

○水質汚濁に係る環境基準について

(昭和四十六年十二月二十八日)

(環境庁告示第五十九号)

改正	昭和四九年	九月三〇日	環境庁告示第	六三号
	同	五〇年 二月 三日	同	第 三号
	同	五七年 三月二七日	同	第 四一号
	同	五七年一二月二五日	同	第一四〇号
	同	六〇年 七月一五日	同	第 二九号
	同	六一年 一月一三日	同	第 一号
	平成	三年一二月二七日	同	第 七八号
	同	五年 三月 八日	同	第 一六号
	同	五年 八月二七日	同	第 六五号
	同	七年 三月三〇日	同	第 一七号
	同	一〇年 四月二四日	同	第 一五号
	同	一一年 二月二二日	同	第 一四号
	同	一二年 三月二九日	同	第 二二号
	同	一五年一月 五日	環境省告示第一二三号	
	同	二〇年 四月 一日	同	第 四〇号
	同	二一年十一月三〇日	同	第 七八号
	同	二三年一〇月二七日	同	第 九四号
	同	二四年 五月二三日	同	第 八四号
	同	二四年 八月二二日	同	第一二七号
	同	二五年 三月二七日	同	第 三〇号
	同	二六年 三月二〇日	同	第 三九号
	同	二六年十一月一七日	同	第一二六号
	同	二八年 三月三〇日	同	第 三七号
	同	三一年 三月二〇日	同	第 四六号
	令和	二年 三月三〇日	同	第 三五号
	同	三年一〇月 七日	同	第 六二号
	同	五年 三月一三日	同	第 六号
	同	七年 三月三一日	同	第 三五号

[環境基本法の施行に伴う関係法律の整備等に関する法律(平成五年法律第九十二号)第二条の規定により、環境基本法(平成五年法律第九十一号)第十六条第一項の規定により定められた基準とみなされる。]

公害対策基本法(昭和四十二年法律第百三十二号)第九条の規定に基づく水質汚濁に係る環境基準を次のとおり告示する。

水質汚濁に係る環境基準について

環境基本法(平成5年法律第91号)第16条による公共用水域の水質汚濁に係る環境上の条件につき人の健康を保護し及び生活環境(同法第2条第3項で規定するものをいう。以下同じ。)を保全するうえで維持することが望ましい基準(以下「環境基準」という。)は、次のとおりとする。

第1 環境基準

公共用水域の水質汚濁に係る環境基準は、人の健康の保護および生活環境の保全に関し、それぞれ次のとおりとする。

1 人の健康の保護に関する環境基準

人の健康の保護に関する環境基準は、全公共用水域につき、別表1の項目の欄に掲げる項目ごとに、同表の基準値の欄に掲げるとおりとする。

2 生活環境の保全に関する環境基準

(1) 生活環境の保全に関する環境基準は、各公共用水域につき、別表2の水域類型の欄に掲げる水域類型のうち当該公共用水域が該当する水域類型ごとに、同表の基準値の欄に掲げるとおりとする。

(2) 水域類型の指定を行うに当たっては、次に掲げる事項によること。

ア 水質汚濁に係る公害が著しくなっており、又は著しくなるおそれのある水域を優先すること。

イ 当該水域における水質汚濁の状況、水質汚濁源の立地状況等を勘案すること。

ウ 当該水域の利用目的及び将来の利用目的に配慮すること。

エ 当該水域の水質が現状よりも少なくとも悪化することを許容することとならないように配慮すること。

オ 目標達成のための施策との関連に留意し、達成期間を設定すること。

カ 対象水域が、2以上の都道府県の区域に属する公共用水域(以下「県際水域」という。)の一部の水域であるときは、水域類型の指定は、当該県際水域に関し、関係都道府県知事が行う水域類型の指定と原則として同一の日付けで行うこと。

第2 公共用水域の水質の測定方法等

環境基準の達成状況を調査するため、公共用水域の水質の測定を行なう場合には、次の事項に留意することとする。

(1) 測定方法は、別表1および別表2の測定方法の欄に掲げるとおりとする。

この場合においては、測定点の位置の選定、試料の採取および操作等については、水域の利水目的との関連を考慮しつつ、最も適切と考えられる方法によるものとする。

- (2) 測定の実施は、人の健康の保護に関する環境基準の関係項目については、公共用水域の水量の如何を問わずに随時、生活環境の保全に関する環境基準の関係項目については、公共用水域が通常の状態(河川にあつては低水量以上の流量がある場合、湖沼にあつては低水位以上の水位にある場合等をいうものとする。)の下にある場合に、それぞれ適宜行なうこととする。
- (3) 測定結果に基づき水域の水質汚濁の状況が環境基準に適合しているか否かを判断する場合には、水域の特性を考慮して、2ないし3地点の測定結果を総合的に勘案するものとする。

第3 環境基準の達成期間等

環境基準の達成に必要な期間およびこの期間が長期間である場合の措置は、次のとおりとする。

1 人の健康の保護に関する環境基準

これについては、設定後直ちに達成され、維持されるように努めるものとする。

2 生活環境の保全に関する環境基準

これについては、各公共用水域ごとに、おおむね次の区分により、施策の推進とあいまちつつ、可及的速かにその達成維持を図るものとする。

- (1) 現に著しい人口集中、大規模な工業開発等が進行している地域に係る水域で著しい水質汚濁が生じているものまたは生じつつあるものについては、5年以内に達成することを目途とする。ただし、これらの水域のうち、水質汚濁が極めて著しいため、水質の改善のための施策を総合的に講じても、この期間内における達成が困難と考えられる水域については、当面、暫定的な改善目標値を適宜設定することにより、段階的に当該水域の水質の改善を図りつつ、極力環境基準の速やかな達成を期することとする。
- (2) 水質汚濁防止を図る必要のある公共用水域のうち、(1)の水域以外の水域については、設定後直ちに達成され、維持されるよう水質汚濁の防止に努めることとする。

第4 環境基準の見直し

1 環境基準は、次により、適宜改訂することとする。

- (1) 科学的な判断の向上に伴う基準値の変更および環境上の条件となる項目の追加等
- (2) 水質汚濁の状況、水質汚濁源の事情等の変化に伴う環境上の条件となる項目の追加等
- (3) 水域の利用の態様の変化等事情の変更に伴う各水域類型の該当水域および当該水域類型に係る環境基準の達成期間の変更

2 1の(3)に係る環境基準の改定は、第1の2の(2)に準じて行うものとする。

(昭49環庁告63・昭57環庁告140・昭61環庁告1・平7環庁告17・平10環庁告15・平

12環庁告22・一部改正)

改正文（昭和五十七年三月二七日環境庁告示第四一号）抄
昭和五十七年四月一日から施行する。

改正文（平成七年三月三〇日環境庁告示第一七号）抄
平成七年四月一日から施行する。

改正文（平成一二年三月二九日環境庁告示第二二号）抄
平成十二年四月一日から適用する。

改正文（平成二四年五月二三日環境省告示第八四号）抄
平成二十四年五月二十五日から施行する。

改正文（平成三十一年三月二〇日環境省告示第四六号）抄
平成三十一年三月二十日から適用する。

附 則（令和二年三月三〇日環境省告示第三五号）
この告示は、公布の日から施行する。

改正文（令和三年一〇月七日環境省告示第六二号）抄
令和四年四月一日から適用する。

改正文（令和五年三月一三日環境省告示第六号）抄
公布の日から適用する。

改正文（令和七年三月三一日環境省告示第三五号）抄
令和七年四月一日から適用する。

別表1 人の健康の保護に関する環境基準

項目	基準値	測定方法
カドミウム	0.003mg/L以下	日本産業規格（以下「規格」という。）K0102-3 14.3、14.4又は14.5に定める方法
全シアン	検出されないこと。	規格K0102-2 9.3.2若しくは9.3.3の蒸留操作を行い、9.4、9.5若しくは9.6（ただし、蒸留操作は装置にて行わない）の分析を行う方法又は付表1（蒸留操作は装置にて行う）に掲げる方法
鉛	0.01mg/L以下	規格K0102-3 13.2、13.3、13.4又は13.5に定める方法
六価クロム	0.02mg/L以下	規格K0102-3 24.3(24.3.3及び24.3.7を除く。)に定める方法(ただし、次の1及び2に掲げる場合にあつては、それぞれ1及び2に定めるところによる。) 1 規格K0102-3 24.3.4、24.3.5又は24.3.6に定める方法による場合(24.3.3.4のb)による場合に限る。) 試料に、その濃度が基準値相当分(0.02mg/L)増加するように六価クロム標準液を添加して添加回収率を求め、その値が70～120%であることを確認すること。 2 規格K0102-3 24.3.2に定める方法により汽水又は海水を測定する場合 1に定めるところによるほか、規格K0170-7 7の a)又は b)に定める操作を行うこと。
砒素	0.01mg/L以下	規格K0102-3 20.3、20.4又は20.5に定める方法
総水銀	0.0005mg/L以下	付表2に掲げる方法
アルキル水銀	検出されないこと。	付表3に掲げる方法
PCB	検出されないこと。	付表4に掲げる方法
ジクロロメタン	0.02mg/L以下	規格K0125 5.1、5.2又は5.3.2に定める方法
四塩化炭素	0.002mg/L以下	規格K0125 5.1、5.2、5.3.1、5.4.1又は5.5に定める方法
1, 2-ジクロロエ	0.004mg/L以下	規格K0125 5.1、5.2、5.3.1又は5.3.2に定める方法

タン		
1, 1-ジクロロエチレン	0.1mg/L以下	規格K0125 5.1、5.2又は5.3.2に定める方法
シス-1, 2-ジクロロエチレン	0.04mg/L以下	規格K0125 5.1、5.2又は5.3.2に定める方法
1, 1, 1-トリクロロエタン	1mg/L以下	規格K0125 5.1、5.2、5.3.1、5.4.1又は5.5に定める方法
1, 1, 2-トリクロロエタン	0.006mg/L以下	規格K0125 5.1、5.2、5.3.1、5.4.1又は5.5に定める方法
トリクロロエチレン	0.01mg/L以下	規格K0125 5.1、5.2、5.3.1、5.4.1又は5.5に定める方法
テトラクロロエチレン	0.01mg/L以下	規格K0125 5.1、5.2、5.3.1、5.4.1又は5.5に定める方法
1, 3-ジクロロプロペン	0.002mg/L以下	規格K0125 5.1、5.2又は5.3.1に定める方法
チウラム	0.006mg/L以下	付表5に掲げる方法
シマジン	0.003mg/L以下	付表6の第1又は第2に掲げる方法
チオベンカルブ	0.02mg/L以下	付表6の第1又は第2に掲げる方法
ベンゼン	0.01mg/L以下	規格K0125 5.1、5.2又は5.3.2に定める方法
セレン	0.01mg/L以下	規格K0102-3 26.2、26.3又は26.4に定める方法
硝酸性窒素及び亜硝酸性窒素	10mg/L以下	硝酸性窒素にあつては規格K0102-2 15.3、15.4、15.6、15.7又は15.8に定める方法、亜硝酸性窒素にあつては規格K0102-2 14.2、14.3又は14.4に定める方法
ふつ素	0.8mg/L以下	規格K0102-2 5.2及び5.3、5.2及び5.4(妨害となる物質としてハロゲン化合物又はハロゲン化水素が多量に含まれる試料を測定する場合にあつては、蒸留試薬溶液として、水約200mlに硫酸10ml、りん酸60ml及び塩化ナトリウム10gを溶かした溶液とグリセリン250mlを混合し、水を加えて1,000mlとしたものを用い、規格K0170-6 6図2注記のアルミニウム溶液のラインを追加する。)又は5.2(蒸留操作を行う場合にあつては、フェノールフタレイン溶液を加えず、

		pH試験紙によつて液性を判別する。懸濁物質及びイオンクロマトグラフ法で妨害となる物質が共存しないことを確認した場合にあつては、蒸留操作を省略することができる。)及び5.5に定める方法
ほう素	1mg/L以下	規格K0102-3 5.2、5.5又は5.6に定める方法
1, 4-ジオキサン	0.05mg/L以下	付表7に掲げる方法
備考		
<p>1 基準値は年間平均値とする。ただし、全シアンに係る基準値については、最高値とする。</p> <p>2 「検出されないこと」とは、測定方法の項に掲げる方法により測定した場合において、その結果が当該方法の定量限界を下回ることをいう。別表2において同じ。</p> <p>3 海域については、ふつ素及びほう素の基準値は適用しない。</p> <p>4 硝酸性窒素及び亜硝酸性窒素の濃度は、規格K0102-2 15.3、15.4、15.6、15.7又は15.8により測定された硝酸イオンの濃度に換算係数0.2259を乗じたものと規格K0102-2 14.2、14.3又は14.4により測定された亜硝酸イオンの濃度に換算係数0.3045を乗じたものの和とする。</p>		

別表2 生活環境の保全に関する環境基準

1 河川

(1) 河川(湖沼を除く。)

ア

項目	利用目的の適応性	基準値					該当水域
		水素イオン濃度(PH)	生物化学的酸素要求量(BOD)	浮遊物質量(SS)	溶存酸素量(DO)	大腸菌数	
AA	水道1級 自然環境保全及びA以下の欄に掲げるもの	6.5以上 8.5以下	1mg/1以下	25mg/1以下	7.5mg/1以上	20CFU/100ml以下	第1の2の(2)により水域類型ごとに指定する水域
A	水道2級 水産1級 及びB以下の欄に掲げるもの	6.5以上 8.5以下	2mg/1以下	25mg/1以下	7.5mg/1以上	300CFU/100ml以下	
B	水道3級 水産2級 及びC以下の欄に掲げるもの	6.5以上 8.5以下	3mg/1以下	25mg/1以下	5mg/1以上	1,000CFU/100ml以下	
C	水産3級 工業用水1級 及びD以下の欄に掲げるもの	6.5以上 8.5以下	5mg/1以下	50mg/1以下	5mg/1以上	—	
D	工業用水2級 農業用水 及びEの欄に掲げるもの	6.0以上 8.5以下	8mg/1以下	100mg/1以下	2mg/1以上	—	
E	工業用水3級 環境保全	6.0以上 8.5以下	10mg/1以下	ごみ等の浮遊が認められな	2mg/1以上	—	

			いこと。			
測定方法	規格 K0102-1 12に定め る方法又 はガラス 電極を用 いる水質 自動監視 測定装置 によりこ れと同程 度の計測 結果の得 られる方 法	規格 K0102-1 18に定め る方法	付表8に 掲げる方 法	規格 K0102-1 21.2、 21.3、 21.4及び 21.5に定 める方法 又は隔膜 電極若し くは光学 式センサ を用いる 水質自動 監視測定 装置によ りこれと 同程度の 計測結果 の得られ る方法	規格 K0102-5 5.6.2 (5.6.2.7 は除く。) に定める 方法(た だし、試 料採取後 直ちに試 験ができ ないとき は、0～ 5℃(凍 結させな い)の暗 所に保存 し、9時 間以内に 試験する ことが 望まし く、12時 間以内に 試験す る。)	

備考

1 基準値は、日間平均値とする。ただし、大腸菌数に係る基準値については、90%水質値(年間の日間平均値の全データをその値の小さいものから順に並べた際の0.9×n番目(nは日間平均値のデータ数)のデータ値(0.9×nが整数でない場合は端数を切り上げた整数番目の値をとる。))とする(湖沼、海域もこれに準ずる。)

2 農業用利水点については、水素イオン濃度6.0以上7.5以下、溶存酸素量5mg/l以上と

する(湖沼もこれに準ずる。)

3 水質自動監視測定装置とは、当該項目について自動的に計測することができる装置であつて、計測結果を自動的に記録する機能を有するもの又はその機能を有する機器と接続されているものをいう(湖沼、海域もこれに準ずる。)

4 水道1級を利用目的としている測定点(自然環境保全を利用目的としている測定点を除く。)については、大腸菌数100CFU/100ml以下とする。

5 いずれの類型においても、水浴を利用目的としている測定点(自然環境保全及び水道1級を利用目的としている測定点を除く。)については、大腸菌数300CFU/100ml以下とする。

6 水産1級、水産2級及び水産3級のみを利用目的とする場合については、当分の間、大腸菌数の項目の基準値は適用しない(湖沼、海域もこれに準ずる。)

7 大腸菌数に用いる単位はCFU(コロニー形成単位(Colony Forming Unit))/100mlとし、大腸菌を培地で培養し、発育したコロニー数を数えることで算出する。

(注)

1 自然環境保全：自然探勝等の環境保全

2 水道 1級：ろ過等による簡易な浄水操作を行うもの

〃 2級：沈殿ろ過等による通常の浄水操作を行うもの

〃 3級：前処理等を伴う高度の浄水操作を行うもの

3 水産 1級：ヤマメ、イワナ等貧腐水性水域の水産生物用並びに水産2級及び水産3級の水産生物用

〃 2級：サケ科魚類及びアユ等貧腐水性水域の水産生物用及び水産3級の水産生物用

〃 3級：コイ、フナ等、β-中腐水性水域の水産生物用

4 工業用水1級：沈殿等による通常の浄水操作を行うもの

〃 2級：薬品注入等による高度の浄水操作を行うもの

〃 3級：特殊の浄水操作を行うもの

5 環境保全：国民の日常生活(沿岸の遊歩等を含む。)において不快感を生じない限度

イ

類型	項目	基準値			該当水域
	水生生物の生息状況の適応性	全亜鉛	ノニルフェノール	直鎖アルキルベンゼンスルホン酸及びその塩	

生物A	イワナ、サケマス等比較的低温域を好む水生生物及びこれらの餌生物が生息する水域	0.03mg/L以下	0.001mg/L以下	0.03mg/L以下	第1の2の(2)により水域類型ごとに指定する水域
生物特A	生物Aの水域のうち、生物Aの欄に掲げる水生生物の産卵場(繁殖場)又は幼稚仔の生育場として特に保全が必要な水域	0.03mg/L以下	0.0006mg/L以下	0.02mg/L以下	
生物B	コイ、フナ等比較的高温域を好む水生生物及びこれらの餌生物が生息する水域	0.03mg/L以下	0.002mg/L以下	0.05mg/L以下	
生物特B	生物A又は生物Bの水域のうち、生物Bの欄に掲げる水生生物の産卵場(繁殖場)又は幼稚仔の生育場として特に保全が必要な水域	0.03mg/L以下	0.002mg/L以下	0.04mg/L以下	
測定方法		規格K0102-3 12.2、12.3、12.4及び12.5に定める方法	付表9に掲げる方法	規格K0102-4 6.2.5に定める方法	
備考					
1 基準値は、年間平均値とする(湖沼、海域もこれに準ずる。)					

(2) 湖沼

(天然湖沼及び貯水量が1,000万立方メートル以上であり、かつ、水の滞留時間が4日間以上である人工湖)

ア

項目 類型	利用目的の適応性	基準値					該当水域
		水素イオン濃度(PH)	化学的酸素要求量(COD)	浮遊物質量(SS)	溶存酸素量(DO)	大腸菌数	
AA	水道1級 水産1級 自然環境保全及びA以下の欄に掲げるもの	6.5以上 8.5以下	1mg/1以下	1mg/1以下	7.5mg/1以上	20CFU/100ml以下	第1の2の(2)により水域類型ごとに指定する水域
A	水道2、3級 水産2級 及びB以下の欄に掲げるもの	6.5以上 8.5以下	3mg/1以下	5mg/1以下	7.5mg/1以上	300CFU/100ml以下	
B	水産3級 工業用水1級 農業用水及びCの欄に掲げるもの	6.5以上 8.5以下	5mg/1以下	15mg/1以下	5mg/1以上	—	
C	工業用水2級 環境保全	6.0以上 8.5以下	8mg/1以下	ごみ等の浮遊が認められないこと。	2mg/1以上	—	
測定方法		規格 K0102-1 12に定める方法又はガラス電極を用いる水質	規格 K0102-1 17.2に定める方法	付表8に掲げる方法	規格 K0102-1 21.2、 21.3、 21.4及び 21.5に定める方法	規格 K0102-5 5.6.2 (5.6.2.7は除く。) に定める方法(た	

<p>自動監視測定装置によりこれと同程度の計測結果の得られる方法</p>		<p>又は隔膜電極若しくは光学式センサーを用いる水質自動監視測定装置によりこれと同程度の計測結果の得られる方法</p>	<p>だし、試験料採取後直ちに試験ができないときは、0～5℃（凍結させない）の暗所に保存し、9時間以内に試験することが望ましく、12時間以内に試験する。）</p>
--------------------------------------	--	---	---

備考

- 1 水産1級、水産2級及び水産3級のみを利用目的とする場合については、当分の間、浮遊物質量の項目の基準値は適用しない。
- 2 水道1級を利用目的としている測定点（自然環境保全を利用目的としている測定点を除く。）については、大腸菌数100CFU/100ml以下とする。
- 3 水道3級を利用目的としている測定点（水浴又は水道2級を利用目的としている測定点を除く。）については、大腸菌数1,000CFU/100ml以下とする。
- 4 いずれの類型においても、水浴を利用目的としている測定点（自然環境保全及び水道1級を利用目的としている測定点を除く。）については、大腸菌数300CFU/100ml以下とする。
- 5 大腸菌数に用いる単位はCFU（コロニー形成単位 (Colony Forming Unit)）/100mlとし、大腸菌を培地で培養し、発育したコロニー数を数えることで算出する。

(注)

- 1 自然環境保全：自然探勝等の環境の保全

- 2 水道 1級：ろ過等による簡易な浄水操作を行うもの
 // 2、3級：沈殿ろ過等による通常の浄水操作、又は、前処理等を伴う高度の浄水操作を行うもの
- 3 水産 1級：ヒメマス等貧栄養湖型の水域の水産生物用並びに水産2級及び水産3級の水産生物用
 // 2級：サケ科魚類及びアユ等貧栄養湖型の水域の水産生物用並びに水産3級の水産生物用
 // 3級：コイ、フナ等富栄養湖型の水域の水産生物用
- 4 工業用水1級：沈殿等による通常の浄水操作を行うもの
 // 2級：薬品注入等による高度の浄水操作、又は、特殊な浄水操作を行うもの
- 5 環境保全：国民の日常生活(沿岸の遊歩等を含む。)において不快感を生じない限度

イ

項目	利用目的の適応性	基準値		該当水域
		全窒素	全 ^{りん} 酸	
I	自然環境保全及びII以下の欄に掲げるもの	0.1mg/l以下	0.005mg/l以下	第1の2の(2)により水域類型ごとに指定する水域
II	水道1、2、3級(特殊なものを除く。)水産1種及びIII以下の欄に掲げるもの	0.2mg/l以下	0.01mg/l以下	
III	水道3級(特殊なもの)及びIV以下の欄に掲げるもの	0.4mg/l以下	0.03mg/l以下	
IV	水産2種及びVの欄に掲げるもの	0.6mg/l以下	0.05mg/l以下	
V	水産3種 工業用水 農業用水 環境保全	1mg/l以下	0.1mg/l以下	
測定方法		規格K0102-2 17.3、17.4又は 17.5 (17.5.3.2	規格K0102-2 18.4 (18.4.1.4 のb)を除く。)に	X

	を除く。)に定め定める方法	
を除外する方法		X
備考		
<p>1 基準値は、年間平均値とする。</p> <p>2 水域類型の指定は、湖沼植物プランクトンの著しい増殖を生ずるおそれがある湖沼について行うものとし、全窒素の項目の基準値は、全窒素が湖沼植物プランクトンの増殖の要因となる湖沼について適用する。</p> <p>3 農業用水については、全^{りん}の項目の基準値は適用しない。</p>		

(注)

- 1 自然環境保全： 自然探勝等の環境保全
- 2 水道1級： ろ過等による簡易な浄水操作を行うもの
水道2級： 沈殿ろ過等による通常の浄水操作を行うもの
水道3級： 前処理等を伴う高度の浄水操作を行うもの(「特殊なもの」とは、臭気物質の除去が可能な特殊な浄水操作を行うものをいう。)
- 3 水産1種： サケ科魚類及びアユ等の水産生物用並びに水産2種及び水産3種の水産生物用
水産2種： ワカサギ等の水産生物用及び水産3種の水産生物用
水産3種： コイ、フナ等の水産生物用
- 4 環境保全： 国民の日常生活(沿岸の遊歩等を含む。)において不快感を生じない限度

ウ

項目	水生生物の生息状況の適応性	基準値			該当水域
		全亜鉛	ノニルフェノール	直鎖アルキルベンゼンスルホン酸及びその塩	
生物A	イワナ、サケマス等比較的低温域を好む水生生物及びこれらの餌生物が生息する水域	0.03mg/L以下	0.001mg/L以下	0.03mg/L以下	第1の2の(2)により水域類型ごとに指定する水域
生物特A	生物Aの水域のうち、生物Aの欄に掲げる水生生物の	0.03mg/L以下	0.0006mg/L以下	0.02mg/L以下	

	産卵場(繁殖場)又は幼稚仔の生育場として特に保全が必要な水域				
生物B	コイ、フナ等比較的高温域を好む水生生物及びこれらの餌生物が生息する水域	0.03mg/L以下	0.002mg/L以下	0.05mg/L以下	
生物特B	生物A又は生物Bの水域のうち、生物Bの欄に掲げる水生生物の産卵場(繁殖場)又は幼稚仔の生育場として特に保全が必要な水域	0.03mg/L以下	0.002mg/L以下	0.04mg/L以下	
測定方法		規格K0102-3 12.2、12.3、12.4及び12.5に定める方法	付表9に掲げる方法	規格K0102-4 6.2.5に定める方法	

エ

項目 類型	水生生物が生息・再生産する場の適応性	基準値	該当水域
		底層溶存酸素量	
生物1	生息段階において貧酸素耐性の低い水生生物が生息できる場を保全・再生産する水域又は再生産段階において貧酸素耐性の低い水生生物が再生産できる場を保全・再生産する水域	4.0mg/L以上	第1の2の(2)により水域類型ごとに指定する水域
生物2	生息段階において貧酸素耐性の低い水生生物を除き、水生生物が生息できる場を保全・再生産する水域又は再生産段階において貧酸素耐性の低い水生生物を除き、	3.0mg/L以上	

	水生生物が再生産できる場を保全・再生する水域		
生物3	生息段階において貧酸素耐性の高い水生生物が生息できる場を保全・再生する水域、再生産段階において貧酸素耐性の高い水生生物が再生産できる場を保全・再生する水域又は無生物域を解消する水域	2.0mg/L以上	
測定方法		規格K0102-1 21.2、21.3、21.4及び21.5に定める方法又は付表10に掲げる方法	X
備考	<p>1 基準値は、日間平均値とする。</p> <p>2 底面付近で溶存酸素量の変化が大きいことが想定される場合の採水には、横型のバンドン採水器を用いる。</p>		

2 海域

ア

項目	利用目的の適応性	基準値					該当水域
		水素イオン濃度 (PH)	化学的酸素要求量 (COD)	溶存酸素量(DO)	大腸菌数	n-ヘキサン抽出物質(油分等)	
A	水産1級 自然環境保全及びB以下の欄に掲げるもの	7.8以上 8.3以下	2mg/1以下	7.5mg/1以上	20CFU/100ml以下	検出されないこと。	第1の2の(2)により水域類型ごとに指定する水域
B	水産2級 工業用水及びCの欄に掲げるもの	7.8以上 8.3以下	3mg/1以下	5mg/1以上	—	— 検出されないこと。	
C	環境保全	7.0以上 8.3以下	8mg/1以下	2mg/1以上	—	—	
測定方法		規格 K0102-1 12に定める方法又はガラス電極を用いる水質自動監視測定装置によりこれと同程度の計測結果の得られる方法	規格 K0102-1 17.2に定める方法(ただし、B類型の工業用水及び水産2級のうちノリ養殖の利水点における測定方法はアル	規格 K0102-1 21.2、21.3、21.4及び21.5に定める方法又は隔膜電極を用いる水質自動監視測定装置によりこれと同程	規格 K0102-5 5.6.2 (5.6.2.7は除く。)に定める方法(ただし、試験ができませんときは、0～5℃(凍	規格 K0102-1 22.5に定める方法	

	法	カリ性法)	度の計測 結果の得 られる方 法	結させな い) の暗 所に保存 し、9時 間以内に 試験する ことが 望まし く、12時 間以内に 試験す る。)	
--	---	-------	---------------------------	--	--

備考

- 1 アルカリ性法とは次のものをいう。

試料50mlを正確に三角フラスコにとり、水酸化ナトリウム溶液(10w/v%)1mlを加え、次に過マンガン酸カリウム溶液(2mmol/l)10mlを正確に加えたのち、沸騰した水浴中に正確に20分放置する。その後よう化カリウム溶液(10w/v%)1mlとアジ化ナトリウム溶液(4w/v%)1滴を加え、冷却後、硫酸(2+1)0.5mlを加えてよう素を遊離させて、それを力価の判明しているチオ硫酸ナトリウム溶液(10mmol/l)ででんぷん溶液を指示薬として滴定する。同時に試料の代わりに蒸留水を用い、同様に処理した空試験値を求め、次式によりCOD値を計算する。

$$\text{COD}(\text{O}_2\text{mg/l}) = 0.08 \times [(b) - (a)] \times f\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \times 1000 / 50$$

(a) : チオ硫酸ナトリウム溶液(10mmol/l)の滴定値(ml)

(b) : 蒸留水について行なった空試験値(ml)

fNa₂S₂O₃ : チオ硫酸ナトリウム溶液(10mmol/l)の力価

- 2 いずれの類型においても、水浴を利用目的としている測定点（自然環境保全を利用目的としている測定点を除く。）については、大腸菌数300CFU/100ml以下とする。
- 3 大腸菌数に用いる単位はCFU(コロニー形成単位(Colony Forming Unit))/100mlとし、大腸菌を培地で培養し、発育したコロニー数を数えることで算出する。

(注)

- 1 自然環境保全：自然探勝等の環境保全
- 2 水産1級：マダイ、ブリ、ワカメ等の水産生物用及び水産2級の水産生物用

Ⅱ 2級：ボラ、ノリ等の水産生物用

3 環境保全：国民の日常生活(沿岸の遊歩等を含む。)において不快感を生じない
 限度

イ

項目 類型	利用目的の適応性	基準値		該当水域
		全窒素	全 ^{りん} 磷	
I	自然環境保全及びⅡ以下の欄に掲げるもの(水産2種及び3種を除く。)	0.2mg/l以下	0.02mg/l以下	第1の2の(2)により水域類型ごとに指定する水域
Ⅱ	水産1種及びⅢ以下の欄に掲げるもの(水産2種及び3種を除く。)	0.3mg/l以下	0.03mg/l以下	
Ⅲ	水産2種及びⅣの欄に掲げるもの(水産3種を除く。)	0.6mg/l以下	0.05mg/l以下	
Ⅳ	水産3種 工業用水 生物生息環境保全	1mg/l以下	0.09mg/l以下	
測定方法		規格K0102-2 17.4又は17.5 (17.5.3.2を除く。)に定める方法	規格K0102-2 18.4 (18.4.1.4のb)を除く。)に定める方法	X
備考				
1 基準値は、年間平均値とする。 2 水域類型の指定は、海洋植物プランクトンの著しい増殖を生ずるおそれがある海域について行うものとする。				

(注)

- 1 自然環境保全： 自然探勝等の環境保全
- 2 水産1種： 底生魚介類を含め多様な水産生物がバランス良く、かつ、安定して漁獲される

水産2種： 一部の底生魚介類を除き、魚類を中心とした水産生物が多獲される

水産3種： 汚濁に強い特定の水産生物が主に漁獲される

3 生物生息環境保全： 年間を通して底生生物が生息できる限度

ウ

項目	水生生物の生息状況の適応性	基準値			該当水域
		全亜鉛	ノニルフェノール	直鎖アルキルベンゼンスルホン酸及びその塩	
生物A	水生生物の生息する水域	0.02mg/L以下	0.001mg/L以下	0.01mg/L以下	第1の2の(2)により
生物特A	生物Aの水域のうち、水生生物の産卵場(繁殖場)又は幼稚仔の生育場として特に保全が必要な水域	0.01mg/L以下	0.0007mg/L以下	0.006mg/L以下	水域類型ごとに指定する水域
測定方法		規格K0102-3 12.2、12.3、 12.4及び12.5 に定める方法	付表9に掲げる方法	規格K0102-4 6.2.5に定める方法	

エ

項目	水生生物が生息・再生産する場の適応性	基準値	該当水域
		底層溶存酸素量	
生物1	生息段階において貧酸素耐性の低い水生生物が生息できる場を保全・再生する水域又は再生産段階において貧酸素耐性の低い水生生物が再生産できる場を保全・再生する水域	4.0mg/L以上	第1の2の(2)により水域類型ごとに指定する水域
生物2	生息段階において貧酸素耐性の低い水生生物を除き、水生生物が生息できる場を保全・再生する水域又は再生産段階にお	3.0mg/L以上	

	いて貧酸素耐性の低い水生生物を除き、水生生物が再生産できる場を保全・再生する水域		
生物3	生息段階において貧酸素耐性の高い水生生物が生息できる場を保全・再生する水域、再生産段階において貧酸素耐性の高い水生生物が再生産できる場を保全・再生する水域又は無生物域を解消する水域	2.0mg/L以上	
測定方法		規格K0102-1 21.2、21.3、21.4及び21.5に定める方法又は付表10に掲げる方法	X
備考			
<p>1 基準値は、日間平均値とする。</p> <p>2 底面付近で溶存酸素量の変化が大きいことが想定される場合の採水には、横型のバンドン採水器を用いる。</p>			

付表1

全シアンの測定方法

1 試薬

(1) 塩酸(1mol/L)

水110mlに塩酸10mlを加えたもの

(2) 水酸化ナトリウム溶液(200g/L)

水酸化ナトリウム200gを水約800mlに溶かした溶液を室温まで冷却し、水を加えて1,000mlとしたもの

(3) L(+)-アスコルビン酸

(4) 水酸化ナトリウム溶液(1mol/L)

水酸化ナトリウム40gを水に溶かして1,000mlとしたもの

(5) 水酸化ナトリウム溶液(0.01mol/L)

水酸化ナトリウム溶液(1mol/L)10mlに水を加えて1,000mlとしたもの

(6) ポリオキシエチレン(10)オクチルフェニルエーテル—エタノール溶液

ポリオキシエチレン(10)オクチルフェニルエーテル50gをエタノール(95)に溶かして100mlとしたもの

(7) 蒸留試薬溶液(pH2以下)

りん酸二水素カリウム30g、りん酸30ml及び塩化カリウム10gを水に溶かした溶液とグリセリン250mlを混合し、水を加えて1,000mlとしたもの

(8) 発色用緩衝液(pH7.2)

りん酸二水素カリウム46.0g及び水酸化ナトリウム8.0gを水に溶かして1,000mlとした後、ポリオキシエチレン(10)オクチルフェニルエーテル—エタノール溶液2mlを加えたもの

(9) 吸収溶液

水酸化ナトリウム溶液(0.01mol/L)100mlにポリオキシエチレン(10)オクチルフェニルエーテル—エタノール溶液1mlを加えたもの

(10) クロラミンT溶液

p-トルエンスルホンクロロアミドナトリウム三水和物0.1gを水に溶かして100mlとしたもの(使用時に調製する。)

(11) 4-ピリジンカルボン酸—ピラゾロン溶液

4-ピリジンカルボン酸ナトリウム四水和物4gを水約150mlに溶かした溶液と3-メチル-1-フェニル-5-ピラゾロン1.5gをN, N-ジメチルホルムアミド20mlに溶かした溶液を混合した後、水酸化ナトリウム(1mol/L)又は塩酸(1mol/L)でpHを

7.2±0.2に調整し、水を加えて全量を200mlとしたもの(冷暗所で保存する。)

(12) シアン化物イオン標準液(CN⁻ : 100mg/L)

シアン化カリウム250mgを水酸化ナトリウム溶液(0.01mol/L)に溶かして全量フラスコ1,000mlに移し入れ、水酸化ナトリウム溶液(0.01mol/L)を標線まで加えたもの(濃度を規格38.2a)7)によつて標定する。)

(13) シアン化物イオン標準液(CN⁻ : 10mg/L)

シアン化物イオン標準液(CN⁻100mg/L)10mlを全量フラスコ100mlに採り、水酸化ナトリウム溶液(0.01mol/L)を標線まで加えたもの(使用時に調製する。)

(14) シアン化物イオン標準液(CN⁻ : 1mg/L)

シアン化物イオン標準液(CN⁻ : 10mg/L)10mlを全量フラスコ100mlに採り、水酸化ナトリウム溶液(0.01mol/L)を標線まで加えたもの(使用時に調製する。)

2 装置

装置の基本構成は(a)から(f)まで及び図(ポンプの流速はコイルの内径により前後することがある。)による。

(a) 送液部

脈動の小さいポンプを用いること。

(b) 試料導入部

試料を吸引していないときは、水を吸引する機構を有するもの

(c) 蒸留器

145℃に加熱可能なコイル状の細管が入った加熱槽、気液分離管及び水冷式冷却管で構成されたもの

(d) 反応部

化学的に不活性な内径約1~2mmの管で、デッドボリュームのできるだけ小さなガラス製又は合成樹脂製の部品及び60℃の温度に加熱保持できる恒温槽で構成されたもの

(e) 検出部

波長638nm付近での測定が可能な吸光光度検出器を用いること(反応後に気泡を除去した後に検出器により信号を観測する。データ処理装置などで信号処理をして検出における気泡の影響を除くことができる場合にあつては、気泡の除去をしなくてもよい。)

(f) 記録部

検出器からの信号を記録できるもの

3 試料の採取及び保存

試料の採取には、共栓ポリエチレン瓶を用いる(化学的に不活性な共栓ポリプロピレン瓶、共栓ポリスチレン瓶又は共栓ポリカーボネート瓶を用いてもよい)。試験は試料採取後直ちに行う。直ちに試験できずに保存する場合は、水酸化ナトリウム溶液(200g/L)又は水酸化ナトリウムを加えて、pH約12とし、0～10℃の暗所で保存する(残留塩素などの酸化性物質が共存する場合にあつては、L(+)-アスコルビン酸を加えて完全に還元した後、pH約12とする。)

4 試験操作

- (1) 分析装置及び検出器を作動できる状態にして、各種溶液をポンプで送液し、ベースラインが安定するまで待つ。その際、流れの気泡の間隔が乱れていないことを確認する。
- (2) 予想される試料の濃度より高いシアン化物イオン標準液を分析装置に導入して、検出器の感度を調整する。
- (3) チオシアン酸イオンなどの共存物の影響がないように試料導入時間及び水による洗浄時間を設定する。
- (4) 定めた条件で標準液又は試料の一定量を試料導入部より導入して、ピークを記録する(10～20試料ごとに、検量線の間濃度の検量線用標準液を測定し、検量線測定時の応答と比較して測定の結果に支障を与えないことを確認する。)
- (5) 5により作成した検量線を用いて全シアン濃度を求める(測定終了後は、流路内に残存する試薬溶液などを洗い流すために水などで各流路を十分に洗浄する。)

5 検量線の作成

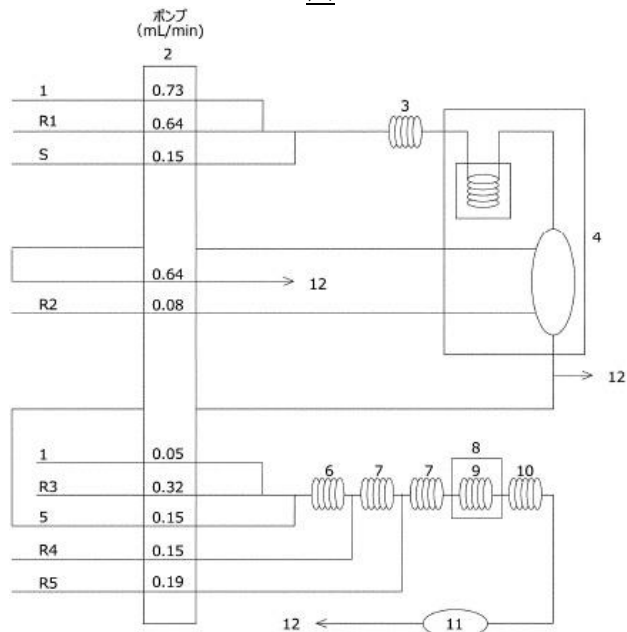
- (1) 試料中の全シアンの濃度に応じて検量線の適用範囲を決定する。
- (2) シアン化物イオン標準液(CN⁻ : 10mg/L)又はシアン化物イオン標準液(CN⁻ : 1mg/L)を水酸化ナトリウム溶液(0.01mol/L)で希釈して5段階以上の濃度の検量線用標準液を調製する(測定に用いる分析条件で各々の検量線用標準液を測定する。)
- (3) 試料と同様の条件で検量線用標準液を測定して検量線用標準液の濃度と吸光度又はその比例値のピーク高さから検量線を作成する。
- (4) 検量線の作成は試料測定時に行う。

備考

- 1 油分又は還元性物質が共存する試料には本方法は使用できない。
- 2 試料の測定時のピーク形状に異常がなく、ベースラインの変動が測定の結果に支障を与えないことを確認する。試料測定時のピーク形状の異常やベースラインの変動が測定の結果に支障を与えると認められる場合は、本方法は使用できない。

- 3 この測定方法の定量下限は、0.1mg/Lである。
- 4 結果の検証のために、測定に用いた流路図及び測定のプロフローチャートなどを保管すること。
- 5 この測定方法における用語の定義その他でこの測定方法に定めない事項については、日本産業規格に定めるところによる。

図



- R1 : 蒸留試薬溶液(pH2以下)
- R2 : 吸収溶液
- R3 : 発色用緩衝液(pH7.2)
- R4 : クロラミンT溶液
- R5 : 4-ピリジンカルボン酸-ピラゾロン溶液
- S : 試料または水
- 1 : セグメントガス(空気)
- 2 : ポンプ
- 3 : 混合コイル(内径1~2mm, 長さ0.5m)
- 4 : 蒸留器(145℃, 細管の内径1~2mm, 長さ3m)
- 5 : 留出液
- 6 : 混合コイル(内径1~2mm, 長さ0.25~0.5m)
- 7 : 反応コイル(内径1~2mm, 長さ0.25~0.5m)
- 8 : 恒温槽(60℃)
- 9 : 反応コイル(内径1~2mm, 長さ2.5~3m)
- 10 : 冷却コイル(内径1~2mm, 長さ1~2m)

11 : 検出器(波長638nm 光路長30mm)

12 : 廃液

付表2

総水銀の測定方法

1 試薬

(1) 水

日本産業規格K0557に規定するA3のもの

(2) 硝酸

水銀含有量0.0001mg/l以下のもの

(3) 硫酸

水銀含有量0.001mg/l以下のもの

(4) 過マンガン酸カリウム溶液(5w/v%)

過マンガン酸カリウム(原子吸光分析用試薬等水銀含有量の少ないもの)50gを水に溶かして1lとし、ろ過したもの

(5) ペルオキシ二硫酸カリウム溶液(5w/v%)又はペルオキシ二硫酸アンモニウム溶液(5w/v%)

ペルオキシ二硫酸カリウム又はペルオキシ二硫酸アンモニウム50gを水に溶かして1lとしたもの(ただし、その水銀含有量は0.001mg/l以下とする。なお、結晶が析出したときは、加温して結晶を溶解した後使用する。)

(6) 塩化ヒドロキシルアンモニウム溶液(10w/v%)

塩化ヒドロキシルアンモニウム10gを水に溶かして100mlとしたもの(ただし、必要に応じ、ジチゾンクロホルム溶液(0.02w/v%)を用いて精製し、その水銀含有量を0.001mg/l以下とする。)

(7) 塩化すず(II)溶液

塩化すず(II)二水和物10gに硫酸(1+20)60mlを加え、かき混ぜながら加熱して溶かし、冷却後水を加えて100mlとしたもの(ただし、必要に応じ、窒素ガスを送入すること等によりその水銀含有量を0.001mg/l以下とする。保存期間は1週間を限度とする。)

(8) BALクロロホルム溶液(0.1v/v%)

2, 3-ジメルカプト-1-プロパノール1mlをクロロホルム100mlに加えて振り混ぜ、更にクロロホルムで10倍に薄めたもの(クロロホルムによる希釈は使用する直前に行う。)

(9) 過塩素酸マグネシウム(粒状)

(10) 水銀標準原液

塩化水銀(II)0.1354gを硝酸(10+75)85mlに溶かし、水を加えて100mlとしたもの

(この溶液1mlは水銀1mgを含む。ガラス瓶に入れて保存し、保存期間は6月を限度とする。)

(11) 水銀中間標準液

水銀標準原液5mlに硝酸1mlを加え、更に水を加えて500mlとしたもの(この溶液1mlは水銀0.01mgを含む。ガラス瓶に入れて保存し、保存期間は1月を限度とする。)

(12) 水銀標準液

水銀中間標準液5mlに硝酸1mlを加え、更に水を加えて500mlとしたもの(この溶液1mlは水銀0.0001mgを含む。使用時に調製する。)

2 器具及び装置(注1)

(1) 原子吸光分析装置

(a) 十分な分析感度を有し、かつ、定量範囲内で安定性の得られる原子吸光分析装置又は水銀用原子吸光分析装置

(b) 水銀中空陰極ランプ又は水銀ランプ

(c) 記録計

多レンジで速度切換えのできるもの

(d) 吸収セル

長さ100~300mmのガラス製又は水銀を吸着しないプラスチック製の円筒(両端に石英ガラス窓を接着又は装着したもので外径約6mmの水銀蒸気の出入管を両端からそれぞれ約12mmのところに取り付けたもの

(e) ダイヤフラムポンプ

速度可変ダイヤフラムポンプで毎分0.5~3lの送気ができるもの(水銀蒸気に接する部分が金属製の場合には、コロジオンを塗布しておく。なお、開放送気方式の場合には、これに代えて調圧した圧縮空気を使用してもよい。)

(f) 流量計

毎分0.5~3lの空気量が測定できるもの

(g) 乾燥管(注2)

内径約20mm、長さ約150mmで乾燥剤として過塩素酸マグネシウム(塩化カルシウム等を用いてもよい。)20gを入れ(使用直前に新しいものを入れる。)、両端にガラスウールを詰めたもの

(2) 還元フラスコ

通気用ガラス管(還元フラスコに送気する側のものには、均一な気泡を発生し、かつ、十分な量の送気ができる多孔質半熔融ガラス製の散気球又は散気板を取り付ける。)を取り付けた共栓又はシリコンゴム栓付きの容量350mlの三角フラスコ(洗気

瓶、BOD測定瓶、分液漏斗(開放送気方式の場合)等を用いてもよい。)で容量250mlを示す位置に刻線を付したものの又はこれと同等の機能を有するもの

(3) 配置

器具及び装置の配置は、次の点に留意し、原則として図1(密閉循環方式)又は図2(開放送気方式)に示すところによる。

(a) 吸収セルは、最大透過率の得られる位置に固定すること。

(b) 各部の連結管は、水銀を吸着しない軟質塩化ビニル管又はポリエチレン管を用いること。

(注1) 使用する器具は、あらかじめ硝酸に浸せきし、次いで水でよく洗浄しておく。

(注2) 吸収セルの部分に小型電球を点灯するか、又はドライヤー等を取り付けることにより、吸収セル内の空気温度を送気系の周囲温度よりも約10℃高くし、吸収セル内に水分が凝縮しないようにすれば、乾燥管を用いなくてもよい。また、密閉循環方式の場合には、硫酸を用いて水分を除去してもよい。

3 試料の採取及び保存

試料の採取にはガラス瓶又は硬質ポリエチレン瓶を用いる(あらかじめ硝酸でよく洗浄した後、水洗しておく。)。保存期間は、ガラス瓶に採取した試料にあつては1月、硬質ポリエチレン瓶に採取した試料にあつては2週間を限度とする。

4 試験操作

(1) 試料200ml(試料に含まれる水銀量が0.002mg以上の場合には、適宜試料量を減らし、水を加えて200mlとしたもの)を還元フラスコに採る。

(2) この還元フラスコに硫酸10mlと硝酸5mlを加えてよく振り混ぜる。次に過マンガン酸カリウム溶液(5w/v%)20mlを加えて振り混ぜ、約15分間放置する。このとき過マンガン酸イオンの紅色が消える場合には、紅色が15分間持続するようになるまで過マンガン酸カリウム溶液(5w/v%)を少量ずつ追加する。

(3) この還元フラスコにペルオキシ二硫酸カリウム溶液(5w/v%)又はペルオキシ二硫酸アンモニウム溶液(5w/v%)10mlを加え、約95℃の水浴中に浸せきして2時間加熱する(ホットプレートを用いて加熱してもよい。)

(4) この溶液を室温に冷却し、塩化ヒドロキシルアンモニウム溶液(10w/v%)8mlを加えて振り混ぜ、過剰の過マンガン酸カリウムを還元する。

(5) この還元フラスコの250mlの刻線まで水を加え、直ちに塩化すず(II)溶液10mlを加えて速やかにその還元フラスコを原子吸光分析装置に連結する(注3)。

(6) あらかじめ求めておいた装置の最適流量に流量を調節したダイヤフラムポンプを作動させて水銀蒸気を吸収セルに送入し、波長253.7nmの光の吸光度のピーク高さ

を測定する(注4)(注5)。

- (7) (6)の操作により得られた測定値から、あらかじめ5により作成した検量線を用いて試料中の水銀量(注6)を求め、次式によつて試料の水銀濃度を算出する。

$$\text{水銀濃度(mg/l)} = a \times (1,000 / \text{試料量(ml)})$$

この式において、aは検量線を用いて求めた試料中の水銀量(mg)を表す。

- (注3) 開放送気方式の場合には、還元フラスコの通気管にそれぞれコックを付し、塩化すず(II)溶液を加えて密栓して約2分間激しく振り混ぜ、還元フラスコ内の空気中の水銀蒸気が平衡に達した後、原子吸光分析装置に連結する。

- (注4) 密閉循環方式の場合には、吸光度の測定は記録計の指示が一定値を示すようになってから行う。開放送気方式の場合には、ピーク面積を求めてもよい。

- (注5) 測定終了後、密閉循環方式の場合には、バイパス弁を開いて吸光度が最小値に戻るまで通気し、更に還元フラスコと散気球又は散気板を取り外した後、通気を続けて測定系内の水銀を除去する。開放送気方式の場合には、還元フラスコと散気球又は散気板を取り外した後、別の還元フラスコを取り付け、送気して測定系内の水銀を除去する。

- (注6) (2)の操作において過マンガン酸カリウム溶液(5w/v%)を追加した場合には、追加分と同量の過マンガン酸カリウム溶液(5w/v%)中の水銀量を求め、検量線を用いて求めた水銀量を補正する。

5 検量線の作成

水銀標準液0~10mlを段階的に還元フラスコに採り、それぞれ水を加えて200mlとする。以下4の(2)から(6)までの操作を行い、得られた測定値をもとに水銀量と吸光度との関係線を求めることにより検量線を作成する。

備考

- 1 試料中に妨害物質が含まれる場合には、次の操作を行う。

- (1) 塩化物イオンを多量に含む試料については、塩化物イオンが過マンガン酸カリウムにより酸化されて遊離塩素となり、波長253.7nmの光を吸収するので、塩化ヒドロキシルアンモニウム溶液(10w/v%)をやや過剰に加え、遊離塩素が残留しないようにする。なお、還元フラスコの空間に存在する塩素は、塩化すず(II)による水銀(II)の還元を行う前に、窒素ガスの送入等により追い出しておく。

- (2) ベンゼン、アセトン等波長253.7nmの光を吸収する揮発性有機物を含む試料については、本文4の操作により水銀中空陰極ランプと重水素ランプを用いて吸光度の測定値の差を求めておき、次に塩化すず(II)溶液の添加を省略して同様に測定を行い、両測定値の差から水銀量を求める。ただし、ヘキサンで抽出できる揮発性

有機物については、ヘキサンを用いて除去してもよい。

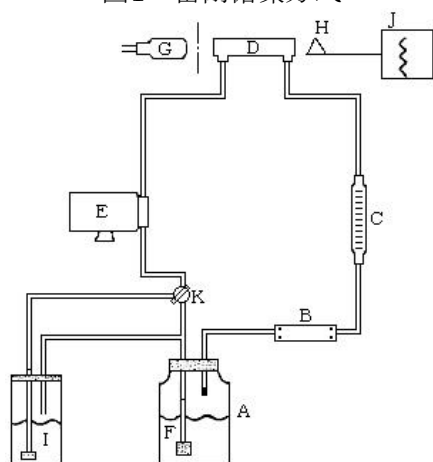
(3) 泡立ちを生ずる物質を含む試料については、あらかじめ^{りん}酸トリブチル等の消泡剤数滴を加える。

(4) 複雑な組成の有機物等が含まれ、十分な定量精度が得にくい試料については、本文4の(5)及び(6)の操作に代えて次の操作を行ってもよい。

ジチゾンクロホルム溶液(0.02w/v%)5mlを加えて抽出を行い、抽出操作を抽出液の緑色が完全に残るようになるまで繰り返し、全抽出液を合わせる。この抽出液を磁器ボートに移し入れ、BALクロホルム溶液(0.1v/v%)を加えて有機溶媒を揮散させた後、規格K0102-3 25.2.2.4のj)及びk)に定める操作を行って吸光度を測定する。

2 この測定方法における用語の定義その他でこの測定方法に定めのない事項については、日本産業規格に定めるところによる。

図1 密閉循環方式



A : 還元フラスコ

B : 乾燥管

C : 流量計

D : 吸収セル

E : ダイヤフラムポンプ

F : 散気球又は散気板付きガラス管

G : 水銀中空陰極ランプ又は水銀ランプ

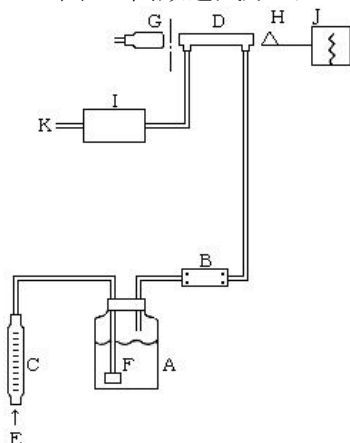
H : 原子吸光用検出器

I : 過マンガン酸カリウム溶液(5w/v%)+
硫酸(20v/v%)(水銀除去用)

J : 記録計

K : バイパス弁

図2 開放送気方式



A : 還元フラスコ

B : 乾燥管

C : 流量計

D : 吸収セル

E : ダイヤフラムポンプ

F : 散気球又は散気板付きガラス管

G : 水銀中空陰極ランプ又は水銀ランプ

H : 原子吸光用検出器

I : 過マンガン酸カリウム溶液(5w/v%)+

硫酸(20v/v%)(水銀除去用)

J : 記録計

K : 換気用フード

付表3

アルキル水銀の測定方法

1 試薬

(1) 塩酸

予期保持時間付近にピークを生じないもの

(2) アンモニア水

予期保持時間付近にピークを生じないもの

(3) 塩化ナトリウム溶液(20w/v%)

塩化ナトリウム200gを水に溶かして1lとしたものであつて、予期保持時間付近にピークを生じないもの

(4) トルエン

予期保持時間付近にピークを生じないもの

(5) L-システイン・酢酸ナトリウム溶液

塩酸L-システイン1g、酢酸ナトリウム三水和物0.8g及び硫酸ナトリウム(無水)12.5gを水に溶かして100mlとしたものであつて、予期保持時間付近にピークを生じないもの(使用時に調製する。)

(6) 塩化メチル水銀標準原液又は塩化エチル水銀標準原液

塩化メチル水銀0.125g又は塩化エチル水銀0.132gをトルエンに溶かして10mlとしたもの(この溶液1mlは水銀10mgを含む。)

(7) 塩化メチル水銀中間標準液又は塩化エチル水銀中間標準液

塩化メチル水銀標準原液又は塩化エチル水銀標準原液をトルエンで100倍に薄めたもの(この溶液1mlは水銀0.1mgを含む。)

(8) 塩化メチル水銀標準液又は塩化エチル水銀標準液

塩化メチル水銀中間標準液又は塩化エチル水銀中間標準液をトルエンで100倍に薄めたもの(この溶液1mlは水銀0.001mgを含む。使用時に調製する。)

2 器具及び装置

(1) 分液漏斗

容量500ml及び20~30mlのもの(コック部にワセリン等を使用してはならない。)

(2) 共栓付き試験管

容量5~10mlのもの

(3) マイクロシリンジ

容量1~10 μ lのもの

(4) ガスクロマトグラフ

(a) 試料導入部

温度を140～240℃にしたもの

(b) 分離管

内径3mm、長さ40～150cmのガラス製のものがあつて、その温度を130～180℃にしたもの

(c) 分離管充てん物

酸で洗浄した後シラン処理をしたクロモソルブW(粒径177～250 μ mのもの)又はこれと同等以上の性能を有する担体にはく酸ジエチレングリコール又はこれと同等以上の分離性能を有する液相を5～25%被覆したもの(シラン処理とは、トルエンにジメチルクロロシランを1%溶かしたものに担体を浸し、水浴上で約1時間保つた後乾燥させることをいう。また、担体にあらかじめ5～10%の臭化カリウム又は塩化ナトリウムを含浸させた後、液相を被覆するとガスクロマトグラムのピークの尖鋭度が向上する。)

(d) 検出器

電子捕獲型のものであつて、その温度を140～200℃にしたもの

(e) キャリヤーガス

99.8v/v%以上の窒素又はヘリウムであつて、流量を毎分30～80mlとしたもの

(f) 装置の感度

(a)から(e)までの条件下で塩化メチル水銀又は塩化エチル水銀0.04ngを導入したときのS/Nが3以上であること

3 試料の採取及び保存

試料の採取及び保存は付表2の3に定める方法による。

4 試験操作

(1) 試料200mlを分液漏斗(容量500ml)に採り、アンモニア水又は塩酸で中和した後、塩酸酸性(2mol/l)とする(注1)。この溶液にトルエン50mlを加えて約2分間激しく振り混ぜ、静置した後(必要があれば遠心分離を行う。)、水層を別の分液漏斗(容量500ml)に移し、トルエン層を保存する。水層に再びトルエン50mlを加えて約2分間激しく振り混ぜ、静置した後、水層を捨てる。トルエン層を合わせ、塩化ナトリウム溶液(20w/v%)20mlを加え、約1分間振り混ぜて洗浄し(注2)、静置した後水層を捨てる。

(2) 残つたトルエン層にL-システイン・酢酸ナトリウム溶液8mlを加えて約2分間激しく振り混ぜ、静置した後(必要があれば遠心分離を行う。)、水層を分液漏斗(容量20～30ml)に移し、塩酸2mlとトルエン5mlを加えて約2分間激しく振り混ぜ、静置し

た後水層を除き、トルエン層を共栓付き試験管に移す(注3)。

- (3) マイクロシリンジを用いてその一定量をガスクロマトグラフに注入し(注4)、ガスクロマトグラムを記録する。塩化メチル水銀又は塩化エチル水銀の保持時間に相当する位置のピークについて、ピーク面積又はピーク高さを測定する(注5)。
- (4) 測定の結果得られたピークがメチル水銀化合物又はエチル水銀化合物によるものかどうかを判定するため、測定に使用した共栓付き試験管内のトルエン層の残部の1mlを別の共栓付き試験管に採り、L-シスチン・酢酸ナトリウム溶液1mlを加えて約2分間激しく振り混ぜ、静置した後、トルエン層から、先にガスクロマトグラフに注入したトルエンと同量のものをマイクロシリンジに採り、ガスクロマトグラフに注入する。この結果、先に得られたピーク的位置にピークが認められない場合には、先のピークはメチル水銀化合物又はエチル水銀化合物によるものと判定する。
- (5) (3)の操作により得られた測定値から、あらかじめ5により作成した検量線を用いて水銀量を求め、別に水200mlについて全操作にわたり空試験を行い、次式によつて試料の水銀濃度を算出する。

$$\text{水銀濃度(mg/l)} = (a - b) \times 1,000 / \text{試料量(ml)}$$

この式において、a及びbは、それぞれ次の値を表す。

a 検量線を用いて求めた試料中の水銀量(mg)

b 検量線を用いて求めた全操作にわたる空試験により得られた補正值(mg)

(注1) 試料中に硫化物やチオシアン酸塩が含まれているときは、塩酸酸性(2mol/l)とした試料に塩化銅(I)粉末100mgを加え、よくかき混ぜてしばらく静置した後ろ過し、ろ紙上に残つた沈殿物を塩酸(1+5)を用いて2~3回洗浄し、ろ液と洗液を合わせる。

(注2) 多量の無機水銀が存在する場合には、電子捕獲型検出器を用いたときにメチル水銀の位置に無機水銀によるピークを生ずることがあるので、入念に洗浄を繰り返す。また、洗浄後のトルエン層中に塩酸が残留しているとシスチンによるアルキル水銀の抽出が不完全になるので、洗液が中性になるまで洗浄を繰り返す。

(注3) 水分が存在しているとガスクロマトグラフに注入したとき異常なピークを生ずることがあるので、硫酸ナトリウム(無水)等を用いて脱水する。

(注4) ガスクロマトグラフへの試料注入量と得られるピーク面積又はピーク高さとの関係が直線となる範囲をあらかじめ求めておき、測定されるピーク面積又はピーク高さがこの範囲となるように試料注入量を調節する。

(注5) 測定時に標準液の一定量をガスクロマトグラフに注入して検出器の感度の経時変化を補正する。

5 検量線の作成

分液漏斗(容量20～30ml)にL-シスチン・酢酸ナトリウム溶液8mlを採り、塩化メチル水銀標準液又は塩化エチル水銀標準液を検出器の感度に応じて段階的に加える。以下それぞれ4の(2)のL-シスチン・酢酸ナトリウム溶液添加後の操作及び4の(3)の操作を行い、得られた測定値をもとに水銀量とガスクロマトグラムのピーク面積又はピーク高さとの関係線を求めることにより検量線を作成する。

備考

- 1 試料中にアルキル水銀化合物のトルエン抽出を妨害する成分が含まれている場合には、測定に用いた試料と同量の試料を採り、これに一定量の塩化メチル水銀標準液又は塩化エチル水銀標準液を加えて、本文4の操作を行い、その回収率を求めて本文4の(5)の算出結果を補正する。
- 2 この測定方法による測定は、試料中のメチル水銀化合物及びエチル水銀化合物についてそれぞれ行う。
- 3 この測定方法の定量限界は、0.0005mg/lである。
- 4 この測定方法における用語の定義その他でこの測定方法に定めのない事項については、日本産業規格に定めるところによる。

付表4

PCBの測定方法

1 試薬

(1) ヘキサン

ガスクロマトグラフに注入(300mlを約3mlに濃縮し、その10 μ lを分取して注入する。)したとき、PCBの保持時間にピークを生じないもの

(2) アセトン

ガスクロマトグラフに注入(300mlを約3mlに濃縮し、その10 μ lを分取して注入する。)したとき、PCBの保持時間にピークを生じないもの

(3) エタノール(95v/v%)

ガスクロマトグラフに注入(300mlを約3mlに濃縮し、その10 μ lを分取して注入する。)したとき、PCBの保持時間にピークを生じないもの

(4) 硫酸

(5) ヘキサン・エタノール混液

ヘキサンとエタノールをそれぞれ同量混合したもの

(6) 水酸化カリウムエタノール溶液

水酸化カリウム70gをできるだけ少量の水(水1lにつきヘキサン100mlを用いて振り混ぜ、洗浄したもの。以下同じ。)に溶かし、エタノールを加えて1lとし振り混ぜ、二酸化炭素に触れないようにして2~3日間放置した後、その上澄み液を採つたもの又はろ過したもの(耐アルカリ性の瓶に保存する。)

(7) 硫酸ナトリウム(無水)

硫酸ナトリウム(無水)100gにヘキサン50mlを加えて振り混ぜ、ろ別し、ろ別した硫酸ナトリウムに再びヘキサン25mlを加えて振り混ぜ、ろ別した後風乾したものであつて、後者のろ別したヘキサン10 μ lをガスクロマトグラフに注入したとき、PCBの保持時間にピークを生じないもの

(8) シリカゲル

PCB分析用のシリカゲル粉末をビーカーに入れ、層の厚さを10mm以下にして約130 $^{\circ}$ Cで18時間以上乾燥した後、デシケーター中で約30分間放冷したもので、シリカゲルクロマト管によるPCBの分離の操作の空試験を行い、その試験溶液10 μ lを分取してガスクロマトグラフに注入したとき、PCBの保持時間にピークを生じないもの

(9) フロリジル

フロリジル100gにヘキサン50mlを加えて振り混ぜ、ろ別し、ろ別したフロリジル

に再びヘキサン25mlを加えて振り混ぜ、ろ別した後風乾したものであつて、後者のろ別したヘキサン10 μ lをガスクロマトグラフに注入したとき、PCBの保持時間にピークを生じないもの

(10) 含水アセトニトリル

アセトニトリル(ガスクロマトグラフに注入(300mlを約3mlに濃縮し、その10 μ lを分取して注入する。)したとき、PCBの保持時間にピークを生じないもの)170mlと水30mlを混合したもの

(11) フェノールフタレイン溶液

フェノールフタレイン0.5gをエタノール(95v/v%)50mlに溶かし、水を加えて100mlとしたもの

(12) 水酸化ナトリウム溶液(4w/v%)

水酸化ナトリウム4gを水に溶かして100mlとしたもの

(13) PCB標準液

試験用PCBのKC—300、KC—400、KC—500及びKC—600を重量比1対1対1対1の割合で混合したものをヘキサン1l中に0.01~1mg溶かしたもの

2 器具及び装置(注1)

(1) 分液漏斗(コック部にワセリン等を使用してはならない。)

(2) 濃縮器

クデルナダニッシュ濃縮器(毛細管を付けないもの)又はロータリーエバポレーター

(3) フラスコ

容量200mlですり合わせ付きのもの

(4) 還流冷却器

(5) カラムクロマトグラフ用ガラス管(以下「クロマト管」という。)

内径約10mm、長さ約300mmのコック付きガラス管

(6) マイクロシリンジ

容量1~10 μ lのもの

(7) ガスクロマトグラフ

(a) 試料導入部

温度を200~250 $^{\circ}$ Cにしたもの

(b) 分離管

内径2~4mm、長さ150~200cmのガラス製のものであつて、その温度を180~250 $^{\circ}$ C(トリチウムを用いた検出器を使用する場合は、180~220 $^{\circ}$ C)にしたもの

(c) 分離管充てん物

酸で洗浄した後シラン処理をしたガスクロムQ、クロモソルブG又はクロモソルブW(いずれも粒径149~177 μ mのもの)にOV-1又はOV-17を1.5~5%被覆したもの

(d) 検出器

電子捕獲型のものであつて、その温度を200~250°C(トリチウムを使用する場合は、200~220°C)にしたもの

(e) キャリヤーガス

99.9v/v%以上の窒素又はヘリウムであつて、流量を毎分30~80mlとしたもの
(注1) ガラス器具類については、あらかじめヘキサンで洗浄し、乾燥したものをを用いる。

3 試験操作

- (1) 試料を試料容器から分液漏斗に移し入れ、次にヘキサン50mlで試料容器の内壁をよく洗い、洗液を分液漏斗に加え(懸濁物が非常に多い試料の場合は、抽出が不十分になるおそれがあるので、アセトン50mlを加える。)、約10分間振り混ぜた後、ヘキサン層と水層が十分に分離するまで静置する(エマルジョンが生ずる場合は、硫酸を数滴加えて振り混ぜる。)。水層を別の分液漏斗に移し、水層に再びヘキサン50mlを加えて同様に抽出を行い、分離したヘキサン層と先のヘキサン層を合わせる。
- (2) 合わせたヘキサン層を硫酸ナトリウム(無水)約10gを用いて脱水した後、濃縮器を用いて約5mlに濃縮する(注2)。
- (3) 濃縮液の全量をフラスコに移し入れ、濃縮液の入っていた容器の内壁を水酸化カリウムエタノール溶液25mlずつで2回洗い、洗液をフラスコに合わせ、還流冷却器を付けて沸騰水浴中で約1時間加熱して妨害物質を分解し、約50°Cになるまで放冷する(妨害物質の少ない試料では、この操作を行わず、(2)の操作を行った後、直ちに(6)の操作を行つてもよい。)
- (4) 約50°Cになるまで放冷した(3)の溶液にヘキサン100mlを加えて振り混ぜ、室温になるまで放冷し、フラスコから分液漏斗に移し入れ、次にヘキサン・エタノール混液20~30mlでフラスコの内壁を洗い、洗液を分液漏斗に合わせる。次いで分液漏斗に水25mlを加えて振り混ぜた後、ヘキサンが十分に分離するまで静置する(エマルジョンを生ずる場合はエタノール(95v/v%)数mlを加え緩やかに振り混ぜる。)。水層を別の分液漏斗に移し、再びヘキサン50mlを加えて同様に抽出を行い、分離したヘキサン層を先のヘキサン層と合わせる。更にヘキサン層を水100mlずつで激しく振り混ぜながら3回洗浄する。

(5) 洗浄したヘキサン層を硫酸ナトリウム(無水)約10gを用いて脱水した後、濃縮器を用いて約5mlに濃縮する。

(6) 底部にガラスウール(あらかじめヘキサンで洗浄し、乾燥させたもの。以下同じ。)を詰めたクロマト管にヘキサンを加えてガラスウール間の気泡を除去する。シリカゲル2gを容器に採り、ヘキサンを加え気泡を除去した後、クロマト管に流し入れる。更に容器の内壁に付着しているシリカゲルを少量のヘキサンを用いてクロマト管に流し入れる。次に、クロマト管内壁に付着したシリカゲルを少量のヘキサンで洗い落とす。クロマト管中のヘキサンを流下させ、シリカゲル層を安定させた後、硫酸ナトリウム(無水)1gをシリカゲル層に上積みし、クロマト管内壁に付着した硫酸ナトリウム(無水)を少量のヘキサンで洗い落とす。その後、ヘキサンの液面を硫酸ナトリウム(無水)層の上面まで下げる。次に(5)の操作により得られた濃縮液を静かに硫酸ナトリウム(無水)層の上に移し入れる。濃縮液の入っていた容器をヘキサン約1mlずつで数回洗い、洗液を濃縮液に静かに合わせる。更にクロマト管内壁を少量のヘキサンで洗った後、濃縮液の液面を硫酸ナトリウム(無水)層の上面まで下げる。ヘキサン500mlを入れた分液漏斗をクロマト管の上部に装着し、分液漏斗からヘキサンを流下させ、クロマト管からの流出液の流下速度を毎秒1滴程度とし(必要があれば窒素ガスで加圧する。)、全てのPCBが含まれ、かつ、PCB及びDDE以外の有機塩素化合物が含まれないような流出範囲(注3)の流出液を容器に集める。この流出液を濃縮器を用いて5ml以下になるまで濃縮し、ヘキサンを加えて5mlとする。

(7) マイクロシリンジを用いてPCB標準液5 μ lをガスクロマトグラフに注入し、得られたクロマトグラムピークに別図を参考にして番号(以下「ピーク番号」という。)を付ける。次にそのピークごとに、ピーク高さ(mm)を読み取り、その高さ(H₁)と当該ピークのピーク番号に対応する別表のCB₀(%)から次式によりK値を求める。

$$K = CB_0(\%) / H_1$$

次に(6)の操作により得られた濃縮液(以下「試料溶液」という。)1~10 μ lを同様にガスクロマトグラフに注入し、得られたクロマトグラムピークにその位置に相当するPCB標準液で得られたクロマトグラムの位置のピークのピーク番号と同一のピーク番号を付ける。次にそのピークごとに、ピーク高さ(mm)を読み取り、その高さ(H₂)と当該ピークのピーク番号に係るK値から次式によりCB₂(%)を求める。

$$CB_2(\%) = K \times H_2$$

以上の結果から、次式により、試料のPCB濃度(mg/l)を求める。

$$PCB濃度(mg/l) = PCB標準液の濃度(mg/l) \times (PCB標準液注入量(\mu l) / 試料$$

溶液注入量(μ l) \times (Σ CB₂(%) \div Σ CB₀(%)) \times (試料溶液の量(ml) \div 試料採取量(ml))

(注2) 水浴中で行う。ロータリーエバポレーターを使用する場合は、蒸発乾固するおそれがあるので、注意しなければならない。(5)及び(6)において同じ。

(注3) 流出範囲は、試料中のPCBの含有量、シリカゲルの活性度のわずかな差異等によりかなり変動するので、あらかじめ試験用PCBを用いてPCBの流出範囲とその安定性を十分確認しておく。

備考

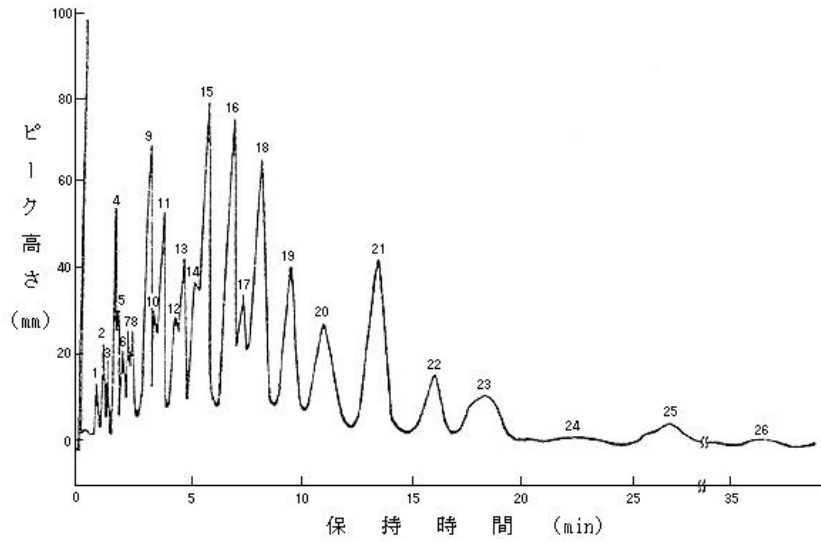
- 1 試料に油分等が多く含まれ、本文3の(3)の操作によつても分解されずにヘキサン層に存在する場合には、本文3の(6)の操作により得られる流出液に油分等が含まれ、ガスクロマトグラフによるPCBの測定においてクロマトグラム上に妨害ピークが生ずるおそれがあるので、本文3の(6)の操作を行う前に、次の操作により油分等を分離する。

底部にガラスウールを詰めたクロマト管にフロリジル20gを粉末のまま入れ、この上に本文3の(5)の操作により得られた濃縮液全量を移し入れ、少量のヘキサンで濃縮液の入っていた容器を洗い、洗液をクロマト管に合わせ、次に少量のヘキサンでクロマト管内壁を洗う。クロマト管上部から窒素ガスを送入し(最初は流量を少なくして、ヘキサンが急激に流下しないように注意し、ヘキサンの滴下が止まれば、毎分約40mlの流量にする。)、ヘキサン臭が無くなるまで続ける。次に含水アセトニトリル200mlを入れた分液漏斗をクロマト管の上部に装着し、分液漏斗から含水アセトニトリルを流下させ、クロマト管から流出液を自然滴下させる。流出液を他の分液漏斗に移し、ヘキサン100ml及び水500mlを加えて振り混ぜた後、フェノールフタレイン溶液を指示薬として、水酸化ナトリウム溶液(4w/v%)を加えて微アルカリ性とする。再び振り混ぜ、静置した後水層を捨てる。ヘキサン層を水200mlずつで3回洗浄する。ヘキサン層を硫酸ナトリウム(無水)約10gを用いて脱水した後、濃縮器を用いて全量が約5mlになるまで濃縮する。

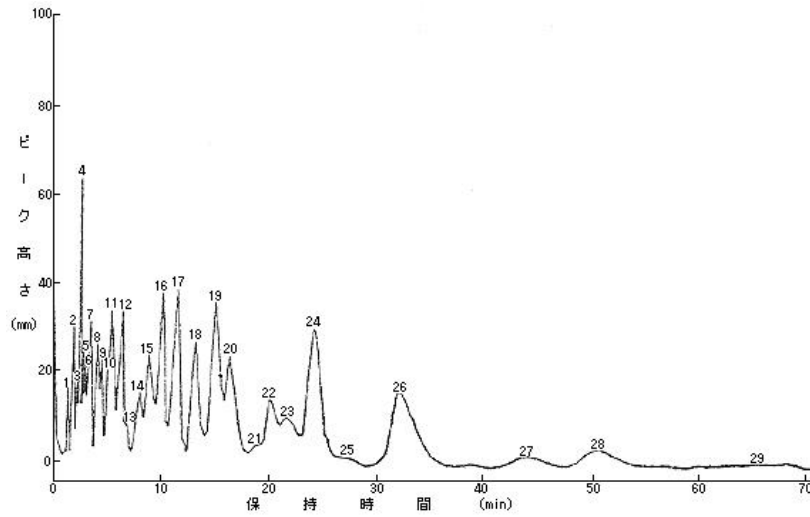
- 2 この測定方法の定量限界は、0.0005mg/lである。
- 3 この測定方法における用語の定義その他でこの測定方法に定めのない事項については、日本産業規格に定めるところによる。

別図

- 1 分離管充てん物の被覆にOV-1を用いたときのクロマトグラム



2 分離管充てん物の被覆にOV-17を用いたときのクロマトグラム



別表

1 分離管充てん物の被覆にOV-1を用いたときのCB₀(%)

ピーク番号	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11	12	13	14
CB ₀ (%)	1.67	5.78	2.6	7.5	5.2	7.8	4.8	3.3	10.	2.3	5.7	3.1	4.2	1.2
			8	7	3	8	3	0	68	7	0	6	0	4

15	16(注4)	17	18	19	20	21	22	23	24	25	26
6.4	6.1	1.6	4.45	3.45	3.15	3.4	1.2	1.5	0.2	0.7	0.2
4	6	8				7	7	4	9	1	1

$$\Sigma CB_0(\%)=99.11$$

(注4) ピーク番号16は条件により、16(CB₀(%)2.16)及び16' (CB₀(%)4.00)に分離することがある。

2 分離管充てん物の被覆にOV-17を用いたときのCB₀(%)

ピーク番号	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11	12	13	14
CB ₀ (%)	1.69	6.00	3.1	6.6	2.7	1.3	8.6	4.8	2.5	2.0	8.6	7.0	0.9	3.1
			7	0	4	5	2	6	4	9	5	5	9	8

15	16	17	18	19	20	21	22	23	24	25	26	27	28	29
5.4	6.3	4.2	4.00	4.75	2.82	0.2	2.2	1.5	3.3	0.0	2.9	0.2	0.7	0.1
2	5	8				3	6	7	0	8	5	8	1	5

$$\Sigma CB_0(\%)=98.68$$

付表5

チウラムの測定方法

1 試薬

(1) 水

日本産業規格K0557に規定するA3のもの

(2) ジクロロメタン

日本産業規格K8161に定めるもの

(3) アセトニトリル

日本産業規格K8032に定めるもの

(4) メタノール

日本産業規格K8891に定めるもの

(5) 硫酸ナトリウム(無水)

日本産業規格K8987に定めるもの

(6) 塩化ナトリウム

日本産業規格K8150に定める塩化ナトリウムを250～450℃で2～6時間加熱し、デシケーター中で放冷したもの

(7) リン酸二水素カリウム

日本産業規格K9007に定めるもの

(8) リン酸

日本産業規格K9005に定めるもの

(9) リン酸緩衝液(50mmol/l)

リン酸二水素カリウム6.8gを水1lに溶かし、リン酸を加えてpHを3.0に調製したもの

(10) チウラム標準原液(1mg/ml)

チウラム標準品0.1gを採り、少量のアセトニトリルに溶かし、全量フラスコ100mlに移し、アセトニトリルを標線まで加えたもの(この原液は調製後、直ちに冷凍保存する。保存期間は90日を限度とする。)

(11) チウラム標準液(10 μ g/ml)

チウラム標準原液1mlを全量フラスコ100mlに採り、アセトニトリルを標線まで加えたもの(使用時に調製する。)

(12) チウラム標準液(1 μ g/ml)

チウラム標準液(10 μ g/ml)10mlを全量フラスコ100mlに採り、アセトニトリルを標線まで加えたもの(使用時に調製する。)

2 器具及び装置

- (1) 分液漏斗
容量2lのものであつて、あらかじめ水及びアセトンで洗浄したもの
- (2) 試験管
容量10～20mlのものであつて、あらかじめ水及びアセトンで洗浄したもの
- (3) 三角フラスコ(共栓)
容量500mlのものであつて、あらかじめ水及びアセトンで洗浄したもの
- (4) マイクロシリンジ
容量10～50 μ lのもの
- (5) 固相カラム
スチレンジビニルベンゼン共重合体(ポリスチレン系ゲル)又はこれと同等の性能を有するもの200～1,000mgを充てんしたものに、アセトニトリル5ml及び水5mlを順次緩やかに通し、調製したもの
- (6) 高速液体クロマトグラフ
 - (a) 分離管
内径3～6mm、長さ150～250mmのステンレス鋼製のもの
 - (b) 充てん剤
ポリウレタン系中極性ゲルを充てんしたもの又はこれと同等の分離性能を有するもの
 - (c) 移動相
アセトニトリルと^{りん}リン酸緩衝液(50mmol/l)を体積比55対45の割合で混合し、超音波処理等で十分脱気したもの
 - (d) 流量
毎分約1mlとしたもの
 - (e) 検出器
紫外吸収検出器で波長272nmを使用することができるもの
 - (f) カラム槽
温度を40～45 $^{\circ}$ Cに保つことができるもの
- (7) 振とう機
- (8) 濃縮器
クデルナダニッシュ濃縮器又はロータリーエバポレーターであつて、濃縮時における試料溶媒に接触する部分のガラス器具類をあらかじめ水及びアセトンで洗浄したもの

3 試験操作

(1) 前処理

(a) 溶媒抽出(注1)

(ア) 試料1lを分液漏斗に採り、塩化ナトリウム40g及びジクロロメタン100mlを加え、振とう機を用いて約10分間振とうする。

(イ) 放置後、ジクロロメタン層を三角フラスコ500mlに移す。分液漏斗の水層にジクロロメタン50mlを加え、再び振とう機を用いて約10分間振とうし、放置後、ジクロロメタン層を先の三角フラスコに合わせる。

(ウ) ジクロロメタン層に硫酸ナトリウム(無水)約30gを用いて脱水した後、濃縮器を用いて約5mlに濃縮する。

(エ) 濃縮液にアセトニトリル約50mlを加え、濃縮器を用いて、5mlに定容する。

(オ) 空試験として水1lを分液漏斗に採り、(ア)から(エ)までの操作を行う。

(b) 固相抽出(注2)

(ア) 塩酸(1+11)でpHを3.5に調製した試料500mlを固相カラムに吸引しながら毎分10~20mlで流下させる。

(イ) 水10mlを流し、カラムを洗浄した後、約10分間吸引又は遠心分離等で水分を分離除去する。

(ウ) 固相カラムの上端からアセトニトリル3mlを緩やかに通し、チウラムを溶出させ、試験管に受ける。

(エ) 溶出液に窒素ガスを緩やかに吹き付けて1mlに定容する。

(オ) 空試験として水500mlを用いて、(ア)から(エ)までの操作を行う。

(2) 分析

(a) あらかじめ使用する分離管に、チウラム標準液20 μ lをマイクロシリンジを用いて採り、高速液体クロマトグラフに注入し、クロマトグラムを記録し、チウラムの保持時間に相当するピークの位置を確認しておく。

(b) 溶媒抽出では(1)の(a)の(エ)、固相抽出では(1)の(b)の(エ)で得たアセトニトリル濃縮液20 μ lを(a)と同じ操作を行って、クロマトグラムを記録し保持時間が標準物質と一致していることを確認し、保持時間に相当する位置のピークについて、ピーク面積又はピーク高さを測定する。

(c) あらかじめ4により作成した検量線を用いてチウラムの量を求め、試料中の濃度を求める。

(d) 空試験として、溶媒抽出では(1)の(a)の(オ)、固相抽出では(1)の(b)の(オ)で得たアセトニトリル濃縮液についても(b)の操作を行って、チウラムの保持時間に相当するピークが検出され、そのピーク面積又はピーク高さが定量限界値の0.20以上

である場合には、前処理から再度操作を行う。

(注1) チウラムはジクロロメタン中で分解するので、直ちに(エ)までの操作を完了させる。チウラムはアセトニトリル中で分解しない。

(注2) 浮遊物が多いときはあらかじめろ過する。浮遊物はアセトニトリルで洗い、この洗液を固相カラムの溶出液に合わせる。

4 検量線の作成

(1) チウラム標準液($1\ \mu\text{g}/\text{ml}$) $1\sim 10\text{ml}$ を全量フラスコ 10ml に段階的に採り、アセトニトリルを標線まで加える。これらの溶液の $20\ \mu\text{l}$ を高速液体クロマトグラフに注入し、クロマトグラムを記録し、チウラムの量とピーク面積又はピーク高さとの関係線を作成する。

(2) 検量線の作成は試料測定時に行う。

備考

この測定方法における用語の定義その他でこの測定方法に定めのない事項については、日本産業規格に定めるところによる。

付表6

シマジン及びチオベンカルブの測定方法

第1 溶媒抽出又は固相抽出によるガスクロマトグラフィー質量分析法

1 試薬

(1) 水

日本産業規格K0557に規定するA3のもの

(2) ヘキサン

日本産業規格K8848に定めるもの

(3) アセトン

日本産業規格K8034に定めるもの

(4) ジクロロメタン

日本産業規格K8161に定めるもの

(5) メタノール

日本産業規格K8891に定めるもの

(6) ジエチルエーテル

日本産業規格K8103に定めるもの

(7) 硫酸ナトリウム(無水)

日本産業規格K8987に定めるもの

(8) 塩化ナトリウム

日本産業規格K8150に定める塩化ナトリウムを250～450℃で2～6時間加熱し、デシケーター中で放冷したもの

(9) シマジン標準原液(0.2mg/ml)

シマジン標準品0.0200gを全量フラスコ100mlに採り、アセトンを標線まで加えたもの(この原液は調製後、直ちに冷凍室に保存する。保存期間は180日を限度とする。)

(10) チオベンカルブ標準原液(1mg/ml)

チオベンカルブ標準品0.100gを全量フラスコ100mlに採り、ヘキサンを標線まで加えたもの(この原液は調製後、直ちに冷凍室に保存する。保存期間は180日を限度とする。)

(11) 混合標準原液(シマジン10 μ g/ml、チオベンカルブ10 μ g/ml)

シマジン標準原液5ml及びチオベンカルブ標準原液1mlを全量フラスコ100mlに採り、ヘキサンを標線まで加えたもの(同様に、アセトンを標線まで加えたものを作る。これらの原液は使用時に調製する。)

2 器具及び装置

(1) 分液漏斗

容量2lのものであつて、あらかじめ水及びアセトンで洗浄したもの

(2) 試験管

容量10~20mlのものであつて、あらかじめ水及びアセトンで洗浄したもの

(3) 三角フラスコ(共栓)

容量500mlのものであつて、あらかじめ水及びアセトンで洗浄したもの

(4) マイクロシリンジ

容量1~10 μ lのもの

(5) 固相カラム

スチレンジビニルベンゼン共重合体(ポリスチレン系ゲル)又はこれと同等の性能を有するもの200~1,000mgを充てんしたものに、アセトン5ml及び水5mlを順次緩やかに通し、調製したもの

(6) クロマトグラフ管

(a) カラム用管

内径10mm、長さ300mmのコック付ガラス管

(b) カラム充てん剤

(ア) フロリジル

粒径80~150 μ mのものを130℃で16時間加熱した後、デシケーター中で放冷したものであつて、分析対象農薬の保持時間にピークを生じないもの

(イ) シリカゲル

残留農薬試験用で粒径150~250 μ mのものを130℃で16時間加熱した後、デシケーター中で放冷したものであつて、分析対象農薬の保持時間にピークを生じないもの

(c) クロマトグラフ管

カラム充てん剤8gをヘキサンでかゆ状にしてカラム用管に流し込み、更にカラム用管に縦横の振動を与え、カラム充てん剤を均一に充てんし、上層に硫酸ナトリウム(無水)5gを積層したもの

(7) ガスクロマトグラフ質量分析計

(a) キャピラリーカラム

内径0.1~約0.7mm、長さ10~30mの熔融シリカ若しくは硬質ガラス製のものであつて、内面にジメチルポリシロキサンを0.1~1.0 μ mの厚さで被覆したもの又はこれと同等の分離性能を有するもの

(b) 検出器

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

(c) キャリヤーガス

ヘリウム(99.9999vol%以上)又は水素(99.9999vol%以上)(注1)

(d) キャリヤーガス制御部

内径0.1～約0.7mmのカラムに対して線速度を毎秒20～70cmに保つことができるもの

(e) インターフェース部

温度を200～270℃に保つことができるもの

(f) イオン源

温度を150℃以上に保つことができるもの

(g) カラム槽

溶媒がヘキサンの場合は、50～60℃で2分間保ち、50(60)～約260℃の範囲で毎分2～20℃の昇温を行うことができるもの、溶媒がアセトンの場合は、40～50℃で2分間保ち、40(50)～約280℃の範囲で毎分2～20℃の昇温を行うことができるもの

(8) 振とう機

(9) 濃縮器

クデルナ・ダニッシュ濃縮器又はロータリーエバポレーターであつて、濃縮時に試料溶媒に接触する部分のガラス器具類をあらかじめ水及びアセトンで洗浄したもの

(注1) 水素を使用する場合は、水素の特性を理解した上で、安全を十分に確保する。

3 試験操作

(1) 前処理

(a) 溶媒抽出

(ア) 試料1lを分液漏斗に採り、塩化ナトリウム50g及びジクロロメタン100mlを加え、振とう機を用いて約10分間振とうする。

(イ) 放置後、ジクロロメタン層を三角フラスコ500mlに移す。分液漏斗の水層にジクロロメタン100mlを加え、再び振とう機を用いて約10分間振とうし、放置後、ジクロロメタン層を先の三角フラスコに合わせる。

(ウ) ジクロロメタン層に硫酸ナトリウム(無水)約30gを用いて脱水した後、濃

縮器を用いて約5mlに濃縮する。

(エ) 濃縮液にヘキサン約50mlを加え、濃縮器を用いて、5mlに定容する。

(オ) 空試験として水1lを分液漏斗に採り、(ア)から(エ)までの操作を行う。

(b) 固相抽出(注2)

(ア) 試料200mlを固相カラムに吸引しながら毎分10～20mlで流下させる。

(イ) 水10mlを流し、カラムを洗浄した後、約10分間吸引又は遠心分離等で水分を分離除去する。

(ウ) 固相カラムの上端からアセトン3mlを緩やかに通し、分析対象農薬を溶出させ、試験管に受ける。

(エ) 溶出液に窒素ガスを緩やかに吹き付けて2mlに定容する。

(オ) 次のカラムクロマトグラフ法によるクリーンアップ操作が必要な時には、(エ)の濃縮液2mlにヘキサン約50mlを加え、濃縮器を用いて、溶液を6～7mlになるまで濃縮する。

(カ) 濃縮液に窒素ガスを緩やかに吹き付けて2mlに定容する。

(キ) 空試験として、水200mlを用いて、(ア)から(カ)まで(クリーンアップ操作省略の時には(ア)から(エ)まで)の操作を行う。

(2) クリーンアップ

妨害物質がない時は、次のクリーンアップ操作を省略して(3)の操作に移る。カラムクロマトグラフ法の選択は妨害物質の内容から決める。

なお、充てん剤のロット等により分析対象農薬の流出範囲が変わるので、流出範囲を確認するものとする。

(a) フロリジルカラムクロマトグラフ法

(ア) 溶媒抽出では(1)の(a)の(エ)のヘキサン濃縮液1mlを、固相抽出では(1)の(b)の(カ)のヘキサン転溶液1mlをフロリジルクロマトグラフ管に注ぎ流下させる。

(イ) ヘキサン溶離液100mlを流下させ、ヘキサン溶出液を捨てる。引き続き、35vol%ジエチルエーテル含有ヘキサン溶離液100mlを毎分約1mlで流下させ、分析対象農薬を溶出させる。

(b) シリカゲルカラムクロマトグラフ法

(ア) 溶媒抽出では(1)の(a)の(エ)のヘキサン濃縮液1mlを、固相抽出では(1)の(b)の(カ)のヘキサン転溶液1mlをシリカゲルクロマトグラフ管に注ぎ流下させる。

(イ) ヘキサン溶離液80mlを流下させ、ヘキサン溶出液を捨てる。引き続き、

35vol%ジエチルエーテル含有ヘキサン溶離液100mlを毎分約1mlで流下させ、チオベンカルブを溶出させる。更にアセトン溶離液100mlを毎分約1mlで流下させ、シマジンを溶出させる。

(c) 濃縮器を用いて、約40℃の水浴上で(a)及び(b)の35vol%ジエチルエーテル含有ヘキサン溶出液並びに(b)のアセトン溶出液をそれぞれ約10mlになるまで濃縮し、更にそれぞれにヘキサン約100mlを加えた後、濃縮器及び窒素ガスを用いて1mlに定容する。

(d) 空試験として、(1)の(a)の(オ)及び(1)の(b)の(キ)で得たヘキサン濃縮液についても、(a)から(c)までの操作を行う。

(3) 分析

(a) 混合標準原液1 μ lをマイクロシリンジを用いて採り、スプリットレス又はコールドオンカラム方式でガスクロマトグラフに注入し、選択イオン検出法又はこれと同等の性能を有する方法を用いて、特有の質量数(シマジンでは201、186又は173、チオベンカルブでは100、72又は125)をモニターする。クロマトグラムを記録し、分析対象農薬の保持時間に相当するピークの位置を確認しておく。

(b) (2)の(c)で得たヘキサン濃縮液(クリーンアップ操作省略の時には、溶媒抽出では(1)の(a)の(エ)で得たヘキサン濃縮液、固相抽出では(1)の(b)の(エ)で得たアセトン濃縮液)1 μ lを(a)と同じ操作を行って、クロマトグラムを記録し、保持時間が標準物質と一致していることを確認し、保持時間に相当する位置のピークについて、ピーク面積又はピーク高さを測定する。

(c) あらかじめ4により作成した検量線を用いて分析対象農薬の量を求め、試料中の濃度を算出する。

(d) 空試験として、(2)の(d)で得たヘキサン濃縮液(クリーンアップ操作省略の時には、溶媒抽出では(1)の(a)の(オ)で得たヘキサン濃縮液、固相抽出では(1)の(b)の(キ)で得たアセトン濃縮液)についても(b)の操作を行って、分析対象農薬の保持時間に相当するピークが検出され、そのピーク面積又はピーク高さが定量限界値の0.20以上である場合には、前処理から再度操作を行う。

(注2) 浮遊物が多いときはあらかじめろ過する。浮遊物はアセトンで洗い、この洗液を固相カラムの溶出液に合わせる。

4 検量線の作成

(1) 混合標準原液0.5~20mlを全量フラスコ100mlに段階的に採り、それぞれ分析に使用する溶媒を標線まで加える。この混合標準液1 μ lをガスクロマトグラフに注入し、クロマトグラムを記録し、分析対象農薬の量とピーク面積又はピーク高さ

の関係線を作成する。

- (2) 検量線の作成は試料測定時に行う。

第2 溶媒抽出又は固相抽出によるガスクロマトグラフ法

1 試薬

- (1) 水

日本産業規格K0557に規定するA3のもの

- (2) ヘキサン

日本産業規格K8848に定めるもの

- (3) アセトン

日本産業規格K8034に定めるもの

- (4) ジクロロメタン

日本産業規格K8161に定めるもの

- (5) メタノール

日本産業規格K8891に定めるもの

- (6) ジエチルエーテル

日本産業規格K8103に定めるもの

- (7) 硫酸ナトリウム(無水)

日本産業規格K8987に定めるもの

- (8) 塩化ナトリウム

日本産業規格K8150に定める塩化ナトリウムを250～450℃で2～6時間加熱し、デシケーター中で放冷したもの

- (9) シマジン標準原液(0.2mg/ml)

シマジン標準品0.0200gを全量フラスコ100mlに採り、アセトンを標線まで加えたもの(この原液は調製後、直ちに冷凍室に保存する。保存期間は180日を限度とする。)

- (10) チオベンカルブ標準原液(1mg/ml)

チオベンカルブ標準品0.100gを全量フラスコ100mlに採り、ヘキサンを標線まで加えたもの(この原液は調製後、直ちに冷凍室に保存する。保存期間は180日を限度とする。)

- (11) 農薬標準液

(a) 混合標準原液(シマジン10 μ g/ml、チオベンカルブ20 μ g/ml)(アルカリ熱イオン化検出器を使用する。)

シマジン標準原液5ml及びチオベンカルブ標準原液2mlを全量フラスコ100ml

に移し、ヘキサンを標線まで加えたもの(同様に、アセトンで標線まで加えたものも作る。これらの原液は使用時に調製する。)

(b) 単独標準原液(チオベンカルブ $20\mu\text{g}/\text{ml}$)(電子捕獲型検出器を使用する。)

チオベンカルブ標準原液 2ml を全量フラスコ 100ml に採り、ヘキサンを標線まで加えたもの(同様に、アセトンで標線まで加えたものも作る。これらの原液は使用時に調製する。)

2 器具及び装置

(1) 分液漏斗

容量 2l のものであつて、あらかじめ水及びアセトンで洗浄したもの

(2) 試験管

容量 $10\sim 20\text{ml}$ のものであつて、あらかじめ水及びアセトンで洗浄したもの

(3) 三角フラスコ(共栓)

容量 500ml のものであつて、あらかじめ水及びアセトンで洗浄したもの

(4) マイクロシリンジ

容量 $1\sim 10\mu\text{l}$ のもの

(5) 固相カラム

スチレンジビニルベンゼン共重合体(ポリスチレン系ゲル)又はこれと同等の性能を有するもの $200\sim 1,000\text{mg}$ を充てんしたものに、アセトン 5ml 及び水 5ml を順次緩やかに通し、調製したもの

(6) クロマトグラフ管

(a) カラム用管

内径 10mm 、長さ 300mm のコック付ガラス管

(b) カラム充てん剤

(ア) フロリジル

粒径 $80\sim 150\mu\text{m}$ のものを 130°C で 16 時間加熱した後、デシケーター中で放冷したものであつて、分析対象農薬の保持時間にピークを生じないもの

(イ) シリカゲル

残留農薬試験用で粒径 $150\sim 250\mu\text{m}$ のものを 130°C で 16 時間加熱した後、デシケーター中で放冷したものであつて、分析対象農薬の保持時間にピークを生じないもの

(c) クロマトグラフ管

カラム充てん剤 8g をヘキサンのかゆ状にしてカラム用管に流し込み、更にカラム用管に縦横の振動を与え、カラム充てん剤を均一に充てんし、上層に硫酸

ナトリウム(無水)5gを積層したもの

(7) ガスクロマトグラフ

(a) キャピラリーカラム

内径0.2～約0.7mm、長さ10～30mの熔融シリカ若しくは硬質ガラス製のものであつて、内面にジメチルポリシロキサンを0.1～1.0 μ mの厚さで被覆したもの又はこれと同等の分離性能を有するもの

(b) 検出器

(ア) アルカリ熱イオン化検出器

流量が空気で毎分100～180ml及び水素で毎分2～10mlのものであつて、検出器槽温度250～280℃のもの

(イ) 電子捕獲検出器

検出器槽温度250～340℃のもの

(c) キャリヤーガス

ヘリウム(99.9999vol%以上)又は窒素(日本産業規格K1107の1級)

(d) キャリヤーガス制御部

内径0.2～約0.5mmのカラムに対して線速度を毎秒20～40cmに保つことができるもの

(e) メイクアップガス

電子捕獲検出器では窒素(日本産業規格K1107の1級)、アルカリ熱イオン化検出器では窒素(日本産業規格K1107の1級)又はヘリウム(99.9999vol%以上)であつて、流量を毎分30～60mlとしたもの

(f) 試料導入部

温度をスプリットレス方式の場合は200～270℃、コールドオンカラム方式の場合は50～100℃に保つことができるもの

(g) カラム槽

溶媒がヘキサンの場合は、50～60℃で2分間保ち、50(60)～約260℃の範囲で、毎分2～20℃の昇温を行うことができるもの、溶媒がアセトンの場合は、40～50℃で2分間保ち、40(50)～約260℃の範囲で、毎分2～20℃の昇温を行うことができるもの

(8) 振とう機

(9) 濃縮器

クデルナ・ダニッシュ濃縮器又はロータリーエバポレーターであつて、濃縮時に試料溶媒に接触する部分のガラス器具類をあらかじめ水及びアセトンで洗浄し

たもの

3 試験操作

(1) 前処理

(a) 溶媒抽出

(ア) 試料1lを分液漏斗に採り、塩化ナトリウム50g及びジクロロメタン100mlを加え、振とう機を用いて約10分間振とうする。

(イ) 放置後、ジクロロメタン層を三角フラスコ500mlに移す。分液漏斗の水層にジクロロメタン100mlを加え、再び振とう機を用いて約10分間振とうし、放置後、ジクロロメタン層を先の三角フラスコに合わせる。

(ウ) ジクロロメタン層に硫酸ナトリウム(無水)約30gを用いて脱水した後、濃縮器を用いて約5mlに濃縮する。

(エ) 濃縮液にヘキサン約50mlを加え、濃縮器を用いて、5mlに定容する。

(オ) 空試験として水1lを分液漏斗に採り、(ア)から(エ)までの操作を行う。

(b) 固相抽出(注3)

(ア) 試料200mlを固相カラムに吸引しながら毎分10~20mlで流下させる。

(イ) 水10mlを流し、カラムを洗浄した後、約10分間吸引又は遠心分離等で水分を分離除去する。

(ウ) 固相カラムの上端からアセトン3mlを緩やかに通し、分析対象農薬を溶出させ、試験管に受ける。

(エ) 溶出液に窒素ガスを緩やかに吹き付けて2mlに定容する。

(オ) 次のカラムクロマトグラフ法によるクリーンアップ操作が必要な時には、(エ)の濃縮液2mlにヘキサン約50mlを加え、濃縮器を用いて、溶液を6~7mlになるまで濃縮する。

(カ) 濃縮液に窒素ガスを緩やかに吹き付けて2mlに定容する。

(キ) 空試験として、水200mlを用いて、(ア)から(カ)まで(クリーンアップ操作省略の時には(ア)から(エ)まで)の操作を行う。

(2) クリーンアップ

妨害物質がない時は、次のクリーンアップ操作を省略して(3)の操作に移る。カラムクロマトグラフ法の選択は妨害物質の内容より決める。

なお、充てん剤のロット等により分析対象農薬の流出範囲が変わるので、流出範囲を確認するものとする。

(a) フロリジルカラムクロマトグラフ法

(ア) 溶媒抽出では(1)の(a)の(エ)のヘキサン濃縮液1ml、固相抽出では(1)の(b)

の(カ)のヘキサン転溶液1mlをフロリジルクロマトグラフ管に注ぎ流下させる。

(イ) ヘキサン溶離液100mlを流下させ、ヘキサン溶出液を捨てる。引き続き、35vol%ジエチルエーテル含有ヘキサン溶離液100mlを毎分約1mlで流下させ、分析対象農薬を溶出させる。

(b) シリカゲルカラムクロマトグラフ法

(ア) 溶媒抽出では(1)の(a)の(エ)のヘキサン濃縮液1ml、固相抽出では(1)の(b)の(カ)のヘキサン転溶液1mlをシリカゲルクロマトグラフ管に注ぎ流下させる。

(イ) ヘキサン溶離液80mlを流下させ、ヘキサン溶出液を捨てる。引き続き、35vol%ジエチルエーテル含有ヘキサン溶離液100mlを毎分約1mlで流下させ、チオベンカルブを溶出させる。更にアセトン溶離液100mlを毎分約1mlで流下し、シマジンを溶出させる。

(c) 濃縮器を用いて、約40℃の水浴上で(a)及び(b)の35vol%ジエチルエーテル含有ヘキサン溶出液並びに(b)のアセトン溶出液をそれぞれ約10mlになるまで濃縮し、更にそれぞれにヘキサン約100mlを加えた後、濃縮器及び窒素ガスを用いて1mlに定容する。

(d) 空試験として、(1)の(a)の(オ)及び(1)の(b)の(キ)で得たヘキサン濃縮液についても、(a)から(c)までの操作を行う。

(3) 分析

(a) 混合標準原液又は単独標準原液1 μ lをマイクロシリンジを用いて採り、スプリットレス又はコールドオンカラム方式でガスクロマトグラフに注入し、クロマトグラムを記録し、分析対象農薬の保持時間に相当するピークの位置を確認しておく。

(b) (2)の(c)で得たヘキサン濃縮液(クリーンアップ操作省略の時には、溶媒抽出では(1)の(a)の(エ)で得たヘキサン濃縮液、固相抽出では(1)の(b)の(エ)で得たアセトン濃縮液)1 μ lを(a)と同じ操作を行って、ガスクロマトグラムを記録し、保持時間が標準物質と一致していることを確認し、保持時間に相当する位置のピークについて、ピーク面積又はピーク高さを測定する。

(c) あらかじめ4により作成した検量線を用いて分析対象農薬の量を求め、試料中の濃度を算出する。

(d) 空試験として、(2)の(d)で得たヘキサン濃縮液(クリーンアップ操作省略の時には、溶媒抽出では(1)の(a)の(オ)で得たヘキサン濃縮液、固相抽出では(1)の(b)

の(キ)で得たアセトン濃縮液)についても(b)の操作を行って、分析対象農薬の保持時間に相当するピークが検出され、そのピーク面積又はピーク高さが定量限界値の0.20以上である場合には、前処理から再度操作を行う。

(注3) 浮遊物が多いときはあらかじめろ過する。浮遊物はアセトンで洗い、この洗液を固相カラムの溶出液に合わせる。

4 検量線の作成

(1) 混合標準原液又は単独標準原液0.5~20mlを全量フラスコ100mlに段階的に採り、ヘキサンを標線まで加える。同様に、アセトンを標線まで加えたものも作る。この混合標準液1 μ lをガスクロマトグラフに注入し、クロマトグラムを記録し、分析対象農薬の量とピーク面積又はピーク高さとの関係線を作成する。

(2) 検量線の作成は試料測定時に行う。

備考

この測定方法における用語の定義その他でこの測定方法に定めのない事項については、日本産業規格に定めるところによる。

付表7

1, 4-ジオキサンの測定方法

第1 活性炭抽出-ガスクロマトグラフ質量分析法

1 試薬

(1) 水

日本産業規格K0557に規定するA3又はA4のもの(注1)

(2) アセトン

日本産業規格K8034に定めるもの(注1)

(3) メタノール

日本産業規格K8891に定めるもの(注1)

(4) 1, 4-ジオキサン

日本産業規格K8461に定めるもの

(5) 1, 4-ジオキサン標準原液(1g/L)

1, 4-ジオキサン標準物質100mgを全量フラスコ100mlに採り、メタノールを標線まで加えたもの(注2)(注3)

(6) 1, 4-ジオキサン標準液(100mg/L)

1, 4-ジオキサン標準原液10mlを全量フラスコ100mlに採り、メタノールを標線まで加えたもの(注2)

(7) サロゲート原液(1g/L)

1, 4-ジオキサン-d8標準品100mgを全量フラスコ100mlに採り、メタノールを標線まで加えたもの(注2)

(8) サロゲート溶液(100mg/L)

サロゲート原液10mlを全量フラスコ100mlに採り、水を標線まで加えたもの(注4)

(9) 内標準原液(1g/L)

メタノール適量及び4-ブロモフルオロベンゼン100mgを全量フラスコ100mlに採り、メタノールを標線まで加えたもの(注5)

(10) 内標準液(100mg/L)

内標準原液10mlを全量フラスコ100mlに採り、アセトンを標線まで加えたもの(注2)

(注1) 1, 4-ジオキサンを含まないことを確認しておく。

(注2) 暗所-20℃以下で保存する。

(注3) 標準原液は、アセトンで調製してもよいが、添加回収試験等で試料に加え

る標準液に含まれるアセトンの量は、試料体積の0.005%以下とする(200mlの試料では、10 μ l以下)。これを超えると急激に回収率が低下し、0.1%では回収率が30%程度となる。

(注4) 暗所4℃で保存し、保存期間は1か月とする。

(注5) 市販のVOC用の4-ブロモフルオロベンゼン(1,000mg/Lメタノール溶液)を用いてもよい。この場合、暗所-20℃以下で保存する。

2 器具及び装置

(1) カートリッジ型活性炭カラム

アセトン20ml及び水40mlを順に通水してコンディショニングしたもの(注1)

(2) カートリッジ型ODS又はポリスチレン樹脂充填カラム(注1)(注6)

あらかじめアセトン10mlと水20mlで洗浄したもの

(3) 固相抽出装置

加圧通水式のもの(注7)

(4) ガスクロマトグラフ質量分析計

(a) キャピラリーカラム

内径0.25mm、長さ30mの化学結合型溶融シリカ製のものがあつて、内面にポリエチレングリコールを0.5 μ m程度の厚さで被覆したもの又はこれと同等の分離性能を有するもの(注8)

(b) 検出器

選択イオン検出法又はこれと同等の性能を有する方法(注9)でクロマトグラフ測定が可能な四重極型、磁場型又はイオントラップ型のもの

(c) キャリヤーガス

ヘリウム(純度99.9999vol%以上)であつて線速度を毎秒40cmとしたもの

(d) カラム槽昇温プログラム

40℃で1分保ち、40～約150℃の範囲で毎分5℃の昇温を行うことができるもの

(e) 注入口

温度を200℃程度に保つことができるもの

(f) 注入部

スプリットレス法により2分後にパージオフできるもの

(注6) 疎水性物質による妨害が認められた場合は、活性炭カラムの上部に装着することにより妨害を取り除くことができる。この方法は、浮遊物質による目詰まり防止に有効である。

(注7) サロゲート物質の回収率が50～120%で安定的に得られることを確認した上で、吸引通水式のものをを用いてもよい。

(注8) 1, 4-ジオキサンの測定には、高極性及び高膜厚のカラムが適している。

(注9) 感度が十分であれば、スキャンニング法が望ましい。

3 試料の採取及び運搬

2回分析ができるように試料500ml以上をガラス瓶に入れ、冷蔵状態で梱包して運搬する。

4 試験操作

(1) 前処理

試料水200ml(注10)にサロゲート溶液を50 μ l添加して十分混合後、活性炭カートリッジカラムを直列に2本接続(注11)したものに、毎分10ml以下で通過させる(注12)。次に、水10mlでカートリッジを洗浄後、窒素ガスを20分以上パージして脱水する(注13)。溶出は、通水と逆方向にアセトン5mlを毎分1mlで流して行う。得られた溶出液を窒素気流下で1mlに濃縮し、試料処理液とする(注14)。

(2) 試料液の調製

試料処理液に内標準液を10 μ l加えてガスクロマトグラフ質量分析用試料とする。

(3) 空試験液の調製

水200mlにサロゲート溶液を50 μ l加えて(1)及び(2)と同様に操作して得られる液を空試験液とする。

(4) 添加回収試験液の調製

水200mlに所定量の対象物質及びサロゲート溶液50 μ lを加えて十分混合後、60分放置して(1)及び(2)に従って操作を行い、得られた試料液を添加回収試験液とする(注15)。

(5) 分析

(a) 表に掲げる質量数を用い、モニターする。

表 質量数

物質名	定量用質量数(確認用質量数)
1, 4-ジオキサン	88(58)
1, 4-ジオキサン-d8	96(64)
4-ブロモフルオロベンゼン	174(95)

(b) 空試験液、ガスクロマトグラフ質量分析用試料及び添加回収試験液(注15)を

注入して測定を行い、あらかじめ5により作成した検量線を用いて検出量を求め、次式により試料中の濃度を算出する(注16)。

$$\text{濃度}(\mu\text{g/L}) = (\text{検出量}(\mu\text{g}) - \text{空試験液の検出量}(\mu\text{g})) / \text{試料量(L)}$$

なお、一定時間ごとに検量線の間濃度の標準液を測定し、期待値の20%以内の変動であることを確認する。20%を超えている場合は、ガスクロマトグラフ質量分析計を再調整後、検量線を作成し直して測定を行う。

(注10) 装置検出限界が低い場合は、試料量を減らしてもよい。その場合、それに比例してサロゲート及び内標準の添加量を変えること。

(注11) 1本でサロゲート物質の回収率が50%を超える場合は、1本でもよい。

(注12) 通水速度が遅いほど、回収率は向上する。毎分5mlと10mlでは、5mlの回収率が10~20%良い。

(注13) アスピレーターでの吸引や遠心分離等を組み合わせて水を除いてもよい。いずれの方法でも、水分除去が不十分な場合は、ピーク形状が不良になり定量精度に影響を及ぼし、脱水し過ぎた場合は、揮散ロスを生ずることがあるので、20分は目安の時間とする。

(注14) 装置の感度が十分得られる場合は、窒素吹き付けによる濃縮を行わずに、アセトンで5ml又は10mlに定容してもよい。

(注15) 実試料を分析する前に添加回収試験を行い、1, 4-ジオキサンの回収率が70~120%であり、かつ、サロゲートの回収率が50~120%であることを確認する。

(注16) 選択イオン検出法では、対象物質(サロゲート物質)の定量イオン及び確認イオンのピークが、予想保持時間の±5秒以内に出現し、定量イオンと確認イオンのピーク強度比が予想値と±20%以内で一致した場合、物質が存在しているとみなす(最終試料液の濃縮等により、マススペクトルが測定できる場合は、マススペクトルによる確認が望ましい)。

スキャンニング法では、対象物質(サロゲート物質)のピークが、予想保持時間の±5秒以内に出現し、マススペクトルが標準物質のスペクトルと一致した場合、物質が存在しているとみなす。

5 検量線の作成

検量線標準液として使用するために、1, 4-ジオキサン標準液を0~200 μ lの範囲で段階的に採り、それらにサロゲート溶液を加え5 μ g/mlとなるようにし、アセトンで5mlに希釈する。また、サロゲート溶液を0~250 μ lの範囲で段階的に採り、それらに内標準液(4-ブロモフルオロベンゼン)を加え1 μ g/mlとなるようにし、アセ

トンで5mlに希釈する。なお、検量線用標準液は、使用時に調製すること。

調製した検量線用標準液を、それぞれ1~2 μ lずつガスクロマトグラフに注入し、対象物質及びサロゲート物質並びにサロゲート物質及び内標準物質(4-ブロモフルオロベンゼン)のピーク面積比により検量線を作成し、前者を対象物質の定量に、後者をサロゲートの回収率の算出に用いる。

第2 パージ・トラップーガスクロマトグラフ質量分析法

1 試薬

(1) 水

日本産業規格K0557に規定するA3又はA4のもの(A4の水の方が望ましい)(注17)

(2) メタノール

日本産業規格K8891に定めるもの(注18)

(3) 1, 4-ジオキサン

日本産業規格K8461に定めるもの

(4) 1, 4-ジオキサン標準原液(1g/L)

1, 4-ジオキサン標準物質100mgを全量フラスコ100mlに採り、メタノールを標線まで加えたもの(注19)(注20)

(5) 1, 4-ジオキサン標準液(100mg/L)

1, 4-ジオキサン標準原液10mlを全量フラスコ100mlに採り、メタノールを標線まで加えたもの(注19)

(6) 内標準原液(1g/L)

1, 4-ジオキサシ- d_8 標準品100mgを全量フラスコ100mlに採り、メタノールを標線まで加えたもの(注19)(注20)

(7) 内標準液(10mg/L)

メタノールを50~90ml程度入れた100ml全量フラスコに、内標準原液1mlを採り、メタノールで100mlとしたもの(注19)(注21)

(注17) 同等な品質に精製が必要な場合には、水1~3Lを三角フラスコに採り、これを強く加熱して煮沸し、液量が約1/3になるまで続け、直ちに環境からの汚染がない場所に放置して冷却する(加熱が弱いと十分に揮発性有機化合物を除去することができない。)。また、市販の揮発性有機化合物試験用の水、ミネラルウォーター等を用いてもよい。その場合、使用前に空試験を行い、使用の適否を確認する。

(注18) 水質試験用、トリハロメタン測定用等を用いてもよい。その場合、使用前に空試験を行い、使用の適否を確認する。

(注19) 暗所 -20°C 以下で保存する。

(注20) 濃度保証された市販の分析用標準液等を用いてもよい。

(注21) 使用時に調製する。ただし、調製した標準品を直ちに冷却し、氷水等を用いた冷却条件下でアンプルに移し、溶封して冷暗所に保存すれば、1か月は保存できる。それ以上の期間を経過したものは、純度を確認してから使用する。

2 器具及び装置

(1) 試料容器

40～250mlのガラス製容器でねじぶた付のもの(あらかじめ日本産業規格K0557に規定するA2又はA3の水で洗浄した後、 $105\pm 2^{\circ}\text{C}$ で約3時間加熱し、デシケーター中で放冷する。放冷後、キャップを堅く締め、汚染のない場所に保管する。ねじぶたは、四ふつ化エテン樹脂フィルム又は同等の品質のもので内貼り(注22)したものをを用いる。)

(2) パージ・トラップ装置(注23)(注24)

(a) パージ容器

0.5～25mlの試料を注入できるガラス容器又はそれに試料導入部をもつもの(あらかじめ日本産業規格K0557に規定するA2又はA3の水で洗浄した後、 $105\pm 2^{\circ}\text{C}$ で約3時間加熱し、デシケーター中で放冷する。)

(b) パージ容器恒温装置

パージ容器を室温より $5\sim 60^{\circ}\text{C}$ 高い温度で一定温度に保持できるもの

(c) トラップ用管

内径 $0.5\sim 5\text{mm}$ 、長さ $50\sim 305\text{mm}$ の石英ガラス管、ステンレス鋼製管又は内面を不活性処理したステンレス鋼製のもの

(d) トラップ管充てん剤

2, 6-ジフェニル-1, 4-ジフェノキシドポリマー(粒径 $177\sim 250\mu\text{m}$ 又は $250\sim 500\mu\text{m}$)、活性炭(粒径 $250\sim 500\mu\text{m}$)又はこれらと同等の性能を持つもの(注25)を含むもの

(e) トラップ管

トラップ管充てん剤をトラップ用管に充てん(注26)したもの(使用に先立ってヘリウムを毎分 $20\sim 90\text{ml}$ で流しながら、トラップ管の再生温度で $30\sim 60$ 分間加熱する(注27)。)

(f) トラップ管加熱装置

パージ時にトラップ管を室温より $5\sim 40^{\circ}\text{C}$ 高い温度に保ち、さらに、トラップ管に捕集した揮発性有機化合物の加熱脱着のために1分間以内に約 $180\sim 280^{\circ}\text{C}$

まで加熱でき、約4分間以上脱着温度を保つことができるもの

(g) パージガス

ヘリウム(純度99.9999vol%以上)又は窒素(日本産業規格K1107に規定する高純度窒素1級)(注28)であつて、流量を毎分20~60mlの範囲で一定に調節したものの

(h) 冷却凝縮装置(注29)

内面に不活性処理を施した内径0.53mmのステンレス管、内径0.32~0.53mmの石英ガラス管又はキャピラリーカラムで、凝縮時に-30℃以下に冷却ができ、かつ、脱着時には1分間以内にカラム槽の温度まで、又は200℃程度に加熱できるもの

(3) ガスクロマトグラフ質量分析計(注30)

(a) ガスクロマトグラフ

(ア) キャピラリーカラム(注31)

内径0.2~0.32mm、長さ25~120mの石英ガラス製、硬質ガラス製又は内面を不活性処理したステンレス鋼製のものであつて、内面にフェニルメチルポリシロキサン若しくはジメチルポリシロキサンを0.1~3μmの厚さで被覆したもの又はこれと同等の分離性能を有するもの

(イ) キャリヤーガス

ヘリウム(純度99.9999vol%以上)(注28)であつて、線速度を毎秒20~40cmとしたもの

(ウ) カラム槽昇温プログラム

35~230℃で0.5℃以内の温度調節の精度があり、昇温が可能なもの(例えば、40℃に約1分間保ち、毎分2~10℃で230℃まで昇温を行うことができるもの)

(エ) インターフェース部

温度を150~280℃に保つことができるもの

(b) 質量分析計

(ア) 検出器

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

(イ) イオン源

温度を150~250℃に保つことができるもの

(注22) 四ふつ化エテン樹脂フィルムは、厚さ50μm程度のものを使用する。

(注23) あらかじめ装置の取扱説明書等に従って洗浄し、試験操作に支障がないことを確認する。

(注24) パージ・トラップ装置の最適条件は、吸着剤の種類や使用量等によつて異なるので、十分な回収が得られる条件をあらかじめ求めておく。パージ条件はトラップ管の破過容量を超えないよう注意する。

(注25) 2, 6-ジフェニル-1, 4-ジフェノキシドポリマーは、TenaxTA等の名称で市販されている。

(注26) 通常は2, 6-ジフェニル-1, 4-ジフェノキシドポリマーを単独で用いることもあるが、活性炭又は活性炭及びシリカゲルを併せて用いてもよい。この場合、あらかじめ対象とする揮発性有機化合物が定量的に吸着、脱着されることを確認しておく。活性炭又はシリカゲルを用いた場合には、水分除去の操作を必ず行う。

(注27) トラップ管は、この他に試料の測定ごとに、再生温度(約180~280℃)でヘリウムの流量を毎分20~90mlとして、10分間程度通気する。

(注28) パージガスやキャリアーガスから対象とする物質が検出された場合は、モレキュラーシーブ等を充てんした精製管で精製する必要がある。

(注29) クライオフォーカス装置ともいう。検出ピークを鋭くするために、トラップ管の後段に位置し、トラップ管で加熱脱着した揮発性有機化合物の吸着帯を狭める装置であるが、この装置を用いないで検出ピーク幅を狭める機能を備えているスプリット導入装置等もある。冷却凝縮装置を使用する場合は、あらかじめ各成分のピーク形状や再現性について確認する。

(注30) 用いるガスクロマトグラフ質量分析計やカラムにより最適な条件を設定する。例えば、内標準物質又は揮発性有機化合物を用いて、4に準じて操作をし、 $0.1 \mu\text{g/L}$ が定量できる感度に調節しておく。内標準物質として、1, 4-ジオキササン-d8を用いる場合は、 $5 \mu\text{g/L}$ が定量できる感度に調節しておく。

(注31) 用いるカラムとしては、この他に内径0.53mm以上(例えば、内径が0.53~0.75mm、長さ30~120m)のものも使用できる。

3 試料の採取及び保存

試料容器を採取試料で数回共洗いしてから、試料を泡立たないように静かに採取容器に移し入れ、気泡が残らないように満たして密栓する。試料を運搬する場合には、汚染のない運搬用容器を用いて遮光及び冷蔵する。試験は試料採取後直ちに行う。直ちに行えない場合には、4℃以下の暗所で凍結させないで保存し、できるだけ早く試験する(注32)。

(注32) 試料の採取及び保存において、揮発性有機化合物は、揮散、揮発等によって濃度が増加するので注意が必要である。揮発性有機化合物の安定性は物質によつて異なるが、試料中の揮発性有機化合物の濃度が低い場合は、試料を暗所で保存する場合でも、物質によつては揮発性有機化合物の濃度が急激に低下するものもある。

4 試験操作

(1) 測定用試料の調製

試料の適量(0.5～25mlの一定量、例えば5ml)を泡立てないようにパージ容器に全量ピペット等で静かに注入し、内標準液(1, 4-ジオキサン-d8)を加えて20 $\mu\text{g}/\text{L}$ となるようにし、測定用試料とする(注33)。

(2) 空試験液の調製

試料と同量の水を用いて(1)と同様に操作して得られる液を、空試験液とする(注33)(注34)。

(3) 添加回収試験液の調製

パージ容器中の試料に1, 4-ジオキサン標準液を加えて5～50 $\mu\text{g}/\text{L}$ とし、更に内標準液(1, 4-ジオキサン-d8)を加えて20 $\mu\text{g}/\text{L}$ となるようにして得られる液を添加回収試験液とする(注33)(注35)。

(4) 分析

(a) パージ容器をパージ容器恒温装置に入れ、試料の温度を一定(例えば、40℃以下)にする。トラップ管の温度が室温程度であることを確認して、パージガスを一定量通気して対象物質を気相中に移動させてトラップ管に捕集する。

(b) トラップ管を加熱し対象物質を脱着させ、冷却凝縮装置に吸着(注36)させる。次に、冷却凝縮装置を加熱(注36)し、対象物質をガスクロマトグラフ質量分析計に導入する。

(c) ガスクロマトグラフ質量分析では、あらかじめ設定した特有の質量数について選択イオン検出法又はこれと同等の方法によつて測定を行い、そのクロマトグラムを記録する。特有の質量数の例として、1, 4-ジオキサンでは88、58、内標準(1, 4-ジオキサン-d8)では96、64がある(注37)。

(d) 保持時間並びに定量用質量数及び確認用質量数のイオン強度比を確認し、該当するピーク面積を測定する。

(e) 1, 4-ジオキサン及び内標準(1, 4-ジオキサン-d8)のピーク面積比並びに内標準(1, 4-ジオキサン-d8)の添加量から、あらかじめ5により作成した検量線を用いて、1, 4-ジオキサンの量を求め、次式によつて試料中の1, 4-ジオ

キサンの濃度を計算する(注38)。

$$\text{濃度}(\mu\text{g/L}) = (\text{検出量}(\mu\text{g}) - \text{空試験液の検出量}(\mu\text{g})) / \text{試料量(L)}$$

(注33) 装置によつては、パージ容器の代わりにバイアルを用いる。測定用試料をバイアル中で調製した場合は、バイアルをパージ・トラップ装置にセットし、パージ・トラップ装置の取扱説明書等に従つて操作し、測定用試料の一部又は全量をパージ容器に移し入れる。

(注34) 空試験値については、可能な限り低減化を図る。

(注35) 試料中の対象物質濃度や試験操作条件に応じて適切な濃度範囲を決める。実試料を分析する前に添加回収試験を行い、1, 4-ジオキサンの回収率が70～120%であることを確認する。

(注36) 冷却凝縮装置を使用しない場合は、この操作は省略できる。

(注37) 特有の質量数は、イオン強度が大きく、実試料で妨害のないものを設定する。ここで示した例を参考に、最適な質量数を2つ選定し、強度の大きいものを定量用、他方を確認用とする。

(注38) 1, 4-ジオキサンは、その保持時間が加えた内標準(1, 4-ジオキサン-d8)の保持時間と一致し、検量線作成時の保持時間に対して±5秒以内に出現し、かつ、定量イオンと確認イオンの強度比が検量線作成時の強度比の±20%以内であれば、測定試料中に存在しているとみなす。

5 検量線の作成

1, 4-ジオキサン標準原液をメタノールで希釈し、0.25～250 μg/mlの1, 4-ジオキサン標準液を調製する。

4の(1)に従つて、試料と同量の水に1, 4-ジオキサン標準液を加えて5～50 μg/Lとし、更に内標準液(1, 4-ジオキサン-d8)を加えて20 μg/Lとなるようにする(注35)。

これについて、試料と同様にパージ・トラップーガスクロマトグラフ質量分析計による測定を行い、1, 4-ジオキサン及び内標準(1, 4-ジオキサン-d8)の含有量比及びピーク面積比による検量線を作成する。

第3 ヘッドスペースーガスクロマトグラフ質量分析法

1 試薬

- (1) 第2の1の(1)に掲げる水
- (2) 塩化ナトリウム
日本産業規格K8150に定めるもの
- (3) 第2の1の(2)に掲げるメタノール

- (4) 第2の1の(3)に掲げる1, 4—ジオキサン
- (5) 第2の1の(4)に掲げる1, 4—ジオキサン標準原液(1g/L)
- (6) 第2の1の(5)に掲げる1, 4—ジオキサン標準液(100mg/L)
- (7) 第2の1の(6)に掲げる内標準原液(1g/L)
- (8) 第2の1の(7)に掲げる内標準液(10mg/L)

2 器具及び装置

- (1) 第2の2の(1)に掲げる試料容器
- (2) ヘッドスペース装置(注39)

- (a) バイアル

試料10~100mlを入れたとき、15~60%の空間が残る、同形で同じ容量のガラス製容器であつて、バイアル用ゴム栓で密栓でき、加熱しても気密性が保てるもの(あらかじめ日本産業規格K0557に規定するA2又はA3の水で洗浄した後、105±2℃で約3時間加熱し、デシケーター中で放冷する。)

- (b) バイアル用ゴム栓

バイアルを密栓できるもの(注40)

- (c) 四ふつ化エテン樹脂フィルム

厚さ50μm程度(注41)の四ふつ化エテン樹脂フィルム又は同等の性能をもつもので、バイアルとバイアル用ゴム栓の間に挿入した場合に試料とバイアル用ゴム栓が接触しない大きさのもの

- (d) アルミニウムキャップ

バイアルとバイアル用ゴム栓を固定できるもの

- (e) アルミニウムキャップ締め器

アルミニウムキャップをバイアルに締めて固定できるもの

- (f) 恒温槽

25~70℃の範囲で、設定温度に対して±0.5℃に調整でき、30~120分間保持できるもの

- (g) ガスタイトシリンジ

容量20~5000μlの適当な容量のもので、気密性の高いもの(注42)

- (3) ガスクロマトグラフ質量分析計(注43)

- (a) ガスクロマトグラフ

- (ア) 第2の2の(3)の(a)の(ア)に掲げるキャピラリーカラム

- (イ) 第2の2の(3)の(a)の(イ)に掲げるキャリアーガス

- (ウ) カラム槽昇温プログラムは第2の2の(3)の(a)の(ウ)による。

(エ) インターフェース部は第2の2の(3)の(a)の(エ)による。

(オ) 試料導入方法

スプリット方式、スプリットレス方式又は全量導入方式による(注44)。

(カ) 試料導入部

温度を150～250℃に保つことができるもの

(b) 第2の2の(3)の(b)に掲げる質量分析計

(注39) あらかじめ装置の取扱説明書等に従って洗浄し、試験操作に支障がないことを確認する。

(注40) シリコン製のもので、凹凸のない平面のものが使用しやすい。

(注41) 厚さが50 μ m程度でない場合、長時間では揮散することがある。

(注42) ヘッドスペースからの試料の採取及びキャピラリーカラムへの導入は、自動注入法としてシリンジ方式、ループ方式及び圧力バランス方式がある。また、トラップ機能を有する装置の場合、トラップ管による導入も可能である。その場合、ヘッドスペース装置の最適条件は、吸着剤の種類、使用量等によつて異なるので、十分な回収が得られる条件をあらかじめ求めておき、トラップ管の破過容量を超えないように注意する。

(注43) 用いるガスクロマトグラフ質量分析計やカラムにより最適な条件を設定する。例えば、内標準物質又は揮発性有機化合物を用いて、4に準じて操作をし、0.2 μ g/Lが定量できる感度に調節しておく。内標準物質として1, 4-ジオキサン-d8を用いる場合は、5 μ g/Lが定量できる感度に調節しておく。

(注44) 導入試料量が多い場合には、スプリット方式がよい。

3 試料の採取及び保存は、第2の3に定める方法による。

4 試験操作

(1) 測定用試料の調製

(a) バイアルに試料10mlにつき塩化ナトリウム3gを加える(注45)。

(b) 試料の適量(10～100mlの一定量、例えば10ml)(注46)を泡立てないようにバイアルに全量ピペット等で静かに注入し、内標準液(1, 4-ジオキサン-d8)を加えて20 μ g/Lとなるようにし、測定用試料とする。

(c) 直ちに四ふつ化エテン樹脂フィルムを載せ、バイアル用ゴム栓をし、その上からアルミニウムキャップを載せ、アルミニウムキャップ締め器でバイアルとバイアル用ゴム栓を固定する。

(d) バイアルを塩化ナトリウムが溶けるまで振り混ぜた後、25～70℃の範囲で設定した恒温槽で、30～120分間静置する。

(2) 空試験液の調製

試料と同量の水を用いて(1)と同様に操作して得られる液を、空試験液とする(注47)。

(3) 添加回収試験液の調製

バイアル中の試料に1, 4-ジオキサン標準液を加えて5~50 $\mu\text{g/L}$ とし、更に内標準液(1, 4-ジオキサン-d8)を加えて20 $\mu\text{g/L}$ となるようにして得られる液を添加回収試験液とする(注46)(注48)。

(4) 分析

(a) バイアル用ゴム栓を通して、ガスタイトシリンジ(注49)を用いて気相の一定量を取り、直ちに2の(3)の(a)の(オ)の試料導入方法によつてガスクロマトグラフ質量分析計に注入する。

(b) 質量数による測定は、第2の4の(4)の(c)に掲げる方法による。

(c) 保持時間並びに定量用質量数及び確認用質量数のイオン強度比を確認し、該当するピーク面積を測定する。

(d) 試料中の1, 4-ジオキサン濃度の計算は、第2の4の(4)の(e)に掲げる方法による。

(注45) 塩化ナトリウムの添加は、試料の塩類濃度の違いによる測定値の変動を防ぐとともに、塩析効果による感度増加を考慮したものである。なお、試料採取量を変えた場合は、採取量に応じて塩化ナトリウムの添加量を増減させるとよい。

(注46) バイアル中の気相の割合が15~60%になるように試料又は水を採取する。

(注47) 空試験値については、可能な限り低減化を図る。

(注48) 試料中の対象物質濃度や試験操作条件に応じて適切な濃度範囲を決める。実試料を分析する前に添加回収試験を行い、1, 4-ジオキサンの回収率が70~120%であることを確認する。

(注49) 検量線作成に用いたものと同じものを用いる。ただし、恒温槽の温度が30°C以上の場合、バイアルの気相の試料採取時には、ガスタイトシリンジを同じ温度以上に保温する。

5 検量線の作成

1, 4-ジオキサン標準原液をメタノールで希釈し、1~500 $\mu\text{g/ml}$ の1, 4-ジオキサン標準液を調製する。

4の(1)に従つて、試料と同量の水に1, 4-ジオキサン標準液を加えて5~50 $\mu\text{g/L}$

とし、更に内標準液(1, 4-ジオキサン-d8)を加えて $20 \mu\text{g/L}$ となるようにする。

これについて、試料と同様にヘッドスペース-ガスクロマトグラフ質量分析計による測定を行い、1, 4-ジオキサン及び内標準(1, 4-ジオキサン-d8)の含有量比及びピーク面積比による検量線を作成する。

備考

- 1 第2の方法は、日本産業規格K0125の「5.1 パージ・トラップ-ガスクロマトグラフ質量分析法」に規定された方法に基づいており、ジクロロメタンやベンゼン等の1, 4-ジオキサン以外の揮発性有機化合物の標準物質及び必要な内標準物質(フルオロベンゼン、4-ブロモフルオロベンゼン等)を追加し、同時分析が可能である(ただし、揮発性の高い塩化ビニルは除く。)。また、1, 4-ジオキサンについて、装置の感度が十分得られない場合に、パージ時間を長くすることにより対応することがあるが、これにより、他の揮発性有機化合物がトラップ管から破過したり、トラップ管充てん剤が水分の影響を受けたりするおそれがあるので注意する。
- 2 第3の方法は、日本産業規格K0125の「5.2 ヘッドスペース-ガスクロマトグラフ質量分析法」に規定された方法に基づいており、ジクロロメタンやベンゼン等の1, 4-ジオキサン以外の揮発性有機化合物の標準物質及び必要な内標準物質(フルオロベンゼン、4-ブロモフルオロベンゼン等)を追加し、同時分析が可能である(ただし、揮発性が高い塩化ビニルは除く。)
- 3 これらの測定法の定量下限は、いずれも $5 \mu\text{g/L}$ である。
- 4 ここで示す商品は、これらの測定法使用者の便宜のために、一般に入手できるものとして例示したが、これらを推奨するものではない。これと同等以上の品質、性能のものを用いてもよい。
- 5 この測定方法における用語の定義その他この測定方法に定めのない事項については、日本産業規格に定めるところによる。

付表8

浮遊物質(SS)の測定方法

1 器具及び装置

(1) ろ過器

(2) ろ過材

孔径 $1\mu\text{m}$ で直径 $24\sim 55\text{mm}$ のガラス繊維ろ紙

(3) 乾燥器

$105\sim 110^{\circ}\text{C}$ に温度が調節できるもの

2 試験操作

(1) ろ過材をあらかじめろ過器に取り付け、水で十分に吸引洗浄する。このろ過材を $105\sim 110^{\circ}\text{C}$ の乾燥器中で2時間乾燥し、デシケーター中で放冷した後、質量を求める。

(2) このろ過材を適当なろ過器に固定し、網目 2mm のふるいを通した試料の適量(乾燥後の浮遊物質が 2mg 以上になるようにする。)を注ぎ入れ、吸引ろ過する。更に吸引を続けながら試料容器及びろ過器の壁に付着した浮遊物質を水でろ過材の上に洗い落とし、これを水で数回洗浄した後、水分をできるだけ吸引する。

(3) このろ過材をろ過器から取り外して時計皿等の上に移し、 $105\sim 110^{\circ}\text{C}$ の乾燥器中で2時間乾燥した後、デシケーター中で放冷する。

(4) このろ過材及び浮遊物質の質量を量り、次式によつて試料の浮遊物質量を算出する。

$$\text{浮遊物質量}(\text{mg}/\text{l})=(a-b)\times(1,000/\text{試料量}(\text{ml}))$$

この式において、 a 及び b は、それぞれ次の値を表す。

a ろ過乾燥後のろ過材及び浮遊物質の質量(mg)

b ろ過材の質量(mg)

備考

この測定方法における用語の定義その他でこの測定方法に定めのない事項については、日本産業規格に定めるところによる。

表9

ノニルフェノールの測定方法

1 試薬

(1) 水

日本産業規格K0557に規定するA1、A2、A3又はA4のもの(注1)

(2) ヘキサン

日本産業規格K8825に定めるもの(注2)

(3) アセトン

日本産業規格K8040に定めるもの(注2)

(4) ジクロロメタン

日本産業規格K8117に定めるもの(注2)

(5) 硫酸ナトリウム(無水)

日本産業規格K8987に定めるもの(注2)

(6) 4-ノニルフェノール標準原液(100 $\mu\text{g}/\text{ml}$)

4-ノニルフェノール標準品10mgを全量フラスコ100mlに採り、アセトンを標線まで加えたもの

(7) 4-ノニルフェノール標準液(1 $\mu\text{g}/\text{ml}$)

4-ノニルフェノール標準原液1mlを全量フラスコ100mlに採り、ジクロロメタンを標線まで加えたもの

(8) サロゲート溶液(0.1 $\mu\text{g}/\text{ml}$)

^{13}C 標識化4-(3, 6-ジメチル-3-ヘプチル)フェノールサロゲート溶液(10 $\mu\text{g}/\text{ml}$)1mlを全量フラスコ100mlに採り、アセトンを標線まで加えたもの(注3)

(9) 内標準原液(1mg/ml)

4-n-ノニルフェノール-d4標準品100mgを全量フラスコ100mlに採り、ジクロロメタンを標線まで加えたもの

(10) 内標準液(0.1 $\mu\text{g}/\text{ml}$)

内標準原液1mlを全量フラスコ100mlに採り、ジクロロメタンを標線まで加えた後、この溶液1mlを全量フラスコ100mlに採り、ジクロロメタンを標線まで加えたもの

(11) 検量線標準液

4-ノニルフェノール標準液を5~500 μl の範囲で目盛付き共栓試験管に段階的に採り、これらにサロゲート溶液0.5ml及び内標準液0.5mlを加え、約40℃の水浴上で窒素ガスを緩やかに吹き付け、約0.5mlに濃縮したもの

(注1) 使用前に空試験を行い、測定を妨害するノニルフェノール等による汚染がない

ことを確認する。ミネラルウォーターを用いてもよい。

(注2) 各対象物質の保持時間に相当する位置にピークがないことを確認する。

(注3) サロゲート物質について、回収率が50~120%で安定的に得られることを確認した上で、直鎖型の¹³C標識化4-n-ノニルフェノールなどを用いてもよい。

2 器具及び装置(注4)

(1) 固相カラム(注5)

内径10mm、長さ30~50mmのカートリッジ型のものであつて、カラム充てん剤として、シリカゲルに逆相系化合物を化学結合したもの又は、合成吸着剤(多孔性のスチレンジビニルベンゼン共重合体又はこれと同等の性能を有するもの)を充てんしたもの

(注6)

(2) 目盛付き共栓試験管

容量10~20mlのものであつて、0.5ml及び1mlの目盛のあるもの

(3) カラムクロマトグラフ管

(a) カラム用管

内径約20mm、長さ約200mmのコック付ガラス管

(b) カラム充てん剤

カラムクロマトグラフ用のシリカゲル(粒径150~250 μm)を約130℃で15時間以上加熱し、デシケーター内で放冷した後、95gを共栓三角フラスコに採り、かき混ぜながら水5mlを滴下し、軽く栓をし、発熱が終了するまで静かに混合し、振とう器で約30分間振り混ぜたもの

(c) クロマトグラフ管

底部にガラスウール(あらかじめヘキサンで洗浄したもの)を詰め、少量のヘキサンを加えてガラスウール間の気泡を除去したカラム用管にカラム充てん剤約15gをヘキサンでかゆ状にして流し込み、更に縦横の振動を与え、カラム充てん剤を均一に充てんした後、硫酸ナトリウム(無水)をカラム充てん剤層の上層に約2cmになるように積層し、ヘキサンの液面を硫酸ナトリウム(無水)層の上面まで下げたもの

(4) 円筒形滴下漏斗

(5) 濃縮器用フラスコ

(6) 濃縮器

ロータリーエバポレーター、クデルナダニッシュ濃縮器又はスニーダーカラムであつて、濃縮時における試料溶媒に接触する部分のガラス器具類をあらかじめ水及びアセトンで洗浄したもの

(7) マイクロシリンジ

容量1～10 μ lのもの

(8) ガスクロマトグラフ質量分析計

(a) キャピラリーカラム

内径0.25mm、長さ30mの化学結合型溶融シリカ製のものであつて、内面にメチルシリコーン系固定相液体を0.25 μ m程度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

(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を有する方法でクロマトグラム測定が可能なもの

(c) キャリヤーガス

ヘリウム(純度99.9999vol%以上)であつて、線速度を毎秒20～40cmとしたもの

(d) 試料導入部

スプリットレス方式により試料を導入することができるものであつて、温度を220～280 $^{\circ}$ Cに保つことができるもの

(e) インターフェース部

温度を280 $^{\circ}$ C程度に保つことができるもの

(f) イオン源

温度を230 $^{\circ}$ C以上に保つことができるもの

(g) カラム槽昇温プログラム

50 $^{\circ}$ Cで1分保ち、50～300 $^{\circ}$ Cの範囲で毎分8 $^{\circ}$ Cの昇温を行うことができるもの

(注4) ガラス器具類は水で洗浄し、更にアセトンで洗浄した後、放置してアセトンを揮散させ、約200 $^{\circ}$ Cで約2時間加熱し、汚染のない場所で放冷し、各対象物質による汚染がないことを確認してから使用する。

(注5) 同等の性能を有する固相ディスクでもよい。その場合、試料の流量及び溶出溶媒の必要量をあらかじめ確認しておく。

(注6) カラム充てん剤は、あらかじめアセトン約10ml及び水約10mlを順次通して洗浄する。

3 試験操作

(1) 試験液の調製

(a) 試料(注7)を振り混ぜて均一化した後、500mlを採り、塩酸(1mol/L)を加えてpHを約3.5に調整し、更にサロゲート溶液0.5mlを加え、固相カラムに加圧又は吸引により毎分流速5～10mlで流下させる。(注8)

(b) 試料容器を水10mlで洗い、洗液を固相カラムに通水し、約30分間窒素ガスを吹き

付け、水分を除去する。(注9)

- (c) 固相カラムの上端からアセトン4mlを穏やかに通し、ノニルフェノールを溶出させ、目盛付き共栓試験管に受ける。
- (d) 約40℃の水浴中に目盛付き共栓試験管を浸し、溶出液に窒素ガスを緩やかに吹き付けて濃縮し、ジクロロメタンに転溶し約1mlにする。さらに硫酸ナトリウム(無水)約0.3gを用いて脱水する。(注10)
- (e) 全量をカラムクロマトグラフ管に流し込み、コックを操作し液面を硫酸ナトリウム(無水)層の上面まで下げる。目盛付き共栓試験管をジクロロメタン0.5~1mlで洗浄し、洗液はカラムクロマトグラフ管に加える。(注11)
- (f) 円筒形滴下漏斗をカラムクロマトグラフ管に装着し、円筒形滴下漏斗からジクロロメタン—ヘキサン混合液(3+7)50mlを毎分流速約1mlで流下させ、液面を硫酸ナトリウム(無水)層の上面まで下げ、流出液を捨てる。
- (g) 円筒形滴下漏斗から、ジクロロメタン—ヘキサン溶離液(3+2)100mlを毎分流速約1mlで流下させ、溶出液を濃縮器用フラスコに受ける。(注12)
- (h) 濃縮器を用いて、約40℃の水浴上で溶出液を約5mlになるまで濃縮する。(注13)
- (i) 濃縮液を目盛付き共栓試験管に移し、濃縮器用フラスコをジクロロメタン2~3mlで洗浄し、洗液を目盛付き共栓試験管に加える。続いて内標準液0.5mlを加えた後、約40℃の水浴上で窒素ガスを緩やかに吹き付けて約0.5mlに濃縮する。(注10)

(2) 空試験液の調製

水500mlを用いて、(1)と同様に操作して得られる液を空試験液とする。(注14)

(3) 分析

- (a) 表に掲げる質量数を用い、モニターする。

表 質量数

異性体 番号	物質名	定量用質量数(確認用質量数)
1	4-(2, 4-ジメチルヘプタン-4-イル)フェノール	121(163)
2	4-(2, 4-ジメチルヘプタン-2-イル)フェノール	135(220)
3	4-(3, 6-ジメチルヘプタン-3-イル)フェノール	135(107)
4	4-(3, 5-ジメチルヘプタン-3-イル)フェノール	149(191)
5	4-(2, 5-ジメチルヘプタン-2-イル)フェノール	135(163)
6	4-(3, 5-ジメチルヘプタン-3-イル)フェノール	149(191)
7	4-(3-エチル-2-メチルヘキサン-2-イル)フェノール	135(220)

	ール	
8	4-(3, 4-ジメチルヘプタン-4-イル)フェノール	163(121)
9	4-(3, 4-ジメチルヘプタン-3-イル)フェノール	149(107)
10	4-(3, 4-ジメチルヘプタン-4-イル)フェノール	163(121)
11	4-(2, 3-ジメチルヘプタン-2-イル)フェノール	135(220)
12	4-(3-メチルオクタン-3-イル)フェノール	191(163)
13	4-(3, 4-ジメチルヘプタン-3-イル)フェノール	149(107)
	¹³ C標識化4-(3, 6-ジメチル-3-ヘプチル)フェノール	155(113)
	4-n-ノニルフェノール-d4	111(224)
※ 異性体番号4と6、8と10、9と13はそれぞれ立体異性体		

(b) マイクロシリンジを用いて試験液1 μ lをガスクロマトグラフに注入し、保持時間が検量線標準液の各対象物質(ノニルフェノールの各異性体)の保持時間と一致していることを確認しておく。各対象物質のクロマトグラムピークの位置は別図を参考にする。(注15)

(c) 保持時間に相当する位置のピークについて、ピーク面積を測定する。各対象物質とサロゲート物質のピーク面積の比、サロゲート物質と内標準物質のピーク面積の比を求める。(注16)

(d) あらかじめ4により作成した検量線を用い、各対象物質とサロゲート物質のピーク面積の比から各対象物質とサロゲート物質の濃度比を求める。

(e) 空試験液についても(b)、(c)及び(d)の操作を行い、各対象物質とサロゲート物質の濃度比を求める。

(f) 次の式によつて試験液中の各対象物質の濃度(μ g/L)を算出する。

$$\text{試料中の各対象物質の濃度}(\mu\text{g/L}) = (a-b) \times f \times n \times (1000 / \text{試料量}(\text{ml}))$$

この式において、a、b、f及びnは、それぞれ次の値を表す。

a 検量線から求めた各対象物質とサロゲート物質の濃度比

b 空試験について検量線から求めた各対象物質とサロゲート物質の濃度比

f 各対象物質の組成比(注17)

n 添加したサロゲート物質の質量(μ g)

各対象物質の濃度の和をノニルフェノール濃度とする。

(注7) 浮遊物が多いときは、あらかじめろ過する。ろ過は、アセトンで洗浄したろ過材(孔径1 μ mのガラス繊維ろ紙)で吸引ろ過し、ろ過材ごとビーカーに移してアセトン約10mlを加え、超音波洗浄器を用いて溶出させ、これを2~3回繰り返し得られた溶出液を全て合わせ、濃縮器を用いて約5mlまで濃縮し、試料に加える。

(注8) 浮遊物が多いときは、本文(1)の(a)から(d)までの操作に代えて溶媒抽出による
ことができる。溶媒抽出は、塩酸(1mol/L)で試料のpHを約3に調整し、サロゲート
溶液0.5mlを加えた後、塩化ナトリウム30gを加え(海水には添加しない。)、十分混
合して溶解する。この溶液にジクロロメタン50mlを加え10分間振とう抽出する。こ
の抽出を2回行い、ジクロロメタン層を全て合わせる。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の使用及び窒素ガスの吹き付けにより約1mlまで濃縮
する。

(注9) 長時間通気すると、回収率が低下するおそれがあるので注意する。

(注10) 直ちに次の操作を行わない場合は、この濃縮液を-20℃の暗所に保存する。ま
た、窒素ガスを吹き付ける操作では、濃縮液が飛散しないように注意する。濃縮液
の表面が動いていることが確認できる程度に窒素ガスの流量を調節する。乾固させ
た場合は、窒素ガスの吹き付けによつて対象物質が揮散することがあるので注意す
る。

(注11) 妨害物質が無視できる程度に少ない試料については、(1)の(e)~(h)の操作は省
略することができる。

(注12) 事前に既知量の標準物質を添加したものを用いて、各対象物質の溶出パターン
を確認し、カラムクロマトグラム操作に必要なジクロロメタン-ヘキサン混合液(3
+7)及びジクロロメタン-ヘキサン溶離液(3+2)の量を求めておく。

(注13) 濃縮器にロータリーエバポレーターを用いる場合は、約40℃の水浴上で減圧濃
縮し、乾固しないように注意する。クデルナダニッシュ濃縮器を用いる場合は、減
圧方式ではなく、大気圧下、75℃以下で加熱して濃縮する。濃縮終了後、スニーダ
ーカラムを濃縮部に付けたまま装置から取り外し、スニーダーカラムの上部から少
量のジクロロメタンを加えて洗浄し、スニーダーカラムを付けたまま放冷する。

(注14) 空試験値は可能な限り低減化を図る。

(注15) 試料中の各対象物質の定量イオンと確認イオンのピーク面積比と標準液中の
各対象物質の定量イオンと確認イオンのピーク面積比を比較して±20%以内であれ
ば、同じ物質が存在しているものとみなす。

(注16) 試料中の各対象物質の濃度を算出するときは、試料に添加したサロゲート物質
の回収率が50~120%であることを確認する。回収率は、試料中のサロゲート物質と
内標準物質のピーク面積比と検量線標準液中のサロゲート物質と内標準物質のピー
ク面積比の平均値の百分率とする。

(注17) 異性体の組成比は水素炎イオン検出器を用い、試験液の分析と同様に4-ノニ
ルフェノール標準原液1μlをクロマトグラフに注入する。各対象物質の保持時間に相

当するピークについて、ピーク面積を読み取り、得られた面積の合計と各対象物質の面積比から組成比を求める。

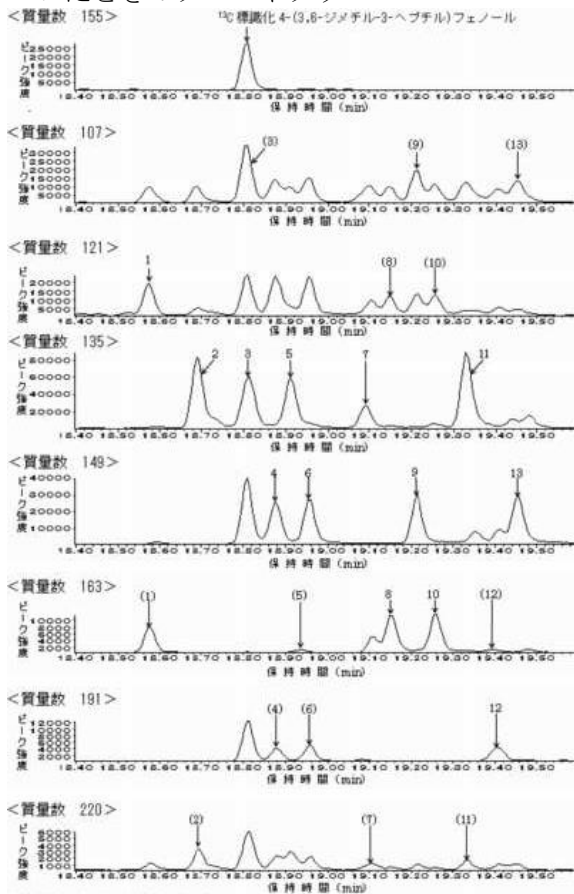
4 検量線の作成

検量線標準液1 μ lをガスクロマトグラフに注入し、各対象物質とサロゲート物質のピーク面積比から検量線を作成する。

備考

- 1 この測定方法の定量下限は0.06 μ g/Lである。
- 2 ここで示す商品は、この測定法使用者の便宜のために、一般に入手できるものとして例示したが、これらを推奨するものではない。これと同等以上の品質、性能のものを用いてもよい。
- 3 この測定方法における用語の定義その他でこの測定方法に定めのない事項については、日本産業規格に定めるところによる。

別図 キャピラリーカラムにDB-5MS(長さ30m 内径0.25mm 膜厚0.25 μ m)を用いたときのクロマトグラム



注) 四中の () は確認用のピーク

付表10

底層溶存酸素量の測定方法

1 試薬

規格K0102-1 21.4.2に定めるもの

2 器具

溶存酸素計

隔膜電極溶存酸素計又は光学式センサ溶存酸素計(いずれも、測定対象の水深(注1)で測定でき、水温、塩分及び深度センサ付きのものが望ましい)

3 試験操作

(1) 隔膜電極溶存酸素計を用いる場合は、規格K0102-1 21.4.4.1のa)からe)に定める準備操作を行い、光学式センサ溶存酸素計を用いる場合は、規格K0102-1 21.5.4.1に定める準備操作を行う。

(2) 準備操作を行った隔膜電極溶存酸素計又は光学式センサ溶存酸素計を測定対象水深まで降下させる。また、測定前に底泥を巻き上げる事の無いように注意して、以下のいずれかの操作又はこれと同程度の計測結果の得られる操作を行う。

(a) データ直読式の測定器を用いる場合は、測定器を測定対象の水深まで降下させ(注2)、指示値が安定するのを待つて(注3)溶存酸素量を読み取る。その際あらかじめソナー等を用いて海底又は湖底までの水深を測定する。

(b) データ蓄積式の測定器を用いる場合は、測定器を測定対象の水深まで降下させた(注2)後、静かに降ろして着底させて水深と溶存酸素量との関係を示すグラフを作成した上で、測定対象の水深での溶存酸素量を読み取る。その際、測定器が安定する時間に留意して(注3)降下速度を決定する。

(c) 測定器を測定対象の水深に固定して、連続的に溶存酸素量を測定する場合は、測定器のセンサ出力のドリフト等に注意する。

(注1) 底層溶存酸素量の測定水深は、可能な限り海底又は湖底直上で測定することが望ましいが、底泥の巻き上げや地形の影響等のためこれにより難しい場合には、海底又は湖底から1m以内の底層とする。

(注2) 測定対象の水深の確認方法としては、測定器に付属しているセンサを用いる、垂直に降下していることを確認して間縄を用いる、あるいは海底又は湖底から測定対象の水深までの距離に等しい長さで錘の付いた紐を測定器の先に付けて垂らす等がある。

(注3) 隔膜電極溶存酸素計では通常1～5分間を要する。光学式センサ溶存酸素計では1秒間以下から数分間を要する機種までがある。

備考

- 1 硫化水素が存在する場合には、センサの破損と高値を与える可能性について留意する。
- 2 この測定方法における用語の定義その他でこの測定方法に定めのない事項については、日本産業規格に定めるところによる。