

別紙 4

「水道用薬品の評価のための試験方法ガイドラインについて」(平成 12 年 3 月 31 日付
衛水第 21 号)」別添

水道用薬品類の評価のための試験方法ガイドライン

平成 16 年 3 月

(最終改正平成 ~~26~~²⁴年 ~~3~~²月)

厚生労働省健康局水道課

目 次

	ページ
1 はじめに -----	1
2 水道用薬品の評価について -----	2
3 評価のための試験方法の概要 -----	5
4 試験用試料のサンプリングについて -----	7
5 各薬品ごとの試験溶液の調製方法 -----	7
6 濃度の補正 -----	14
7 各評価項目ごとの試験方法等 -----	14-5
参考資料 -----	26-7

改正履歴

<u>平成 18 年 3 月 30 日</u>	<u>健水発第 0330001 号</u>
<u>平成 19 年 3 月 30 日</u>	<u>健水発第 0330001 号</u>
<u>平成 19 年 11 月 15 日</u>	<u>健水発第 1115002 号</u>
<u>平成 21 年 3 月 6 日</u>	<u>健水発第 0306002 号</u>
<u>平成 22 年 2 月 17 日</u>	<u>健水発 0217 第 1 号</u>
<u>平成 23 年 1 月 28 日</u>	<u>健水発 0128 第 2 号</u>
<u>平成 24 年 2 月 28 日</u>	<u>健水発 0228 第 1 号</u>
<u>平成 26 年 3 月 31 日</u>	<u>健水発 0331 第 6 号</u>

1 はじめに

水道用薬品については、水道法第5条第4項の規定に基づく「水道施設の技術的基準を定める省令」（平成12年厚生省令第15号）の第1条第16号において、「浄水又は浄水処理過程における水に注入される薬品等により水に付加される物質は、別表第一の上欄に掲げる事項につき、同表の下欄に掲げる基準に適合すること。」と規定され、その使用によって、不純物等が水道水質に問題となる影響を及ぼさないことを評価するための基準（以下、「薬品等基準」という。）が定められている。

平成15年5月には水道法第4条に基づく「水質基準に関する省令」（平成15年厚生労働省令第101号）、同年7月には「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定める件」（平成15年厚生労働省告示第261号）により、水質基準及びその検査方法が改正されたことから、これを踏まえ、薬品等基準が平成16年1月に改正されたことを受け、同年3月に「水道用薬品類の評価のための試験方法ガイドライン」を策定した。その後、平成19年11月、平成20年12月、平成21年3月、平成22年2月、平成23年1月と水質基準、薬品等基準及び検査方法の一部逐次改正に伴いが行われ、本ガイドライン「水道用薬品類の評価のための試験方法ガイドライン」についても所要の改正を行ってきたところである。

今般、平成24年23月に「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等の一部を改正する件」（平成24年厚生労働省告示第14766号）により、検査方法の一部改正が行われたところである。このため、「水道用薬品類の評価のための試験方法ガイドライン」本ガイドラインについても所要の改正を行うものである。

注）本ガイドラインは、「水道用薬品等の基準に関する調査業務」（請負先：社団法人日本水道協会）による検討をもとにとりまとめたものである。なお、社団法人日本水道協会に「水道用薬品等基準に関する調査委員会」（委員長：安藤正典武蔵野大学薬学部教授（平成15、16年度）、西村哲治国立医薬品食品衛生研究所環境衛生化学部第三室長（平成17、18、19、20年度））を設置し、助言を得て検討を行った。

2 水道用薬品の評価について

「水道施設の技術的基準を定める省令」(平成 12 年厚生省令第 15 号)の第 1 条第 16 号において、浄水又は浄水処理過程における水に注入される薬品等(以下「水道用薬品」という。)により水に付加される物質は、同省令別表第 1 の上欄に掲げる事項(以下「評価項目」という。~~p-4~~表 1 では左欄に相当。)につき、同表の下欄に掲げる基準(以下「評価基準」という。~~p-4~~表 1 では右欄に相当。)に適合することとされているが、適合を評価する方法は、水道事業者等が合理的、客観的な判断に基づき、自らの責任で選択し、採用する必要がある。

本ガイドラインは、評価を行うための標準的な試験方法の例を示したものであり、その手順の概要は以下のとおりである。

- ①水道用薬品の最大注入率を設定する(以下、「設定最大注入率」という。)
- ②最大注入率における、水道用薬品から付加される各評価項目の濃度等を確定する。
- ③水道用薬品が各評価項目について評価基準を満たすかどうかを確認する。

なお、試験方法及び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 日付け健水発 0906 第 1 ～ 4 号厚生労働省健康局水道課長通知)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。

全般として、留意すべき事項は以下に掲げるとおりである。

(1) 最大注入率の設定について

使用する水道用薬品が常に評価基準を満たすことを保証するためには、評価基準を満たすことを保証することができる注入率以下で水道用薬品を使用するようにすればよい。このため、この最大注入率を水道事業者等の実情に応じて設定する。

(2) 最大注入率における評価項目の濃度の確定について

評価項目についての試験方法の概要については、「3 評価のための試験方法の概要」に示す。また、あらかじめ評価項目となっている不純物等の含有量が分かっている場合は、次式で求められる不純物付加濃度を評価基準値と照合して評価することができる。

$$\text{不純物付加濃度 (mg/L)} = \text{不純物の分析値 (mg/kg)} \times \text{当該薬品の最大注入率 (mg/L)} \times 10^{-6}$$

(3) 水道用薬品の各評価基準について

評価のための試験方法により得られた値や不純物等の含有量から計算した値を評価基準と比較して評価する。評価基準値以下の場合は適合、評価基準値を超える場合は不適合とする。

(4) 評価対象等について

原則として浄水処理工程において水道水に直接注入されるすべての水道用薬品は、すべての評価項目について評価基準を満たしていることを確認する必要がある。

ただし、以下の場合を例外とする。

イ 評価基準以下であることが明確であるもの

物質の性状等から判断して、最大注入率で添加しても評価基準以下であることが明らかであることが、合理的、客観的に証明することができる根拠があるものについては、試験を省略しても差し支えないこととする。

ロ 浄水処理のため意図的に加えるものの主成分(生活利用上又は施設管理上障害の生じる

おそれのある項目のみ)

鉄系凝集剤の鉄、硫酸銅の銅など、浄水処理のため必要な水道用薬品の主成分となっている項目については、試験を省略することができる。

ハ 評価項目のうち、アクリルアミドはアクリルアミドポリマー有機高分子凝集剤に、二酸化塩素及び亜塩素酸は二酸化塩素に適用する。

(5) 現場生成の薬品等について

現場生成の薬品等については、あらかじめ薬品等基準に適合するための原料特性及び生成機器の運転条件を設定し、実際の工程への適用に当たっては、設定した特性及び条件の範囲内での機器の運転を行い、生成された薬品の評価試験、又は浄水の濃度について適切に水質管理を行うことで、薬品等基準への適合を担保するものとする。

参考) 薬品ごとに注目すべき評価項目については参考資料表 1 (~~p. 28~~)に、注入率の設定例については参考資料表 2 (~~p. 29~~)に示す。

表1 水道用薬品の評価項目と評価基準

評価項目	評価基準値(mg/L) 下記の数値以下であること
カドミウム及びその化合物	0.0003
水銀及びその化合物	0.00005
セレン及びその化合物	0.001
鉛及びその化合物	0.001
ヒ素及びその化合物	0.001
六価クロム化合物	0.005
亜硝酸態窒素	0.004
シアン化物イオン及び塩化シアン	0.001
硝酸態窒素及び亜硝酸態窒素	1.0
ホウ素及びその化合物	0.1
四塩化炭素	0.0002
1,4-ジオキサン	0.005
1,2-ジクロロエタン	0.0004
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	0.004
ジクロロメタン	0.002
テトラクロロエチレン	0.001
トリクロロエチレン	0.001
ベンゼン	0.001
塩素酸	0.4
臭素酸	0.005
亜鉛及びその化合物	0.1
鉄及びその化合物	0.03
銅及びその化合物	0.1
マンガン及びその化合物	0.005
陰イオン界面活性剤	0.02
非イオン界面活性剤	0.005
フェノール類	フェノールの量に換算して 0.0005
有機物(全有機炭素(TOC)の量)	0.3
味	異常でないこと
臭気	異常でないこと
色度	0.5
アンチモン及びその化合物	0.002
ウラン及びその化合物	0.0002
ニッケル及びその化合物	0.002 4
1,2-ジクロロエタン	0.0004
亜塩素酸	0.6
二酸化塩素	0.6
アンチモン及びその化合物	0.001 5
銀及びその化合物	0.01
バリウム及びその化合物	0.07
モリブデン及びその化合物	0.007
ウラン及びその化合物	0.0002
バリウム及びその化合物	0.07

銀及びその化合物	0.01
アクリルアミド	0.00005
二酸化塩素	0.6
亜塩素酸	0.6
塩素酸	0.4

注) 塩素酸の基準値については、平成 23 年 3 月 31 日までの間は、
0.5mg/L 以下とする

※水道施設の技術的基準を定める省令
(平成 12 年厚生労働省令第 15 号)別表第 1 より

3 評価のための試験方法の概要

「2 水道用薬品の評価について」の「(2)最大注入率における評価項目の濃度の確定について」に係る試験方法を以下に示す。

この試験方法では、浄水処理において使用する薬品を精製水に設定最大注入率の $10X$ 倍濃度^{注1)}、²⁾で注入した試験溶液について評価項目を分析し、空試験値(6 濃度の補正を参照)を差し引き、 $10X$ で除した値について評価する。

凝集剤については、上述の方法で不適合になった場合は、精製水に設定最大注入率の $10X$ 倍濃度^{注1)}で注入した試験溶液について凝集・沈澱・ろ過処理を行った後の試験溶液について評価項目を分析し、空試験値を差し引き、 $10X$ で除した値について評価してもよい。評価のための試験方法の概要フローを図1 (p.6)に示す。

試験溶液の濃度についてはただし、この試験方法に用いる試験機器の性能・試験条件等及び目標とする定量下限（評価基準の値の1桁下まで定量することが望ましい）を考慮して設定する。により定量感度がよい場合(例えば、ICP-MSによる金属類の測定等)には、設定最大注入率と等濃度で行ってもよい。この場合、空試験値を差し引くという補正は行うが、10で除すという補正は行わない。

また、この試験の実施方法においては、すべての操作において精確さを確保するように操作し、各操作においてはすべての記録を残し、トレーサビリティを確保することが必要である。

注1) おおそ水質基準の10分の1である評価基準の値を1桁下まで定量するために、設定最大注入率の10倍濃度の試験溶液を調製する。Xは1以上の数値を設定する。以下同様。

2) 粉末活性炭の場合、ガラス繊維ろ紙(孔径 $0.5\mu\text{m}$)又はこれに相当するろ紙でろ過し、ろ液を採取する。

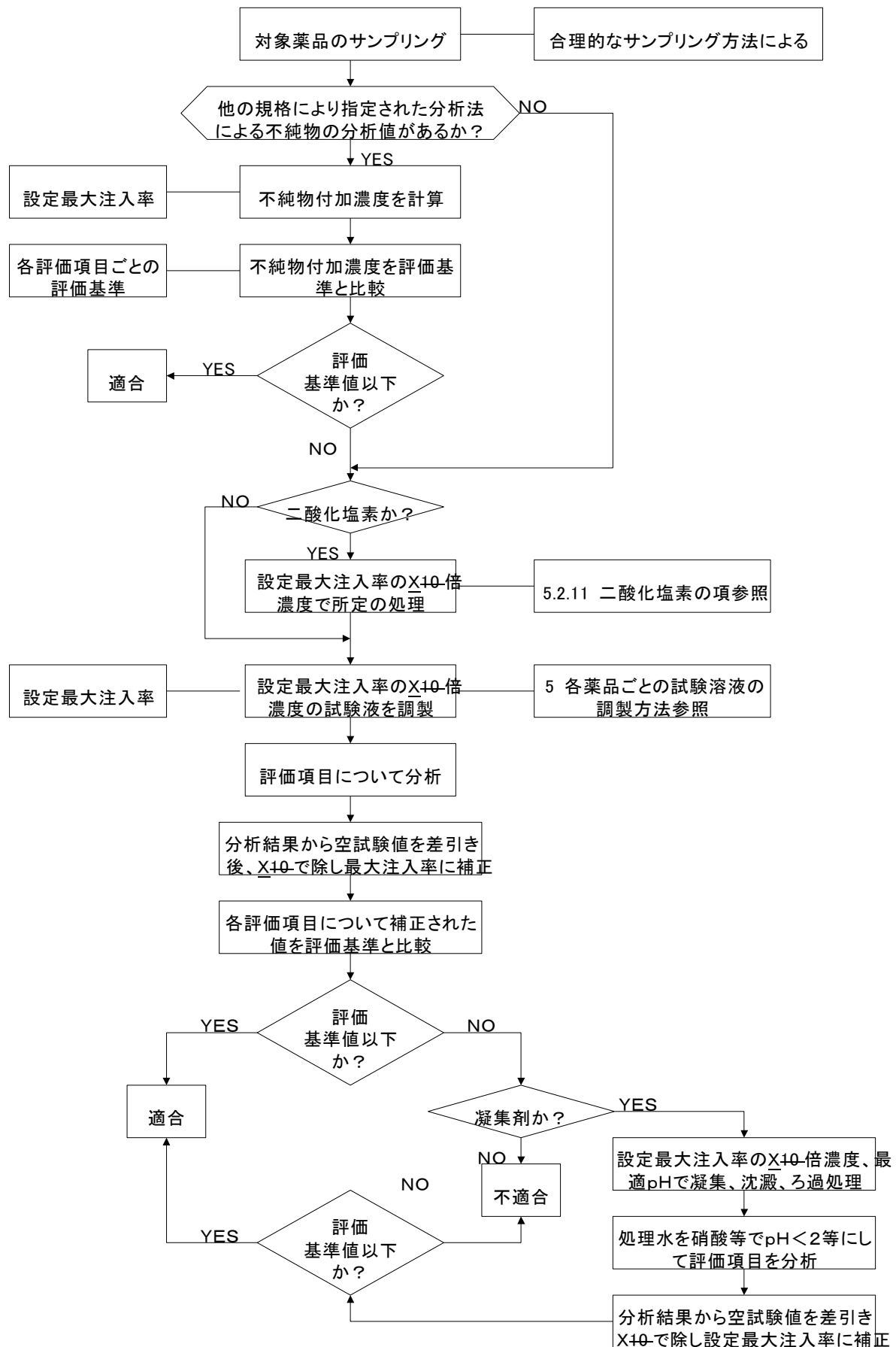


図 1 評価のための試験方法の概要フロー

4 試験用試料のサンプリングについて

試験に供する薬品試料は、製品全体を代表し、分析値に偏りの生じないように、合理的な方法により採取する。

サンプリング及び試験は、購入契約時、契約期間又は製品納入期間中に定期的な検査を行う際等の適切な時期、その他試験の必要性が生じたときに実施する。

5 各薬品ごとの試験溶液の調製方法

5.1 評価項目と試験溶液

- (1) 陰イオン界面活性剤、非イオン界面活性剤、フェノール類、有機物(全有機炭素(TOC)の量)、色度及びアクリルアミドの試験に用いる試験溶液は、「①一般項目試験溶液」により調製する。
- (2) 四塩化炭素、1,4-ジオキサン、1,2-ジクロロエタン、シス-1,2-ジクロロエチレン、トランス-1,2-ジクロロエチレン、ジクロロメタン、テトラクロロエチレン、トリクロロエチレン及びベンゼンの試験に用いる試験溶液は、「②揮発性有機化合物項目試験溶液」により調製する。この試験溶液の調製におけるろ過は、自然ろ過又は清浄な空気か窒素等を用いる加圧ろ過によることとし、吸引ろ過を行ってはならない。試験溶液調製後、直ちに試験する。
- (3) カドミウム、水銀、セレン、鉛、ヒ素、六価クロム、ホウ素、亜鉛、鉄、銅、マンガン、ニッケル、アンチモン、モリブデン、ウラン、バリウム及び銀の試験に用いる試験溶液は、「③金属項目試験溶液」により調製する。
- (4) セレン及びアンチモンの水素化物発生－原子吸光光度法、水素化物発生誘導結合プラズマ発光分光分析法による試験に用いる試験溶液は、「④水素化物項目試験溶液」により調製する。
- (5) 味及び臭気の試験に用いる試験溶液は、「⑤臭味試験溶液」により調製する。
- (6) 亜硝酸態窒素、シアン化物イオン及び塩化シアン、硝酸態窒素及び亜硝酸態窒素、臭素酸並びに塩素酸の試験に用いる試験溶液は、「⑥イオンクロマトグラフ項目試験溶液」により調製する。なお、二酸化塩素に含まれる二酸化塩素、亜塩素酸及び塩素酸の試験に用いる試験溶液については、「⑦二酸化塩素試験溶液」により調製する。

5.2 各薬品ごとの試験溶液の調製方法

各薬品の試験溶液の具体的な調製方法は次のとおりとする。

なお、試験に用いる精製水は、蒸留法若しくはイオン交換法により精製した水、又は蒸留法、イオン交換法、逆浸透法若しくは活性炭吸着法を組み合わせた方法により精製した水で、その電気伝導率は 0.2mS/m ($2\mu\text{S/cm}$) 以下とする。

また、ろ過を行う場合は、ガラス繊維ろ紙(孔径 $0.5\mu\text{m}$)又はこれに相当するろ紙を用いて行う。

5.2.1 硫酸アルミニウム、ポリ塩化アルミニウム、硫酸第二鉄、塩化第二鉄及びポリシリカ鉄

硫酸アルミニウム、ポリ塩化アルミニウム、硫酸第二鉄、塩化第二鉄及びポリシリカ鉄の試験溶液は、次の①～⑥により調製する。ただし、試験結果が評価値に対して不適合になった場合は、後段に示す凝集・沈澱・ろ過処理により試験溶液を調製する。

- ①一般項目試験溶液:薬品試料を当該薬品の設定最大注入率の ~~10~~X倍量(mg 単位で)を量り採り、精製水約 900ml を入れたビーカーに移し入れて溶かし、水酸化ナトリウム溶液を用いて pH 値を 7.0 とし、ろ過を行った後、精製水で 1 L とする。
- ②揮発性有機化合物項目試験溶液:①と同様に操作するが、ろ過は必要に応じて行う。
- ③金属項目試験溶液:薬品試料を当該薬品の設定最大注入率の ~~10~~X倍量(mg 単位で)を量り採り、精製水約 900ml を入れたビーカーに移し入れて溶かし、必要に応じてろ過を行った後、硝酸を用いて pH 値を 2 以下とし、精製水で 1 L とする。
- ④水素化物項目試験溶液:③と同様に操作するが、硝酸の代わりに塩酸を用いる。
- ⑤臭味試験溶液:①と同様に操作するが、薬品試料を当該薬品の設定最大注入率の等量(mg 単位で)を量り採る。
- ⑥イオンクロマトグラフ項目試験溶液:①と同様に操作する。

凝集・沈澱・ろ過処理を行う場合は、精製水 1 L に対象薬品試料を設定最大注入率の ~~10~~X倍量で添加し、攪拌しながら、硫酸又は水酸化ナトリウム溶液を用いて凝集沈澱に適切な pH 値とする。次いで、約 1 時間静置し、生成したフロックを沈澱させ、上澄水をろ過し、ろ液を採取する。ここで、①一般項目試験溶液、②揮発性有機化合物項目試験溶液及び⑥イオンクロマトグラフ項目試験溶液についてはこのろ液を用い、③金属項目試験溶液についてはこのろ液に硝酸を加えて pH 値を 2 以下としたものを用い、④水素化物項目試験溶液についてはこのろ液に塩酸を加えて pH 値を 2 以下としたものを用いる。⑤臭味試験溶液については、対象薬品試料添加濃度を設定最大注入率とし、上記と同様に凝集・沈澱・ろ過処理を行い、このろ液を用いる。

ただし、マンガン砂ろ過を含む浄水処理で薬品を使用する場合には、凝集・沈澱処理の上澄水をマンガン砂を充填したカラム(カラム $\Phi 20\text{mm}$ 以上、砂層厚 200～600mm、 $LV=5\sim 6\text{ m/hr}$)を通過させてもよい。この場合、凝集・沈澱処理は上記と同様の方法で行い、カラムの流出水の残留塩素が 1 mg/l 程度に保たれるように、凝集・沈澱処理の上澄水に次亜塩素酸ナトリウム溶液を添加する。これをカラムに流入させ、カラム内の水が十分入れ替わった後に流出水を採取し、必要に応じてろ過を行う。①一般項目試験溶液、②揮発性有機化合物項目試験溶液及び⑥イオンクロマトグラフ項目試験溶液については、これを用い、③金属項目試験溶液についてはこのろ液に硝酸を加えて pH 値を 2 以下としたものを用い、④水素化物項目試験溶液について

はこのろ液に塩酸を加えて pH 値を 2 以下としたものを用いる。⑤臭味試験溶液については、対象薬品試料添加濃度を設定最大注入率とし、一般項目試験溶液と同様な操作を行う。

5.2.2 水酸化ナトリウム、炭酸ナトリウム及びケイ酸ナトリウム

水酸化ナトリウム、炭酸ナトリウム及びケイ酸ナトリウムの試験溶液は、次の①～⑥により調製する。ただし、ケイ酸ナトリウムの場合は、操作途中で生成したゲルをろ過し、ろ液について以後の操作を続ける。

- ①一般項目試験溶液：薬品試料を当該薬品の設定最大注入率の ~~10~~X 倍量 (mg 単位で) を量り採り、精製水約 900ml を入れたビーカーに移し入れて溶かし、必要に応じてろ過を行った後、塩酸を用いて pH 値を 7.0 とし、精製水で 1 L とする。
- ②揮発性有機化合物項目試験溶液：①と同様に操作する。
- ③金属項目試験溶液：①と同様に操作するが、塩酸の代わりに硝酸を用いて pH 値を 2 以下とし、精製水で 1 L とする。
- ④水素化物項目試験溶液：①と同様に操作するが、塩酸を用いて pH 値を 2 以下とする。
- ⑤臭味試験溶液：①と同様に操作するが、薬品試料を当該薬品の設定最大注入率の等量 (mg 単位で) を量り採り、塩酸の代わりに硝酸を用いる。
- ⑥イオンクロマトグラフ項目試験溶液：①と同様に操作するが、塩酸の代わりに硫酸を用いる。

5.2.3 水酸化カルシウム

水酸化カルシウムの試験溶液は、当該薬品をガラス乳鉢を用いて微粉碎したものについて、次の①～⑥により調製する。

- ①一般項目試験溶液：薬品試料を当該薬品の設定最大注入率の ~~10~~X 倍量 (mg 単位で) を量り採り、精製水約 900ml を入れたビーカーに移し入れて溶かし、塩酸を用いて pH 値を 7.0 に調整する（この操作で試料はほぼ溶解する。）。ろ過を行った後、精製水で 1 L とする。
- ②揮発性有機化合物項目試験溶液：①と同様に操作するが、ろ過は必要に応じて行う。
- ③金属項目試験溶液：①と同様に操作するが、塩酸の代わりに硝酸を用いて pH 値を 7.0 に調整する。ろ過を行った後、硝酸を用いて pH 値を 2 以下とし、精製水で 1 L とする。
- ④水素化物項目試験溶液：③と同様に操作するが、硝酸の代わりに塩酸を用いる。
- ⑤臭味試験溶液：①と同様に操作するが、当該薬品の設定最大注入率の等量 (mg 単位で) を量り採り、塩酸の代わりに硝酸を用いる。
- ⑥イオンクロマトグラフ項目試験溶液：①と同様に操作するが、塩酸の代わりに硫酸を用いる。

5.2.4 硫酸、塩酸及び硫酸銅

硫酸、塩酸及び硫酸銅の試験溶液は次の①～⑥により調製する。

- ①一般項目試験溶液：薬品試料を当該薬品の設定最大注入率の ~~10~~X 倍量 (mg 単位で) を量り採り、精製水約 900ml を入れたビーカーに移し入れて溶かし、水酸化ナトリウム溶液を用いて pH 値を 7.0 とし、必要に応じてろ過を行った後、精製水で 1 L とする。
- ②揮発性有機化合物項目試験溶液：①と同様に操作する。

- ③金属項目試験溶液：薬品試料を当該薬品の設定最大注入率の ~~10~~X 倍量 (mg 単位で) を量り採り、精製水約 900ml を入れたビーカーに移し入れて溶かし、水酸化ナトリウム溶液を用いて pH 値を 7.0 とし、必要に応じてろ過を行い、硝酸を用いて pH 値を 2 以下とした後、精製水で 1 L とする。
- ④水素化物項目試験溶液：③と同様に操作するが、硝酸の代わりに塩酸を用いる。
- ⑤臭味試験溶液：①と同様に操作するが、当該薬品の設定最大注入率の等量 (mg 単位で) を量り採る。
- ⑥イオンクロマトグラフ項目試験溶液：①と同様に操作する。

5.2.5 次亜塩素酸ナトリウム、高度さらし粉、塩素酸ナトリウム及び亜塩素酸ナトリウム

次亜塩素酸ナトリウム、高度さらし粉、塩素酸ナトリウム及び亜塩素酸ナトリウムの試験溶液は次の①～⑥により調製する。

- ①一般項目試験溶液：薬品試料を当該薬品の設定最大注入率の ~~10~~X 倍量 (mg 単位で) を量り採り、精製水約 900ml を入れたビーカーに移し入れて溶かし、必要に応じてろ過を行った後、塩酸を用いて pH 値を約 2 とし、加熱して塩素ガス等を追い出す。冷後、水酸化ナトリウム溶液を用いて pH 値を 7.0 とし、精製水で 1 L とする。
- ②揮発性有機化合物項目試験溶液：薬品試料を当該薬品の設定最大注入率の ~~10~~X 倍量 (mg 単位で) を量り採り、精製水約 900ml を入れたビーカーに移し入れて溶かし、必要に応じてろ過を行った後、塩酸又は水酸化ナトリウム溶液を用いて pH 値を 7.0 とし、精製水で 1 L とする。
- ③金属項目試験溶液：①と同様に操作するが、塩酸の代わりに硝酸を用い、水酸化ナトリウム溶液を用いた中和操作を行わず、精製水で 1 L とする。
- ④水素化物項目試験溶液：①と同様に操作するが、水酸化ナトリウム溶液を用いて pH 値を 7.0 とする操作は行わず、精製水で 1 L とする。
- ⑤臭味試験溶液：①と同様に操作するが、当該薬品の設定最大注入率の等量 (mg 単位で) を量り採り、塩酸の代わりに硝酸を用いる。
- ⑥イオンクロマトグラフ項目試験溶液：薬品試料を当該薬品の設定最大注入率の ~~10~~X 倍量 (mg 単位で) を量り採り、精製水約 900ml を入れたビーカーに移し入れて溶かし、必要に応じてろ過を行った後、精製水で 1 L とし、シアニ化物イオン及び塩化シアンを測定する場合はそのまま用いることとし、亜硝酸態窒素及び塩素酸を測定する場合は、エチレンジアミン溶液 (50mg/ml) 2ml を加える。硝酸態窒素及び亜硝酸態窒素並びに臭素酸を測定する場合は、どちらの溶液を使用してもよい。

5.2.6 過マンガン酸カリウム

過マンガン酸カリウムの試験溶液は次の①～⑥により調製する。

- ①一般項目試験溶液：薬品試料を当該薬品の設定最大注入率の ~~10~~X 倍量 (mg 単位で) を量り採り、精製水約 900ml を入れたビーカーに移し入れて溶かし、必要に応じてろ過を行った後、塩化ヒドロキシルアンモニウム溶液を試料溶液が透明になるまで添加し、精製水で 1 L とする。
- ②揮発性有機化合物項目試験溶液：①と同様に操作する。

- ③金属項目試験溶液：薬品試料を当該薬品の設定最大注入率の ~~10~~X 倍量 (mg 単位で) を量り採り、精製水約 900ml を入れたビーカーに移し入れて溶かし、必要に応じてろ過を行った後、塩化ヒドロキシルアンモニウム溶液を試料溶液が透明になるまで添加し、硝酸を用いて pH 値を 2 以下とし、精製水で 1 L とする。
- ④水素化物項目試験溶液：③と同様に操作するが、硝酸の代わりに塩酸を用いる。
- ⑤臭味試験溶液：①と同様に操作するが、当該薬品の設定最大注入率の等量 (mg 単位で) を量り採る。
- ⑥イオンクロマトグラフ項目試験溶液：①と同様に操作する。

5.2.7 液化塩素

液化塩素の試験溶液は次の①～⑥により調製する。

- ①一般項目試験溶液：メスフラスコ 250ml に冷えた精製水約 220ml を入れ、栓をして 0.01 g の桁まで量り、記録した後、栓を外して当該薬品を所定の質量となるまで吹き込み、質量を記録する。栓をしてゆっくりとフラスコを 3 回転倒させて混合後、ビーカーに移し入れ、塩酸を用いて pH 値を約 2 とし、加熱して塩素ガス等を追い出す。冷後、水酸化ナトリウム溶液を用いて pH 値を 7.0 とした後、メスフラスコ 250ml に移し入れ、精製水を標線まで加える。
- ②揮発性有機化合物項目試験溶液：メスフラスコ 250ml に冷えた精製水約 220ml を入れ、栓をして 0.01 g の桁まで量り、記録した後、栓を外して当該薬品を所定の質量となるまで吹き込み、質量を記録する。栓をしてゆっくりとフラスコを 3 回転倒させて混合後、精製水を標線まで加える。
- ③金属項目試験溶液：①と同様に操作するが、塩酸の代わりに硝酸を用い、水酸化ナトリウム溶液を用いた中和操作を行わず、精製水で 250ml とする。
- ④水素化物項目試験溶液：①と同様に操作するが、水酸化ナトリウム溶液を用いた中和操作を行わず、精製水で 250ml とする。
- ⑤臭味試験溶液：①と同様に操作するが、塩酸の代わりに硝酸を用いる。
- ⑥イオンクロマトグラフ項目試験溶液：②と同様に操作し、シアン化物イオン及び塩化を測定する場合はそのまま用いることとし、亜硝酸態窒素及び塩素酸を測定する場合は、エチレンジアミン溶液 (50mg/ml) 0.5ml を加える。なお、残留塩素濃度が 200mg/L を超える場合には、残留塩素 100mg/L につきエチレンジアミン溶液 0.25ml を加える。硝酸態窒素及び亜硝酸態窒素並びに臭素酸を測定する場合は、どちらの溶液を使用してもよい。

5.2.8 食塩、亜硫酸ナトリウム及び亜硫酸水素ナトリウム

食塩、亜硫酸ナトリウム及び亜硫酸水素ナトリウムの試験溶液は次の①～⑥により調製する。

- ①一般項目試験溶液：薬品試料を当該薬品の設定最大注入率の ~~10~~X 倍量 (mg 単位で) を量り採り、精製水約 900ml を入れたビーカーに移し入れて溶かし、必要に応じて水酸化ナトリウム溶液又は塩酸を用いて pH 値を 7.0 とし、ろ過を行った後、精製水で 1 L とする。
- ②揮発性有機化合物項目試験溶液：①と同様に操作する。
- ③金属項目試験溶液：①と同様に操作するが、塩酸の代わりに硝酸を用いて pH 値を 2 以下とする。

- ④水素化物項目試験溶液：①と同様に操作するが、塩酸を用いて pH 値を 2 以下とする。
- ⑤臭味試験溶液：①と同様に操作するが、当該薬品の設定最大注入率の等量(mg 単位で)を量り採る。
- ⑥イオンクロマトグラフ項目試験溶液：①と同様に操作するが、塩酸の代わりに硫酸を用いる。

5.2.9 粉末活性炭

粉末活性炭の試験溶液は次の①～⑥により調製する。

- ①一般項目試験溶液：薬品試料を当該薬品の設定最大注入率の ~~10~~X 倍量(mg 単位で)を量り採り、精製水約 900ml を入れた共栓付き三角フラスコに移し入れて 1 時間振盪抽出した後、ろ過を行い、ろ液を必要に応じて水酸化ナトリウム溶液又は塩酸を用いて pH 値を 7.0 とし、精製水で 1 L とする。
- ②揮発性有機化合物項目試験溶液：①と同様に操作する。
- ③金属項目試験溶液：①と同様に操作するが、ろ液について塩酸の代わりに硝酸を用いて pH 値を 2 以下とする。
- ④水素化物項目試験溶液：①と同様に操作するが、塩酸を用いて pH 値を 2 以下とする。
- ⑤臭味試験溶液：①と同様に操作するが、当該薬品の設定最大注入率の等量(mg 単位で)を量り採り、塩酸の代わりに硝酸を用いる。
- ⑥イオンクロマトグラフ項目試験溶液：①と同様に操作するが、塩酸の代わりに硫酸を用いる。

5.2.10 ポリアクリルアミド

ポリアクリルアミドの試験溶液は次の①～⑥により調製する。

- ①一般項目試験溶液：薬品試料を当該薬品の設定最大注入率の ~~10~~X 倍量(mg 単位)を量り採り、精製水 1 L を入れたビーカーに移し入れ、攪拌して溶かす。次いで、カオリン 50mg を加え、攪拌しながらポリ塩化アルミニウム又は硫酸アルミニウムの適当量を加え、硫酸又は水酸化ナトリウム溶液を用いて pH 値を約 7 とし、凝集処理する。約 1 時間静置し、生成したフロックを沈澱させ、上澄水についてろ過を行った後、精製水で 1 L とする。
- ②揮発性有機化合物項目試験溶液：①と同様に操作する。
- ③金属項目試験溶液：①と同様に操作するが、ろ液に硝酸を加えて pH 値を 2 以下とする。
- ④水素化物項目試験溶液：①と同様に操作するが、ろ液に塩酸を加えて pH 値を 2 以下とする。
- ⑤臭味試験溶液：①と同様に操作する。
- ⑥イオンクロマトグラフ項目試験溶液：①と同様に操作する。

5.2.11 二酸化塩素

二酸化塩素の試験溶液は次の①～⑦により調製する。

- ①一般項目試験溶液：二酸化塩素注入施設のうち、二酸化塩素発生装置より注入側で採取した薬品試料について、二酸化塩素濃度 (mg/ml) を求め、(ii) 式で得られる量をもとに試験溶液調製のための採取量 (ml) を計算する。

二酸化塩素原液 10ml を共栓付き三角フラスコ 100ml に採り、これにヨウ化カリウム溶液

(10%) 5 ml 及び硫酸 (1 + 9) 2 ml を加えて混和し、暗所で 5 分間静置した後、溶液の褐色が淡黄色に変わるまで 0.1 mol/L チオ硫酸ナトリウム溶液を滴加し、更にデンプン指示薬 2 ml を加えて、生じた青色が消えるまで 0.1 mol/L チオ硫酸ナトリウム溶液で滴定する。ここに要した 0.1 mol/L チオ硫酸ナトリウム溶液の ml 数 (a ml) を求め、(i) 式によって二酸化塩素標準原液 1 ml 中の二酸化塩素の mg 数 (b mg/ml) を算出する。

$$\text{ClO}_2 \text{ (b mg/ml)} = a \times F \times 1.35 \times \frac{1}{S} \dots\dots\dots (i)$$

a : 0.1 mol/L チオ硫酸ナトリウム溶液の滴定量 (ml)

F : 0.1 mol/L チオ硫酸ナトリウム溶液のファクター

S : 滴定に供した二酸化塩素原液の ml 数

$$\text{設定最大注入率の値に相当する量 (ml)} = \frac{\text{設定最大注入率の値 (mg/L)}}{\text{二酸化塩素濃度 (mg/ml)} \times 10^{-3}} \dots\dots (ii)$$

次いで、薬品試料を (ii) 式で求めた設定最大注入率の値に相当する量の ~~10~~X 倍量 (容量で) を分取し、精製水約 900 ml を入れたビーカーに移し入れて溶かし、塩酸又は水酸化ナトリウム溶液を用いて pH 値を 7.0 とした後、精製水で 1 L とする。

- ②揮発性有機化合物項目試験溶液：①と同様に操作するが、二酸化塩素 1 mg につき 0.03～0.06 mg のアスコルビン酸ナトリウムを添加し、塩酸又は水酸化ナトリウムを用いて pH 値を 7.0 とした後、精製水で 1 L とする。
- ③金属項目試験溶液：①と同様に操作するが、水酸化ナトリウム溶液を用いた中和操作を行わず、硝酸を用いて pH 値を 2 以下とし、精製水で 1 L とする。
- ④水素化物項目試験溶液：③と同様に操作するが、硝酸の代わりに塩酸を用いる。
- ⑤臭味試験溶液：①と同様に操作するが、設定最大注入率の量 (容量で) を分取し、塩酸の代わりに硝酸を用いる。
- ⑥イオンクロマトグラフ項目試験溶液：①と同様に操作するが、塩酸の代わりに硫酸を用いる。
- ⑦二酸化塩素試験溶液：パイロット実験の有無に応じて、次の操作により調製する。
 - (1) パイロット実験などを行っている場合には、二酸化塩素を設定最大注入率で添加し、その処理後の浄水を採水し、二酸化塩素、亜塩素酸及び塩素酸の分析を行う。
 - (2) 実験設備がない場合には、以下の操作により、二酸化塩素、亜塩素酸及び塩素酸分析用の試料とする。

ア 塩素処理のみの場合

原水 1 L に、二酸化塩素を設定最大注入率で添加し、室温で所定時間 (配水系統を勘案した場合の注入～給水までの時間) 放置後、採水し、試料とする。放置時の水温、pH 値を記録する。

イ 一般的な浄水処理の場合

原水 1 L に、二酸化塩素を設定最大注入率、凝集剤を所定濃度 (通常浄水場で添加する濃度) で添加し、攪拌しながら、硫酸又は水酸化ナトリウム溶液を用いて凝集沈澱に

適切な pH 値とする。約 1 時間静置し、生成したフロックを沈澱させ、上澄水をろ過し、所定時間(配水系統を勘案した場合の注入～給水までの時間)放置後、採取し、試料とする。放置時の水温、pH 値を記録する。

ウ 高度浄水処理など

オゾン処理等、一般的な浄水処理以外の方法を用いる場合は、原水 1 L に二酸化塩素を設定最大注入率で添加し、その処理後の浄水を採水し、試料とする。

6 濃度の補正

「7 各評価項目ごとの試験方法等」により得られた値について濃度の補正は次のように行う。なお、空試験液とは、試験溶液の場合と同一の方法と同一の試薬と量を使用するが、試験対象の水道用薬品を添加せずに操作を行った溶液である。

- (1) 「5 各薬品ごとの試験溶液の調製方法」の 5.2.1～5.2.6、5.2.8～5.2.10 及び 5.2.11 の①～⑥については、空試験値を差し引き、得られた値を ~~10 X~~ で除す。~~ただし、設定最大注入率の等量で行った場合は空試験値を差し引き得られた値を用いる。~~
- (2) 5.2.7 については、(1)と同様に空試験値を差し引き、得られた値に設定最大注入率の値 (mg / L 単位) を乗じ、更に吹き込み質量 (mg 単位) で除す。
- (3) 味、臭気及び 5.2.11 の⑦については補正しない。

表 1 の評価基準に適合するかどうかの評価は(1)及び(2)の補正された値又は(3)の試験結果を用いる。

7 各評価項目ごとの試験方法等

7.1 各評価項目ごとの試験方法

各評価項目の試験方法は、原則として水道水質基準に関する省令等に定める検査方法によることとし、~~表 2 のとおりとする。~~

~~各評価項目ごとの試験方法は次の表の左欄に掲げる項目について、同表の中欄に掲げる試験方法により行うものとする。その際、残留塩素を含む試験溶液については、以下のようにして残留塩素を除去してから試験を行うものとする。揮発性有機化合物項目、フェノール類、陰イオン界面活性剤は、アスコルビン酸ナトリウムを残留塩素 1 mg につき 0.01～0.02 g を添加する。非イオン界面活性剤については、亜硫酸水素ナトリウムを残留塩素 1 mg につき 0.01 g を添加する。~~

なお、水道水質基準に関する省令等に示す方法では、鉛、カドミウム、亜鉛、ウランについては誘導結合プラズマ質量分析法も採用されているが、水道用薬品の試験においては、水道水の溶解成分(マトリックス)と大きく異なるので、これらの分析を行う場合には回収率、変動係数などについて留意が必要である。また、硫酸銅の試験に係るセレンの分析においてはフレ

ームレスー原子吸光光度法によること。

表2 各評価項目ごとの試験方法一覧

項 目	試験方法	告示・通知
カドミウム及びその化合物	フレイムレス—原子吸光光度法、誘導結合プラズマ発光分光分析法又は誘導結合プラズマ—質量分析法	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(平成15年厚生労働省告示第261号。以下「検査方法告示」という。)に示す方法
水銀及びその化合物	還元気化—原子吸光光度法	同上
セレン及びその化合物	水素化物発生—原子吸光光度法、フレイムレス—原子吸光光度法、誘導結合プラズマ—質量分析法又は水素化物発生—誘導結合プラズマ発光分光分析法	同上
鉛及びその化合物	フレイムレス—原子吸光光度法、誘導結合プラズマ発光分光分析法又は誘導結合プラズマ—質量分析法	同上
ヒ素及びその化合物	水素化物発生—原子吸光光度法、フレイムレス—原子吸光光度法、誘導結合プラズマ—質量分析法又は水素化物発生—誘導結合プラズマ発光分光分析法	同上
六価クロム化合物	フレイムレス—原子吸光光度法、フレイム—原子吸光光度法、誘導結合プラズマ発光分光分析法又は誘導結合プラズマ—質量分析法	同上
亜硝酸態窒素	イオンクロマトグラフ法	同上
シアン化物イオン及び塩化シアン	イオンクロマトグラフ—ポストカラム吸光光度法	同上
硝酸態窒素及び亜硝酸態窒素	イオンクロマトグラフ法	同上
ホウ素及びその化合物	誘導結合プラズマ発光分光分析法又は誘導結合プラズマ—質量分析法	同上
四塩化炭素	パージ・トラップ—ガスクロマトグラフ—質量分析法又はヘッドスペース—ガスクロマトグラフ—質量分析法	同上
1,4-ジオキサン	パージ・トラップ—ガスクロマトグラフ—質量分析法、ヘッドスペース—ガスクロマトグラフ—質量分析法又は固相抽出—ガスクロマトグラフ—質量分析法	同上
1,2-ジクロロエタン	パージ・トラップ—ガスクロマトグラフ—質量分析法又はヘッドスペース—ガスクロマトグラフ—質量分析法	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日付健水発第1010001号)に示す方法
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	パージ・トラップ—ガスクロマトグラフ—質量分析法又はヘッドスペース—ガスクロマトグラフ—質量分析法	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(平成15年厚生労働省告示第261号)に示す方法同上
ジクロロメタン	パージ・トラップ—ガスクロマトグラフ—質量分析法又はヘッドスペース—ガ	同上

	スクロマトグラフィー質量分析法	
テトラクロロエチレン	パージ・トラップーガスクロマトグラフィー質量分析法又はヘッドスペースーガスクロマトグラフィー質量分析法	同上
トリクロロエチレン	パージ・トラップーガスクロマトグラフィー質量分析法又はヘッドスペースーガスクロマトグラフィー質量分析法	同上
ベンゼン	パージ・トラップーガスクロマトグラフィー質量分析法又はヘッドスペースーガスクロマトグラフィー質量分析法	同上
塩素酸	イオンクロマトグラフ法	同上
臭素酸	イオンクロマトグラフィーポストカラム吸光光度法	同上
亜鉛及びその化合物	フレイムレスー原子吸光光度法、フレイムー原子吸光光度法、誘導結合プラズマ発光分光分析法又は誘導結合プラズマ質量分析法	同上
鉄及びその化合物	フレイムレスー原子吸光光度法、フレイムー原子吸光光度法、誘導結合プラズマ発光分光分析法又は誘導結合プラズマ質量分析法	同上
銅及びその化合物	フレイムレスー原子吸光光度法、フレイムー原子吸光光度法、誘導結合プラズマ発光分光分析法又は誘導結合プラズマ質量分析法	同上
マンガン及びその化合物	フレイムレスー原子吸光光度法、フレイムー原子吸光光度法、誘導結合プラズマ発光分光分析法又は誘導結合プラズマ質量分析法	同上
陰イオン界面活性剤	固相抽出ー高速液体クロマトグラフ法	同上
非イオン界面活性剤	固相抽出ー吸光光度法又は固相抽出ー高速液体クロマトグラフ法	同上
フェノール類	固相抽出ー誘導体化ーガスクロマトグラフィー質量分析法	同上
有機物(全有機炭素(TOC)の量)	TOC計測定法	同上
味	官能法	同上
臭気	官能法	同上
色度	比色法、透過光測定法又は連続自動測定機器による透過光測定法	同上
アンチモン及びその化合物	水素化物発生ー原子吸光光度法、誘導結合プラズマ質量分析法又は水素化物発生ー誘導結合プラズマ発光分光分析法	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日付健水発第1010001号)に示す方法
ウラン及びその化合物	誘導結合プラズマ質量分析法又は固相抽出ー誘導結合プラズマ発光分光分析法	同上

ニッケル及びその化合物	フレイムレス—原子吸光光度法、誘導結合プラズマ発光分光分析法又は誘導結合プラズマ—質量分析法	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日付健水発第1010001号)に示す方法同上
1,2-ジクロロエタン	パージ・トラップ—ガスクロマトグラフ—質量分析法又はヘッドスペース—ガスクロマトグラフ—質量分析法	同上
亜塩素酸	イオンクロマトグラフ法又はイオンクロマトグラフ—ポストカラム吸光光度法	同上
二酸化塩素	イオンクロマトグラフ法又はイオンクロマトグラフ—ポストカラム吸光光度法	同上
銀及びその化合物	フレイムレス—原子吸光光度法、誘導結合プラズマ発光分光分析法又は誘導結合プラズマ—質量分析法	7.2.3による
アンチモン及びその化合物	水素化物発生—原子吸光光度法、誘導結合プラズマ—質量分析法又は水素化物発生—誘導結合プラズマ発光分光分析法	同上
バリウム及びその化合物	フレイムレス—原子吸光光度法、誘導結合プラズマ発光分光分析法又は誘導結合プラズマ—質量分析法	7.2.2による
モリブデン及びその化合物	フレイムレス—原子吸光光度法、誘導結合プラズマ発光分光分析法又は誘導結合プラズマ—質量分析法	7.2.1による
ウラン及びその化合物	誘導結合プラズマ—質量分析法又は固相抽出—誘導結合プラズマ発光分光分析法	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日付健水発第1010001号)に示す方法
バリウム及びその化合物	フレイムレス—原子吸光光度法、誘導結合プラズマ発光分光分析法又は誘導結合プラズマ—質量分析法	7.2.2による
銀及びその化合物	フレイムレス—原子吸光光度法、誘導結合プラズマ発光分光分析法又は誘導結合プラズマ—質量分析法	7.2.3による
アクリルアミド	ガスクロマトグラフ—質量分析法	7.2.4による
二酸化塩素	イオンクロマトグラフ法又はイオンクロマトグラフ—ポストカラム吸光光度法	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日付健水発第1010001号)に示す方法
亜塩素酸	イオンクロマトグラフ法又はイオンクロマトグラフ—ポストカラム吸光光度法	同上
塩素酸	イオンクロマトグラフ法	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(平成15年厚生労働省告示第261号)に示す方法

7.2 各評価項目ごとの試験操作等

各評価項目の試験操作は、原則として表 2 (~~p.16~~～~~p.18~~)のとおりとする。ただし、フレイムレス—原子吸光光度法によるカドミウム、鉛、六価クロム、バリウム及び水酸化カルシウムの銀の試験操作は次に示す方法による。

- ① カドミウムの試験は、標準液添加法による。
- ② 鉛の試験は、試験溶液に硝酸溶液を所定量添加し、標準液添加法により分析する。
- ③ 六価クロムの試験は、マトリックス修飾剤として硝酸パラジウム溶液を添加し、標準液添加法により分析する。ポリ塩化アルミニウム、硫酸アルミニウム、水酸化カルシウム、水酸化ナトリウム、炭酸ナトリウムの場合は、試験溶液に硝酸を添加した後、この試験操作を行う。
- ④ バリウムの試験は、マトリックス修飾剤として硝酸カルシウム溶液を添加し、検量線法により分析する。
- ⑤ 水酸化カルシウムの銀の試験においては、試験溶液を 10 倍必要に応じた希釈したものを検液とする。

標準液添加法、修飾剤添加・検量線法及び修飾剤添加・標準液添加法による試験操作を次に示す。

1) 標準液添加法による試験操作

(1) 前処理

試験溶液を数個のメスフラスコ 5 個以上に 10ml ずつ分取し、1 個のメスフラスコを除き、他のメスフラスコに金属類標準液を段階的に採り、それぞれのメスフラスコに精製水を加えて 20ml とし、検液とする。

(2) 分析

(1)で得られた検液をフレイムレス—原子吸光光度計に注入し、それぞれの金属の波長で吸光度を測定する。

(3) 濃度の算定

金属の添加量を横軸に、吸光度を縦軸にとり、添加量と吸光度の関係式を作成し、横軸の切片から金属の量 (a mg) を求め、次式により試験溶液のそれぞれの金属の濃度を算定する。

$$\text{金属 (mg/L)} = a \times \frac{1000}{10}$$

2) 修飾剤添加・検量線法による試験操作

(1) 前処理

試験溶液を数個のメスフラスコに 10ml ずつ分取し、それぞれのメスフラスコにマトリックス修飾剤を所定量加えた後、精製水を加えて 20ml とし、検液とする。

(2) 分析

(1)で得られた検液をフレイムレス—原子吸光光度計に注入し、それぞれの金属の波長で吸光度を測定し、(3)により作成した検量線から検液中のそれぞれの金属の濃度 (a mg) を求め、次式により試験溶液中のそれぞれの金属の濃度を算定する。

$$\text{金属 (mg/L)} = a \times \frac{1000}{10}$$

(3) 検量線の作成

金属類標準液を段階的に数個のメスフラスコ 4 個以上 に採り、それぞれにマトリックス修飾剤を所定量加え、精製水で 20ml とする。以下、(2) と同様に操作して、それぞれの金属の量と吸光度の関係を求める。

3) 修飾剤添加・標準液添加法による試験操作

(1) 前処理

試験溶液を数個のメスフラスコ 5 個以上 に 10ml ずつ分取し、1 個のメスフラスコを除き、他のメスフラスコに金属類標準液を段階的に採り、それぞれのメスフラスコにマトリックス修飾剤を所定量加えた後、精製水を加えて 20ml とし、検液とする。

(2) 分析

(1) で得られた検液をフレイムレス—原子吸光光度計に注入し、それぞれの金属の波長で吸光度を測定する。

(3) 濃度の算定

金属の添加量を横軸に、吸光度を縦軸にとり、添加量と吸光度の関係式を作成し、横軸の切片から金属の量 (a mg) を求め、次式により試験溶液のそれぞれの金属の濃度を算定する。

$$\text{金属 (mg/L)} = a \times \frac{1000}{10}$$

7.2.1 モリブデン及びその化合物

モリブデン及びその化合物の試験は、次に示す第 1、第 2 又は第 3 のいずれかの方法による。

第 1 フレイムレス—原子吸光光度法

別添方法 1 (~~p.24~~) に定める方法

第 2 誘導結合プラズマ発光分光分析法

別添方法 2 (~~p.25~~) に定める方法

第 3 誘導結合プラズマ—質量分析法

別添方法 3 (~~p.26~~) に定める方法

7.2.2 バリウム及びその化合物

バリウム及びその化合物の試験は、次に示す第 1、第 2 又は第 3 のいずれかの方法による。

第 1 フレイムレス—原子吸光光度法

別添方法 1 (~~p.24~~) に定める方法

第 2 誘導結合プラズマ発光分光分析法

別添方法 2 (~~p. 25~~)に定める方法

第3 誘導結合プラズマ質量分析法

別添方法 3 (~~p. 26~~)に定める方法

7.2.3 銀及びその化合物

銀及びその化合物の試験は、次に示す第1、第2又は第3のいずれかの方法による。

第1 フレームレス原子吸光光度法

別添方法 1 (~~p. 24~~)に定める方法

第2 誘導結合プラズマ発光分光分析法

別添方法 2 (~~p. 25~~)に定める方法

第3 誘導結合プラズマ質量分析法

別添方法 3 (~~p. 26~~)に定める方法

7.2.4 アクリルアミド

ガスクロマトグラフ質量分析法

1 試薬

(1) 精製水

測定対象成分を含まないもの

(2) アセトン

(~~23~~) 硫酸 (1 + 5)

(~~35~~) 臭化カリウム

(45) 臭素酸カリウム溶液

臭素酸カリウム 16.7 g を精製水に溶かして 1 L としたもの

この溶液は、使用の都度調製する。

(~~56~~) トリエチルアミン

(~~67~~) チオ硫酸ナトリウム溶液

チオ硫酸ナトリウム (5 水塩) 250 g を精製水に溶かして 1 L としたもの

(78) ヘキサン

残留農薬試験用で、測定対象成分を含まないもの

(89) 酢酸エチル

残留農薬試験用で、測定対象成分を含まないもの

(~~910~~) メチルアルコール

残留農薬試験用で、測定対象成分を含まないもの

(~~1011~~) 硫酸ナトリウム

残留農薬試験用の硫酸ナトリウム 100 g に酢酸エチル 50ml を加えて振り混ぜた後、ろ別し、ろ別した硫酸ナトリウムに再度酢酸エチル 25ml を加えて振り混ぜ、ろ別し、風乾したもので、測定対象成分を含まないもの

(12) エチルアルコール

測定対象成分を含まないもの

(13) アクリルアミド標準原液

アクリルアミド 0.100 g を褐色メスフラスコに採り、メチルアルコールを加えて 1 L としたもの

この溶液 1 ml は、アクリルアミド 0.1mg を含む。

この溶液は、冷暗所に保存する。

(14) アクリルアミド標準液

アクリルアミド標準原液をメチルアルコールで 100 倍に薄めたもの

この溶液 1 ml は、アクリルアミド 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) 分液ロート

容量 300ml のもの

(2) 濃縮器

クデルナ・ダニッシュ (K D) 濃縮器又はロータリーエバポレーター

(3) ガスクロマトグラフー質量分析計

ア 試料導入部

200～250℃にしたもの

イ 分離カラム

内径 0.20～0.53mm、長さ 25～30m の熔融シリカ製のキャピラリーカラムで、ポリエチレングリコールを 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

最適分離条件に設定できるもの

例えば、50℃を 1 分間保持し、毎分 5℃の速度で 200℃まで上昇させ、更に毎分 20℃の速度で上昇させ、240℃を 3 分間保持できるもの

エ 測定質量数 (m/z)

2-ブロモプロペンアミド : 106、149、70

オ 検出器

選択イオン測定 (S I M) 又はマスクロマトグラフ法が行えるもの

カ イオン化電圧

検査方法告示の別表第 14 の 2 (4) エの例による。電子衝撃イオン化 (E I) 電圧を 70 V にしたもの

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

検査方法告示の別表第 14 の 2 (4) オの例による。純度 99.999 v / v % 以上のヘリウムガス

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て乾燥したガラス瓶に採取し、できるだけ速や

かに試験する。速やかに試験できない場合は、精製水及びアセトンで洗浄して乾燥した褐色ガラス瓶中に入れ、冷暗所に保存する。

4 試験操作

(1) 前処理

検水 100ml (検水に含まれるアクリルアミドの濃度が 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 100ml に調製したもの) をビーカーに採り、硫酸 (1 + 5) を用いて pH 値を 1 以下とし、これを共栓付三角フラスコに移し、臭化カリウム 40 g を加えて溶かす。次に、臭素酸カリウム溶液 10ml を加え、よく混ぜてから 40 分間静置する。この溶液にチオ硫酸ナトリウム溶液を臭素の黄褐色が消失するまで加えた後、分液ロートに移し、ヘキサン 50ml を加えて 2 分間振り混ぜる。水層は別の分液ロートに移し、酢酸エチル 50ml を加えて 1 分間振り混ぜる。酢酸エチル層は硫酸ナトリウムをのせたろ紙 (酢酸エチルで洗浄したもの) でろ過し、三角フラスコに受ける。更に、水層には酢酸エチル 25ml を加えて再び 1 分間振り混ぜ、酢酸エチル層を先の三角フラスコに受ける。この操作をもう 1 回繰り返す。集めた酢酸エチル抽出液を濃縮器に移し、0.9ml 以下になるまで濃縮する。次に、トリエチルアミン 0.05ml を加え、酢酸エチルで 1 ml とする。30 分静置後、これを試験溶液とする。

なお、試験溶液が妨害ピークによって測定できない場合は、次のようなフロリジルによるクリーンアップを行う。

130℃で 16 時間加熱して活性化したフロリジル 10 g を内径 20mm のガラスクロマト管にヘキサンで流し入れ、ヘキサンをフロリジル層の上端部まで流下させる。次に、上記の前処理で抽出及び濃縮操作まで行った濃縮液 (トリエチルアミンを添加していない濃縮液) を酢酸エチル溶媒からヘキサン溶媒に転溶する。得られた濃縮液をガラスクロマト管に入れ、フロリジル層の上端部まで流下させる。次いで、エチルアルコールとヘキサンを体積比で 1 : 49 の割合に混合した溶液 100ml を流し、流出液は捨てる。次に、エチルアルコールとヘキサンを 1 : 4 の割合で混合した溶液 100ml を流し、流出液を容器に集める。流出液を濃縮し、再度酢酸エチルに転溶して液量を 0.9ml 以下とし、トリエチルアミン 0.05ml を加え、更に酢酸エチルを加えて 1 ml 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ィー質量分析計に注入し、上記 2 の (3) エに示す 2-ブロモプロペンアミド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 (3) により作成した検量線から試験溶液中のアクリルアミドの濃度を求め、検水中のアクリルアミドの濃度を算定する。

(3) 検量線の作成

アクリルアミド標準液を段階的にメスフラスコ 4 個以上 に採り、それぞれに精製水を加えて 100ml とする。以下上記 (1) 及び (2) と同様に操作して、アクリルアミド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１ フレームレス—原子吸光光度法

検査方法告示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(平成15年厚生労働省告示第261号)の別表第3の例による。なお、銀について加熱濃縮操作を行う場合は、硝酸酸性の金属項目試験溶液ではなく、塩酸酸性の水素化物項目試験溶液を用いる。

ただし、モリブデン、バリウム及び銀の標準原液の調製方法、標準液の濃度及び調製方法、対象金属の濃度範囲及び測定波長は次による。

(1) モリブデン、バリウム及び銀の標準原液

表3に掲げる方法により調製されたもの

これらの溶液は、それぞれの金属を1mg含む。

これらの溶液は、褐色瓶に入れて冷暗所に保存する。

表3 モリブデン、バリウム及び銀の標準原液(1mg/ml)の調製方法

金 属 類	調 製 方 法
モリブデン	モリブデン酸アンモニウム(4水塩)1.841gをメスフラスコに採り、精製水に溶かして1Lとしたもの
バリウム	硝酸バリウム1.903gをメスフラスコに採り、少量の硝酸(1+1)で溶かした後、硝酸(1+160)を加えて1Lとしたもの
銀	硝酸銀 1.575gをメスフラスコに採り、硝酸(1+160)に溶かして1Lとしたもの

(2) モリブデン、バリウム及び銀の標準液

表4に掲げる方法により調製されたもの

これらの溶液は、使用の都度調製する。

表4 モリブデン、バリウム及び銀の標準液の濃度及び調製方法

金属類	濃 度 (mg/ml)	調 製 方 法
モリブデン	0.01	モリブデン標準原液を精製水で100倍に薄めたもの
バリウム	0.001	バリウム標準原液を精製水で1000倍に薄めたもの
銀	0.0001	銀標準原液を精製水で10000倍に薄めたもの

(3) モリブデン、バリウム及び銀の濃度範囲及び測定波長

表5による。

表5 対象金属の濃度範囲及び測定波長

金属類	濃度範囲 (mg/L)	波長 (nm)
モリブデン	0.002 ~ 0.2	313.3
バリウム	0.0007~0.07	553.6
銀	0.0001~0.01	328.1

別添方法 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(平成 15 年厚生労働省告示第 261 号)の別表第 5 の例による。なお、銀について加熱濃縮操作を行う場合は、硝酸酸性の金属項目試験溶液ではなく、塩酸酸性の水素化物項目試験溶液を用いる。

ただし、モリブデン、バリウム及び銀の標準原液の調製方法、標準液の濃度及び調製方法、対象金属の濃度範囲及び測定波長は次による。

(1) モリブデン、バリウム及び銀の標準原液

「別添方法 1 フレームレス原子吸光光度法」の例による。

(2) 金属類混合標準液

モリブデン、バリウムのそれぞれの標準原液 10ml ずつをメスフラスコに採り、精製水を加えて 1 L とした溶液 10ml を精製水で 100 倍に薄めたもの

この溶液 1 ml 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。

(3) 銀標準液

銀標準原液 10ml をメスフラスコに採り、精製水を加えて 1 L とした溶液 10ml を精製水で 100 倍に薄めたもの

この溶液 1 ml は、銀を 0.0001mg 含む。

この溶液は、使用の都度調製する。

(4) モリブデン、バリウム及び銀の濃度範囲及び測定波長

表 6 による。

表 6 対象金属の濃度範囲及び測定波長

金属類	濃度範囲 (mg/L)	測定波長 (nm)
モリブデン	0.0002 ～0.02	202.030、281.615
バリウム	0.00004～0.004	233.527、455.403
銀	0.00006～0.006	328.068、338.289

別添方法 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(平成15年厚生労働省告示第261号)の別表第6の例による。

ただし、モリブデン、バリウム及び銀の標準原液の調製方法、標準液の濃度及び調製方法、濃度範囲及び測定質量数は次による。

- (1) モリブデン、バリウム及び銀の標準原液

「別添方法 1 フレームレス原子吸光光度法」の例による。

- (2) 金属類混合標準液

「別添方法 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」の例による。

- (3) 銀標準液

「別添方法 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」の例による。

- (4) モリブデン、バリウム及び銀の濃度範囲及び質量数

表 7 による。

表 7 対象金属の濃度範囲及び質量数

金属類	濃度範囲 (mg/L)	質量数
モリブデン	0.00004～0.004	95、96、98
バリウム	0.0001 ～0.01	137、138
銀	0.0001 ～0.01	107

参考資料

参考資料表 1 各薬品の注目すべき項目

水道用薬品 項目	薬品名																
	硫酸アルミニウム	ポリ塩化アルミニウム	水酸化ナトリウム	炭酸ナトリウム	水酸化カルシウム	硫酸	次亜塩素酸ナトリウム	高度さらし粉	現場生成次亜塩素酸ナトリウム	食塩	粉末活性炭	ケイ酸ナトリウム	塩酸	液化塩素	硫酸銅	過マンガン酸カリウム	塩化第二鉄
カドミウム及びその化合物	○	○	○	○	○	○	○	○	○		○	○			○	○	○
水銀及びその化合物	○	○	○	○	○	○	○	○	○		○	○		○	○	○	○
セレン及びその化合物	○	○	○	○	○	○	○	○	○		○				○	○	○
鉛及びその化合物	○	○	○	○	○	○	○	○	○		○	○		○	○	○	○
ヒ素及びその化合物	○	○	○	○	○	○	○	○	○		○	○	○	○	○	○	○
六価クロム化合物	○	○	○	○	○	○	○	○	○		○	○			○	○	○
亜硝酸態窒素																	
シアニ化物イオン及び塩化シアニ																	
硝酸態窒素及び亜硝酸態窒素																	
ホウ素及びその化合物																	
四塩化炭素																	
1,4-ジオキサン																○	○
1,2-ジクロロエタン																	
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																	
ジクロロメタン																	
テトラクロロエチレン																	
トリクロロエチレン																	
ベンゼン																	
塩素酸							○	○	○								○
臭素酸							○	○	○								○
亜鉛及びその化合物											○						
鉄及びその化合物	○	○				○						○				×	×
銅及びその化合物											○				×		
マンガン及びその化合物	○	○		○							○				×		
陰イオン界面活性剤																	
非イオン界面活性剤																	
フェノール類																	
有機物(全有機炭素(TOC)の量)											×					○	×
味																	
臭気																	
色度																	
アンチモン及びその化合物	○	○	○								○				○		○
ウラン及びその化合物																	
ニッケル及びその化合物	○	○	○	○							○				○		○
1,2-ジクロロエタン																	
アンチモン及びその化合物	○	○	○								○				○		○
亜塩素酸																	○
二酸化塩素																	○
銀及びその化合物								○								○	○

注) ×は主成分のため適用せず。食塩についてはこの他臭素イオンに留意が必要である。

薬品名	設定最大注入率(例) (mg／L)	実績最大 注入率 (mg／L)	最大許容 注入率 (mg／L)	問題となる項目
液体硫酸アルミニウム ¹⁾	200	130	333	マンガン
固形硫酸アルミニウム ²⁾	100	240	200	マンガン
ポリ塩化アルミニウム ³⁾	300	360	333	マンガン
水酸化ナトリウム ⁴⁾	100	52	500	水銀
炭酸ナトリウム	100	80	500	水銀
水酸化カルシウム	100	55	100	クロム
硫酸	50	50	125	水銀
次亜塩素酸ナトリウム ⁵⁾	100	92	—	—
高度さらし粉	20	—	—	—
粉末活性炭 ⁶⁾	100	—	—	—
ケイ酸ナトリウム	20	—	250	水銀
塩酸	50	—	—	—
液化塩素	50	30	—	—
硫酸銅	2	0.25	—	—
過マンガン酸カリウム	10	—	—	—
塩化第二鉄	300	—	—	—
ポリアクリルアミド	1	—	—	—

- 1) 酸化アルミニウム 8%溶液に換算した値。
- 2) 酸化アルミニウム 15%溶液に換算した値。
- 3) 酸化アルミニウム 10%溶液に換算した値。
- 4) 45%溶液換算した値。
- 5) 有効塩素 10%溶液に換算した値。
- 6) 水分 50%の粉末活性炭に換算した値。