

浸出用液の調製における水質の確認方法及び浸出液の分析方法

改正後の「資機材等の材質に関する試験」（平成 12 年厚生省告示第 45 号）における浸出用液の調製における水質の確認方法及び浸出液の分析方法の具体例については、それぞれ表 1、表 2 のとおりとする。

なお、試験操作の設定にあたっては、各検査機関の裁量が認められているところであるが、「水道水質検査のための妥当性評価ガイドラインについて」（平成 24 年 9 月 6 日付健水発 0906 第 1～4 号厚生労働省健康局水道課長通知）（最終改正：平成 29 年 10 月 18 日付薬生水発 1018 第 1～4 号厚生労働省医薬・生活衛生局水道課長通知）に基づき、各検査機関で定めた試験方法の妥当性を予め確認すること。

表 1 浸出用液の調製における水質の確認方法

pH 値	水質基準に関する省令の規定に基づき厚生労働大臣の定める方法（平成 15 年厚生労働省告示 261 号。以下「基準検査方法告示」という。）の別表第 31 に定める方法
カルシウム、マグネシウム等（硬度）	基準検査方法告示の別表第 4、同別表第 5、同別表第 6、同別表第 6 の 2、同別表第 20 又は同別表第 22 に定める方法
アルカリ度	別紙方法 1 に定める方法
残留塩素	「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（平成 15 年厚生労働省告示 318 号）」の別表第 1、同別表第 2、同別表第 3 又は同別表第 6 に定める方法

表 2 浸出液の分析方法

カドミウム及びその化合物	基準検査方法告示の別表第 3、同別表第 5、同別表第 6 又は同別表第 6 の 2 に定める方法
水銀及びその化合物	基準検査方法告示の別表第 6 の 2 又は同別表第 7 に定める方法
セレン及びその化合物	基準検査方法告示の別表第 3、同別表第 6、同別表第 6 の 2、同別表第 8 又は同別表第 9 に定める方法
鉛及びその化合物	基準検査方法告示の別表第 3、同別表第 5、同別表第 6 又は同別表第 6 の 2 に定める方法
ヒ素及びその化合物	基準検査方法告示の別表第 3、同別表第 6、同別表第 6 の 2、同別表第 10 又は同別表第 11 に定める方法
六価クロム化合物	基準検査方法告示の別表第 3、同別表第 5、同別表第 6 又は同別表第 6 の 2 に定める方法
亜硝酸態窒素	基準検査方法告示の別表第 13 に定める方法
シアン化物イオン及び塩化シアン	基準検査方法告示の別表第 12 に定める方法

硝酸態窒素及び亜硝酸態窒素	基準検査方法告示の別表第 13 に定める方法
フッ素及びその化合物	基準検査方法告示の別表第 13 に定める方法
ホウ素及びその化合物	基準検査方法告示の別表第 5、同別表第 6 又は同別表第 6 の 2 に定める方法
四塩化炭素	基準検査方法告示の別表第 14 又は同別表第 15 に定める方法
1，4－ジオキサン	基準検査方法告示の別表第 14 又は同別表第 16 に定める方法
シス－1，2－ジクロロエチレン及びトランス－1，2－ジクロロエチレン	基準検査方法告示の別表第 14 又は同別表第 15 に定める方法
ジクロロメタン	基準検査方法告示の別表第 14 又は同別表第 15 に定める方法
テトラクロロエチレン	基準検査方法告示の別表第 14 又は同別表第 15 に定める方法
トリクロロエチレン	基準検査方法告示の別表第 14 又は同別表第 15 に定める方法
ベンゼン	基準検査方法告示の別表第 14 又は同別表第 15 に定める方法
ホルムアルデヒド	基準検査方法告示の別表第 19、同別表第 19 の 2 又は同別表第 19 の 3 に定める方法
亜鉛及びその化合物	基準検査方法告示の別表第 3、同別表第 4、同別表第 5、同別表第 6 又は同別表第 6 の 2 に定める方法
アルミニウム及びその化合物	基準検査方法告示の別表第 3、同別表第 5、同別表第 6 又は同別表第 6 の 2 に定める方法
鉄及びその化合物	基準検査方法告示の別表第 3、同別表第 4、同別表第 5、同別表第 6 又は同別表第 6 の 2 に定める方法
銅及びその化合物	基準検査方法告示の別表第 3、同別表第 4、同別表第 5、同別表第 6 又は同別表第 6 の 2 に定める方法
ナトリウム及びその化合物	基準検査方法告示の別表第 3、同別表第 4、同別表第 5、同別表第 6、同別表第 6 の 2 又は同別表第 20 に定める方法
マンガン及びその化合物	基準検査方法告示の別表第 3、同別表第 4、同別表第 5、同別表第 6 又は同別表第 6 の 2 に定める方法
塩化物イオン	基準検査方法告示の別表第 13 又は同別表第 21 に定める方法
蒸発残留物	基準検査方法告示の別表第 23 に定める方法
陰イオン界面活性剤	基準検査方法告示の別表第 24 又は同別表第 24 の 2 に定める方法
非イオン界面活性剤	基準検査方法告示の別表第 28 又は同別表第 28 の 2 に定める方法
フェノール類	基準検査方法告示の別表第 29 又は同別表第 29 の 2 に定める方法
有機物（全有機炭素（TOC）の量）	基準検査方法告示の別表第 30 に定める方法
味	基準検査方法告示の別表第 33 に定める方法
臭気	基準検査方法告示の別表第 34 に定める方法
色度	基準検査方法告示の別表第 35 又は同別表第 36 に定める方法
濁度	基準検査方法告示の別表第 38、同別表第 39 又は同別表第 41 に定め

	る方法
1, 2—ジクロロエタン	「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長通知。以下「水質基準等改正通知」という。）の別添方法 1 及び同別添方法 2 に定める方法
アミン類	別紙方法 4 に定める方法
エピクロロヒドリン	別紙方法 2 に定める方法
酢酸ビニル	別紙方法 2 又は別紙方法 3 に定める方法
N, N—ジメチルアニリン	別紙方法 2 又は別紙方法 3 に定める方法
スチレン	別紙方法 2 又は別紙方法 3 に定める方法
2, 4—トルエンジアミン	別紙方法 5 に定める方法
2, 6—トルエンジアミン	別紙方法 5 に定める方法
1, 2—ブタジエン	別紙方法 2 又は別紙方法 3 に定める方法
1, 3—ブタジエン	別紙方法 2 又は別紙方法 3 に定める方法

滴定法

ここで対象とする項目は、アルカリ度である。

1 試 薬

(1) 精製水

測定対象成分を含まないもの

(2) エチルアルコール (95 v / v %)

(3) MR 混合溶液

メチルレッド 0.02g 及びブロモ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

この溶液の有効期間は約 1 か月である。

(4) 炭酸ナトリウム溶液 (0.05mol/L)

炭酸ナトリウム 5.299g を精製水に溶かして 1L としたもの

(5) 硫酸 (0.05mol/L)

硫酸 3ml を精製水約 100ml 中に徐々に加えて、冷後、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硫酸 (0.05mol/L) のファクター (f) を求める。

炭酸ナトリウム溶液 (0.05mol/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 (0.05mol/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 (0.05mol/L) の ml 数 a から次式によりファクターを算定する。

$$\text{ファクター (f)} = 25/a$$

(6) 硫酸 (0.01mol/L)

硫酸 (0.05mol/L) 200/ f ml をメスフラスコに採り、精製水を加えて 1L としたもの
この溶液 1ml は、炭酸カルシウムとして 1mg を含む量に相当する。

(7) チオ硫酸ナトリウム溶液 (3g/L)

2 試料の採取及び保存

試料は、精製水で洗浄したガラス瓶又はポリエチレン瓶に採取し、速やかに試験する。

なお、試料に残留塩素が含まれている場合には、あらかじめ試料 100ml にチオ硫酸ナトリウム溶液 (3g/L) を適量加えて残留塩素を除いておく。

3 試験操作

検水 100ml を白磁皿に採り、数滴の MR 混合溶液を加え、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 b から次式により検水中のアルカリ度 (mg/L) を算定する。

$$\text{アルカリ度 (CaCO}_3\text{)} = b \times 1 \times 1000 / 100$$

パージ・トラップーガスクロマトグラフ—質量分析法(P T—G C—M S法)

ここで対象とする項目は、エピクロロヒドリン、酢酸ビニル、スチレン、1,2-ブタジエン、1,3-ブタジエン及びN,N-ジメチルアニリンである。

1 試 薬

(1) アスコルビン酸ナトリウム

(2) 精製水

測定対象成分を含まないもの

(3) メチルアルコール

測定対象成分を含まないもの

(4) 内部標準原液

フルオロベンゼン及び4-ブロモフルオロベンゼンのそれぞれ0.500gをメチルアルコール10mlを入れた別々のメスフラスコに採り、メチルアルコールを加えて100mlとしたもの

これらの溶液1mlは、フルオロベンゼン及び4-ブロモフルオロベンゼンをそれぞれ5mg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。

(5) 内部標準液

内部標準原液をメチルアルコールで40倍(内部標準液A)及び400倍(内部標準液B)に薄めたもの

2種類の内部標準物質を使用する場合には、2種類の内部標準原液をメチルアルコール少量を入れた1つのメスフラスコに等量採取し、同様の希釈操作を行う。

この溶液1mlは、フルオロベンゼン又は4-ブロモフルオロベンゼンをA液では0.125mg、B液では0.0125mg含む。

この溶液は、使用の都度調製する。

(6) 標準原液

エピクロロヒドリン、酢酸ビニル、スチレン、1,2-ブタジエン、1,3-ブタジエン及びN,N-ジメチルアニリンのそれぞれ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、エピクロロヒドリン、酢酸ビニル、スチレン、1,2-ブタジエン、1,3-ブタジエン及びN,N-ジメチルアニリンをそれぞれ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。

(7) 混合標準液

エピクロロヒドリン、酢酸ビニル、スチレン、1,2-ブタジエン、1,3-ブタジエン及びN,N-ジメチルアニリンのそれぞれの標準原液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 1 ml は、エピクロロヒドリン、酢酸ビニル、スチレン、1,2-ブタジエン、1,3-ブタジエン及びN,N-ジメチルアニリンをそれぞれ 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

(1) ねじロガラス瓶

基準検査方法告示の別表第 14 の 2 (1) の例による。

(2) アンプル

基準検査方法告示の別表第 14 の 2 (2) の例による。

(3) パージ・トラップ装置

ア パージ容器

基準検査方法告示の別表第 14 の 2 (3) アの例による。

イ 恒温槽

基準検査方法告示の別表第 14 の 2 (3) イの例による。

ウ トラップ管

基準検査方法告示の別表第 14 の 2 (3) ウの例による。

エ 脱着装置

基準検査方法告示の別表第 14 の 2 (3) エの例による。

オ クライオフォーカス装置

内径 0.32～0.53mm の熔融シリカ管で、－140～－160℃程度に冷却でき、かつ 200℃まで加熱できるもの

ただし、クライオフォーカス操作を行わない場合は、この装置を使用しなくてもよい。

(4) ガスクロマトグラフー質量分析計

ア 分離カラム

基準検査方法告示の別表第 14 の 2 (4) アの例による。

イ 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、40℃から毎分 5℃の速度で上昇させて 180℃とし、更に毎分 15℃の速度で上昇させ、250℃を 1 分間保持できるもの

ウ 検出器

基準検査方法告示の別表第 14 の 2 (4) ウの例による。

エ イオン化電圧

基準検査方法告示の別表第 14 の 2 (4) エの例による。

オ キャリヤーガス

基準検査方法告示の別表第 14 の 2 (3) 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ロガラス瓶に泡立てないように採取し、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、残留塩素 1 mg に対して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

検水(検水に含まれるそれぞれの対照物質の濃度が表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調製したもの)をパージ容器に採り、内部標準液Bを検水5ml に対して2 μ l の割合で注入する。次いで、パージ・トラップ装置及びガスクロマトグラフー質量分析計を操作し、表1に示すそれぞれの対象項目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対象項目の濃度を算定する。

5 検量線の作成

混合標準液を段階的に少量のメチルアルコールを入れた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。精製水を上記4と同様に採り、これに段階的に調製した溶液を精製水5ml に対して2 μ l の割合で注入する。以下、上記4と同様に操作して、それぞれの対象項目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、それぞれの対象項目の濃度との関係を求める。

		フラグメントイオン(m/z)	濃度範囲(mg/L)
1	エピクロロヒドリン	57、27	0.0001 ～0.01
2	酢酸ビニル	86、43	0.0001 ～0.01
3	スチレン	104、78	0.00001～0.002
4	1,2-ブタジエン	54、39	0.00001～0.001
5	1,3-ブタジエン	54、39	0.00001～0.001
6	N,N-ジメチルアニリン	120、77	0.0001 ～0.01
内部標準物質	フルオロベンゼン	96、97	
	4-ブロモフルオロベンゼン	95、174、176	

ヘッドスペース—ガスクロマトグラフ—質量分析法(HS—GC—MS法)

ここで対象とする項目は、酢酸ビニル、スチレン、1,2-ブタジエン、1,3-ブタジエン及びN,N-ジメチルアニリンである。

1 試 薬

(1) アスコルビン酸ナトリウム

(2) 精製水

PT—GC—MS法の1の(2)の例による。

(3) メチルアルコール

PT—GC—MS法の1の(3)の例による。

(4) 塩化ナトリウム

測定対象成分を含まないもの

(5) 内部標準原液

PT—GC—MS法の1の(4)の例による。

(6) 内部標準液

PT—GC—MS法の1の(5)の例による。

(7) 標準原液

PT—GC—MS法の1の(6)の例による。

(8) 混合標準液

PT—GC—MS法の1の(7)の例による。

2 器具及び装置

(1) ねじロガラス瓶

基準検査方法告示の別表第14の2(1)の例による。

(2) アンプル

基準検査方法告示の別表第14の2(2)の例による。

(3) バイアル

基準検査方法告示の別表第15の2(3)の例による。

(4) セプトム

(5) ポリテトラフルオロエチレンシート

基準検査方法告示の別表第15の2(5)の例による。

(6) アルミキャップ

(7) アルミキャップ締め器

(8) 恒温槽

基準検査方法告示の別表第15の2(8)の例による。

(9) ガスクロマトグラフ—質量分析計

ア 試料導入部

150～250℃にしたもの

イ 分離カラム

基準検査方法告示の別表第 14 の 2 (4) アの例による。

ウ 分離カラムの温度

P T—G C—MS 法の 2 の (4) イの例による。

エ 検出器

基準検査方法告示の別表第 14 の 2 (4) ウの例による。

オ イオン化電圧

基準検査方法告示の別表第 14 の 2 (4) エの例による。

カ キャリヤーガス

基準検査方法告示の別表第 14 の 2 (4) オの例による。

3 試料の採取及び保存

P T—G C—MS 法の 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 3 g を入れた後、検水(検水に含まれるそれぞれの対照物質の濃度が表 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 となるように採り、内部標準液 B を検水 10ml に対して 2 μ l の割合で注入する。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 15 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ガスクロマトグラフィー質量分析計に注入し、表 2 に示すそれぞれの対象項目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項目の濃度を求め、検水中のそれぞれの対象項目の濃度を算定する。

5 検量線の作成

混合標準液を段階的に少量のメチルアルコールを入れた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。精製水を上記 4 (1) と同様に採り、これに段階的に調製した溶液を精製水 10ml に対して 2 μ l の割合で注入する。以下上記 4 (1) 及び(2)と同様に操作して、それぞれの対象項目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、それぞれの対象項目の濃度との関係を求める。

		フラグメントイオン(m/z)	濃度範囲(mg/L)
1	酢酸ビニル	86、43	0.001 ～0.01
2	スチレン	104、78	0.0001～0.002
3	1,2-ブタジエン	54、39	0.0001～0.001
4	1,3-ブタジエン	54、39	0.0001～0.001

5	N,N-ジメチルアニリン	120、77	0.001 ～0.01
内部標準物質	フルオロベンゼン	96、97	
	4-ブロモフルオロベンゼン	95、174、176	

吸光光度法

ここで対象とする項目は、アミン類である。

1 試 薬

(1) 精製水

測定対象成分を含まないもの

(2) アスコルビン酸ナトリウム

(3) ホウ酸ナトリウム溶液(1 w／v %)

ホウ酸ナトリウム(10 水塩) 20 g を精製水で溶かして 1 L としたもの

(4) TNBS 溶液

2, 4, 6-トリニトロベンゼンスルホン酸ナトリウム(2 水塩) 1.2 g を精製水に溶かして 100ml としたもの

この溶液は、使用の都度調製する。

(5) 塩化ナトリウム溶液(30 w／v %)

塩化ナトリウム 300 g を精製水に溶かして 1 L としたもの

(6) ジクロロメタン

測定対象成分を含まないもの

(7) アミン標準原液

トリエチレンテトラミン 1.000 g をメスフラスコに採り、精製水に溶かして 1 L としたもの

この溶液 1ml は、トリエチレンテトラミン 1mg を含む。

(8) アミン標準液

アミン標準原液を精製水で 100 倍に薄めたもの

この溶液 1ml は、トリエチレンテトラミン 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) ねじロガラス瓶

基準検査方法告示の別表第 14 の 2 (1) の例による。

(2) スキープ型分液ロート

容量 300ml のもの

(3) 光電分光光度計

3 試料の採取及び保存

エピクロロヒドリン等(PT—GC—MS 法)の 3 の例による。

4 試験操作

(1) 前処理

検水 200ml (検水に含まれるアミンの濃度が 0.25mg／L を超える場合には、0.01～0.25mg／L となるように精製水を加えて 200ml に調製したもの) をスキープ型分液ロートに採り、

ホウ酸ナトリウム溶液(1 w/v %) 10ml を加え、更にTNBS 溶液 5ml を加えて振り混ぜ、20 分間静置する。静置後、塩化ナトリウム溶液(30 w/v %) 15ml 及びジクロロメタン 10ml を加えて 3 分間振り混ぜ、10 分間静置する。静置後、分離したジクロロメタン層は液層分離ろ紙でろ過し、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の一部を吸収セル(10mm)に採り、光電分光光度計を用いて、検水と同様に操作した空試験液を対照として波長 415nm 付近あるいは 340nm 付近における吸光度を測定し、下記 5 により作成した検量線から試験溶液中のアミンの濃度を求め、検水中のアミンの濃度を算定する。

なお、波長 340nm 付近で測定する場合は、石英製吸収セルを使用する。

5 検量線の作成

アミン標準液を段階的にスキップ型分液ロートに採り、それぞれに精製水を加えて 200ml とする。以下上記 4 (1) 及び(2)と同様に操作して、アミンの濃度と吸光度との関係を求める。

固相抽出—ガスクロマトグラフ—質量分析法

ここで対象とする項目は、2,4-トルエンジアミン及び2,6-トルエンジアミンである。

1 試 薬

(1) 精製水

測定対象成分を含まないもの

(2) アスコルビン酸ナトリウム

(3) 水酸化ナトリウム溶液(0.4mol/L)

(4) 窒素

測定対象成分を含まないもの

(5) ヘプタフルオロ酪酸無水物

ガスクロマトグラフ(ECD)用

(6) 炭酸水素ナトリウム溶液(1w/v%)

(7) アセトン

測定対象成分を含まないもの

(8) メチルアルコール

測定対象成分を含まないもの

(9) ジクロロメタン

測定対象成分を含まないもの

(10) 無水硫酸ナトリウム

測定対象成分を含まないもの

(11) トルエンジアミン標準原液

2,4-トルエンジアミン及び2,6-トルエンジアミンのそれぞれ0.100gをアセトンに溶かして100mlとしたもの

この溶液1mlは、2,4-トルエンジアミン及び2,6-トルエンジアミンをそれぞれ1mg含む。

この溶液は、冷蔵保存すれば約2週間は安定である。

(12) トルエンジアミン標準液

トルエンジアミン標準原液をアセトンで100倍に薄めた溶液1mlに、アセトンを加えて100mlとしたもの

この溶液1mlは、2,4-トルエンジアミン及び2,6-トルエンジアミンをそれぞれ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) 固相カラム

メタクリレートジビニルベンゼン共重合体(ポリメタクリレート系)を200~500mg

詰めたもの又はこれと同等以上の性能を有するもの

(2) ガスクロマトグラフ—質量分析計

ア 試料導入部

基準検査方法告示の別表第 17 の 2 (5) アの例による。

イ 分離カラム

内径 0.20～0.53mm、長さ 15～60m の熔融シリカ製等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等を 0.1～0.5 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、60℃を 2 分間保持し、毎分 12℃の速度で上昇させ、250℃を 3 分間保持できるもの

エ 検出器

基準検査方法告示の別表第 14 の 2 (4) ウの例による。

オ インターフェース温度

機器の最適条件に設定する。

カ イオン化電圧

基準検査方法告示の別表第 14 の 2 (4) エの例による。

キ イオン源温度

機器の最適条件に設定する。

ク キャリヤーガス

基準検査方法告示の別表第 14 の 2 (4) 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後、乾燥したガラス瓶に泡立えないように採取し、満水にして密栓した後、直ちに試験を行う。直ちに試験できない場合は、冷蔵保存し、速やかに試験を行う。

残留塩素が含まれている場合は、あらかじめ残留塩素 1 mg に対してアスコルビン酸ナトリウムを 0.01～0.02g の割合で加える。

4 試験操作

(1) 前処理

固相カラムにジクロロメタン 5 ml、メチルアルコール 5 ml、精製水 5 ml を順次注入する。次に、検水 200 ml (検水に含まれるそれぞれの対象物質の濃度が 0.005 mg/L を超える場合には、0.0005～0.005 mg/L となるように精製水を加えて 200 ml に調製したもの) に水酸化ナトリウム溶液 (0.4 mol/L) を加えて pH11 に調整したものを毎分 10～20 ml の流量で固相カラムに流した後、30 分間以上吸引又は窒素を吹き付けて固相カラムを乾燥させる。次いで、固相カラムにジクロロメタン 5 ml を緩やかに流し、試験管に採る。試験管の溶出液にジクロロメタンを加えて正確に 5 ml とする。これにヘプタフ

ルオロ酪酸 $25\mu\text{l}$ を加え、室温で 30 分間静置する。次に、反応させたジクロロメタン層を目盛り付き試験管に採り、炭酸水素ナトリウム溶液 (1 w/v %) 5 ml を加えて 2 分間振盪する。静置後、ジクロロメタン層を別の目盛り付き試験管に採り、無水硫酸ナトリウムを加えて脱水し、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、345、317 のフラグメントイオンのピーク高さ又はピーク面積を求め、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。

5 検量線の作成

トルエンジアミ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 200ml とする。以下上記 4 (1) 及び (2) と同様に操作して、それぞれの対象物質の濃度とピーク高さ又はピーク面積との関係を求める。