、0.005mg/L以下	固相抽出 - 誘導体化 - GC - MS法	20%
45 有機物(全有機炭素(TOC)の量) 注2)	5mg/L以下	全有機炭素計測定法	10%
46 pH値	5.8以上8.6以下	ガラス電極法 連続自動測定機器によるガラス電極法	— —
47 味	異常でないこと	官能法	—
48 臭 気	異常でないこと	官能法	—
49 色 度	5度以下	比色法 透過光測定法 連続自動測定機器による透過光測定法	— 10% 10%
50 濁 度	2度以下	比濁法 透過光測定法 連続自動測定機器による透過光測定法 積分球式光電光度法 連続自動測定機器による積分球式光電光度法 散乱光測定法 透過散乱法	— 10% 10% 10% 10% 10% 10%

注1) 平成19年3月31日までの間は、シアン化物イオン及び塩化シアン、陰イオン界面活性剤並びにフェノール類については、流路型吸光光度法も適用することができる。ただし、フェノール類を流路型吸光光度法で測定する場合には、基準値と同等程度まで測定すること。

注2) 平成17年3月31日までの間は、「有機物(全有機炭素(TOC)の量)」とあるのは「有機物等(過マンガン酸カリウム消費量)」と、「5mg/L」とあるのは「10mg/L」とする。また、有機物(過マンガン酸カリウム消費量)の検査方法は滴定法とし、基準値の10分の1(変動係数10%)まで測定すること。