○水質基準に関する省令の規定に基づき環境大臣が定める方法（平成15年厚生労働省告示第261号）

水質基準に関する省令（平成十五年厚生労働省令第百一号）の規定に基づき、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次のように定め、平成十六年四月一日から適用する。ただし、平成十九年三月三十一日までの間は、第九号中「別表第十二」とあるのは「別表第十二又は別表第四十六」と、第四十号中「別表第二十四」とあるのは「別表第二十四又は別表第四十七」と、第四十四号中「別表第二十九」とあるのは「別表第二十九又は別表第四十八」とする。

水質基準に関する省令の規定に基づき環境大臣が定める方法

水質基準に関する省令の規定に基づき環境大臣が定める方法は、第一号に掲げる事項のほか、第二号から第五十二号までに掲げる事項に応じ、それぞれ当該各号に定めるとおりとする。

一　総則的事項

1　水道法（昭和三十二年法律第百七十七号）第二十条第一項の規定に基づく水質検査（以下この１において「水質検査」という。）を行う検査施設において、水道により供給される水、水源の水、飲用に供する井戸水その他これらに類する水以外の試料（以下この１において「高濃度試料」という。）を扱う場合は、次に掲げるいずれかの措置を講ずること。

(1)　水質検査を行う検査室と高濃度試料の試験操作（試料を検査する目的で、分取、濃縮、希釈又は加熱等を行う操作をいう。以下この１及び３において同じ。）を行う検査室を区分すること。

(2)　検査室において、次に掲げる全ての措置を講ずること。

イ　水質検査と高濃度試料の試験操作を同時に行わないこと。

ロ　高濃度試料の試験操作を行う間は、検査室を十分に換気すること。

ハ　水質検査を行う前に、精製水又は有機溶媒を用いて試験操作を行い、当該水質検査に使用する器具及び装置が高濃度試料により汚染されていないことを確認すること。

2　水質検査における試薬は、次号から第五十二号までの各号の別表に定めるほか、次に掲げるとおりとすることができること。

(1)　試薬における標準原液、標準液又は混合標準液は、計量法（平成四年法律第五十一号）第百三十六条若しくは第百四十四条の規定に基づく証明書又はこれらに相当する証明書（以下この２において「値付け証明書等」という。）が添付され、かつ、次号から第五十二号までの各号の別表に定める標準原液と同濃度のもの又は同表に定める標準液若しくは混合標準液と同濃度のもの（以下この(1)において「同濃度標準液」という。）を用いることができること。この場合において、同濃度標準液は、開封後速やかに使用することとし、開封後保存したものを使用してはならない。ただし、別表第五、別表第六及び別表第十三において標準液又は混合標準液の保存に関する特別の定めのある場合については、その限りでない。

(2)　試薬における標準液又は混合標準液は、(1)に定めるもののほか、次号から第五十二号までの各号の別表に定める標準液又は混合標準液と同濃度に調製することができるもの（値付け証明書等が添付され、かつ、同表に定める標準原液の濃度を超えないものに限る。以下この(2)において「調製可能標準液」という。）を用いて調製することができること。この場合において、調製可能標準液は、標準原液と同濃度のものは除き、開封後速やかに使用することとし、開封後保存し

たものを使用してはならない。ただし、別表第五、別表第六及び別表第十三において標準液又は混合標準液の保存に関する特別の定めのある場合については、その限りでない。

(3) 試薬のうち調製量が定められているものは、各別表に定めるものと同濃度であれば、各別表に定める調製量以上に調製することができること。

3　試験操作又は検量線の作成における内部標準液の添加は、分析装置による自動添加とすることができること。

二　一般細菌　別表第一に定める方法

三　大腸菌　別表第二に定める方法

四　カドミウム及びその化合物　別表第三、別表第五又は別表第六に定める方法

五　水銀及びその化合物　別表第七に定める方法

六　セレン及びその化合物　別表第三、別表第六、別表第八又は別表第九に定める方法

七　鉛及びその化合物　別表第三、別表第五又は別表第六に定める方法

八　ヒ素及びその化合物　別表第三、別表第六、別表第十又は別表第十一に定める方法

九　六価クロム化合物　別表第三、別表第五又は別表第六に定める方法

十　亜硝酸態窒素　別表第十三に定める方法

十一　シアン化物イオン及び塩化シアン　別表第十二に定める方法

十二　硝酸態窒素及び亜硝酸態窒素　別表第十三に定める方法

十三　フッ素及びその化合物　別表第十三に定める方法

十四　ホウ素及びその化合物　別表第五又は別表第六に定める方法

十五　四塩化炭素　別表第十四又は別表第十五に定める方法

十六　一・四―ジオキサン　別表第十四、別表第十五又は別表第十六に定める方法

十七　シス―一・二―ジクロロエチレン及びトランス―一・二―ジクロロエチレン　別表第十四又は別表第十五に定める方法

十八　ジクロロメタン　別表第十四又は別表第十五に定める方法

十九　テトラクロロエチレン　別表第十四又は別表第十五に定める方法

二十　トリクロロエチレン　別表第十四又は別表第十五に定める方法

二十一　ベンゼン　別表第十四又は別表第十五に定める方法

二十二　塩素酸　別表第十三又は別表第十八の二に定める方法

二十三　クロロ酢酸　別表第十七又は別表第十七の二に定める方法

二十四　クロロホルム　別表第十四又は別表第十五に定める方法

二十五　ジクロロ酢酸　別表第十七又は別表第十七の二に定める方法

二十六　ジブロモクロロメタン　別表第十四又は別表第十五に定める方法

二十七　臭素酸　別表第十八又は別表第十八の二に定める方法

二十八　総トリハロメタン　クロロホルム、ジブロモクロロメタン、ブロモジクロロメタン及びブロモホルムごとに、それぞれ第二十四号、第二十六号、第三十号及び第三十一号に掲げる方法

二十九　トリクロロ酢酸　別表第十七又は別表第十七の二に定める方法

三十　ブロモジクロロメタン　別表第十四又は別表第十五に定める方法

三十一　ブロモホルム　別表第十四又は別表第十五に定める方法

三十二　ホルムアルデヒド　別表第十九、別表第十九の二又は別表第十九の三に定める方法

三十三　亜鉛及びその化合物　別表第三、別表第四、別表第五又は別表第六に定める方法

三十四　アルミニウム及びその化合物　別表第三、別表第五又は別表第六に定める方法

三十五　鉄及びその化合物　別表第三、別表第四、別表第五又は別表第六に定める方法

三十六　銅及びその化合物　別表第三、別表第四、別表第五又は別表第六に定める方法

三十七　ナトリウム及びその化合物　別表第三、別表第四、別表第五、別表第六又は別表第二十に定める方法
三十八　マンガン及びその化合物　別表第三、別表第四、別表第五又は別表第六に定める方法
三十九　塩化物イオン　別表第十三又は別表第二十一に定める方法
四十　カルシウム、マグネシウム等（硬度）　別表第四、別表第五、別表第六、別表第二十又は別表第二十二に定める方法
四十一　蒸発残留物　別表第二十三に定める方法
四十二　陰イオン界面活性剤　別表第二十四又は別表第二十四の二に定める方法
四十三　（四Ｓ・四ａＳ・八ａＲ）―オクタヒドロ―四・八ａ―ジメチルナフタレン―四ａ（二Ｈ）―オール（別名ジェオスミン）　別表第二十五、別表第二十六、別表第二十七又は別表第二十七の二に定める方法
四十四　一・二・七・七―テトラメチルビシクロ［二・二・一］ヘプタン―二―オール（別名二―メチルイソボルネオール）　別表第二十五、別表第二十六、別表第二十七又は別表第二十七の二に定める方法
四十五　非イオン界面活性剤　別表第二十八又は別表第二十八の二に定める方法
四十六　フェノール類　別表第二十九又は別表第二十九の二に定める方法
四十七　有機物（全有機炭素（ＴＯＣ）の量）　別表第三十又は別表第三十の二に定める方法
四十八　pH値　別表第三十一又は別表第三十二に定める方法
四十九　味　別表第三十三に定める方法
五十　臭気　別表第三十四に定める方法
五十一　色度　別表第三十五、別表第三十六又は別表第三十七に定める方法
五十二　濁度　別表第三十八、別表第三十九、別表第四十、別表第四十一、別表第四十二、別表第四十三又は別表第四十四に定める方法

（平一八厚労告一九一・平一九厚労告七四・平一九厚労告三八六・平二一厚労告五六・平二二厚労告四八・平二四厚労告六六・一部改正）
改正文　（平成一七年三月三〇日厚生労働省告示第一二五号）　抄
平成十七年四月一日から適用する。
改正文　（平成一八年三月三〇日厚生労働省告示第一九一号）　抄
平成十八年四月一日から適用する。
改正文　（平成一九年三月三〇日厚生労働省告示第七四号）　抄
平成十九年四月一日から適用する。
改正文　（平成一九年一一月一四日厚生労働省告示第三八六号）　抄
平成二十年四月一日から適用する。
改正文　（平成二一年三月六日厚生労働省告示第五六号）　抄
平成二十一年四月一日から適用する。
改正文　（平成二二年二月一七日厚生労働省告示第四八号）　抄
平成二十二年四月一日から適用する。
改正文　（平成二四年二月二八日厚生労働省告示第六六号）　抄
平成二十四年四月一日から適用する。
改正文　（平成二四年三月三〇日厚生労働省告示第二九〇号）　抄
平成二十四年四月一日から適用する。
改正文　（平成二六年三月三一日厚生労働省告示第一四七号）　抄
平成二十六年四月一日から適用する。
改正文　（平成二七年三月一二日厚生労働省告示第五六号）　抄

平成二十七年四月一日から適用する。
　改正文　（平成二八年三月三〇日厚生労働省告示第一一五号）　抄
平成二十八年四月一日から適用する。
　改正文　（平成二九年三月二八日厚生労働省告示第八七号）　抄
平成二十九年四月一日から適用する。
　改正文　（平成三〇年三月二八日厚生労働省告示第一三八号）　抄
平成三十年四月一日から適用する。
　改正文　（令和二年三月二五日厚生労働省告示九五号）　抄
令和二年四月一日から適用する。
　改正文　（令和四年三月三一日厚生労働省告示一三四号）　抄
令和四年四月一日から適用する。
　改正文　（令和五年三月二四日厚生労働省告示八五号）　抄
令和五年四月一日から適用する。
　改正文　（令和六年三月二一日厚生労働省告示九九号）　抄
令和六年四月一日から適用する。
　改正文　（令和六年三月二九日厚生労働省告示一七一号）　抄
令和六年四月一日から適用する。
　改正文　（令和七年三月二六日環境省告示二五号）　抄
令和七年四月一日から適用する。

別表第１
標準寒天培地法
　ここで対象とする項目は、一般細菌である。
１　試薬及び培地
(1) 精製水
(2) チオ硫酸ナトリウム
(3) 標準寒天培地
　ペプトン（カゼインのパンクレアチン水解物）0.5ｇ、粉末酵母エキス0.25ｇ、ブドウ糖0.1ｇ及び粉末寒天1.5ｇを精製水約90mlに加熱溶解させ、滅菌後のpH値が6.9～7.1となるように調整した後、精製水を加えて100mlとし、高圧蒸気滅菌したもの
２　器具及び装置
(1) 採水瓶
　容量120ml以上の密封できる容器を滅菌したもの
　なお、残留塩素を含む試料を採取する場合には、あらかじめチオ硫酸ナトリウムを試料100mlにつき0.02～0.05ｇの割合で採水瓶に入れ、滅菌したものを使用する。
(2) ペトリ皿
　直径約９cm、高さ約1.5cmのものであって、ガラス製又はプラスチック製で滅菌したもの
(3) 恒温器
　温度を35～37℃に保持できるもの
３　試料の採取及び保存
　試料は、採水瓶に採取し速やかに試験する。速やかに試験できない場合は、冷暗所に保存し、12時間以内に試験する。
４　試験操作
　検水を２枚以上のペトリ皿に１mlずつ採り、これにあらかじめ加熱溶解させて45～50℃に保った標準寒天培地を約15mlずつ加えて十分に混合し、培地が固まるまで静置する。次

に、ペトリ皿を逆さにして恒温器内で22～26時間培養する。培養後、各ペトリ皿の集落数を数え、その値を平均して菌数とする。

５　空試験

ペトリ皿を２枚以上用意し、以下上記４と同様に操作し、培養後、各ペトリ皿の集落数を数え、その値を平均して菌数とする。

別表第２

特定酵素基質培地法

ここで対象とする項目は、大腸菌である。

１　試薬及び培地

(1) 精製水

(2) チオ硫酸ナトリウム

(3) エチルアルコール

(4) ＭＭＯ―ＭＵＧ培地

硫酸アンモニウム５ｇ、硫酸マンガン0.5mg、硫酸亜鉛0.5mg、硫酸マグネシウム100mg、塩化ナトリウム10ｇ、塩化カルシウム50mg、ヘペス（Ｎ―２―ヒドロキシエチルピペラジン―Ｎ’―２―エタンスルホン酸）6.9ｇ、ヘペスナトリウム塩（Ｎ―２―ヒドロキシエチルピペラジン―Ｎ’―２―エタンスルホン酸ナトリウム）5.3ｇ、亜硫酸ナトリウム40mg、アムホテリシンＢ１mg、ｏ―ニトロフェニル―β―Ｄ―ガラクトピラノシド500mg、４―メチルウンベリフェリル―β―Ｄ―グルクロニド75mg及びソラニウム500mgを無菌的に混合し、試験容器に10分の１量ずつ分取したもの

この培地は、黄色く着色したものは使用しない。

この培地は、冷暗所に保存する。

(5) ＩＰＴＧ添加ＯＮＰＧ―ＭＵＧ培地

硫酸アンモニウム2.5ｇ、硫酸マグネシウム100mg、ラウリル硫酸ナトリウム100mg、塩化ナトリウム2.9ｇ、トリプトース５ｇ、トリプトファン１ｇ、ｏ―ニトロフェニル―β―Ｄ―ガラクトピラノシド100mg、４―メチルウンベリフェリル―β―Ｄ―グルクロニド50mg、イソプロピル―１―チオ―β―Ｄ―ガラクトピラノシド100mg及びトリメチルアミン―Ｎ―オキシド１ｇを精製水約80mlに溶かし、pH値が6.1～6.3となるように調整した後、精製水を加えて90mlとし、ろ過除菌した後、試験容器に10mlずつ分注したもの

この培地は、冷暗所に保存する。

(6) XGal―ＭＵＧ培地

塩化ナトリウム５ｇ、リン酸一水素カリウム2.7ｇ、リン酸二水素カリウム２ｇ、ラウリル硫酸ナトリウム100mg、ソルビトール１ｇ、トリプトース５ｇ、トリプトファン１ｇ、４―メチルウンベリフェリル―β―Ｄ―グルクロニド50mg、５―ブロモ―４―クロロ―３―インドリル―β―Ｄ―ガラクトピラノシド80mg及びイソプロピル―１―チオ―β―Ｄ―ガラクトピラノシド100mgを無菌的に混合し、試験容器に10分の１量ずつ分取したもの

この培地は、冷暗所に保存する。

(7) ピルビン酸添加XGal―ＭＵＧ培地

塩化ナトリウム５ｇ、硝酸カリウム１ｇ、リン酸一水素カリウム４ｇ、リン酸二水素カリウム１ｇ、ラウリル硫酸ナトリウム100mg、ピルビン酸ナトリウム１ｇ、ペプトン５ｇ、４―メチルウンベリフェリル―β―Ｄ―グルクロニド100mg、５―ブロモ―４―クロロ―３―インドリル―β―Ｄ―ガラクトピラノシド100mg及びイソプロピル―１―チオ―β―Ｄ―ガラクトピラノシド100mgを無菌的に混合し、試験容器に10分の１量ずつ分取したもの

この培地は、冷暗所に保存する。

２　器具及び装置

(1) 採水瓶

別表第１の２(1)の例による。

(2) 試験容器

検水100mlと培地が密封できるもので、滅菌したもの

(3) ＭＭＯ―ＭＵＧ培地用比色液

ｏ―ニトロフェノール４mg、ヘペス（Ｎ―２―ヒドロキシエチルピペラジン―Ｎ’―２―エタンスルホン酸）6.9ｇ、ヘペスナトリウム塩（Ｎ―２―ヒドロキシエチルピペラジン―Ｎ’―２―エタンスルホン酸ナトリウム）5.3ｇ及び４―メチルウンベリフェロン１mgを混合し、精製水を加えて１Ｌとし、試験容器に分注したもの

この溶液は、冷暗所に保存する。

(4) ＩＰＴＧ添加ＯＮＰＧ―ＭＵＧ培地用比色液

ｏ―ニトロフェノール2.5mg、４―メチルウンベリフェロン1.25mg及びトリプトース５ｇを精製水約900mlで溶かし、pH値を7.0となるように調整し、精製水を加えて１Ｌとし、試験容器に分注したもの

この溶液は、冷暗所に保存する。

(5) XGal―ＭＵＧ培地用比色液

アミドブラック10Ｂ0.25mg、４―メチルウンベリフェロン１mg、タートラジン1.25mg、ニューコクシン0.25mg及びエチルアルコール150mlを混合し、精製水を加えて１Ｌとし、試験容器に分注したもの

この溶液は、冷暗所に保存する。

(6) ピルビン酸添加XGal―ＭＵＧ培地用比色液

インジゴカーミン２mg、ｏ―ニトロフェノール4.8mg、４―メチルウンベリフェロン１mg、リン酸一水素カリウム４ｇ及びリン酸二水素カリウム１ｇを混合し、精製水を加えて１Ｌとし、試験容器に分注したもの

この溶液は、冷暗所に保存する。

(7) 恒温器

別表第１の２(3)の例による。

(8) 紫外線ランプ

波長366nmの紫外線を照射できるもの

３　試料の採取及び保存

別表第１の３の例による。

４　試験操作

検水100mlを上記１のいずれかの培地１本に加え、直ちに試験容器を密封し、試験容器を振って培地を溶解又は混合させた後、恒温器内に静置して24～28時間培養する。培養後、紫外線ランプを用いて波長366nmの紫外線を照射し、蛍光の有無を確認する。培地に対応する比色液より蛍光が強い場合は陽性と判定し、蛍光が弱い場合は陰性と判定する。

別表第３

フレームレス―原子吸光光度計による一斉分析法

ここで対象とする項目は、カドミウム、セレン、鉛、ヒ素、六価クロム、亜鉛、アルミニウム、鉄、銅、ナトリウム及びマンガンである。

１　試薬

(1) 精製水

測定対象成分を含まないもの

(2) 硝酸

(3) 硝酸（１＋１）

(4) 硝酸（１＋30）

(5) 硝酸（１＋160）
(6) 塩酸（１＋１）
(7) 塩酸（１＋50）
(8) 水酸化ナトリウム溶液（0.4w／ｖ％）
(9) 金属類標準原液
表１に掲げる方法により調製されたもの
これらの溶液１mlは、それぞれの金属を１mg含む。
これらの溶液は、冷暗所に保存する。

表１　金属類標準原液（１mg／ml）の調製方法

金属類	調製方法
カドミウム	カドミウム1.000ｇを採り、少量の硝酸（１＋１）を加えて加熱溶解し、冷後、メスフラスコに移し、硝酸（１＋160）を加えて１Ｌとしたもの
セレン	二酸化セレン1.405ｇをメスフラスコに採り、少量の精製水で溶かした後、硝酸（１＋160）を加えて１Ｌとしたもの
鉛	鉛1.000ｇを採り、少量の硝酸（１＋1）を加えて加熱溶解し、冷後、メスフラスコに移し、硝酸（１＋160）を加えて１Ｌとしたもの
ヒ素	三酸化ヒ素1.320ｇを採り、少量の水酸化ナトリウム溶液（0.4w／ｖ％）を加えて加熱溶解し、冷後、メスフラスコに移し、塩酸（１＋50）を加えて１Ｌとしたもの
六価クロム	二クロム酸カリウム2.829ｇをメスフラスコに採り、少量の精製水で溶かした後、硝酸（１＋160）を加えて１Ｌとしたもの
亜鉛	亜鉛1.000ｇを採り、少量の硝酸（１＋１）を加えて加熱溶解し、冷後、メスフラスコに移し、硝酸（１＋160）を加えて１Ｌとしたもの
アルミニウム	アルミニウム1.000ｇを採り、少量の塩酸（１＋１）を加えて加熱溶解し、冷後、メスフラスコに移し、硝酸（１＋30）を加えて１Ｌとしたもの
鉄	鉄1.000ｇを採り、少量の硝酸（１＋１）を加えて加熱溶解し、冷後、メスフラスコに移し、硝酸（１＋160）を加えて１Ｌとしたもの
銅	銅1.000ｇを採り、少量の硝酸（１＋１）を加えて加熱溶解し、冷後、メスフラスコに移し、硝酸（１＋160）を加えて１Ｌとしたもの
ナトリウム	塩化ナトリウム2.542ｇを精製水に溶かして１Ｌとしたもの
マンガン	マンガン1.000ｇを採り、少量の硝酸（１＋１）を加えて加熱溶解し、冷後、メスフラスコに移し、硝酸（１＋160）を加えて１Ｌとしたもの

(10) 金属類標準液
表２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２　金属類標準液の濃度及び調製方法

金属類	濃度（mg／ml）	調製方法
カドミウム	0.0001	カドミウム標準原液を精製水で10000倍に薄めたもの
セレン	0.001	セレン標準原液を精製水で1000倍に薄めたもの
鉛	0.001	鉛標準原液を精製水で1000倍に薄めたもの
ヒ素	0.001	ヒ素標準原液を精製水で1000倍に薄めたもの
六価クロム	0.001	六価クロム標準原液を精製水で1000倍に薄めたも

		の
亜鉛	0.001	亜鉛標準原液を精製水で1000倍に薄めたもの
アルミニウム	0.001	アルミニウム標準原液を精製水で1000倍に薄めたもの
鉄	0.01	鉄標準原液を精製水で100倍に薄めたもの
銅	0.001	銅標準原液を精製水で1000倍に薄めたもの
ナトリウム	0.001	ナトリウム標準原液を精製水で1000倍に薄めたもの
マンガン	0.001	マンガン標準原液を精製水で1000倍に薄めたもの

2　器具及び装置

(1) フレームレス―原子吸光光度計及び中空陰極ランプ

(2) アルゴンガス

純度99.99ｖ／ｖ％以上のもの

3　試料の採取及び保存

試料は、硝酸及び精製水で洗浄したポリエチレン瓶に採取し、試料１Ｌにつき硝酸10mlを加えて、速やかに試験する。速やかに試験できない場合は、冷暗所に保存し、２週間以内に試験する。

4　試験操作

(1) 前処理

検水10～100ml（検水に含まれるそれぞれの対象物質の濃度が表３に示す濃度範囲の上限値を超える場合には、同表に示す濃度範囲になるように精製水を加えて調製したもの）を採り、試料採取のときに加えた量を含めて硝酸の量が１mlとなるように硝酸を加え、静かに加熱する。液量が10ml以下になったら加熱をやめ、冷後、精製水を加えて10mlとし、これを試験溶液とする。

ただし、濁りがある場合はろ過し、ろ液を試験溶液とする。

(2) 分析

上記(1)で得られた試験溶液をフレームレス―原子吸光光度計に注入し、表３に示すそれぞれの金属の測定波長で吸光度を測定し、下記５により作成した検量線から試験溶液中のそれぞれの金属の濃度を求め、検水中のそれぞれの金属の濃度を算定する。

表３　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）
カドミウム	0.0001～ 0.01	228.8
セレン	0.001 ～ 0.1	196.0
鉛	0.001 ～ 0.1	283.3
ヒ素	0.001 ～ 0.1	193.7
六価クロム	0.001 ～ 0.1	357.9
亜鉛	0.001 ～ 0.1	213.8
アルミニウム	0.001 ～ 0.1	309.3
鉄	0.01 ～ 1	248.3
銅	0.001 ～ 0.1	324.7
ナトリウム	0.002 ～ 0.2	589.0
マンガン	0.001 ～ 0.1	279.5

5　検量線の作成

金属類標準液をメスフラスコ４個以上に採り、それぞれに試験溶液と同じ割合となるように硝酸を加え、更に精製水を加えて、濃度を段階的にした溶液を調製する。この場合、

調製した溶液のそれぞれの金属の濃度は、表３に示す濃度範囲から算定される試験溶液の濃度範囲を超えてはならない。以下上記４(2)と同様に操作して、それぞれの金属の濃度と吸光度との関係を求める。

６　空試験

精製水を一定量採り、以下上記４(1)及び(2)と同様に操作して試験溶液中のそれぞれの金属の濃度を求め、検量線の濃度範囲の下限値を下回ることを確認する。

求められた濃度が当該濃度範囲の下限値以上の場合は、是正処置を講じた上で上記４(1)及び(2)と同様の操作を再び行い、求められた濃度が当該濃度範囲の下限値を下回るまで操作を繰り返す。

７　連続試験を実施する場合の措置

オートサンプラーを用いて10以上の試料の試験を連続的に実施する場合には、以下に掲げる措置を講ずる。

(1) おおむね10の試料ごとの試験終了後及び全ての試料の試験終了後に、上記５で調製した溶液の濃度のうち最も高いものから最も低いものまでの間の一定の濃度（以下この７において「調製濃度」という。）に調製した溶液について、上記４(2)に示す操作により試験を行い、算定された濃度と調製濃度との差を求める。

(2) 上記(1)により求められた差が調製濃度の±10%の範囲を超えた場合には、是正処置を講じた上で上記(1)で行った試験の前に試験を行ったおおむね10の試料及びそれらの後に試験を行った全ての試料について再び分析を行う。その結果、上記(1)により求められた差が再び調製濃度の±10%の範囲を超えた場合には、上記４及び５の操作により試験し直す。

別表第４

フレーム―原子吸光光度計による一斉分析法

ここで対象とする項目は、亜鉛、鉄、銅、ナトリウム、マンガン及びカルシウム、マグネシウム等（硬度）である。

１　試薬

(1) 精製水

測定対象成分を含まないもの

(2) 硝酸

(3) 硝酸（１＋１）

(4) 硝酸（１＋160）

(5) 金属類標準原液

カルシウム及びマグネシウム以外の物質については、別表第３の１(9)の例による。

カルシウム及びマグネシウムについては、表１に掲げる方法により調製されたもの

これらの溶液１mlは、それぞれの金属を１mg含む。

これらの溶液は、冷暗所に保存する。

表１　カルシウム及びマグネシウムの標準原液（１mg／ml）の調製方法

金属類	調製方法
カルシウム	炭酸カルシウム2.497ｇをメスフラスコに採り、少量の硝酸（１＋１）で溶かした後、精製水を加えて１Ｌとしたもの
マグネシウム	硝酸マグネシウム（６水塩）10.550ｇをメスフラスコに採り、硝酸（１＋160）を加えて１Ｌとしたもの

(6) 金属類標準液

カルシウム及びマグネシウム以外の物質については、別表第３の１(10)の例による。

カルシウム及びマグネシウムについては、表２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２　カルシウム及びマグネシウムの標準液の濃度及び調製方法

金属類	濃度（mg／ml）	調製方法
カルシウム	0.01	カルシウム標準原液を精製水で100倍に薄めたもの
マグネシウム	0.001	マグネシウム標準原液を精製水で1000倍に薄めたもの

２　器具及び装置

(1) フレーム―原子吸光光度計及び中空陰極ランプ

(2) アセチレンガス

３　試料の採取及び保存

別表第３の３の例による。

４　試験操作

(1) 前処理

検水（検水に含まれるそれぞれの対象物質の濃度が表３に示す濃度範囲の上限値を超える場合には、同表に示す濃度範囲になるように精製水を加えて調製したもの）を前処理後の試験溶液の量（以下この４において「調製量」という。）10mlに対して10～100mlの割合となるように採り、試料採取のときに加えた量を含めて硝酸の量が調製量10mlに対して１mlの割合となるように硝酸を加え、静かに加熱する。液量が調製量以下になったら加熱をやめ、冷後、精製水を加えて一定量とし、これを試験溶液とする。

ただし、濁りがある場合はろ過し、ろ液を試験溶液とする。

(2) 分析

上記(1)で得られた試験溶液をフレーム中に噴霧し、原子吸光光度計で表３に示すそれぞれの金属の測定波長で吸光度を測定し、下記５により作成した検量線から試験溶液中のそれぞれの金属の濃度を求め、検水中のそれぞれの金属の濃度を算定する。

ただし、カルシウム、マグネシウム等（硬度）については、まずカルシウム及びマグネシウムの濃度を測定し、次式により濃度を算定する。

硬度（炭酸カルシウムmg／Ｌ）＝〔カルシウム（mg／Ｌ）×2.497〕＋〔マグネシウム（mg／Ｌ）×4.118〕

表３　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）
亜鉛	0.02 ～ 0.2	213.8
鉄 ※	0.01 ～ 0.1	248.3
銅	0.04 ～ 0.4	324.7
ナトリウム	0.06 ～ 0.6	589.0
マンガン ※	0.005～ 0.05	279.5
カルシウム	0.02 ～ 0.2	422.7
マグネシウム	0.005～ 0.05	285.2

※印は10倍濃縮が必要な金属である。

５　検量線の作成

金属類標準液をメスフラスコ４個以上に採り、それぞれに試験溶液と同じ割合となるように硝酸を加え、更に精製水を加えて、濃度を段階的にした溶液を調製する。この場合、調製した溶液のそれぞれの金属の濃度は、表３に示す濃度範囲から算定される試験溶液の濃度範囲を超えてはならない。以下上記４(2)と同様に操作して、それぞれの金属の濃度と吸光度との関係を求める。

６　空試験

精製水を一定量採り、以下上記４(1)及び(2)と同様に操作して試験溶液中のそれぞれの金属の濃度を求め、検量線の濃度範囲の下限値を下回ることを確認する。

求められた濃度が当該濃度範囲の下限値以上の場合は、是正処置を講じた上で上記４(1)及び(2)と同様の操作を再び行い、求められた濃度が当該濃度範囲の下限値を下回るまで操作を繰り返す。

７　連続試験を実施する場合の措置

オートサンプラーを用いて10以上の試料の試験を連続的に実施する場合には、以下に掲げる措置を講ずる。

(1) おおむね10の試料ごとの試験終了後及び全ての試料の試験終了後に、上記５で調製した溶液の濃度のうち最も高いものから最も低いものまでの間の一定の濃度（以下この７において「調製濃度」という。）に調製した溶液について、上記４(2)に示す操作により試験を行い、算定された濃度と調製濃度との差を求める。

(2) 上記(1)により求められた差が調製濃度の±10%の範囲を超えた場合には、是正処置を講じた上で上記(1)で行った試験の前に試験を行ったおおむね10の試料及びそれらの後に試験を行った全ての試料について再び分析を行う。その結果、上記(1)により求められた差が再び調製濃度の±10%の範囲を超えた場合には、上記４及び５の操作により試験し直す。

別表第５

誘導結合プラズマ発光分光分析装置による一斉分析法

ここで対象とする項目は、カドミウム、鉛、六価クロム、ホウ素、亜鉛、アルミニウム、鉄、銅、ナトリウム、マンガン及びカルシウム、マグネシウム等（硬度）である。

１　試薬

(1) 精製水

測定対象成分を含まないもの

(2) 内部標準原液

酸化イットリウム（Ⅲ）0.318ｇを採り、硝酸５mlを加えて加熱溶解し、冷後、メスフラスコに移し、精製水を加えて250mlとしたもの

この溶液１mlは、イットリウム１mgを含む。

この溶液は、冷暗所に保存する。

(3) 内部標準液

内部標準原液を精製水で２～200倍に薄めたもの

この溶液１mlは、イットリウム0.005～0.5mgを含む。

この溶液は、使用の都度調製する。

(4) 硝酸

(5) 硝酸（１＋１）

(6) 硝酸（１＋30）

(7) 硝酸（１＋160）

(8) 塩酸（１＋１）

(9) 金属類標準原液

カドミウム、鉛、六価クロム、亜鉛、アルミニウム、鉄、銅、ナトリウム及びマンガンについては、別表第３の１(9)の例による。また、カルシウム及びマグネシウムについては、別表第４の１(5)の例による。

ホウ素については、ホウ酸5.715ｇをメスフラスコに採り、精製水に溶かして１Ｌとしたもの

これらの溶液１mlは、それぞれの金属を１mg含む。

これらの溶液は、冷暗所に保存する。

(10) 金属類混合標準液

カドミウム、鉛、六価クロム、ホウ素、亜鉛、アルミニウム、鉄、銅、ナトリウム、マンガン、カルシウム及びマグネシウムのそれぞれ一定量の標準原液を混合して硝酸を添加後、精製水で100～10000倍の範囲内における任意の濃度に薄めたもの

この溶液１mlは、それぞれの金属を0.0001～0.01mg含む。

この溶液は、冷暗所に保存する。

２　器具及び装置

(1) 誘導結合プラズマ発光分光分析装置

(2) アルゴンガス

別表第３の２(2)の例による。

３　試料の採取及び保存

別表第３の３の例による。

４　試験操作

(1) 前処理

検水50～500ml（検水に含まれるそれぞれの対象物質の濃度が表２に示す濃度範囲の上限値を超える場合には、同表に示す濃度範囲になるように精製水を加えて調製したもの）を採り、試料採取のときに加えた量を含めて硝酸の量が５mlとなるように硝酸を加え、静かに加熱する。液量が45ml以下になったら加熱をやめ、冷後、内部標準液を試験溶液の内部標準物質濃度がおおむね0.5～50mg／Lとなるよう一定量加え、更に精製水を加えて50mlとし、これを試験溶液とする。

ただし、濁りがある場合はろ過し、ろ液を試験溶液とする。

なお、内部標準液は、前処理の任意の段階での添加でもよい。

(2) 分析

上記(1)で得られた試験溶液を誘導結合プラズマ発光分光分析装置に導入し、表２に示すそれぞれの金属の測定波長で発光強度を測定し、イットリウムに対するそれぞれの金属の発光強度比を求め、下記５により作成した検量線から試験溶液中のそれぞれの金属の濃度を求め、検水中のそれぞれの金属の濃度を算定する。

ただし、カルシウム、マグネシウム等（硬度）については、まずカルシウム及びマグネシウムの濃度を測定し、次式により濃度を算定する。

硬度（炭酸カルシウムmg／Ｌ）

＝〔カルシウム（mg／Ｌ）×2.497〕＋〔マグネシウム（mg／Ｌ）×4.118〕

表２　各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）
カドミウム	0.0003 ～ 0.05	226.502、 214.438
鉛	0.001 ～ 0.1	220.353
六価クロム	0.001 ～ 0.1	267.716、 206.149
ホウ素	0.006 ～ 2	249.773、 208.893
亜鉛	0.001 ～ 2	202.546、 213.856
アルミニウム	0.001 ～ 2	396.152、 309.271
鉄	0.001 ～ 2	259.940、 238.204
銅	0.001 ～ 2	324.754、 224.700
ナトリウム	0.05 ～ 20	589.592
マンガン	0.001 ～ 0.1	257.610
カルシウム	0.05 ～ 20	422.673、 396.847、 393.366
マグネシウム	0.05 ～ 10	279.553

イットリウム※		371.029

※印は内部標準物質である。

５　検量線の作成

金属類標準原液又は金属類混合標準液をそれぞれメスフラスコ４個以上に採り、それぞれに試験溶液と同じ濃度となるように硝酸及び内部標準液を加え、更に精製水を加えて、濃度を段階的にした溶液を調製する。この場合、調製した溶液のそれぞれの金属の濃度は、表２に示す濃度範囲から算定される試験溶液の濃度範囲を超えてはならない。以下上記４(2)と同様に操作して、それぞれの金属の濃度と発光強度比との関係を求める。

６　空試験

精製水を一定量採り、以下上記４(1)及び(2)と同様に操作して試験溶液中のそれぞれの金属の濃度を求め、検量線の濃度範囲の下限値を下回ることを確認する。

求められた濃度が当該濃度範囲の下限値以上の場合は、是正処置を講じた上で上記４(1)及び(2)と同様の操作を再び行い、求められた濃度が当該濃度範囲の下限値を下回るまで操作を繰り返す。

７　連続試験を実施する場合の措置

オートサンプラーを用いて10以上の試料の試験を連続的に実施する場合には、以下に掲げる措置を講ずる。

(1) おおむね10の試料ごとの試験終了後及び全ての試料の試験終了後に、上記５で調製した溶液の濃度のうち最も高いものから最も低いものまでの間の一定の濃度（以下この７において「調製濃度」という。）に調製した溶液について、上記４(2)に示す操作により試験を行い、算定された濃度と調製濃度との差を求める。

(2) 上記(1)により求められた差が調製濃度の±10%の範囲を超えた場合には、是正処置を講じた上で上記(1)で行った試験の前に試験を行ったおおむね10の試料及びそれらの後に試験を行った全ての試料について再び分析を行う。その結果、上記(1)により求められた差が再び調製濃度の±10%の範囲を超えた場合には、上記４及び５の操作により試験し直す。

別表第６

誘導結合プラズマ―質量分析装置による一斉分析法

ここで対象とする項目は、カドミウム、セレン、鉛、ヒ素、六価クロム、ホウ素、亜鉛、アルミニウム、鉄、銅、ナトリウム、マンガン及びカルシウム、マグネシウム等（硬度）である。

１　試薬

(1) 精製水

測定対象成分を含まないもの

(2) 内部標準原液

表１に掲げる方法により調製されたもの

これらの溶液１mlは、それぞれの内部標準物質を１mg含む。

これらの溶液は、冷暗所に保存する。

表１　内部標準原液の調製方法

内部標準物質	調製方法
ベリリウム	硫酸ベリリウム（４水塩）4.914ｇをメスフラスコに採り、少量の精製水で溶かした後、硝酸（１＋160）を加えて250mlとしたもの
コバルト	コバルト0.250ｇを採り、少量の硝酸（１＋１）を加えて加熱溶解し、冷後、メスフラスコに移し、硝酸（１＋160）を加えて250mlとしたもの
ガリウム	ガリウム0.250ｇを採り、少量の硝酸（１＋１）を加えて加熱

	溶解し、冷後、メスフラスコに移し、硝酸（１＋160）を加えて250mlとしたもの
イットリウム	酸化イットリウム（Ⅲ）0.318ｇを採り、硝酸５mlを加えて加熱溶解し、冷後、メスフラスコに移し、精製水を加えて250mlとしたもの
インジウム	インジウム0.250ｇを採り、少量の硝酸（１＋１）を加えて加熱溶解し、冷後、メスフラスコに移し、硝酸（１＋160）を加えて250mlとしたもの
タリウム	硝酸タリウム（Ⅰ）0.326ｇをメスフラスコに採り、少量の硝酸（１＋１）で溶かした後、精製水を加えて250mlとしたもの

(3) 混合内部標準液

ベリリウム、コバルト、ガリウム、イットリウム、インジウム及びタリウムのうち使用する内部標準物質を選択し、それぞれ一定量の内部標準原液を混合して硝酸を添加後、精製水で10～1000倍の範囲内における任意の濃度に薄めたもの

この溶液１mlは、それぞれの内部標準物質を0.001～0.1mg含む。

この溶液は、冷暗所に保存する。

(4) 硝酸

(5) 硝酸（１＋１）

(6) 硝酸（１＋30）

(7) 硝酸（１＋160）

(8) 塩酸（１＋１）

(9) 塩酸（１＋50）

(10) 水酸化ナトリウム溶液（0.4ｗ／ｖ％）

(11) 金属類標準原液

ホウ素、カルシウム及びマグネシウム以外の物質については、別表第３の１(9)の例による。

ホウ素については、別表第５の１(9)の例による。

カルシウム及びマグネシウムについては、別表第４の１(5)の例による。

これらの溶液は、冷暗所に保存する。

(12) 金属類混合標準液

カドミウム、セレン、鉛、ヒ素、六価クロム、ホウ素、亜鉛、アルミニウム、鉄、銅、ナトリウム、マンガン、カルシウム及びマグネシウムのそれぞれ一定量の標準原液を混合して硝酸を添加後、精製水で 10～10000 倍の範囲内における任意の濃度に薄めたもの

この溶液１ml は、それぞれの金属を 0.0001～0.1mg 含む。

この溶液は、冷暗所に保存する。

２　器具及び装置

(1) 誘導結合プラズマ―質量分析装置

鉄の検査を行う場合は、ガス分子との衝突又は反応による多原子イオン低減化機能を有するもの

(2) アルゴンガス

別表第３の２(2)の例による。

(3) 多原子イオン低減化用ガス

必要な衝突又は反応作用が得られる種類又は組合せであるもの

３　試料の採取及び保存

別表第３の３の例による。

４　試験操作

(1) 前処理

検水（検水に含まれるそれぞれの対象物質の濃度が表２に示す濃度範囲の上限値を超える場合には、同表に示す濃度範囲になるように精製水を加えて調製したもの）を採り、試料採取のときに加えた量を含めて硝酸を検水100mlに対して１mlの割合となるように加え、静かに加熱する。液量が検水100mlに対して90mlの割合以下になったら加熱をやめ、冷後、混合内部標準液を試験溶液の内部標準物質濃度がおおむね0.005～0.5mg／Ｌとなるよう一定量加え、更に精製水を加えて一定量とし、これを試験溶液とする。

ただし、濁りがある場合はろ過し、ろ液を試験溶液とする。

なお、混合内部標準液は、前処理の任意の段階での添加でもよい。

(2) 分析

上記(1)で得られた試験溶液を誘導結合プラズマ―質量分析装置に導入し、表２に示すそれぞれの金属の質量数及び内部標準物質の質量数のイオン強度を測定し、内部標準物質に対するそれぞれの金属のイオン強度比を求め、下記５により作成した検量線から試験溶液中のそれぞれの金属の濃度を求め、検水中のそれぞれの金属の濃度を算定する。

ただし、カルシウム、マグネシウム等（硬度）については、まずカルシウム及びマグネシウムの濃度を測定し、次式により濃度を算定する。

硬度（炭酸カルシウムmg／Ｌ）

＝〔カルシウム（mg／ Ｌ）×2.497〕＋〔マグネシウム（mg／Ｌ）×4.118〕

表２　各金属の濃度範囲及び質量数

金属類	濃度範囲（mg／Ｌ）	質量数
カドミウム	0.0002 ～ 0.1	111、112、114
セレン	0.0004 ～ 0.1	77、78、80、82
鉛	0.0002 ～ 0.1	208
ヒ素	0.0002 ～ 0.1	75
六価クロム	0.0002 ～ 0.1	52、53
ホウ素	0.002 ～ 2	11
亜鉛	0.001 ～ 2	64、66
アルミニウム	0.001 ～ 2	27
鉄	0.001 ～ 2	54、56
銅	0.001 ～ 2	63、65
ナトリウム	0.1 ～ 200	23
マンガン	0.0002 ～ 0.1	55
カルシウム	0.1 ～ 200	43、44
マグネシウム	0.1 ～ 200	24、25
ベリリウム ※		9
コバルト ※		59
ガリウム ※		71
イットリウム※		89
インジウム ※		115
タリウム ※		205

※印は内部標準物質である。

５　検量線の作成

金属類標準原液又は金属類混合標準液をそれぞれメスフラスコ４個以上に採り、それぞれに試験溶液と同じ割合となるように硝酸及び混合内部標準液を加え、更に精製水を加え

て、濃度を段階的にした溶液を調製する。この場合、調製した溶液のそれぞれの金属の濃度は、表２に示す濃度範囲から算定される試験溶液の濃度範囲を超えてはならない。以下上記４(2)と同様に操作して、それぞれの金属の濃度とイオン強度比との関係を求める。

６　空試験

精製水を一定量採り、以下上記４(1)及び(2)と同様に操作して試験溶液中のそれぞれの金属の濃度を求め、検量線の濃度範囲の下限値を下回ることを確認する。

求められた濃度が当該濃度範囲の下限値以上の場合は、是正処置を講じた上で上記４(1)及び(2)と同様の操作を再び行い、求められた濃度が当該濃度範囲の下限値を下回るまで操作を繰り返す。

７　連続試験を実施する場合の措置

オートサンプラーを用いて10以上の試料の試験を連続的に実施する場合には、以下に掲げる措置を講ずる。

(1) おおむね10の試料ごとの試験終了後及び全ての試料の試験終了後に、上記５で調製した溶液の濃度のうち最も高いものから最も低いものまでの間の一定の濃度（以下この７において「調製濃度」という。）に調製した溶液について、上記４(2)に示す操作により試験を行い、算定された濃度と調製濃度との差を求める。

(2) 上記(1)により求められた差が調製濃度の±10%の範囲を超えた場合には、是正処置を講じた上で上記(1)で行った試験の前に試験を行ったおおむね10の試料及びそれらの後に試験を行った全ての試料について再び分析を行う。その結果、上記(1)により求められた差が再び調製濃度の±10%の範囲を超えた場合には、上記４及び５の操作により試験し直す。

別表第７

還元気化―原子吸光光度法

ここで対象とする項目は、水銀である。

１　試薬

(1) 精製水

測定対象成分を含まないもの

(2) 硝酸

(3) 過マンガン酸カリウム溶液

過マンガン酸カリウム50ｇを精製水に溶かして１Ｌとし、ろ過したもの

(4) 塩酸ヒドロキシルアミン溶液

(5) 硫酸

(6) 窒素ガス

測定対象成分を含まないもの

(7) 塩化スズ（Ⅱ）溶液

塩化スズ（Ⅱ）（２水塩）10ｇを精製水60mlに加え、更に硫酸３～６mlを加えて加熱溶解させ、冷後、精製水を加えて100mlとしたもの

なお、精製の必要がある場合には、冷後、窒素ガスを通気する。

この溶液は、褐色瓶に入れて保存する。ただし、着色したものや濁りのあるものは使用してはならない。

(8) 硝酸（２＋15）

(9) 水銀標準原液

塩化水銀（Ⅱ）0.135ｇを硝酸（２＋15）100mlに溶かし、精製水を加えて１Ｌとしたもの

この溶液１mlは、水銀0.1mgを含む。

この溶液は、冷暗所に保存する。

(10) 水銀標準液

水銀標準原液を精製水で100倍に薄めた溶液0.5mlに硝酸50μlを加え、更に精製水を加えて50mlとしたもの

この溶液１mlは、水銀0.00001mg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) 分解容器

(2) 原子吸光光度計及び水銀中空陰極ランプ又は水銀測定装置

(3) 吸収セル

長さ100～300mmの金属製以外の円筒で、両端に石英ガラス窓を装着したもの

３　試料の採取及び保存

試料は、硝酸及び精製水で洗浄したガラス瓶又はポリエチレン瓶に採取し、試料１Ｌにつき硝酸10mlを加えて、速やかに試験する。速やかに試験できない場合は、冷暗所に保存し、２週間以内に試験する。

４　試験操作

(1) 前処理

検水（検水に含まれる水銀の濃度が0.0005mg／Ｌを超える場合には、0.00005～0.0005mg／Ｌとなるように精製水を加えて調製したもの）を分解容器に採り、硫酸及び硝酸を検水20mlに対してそれぞれ１ml及び0.5mlの割合で加えて混合する。

なお、硫酸及び硝酸はあらかじめ精製水で希釈したものを用いることができる。

次に、過マンガン酸カリウム溶液を検水20mlに対して２mlの割合で加えて振り混ぜ、分解容器を約95℃で２時間加熱する。冷後、塩酸ヒドロキシルアミン溶液を検水20mlに対して塩酸ヒドロキシルアミンとして0.08ｇの割合で加えて振り混ぜ、必要に応じて精製水を加えて一定量とし、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から分析に必要な量を採り、これに塩化スズ（Ⅱ）溶液を試験溶液25mlに対して約１mlの割合で加え、直ちに通気装置に連結して波長253.7nmで吸光度を測定し、下記５により作成した検量線から試験溶液中の水銀の濃度を求め、検水中の水銀の濃度を算定する。

５　検量線の作成

水銀標準液を分解容器４個以上に採り、それぞれに精製水を加えて、濃度を段階的にした溶液を調製する。この場合、調製した溶液の水銀の濃度は、上記４(1)に示す検水の濃度範囲を超えてはならない。以下上記４(1)及び(2)と同様に操作して、水銀の濃度と吸光度との関係を求める。

６　空試験

精製水を一定量採り、以下上記４(1)及び(2)と同様に操作して試験溶液中の水銀の濃度を求め、検量線の濃度範囲の下限値を下回ることを確認する。

求められた濃度が当該濃度範囲の下限値以上の場合は、是正処置を講じた上で上記４(1)及び(2)と同様の操作を再び行い、求められた濃度が当該濃度範囲の下限値を下回るまで操作を繰り返す。

７　連続試験を実施する場合の措置

オートサンプラーを用いて10以上の試料の試験を連続的に実施する場合には、以下に掲げる措置を講ずる。

(1) おおむね10の試料ごとの試験終了後及び全ての試料の試験終了後に、上記５で調製した溶液の濃度のうち最も高いものから最も低いものまでの間の一定の濃度（以下この７において「調製濃度」という。）に調製した溶液について、上記４(1)及び(2)に示す操作により試験を行い、算定された濃度と調製濃度との差を求める。

(2) 上記(1)により求められた差が調製濃度の±10％の範囲を超えた場合には、是正処置

を講じた上で上記(1)で行った試験の前に試験を行ったおおむね10の試料及びそれらの後に試験を行った全ての試料について再び分析を行う。その結果、上記(1)により求められた差が再び調製濃度の±10%の範囲を超えた場合には、上記４及び５の操作により試験し直す。

別表第８

水素化物発生―原子吸光光度法

ここで対象とする項目は、セレンである。

１　試薬

(1) 精製水

測定対象成分を含まないもの

(2) 硝酸

(3) 塩酸（１＋１）

(4) 塩酸（２＋３）

(5) 水酸化ナトリウム

(6) 水素化ホウ素ナトリウム溶液

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

(7) 硝酸（１＋160）

(8) セレン標準原液

別表第３の１(9)の例による。

(9) セレン標準液

別表第３の１(10)の例による。

この溶液１mlは、セレン0.001mgを含む。

２　器具及び装置

(1) 水素化物発生装置

(2) 原子吸光光度計及びセレン中空陰極ランプ

(3) アルゴンガス

別表第３の２(2)の例による。

(4) 加熱吸収セル

３　試料の採取及び保存

別表第３の３の例による。

４　試験操作

(1) 前処理

検水20～100ml（検水に含まれるセレンの濃度が0.01mg／Ｌを超える場合には、0.0001～0.01mg／Ｌとなるように精製水を加えて調製したもの）を採り、塩酸（１＋１）４mlを加え、静かに加熱する。液量が20ml以下になったら加熱をやめ、冷後、精製水を加えて20mlとし、これを試験溶液とする。

ただし、濁りがある場合はろ過し、ろ液を試験溶液とする。

(2) 分析

水素化物発生装置にアルゴンガスを流しながら、試験溶液、塩酸（２＋３）及び水素化ホウ素ナトリウム溶液を連続的に装置内に導入し、水素化物を発生させる。発生した水素化物を加熱吸収セル―原子吸光光度計に導入し、波長196.0nmで吸光度を測定し、下記５により作成した検量線から試験溶液中のセレンの濃度を求め、検水中のセレンの濃度を算定する。

５　検量線の作成

セレン標準液をメスフラスコ４個以上に採り、それぞれに試験溶液と同じ割合となるように塩酸（１＋１）を加え、更に精製水を加えて、濃度を段階的にした溶液を調製する。

この場合、調製した溶液のセレンの濃度は、上記４(1)に示す検水の濃度範囲から算定される試験溶液の濃度範囲を超えてはならない。以下上記４(2)と同様に操作して、セレンの濃度と吸光度との関係を求める。

６　空試験

精製水を一定量採り、以下上記４(1)及び(2)と同様に操作して試験溶液中のセレンの濃度を求め、検量線の濃度範囲の下限値を下回ることを確認する。

求められた濃度が当該濃度範囲の下限値以上の場合は、是正処置を講じた上で上記４(1)及び(2)と同様の操作を再び行い、求められた濃度が当該濃度範囲の下限値を下回るまで操作を繰り返す。

７　連続試験を実施する場合の措置

オートサンプラーを用いて10以上の試料の試験を連続的に実施する場合には、以下に掲げる措置を講ずる。

(1) おおむね10の試料ごとの試験終了後及び全ての試料の試験終了後に、上記５で調製した溶液の濃度のうち最も高いものから最も低いものまでの間の一定の濃度（以下この７において「調製濃度」という。）に調製した溶液について、上記４(2)に示す操作により試験を行い、算定された濃度と調製濃度との差を求める。

(2) 上記(1)により求められた差が調製濃度の±10%の範囲を超えた場合には、是正処置を講じた上で上記(1)で行った試験の前に試験を行ったおおむね10の試料及びそれらの後に試験を行った全ての試料について再び分析を行う。その結果、上記(1)により求められた差が再び調製濃度の±10%の範囲を超えた場合には、上記４及び５の操作により試験し直す。

別表第９

水素化物発生―誘導結合プラズマ発光分光分析法

ここで対象とする項目は、セレンである。

１　試薬

(1) 精製水
別表第８の１(1)の例による。

(2) 硝酸

(3) 塩酸（１＋１）

(4) 塩酸（２＋３）

(5) 水酸化ナトリウム

(6) 水素化ホウ素ナトリウム溶液
別表第８の１(6)の例による。

(7) 硝酸（１＋160）

(8) セレン標準原液
別表第３の１(9)の例による。

(9) セレン標準液
別表第３の１(10)の例による。
この溶液１mlは、セレン0.001mgを含む。

２　器具及び装置

(1) 水素化物発生装置

(2) 誘導結合プラズマ発光分光分析装置

(3) アルゴンガス
別表第３の２(2)の例による。

３　試料の採取及び保存

別表第３の３の例による。

４　試験操作

(1) 前処理
　別表第８の４(1)の例による。
(2) 分析
　水素化物発生装置にアルゴンガスを流しながら、試験溶液、塩酸（２＋３）及び水素化ホウ素ナトリウム溶液を連続的に装置内に導入し、水素化物を発生させる。発生した水素化物を誘導結合プラズマ発光分光分析装置のプラズマトーチに導入し、波長196.026nm又は196.090nmで発光強度を測定し、下記５により作成した検量線から試験溶液中のセレンの濃度を求め、検水中のセレンの濃度を算定する。

５　検量線の作成

セレン標準液をメスフラスコ４個以上に採り、それぞれに試験溶液と同じ割合となるように塩酸（１＋１）を加え、更に精製水を加えて、濃度を段階的にした溶液を調製する。この場合、調製した溶液のセレンの濃度は、上記４(1)に示す検水の濃度範囲から算定される試験溶液の濃度範囲を超えてはならない。以下上記４(2)と同様に操作して、セレンの濃度と発光強度との関係を求める。

６　空試験

精製水を一定量採り、以下上記４(1)及び(2)と同様に操作して試験溶液中のセレンの濃度を求め、検量線の濃度範囲の下限値を下回ることを確認する。

求められた濃度が当該濃度範囲の下限値以上の場合は、是正処置を講じた上で上記４(1)及び(2)と同様の操作を再び行い、求められた濃度が当該濃度範囲の下限値を下回るまで操作を繰り返す。

７　連続試験を実施する場合の措置

オートサンプラーを用いて10以上の試料の試験を連続的に実施する場合には、以下に掲げる措置を講ずる。

(1) おおむね10の試料ごとの試験終了後及び全ての試料の試験終了後に、上記５で調製した溶液の濃度のうち最も高いものから最も低いものまでの間の一定の濃度（以下この７において「調製濃度」という。）に調製した溶液について、上記４(2)に示す操作により試験を行い、算定された濃度と調製濃度との差を求める。
(2) 上記(1)により求められた差が調製濃度の±10％の範囲を超えた場合には、是正処置を講じた上で上記(1)で行った試験の前に試験を行ったおおむね10の試料及びそれらの後に試験を行った全ての試料について再び分析を行う。その結果、上記(1)により求められた差が再び調製濃度の±10％の範囲を超えた場合には、上記４及び５の操作により試験し直す。

別表第10

水素化物発生―原子吸光光度法

　ここで対象とする項目は、ヒ素である。

１　試薬

(1) 精製水
　測定対象成分を含まないもの
(2) 硝酸
(3) 硫酸（１＋１）
(4) 過マンガン酸カリウム溶液（３ｗ／ｖ％）
(5) 塩酸（１＋１）
(6) ヨウ化カリウム溶液（20ｗ／ｖ％）
(7) 塩酸（２＋３）
(8) 水酸化ナトリウム
(9) 水素化ホウ素ナトリウム溶液
　別表第８の１(6)の例による。

(10) 水酸化ナトリウム溶液（0.4ｗ／ｖ％）
(11) 塩酸（１＋50）
(12) ヒ素標準原液
別表第３の１(9)の例による。
(13) ヒ素標準液
別表第３の１(10)の例による。
この溶液１mlは、ヒ素0.001mgを含む。

２　器具及び装置
(1) 水素化物発生装置
(2) 原子吸光光度計及びヒ素中空陰極ランプ
(3) アルゴンガス
別表第３の２(2)の例による。
(4) 加熱吸収セル

３　試料の採取及び保存
別表第３の３の例による。

４　試験操作
(1) 前処理
検水20～100ml（検水に含まれるヒ素の濃度が0.01mg／Ｌを超える場合には、0.0001～0.01mg／Ｌになるように精製水を加えて調製したもの）を採り、硝酸４ml、硫酸（１＋１）２ml及び過マンガン酸カリウム溶液（３ｗ／ｖ％）１滴をそれぞれ加えた後、時計皿をかぶせて加熱する。加熱中に過マンガン酸カリウムの色が消えた後、更に過マンガン酸カリウム溶液（３ｗ／ｖ％）１滴を加える。硫酸の白煙を確認してから乾固しない程度まで加熱操作を続ける。冷後、塩酸（１＋１）４ml及びヨウ化カリウム溶液（20ｗ／ｖ％）２mlを加え、更に精製水を加えて20mlとし、これを試験溶液とする。
ただし、濁りがある場合はろ過し、ろ液を試験溶液とする。
(2) 分析
水素化物発生装置にアルゴンガスを流しながら、試験溶液、塩酸（２＋３）、水素化ホウ素ナトリウム溶液を連続的に装置内に導入し、水素化物を発生させる。発生した水素化物を加熱吸収セル―原子吸光光度計に導入し、波長193.7nmで吸光度を測定し、下記５により作成した検量線から試験溶液中のヒ素の濃度を求め、検水中のヒ素の濃度を算定する。

５　検量線の作成
ヒ素標準液をメスフラスコ４個以上に採り、それぞれに試験溶液と同じ割合となるように塩酸（１＋１）及びヨウ化カリウム溶液（20ｗ／ｖ％）を加え、更に精製水を加えて、濃度を段階的にした溶液を調製する。この場合、調製した溶液のヒ素の濃度は、上記４(1)に示す検水の濃度範囲から算定される試験溶液の濃度範囲を超えてはならない。以下上記４(2)と同様に操作して、ヒ素の濃度と吸光度との関係を求める。

６　空試験
精製水を一定量採り、以下上記４(1)及び(2)と同様に操作して試験溶液中のヒ素の濃度を求め、検量線の濃度範囲の下限値を下回ることを確認する。
求められた濃度が当該濃度範囲の下限値以上の場合は、是正処置を講じた上で上記４(1)及び(2)と同様の操作を再び行い、求められた濃度が当該濃度範囲の下限値を下回るまで操作を繰り返す。

７　連続試験を実施する場合の措置
オートサンプラーを用いて10以上の試料の試験を連続的に実施する場合には、以下に掲げる措置を講ずる。

(1) おおむね10の試料ごとの試験終了後及び全ての試料の試験終了後に、上記５で調製した溶液の濃度のうち最も高いものから最も低いものまでの間の一定の濃度（以下この７において「調製濃度」という。）に調製した溶液について、上記４(2)に示す操作により試験を行い、算定された濃度と調製濃度との差を求める。

(2) 上記(1)により求められた差が調製濃度の±10％の範囲を超えた場合には、是正処置を講じた上で上記(1)で行った試験の前に試験を行ったおおむね10の試料及びそれらの後に試験を行った全ての試料について再び分析を行う。その結果、上記(1)により求められた差が再び調製濃度の±10％の範囲を超えた場合には、上記４及び５の操作により試験し直す。

別表第11

水素化物発生―誘導結合プラズマ発光分光分析法

ここで対象とする項目は、ヒ素である。

１　試薬

(1) 精製水

別表10の１(1)の例による。

(2) 硝酸

(3) 硫酸（１＋１）

(4) 過マンガン酸カリウム溶液（３ｗ／ｖ％）

(5) 塩酸（１＋１）

(6) ヨウ化カリウム溶液（20ｗ／ｖ％）

(7) 塩酸（２＋３）

(8) 水酸化ナトリウム

(9) 水素化ホウ素ナトリウム溶液

別表第８の１(6)の例による。

(10) 水酸化ナトリウム溶液（0.4ｗ／ｖ％）

(11) 塩酸（１＋50）

(12) ヒ素標準原液

別表第３の１(9)の例による。

(13) ヒ素標準液

別表第３の１(10)の例による。

この溶液１mlは、ヒ素0.001mgを含む。

２　器具及び装置

別表第９の２の例による。

３　試料の採取及び保存

別表第３の３の例による。

４　試験操作

(1) 前処理

別表第10の４(1)の例による。

(2) 分析

水素化物発生装置にアルゴンガスを流しながら、試験溶液、塩酸（２＋３）及び水素化ホウ素ナトリウム溶液を連続的に装置内に導入し、水素化物を発生させる。発生した水素化物を誘導結合プラズマ発光分光分析装置のプラズマトーチに導入し、波長188.979nm又は189.042nmで発光強度を測定し、下記５により作成した検量線から試験溶液中のヒ素の濃度を求め、検水中のヒ素の濃度を算定する。

５　検量線の作成

ヒ素標準液をメスフラスコ４個以上に採り、それぞれに試験溶液と同じ割合となるように塩酸（１＋１）及びヨウ化カリウム溶液（20ｗ／ｖ％）を加え、更に精製水を加えて、

濃度を段階的にした溶液を調製する。この場合、調製した溶液のヒ素の濃度は、上記４(1)に示す検水の濃度範囲から算定される試験溶液の濃度範囲を超えてはならない。以下上記４(2)と同様に操作して、ヒ素の濃度と発光強度との関係を求める。

６　空試験

精製水を一定量採り、以下上記４(1)及び(2)と同様に操作して試験溶液中のヒ素の濃度を求め、検量線の濃度範囲の下限値を下回ることを確認する。

求められた濃度が当該濃度範囲の下限値以上の場合は、是正処置を講じた上で上記４(1)及び(2)と同様の操作を再び行い、求められた濃度が当該濃度範囲の下限値を下回るまで操作を繰り返す。

７　連続試験を実施する場合の措置

オートサンプラーを用いて10以上の試料の試験を連続的に実施する場合には、以下に掲げる措置を講ずる。

(1) おおむね10の試料ごとの試験終了後及び全ての試料の試験終了後に、上記５で調製した溶液の濃度のうち最も高いものから最も低いものまでの間の一定の濃度（以下この７において「調製濃度」という。）に調製した溶液について、上記４(2)に示す操作により試験を行い、算定された濃度と調製濃度との差を求める。

(2) 上記(1)により求められた差が調製濃度の±10%の範囲を超えた場合には、是正処置を講じた上で上記(1)で行った試験の前に試験を行ったおおむね10の試料及びそれらの後に試験を行った全ての試料について再び分析を行う。その結果、上記(1)により求められた差が再び調製濃度の±10%の範囲を超えた場合には、上記４及び５の操作により試験し直す。

別表第12

イオンクロマトグラフ―ポストカラム吸光光度法

ここで対象とする項目は、シアン化物イオン及び塩化シアンである。

１　試薬

(1) 精製水

測定対象成分を含まないもの

(2) リン酸緩衝液（１mol／Ｌ）

リン酸二水素ナトリウム（２水塩）15.6ｇを精製水に溶かし、リン酸6.8mlを加え、更に精製水を加えて100mlとしたもの

(3) リン酸緩衝液（0.01mol／Ｌ）

リン酸緩衝液（１mol／Ｌ）10mlに精製水を加えて１Ｌとしたもの

(4) 溶離液

測定対象成分が分離できるもの

(5) リン酸緩衝液（塩素化液用）

リン酸二水素カリウム3.40ｇを精製水に溶かして250mlとし、別にリン酸一水素ナトリウム14.20ｇを精製水に溶かして１Ｌとし、両液を合わせたもの

(6) 塩素化液

クロラミンＴ〔ｐ―トルエンスルホンクロロアミドナトリウム（３水塩）〕0.1ｇをリン酸緩衝液（塩素化液用）に溶かして100mlとしたもの

この溶液は、使用の都度調製する。

(7) エチルアルコール（99.5v／v%）

測定対象成分を含まないもの

(8) Ｎ，Ｎ―ジメチルホルムアミド

測定対象成分を含まないもの

(9) エチルアルコール―水溶媒発色液

１―フェニル―３―メチル―５―ピラゾロン 1.0ｇをエチルアルコール 75ml に溶か

し、別に４―ピリジンカルボン酸ナトリウム 2.8ｇを精製水約 150ml に溶かし、両液を合わせ、精製水を加えて 250ml としたもの

なお、この溶液は、10℃以下の冷暗所で保存し、20日以上を経過したものは使用してはならない。

(10) Ｎ，Ｎ―ジメチルホルムアミド―-水溶媒発色液

１―フェニル―３―メチル―５―ピラゾロン1.25ｇをＮ，Ｎ―ジメチルホルムアミド75mlに溶かし、別に４―ピリジンカルボン酸ナトリウム3.5ｇを精製水約150mlに溶かし、両液を合わせ、精製水を加えて250mlとしたもの

この溶液は、10℃以下の冷暗所で保存し、20日以上を経過したものは使用してはならない。

(11) 次亜塩素酸ナトリウム溶液（有効塩素0.05％）

次亜塩素酸ナトリウム溶液を一定量採り、精製水を加えて20×Ｃ（Ｃは有効塩素濃度％）倍に薄めたもの

この溶液は、使用の都度調製する。

(12) クロラミンＴ溶液（1.25ｗ／ｖ％）

クロラミンＴ〔ｐ―トルエンスルホンクロロアミドナトリウム（３水塩）〕0.125ｇを精製水に溶かして10mlとしたもの

この溶液は、使用の都度調製する。

(13) 水酸化ナトリウム（４ｗ／ｖ％）

(14) アセトン

測定対象成分を含まないもの

(15) ｐ―ジメチルアミノベンジリデンローダニン溶液

ｐ―ジメチルアミノベンジリデンローダニン〔５―（４―ジメチルアミノベンジリデン）―２―チオキソ―４―チアゾリジノン〕0.02ｇをアセトンに溶かして100mlとしたもの

(16) 塩化ナトリウム溶液（0.1mol／Ｌ）

塩化ナトリウム5.844ｇを精製水に溶かして１Ｌとしたもの

(17) 硝酸銀溶液（５ｗ／ｖ％）

(18) クロム酸カリウム溶液

クロム酸カリウム50ｇを精製水200mlに溶かし、わずかに赤褐色の沈澱が生じるまで硝酸銀溶液（５ｗ／ｖ％）を加え、ろ過した溶液に精製水を加えて１Ｌとしたもの

(19) 硝酸銀溶液（0.1mol／Ｌ）

硝酸銀17ｇを精製水に溶かして１Ｌとしたもの

この溶液は、褐色瓶に入れて冷暗所に保存する。

なお、次の操作により硝酸銀溶液（0.1mol／Ｌ）のファクター(f)を求める。

塩化ナトリウム溶液（0.1mol／Ｌ）25mlを白磁皿に採り、クロム酸カリウム溶液約0.2mlを指示薬として加え、硝酸銀溶液（0.1mol／Ｌ）を用いて淡黄褐色が消えずに残るまで滴定する。別に、同様に操作して精製水について試験を行い、補正した硝酸銀溶液（0.1mol／Ｌ）のml数ａから次式によりファクターを算定する。

ファクター(f)＝25／ａ

(20) 亜硫酸水素ナトリウム溶液 （１ｗ／ｖ％）

(21) シアン化物イオン標準原液

シアン化カリウム0.502ｇを精製水に溶かして200mlとしたもの

なお、標準液の調製の都度、次に定める方法により、その含有するシアン化物イオンの濃度を測定する。

この溶液100mlを採り、水酸化ナトリウム溶液（４ｗ／ｖ％）0.5mlを加えた後、ｐ―ジメチルアミノベンジリデンローダニン溶液0.5mlを指示薬として加え、硝酸銀溶液

（0.1mol／Ｌ）を用いて液が赤色を呈するまで滴定し、これに要した硝酸銀溶液（0.1mol／Ｌ）のml数ｂから、次式により溶液に含まれるシアン化物イオンの濃度（mg／ml）を算定する。

シアン化物イオン（mg／ml）＝5.204×ｂ×ｆ／100

この式において、ｆは硝酸銀溶液（0.1mol／Ｌ）のファクターを表す。

この溶液は、褐色瓶に入れて冷暗所に保存する。

(22) シアン化物イオン標準液（10mg／Ｌ）

シアン化物イオンとして0.5mgに相当するシアン化物イオン標準原液に精製水を加えて50mlとしたもの

なお、この溶液は冷却が必要であり、試薬調製時に液温が上がらないように注意する。

この溶液１mlは、シアン化物イオン0.01mgを含む。

この溶液は、使用の都度調製する。

(23) シアン化物イオン標準液（0.2mg／Ｌ）

シアン化物イオン標準液（10mg／Ｌ）１mlにリン酸緩衝液（１mol／Ｌ）0.5mlを加え、更に精製水を加えて50mlとしたもの

なお、この溶液は冷却が必要であり、試薬調製時に液温が上がらないように注意する。

この溶液１mlは、シアン化物イオン0.0002mgを含む。

この溶液は、使用の都度調製する。

(24) 塩化シアン標準液

あらかじめ冷却したリン酸緩衝液（0.01mol／Ｌ）約20mlをメスフラスコに入れ、次いで次亜塩素酸ナトリウム溶液（有効塩素0.05％）１ml又はクロラミンＴ溶液（1.25ｗ／ｖ％）0.25mlを加え、更にシアン化物イオン標準液（0.2mg／Ｌ）25mlを加えた後、リン酸緩衝液（0.01mol／Ｌ）を加えて50mlとし、１時間以上冷所で静置し、反応させたもの

なお、この溶液は冷却が必要であり、試薬調製時に液温が上がらないように注意する。

この溶液１mlは、シアン化物イオンに換算して0.0001mgを含む。

この溶液は、使用の都度調製し、速やかに使用する。

(25) シアン混合標準液

あらかじめ冷却したリン酸緩衝液（0.01mol／Ｌ）約45mlをメスフラスコに入れ、次いで次亜塩素酸ナトリウム溶液（有効塩素0.05％）１ml又はクロラミンＴ溶液（1.25ｗ／ｖ％）0.25mlを加えて混合し、更にシアン化物イオン標準液（10mg／Ｌ）0.5mlを加えて混合し、１時間以上冷所で静置し、反応させた後、亜硫酸水素ナトリウム溶液（１ｗ／ｖ％）0.25mlを加えて十分に混合し、シアン化物イオン標準液（10mg／Ｌ）0.5mlを加え、更にリン酸緩衝液（0.01mol／Ｌ）を加えて50mlとしたもの

なお、この溶液は冷却が必要であり、試薬調製時に液温が上がらないように注意する。

この溶液１mlは、シアン化物イオン及び塩化シアンをシアン化物イオンに換算してそれぞれ0.0001mg含む。

この溶液は、使用の都度調製し、速やかに使用する。

２　器具及び装置

(1) メンブランフィルターろ過装置

孔径約0.2μmのメンブランフィルターを備えたもの

(2) イオンクロマトグラフ

ア　分離カラム

内径４～９㎜、長さ５～25cmのもので、多孔性のポリマー基材に―SO_3Hをイオン交換基として２～４meq／ｇ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

イ　反応部

分離カラムで分離された液と塩素化液、上記１の(9)又は(10)のいずれかの発色液が別々に混合できるもので、反応温度等が対象物質の最適反応条件に設定できるもの

例えば、塩素化液を毎分0.5mlの流量で注入して40℃で反応させた後、発色液を毎分0.4mlの流量で注入して100℃で反応させることができるもの

また、反応部は、塩素化液又は発色液に侵されない材質のもの

ウ　可視吸収検出器

波長636nm付近に設定したもの

3　試料の採取及び保存

試料は、精製水で洗浄したガラス瓶又はポリエチレン瓶に採取し、試料100mlにつきリン酸緩衝液（１mol／Ｌ）１mlを加えた後、満水にして直ちに密栓し、冷蔵して速やかに試験する。速やかに試験できない場合は、冷蔵保存し、24時間以内に試験する。

4　試験操作

(1) 前処理

検水（検水に含まれるそれぞれの対象物質の濃度が0.1mg／Ｌを超える場合には、0.001～0.1mg／Ｌとなるように精製水を加えて調製したもの）をメンブランフィルターろ過装置でろ過し、初めのろ液約10mlは捨て、次のろ液を試験溶液とする。

(2) 分析

上記(1)で得られた試験溶液の一定量をイオンクロマトグラフに注入し、シアン化物イオンと塩化シアンのピーク高さ又はピーク面積を求め、下記５により作成した検量線から試験溶液中のシアン化物イオンと塩化シアンの濃度を求め、この濃度に上記３で加えたリン酸緩衝液（１mol／Ｌ）の量による補正を加え、検水中のシアン化物イオンと塩化シアンの濃度を算定する。

シアン化物イオンの濃度と塩化シアンの濃度を合計してシアンとしての濃度を算定する。

5　検量線の作成

次のいずれかの方法により行う。

(1) シアン化物イオン標準液及び塩化シアン標準液を用いる方法

あらかじめ冷却したリン酸緩衝液（0.01mol／Ｌ）を４個以上のメスフラスコに採り、シアン化物イオン標準液（0.2mg／Ｌ）を加え、それぞれにリン酸緩衝液（0.01mol／Ｌ）を加えて、濃度を段階的にした溶液を調製する。この場合、調製した溶液のシアン化物イオンの濃度は、上記４(1)に示す検水の濃度範囲を超えてはならない。以下速やかに上記４(2)と同様に操作して、シアン化物イオンの濃度とピーク高さ又はピーク面積との関係を求める。

別に、あらかじめ冷却したリン酸緩衝液（0.01mol／Ｌ）を４個以上のメスフラスコに採り、塩化シアン標準液を加え、それぞれにリン酸緩衝液（0.01mol／Ｌ）を加えて、濃度を段階的にした溶液を調製する。この場合、調製した溶液の塩化シアンの濃度は、上記４(1)に示す検水の濃度範囲を超えてはならない。以下速やかに上記４(2)と同様に操作して、塩化シアンの濃度とピーク高さ又はピーク面積との関係を求める。

(2) シアン混合標準液を用いる方法

あらかじめ冷却したリン酸緩衝液（0.01mol／Ｌ）を４個以上のメスフラスコに採

り、シアン混合標準液を加え、それぞれにリン酸緩衝液（0.01mol／Ｌ）を加えて、濃度を段階的にした溶液を調製する。この場合、調製した溶液のシアン化物イオン及び塩化シアンのそれぞれの濃度は、上記４(1)に示す検水の濃度範囲を超えてはならない。以下速やかに上記４(2)と同様に操作して、シアン化物イオン及び塩化シアンのそれぞれの濃度とピーク高さ又はピーク面積との関係を求める。

６　空試験

精製水を一定量採り、100mlにつきリン酸緩衝液（１mol／Ｌ）１mlを加え、以下上記４(1)及び(2)と同様に操作して試験溶液中のシアン化物イオンと塩化シアンの濃度を求め、検量線の濃度範囲の下限値を下回ることを確認する。

求められた濃度が当該濃度範囲の下限値以上の場合は、是正処置を講じた上で上記４(1)及び(2)と同様の操作を再び行い、求められた濃度が当該濃度範囲の下限値を下回るまで操作を繰り返す。

７　連続試験を実施する場合の措置

オートサンプラーを用いて10以上の試料の試験を連続的に実施する場合には、以下に掲げる措置を講ずる。

(1)　おおむね10の試料ごとの試験終了後及び全ての試料の試験終了後に、上記５で調製した溶液の濃度のうち最も高いものから最も低いものまでの間の一定の濃度（以下この７において「調製濃度」という。）に調製した溶液について、上記４(2)に示す操作により試験を行い、算定された濃度と調製濃度との差を求める。

(2)　上記(1)により求められた差が調製濃度の±10％の範囲を超えた場合には、是正処置を講じた上で上記(1)で行った試験の前に試験を行ったおおむね10の試料及びそれらの後に試験を行った全ての試料について再び分析を行う。その結果、上記(1)により求められた差が再び調製濃度の±10％の範囲を超えた場合には、上記４及び５の操作により試験し直す。

別表第13

イオンクロマトグラフ（陰イオン）による一斉分析法

ここで対象とする項目は、亜硝酸態窒素、硝酸態窒素及び亜硝酸態窒素、フッ素、塩素酸並びに塩化物イオンである。

１　試薬

(1)　精製水

測定対象成分を含まないもの

(2)　エチレンジアミン溶液（50mg／ml）

エチレンジアミン0.5ｇを精製水に溶かして10mlとしたもの

この溶液は、冷暗所に保存し、１か月以上を経過したものは使用してはならない。

(3)　チオ硫酸ナトリウム溶液（0.3ｗ／ｖ％）

(4)　ヨウ化カリウム溶液（５ｗ／ｖ％）

(5)　窒素ガス

精製が必要な場合には、洗浄瓶を用いてヨウ化カリウム溶液（５ｗ／ｖ％）に通し、酸化剤を除去したもの

ただし、ヨウ化カリウム溶液（５ｗ／ｖ％）は、着色したものは使用してはならない。

(6)　溶離液

測定対象成分が分離できるもの

(7)　除去液

サプレッサを動作させることができるもの

(8)　塩酸

(9)　ヨウ化カリウム

(10) 炭酸ナトリウム（無水）
(11) イソアミルアルコール
　測定対象成分を含まないもの
(12) ヨウ素酸カリウム溶液（0.017mol／Ｌ）
　ヨウ素酸カリウム3.567ｇを精製水に溶かして１Ｌとしたもの
(13) 硫酸（１＋５）
(14) でんぷん溶液
　可溶性でんぷん１ｇを精製水約 100ml とよく混ぜながら、熱した精製水 200ml 中に加え、約１分間煮沸後、放冷したもの
　ただし、上澄み液を使用する。
　この溶液は、使用の都度調製する。
(15) チオ硫酸ナトリウム溶液（0.1mol／Ｌ）
　チオ硫酸ナトリウム（５水塩）26ｇ及び炭酸ナトリウム（無水）0.2ｇを精製水に溶かして１Ｌとし、イソアミルアルコール約 10ml を加えて振り混ぜ、２日間静置したもの
　なお、次の操作によりチオ硫酸ナトリウム溶液（0.1mol／Ｌ）のファクター(f)を求める。
　ヨウ素酸カリウム溶液（0.017mol／Ｌ）25ml を共栓付き三角フラスコに採り、ヨウ化カリウム２ｇ及び硫酸（１＋５）５ml を加えて直ちに密栓し、静かに振り混ぜた後、暗所に５分間静置し、更に精製水 100ml を加える。次に、チオ硫酸ナトリウム溶液（0.1mol／Ｌ）を用いて滴定し、液の黄色が薄くなってから１～２ml のでんぷん溶液を指示薬として加え、液の青色が消えるまで更に滴定する。別に、同様に操作して精製水について試験を行い、補正したチオ硫酸ナトリウム溶液（0.1mol／Ｌ）の ml 数ａから次式によりファクターを算定する。
　ファクター(f)＝25／ａ
(16) 硝酸態窒素標準原液
　硝酸ナトリウム6.068ｇを精製水に溶かして１Ｌとしたもの
　この溶液１mlは、硝酸態窒素１mgを含む。
　この溶液は、冷暗所に保存する。
(17) 亜硝酸態窒素標準原液
　亜硝酸ナトリウム4.926ｇを精製水に溶かして１Ｌとしたもの
　この溶液１mlは、亜硝酸態窒素１mgを含む。
　この溶液は、冷暗所に保存する。
(18) フッ素標準原液
　フッ化ナトリウム2.210ｇを精製水に溶かして１Ｌとしたもの
　この溶液１mlは、フッ素１mgを含む。
　この溶液は、ポリエチレン瓶に入れて冷暗所に保存する。
(19) 塩素酸標準原液
　塩素酸ナトリウム 1.3ｇを精製水に溶かして１Ｌとしたもの
　なお、次に定める方法により含有する塩素酸の濃度を測定する。
　共栓付き三角フラスコに塩酸 10ml を採り、これに塩素酸標準原液 10ml 及びヨウ化カリウム１ｇを加え、直ちに栓をする。この溶液を暗所で 20 分間静置した後、チオ硫酸ナトリウム溶液（0.1mol／Ｌ）で滴定し、液の褐色が淡黄色に変わったら１～２ml のでんぷん溶液を指示薬として加え、液の青色が消えるまで更に滴定する。これに要したチオ硫酸ナトリウム溶液（0.1mol／Ｌ）の ml 数ｂから次式により溶液に含まれる塩素酸の濃度（mg／ml）を算定する。
　塩素酸（mg／ml）＝（ｂ×1.391×ｆ）／10

この式において、ｆはチオ硫酸ナトリウム溶液（0.1mol／Ｌ）のファクターを表す。

この溶液は、冷暗所に保存する。

(20) 塩化物イオン標準原液

塩化ナトリウム1.649ｇを精製水に溶かして１Ｌとしたもの

この溶液１mlは、塩化物イオン１mgを含む。

この溶液は、冷暗所に保存する。

(21) 陰イオン混合標準液

硝酸態窒素、亜硝酸態窒素、フッ素、塩素酸及び塩化物イオンのそれぞれ一定量の標準原液を混合し、精製水で硝酸態窒素は10～1000倍、亜硝酸態窒素は100～10000倍、フッ素は10～1000倍、塩素酸は10～1000倍、塩化物イオンは５～500倍の範囲内における任意の濃度に薄めたもの

この溶液１mlは、硝酸態窒素0.001～0.1mg、亜硝酸態窒素0.0001～0.01mg、フッ素0.001～0.1mg、塩素酸0.001～0.1mg及び塩化物イオン0.002～0.2mgを含む。

この溶液は、冷暗所に保存する。

２　器具及び装置

(1) メンブランフィルターろ過装置

別表第12の２(1)の例による。

(2) イオンクロマトグラフ

ア　分離カラム

サプレッサ型は、内径２～８mm、長さ５～25cmのもので、陰イオン交換基を被覆したポリマー系充填剤を充填したもの又はこれと同等以上の分離性能を有するもの

ノンサプレッサ型は、内径４～4.6mm、長さ５～25cmのもので、陰イオン交換基を被覆した表面多孔性のポリアクリレート若しくはシリカを充填したもの又はこれと同等以上の分離性能を有するもの

イ　検出器

電気伝導度検出器又は紫外部吸収検出器

３　試料の採取及び保存

試料は、精製水で洗浄したガラス瓶又はポリエチレン瓶に採取し、速やかに試験する。速やかに試験できない場合は、冷暗所に保存し、２週間以内に試験する。

ただし、フッ素の検査に用いる試料は、ポリエチレン瓶に採取する。

なお、残留塩素が含まれている場合には、試料１Ｌにつきエチレンジアミン溶液（50mg／ml）0.1～１ml又はチオ硫酸ナトリウム溶液（0.3ｗ／ｖ％）１～２mlを加える。ただし、亜硝酸態窒素及び塩素酸の検査を行わない場合は、エチレンジアミン溶液又はチオ硫酸ナトリウム溶液の添加を省略することができる。

また、二酸化塩素を含む試料については、散気用フィルター付きの管を用い窒素ガスで15分間曝気した後、試料１Ｌにつきエチレンジアミン溶液（50mg／ml）0.1～１ml又はチオ硫酸ナトリウム溶液（0.3ｗ／ｖ％）１～２mlを加える。ただし、塩素酸の検査を行わない場合は、窒素ガスによる曝気を省略することができる。

４　試験操作

(1) 前処理

検水（検水に含まれるそれぞれの対象物質の濃度が表１に示す濃度範囲の上限値を超える場合には、同表に示す濃度範囲になるように精製水を加えて調製したもの）をメンブランフィルターろ過装置でろ過し、初めのろ液約10mlは捨て、次のろ液を試験溶液とする。

表１　対象物質の濃度範囲

対象物質	濃度範囲（mg／Ｌ）

硝酸態窒素	0.02　～ 20
亜硝酸態窒素	0.004 ～ 0.4
フッ素	0.05　～ 5
塩素酸	0.06　～ 1.2
塩化物イオン	0.2　　～ 200

(2) 分析

上記(1)で得られた試験溶液の一定量をイオンクロマトグラフに注入し、それぞれの陰イオンのピーク高さ又はピーク面積を求め、下記５により作成した検量線から試験溶液中のそれぞれの陰イオンの濃度を求め、検水中のそれぞれの陰イオンの濃度を算定する。

５　検量線の作成

陰イオン混合標準液をメスフラスコ４個以上に採り、それぞれに精製水を加えて、濃度を段階的にした溶液を調製する。この場合、調製した溶液のそれぞれの陰イオンの濃度は、表１の濃度範囲を超えてはならない。以下上記４(2)と同様に操作して、それぞれの陰イオンの濃度とピーク高さ又はピーク面積との関係を求める。

６　空試験

精製水を一定量採り、以下上記４(1)及び(2)と同様に操作して試験溶液中のそれぞれの陰イオンの濃度を求め、検量線の濃度範囲の下限値を下回ることを確認する。

求められた濃度が当該濃度範囲の下限値以上の場合は、是正処置を講じた上で上記４(1)及び(2)と同様の操作を再び行い、求められた濃度が当該濃度範囲の下限値を下回るまで操作を繰り返す。

７　連続試験を実施する場合の措置

オートサンプラーを用いて10以上の試料の試験を連続的に実施する場合には、以下に掲げる措置を講ずる。

(1) おおむね10の試料ごとの試験終了後及び全ての試料の試験終了後に、上記５で調製した溶液の濃度のうち最も高いものから最も低いものまでの間の一定の濃度（以下この７において「調製濃度」という。）に調製した溶液について、上記４(2)に示す操作により試験を行い、算定された濃度と調製濃度との差を求める。

(2) 上記(1)により求められた差が調製濃度の±10%の範囲を超えた場合には、是正処置を講じた上で上記(1)で行った試験の前に試験を行ったおおむね10の試料及びそれらの後に試験を行った全ての試料について再び分析を行う。その結果、上記(1)により求められた差が再び調製濃度の±10%の範囲を超えた場合には、上記４及び５の操作により試験し直す。

別表第14

パージ・トラップ―ガスクロマトグラフ―質量分析計による一斉分析法

ここで対象とする項目は、四塩化炭素、１，４―ジオキサン、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、クロロホルム、ジブロモクロロメタン、ブロモジクロロメタン並びにブロモホルムである。

１　試薬

(1) 精製水

測定対象成分を含まないもの

(2) 塩酸（１＋10）

(3) アスコルビン酸ナトリウム

(4) チオ硫酸ナトリウム溶液（0.3w／ｖ%）

(5) メチルアルコール

測定対象成分を含まないもの

(6) 内部標準原液

フルオロベンゼン及び４―ブロモフルオロベンゼンはそれぞれ0.500ｇ、１，４―ジオキサン―d_8は0.400ｇをメチルアルコール10mlを入れた別々のメスフラスコに採り、メチルアルコールを加えて100mlとしたもの

これらの溶液１mlは、フルオロベンゼン及び４―ブロモフルオロベンゼンをそれぞれ５mg、１，４―ジオキサン―d_8を４mg含む。

これらの溶液は、調製後直ちに液体窒素等で冷却しながら１～２mlのアンプルに小分けし、封入して冷凍保存する。

(7) 内部標準液

内部標準原液をメチルアルコールで４～400倍に薄めたもの

３種類の内部標準物質を使用する場合には、３種類の内部標準原液をメチルアルコール少量を入れた１つのメスフラスコにそれぞれ一定量採取し、同様の希釈操作を行う。

この溶液１mlは、フルオロベンゼン又は４―ブロモフルオロベンゼンを0.0125～1.25mg及び１，４―ジオキサン―d_8を0.01～１mg含む。

この溶液は、使用の都度調製する。

(8) 揮発性有機化合物標準原液

四塩化炭素、１，４―ジオキサン、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、ベンゼン、クロロホルム、ジブロモクロロメタン、ブロモジクロロメタン及びブロモホルムのそれぞれ0.500ｇについて、メチルアルコール少量を入れた別々のメスフラスコに採り、メチルアルコールを加えて10mlとしたもの

これらの溶液１mlは、四塩化炭素、１，４―ジオキサン、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、ベンゼン、クロロホルム、ジブロモクロロメタン、ブロモジクロロメタン及びブロモホルムをそれぞれ50mg含む。

これらの溶液は、調製後直ちに液体窒素等で冷却しながら１～２mlのアンプルに小分けし、封入して冷凍保存する。

(9) 揮発性有機化合物混合標準液

それぞれの揮発性有機化合物標準原液を一定量ずつあらかじめメチルアルコール少量を入れたメスフラスコに採り、メチルアルコールで100倍の濃度に薄めたもの

この溶液１mlは、四塩化炭素、１，４―ジオキサン、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、ベンゼン、クロロホルム、ジブロモクロロメタン、ブロモジクロロメタン及びブロモホルムをそれぞれ0.5mg含む。

この溶液は、使用の都度調製する。

２　器具及び装置

(1) ねじ口瓶

容量40～100mlのもので、ポリテトラフルオロエチレン張りのキャップをしたもの

(2) アンプル

容量１～２mlのもの

(3) パージ・トラップ装置

ア　パージ容器

ガラス製で、５～25mlの精製水及び検水を処理できるもの

イ　恒温槽

30～80℃の範囲内で一定の温度に保持できるもの

ウ　トラップ管

内径２㎜以上、長さ５～30cmのもので、ステンレス管又はこの内面にガラスを被覆したものにポリ―２，６―ジフェニル―ｐ―ジフェニレンオキサイド、シリカゲル及び活性炭を３層に充填したもの又はこれと同等以上の吸着性能を有するもの

エ　脱着装置

トラップ管を180～250℃の温度に急速に加熱できるもの

オ　クライオフォーカス装置

内径0.32～0.53㎜の溶融シリカ管又はステンレス管で、－50～－180℃程度に冷却でき、かつ200℃まで加熱できるもの

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

(4) ガスクロマトグラフ―質量分析計

ア　分離カラム

内径0.20～0.53㎜、長さ60～75ｍの溶融シリカ製のキャピラリーカラムで、内面に25％フェニル―75％ジメチルポリシロキサンを１μｍの厚さに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

イ　分離カラムの温度

対象物質の最適分離条件に設定できるもの

例えば、40℃を１分間保持し、毎分３℃の速度で上昇させ230℃にできるもの

ウ　検出器

選択イオン測定（ＳＩＭ）又はこれと同等以上の性能を有するもの

エ　イオン化電圧

電子イオン化法（ＥＩ法）で、70Ｖ又は必要な感度が得られる電圧

オ　キャリアーガス

純度99.999ｖ／ｖ％以上のヘリウムガス又は必要な感度が得られるもの

３　試料の採取及び保存

試料は、精製水で洗浄したねじ口瓶に泡立てないように採取し、pH値が約２となるように塩酸（１＋10）を試料10mlにつき１滴程度加え、満水にして直ちに密栓し、速やかに試験する。速やかに試験できない場合は、冷暗所に保存し、24時間以内に試験する。

なお、残留塩素が含まれている場合には、試料１Ｌにつきアスコルビン酸ナトリウム0.01～0.5ｇ又は試料１Ｌにつきチオ硫酸ナトリウム溶液（0.3ｗ／ｖ％）１～２mlを加える。

４　試験操作

検水（検水に含まれるそれぞれの対象物質の濃度が表１に示す濃度範囲の上限値を超える場合には、同表に示す濃度範囲になるように精製水を加えて調製したもの）をパージ容器に採り、内部標準液を試験溶液の内部標準物質濃度がフルオロベンゼン又は４―ブロモフルオロベンゼンがおおむね0.005～0.5mg／Ｌ及び１，４―ジオキサン―d_8がおおむね0.004～0.4mg／Ｌとなるよう一定量注入する。次いで、パージ・トラップ装置及びガスクロマトグラフ―質量分析計を操作し、表１に示すそれぞれの揮発性有機化合物と内部標準物質とのフラグメントイオンのピーク高さ又はピーク面積の比を求め、下記５により作成した検量線から検水中のそれぞれの揮発性有機化合物の濃度を算定する。

表１　対象物質の濃度範囲及びフラグメントイオン

揮発性有機化合物	濃度範囲 （mg／Ｌ）	フラグメントイオン （ｍ／ｚ）
四塩化炭素	0.0001～0.05	117、119、121
１，４―ジオキサン	0.005～0.1	88、 58
シス―１，２―ジクロロエチレン	0.0001～0.1	61、 96、 98
トランス―１，２―ジクロロエチレン	0.0001～0.1	61、 96、 98

ジクロロメタン	0.0001～0.1	49、 84、 86
テトラクロロエチレン	0.0001～0.05	166、164、129
トリクロロエチレン	0.0001～0.05	130、132、 95
ベンゼン	0.0001～0.05	78、 77、 52
クロロホルム	0.0001～0.1	83、 85、 47
ジブロモクロロメタン	0.0001～0.1	129、127、131
ブロモジクロロメタン	0.0001～0.1	83、 85、 47
ブロモホルム	0.0001～0.1	173、171、175
フルオロベンゼン ※		96、 70
４―ブロモフルオロベンゼン ※		95、174、176
１，４―ジオキサン―d_8 ※		96、 64

※印は内部標準物質である。

５　検量線の作成

揮発性有機化合物混合標準液をメスフラスコ４個以上に採り、それぞれに試験溶液と同じ割合となるように内部標準液を加え、更にメチルアルコールを加えて、濃度を段階的にした溶液を調製する。段階的に調製した溶液を一定の割合でメスフラスコに採り、それぞれに精製水を加えて一定量とする。この場合、内部標準物質の濃度が上記４に示す試験溶液の内部標準物質濃度と同一になるよう調整する。以下上記４と同様に操作して、それぞれの揮発性有機化合物と内部標準物質とのフラグメントイオンのピーク高さ又はピーク面積の比を求め、それぞれの揮発性有機化合物の濃度との関係を求める。

６　空試験

精製水を一定量採り、以下上記４と同様に操作して試験溶液中のそれぞれの揮発性有機化合物の濃度を求め、検量線の濃度範囲の下限値を下回ることを確認する。

求められた濃度が当該濃度範囲の下限値以上の場合は、是正処置を講じた上で上記４と同様の操作を再び行い、求められた濃度が当該濃度範囲の下限値を下回るまで操作を繰り返す。

７　連続試験を実施する場合の措置

オートサンプラーを用いて10以上の試料の試験を連続的に実施する場合には、以下に掲げる措置を講ずる。

(1) おおむね10の試料ごとの試験終了後及び全ての試料の試験終了後に、上記５で調製した溶液の濃度のうち最も高いものから最も低いものまでの間の一定の濃度（以下この７において「調製濃度」という。）に調製した溶液について、上記４に示す操作により試験を行い、算定された濃度と調製濃度との差を求める。

(2) 上記(1)により求められた差が調製濃度の±20％の範囲を超えた場合には、是正処置を講じた上で上記(1)で行った試験の前に試験を行ったおおむね10の試料及びそれらの後に試験を行った全ての試料について再び分析を行う。その結果、上記(1)により求められた差が再び調製濃度の±20％の範囲を超えた場合には、上記４及び５の操作により試験し直す。

別表第15

ヘッドスペース―ガスクロマトグラフ―質量分析計による一斉分析法

ここで対象とする項目は、四塩化炭素、１，４―ジオキサン、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、クロロホルム、ジブロモクロロメタン、ブロモジクロロメタン並びにブロモホルムである。

１　試薬

(1) 精製水

別表第14の１(1)の例による。
(2) 塩酸（１＋10）
(3) アスコルビン酸ナトリウム
(4) チオ硫酸ナトリウム溶液（0.3ｗ／ｖ％）
(5) 塩化ナトリウム
測定対象成分を含まないもの
(6) メチルアルコール
別表第14の１(5)の例による。
(7) 内部標準原液
フルオロベンゼン及び４―ブロモフルオロベンゼンはそれぞれ0.500ｇをメチルアルコール10mlを入れた別々のメスフラスコに採り、メチルアルコールを加えて100mlとしたもの
１，４―ジオキサン―d_8は0.400ｇをメチルアルコール５mlを入れたメスフラスコに採り、メチルアルコールを加えて10mlとしたもの
これらの溶液１mlは、フルオロベンゼン及び４―ブロモフルオロベンゼンをそれぞれ５mg、１，４―ジオキサン―d_8を40mg含む。
これらの溶液は、調製後直ちに液体窒素等で冷却しながら１～２mlのアンプルに小分けし、封入して冷凍保存する。
(8) 内部標準液
内部標準原液をメチルアルコールで４～400倍に薄めたもの
３種類の内部標準物質を使用する場合には、３種類の内部標準原液をメチルアルコール少量を入れた１つのメスフラスコに等量採取し、同様の希釈操作を行う。
この溶液１mlは、フルオロベンゼン又は４―ブロモフルオロベンゼンを0.0125～1.25mg及び１，４―ジオキサン―d_8を0.1～10mg含む。
この溶液は、使用の都度調製する。
(9) 揮発性有機化合物標準原液
別表第14の１(8)の例による。
(10) 揮発性有機化合物混合標準液
別表第14の１(9)の例による。
２　器具及び装置
(1) ねじ口瓶
別表第14の２(1)の例による。
(2) アンプル
別表第14の２(2)の例による。
(3) バイアル
容量10～100mlのもの
(4) セプタム
(5) ポリテトラフルオロエチレンシート
厚さ0.05mm以上のもの
(6) 金属製キャップ
(7) 金属製キャップ締め器
(8) 恒温槽
60～80℃の範囲内で一定の温度に保持できるもの
(9) トラップ管
内径２mm以上、長さ５～30cmのもので、ステンレス管又はこの内面にガラスを被覆したもので、ポリ―２，６―ジフェニル―ｐ―ジフェニレンオキサイドを0.2～0.3ｇ充填したもの又はこれと同等以上の吸着性能を有するもの

ただし、トラップ操作を行わない場合は、この装置を使用しなくてもよい。

(10) 脱着装置

トラップ管を180～250℃の温度に急速に加熱できるもの

ただし、トラップ操作を行わない場合は、この装置を使用しなくてもよい。

(11) ガスクロマトグラフ―質量分析計

ア　試料導入部

最適温度が設定できるもの

イ　分離カラム

別表第14の２(4)アの例による。

ウ　分離カラムの温度

別表第14の２(4)イの例による。

エ　検出器

別表第14の２(4)ウの例による。

オ　イオン化電圧

別表第14の２(4)エの例による。

カ　キャリアーガス

別表第14の２(4)オの例による。

３　試料の採取及び保存

別表第14の３の例による。

４　試験操作

(1) 前処理

バイアルに塩化ナトリウムを検水量10mlに対して３ｇを入れた後、検水（検水に含まれるそれぞれの対象物質の濃度が別表第14の表１に示す濃度範囲の上限値を超える場合には、同表に示す濃度範囲になるように精製水を加えて調製したもの）をバイアル容量に対して0.40～0.85となるように採り、内部標準液を試験溶液の内部標準物質濃度がフルオロベンゼン又は４―ブロモフルオロベンゼンがおおむね0.0025～0.25mg／Ｌ及び１，４―ジオキサン―d_8がおおむね0.002～0.2mg／Ｌとなるよう一定量注入する。直ちにポリテトラフルオロエチレンシート、セプタム、金属製キャップをのせ、金属製キャップ締め器で密閉する。次いで、バイアルを振り混ぜた後、恒温槽で30分間以上加温し、これを試験溶液とする。

(2) 分析

上記(1)で得られた試験溶液の気相の一定量をガスクロマトグラフ―質量分析計（トラップ操作を行う場合にはトラップ管及び脱着装置を接続したもの）に注入し、別表第14の表１に示すそれぞれの揮発性有機化合物と内部標準物質とのフラグメントイオンのピーク高さ又はピーク面積の比を求め、下記５により作成した検量線から試験溶液中のそれぞれの揮発性有機化合物の濃度を求め、検水中のそれぞれの揮発性有機化合物の濃度を算定する。

５　検量線の作成

揮発性有機化合物混合標準液をメスフラスコ４個以上に採り、それぞれに試験溶液と同じ割合となるように内部標準液を加え、更にメチルアルコールを加えて、濃度を段階的にした溶液を調製する。精製水を上記４(1)と同様に採り、これに段階的に調製した溶液を一定の割合で注入する。この場合、調製した溶液のそれぞれの揮発性有機化合物の濃度は、上記４(1)に示す検水の濃度範囲を超えてはならない。また、内部標準物質の濃度が上記４(1)に示す試験溶液の内部標準物質濃度と同一になるよう調製する。以下上記４(1)及び(2)と同様に操作して、それぞれの揮発性有機化合物と内部標準物質とのフラグメントイオンのピーク高さ又はピーク面積の比を求め、それぞれの揮発性有機化合物の濃度との関係を求める。

６　空試験

精製水を一定量採り、以下上記４(1)及び(2)と同様に操作して試験溶液中のそれぞれの揮発性有機化合物の濃度を求め、検量線の濃度範囲の下限値を下回ることを確認する。

求められた濃度が当該濃度範囲の下限値以上の場合は、是正処置を講じた上で上記４(1)及び(2)と同様の操作を再び行い、求められた濃度が当該濃度範囲の下限値を下回るまで操作を繰り返す。

７　連続試験を実施する場合の措置

オートサンプラーを用いて10以上の試料の試験を連続的に実施する場合には、以下に掲げる措置を講ずる。

(1) おおむね10の試料ごとの試験終了後及び全ての試料の試験終了後に、上記５で調製した溶液の濃度のうち最も高いものから最も低いものまでの間の一定の濃度（以下この７において「調製濃度」という。）に調製した溶液について、上記４(1)及び(2)に示す操作により試験を行い、算定された濃度と調製濃度との差を求める。

(2) 上記(1)により求められた差が調製濃度の±20％の範囲を超えた場合には、是正処置を講じた上で上記(1)で行った試験の前に試験を行ったおおむね10の試料及びそれらの後に試験を行った全ての試料について再び分析を行う。その結果、上記(1)により求められた差が再び調製濃度の±20％の範囲を超えた場合には、上記４及び５の操作により試験し直す。

別表第16

固相抽出―ガスクロマトグラフ―質量分析法

ここで対象とする項目は、１，４―ジオキサンである。

１　試薬

(1) 精製水
測定対象成分を含まないもの

(2) メチルアルコール
測定対象成分を含まないもの

(3) アセトン
測定対象成分を含まないもの

(4) 窒素ガス
測定対象成分を含まないもの

(5) 内部標準原液
１，４―ジオキサン―d_8 1.000ｇをメスフラスコに採り、メチルアルコールに溶かして１Ｌとしたもの
この溶液１mlは、１，４―ジオキサン―d_8 １mgを含む。
この溶液は、冷暗所に保存する。

(6) 内部標準液
内部標準原液をメチルアルコールで10倍に薄めたもの
この溶液１mlは、１，４―ジオキサン―d_8 0.1mgを含む。
この溶液は、使用の都度調製する。

(7) １，４―ジオキサン標準原液
１，４―ジオキサン1.000ｇをメスフラスコに採り、メチルアルコールに溶かして１Ｌとしたもの
この溶液１mlは、１，４―ジオキサン１mgを含む。
この溶液は、冷暗所に保存する。

(8) １，４―ジオキサン標準液
１，４―ジオキサン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１mlは、１，４―ジオキサン0.01mgを含む。

この溶液は、使用の都度調製する。

２　器具及び装置

(1) 固相カラム

スチレンジビニルベンゼン共重合体固相カラム及び活性炭固相カラム又はこれと同等以上の性能を有するもの

(2) ガスクロマトグラフ―質量分析計

ア　試料導入部

スプリットレス方式のもので、その温度を200～250℃にしたもの

イ　分離カラム

内径0.20～0.53mm、長さ60～75ｍの溶融シリカ製のキャピラリーカラムで、内面に25％フェニル―75％ジメチルポリシロキサンを0.1～１μｍの厚さに被膜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、45℃を１分間保持し、毎分10℃の速度で上昇させ、200℃を５分間保持できるもの

エ　検出器

別表第14の２(4)ウの例による。

オ　イオン化電圧

別表第14の２(4)エの例による。

カ　キャリアーガス

別表第14の２(4)オの例による。

３　試料の採取及び保存

試料は、精製水及びアセトンで洗浄した後、120℃程度で２時間程度加熱し放冷したガラス瓶に採取し、速やかに試験する。速やかに試験できない場合は、冷暗所に保存し、２週間以内に試験する。

４　試験操作

(1) 前処理

スチレンジビニルベンゼン共重合体固相カラムと活性炭固相カラムを直列に接続し、スチレンジビニルベンゼン共重合体固相カラム側からアセトン10ml及び精製水10mlを順次注入する。次に、内部標準液５μlを加えた検水200ml（検水に含まれる１，４―ジオキサンの濃度が0.05mg／Ｌを超える場合には、0.0005～0.05mg／Ｌとなるように精製水を加えて200mlに調製したもの）を毎分10mlの流量でスチレンジビニルベンゼン共重合体固相カラム側から流した後、活性炭固相カラムを取り外す。活性炭固相カラムに精製水10mlを流した後、窒素ガスを20分間以上通気して乾燥させる。次いで、活性炭固相カラムに通水方向の逆からアセトン２mlをゆっくり流し、試験管に採る。試験管の溶出液に窒素ガスを緩やかに吹き付けて１mlまで濃縮し、これを試験溶液とする。

(2) 分析

上記(1)で得られた試験溶液の一定量をガスクロマトグラフ―質量分析計に注入し、１，４―ジオキサンは88、58のフラグメントイオンのピーク高さ又はピーク面積と１，４―ジオキサン―d_8は96、64のフラグメントイオンのピーク高さ又はピーク面積との比を求め、下記５により作成した検量線から試験溶液中の１，４―ジオキサンの濃度を求め、検水中の１，４―ジオキサンの濃度を算定する。

５　検量線の作成

１，４―ジオキサン標準液を段階的にメスフラスコ４個以上に採り、精製水を加えて200mlとする。この場合、調製した溶液の１，４―ジオキサンの濃度は、上記４(1)に示す

検水の濃度範囲から算定される試験溶液の濃度範囲を超えてはならない。以下上記４(1)及び(2)と同様に操作して、１，４―ジオキサンと１，４―ジオキサン―d_8とのフラグメントイオンのピーク高さ又はピーク面積の比を求め、１，４―ジオキサンの濃度との関係を求める。

６　空試験

精製水200mlを採り、以下上記４(1)及び(2)と同様に操作して試験溶液中の１，４―ジオキサンの濃度を求め、検量線の濃度範囲の下限値を下回ることを確認する。

求められた濃度が当該濃度範囲の下限値以上の場合は、是正処置を講じた上で上記４(1)及び(2)と同様の操作を再び行い、求められた濃度が当該濃度範囲の下限値を下回るまで操作を繰り返す。

７　連続試験を実施する場合の措置

オートサンプラーを用いて10以上の試料の試験を連続的に実施する場合には、以下に掲げる措置を講ずる。

(1) おおむね10の試料ごとの試験終了後及び全ての試料の試験終了後に、上記５で調製した溶液の濃度のうち最も高いものから最も低いものまでの間の一定の濃度（以下この７において「調製濃度」という。）に調製した溶液について、上記４(1)及び(2)に示す操作により試験を行い、算定された濃度と調製濃度との差を求める。

(2) 上記(1)により求められた差が調製濃度の±20％の範囲を超えた場合には、是正処置を講じた上で上記(1)で行った試験の前に試験を行ったおおむね10の試料及びそれらの後に試験を行った全ての試料について再び分析を行う。その結果、上記(1)により求められた差が再び調製濃度の±20％の範囲を超えた場合には、上記４及び５の操作により試験し直す。

別表第17

溶媒抽出―誘導体化―ガスクロマトグラフ―質量分析計による一斉分析法

ここで対象とする項目は、クロロ酢酸、ジクロロ酢酸及びトリクロロ酢酸である。

１　試薬

(1) 精製水
　測定対象成分を含まないもの

(2) アスコルビン酸ナトリウム

(3) チオ硫酸ナトリウム溶液（0.3ｗ／ｖ％）

(4) 硫酸（１＋１）

(5) 塩化ナトリウム
　測定対象成分を含まないもの

(6) 水酸化ナトリウム溶液（20ｗ／ｖ％）

(7) tert―ブチル―メチルエーテル
　測定対象成分を含まないもの

(8) 無水硫酸ナトリウム
　測定対象成分を含まないもの

(9) メチルアルコール
　測定対象成分を含まないもの

(10) ジアゾメタン溶液
　ジアゾメタン生成装置を用い、N―メチル―N'―ニトロ―N―ニトロソグアニジン0.1～0.2ｇに精製水0.5ml及び水酸化ナトリウム溶液（20ｗ／ｖ％）0.6mlを加え、発生したジアゾメタンを氷冷したtert―ブチル―メチルエーテル３mlに黄色を呈するまで捕集し、このtert―ブチル―メチルエーテル層をジアゾメタン溶液とする。
　この溶液は、使用時に調製する。
　なお、この操作は必ずドラフト内で行う。

(11) 内部標準原液

１，２，３―トリクロロプロパン0.100ｇをtert―ブチル―メチルエーテルに溶かして10mlとしたもの

この溶液１mlは、１，２，３―トリクロロプロパン10mgを含む。

この溶液は、調製後直ちにねじ口バイアルに入れて冷凍保存する。

(12) 内部標準液

内部標準原液をtert―ブチル―メチルエーテルで2000倍に薄めたもの

この溶液１mlは、１，２，３―トリクロロプロパン0.005mgを含む。

この溶液は、使用の都度調製する。

(13) クロロ酢酸標準原液、ジクロロ酢酸標準原液及びトリクロロ酢酸標準原液

クロロ酢酸、ジクロロ酢酸及びトリクロロ酢酸のそれぞれ0.100ｇを別々のメスフラスコに採り、tert―ブチル―メチルエーテル又はメチルアルコールを加えて100mlとしたもの

これらの溶液１mlは、クロロ酢酸、ジクロロ酢酸及びトリクロロ酢酸をそれぞれ１mg含む。

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

(14) ハロ酢酸混合標準液

クロロ酢酸標準原液、ジクロロ酢酸標準原液及びトリクロロ酢酸標準原液を１つのメスフラスコに等量採り、メチルアルコールで100倍に薄めたもの

この溶液１mlは、クロロ酢酸、ジクロロ酢酸及びトリクロロ酢酸をそれぞれ0.01mg含む。

この溶液は、使用の都度調製する。

２　器具及び装置

(1) ねじ口瓶

容量40～100mlのガラス製のもので、ポリテトラフルオロエチレン張りのキャップをしたもの又は容量40～100mlのポリエチレン製のもので、ポリエチレン製のキャップをしたもの

(2) ねじ口バイアル

容量10mlのもので、ポリテトラフルオロエチレン張りのキャップをしたもの

(3) ジアゾメタン生成装置

(4) バイアル

(5) ガスクロマトグラフ―質量分析計

ア　試料導入部

試料導入方式に応じて最適温度が設定できるもの

イ　分離カラム

内径0.20～0.53mm、長さ25～30ｍの溶融シリカ製のキャピラリーカラムで、内面に100％ジメチルポリシロキサンを0.10～0.30μｍの厚さに被覆したもの又はこれと同等以上の分離性能を有するもの

ウ　分離カラムの温度

対象物質の最適分離条件に設定できるもの

例えば、50℃を12分間保持し、毎分10℃の速度で上昇させ、150℃を２分間保持できるもの

エ　検出器

別表第14の２(4)ウの例による。

オ　イオン化電圧

別表第14の２(4)エの例による。

カ　キャリアーガス

別表第14の２(4)オの例による。

３　試料の採取及び保存

試料は、精製水で洗浄したねじ口瓶に泡立てないように採水し、満水にして直ちに密栓し、速やかに試験する。速やかに試験できない場合は、冷蔵保存し、72時間以内に試験する。

なお、残留塩素が含まれている場合には、試料１Ｌにつきアスコルビン酸ナトリウム0.01～0.5g又はチオ硫酸ナトリウム溶液（0.3ｗ／ｖ％）１～２mlを加える。

４　試験操作

(1) 前処理

検水50ml（検水に含まれるそれぞれの対象物質の濃度が0.1mg／Ｌを超える場合には、0.001～0.1mg／Ｌとなるように精製水を加えて50mlに調製したもの）を採り、硫酸（１＋１）を用いてpH値を0.5以下とし、塩化ナトリウム20ｇを加えて振り混ぜる。これにtert―ブチル―メチルエーテル４mlを加えて２分間振り混ぜ、静置後、tert―ブチル―メチルエーテル層を分取する。次に、無水硫酸ナトリウムを加え、このtert―ブチル―メチルエーテル溶液１mlをバイアルに採り、これに内部標準液20μlを加えた後、ジアゾメタン溶液0.1mlを加え、直ちに栓をする。次いで、30～60分間静置後、この溶液を30～40℃で30分程度加温し、これを試験溶液とする。

(2) 分析

上記(1)で得られた試験溶液の一定量をガスクロマトグラフ―質量分析計に注入し、表１に示す対象物質と内部標準物質とのフラグメントイオンのピーク高さ又はピーク面積の比を求め、下記５により作成した検量線から試験溶液中のそれぞれの対象物質の濃度を求め、検水中のそれぞれの対象物質の濃度を算定する。

表１　フラグメントイオン

対象物質	フラグメントイオン（ｍ／ｚ）
クロロ酢酸	77、108
ジクロロ酢酸	83、 85
トリクロロ酢酸	117、119
１，２，３―トリクロロプロパン ※	75、110

※印は内部標準物質である。

５　検量線の作成

ハロ酢酸混合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50mlとする。この場合、調製した溶液のそれぞれの対象物質の濃度は、上記４(1)に示す検水の濃度範囲を超えてはならない。以下上記４(1)及び(2)と同様に操作して、対象物質と内部標準物質とのフラグメントイオンのピーク高さ又はピーク面積の比を求め、対象物質の濃度との関係を求める。

６　空試験

精製水50mlを採り、以下上記４(1)及び(2)と同様に操作して試験溶液中のそれぞれの対象物質の濃度を求め、検量線の濃度範囲の下限値を下回ることを確認する。

求められた濃度が当該濃度範囲の下限値以上の場合は、是正処置を講じた上で上記４(1)及び(2)と同様の操作を再び行い、求められた濃度が当該濃度範囲の下限値を下回るまで操作を繰り返す。

７　連続試験を実施する場合の措置

オートサンプラーを用いて10以上の試料の試験を連続的に実施する場合には、以下に掲げる措置を講ずる。

(1) おおむね10の試料ごとの試験終了後及び全ての試料の試験終了後に、上記５で調製した溶液の濃度のうち最も高いものから最も低いものまでの間の一定の濃度（以下この７において「調製濃度」という。）に調製した溶液について、上記４(1)及び(2)に

示す操作により試験を行い、算定された濃度と調製濃度との差を求める。

(2) 上記(1)により求められた差が調製濃度の±20%の範囲を超えた場合には、是正処置を講じた上で上記(1)で行った試験の前に試験を行ったおおむね10の試料及びそれらの後に試験を行った全ての試料について再び分析を行う。その結果、上記(1)により求められた差が再び調製濃度の±20%の範囲を超えた場合には、上記４及び５の操作により試験し直す。

別表第17の２

液体クロマトグラフ―質量分析計による一斉分析法

ここで対象とする項目は、クロロ酢酸、ジクロロ酢酸及びトリクロロ酢酸である。

１　試薬

(1) 精製水

測定対象成分を含まないもの

(2) アスコルビン酸ナトリウム

(3) チオ硫酸ナトリウム溶液（0.3w／ｖ%）

(4) tert―ブチル―メチルエーテル

別表第17の１(7)の例による。

(5) メチルアルコール

別表第17の１(9)の例による。

(6) ぎ酸（0.2ｖ／ｖ%）

(7) クロロ酢酸標準原液、ジクロロ酢酸標準原液及びトリクロロ酢酸標準原液

別表第17の１(13)の例による。

(8) ハロ酢酸混合標準液

別表第17の１(14)の例による。

２　器具及び装置

(1) ねじ口瓶

別表第17の２(1)の例による。

(2) ねじ口バイアル

別表第17の２(2)の例による。

(3) クリーンアップ用固相カラム

通水方向から順にバリウム型陽イオン交換基を結合した充填剤を詰めたもの、銀型陽イオン交換基を結合した充填剤を詰めたもの及び水素型陽イオン交換基を結合した充填剤を詰めたものを連結したもの又はこれと同等以上の妨害物質除去性能を有するもの

(4) 液体クロマトグラフ―質量分析計

ア　分離カラム

内径4.6mm、長さ15cmのステンレス管に、オクタデシルシリル基を化学結合した粒径が３μmのシリカゲルを充填したもの又はこれと同等以上の分離性能を有するもの

イ　移動相

最適条件に調製したもの

例えば、Ａ液はメチルアルコール、Ｂ液はぎ酸（0.2ｖ／ｖ%）のもの

ウ　移動相流量

対象物質の最適分離条件に設定できるもの

例えば、毎分0.2mlの流量で、Ａ液とＢ液の混合比が５：95のものを、Ａ液の割合を毎分2.5ポイントずつ上昇させて100%にできるもの

エ　検出器

次のいずれかに該当するもの

①　選択イオン測定（ＳＩＭ）又はこれと同等以上の性能を有するもの

② 選択反応測定（ＳＲＭ）又はこれと同等以上の性能を有するもの

オ モニターイオンを得るための電圧

上記エ①に該当する検出器を用いる場合にあっては、エレクトロスプレーイオン化法（ＥＳＩ法）（負イオン測定モード）で、最適条件に設定できる電圧

上記エ②に該当する検出器を用いる場合にあっては、ＥＳＩ法（負イオン測定モード）により得られたプリカーサイオンを開裂させてプロダクトイオンを得る方法で、最適条件に設定できる電圧

3 試料の採取及び保存

別表第17の３の例による。

4 試験操作

(1) 前処理

検水（検水に含まれるそれぞれの対象物質の濃度が0.2mg／Ｌを超える場合には、0.002～0.2mg／Ｌとなるように精製水を加えて調製したもの）を試験溶液とする。ただし、検水中に高濃度の陰イオン類が含まれる場合には、必要に応じて検水をクリーンアップ用固相カラムに通し、これを試験溶液とする。

(2) 分析

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

表１ モニターイオンの例

検出器／対象物質	２(4)エ①に該当する検出器	２(4)エ②に該当する検出器	
	モニターイオン（m／z）	プリカーサイオン（m／z）	プロダクトイオン※（m／z）
クロロ酢酸	93、139	93、139	35
ジクロロ酢酸	127、173	127、173	83
トリクロロ酢酸	161、207	161、207	117

※プロダクトイオンをモニターイオンとする。

5 検量線の作成

ハロ酢酸混合標準液をメスフラスコ４個以上に採り、それぞれに精製水を加えて、濃度を段階的にした溶液を調製する。この場合、調製した溶液のそれぞれの対象物質の濃度は、上記４(1)に示す検水の濃度範囲を超えてはならない。以下上記４(2)と同様に操作して、それぞれの対象物質のモニターイオンのピーク高さ又はピーク面積を求め、それぞれの対象物質の濃度との関係を求める。

6 空試験

精製水を一定量採り、以下上記４(1)及び(2)と同様に操作して試験溶液中のそれぞれの対象物質の濃度を求め、検量線の濃度範囲の下限値を下回ることを確認する。

求められた濃度が当該濃度範囲の下限値以上の場合は、是正処置を講じた上で上記４(1)及び(2)と同様の操作を再び行い、求められた濃度が当該濃度範囲の下限値を下回るまで操作を繰り返す。

7 連続試験を実施する場合の措置

オートサンプラーを用いて10以上の試料の試験を連続的に実施する場合には、以下に掲げる措置を講ずる。

(1) おおむね10の試料ごとの試験終了後及び全ての試料の試験終了後に、上記５で調製

した溶液の濃度のうち最も高いものから最も低いものまでの間の一定の濃度（以下この７において「調製濃度」という。）に調製した溶液について、上記４(2)に示す操作により試験を行い、算定された濃度と調製濃度との差を求める。

(2) 上記(1)により求められた差が調製濃度の±20%の範囲を超えた場合には、是正処置を講じた上で上記(1)で行った試験の前に試験を行ったおおむね10の試料及びそれらの後に試験を行った全ての試料について再び分析を行う。その結果、上記(1)により求められた差が再び調製濃度の±20%の範囲を超えた場合には、上記４及び５の操作により試験し直す。

別表第18

イオンクロマトグラフ―ポストカラム吸光光度法

ここで対象とする項目は、臭素酸である。

１　試薬

(1) 精製水

測定対象成分を含まないもの

(2) 溶離液

測定対象成分が分離できるもの

(3) 硫酸（１mol／Ｌ）

精密分析用のもの又はこれと同等以上のもの

(4) 臭化カリウム―硫酸溶液

臭化カリウム89.25ｇを硫酸（１mol／Ｌ）に溶かして500mlとしたもの

(5) 亜硝酸ナトリウム溶液

亜硝酸ナトリウム0.828ｇを精製水10mlに溶かした溶液を一定量採り、精製水を加えて1000倍に薄めたもの

(6) 臭素酸標準原液

臭素酸カリウム2.61ｇを精製水に溶かして１Ｌとしたもの

この溶液１mlは、臭素酸２mgを含む。

この溶液は、冷暗所に保存する。

(7) 臭素酸標準液

臭素酸標準原液を、精製水で1000～100000倍の範囲内における任意の濃度に薄めたもの

この溶液１mlは、臭素酸0.00002～0.002mgを含む。

この溶液は、使用の都度調製する。

２　器具及び装置

(1) メンブランフィルターろ過装置

別表第12の２(1)の例による。

(2) イオンクロマトグラフ

ア　分離カラム

内径２～８mm、長さ５～25cmのもので、陰イオン交換基を被覆したポリマー系充填剤を充填したもの又はこれと同等以上の分離性能を有するもの

イ　反応部

分離カラムで分離された液と２つの反応試薬が別々に混合できるもので、反応温度等が対象物質の最適反応条件に設定できるもの

例えば、臭化カリウム―硫酸溶液を毎分0.4mlの流量で注入して40℃で反応させることができるもの。ただし、分析に十分な感度が得られない場合は、必要に応じて亜硝酸ナトリウム溶液を注入することができる。

ウ　検出器

紫外部吸収検出器で、波長268nm付近に設定したもの

３　試料の採取及び保存

試料は、精製水で洗浄したガラス瓶又はポリエチレン瓶に採取し、速やかに試験する。速やかに試験できない場合は、冷暗所に保存し、２週間以内に試験する。

４　試験操作

(1) 前処理

検水（検水に含まれる臭素酸の濃度が0.02mg／Ｌを超える場合には、0.001～0.02mg／Ｌとなるように精製水を加えて調製したもの）をメンブランフィルターろ過装置でろ過し、初めのろ液約10mlを捨て、次のろ液を試験溶液とする。

(2) 分析

上記(1)で得られた試験溶液の一定量をイオンクロマトグラフに注入し、臭素酸のピーク高さ又はピーク面積を求め、下記５により作成した検量線から試験溶液中の臭素酸の濃度を求め、検水中の臭素酸の濃度を算定する。

５　検量線の作成

臭素酸標準液をメスフラスコ４個以上に採り、それぞれに精製水を加えて、濃度を段階的にした溶液を調製する。この場合、調製した溶液の臭素酸の濃度は、上記４(1)に示す検水の濃度範囲を超えてはならない。以下上記４(2)と同様に操作して、臭素酸の濃度とピーク高さ又はピーク面積との関係を求める。

６　空試験

精製水を一定量採り、以下上記４(1)及び(2)と同様に操作して試験溶液中の臭素酸の濃度を求め、検量線の濃度範囲の下限値を下回ることを確認する。

求められた濃度が当該濃度範囲の下限値以上の場合は、是正処置を講じた上で上記４(1)及び(2)と同様の操作を再び行い、求められた濃度が当該濃度範囲の下限値を下回るまで操作を繰り返す。

７　連続試験を実施する場合の措置

オートサンプラーを用いて10以上の試料の試験を連続的に実施する場合には、以下に掲げる措置を講ずる。

(1) おおむね10の試料ごとの試験終了後及び全ての試料の試験終了後に、上記５で調製した溶液の濃度のうち最も高いものから最も低いものまでの間の一定の濃度（以下この７において「調製濃度」という。）に調製した溶液について、上記４(2)に示す操作により試験を行い、算定された濃度と調製濃度との差を求める。

(2) 上記(1)により求められた差が調製濃度の±10％の範囲を超えた場合には、是正処置を講じた上で上記(1)で行った試験の前に試験を行ったおおむね10の試料及びそれらの後に試験を行った全ての試料について再び分析を行う。その結果、上記(1)により求められた差が再び調製濃度の±10％の範囲を超えた場合には、上記４及び５の操作により試験し直す。

別表第18の２

液体クロマトグラフ―質量分析法

ここで対象とする項目は、塩素酸及び臭素酸である。

１　試薬

(1) 精製水

測定対象成分を含まないもの

(2) エチレンジアミン溶液（50mg／ml）

別表第13の１(2) の例による。

(3) チオ硫酸ナトリウム溶液（0.3ｗ／ｖ％）

(4) ヨウ化カリウム溶液（５ｗ／ｖ％）

(5) 窒素ガス

別表第13の１(5)の例による。

(6) アセトニトリル
測定対象成分を含まないもの
(7) 酢酸（0.5ｖ／ｖ％）
(8) 酢酸アンモニウム
(9) 塩酸
(10) ヨウ化カリウム
(11) 炭酸ナトリウム（無水）
(12) イソアミルアルコール
測定対象成分を含まないもの
(13) ヨウ素酸カリウム溶液（0.017mol／Ｌ）
別表第13の１(12)の例による。
(14) 硫酸（１＋５）
(15) でんぷん溶液
別表第13の１(14)の例による。
(16) チオ硫酸ナトリウム溶液（0.1mol／Ｌ）
別表第13の１(15)の例による。
(17) 塩素酸標準原液
別表第13の１(19)の例による。
(18) 臭素酸標準原液
別表第18の１(6)の例による。
(19) 陰イオン混合標準液
塩素酸及び臭素酸のそれぞれ一定量の標準原液を混合し、精製水で塩素酸は10～1000倍、臭素酸は1000～100000倍の範囲内における任意の濃度に薄めたもの
この溶液１mlは、塩素酸0.001～0.1mg及び臭素酸0.00002～0.002mgを含む。
この溶液は、使用の都度調製する。

２　器具及び装置
(1) メンブランフィルターろ過装置
別表第12の２(1)の例による。
(2) 液体クロマトグラフ―質量分析計
ア　分離カラム
内径２～５㎜、長さ５～15cmのステンレス管に、陰イオン交換基を被覆したシリカゲル若しくはポリマー系充填剤を充填したもの又はこれと同等以上の分離性能を有するもの
イ　移動相
最適条件に調製したもの
例えば、Ａ液は酢酸アンモニウム（0.2mol／Ｌ）―酢酸（0.5ｖ／ｖ％）溶液、Ｂ液はアセトニトリルのもの
ウ　移動相流量
対象物質の最適分離条件に設定できるもの
例えば、毎分0.3mlの流量で、Ａ液とＢ液の混合比が５：95で13分間保持した後、95：５にして10分間保持できるもの
エ　検出器
別表第17の２の２(4)エの例による。
オ　モニターイオンを得るための電圧
別表第17の２の２(4)オの例による。

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

速やかに試験できない場合は、冷暗所に保存し、２週間以内に試験する。

なお 、残留塩素が含まれている場合には、試料１Ｌにつきエチレンジアミン溶液（50mg／ml）0.1～１ml 又はチオ硫酸ナトリウム溶液（0.3w／ｖ%）１～２ml を加える。ただし、塩素酸の検査を行わない場合は、エチレンジアミン溶液又はチオ硫酸ナトリウム溶液の添加を省略することができる。

また、二酸化塩素を含む試料については、散気用フィルター付きの管を用い窒素ガスで 15 分間曝気した後、試料１Ｌにつきエチレンジアミン溶液（50mg／ml）0.1～１ml 又はチオ硫酸ナトリウム溶液（0.3w／ｖ%）１～２ml を加える。ただし、塩素酸の検査を行わない場合は、窒素ガスによる曝気を省略することができる。

４　試験操作

(1) 前処理

検水（検水に含まれるそれぞれ対象物質の濃度が表１に示す濃度範囲の上限値を超える場合には、同表に示す濃度範囲になるように精製水を加えて調製したもの）をメンブランフィルターろ過装置でろ過し、初めのろ液約 10ml を捨て、次のろ液を試験溶液とする。

表１　対象物質の濃度範囲

対象物質	濃度範囲（mg/Ｌ）
塩素酸	0.03～1.2
臭素酸	0.0005～0.02

(2) 分析

上記(1)で得られた試験溶液の一定量を液体クロマトグラフ―質量分析計に注入し、表２に示すそれぞれの対象物質のモニターイオンのピーク高さ又はピーク面積を求め、下記５により作成した検量線から試験溶液中のそれぞれの対象物質の濃度を求め、検水中のそれぞれの対象物質の濃度を算定する。検水中に高濃度の硫酸イオンが含まれる場合は、硫酸イオンが分離カラムから溶出する分析条件を設定する。

表２　モニターイオンの例

検出器 ＼ 対象物質	別表第17の２の２(4)エ①に該当する検出器	別表第17の２の２(4)エ②に該当する検出器	
	モニターイオン（m／ｚ）	プリカーサイオン（m／ｚ）	プロダクトイオン※（m／ｚ）
塩素酸	83	83	51、67
臭素酸	127、129	127、129	95、97、111、113

※プロダクトイオンをモニターイオンとする。

５　検量線の作成

陰イオン混合標準液をメスフラスコ４個以上に採り、それぞれに精製水を加えて、濃度を段階的にした溶液を調製する。この場合、調製した溶液のそれぞれの対象物質の濃度は、上記４(1)に示す検水の濃度範囲を超えてはならない。以下上記４(2)と同様に操作して、それぞれの対象物質のモニターイオンのピーク高さ又はピーク面積を求め、それぞれの対象物質の濃度との関係を求める。

６　空試験

精製水を一定量採り、以下上記４(1)及び(2)と同様に操作して試験溶液中のそれぞれの対象物質の濃度を求め、検量線の濃度範囲の下限値を下回ることを確認する。

求められた濃度が当該濃度範囲の下限値以上の場合は、是正処置を講じた上で上記４(1)及び(2)と同様の操作を再び行い、求められた濃度が当該濃度範囲の下限値を下回るまで操作を繰り返す。

7　連続試験を実施する場合の措置

オートサンプラーを用いて10以上の試料の試験を連続的に実施する場合には、以下に掲げる措置を講ずる。

(1) おおむね10の試料ごとの試験終了後及び全ての試料の試験終了後に、上記５で調製した溶液の濃度のうち最も高いものから最も低いものまでの間の一定の濃度（以下この７において「調製濃度」という。）に調製した溶液について、上記４(1)に示す操作により試験を行い、算定された濃度と調製濃度との差を求める。

(2) 上記(1)により求められた差が調製濃度の±10%の範囲を超えた場合には、是正処置を講じた上で上記(1)で行った試験の前に試験を行ったおおむね10の試料及びそれらの後に試験を行った全ての試料について再び分析を行う。その結果、上記(1)により求められた差が再び調製濃度の±10%の範囲を超えた場合には、上記４及び５の操作により試験し直す。

別表第19

溶媒抽出―誘導体化―ガスクロマトグラフ―質量分析法

ここで対象とする項目は、ホルムアルデヒドである。

1　試薬

(1) 精製水
　測定対象成分を含まないもの

(2) チオ硫酸ナトリウム溶液（0.3w／v%）

(3) 炭酸ナトリウム（無水）

(4) イソアミルアルコール
　測定対象成分を含まないもの

(5) ヨウ素酸カリウム溶液（0.017mol／L）
　別表第13の１(12)の例による。

(6) ヨウ化カリウム

(7) 硫酸（１＋５）

(8) でんぷん溶液
　別表第13の１(14)の例による。

(9) チオ硫酸ナトリウム溶液（0.1mol／L）
　別表第13の１(15)の例による。

(10) ペンタフルオロベンジルヒドロキシルアミン溶液
　ペンタフルオロベンジルヒドロキシルアミン塩酸塩0.1ｇを精製水に溶かして100mlとしたもの
　この溶液は、褐色瓶に入れて冷暗所に保存する。

(11) 硫酸（１＋１）

(12) 塩化ナトリウム
　測定対象成分を含まないもの

(13) 無水硫酸ナトリウム
　測定対象成分を含まないもの

(14) ヨウ素溶液
　ヨウ素約13ｇを採り、ヨウ化カリウム20ｇ及び精製水20mlを加えて溶かした後、精製水を加えて１Ｌとしたもの
　この溶液は、褐色瓶に入れて冷暗所に保存する。

(15) 水酸化カリウム溶液（６w／v%）

(16) ヘキサン
　測定対象成分を含まないもの

(17) 内部標準原液

１―クロロデカン0.100ｇをヘキサン60mlを入れたメスフラスコに採り、ヘキサンを加えて100mlとしたもの

この溶液１mlは、１―クロロデカン１mgを含む。

この溶液は、調製後直ちに10mlずつをねじ口バイアルに入れて冷凍保存する。

(18) 内部標準添加ヘキサン

内部標準原液をヘキサンで2000倍に薄めたもの

この溶液１mlは、１―クロロデカン0.0005mgを含む。

この溶液は、使用の都度調製する。

(19) メチルアルコール

測定対象成分を含まないもの

(20) ホルムアルデヒド標準原液

ホルマリン10／Ｃ（ｇ）をメチルアルコールに溶かして100mlとしたもの

ただし、Ｃはホルマリン中のホルムアルデヒドの含量（％）であり、次に定める方法により算出する。

ホルマリン約１ｇを精製水５mlを入れた褐色メスフラスコに採り、精製水を加えて100mlとする。その10mlを共栓付き三角フラスコに採り、これにヨウ素溶液50ml及び水酸化カリウム溶液（６ｗ／ｖ％）20mlを加え、栓をして静かに振り混ぜ、15分間常温で静置する。次いで、硫酸（１＋５）５mlを加え、遊離したヨウ素をチオ硫酸ナトリウム溶液（0.1mol／Ｌ）を用いて滴定し、液の黄色が薄くなってから１～２mlのでんぷん溶液を指示薬として加え、液の青色が消えるまで更に滴定し、これに要したチオ硫酸ナトリウム溶液（0.1mol／Ｌ）のml数ａを求める。別に、精製水10mlについて同様に操作し、これに要したチオ硫酸ナトリウム溶液（0.1mol／Ｌ）のml数ｂを求め、次式によりホルマリン中のホルムアルデヒドの含量（％）を算定する。

ホルムアルデヒドの含量Ｃ（％）＝1.501×ｆ×（ｂ－ａ）／Ｗ

この式において、Ｗはホルマリンの採取量（ｇ）、ｆはチオ硫酸ナトリウム溶液（0.1mol／Ｌ）のファクターを表す。

この溶液は、調製後直ちに10mlずつをねじ口バイアルに入れて冷凍保存する。

(21) ホルムアルデヒド標準液

ホルムアルデヒドとして１mgに相当するホルムアルデヒド標準原液を採り、メチルアルコールで100倍に薄めたもの

この溶液１mlは、ホルムアルデヒド0.01mgを含む。

この溶液は、使用の都度調製する。

２　器具及び装置

(1) ねじ口バイアル

別表第17の２(2)の例による。

(2) ガスクロマトグラフ―質量分析計

ア　試料導入部

別表第17の２(5)アの例による。

イ　分離カラム

別表第17の２(5)イの例による。

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、100℃を１分間保持し、毎分15℃の速度で上昇させ、200℃を10分間保持できるもの

エ　検出器

別表第14の２(4)ウの例による。

オ　イオン化電圧

別表第14の２(4)エの例による。

カ　キャリアーガス

別表第14の２(4)オの例による。

３　試料の採取及び保存

試料は、精製水で洗浄したガラス瓶又はポリエチレン瓶に採取し、満水にして直ちに密栓し、速やかに試験する。速やかに試験できない場合は、冷蔵保存し、72時間以内に試験する。

なお、残留塩素が含まれている場合には、試料１Ｌにつきチオ硫酸ナトリウム溶液（0.3ｗ／ｖ％）１～２mlを加える。

４　試験操作

(1) 前処理

検水50ml（検水に含まれるホルムアルデヒドの濃度が0.1mg／Ｌを超える場合には、0.001～0.1mg／Ｌとなるように精製水を加えて50mlに調製したもの）を採り、ペンタフルオロベンジルヒドロキシルアミン溶液３mlを加えて混合する。２時間静置後、硫酸（１＋１）0.8ml及び塩化ナトリウム20ｇを加えて混合する。次に、内部標準添加ヘキサン５mlを加えて５分間激しく振り混ぜ、数分間静置後、ヘキサン層を分取し、無水硫酸ナトリウムを少量加える。この溶液を一定量採り、試験溶液とする。

(2) 分析

上記(1)で得られた試験溶液の一定量をガスクロマトグラフ―質量分析計に注入し、フッ素誘導体化したホルムアルデヒドは181、195、161のフラグメントイオンのピーク高さ又はピーク面積と１―クロロデカンは91、105のフラグメントイオンのピーク高さ又はピーク面積との比を求め、下記５により作成した検量線から試験溶液中のホルムアルデヒドの濃度を求め、検水中のホルムアルデヒドの濃度を算定する。

５　検量線の作成

ホルムアルデヒ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50mlとする。この場合、調製した溶液のホルムアルデヒドの濃度は、上記４(1)に示す検水の濃度範囲を超えてはならない。以下上記４(1)及び(2)と同様に操作して、ホルムアルデヒドと１―クロロデカンとのフラグメントイオンのピーク高さ又はピーク面積の比を求め、ホルムアルデヒドの濃度との関係を求める。

６　空試験

精製水50mlを採り、以下上記４(1)及び(2)と同様に操作して試験溶液中のホルムアルデヒドの濃度を求め、検量線の濃度範囲の下限値を下回ることを確認する。

求められた濃度が当該濃度範囲の下限値以上の場合は、是正処置を講じた上で上記４(1)及び(2)と同様の操作を再び行い、求められた濃度が当該濃度範囲の下限値を下回るまで操作を繰り返す。

７　連続試験を実施する場合の措置

オートサンプラーを用いて10以上の試料の試験を連続的に実施する場合には、以下に掲げる措置を講ずる。

(1) おおむね10の試料ごとの試験終了後及び全ての試料の試験終了後に、上記５で調製した溶液の濃度のうち最も高いものから最も低いものまでの間の一定の濃度（以下この７において「調製濃度」という。）に調製した溶液について、上記４(1)及び(2)に示す操作により試験を行い、算定された濃度と調製濃度との差を求める。

(2) 上記(1)により求められた差が調製濃度の±20％の範囲を超えた場合には、是正処置を講じた上で上記(1)で行った試験の前に試験を行ったおおむね10の試料及びそれらの後に試験を行った全ての試料について再び分析を行う。その結果、上記(1)により求められた差が再び調製濃度の±20％の範囲を超えた場合には、上記４及び５の操作により試験し直す。

別表第19の２

誘導体化―高速液体クロマトグラフ法

ここで対象とする項目は、ホルムアルデヒドである。

１　試薬

(1) 精製水

別表第19の１(1)の例による。

(2) 塩化アンモニウム溶液（１ｗ／ｖ％）

(3) アセトニトリル

測定対象成分を含まないもの

(4) リン酸（１＋４）

(5) ＤＮＰＨ溶液

２，４－ジニトロフェニルヒドラジン 0.1ｇをアセトニトリルに溶かして 100ml としたもの

この溶液は、褐色瓶に入れて冷暗所に保存する。

(6) 炭酸ナトリウム（無水）

(7) イソアミルアルコール

別表第19の１(4)の例による。

(8) ヨウ素酸カリウム溶液（0.017mol／Ｌ）

別表第13の１(12)の例による。

(9) ヨウ化カリウム

(10) 硫酸（１＋５）

(11) でんぷん溶液

別表第13の１(14)の例による。

(12) チオ硫酸ナトリウム溶液（0.1mol／Ｌ）

別表第13の１(15)の例による。

(13) ヨウ素溶液

別表第19の１(14)の例による。

(14) 水酸化カリウム溶液（６ｗ／ｖ％）

(15) メチルアルコール

別表第19の１(19)の例による。

(16) ホルムアルデヒド標準原液

別表第19の１(20)の例による。

(17) ホルムアルデヒド標準液

ホルムアルデヒドとして１mg に相当するホルムアルデヒド標準原液を採り、アセトニトリルで100倍に薄めたもの

この溶液１ml は、ホルムアルデヒド0.01mg を含む。

この溶液は、使用の都度調製する。

２　器具及び装置

(1) 高速液体クロマトグラフ

ア　分離カラム

内径２～５㎜、長さ15～25cm のステンレス管に、オクタデシルシリル基を化学結合した粒径が２～５μm のシリカゲルを充填したもの又はこれと同等以上の分離性能を有するもの

イ　移動相

最適条件に調製したもの

例えば、Ａ液は精製水、Ｂ液はアセトニトリルのもの

ウ　移動相流量

対象物質の最適分離条件に設定できるもの
例えば、毎分１ml の流量で、Ａ液とＢ液の混合比が１：１のもの

エ　検出器
紫外部吸収検出器又はフォトダイオードアレイ検出器で、波長 360nm 付近に設定したもの

３　試料の採取及び保存

試料は、精製水で洗浄したガラス瓶又はポリエチレン瓶に採取し、満水にして直ちに密栓し、速やかに試験する。速やかに試験できない場合は、冷蔵保存し、72 時間以内に試験する。

なお、残留塩素が含まれている場合には、試料 100ml に対して塩化アンモニウム溶液（１ｗ／ｖ％）0.1～0.5ml を加える。

４　試験操作

(1) 前処理

検水 10ml（検水に含まれるホルムアルデヒドの濃度が 0.1mg／Ｌを超える場合には、0.005～0.1mg／Ｌとなるように精製水を加えて 10ml に調製したもの）を採り、リン酸（１＋４）0.2ml 及びＤＮＰＨ溶液 0.5ml を加えて混合する。20 分間静置後、この溶液を一定量採り、試験溶液とする。

(2) 分析

上記(1)で得られた試験溶液の一定量を高速液体クロマトグラフに注入し、ＤＮＰＨ誘導体化したホルムアルデヒドのピーク高さ又はピーク面積を求め、下記５により作成した検量線から試験溶液中のホルムアルデヒドの濃度を求め、検水中のホルムアルデヒドの濃度を算定する。

５　検量線の作成

ホルムアルデヒド標準液をメスフラスコ４個以上に採り、それぞれに精製水を加えて、濃度を段階的にした溶液を調製する。この場合、調製した溶液のホルムアルデヒドの濃度は、上記４(1)に示す検水の濃度範囲を超えてはならない。以下上記４(1)及び(2)と同様に操作して、ホルムアルデヒドのピーク高さ又はピーク面積を求め、ホルムアルデヒドの濃度との関係を求める。

６　空試験

精製水 10ml を採り、以下上記４(1)及び(2)と同様に操作して試験溶液中のホルムアルデヒドの濃度を求め、検量線の濃度範囲の下限値を下回ることを確認する。

求められた濃度が当該濃度範囲の下限値以上の場合は、是正処置を講じた上で上記４(1)及び(2)と同様の操作を再び行い、求められた濃度が当該濃度範囲の下限値を下回るまで操作を繰り返す。

７　連続試験を実施する場合の措置

オートサンプラーを用いて 10 以上の試料の試験を連続的に実施する場合には、以下に掲げる措置を講ずる。

(1) おおむね 10 の試料ごとの試験終了後及び全ての試料の試験終了後に、上記５で調製した溶液の濃度のうち最も高いものから最も低いものまでの間の一定の濃度（以下この７において「調製濃度」という。）に調製した溶液について、上記４(1)及び(2)に示す操作により試験を行い、算定された濃度と調製濃度との差を求める。

(2) 上記(1)により求められた差が調製濃度の±20％の範囲を超えた場合には、是正処置を講じた上で上記(1)で行った試験の前に試験を行ったおおむね 10 の試料及びそれらの後に試験を行った全ての試料について再び分析を行う。その結果、上記(1)により求められた差が再び調製濃度の±20％の範囲を超えた場合には、上記４及び５の操作により試験し直す。

別表第 19 の３

誘導体化―液体クロマトグラフ―質量分析法

ここで対象とする項目は、ホルムアルデヒドである。

1　試薬

(1) 精製水

別表第19の１(1)の例による。

(2) 塩化アンモニウム溶液（１ｗ／ｖ％）

(3) アセトニトリル

別表第19の２の１(3)の例による。

(4) リン酸（１＋４）

(5) ＤＮＰＨ溶液

別表第19の２の１(5)の例による。

(6) 炭酸ナトリウム（無水）

(7) イソアミルアルコール

別表第19の１(4)の例による。

(8) ヨウ素酸カリウム溶液（0.017mol／Ｌ）

別表第13の１(12)の例による。

(9) ヨウ化カリウム

(10) 硫酸（１＋５）

(11) でんぷん溶液

別表第13の１(14)の例による。

(12) チオ硫酸ナトリウム溶液（0.1mol／Ｌ）

別表第13の１(15)の例による。

(13) ヨウ素溶液

別表第19の１(14)の例による。

(14) 水酸化カリウム溶液（６ｗ／ｖ％）

(15) メチルアルコール

別表第19の１(19)の例による。

(16) ホルムアルデヒド標準原液

別表第19の１(20)の例による。

(17) ホルムアルデヒド標準液

別表第19の２の１(17)の例による。

2　器具及び装置

(1) 液体クロマトグラフ―質量分析計

ア　分離カラム

内径２～５㎜、長さ５～15cm のステンレス管に、オクタデシルシリル基を化学結合した粒径が２～５μm のシリカゲルを充填したもの又はこれと同等以上の分離性能を有するもの

イ　移動相

別表第19の２の２(1)イの例による。

ウ　移動相流量

対象物質の最適条件に設定できるもの

例えば、毎分0.2ml の流量で、Ａ液とＢ液の混合比が１：１のもの

エ　検出器

別表第17の２の２(4)エの例による。

オ　モニターイオンを得るための電圧

別表第17の２の２(4)オの例による。

3　試料の採取及び保存

別表第19の２の３の例による。

４　試験操作

(1) 前処理

検水 10ml（検水に含まれるホルムアルデヒドの濃度が 0.1mg／Ｌを超える場合には、0.005～0.1mg／Ｌとなるように精製水を加えて 10ml に調製したもの）を採り、リン酸（１＋４）0.2ml 及びＤＮＰＨ溶液 0.5ml を加えて混合する。20 分間静置後、この溶液を一定量採り、試験溶液とする。

(2) 分析

上記(1)で得られた試験溶液の一定量を液体クロマトグラフ―質量分析計に注入し、表１に示すＤＮＰＨ誘導体化したホルムアルデヒドのモニターイオンのピーク高さ又はピーク面積を求め、下記５により作成した検量線から試験溶液中のホルムアルデヒドの濃度を求め、検水中のホルムアルデヒドの濃度を算定する。

表１　モニターイオンの例

検出器 ＼ 対象物質	別表第17の２の２(4)エ①に該当する検出器	別表第17の２の２(4)エ②に該当する検出器	
	モニターイオン（m／z）	プリカーサイオン（m／z）	プロダクトイオン※（m／z）
ホルムアルデヒド	209、181、120	209	46、151、163

※プロダクトイオンをモニターイオンとする。

５　検量線の作成

ホルムアルデヒド標準液をメスフラスコ４個以上に採り、それぞれに精製水を加えて、濃度を段階的にした溶液を調製する。この場合、調製した溶液のホルムアルデヒドの濃度は、上記４(1)に示す検水の濃度範囲を超えてはならない。以下上記４(1)及び(2)と同様に操作して、ホルムアルデヒドのモニターイオンのピーク高さ又はピーク面積を求め、ホルムアルデヒドの濃度との関係を求める。

６　空試験

精製水 10ml を採り、以下上記４(1)及び(2)と同様に操作して試験溶液中のホルムアルデヒドの濃度を求め、検量線の濃度範囲の下限値を下回ることを確認する。

求められた濃度が当該濃度範囲の下限値以上の場合は、是正処置を講じた上で上記４(1)及び(2)と同様の操作を再び行い、求められた濃度が当該濃度範囲の下限値を下回るまで操作を繰り返す。

７　連続試験を実施する場合の措置

オートサンプラーを用いて 10 以上の試料の試験を連続的に実施する場合には、以下に掲げる措置を講ずる。

(1) おおむね 10 の試料ごとの試験終了後及び全ての試料の試験終了後に、上記５で調製した溶液の濃度のうち最も高いものから最も低いものまでの間の一定の濃度（以下この７において「調製濃度」という。）に調製した溶液について、上記４(1)及び(2)に示す操作により試験を行い、算定された濃度と調製濃度との差を求める。

(2) 上記(1)により求められた差が調製濃度の±20%の範囲を超えた場合には、是正処置を講じた上で上記(1)で行った試験の前に試験を行ったおおむね10の試料及びそれらの後に試験を行った全ての試料について再び分析を行う。その結果、上記(1)により求められた差が再び調製濃度の±20%の範囲を超えた場合には、上記４及び５の操作により試験し直す。

別表第20

イオンクロマトグラフ（陽イオン）による一斉分析法

ここで対象とする項目は、ナトリウム及びカルシウム、マグネシウム等（硬度）である。

1　試薬

(1) 精製水

測定対象成分を含まないもの

(2) 溶離液

測定対象成分が分離できるもの

(3) 除去液

サプレッサを動作させることができるもの

(4) 硝酸（１＋１）

(5) 硝酸（１＋160）

(6) ナトリウム標準原液

別表第３の１(9)の例による。

(7) カルシウム標準原液

別表第４の１(5)の例による。

(8) マグネシウム標準原液

別表第４の１(5)の例による。

(9) 陽イオン混合標準液

ナトリウム標準原液、カルシウム標準原液及びマグネシウム標準原液を１つのメスフラスコに等量採り、精製水で20倍に薄めたもの

この溶液１mlは、ナトリウム、カルシウム及びマグネシウムをそれぞれ0.05mg含む。

この溶液は、使用の都度調製する。

2　器具及び装置

(1) メンブランフィルターろ過装置

別表第12の２(1)の例による。

(2) イオンクロマトグラフ

ア　分離カラム

サプレッサ型は、内径２～５㎜、長さ５～25cmのもので、陽イオン交換基を被覆したポリマー系充填剤を充填したもの又はこれと同等以上の分離性能を有するもの

ノンサプレッサ型は、内径が４～4.6㎜、長さ５～25cmのもので、シリカ材若しくはポリマー基材に陽イオン交換基を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

イ　検出器

電気伝導度検出器

3　試料の採取及び保存

試料は、精製水で洗浄したポリエチレン瓶に採取し、速やかに試験する。速やかに試験できない場合は、冷暗所に保存し、72時間以内に試験する。

4　試験操作

(1) 前処理

検水（検水に含まれるそれぞれの対象物質の濃度が200mg／Ｌを超える場合には、0.1～200mg／Ｌとなるように精製水を加えて調製したもの）をメンブランフィルターろ過装置でろ過し、初めのろ液約10mlは捨て、次のろ液を試験溶液とする。

(2) 分析

上記(1)で得られた試験溶液の一定量をイオンクロマトグラフに注入し、それぞれの陽イオンのピーク高さ又はピーク面積を求め、下記５により作成した検量線から試験溶液中のそれぞれの陽イオンの濃度を求め、検水中のそれぞれの陽イオンの濃度を算

定する。
ただし、カルシウム、マグネシウム等（硬度）については、まずカルシウム及びマグネシウムの濃度を測定し、次式により濃度を算定する。
硬度（炭酸カルシウム mg／Ｌ）＝〔カルシウム（mg／Ｌ）×2.497〕＋〔マグネシウム（mg／Ｌ）×4.118〕

５　検量線の作成

それぞれの陽イオンの標準原液又は陽イオン混合標準液をメスフラスコ４個以上に採り、それぞれに精製水を加えて、濃度を段階的にした溶液を調製する。この場合、調製した溶液のそれぞれの陽イオンの濃度は、上記４(1)に示す検水の濃度範囲を超えてはならない。以下上記４(2)と同様に操作して、それぞれの陽イオンの濃度とピーク高さ又はピーク面積との関係を求める。

６　空試験

精製水を一定量採り、以下上記４(1)及び(2)と同様に操作して試験溶液中のそれぞれの陽イオンの濃度を求め、検量線の濃度範囲の下限値を下回ることを確認する。

求められた濃度が当該濃度範囲の下限値以上の場合は、是正処置を講じた上で上記４(1)及び(2)と同様の操作を再び行い、求められた濃度が当該濃度範囲の下限値を下回るまで操作を繰り返す。

７　連続試験を実施する場合の措置

オートサンプラーを用いて10以上の試料の試験を連続的に実施する場合には、以下に掲げる措置を講ずる。

(1) おおむね10の試料ごとの試験終了後及び全ての試料の試験終了後に、上記５で調製した溶液の濃度のうち最も高いものから最も低いものまでの間の一定の濃度（以下この７において「調製濃度」という。）に調製した溶液について、上記４(2)に示す操作により試験を行い、算定された濃度と調製濃度との差を求める。

(2) 上記(1)により求められた差が調製濃度の±10％の範囲を超えた場合には、是正処置を講じた上で上記(1)で行った試験の前に試験を行ったおおむね10の試料及びそれらの後に試験を行った全ての試料について再び分析を行う。その結果、上記(1)により求められた差が再び調製濃度の±10％の範囲を超えた場合には、上記４及び５の操作により試験し直す。

別表第21

滴定法

ここで対象とする項目は、塩化物イオンである。

１　試薬

(1) 精製水
測定対象成分を含まないもの

(2) 硝酸銀溶液（５ｗ／ｖ％）

(3) クロム酸カリウム溶液
別表第12の１(16)の例による。

(4) 塩化ナトリウム溶液（0.01mol／Ｌ）
塩化ナトリウム0.584ｇを精製水に溶かして１Ｌとしたもの

(5) 硝酸銀溶液（0.01mol／Ｌ）
硝酸銀1.7ｇを精製水に溶かして１Ｌとしたもの
この溶液は、褐色瓶に入れて冷暗所に保存する。
この溶液１mlは、塩化物イオンとして0.355mgを含む量に相当する。
なお、次の操作により硝酸銀溶液（0.01mol／Ｌ）のファクター(f)を求める。
塩化ナトリウム溶液（0.01mol／Ｌ）25mlを白磁皿に採り、クロム酸カリウム溶液0.2mlを指示薬として加え、硝酸銀溶液（0.01mol／Ｌ）を用いて淡黄褐色が消えずに

残るまで滴定する。別に、精製水45mlを白磁皿に採り、塩化ナトリウム溶液（0.01mol／Ｌ）5.0mlを加え、以下上記と同様に操作して精製水について試験を行い、補正した硝酸銀溶液（0.01mol／Ｌ）のml数ａから次式によりファクターを算定する。

ファクター(f)＝20／ａ

２　試料の採取及び保存

試料は、精製水で洗浄したガラス瓶又はポリエチレン瓶に採取し、速やかに試験する。速やかに試験できない場合は、冷暗所に保存し、２週間以内に試験する。

３　試験操作

検水100mlを白磁皿に採り、クロム酸カリウム溶液0.5mlを指示薬として加え、硝酸銀溶液（0.01mol／Ｌ）を用いて淡黄褐色が消えずに残るまで滴定し、これに要した硝酸銀溶液（0.01mol／Ｌ）のml数ｂを求める。別に、精製水100mlを白磁皿に採り、塩化ナトリウム溶液（0.01mol／Ｌ）5.0mlを加え、以下検水と同様に操作し、これに要した硝酸銀溶液（0.01mol／Ｌ）のml数ｃを求め、次式により検水中の塩化物イオンの濃度を算定する。

塩化物イオン（mg／Ｌ）＝〔ｂ－（ｃ－５／ｆ）〕×ｆ×0.355×1000／100

この式において、ｆは硝酸銀溶液（0.01mol／Ｌ）のファクターを表す。

別表第22

滴定法

ここで対象とする項目は、カルシウム、マグネシウム等（硬度）である。

１　試薬

(1) 精製水

測定対象成分を含まないもの

(2) シアン化カリウム溶液（10ｗ／ｖ％）

(3) 塩酸（１＋９）

(4) 塩化マグネシウム溶液（0.01mol／Ｌ）

酸化マグネシウム0.403ｇを少量の塩酸（１＋９）で溶かし、水浴上で塩酸臭がなくなるまで加温した後、精製水を加えて１Ｌとしたもの

(5) アンモニア緩衝液

塩化アンモニウム67.5ｇをアンモニア水570mlに溶かし、精製水を加えて１Ｌとしたもの

(6) 塩酸ヒドロキシルアミン

(7) エチルアルコール（95ｖ／ｖ％）

測定対象成分を含まないもの

(8) ＥＢＴ溶液

エリオクロムブラックＴ0.5ｇ及び塩酸ヒドロキシルアミン4.5ｇをエチルアルコール（95ｖ／ｖ％）に溶かして100mlとしたもの

この溶液は、褐色瓶に入れて冷暗所に保存する。

(9) ＥＤＴＡ溶液（0.01mol／Ｌ）

エチレンジアミン四酢酸二ナトリウム（２水塩）3.722ｇを精製水に溶かして１Ｌとしたもの

この溶液１mlは、炭酸カルシウムとして１mgを含む量に相当する。

この溶液は、褐色瓶に入れて冷暗所に保存する。

２　試料の採取及び保存

試料は、精製水で洗浄したガラス瓶又はポリエチレン瓶に採取し、速やかに試験する。速やかに試験できない場合は、冷暗所に保存し、72時間以内に試験する。

３　試験操作

検水100mlを三角フラスコに採り、シアン化カリウム溶液（10ｗ／ｖ％）数滴、塩化マ

グネシウム溶液（0.01mol／Ｌ）１ml及びアンモニア緩衝液２mlを加える。これにＥＢＴ溶液数滴を指示薬として加え、ＥＤＴＡ溶液（0.01mol／Ｌ）を用いて液が青色を呈するまで滴定し、これに要したＥＤＴＡ溶液（0.01mol／Ｌ）のml数ａから、次式により検水中の硬度を検水に含まれる炭酸カルシウムの濃度として算定する。

硬度（炭酸カルシウムmg／Ｌ）＝（ａ－１）×1000×1／100

なお、シアン化カリウム溶液（10ｗ／ｖ％）を加えなくても滴定の終点が明瞭な場合は、その操作を省略することができる。

４　空試験

精製水100mlを採り、以下上記３と同様に操作して硬度を求める。

別表第23

重量法

ここで対象とする項目は、蒸発残留物である。

１　試薬

精製水

２　器具

蒸発皿

３　試料の採取及び保存

試料は、精製水で洗浄したガラス瓶又はポリエチレン瓶に採取し、速やかに試験する。速やかに試験できない場合は、冷暗所に保存し、２週間以内に試験する。

４　試験操作

105～110℃で乾燥させてデシケーター中で放冷後、秤量した蒸発皿に、検水を100～500ml採り、水浴上で蒸発乾固する。次に、これを105～110℃で２～３時間乾燥させ、デシケーター中で放冷後、秤量し、蒸発皿の前後の重量差ａmgを求め、次式により検水中の蒸発残留物の濃度を算定する。

蒸発残留物（mg／Ｌ）＝ａ×1000／検水（ml）

別表第24

固相抽出―高速液体クロマトグラフ法

ここで対象とする項目は、陰イオン界面活性剤である。

１　試薬

(1) 精製水

測定対象成分を含まないもの

(2) メチルアルコール

測定対象成分を含まないもの

(3) 過塩素酸ナトリウム

(4) アセトニトリル

測定対象成分を含まないもの

(5) 窒素ガス

測定対象成分を含まないもの

(6) 陰イオン界面活性剤標準原液

デシルベンゼンスルホン酸ナトリウム、ウンデシルベンゼンスルホン酸ナトリウム、ドデシルベンゼンスルホン酸ナトリウム、トリデシルベンゼンスルホン酸ナトリウム及びテトラデシルベンゼンスルホン酸ナトリウムのうち直鎖アルキル基の末端以外の炭素にフェニル基が結合したものそれぞれ100mgをメチルアルコールに溶かして100mlとしたもの

この溶液１mlは、デシルベンゼンスルホン酸ナトリウム、ウンデシルベンゼンスルホン酸ナトリウム、ドデシルベンゼンスルホン酸ナトリウム、トリデシルベンゼンスルホン酸ナトリウム及びテトラデシルベンゼンスルホン酸ナトリウムをそれぞれ1mg含

む。
この溶液は、冷暗所に保存する。
(7) 陰イオン界面活性剤標準液
陰イオン界面活性剤標準原液をメチルアルコールで10倍に薄めたもの
この溶液１mlは、デシルベンゼンスルホン酸ナトリウム、ウンデシルベンゼンスルホン酸ナトリウム、ドデシルベンゼンスルホン酸ナトリウム、トリデシルベンゼンスルホン酸ナトリウム及びテトラデシルベンゼンスルホン酸ナトリウムをそれぞれ0.1mg含む。
この溶液は、使用の都度調製する。
２　器具及び装置
(1) 固相カラム
スチレンジビニルベンゼン共重合体若しくはオクタデシルシリル基を化学結合したシリカゲルを詰めたもの又はこれと同等以上の性能を有するもの
(2) 高速液体クロマトグラフ
ア　分離カラム
内径4.6mmで、長さ15～25cmのステンレス管に、オクタデシルシリル基を化学結合した粒径が３～５μmのシリカゲルを充填したもの又はこれと同等以上の分離性能を有するもの
イ　移動相
最適条件に調製したもの
例えば、アセトニトリルと精製水を体積比で65：35の割合で混合した液１Ｌに過塩素酸ナトリウム12.3ｇを溶かしたもの
ウ　検出器
蛍光検出器で、励起波長221nm付近、蛍光波長284nm付近に設定したもの
３　試料の採取及び保存
試料は、精製水で洗浄したガラス瓶又はポリエチレン瓶に採取し、速やかに試験する。速やかに試験できない場合は、冷暗所に保存し、72時間以内に試験する。
４　試験操作
(1) 前処理
固相カラムにメチルアルコール５ml、精製水５mlを順次注入する。次に、検水500ml（検水に含まれるそれぞれの陰イオン界面活性剤としての濃度が0.5mg／Ｌを超える場合には、0.02～0.5mg／Ｌとなるように精製水を加えて500mlに調製したもの）を毎分約30mlの流量で固相カラムに流す。次いで、固相カラムの上端からメチルアルコール５mlを緩やかに流し、試験管に採る。試験管の溶出液に窒素ガスを緩やかに吹き付けて２mlとし、これを試験溶液とする。
(2) 分析
上記(1)で得られた試験溶液の一定量を高速液体クロマトグラフに注入し、それぞれの陰イオン界面活性剤のピーク面積を求め、下記５により作成した検量線から試験溶液中のそれぞれの陰イオン界面活性剤の濃度を求め、検水中のそれぞれの陰イオン界面活性剤の濃度を算定する。
それぞれの陰イオン界面活性剤の濃度を合計して陰イオン界面活性剤としての濃度を算定する。
５　検量線の作成
陰イオン界面活性剤標準原液又は陰イオン界面活性剤標準液をメスフラスコ４個以上に採り、それぞれにメチルアルコールを加えて、濃度を段階的にした溶液を調製する。この場合、調製した溶液のそれぞれの陰イオン界面活性剤としての濃度は、上記４(1)に示す検水の濃度範囲から算定される試験溶液の濃度範囲を超えてはならない。以下上記４(2)

と同様に操作して、それぞれの陰イオン界面活性剤の濃度とピーク面積との関係を求める。

6　空試験

精製水500mlを採り、以下上記４(1)及び(2)と同様に操作して試験溶液中のそれぞれの陰イオン界面活性剤の濃度を求め、検量線の濃度範囲の下限値を下回ることを確認する。

求められた濃度が当該濃度範囲の下限値以上の場合は、是正処置を講じた上で上記４(1)及び(2)と同様の操作を再び行い、求められた濃度が当該濃度範囲の下限値を下回るまで操作を繰り返す。

7　連続試験を実施する場合の措置

オートサンプラーを用いて10以上の試料の試験を連続的に実施する場合には、以下に掲げる措置を講ずる。

(1) おおむね10の試料ごとの試験終了後及び全ての試料の試験終了後に、上記５で調製した溶液の濃度のうち最も高いものから最も低いものまでの間の一定の濃度（以下この７において「調製濃度」という。）に調製した溶液について、上記４(2)に示す操作により試験を行い、算定された濃度と調製濃度との差を求める。

(2) 上記(1)により求められた差が調製濃度の±20％の範囲を超えた場合には、是正処置を講じた上で上記(1)で行った試験の前に試験を行ったおおむね10の試料及びそれらの後に試験を行った全ての試料について再び分析を行う。その結果、上記(1)により求められた差が再び調製濃度の±20％の範囲を超えた場合には、上記４及び５の操作により試験し直す。

別表第24の２

液体クロマトグラフ―質量分析法

ここで対象とする項目は、陰イオン界面活性剤である。

1　試薬

(1) 精製水
別表第24の１(1)の例による。

(2) メチルアルコール
別表第24の１(2)の例による。

(3) アセトニトリル
別表第24の１(4)の例による。

(4) ぎ酸（0.1ｖ／ｖ％）

(5) 内部標準原液
４―ドデシルベンゼンスルホン酸ナトリウム―$^{13}C_6$　1mg をメチルアルコールに溶かして 100ml としたもの
この溶液１ml は、４―ドデシルベンゼンスルホン酸ナトリウム―$^{13}C_6$を 10μg 含む。
この溶液は、冷暗所に保存する。

(6) 内部標準液
内部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１ml は４―ドデシルベンゼンスルホン酸ナトリウム―$^{13}C_6$を 0.1μg 含む。
この溶液は、使用の都度調製する。

(7) 陰イオン界面活性剤標準原液
別表第 24 の１(6)の例による。

(8) 陰イオン界面活性剤標準液
陰イオン界面活性剤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１ml は、デシルベンゼンスルホン酸ナトリウム、ウンデシルベンゼンスルホン酸ナトリウム、ドデシルベンゼンスルホン酸ナトリウム、トリデシルベンゼンスルホン酸ナトリウム及びテトラデシルベンゼンスルホン酸ナトリウムをそれぞれ

0.01mg 含む。

この溶液は、使用の都度調製する。

2　器具及び装置

(1) 液体クロマトグラフ―質量分析計

ア　分離カラム

内径 2.1mm、長さ 10～15cm のステンレス管に、オクチル基を化学結合した粒径が 1.7～３μm のシリカゲルを充填したもの又はこれと同等以上の分離性能を有するもの

イ　移動相

最適条件に調製したもの

例えば、A液はぎ酸（0.1ｖ／ｖ％）、B液はアセトニトリルのもの

ウ　移動相流量

対象物質の最適分離条件に設定できるもの

例えば、毎分 0.3ml の流量で、A液とB液の混合比が 35：65 のもの

エ　検出器

別表第 17 の２の２(4)エの例による。

オ　モニターイオンを得るための電圧

別表第 17 の２の２(4)オの例による。

3　試料の採取及び保存

別表第 24 の３の例による。

4　試験操作

(1) 前処理

検水（検水に含まれるそれぞれの対象物質としての濃度が 0.5mg／Ｌを超える場合には、0.01～0.5mg／Ｌとなるように精製水を加えて調製したもの）１ml に対してアセトニトリル１ml の割合で加えて混合し、内部標準液を試験溶液の内部標準物質濃度がおおむね５μg／Ｌとなるよう一定量注入し、これを試験溶液とする。

ただし、検水中の硬度などの夾雑成分に影響されず、必要な精度が得られる場合は、内部標準液の添加を省略することができる。

(2) 分析

上記(1)で得られた試験溶液の一定量を液体クロマトグラフ―質量分析計に注入し、表１に示す対象物質と内部標準物質とのモニターイオンのピーク面積の比を求め、下記５により作成した検量線から試験溶液中のそれぞれの対象物質の濃度を求め、検水中のそれぞれの対象物質の濃度を算定する。

ただし、内部標準液の添加を省略した場合は、表１に示す対象物質のモニターイオンのピーク面積を求め、下記５により作成した検量線から試験溶液中のそれぞれの対象物質の濃度を求め、検水中のそれぞれの対象物質の濃度を算定する。

それぞれの対象物質の濃度を合計して陰イオン界面活性剤としての濃度を算定する。

表１　モニターイオンの例

検出器	別表第17の２の２(4)エ①に該当する検出器	別表第17の２の２(4)エ②に該当する検出器	
	モニターイオン（m／z）	プリカーサイオン（m／z）	プロダクトイオン※1（m／z）

対象物質			
デシルベンゼンスルホン酸ナトリウム	297	297	119、183
ウンデシルベンゼンスルホン酸ナトリウム	311	311	119、183
ドデシルベンゼンスルホン酸ナトリウム	325	325	119、183
トリデシルベンゼンスルホン酸ナトリウム	339	339	119、183
テトラデシルベンゼンスルホン酸ナトリウム	353	353	119、183
４―ドデシルベンゼンスルホン酸ナトリウム―$^{13}C_6$ ※２	331	331	176、189

※１プロダクトイオンをモニターイオンとする。

※２は内部標準物質である。

５　検量線の作成

陰イオン界面活性剤標準液をメスフラスコ４個以上に採り、それぞれに精製水を加えて、濃度を段階的にした溶液を調製する。この場合、調製した溶液のそれぞれの対象物質の濃度は、上記４(1)に示す検水の濃度範囲を超えてはならない。以下上記４(1)及び(2)と同様に操作して、対象物質と内部標準物質とのモニターイオンのピーク面積の比を求め、対象物質の濃度との関係を求める。

ただし、内部標準液の添加を省略した場合は、以下上記４(1)及び(2)と同様に操作して、対象物質のモニターイオンのピーク面積を求め、対象物質の濃度との関係を求める。

６　空試験

精製水を一定量採り、以下上記４(1)及び(2)と同様に操作して試験溶液中の対象物質の濃度を求め、検量線の濃度範囲の下限値を下回ることを確認する。

求められた濃度が当該濃度範囲の下限値以上の場合は、是正処置を講じた上で上記４(1)及び(2)と同様の操作を再び行い、求められた濃度が当該濃度範囲の下限値を下回るまで操作を繰り返す。

７　連続試験を実施する場合の措置

オートサンプラーを用いて10以上の試料の試験を連続的に実施する場合には、以下に掲げる措置を講ずる。

(1)　おおむね10の試料ごとの試験終了後及び全ての試料の試験終了後に、上記５で調製した溶液の濃度のうち最も高いものから最も低いものまでの間の一定の濃度（以下この７において「調製濃度」という。）に調製した溶液について、上記４(1)及び(2)に示す操作により試験を行い、算定された濃度と調製濃度との差を求める。

(2)　上記(1)により求められた差が調製濃度の±20％の範囲を超えた場合には、是正処置を講じた上で上記(1)で行った試験の前に試験を行ったおおむね10の試料及びそれらの後に試験を行った全ての試料について再び分析を行う。その結果、上記(1)により求められた差が再び調製濃度の±20％の範囲を超えた場合には、上記４及び５の操作により試験し直す。

別表第25

パージ・トラップ―ガスクロマトグラフ―質量分析法

ここで対象とする項目は、ジェオスミン及び２―メチルイソボルネオールである。

1　試薬

(1) 精製水

測定対象成分を含まないもの

(2) アスコルビン酸ナトリウム

(3) チオ硫酸ナトリウム溶液（0.3w／ｖ％）

(4) メチルアルコール

測定対象成分を含まないもの

(5) 内部標準原液

ジェオスミン―d_3又は２，４，６―トリクロロアニソール―d_3のいずれか0.010ｇをメチルアルコールに溶かして10mlとしたもの

この溶液１mlは、ジェオスミン―d_3又は２，４，６―トリクロロアニソール―d_3を１mg含む。

この溶液は、調製後直ちにねじ口バイアルに入れて冷凍保存する。

(6) 内部標準液

内部標準原液をメチルアルコールで、ジェオスミン―d_3では1000～100000倍に、２，４，６―トリクロロアニソール―d_3では250～25000倍に薄めたもの

この溶液１mlは、ジェオスミン―d_3を0.01～1μg又は２，４，６―トリクロロアニソール―d_3を0.04～4μg含む。

この溶液は、使用の都度調製する。

(7) ジェオスミン及び２―メチルイソボルネオール標準原液

ジェオスミン及び２―メチルイソボルネオールのそれぞれ0.010ｇをメチルアルコールに溶かして100mlとしたもの

この溶液１mlは、ジェオスミン及び２―メチルイソボルネオールをそれぞれ0.1mg含む。

この溶液は、調製後直ちに10mlずつをねじ口バイアルに入れて冷凍保存する。

(8) ジェオスミン及び２―メチルイソボルネオール標準液

ジェオスミン及び２―メチルイソボルネオール標準原液をあらかじめメチルアルコール少量を入れたメスフラスコに一定量採り、メチルアルコールで100倍の濃度に薄めたもの

この溶液１mlは、ジェオスミン及び２―メチルイソボルネオールをそれぞれ0.001mg含む。

この溶液は、使用の都度調製する。

2　器具及び装置

(1) ねじ口瓶

別表第14の２(1)の例による。

(2) ねじ口バイアル

別表第17の２(2)の例による。

(3) パージ・トラップ装置

ア　パージ容器

別表第14の２(3)アの例による。

イ　恒温槽

別表第14の２(3)イの例による。

ウ　トラップ管

内径２㎜以上、長さ５～30cmのもので、ステンレス管又はこの内面にガラスを被覆したもので、ポリ―２，６―ジフェニル―ｐ―ジフェニレンオキサイドを0.2～0.3ｇ充填したもの又はこれと同等以上の吸着性能を有するもの

エ　脱着装置
別表第14の２(3)エの例による。
オ　クライオフォーカス装置
別表第14の２(3)オの例による。
(4) ガスクロマトグラフ―質量分析計
ア　分離カラム
内径0.25～0.53㎜、長さ15～30ｍの溶融シリカ製のキャピラリーカラムで、内面に５％フェニル―95％ジメチルポリシロキサンを0.3～１μｍの厚さに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
イ　分離カラムの温度
対象物質の最適分離条件に設定できるもの
例えば、40℃を１分間保持し、毎分10℃の速度で上昇させ220℃にできるもの
ウ　検出器
別表第14の２(4)ウの例による。
エ　イオン化電圧
別表第14の２(4)エの例による。
オ　キャリアーガス
別表第14の２(4)オの例による。
３　試料の採取及び保存
別表第17の３の例による。
４　試験操作
(1) 前処理
検水（検水に含まれるそれぞれの対象物質の濃度が0.0001mg／Ｌを超える場合には、0.000001～0.0001mg／Ｌとなるように精製水を加えて調製したもの）に内部標準液を試験溶液の内部標準物質濃度がジェオスミン―d3がおおむね0.005～0.5μg／Ｌ及び２，４，６―トリクロロアニソール―d3がおおむね0.02～２μg／Ｌとなるよう一定量注入し、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５～25mlをパージ容器に採り、パージ容器及びトラップ管を恒温槽で加温する。次いで、パージ・トラップ装置及びガスクロマトグラフ―質量分析計を操作し、表１に示すジェオスミン及び２―メチルイソボルネオールのそれぞれと内部標準物質とのフラグメントイオンのピーク高さ又はピーク面積の比を求め、下記５により作成した検量線から検水中のジェオスミン及び２―メチルイソボルネオールのそれぞれの濃度を算定する。

表１　フラグメントイオンの例

対象物質	フラグメントイオン（ｍ／ｚ）
ジェオスミン	108、111、112、125、149
２―メチルイソボルネオール	95、107、108、135
ジェオスミン―d_3 ※	115、128
２，４，６―トリクロロアニソール―d_3 ※	195、197、213、215

※印は内部標準物質である。

５　検量線の作成
ジェオスミン及び２―メチルイソボルネオール標準液をメスフラスコ４個以上に採り、それぞれに試験溶液と同じ割合となるように内部標準液を加え、更にメチルアルコールを加えて、濃度を段階的にした溶液を調製する。次いで、段階的に調製した溶液を一定の割合でメスフラスコに採り、それぞれに精製水を加えて一定量とする。この場合、調製した

溶液のジェオスミン及び２―メチルイソボルネオールのそれぞれの濃度は、上記４(1)に示す検水の濃度範囲を超えてはならない。また、内部標準物質の濃度が上記４(1)に示す試験溶液の内部標準物質濃度と同一になるよう調整する。以下上記４(1)及び(2)と同様に操作してジェオスミン及び２―メチルイソボルネオールのそれぞれと内部標準物質とのフラグメントイオンのピーク高さ又はピーク面積の比を求め、ジェオスミン及び２―メチルイソボルネオールのそれぞれの濃度との関係を求める。

６　空試験

精製水を一定量採り、以下上記４(1)及び(2)と同様に操作して試験溶液中のジェオスミン及び２―メチルイソボルネオールのそれぞれの濃度を求め、検量線の濃度範囲の下限値を下回ることを確認する。

求められた濃度が当該濃度範囲の下限値以上の場合は、是正処置を講じた上で上記４(1)及び(2)と同様の操作を再び行い、求められた濃度が当該濃度範囲の下限値を下回るまで操作を繰り返す。

７　連続試験を実施する場合の措置

オートサンプラーを用いて10以上の試料の試験を連続的に実施する場合には、以下に掲げる措置を講ずる。

(1) おおむね10の試料ごとの試験終了後及び全ての試料の試験終了後に、上記５で調製した溶液の濃度のうち最も高いものから最も低いものまでの間の一定の濃度（以下この７において「調製濃度」という。）に調製した溶液について、上記４(1)及び(2)に示す操作により試験を行い、算定された濃度と調製濃度との差を求める。

(2) 上記(1)により求められた差が調製濃度の±20%の範囲を超えた場合には、是正処置を講じた上で上記(1)で行った試験の前に試験を行ったおおむね10の試料及びそれらの後に試験を行った全ての試料について再び分析を行う。その結果、上記(1)により求められた差が再び調製濃度の±20%の範囲を超えた場合には、上記４及び５の操作により試験し直す。

別表第26

ヘッドスペース―ガスクロマトグラフ―質量分析法

ここで対象とする項目は、ジェオスミン及び２―メチルイソボルネオールである。

１　試薬

(1) 精製水
別表第25の１(1)の例による。

(2) アスコルビン酸ナトリウム

(3) チオ硫酸ナトリウム溶液（0.3w／ｖ%）

(4) 塩化ナトリウム
測定対象成分を含まないもの

(5) メチルアルコール
別表第25の１(4)の例による。

(6) 内部標準原液
別表第25の１(5)の例による。

(7) 内部標準液
別表第25の１(6)の例による。

(8) ジェオスミン及び２―メチルイソボルネオール標準原液
別表第25の１(7)の例による。

(9) ジェオスミン及び２―メチルイソボルネオール標準液
別表第25の１(8)の例による。

２　器具及び装置

(1) ねじ口瓶

別表第14の２(1)の例による。
(2) ねじ口バイアル
別表第17の２(2)の例による。
(3) バイアル
容量20～80mlのもの
(4) セプタム
(5) ポリテトラフルオロエチレンシート
別表第15の２(5)の例による。
(6) 金属製キャップ
(7) 金属製キャップ締め器
(8) 恒温槽
80℃に設定できるもの
(9) トラップ管
内径２㎜以上、長さ５～30cmのもので、ステンレス管又はこの内面にガラスを被覆したものにポリ―２，６―ジフェニル―ｐ―ジフェニレンオキサイドを0.2～0.3ｇ充填したもの又はこれと同等以上の吸着性能を有するもの
ただし、トラップ操作を行わない場合は、この装置を使用しなくてもよい。
(10) 脱着装置
トラップ管を180～250℃の温度に急速に加熱できるもの
ただし、トラップ操作を行わない場合は、この装置を使用しなくてもよい。
(11) ガスクロマトグラフ―質量分析計
ア　試料導入部
別表第15の２(11)アの例による。
イ　分離カラム
別表第25の２(4)アの例による。
ウ　分離カラムの温度
別表第25の２(4)イの例による。
エ　検出器
別表第14の２(4)ウの例による。
オ　イオン化電圧
別表第14の２(4)エの例による。
カ　キャリアーガス
別表第14の２(4)オの例による。

3　試料の採取及び保存
別表第17の３の例による。

4　試験操作
(1) 前処理
80℃で塩化ナトリウムが過飽和になるように塩化ナトリウムの一定量をバイアルに加えた後、検水（検水に含まれるそれぞれの対象物質の濃度が0.0002mg／Ｌを超える場合には、0.000001～0.0002mg／Ｌとなるように精製水を加えて調製したもの）をバイアル容量に対して0.40～0.85となるように採り、内部標準液を試験溶液の内部標準物質濃度がジェオスミン―d3がおおむね0.005～0.5μg／Ｌ及び２，４，６―トリクロロアニソール―d3がおおむね0.02～２μg／Ｌとなるよう一定量注入する。直ちにポリテトラフルオロエチレンシート、セプタム及び金属製キャップをのせ、金属製キャップ締め器で密閉する。次いで、バイアルを振り混ぜた後、恒温槽で30分間以上静置し、これを試験溶液とする。
(2) 分析

上記(1)で得られた試験溶液の気相の一定量をガスクロマトグラフ―質量分析計（トラップ操作を行う場合にはトラップ管及び脱着装置を接続したもの）に注入し、別表第25の表１に示すジェオスミン及び２―メチルイソボルネオールのそれぞれと内部標準物質とのフラグメントイオンのピーク高さ又はピーク面積の比を求め、下記５により作成した検量線から試験溶液中のジェオスミン及び２―メチルイソボルネオールのそれぞれの濃度を求め、検水中のジェオスミン及び２―メチルイソボルネオールのそれぞれの濃度を算定する。

５　検量線の作成

ジェオスミン及び２―メチルイソボルネオール標準液をメスフラスコ４個以上に採り、それぞれに試験溶液と同じ割合となるように内部標準液を加え、更にメチルアルコールを加えて、濃度を段階的にした溶液を調製する。精製水を上記４(1)と同様に採り、これに段階的に調製したメチルアルコール溶液を一定の割合で注入する。この場合、調製した溶液のジェオスミン及び２―メチルイソボルネオールのそれぞれの濃度は、上記４(1)に示す検水の濃度範囲を超えてはならない。また、内部標準物質の濃度が上記４(1)に示す試験溶液の内部標準物質濃度と同一になるよう調整する。以下上記４(1)及び(2)と同様に操作して、ジェオスミン及び２―メチルイソボルネオールのそれぞれと内部標準物質とのフラグメントイオンのピーク高さ又はピーク面積の比を求め、ジェオスミン及び２―メチルイソボルネオールのそれぞれの濃度との関係を求める。

６　空試験

精製水を一定量採り、以下上記４(1)及び(2)と同様に操作して試験溶液中のジェオスミン及び２―メチルイソボルネオールのそれぞれの濃度を求め、検量線の濃度範囲の下限値を下回ることを確認する。

求められた濃度が当該濃度範囲の下限値以上の場合は、是正処置を講じた上で上記４(1)及び(2)と同様の操作を再び行い、求められた濃度が当該濃度範囲の下限値を下回るまで操作を繰り返す。

７　連続試験を実施する場合の措置

オートサンプラーを用いて10以上の試料の試験を連続的に実施する場合には、以下に掲げる措置を講ずる。

(1)　おおむね10の試料ごとの試験終了後及び全ての試料の試験終了後に、上記５で調製した溶液の濃度のうち最も高いものから最も低いものまでの間の一定の濃度（以下この７において「調製濃度」という。）に調製した溶液について、上記４(1)及び(2)に示す操作により試験を行い、算定された濃度と調製濃度との差を求める。

(2)　上記(1)により求められた差が調製濃度の±20％の範囲を超えた場合には、是正処置を講じた上で上記(1)で行った試験の前に試験を行ったおおむね10の試料及びそれらの後に試験を行った全ての試料について再び分析を行う。その結果、上記(1)により求められた差が再び調製濃度の±20％の範囲を超えた場合には、上記４及び５の操作により試験し直す。

別表第27

固相抽出―ガスクロマトグラフ―質量分析法

ここで対象とする項目は、ジェオスミン及び２―メチルイソボルネオールである。

１　試薬

(1)　精製水

別表第25の１(1)の例による。

(2)　アスコルビン酸ナトリウム

(3)　ジクロロメタン

測定対象成分を含まないもの

(4)　メチルアルコール

別表第25の１(4)の例による。

(5) 窒素ガス

測定対象成分を含まないもの

(6) 内部標準原液

別表第25の１(5)の例による。

(7) 内部標準液

内部標準原液をメチルアルコールでジェオスミン―d_3では2000倍に、２，４，６―トリクロロアニソール―d_3では500倍に薄めたもの

この溶液１mlは、ジェオスミン―d_3を0.5μg又は２，４，６―トリクロロアニソール―d_3を２μg含む。

この溶液は、使用の都度調製する。

(8) ジェオスミン及び２―メチルイソボルネオール標準原液

別表第25の１(7)の例による。

(9) ジェオスミン及び２―メチルイソボルネオール標準液

別表第25の１(8)の例による。

この溶液１mlは、ジェオスミン及び２―メチルイソボルネオールをそれぞれ0.001mg含む。

２　器具及び装置

(1) ねじ口瓶

容量500～1000mlのもので、ポリテトラフルオロエチレン張りのキャップをしたもの

(2) ねじ口バイアル

別表第17の２(2)の例による。

(3) 固相カラム

オクタデシル基を化学結合したシリカゲルを詰めたもの又はこれと同等以上の性能を有するもの

(4) 脱水用カラム

無水硫酸ナトリウムを詰めたもの又はこれと同等以上の脱水性能を有するもの

(5) 遠心分離機

(6) 遠心沈澱管

容量10mlで共栓付きのもの

(7) ガスクロマトグラフ―質量分析計

ア　試料導入部

150～200℃の温度にしたもの

イ　分離カラム

別表第25の２(4)アの例による。

ウ　分離カラムの温度

別表第25の２(4)イの例による。

エ　検出器

別表第14の２(4)ウの例による。

オ　イオン化電圧

別表第14の２(4)エの例による。

カ　キャリアーガス

別表第14の２(4)オの例による。

３　試料の採取及び保存

試料は、精製水で洗浄したねじ口瓶に泡立てないように採水し、満水にして直ちに密栓し、速やかに試験する。速やかに試験できない場合は、冷蔵保存し、72 時間以内に試験する。

なお、残留塩素が含まれている場合には、試料１Ｌにつきアスコルビン酸ナトリウム0.01～0.5ｇを加える。

４　試験操作

(1) 前処理

固相カラムにジクロロメタン５ml、メチルアルコール５ml及び精製水５mlを順次注入する。次に、検水500ml（検水に含まれるそれぞれの対象物質の濃度が0.0001mg／Ｌを超える場合には、0.000001～0.0001mg／Ｌとなるように精製水を加えて500mlに調製したもの）に内部標準液５μlを加え、毎分10～20mlの流量で流した後、遠心分離により固相カラムの水分を除去する。次いで、固相カラムの上端からジクロロメタン２mlを緩やかに流し、試験管に採る。遠心分離による水分の除去が十分でない場合は、固相カラムとあらかじめジクロロメタンで洗浄した脱水用カラムを直列に接続し、固相カラム側からジクロロメタン４mlを緩やかに流し、試験管に採る。試験管の溶出液に窒素ガスを緩やかに吹き付けて0.5ml以下まで濃縮し、これにジクロロメタンを加えて0.5mlとし、これを試験溶液とする。

(2) 分析

上記(1)で得られた試験溶液の一定量をガスクロマトグラフ―質量分析計に注入し、別表第25の表１に示すジェオスミン及び２―メチルイソボルネオールのそれぞれと内部標準物質とのフラグメントイオンのピーク高さ又はピーク面積の比を求め、下記５により作成した検量線から試験溶液中のジェオスミン及び２―メチルイソボルネオールのそれぞれの濃度を求め、検水中のジェオスミン及び２―メチルイソボルネオールのそれぞれの濃度を算定する。

５　検量線の作成

ジェオスミン及び２―メチルイソボルネオール標準液を段階的にメスフラスコ４個以上に採り、精製水を加えて500mlとする。この場合、調製した溶液のジェオスミン及び２―メチルイソボルネオールのそれぞれの濃度は、上記４(1)に示す検水の濃度範囲を超えてはならない。以下上記４(1)及び(2)と同様に操作して、ジェオスミン及び２―メチルイソボルネオールのそれぞれと内部標準物質とのフラグメントイオンのピーク高さ又はピーク面積の比を求め、ジェオスミン及び２―メチルイソボルネオールのそれぞれの濃度との関係を求める。

６　空試験

精製水500mlを採り、以下上記４(1)及び(2)と同様に操作して試験溶液中のジェオスミン及び２―メチルイソボルネオールのそれぞれの濃度を求め、検量線の濃度範囲の下限値を下回ることを確認する。

求められた濃度が当該濃度範囲の下限値以上の場合は、是正処置を講じた上で上記４(1)及び(2)と同様の操作を再び行い、求められた濃度が当該濃度範囲の下限値を下回るまで操作を繰り返す。

７　連続試験を実施する場合の措置

オートサンプラーを用いて10以上の試料の試験を連続的に実施する場合には、以下に掲げる措置を講ずる。

(1) おおむね10の試料ごとの試験終了後及び全ての試料の試験終了後に、上記５で調製した溶液の濃度のうち最も高いものから最も低いものまでの間の一定の濃度（以下この７において「調製濃度」という。）に調製した溶液について、上記４(1)及び(2)に示す操作により試験を行い、算定された濃度と調製濃度との差を求める。

(2) 上記(1)により求められた差が調製濃度の±20％の範囲を超えた場合には、是正処置を講じた上で上記(1)で行った試験の前に試験を行ったおおむね10の試料及びそれらの後に試験を行った全ての試料について再び分析を行う。その結果、上記(1)により求められた差が再び調製濃度の±20％の範囲を超えた場合には、上記４及び５の操作

により試験し直す。

別表第27の２

固相マイクロ抽出―ガスクロマトグラフ―質量分析法

ここで対象とする項目は、ジェオスミン及び２―メチルイソボルネオールである。

１　試薬

(1) 精製水

別表第25の１(1)の例による。

(2) アスコルビン酸ナトリウム

(3) 塩化ナトリウム

別表第26の１(4)の例による。

(4) メチルアルコール

別表第25の１(4)の例による。

(5) 内部標準原液

別表第25の１(5)の例による。

(6) 内部標準液

別表第25の１(6)の例による。

(7) ジェオスミン及び２―メチルイソボルネオール標準原液

別表第25の１(7)の例による。

(8) ジェオスミン及び２―メチルイソボルネオール標準液

別表第25の１(8)の例による。

２　器具及び装置

(1) ねじ口瓶

別表第14の２(1)の例による。

(2) ねじ口バイアル

別表第17の２(2)の例による。

(3) バイアル

別表第15の２(3)の例による。

(4) セプタム

(5) ポリテトラフルオロエチレンシート

別表第15の２(5)の例による。

(6) バイアルキャップ

(7) 固相マイクロ抽出装置

ア　恒温槽

60～80℃の範囲内で一定の温度に保持でき、検水のかくはんが可能であるもの

イ　固相マイクロ抽出（ＳＰＭＥ）ファイバー

直径110μm、長さ１cmのフューズドシリカにジビニルベンゼンをポリジメチルシロキサンを用いて65μmの厚さに被覆したもの又はこれと同等以上の吸着性能を有するもので、金属製中空針に収納できるもの

ウ　加熱部

ヘリウムガス又は窒素ガスを流しながら250℃以上の温度で固相マイクロ抽出（ＳＰＭＥ）ファイバーを加熱できるもの

ただし、加熱を行う必要がない場合は使用しなくてもよい。

(8) ガスクロマトグラフ―質量分析計

ア　試料導入部

固相マイクロ抽出（ＳＰＭＥ）ファイバーから対象物質を加熱脱着できるもの

イ　分離カラム

内径0.20～0.53mm、長さ15～60ｍの溶融シリカ製のキャピラリーカラムで、内面

に５％フェニル―95％ジメチルポリシロキサンを0.1～0.5μmの厚さで被覆したもの又はこれと同等以上の分離性能を有するもの

ウ　分離カラムの温度

対象物質の最適分離条件に設定できるもの

例えば、40℃を３分間保持し、毎分10℃の速度で上昇させ170℃にし、更に毎分20℃の速度で上昇させて250℃にして３分間保持できるもの

エ　検出器

別表第14の２(4)ウの例による。

オ　イオン化電圧

別表第14の２(4)エの例による。

カ　キャリアーガス

別表第14の２(4)オの例による。

３　試料の採取及び保存

別表第27の３の例による。

４　試験操作

(1) 前処理

塩化ナトリウムが過飽和になるように塩化ナトリウムの一定量をバイアルに加えた後、検水（検水に含まれるそれぞれの対象物質の濃度が0.00005mg／Ｌを超える場合には、0.000001～0.00005mg／Ｌとなるように精製水を加えて調製したもの）をバイアル容量に対して0.50～0.75となるように採り、内部標準液を試験溶液の内部標準物質濃度がジェオスミン―d3がおおむね0.005～0.5μg／Ｌ及び２，４，６―トリクロロアニソール―d3がおおむね0.02～２μg／Ｌとなるよう一定量注入する。直ちにポリテトラフルオロエチレンシート、セプタム及びバイアルキャップをのせ、密閉する。次いで、バイアルを振り混ぜて塩化ナトリウムを溶解させた後、恒温槽で、かくはんしながら５分間以上加温し、これを試験溶液とする。

(2) 分析

上記(1)で得られた試験溶液の気相中に固相マイクロ抽出（ＳＰＭＥ）ファイバーを露出させ、恒温槽で、かくはんしながら試験溶液を20分間以上加温し、ジェオスミン及び２―メチルイソボルネオールを抽出する。次いで、固相マイクロ抽出（ＳＰＭＥ）ファイバーをガスクロマトグラフ―質量分析計に導入し、ジェオスミン及び２―メチルイソボルネオールを加熱脱着する。別表第25の表１に示すジェオスミン及び２―メチルイソボルネオールのそれぞれと内部標準物質とのフラグメントイオンのピーク高さ又はピーク面積の比を求め、下記５により作成した検量線から試験溶液中のジェオスミン及び２―メチルイソボルネオールのそれぞれの濃度を求め、検水中のジェオスミン及び２―メチルイソボルネオールのそれぞれの濃度を算定する。

５　検量線の作成

ジェオスミン及び２―メチルイソボルネオール標準液をメスフラスコ４個以上に採り、それぞれに試験溶液と同じ割合となるように内部標準液を加え、更にメチルアルコールを加えて、濃度を段階的にした溶液を調製する。次いで、精製水を上記４(1)と同様に採り、これに段階的に調製した溶液を精製水10mlに対して５μlの割合で注入する。この場合、調製した溶液のジェオスミン及び２―メチルイソボルネオールのそれぞれの濃度は、上記４(1)に示す検水の濃度範囲を超えてはならない。また、内部標準物質の濃度が上記４(1)に示す試験溶液の内部標準物質濃度と同一になるよう調整する。以下上記４(1)及び(2)と同様に操作して、ジェオスミン及び２―メチルイソボルネオールのそれぞれと内部標準物質とのフラグメントイオンのピーク高さ又はピーク面積の比を求め、ジェオスミン及び２―メチルイソボルネオールのそれぞれとの関係を求める。

６　空試験

精製水を一定量採り、以下上記４(1)及び(2)と同様に操作して試験溶液中のジェオスミン及び２―メチルイソボルネオールのそれぞれの濃度を求め、検量線の濃度範囲の下限値を下回ることを確認する。

求められた濃度が当該濃度範囲の下限値以上の場合は、是正処置を講じた上で上記４(1)及び(2)と同様の操作を再び行い、求められた濃度が当該濃度範囲の下限値を下回るまで操作を繰り返す。

７　連続試験を実施する場合の措置

オートサンプラーを用いて10以上の試料の試験を連続的に実施する場合には、以下に掲げる措置を講ずる。

(1) おおむね10の試料ごとの試験終了後及び全ての試料の試験終了後に、上記５で調製した溶液の濃度のうち最も高いものから最も低いものまでの間の一定の濃度（以下この７において「調製濃度」という。）に調製した溶液について、上記４(1)及び(2)に示す操作により試験を行い、算定された濃度と調製濃度との差を求める。

(2) 上記(1)により求められた差が調製濃度の±20％の範囲を超えた場合には、是正処置を講じた上で上記(1)で行った試験の前に試験を行ったおおむね10の試料及びそれらの後に試験を行った全ての試料について再び分析を行う。その結果、上記(1)により求められた差が再び調製濃度の±20％の範囲を超えた場合には、上記４及び５の操作により試験し直す。

別表第28

固相抽出―吸光光度法

ここで対象とする項目は、非イオン界面活性剤である。

１　試薬

(1) 精製水
　測定対象成分を含まないもの

(2) アスコルビン酸ナトリウム

(3) 亜硫酸水素ナトリウム溶液（１ｗ／ｖ％）

(4) チオ硫酸ナトリウム溶液（0.3ｗ／ｖ％）

(5) メチルアルコール
　測定対象成分を含まないもの

(6) 窒素ガス
　測定対象成分を含まないもの

(7) トルエン
　測定対象成分を含まないもの

(8) チオシアノコバルト(Ⅱ)酸アンモニウム溶液
　チオシアン酸アンモニウム9.12ｇを精製水20mlに溶かし、別に硝酸コバルト（６水塩）0.932ｇを精製水20mlに溶かし、使用時に１：１の割合に混合したもの

(9) 水酸化ナトリウム溶液（４ｗ／ｖ％）

(10) 塩化カリウム

(11) ＰＡＲ溶液
　４―（２―ピリジルアゾ）―レゾルシノール0.01ｇを水酸化ナトリウム溶液（４ｗ／ｖ％）を用いてpH値が11程度になるように調整しながら精製水で100mlとし、更に精製水で10倍に薄め使用時にpH値が9.5程度になるように調整したもの
　ただし、完全に溶けないときは、上澄み液を希釈する。

(12) 非イオン界面活性剤標準原液
　ヘプタオキシエチレンドデシルエーテルとして0.100ｇをメチルアルコールに溶かして100mlとしたもの
　この溶液１mlは、ヘプタオキシエチレンドデシルエーテル１mgを含む。

(13) 非イオン界面活性剤標準液

非イオン界面活性剤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１mlは、ヘプタオキシエチレンドデシルエーテル0.01mgを含む。

この溶液は、使用の都度調製する。

２　器具及び装置

(1) 遠心分離管

容量が10mlで、ふた付きの振盪可能なもの

(2) 固相カラム

スチレンジビニルベンゼン共重合体、オクタデシル基を化学結合したシリカゲル又はこれと同等以上の性能を有するもの

(3) 振盪器

(4) 遠心分離機

(5) パスツールピペット

(6) 吸収セル

光路長10mmで容量１mlのもの

(7) 分光光度計

３　試料の採取及び保存

試料は、精製水で洗浄したガラス瓶に採取し、速やかに試験する。速やかに試験できない場合は、冷暗所に保存し、72時間以内に試験する。

なお、残留塩素が含まれている場合には、試料１Ｌにつきアスコルビン酸ナトリウム0.01～0.5ｇ、亜硫酸水素ナトリウム溶液（１ｗ／ｖ％）１ml又はチオ硫酸ナトリウム溶液（0.3w／ｖ％）１～２mlを加える。

４　試験操作

(1) 前処理

固相カラムにメチルアルコール５ml及び精製水５mlを順次注入する。次に、水酸化ナトリウム溶液（４ｗ／ｖ％）を用いてpH値を９に調整した検水1000ml（検水に含まれる非イオン界面活性剤としての濃度が0.04mg／Ｌを超える場合には、0.005～0.04mg／Ｌとなるように精製水を加えて1000mlに調製したもの）を毎分10～20ml（ディスク型の固相カラムを使用する場合は10～100ml）の流量で固相カラムに流し、更に精製水10mlを流した後、吸引又は窒素ガスを通気して固相カラムを乾燥させる。次いで、固相カラムの通水方向とは逆から（ディスク型の固相カラムを使用する場合は通水方向から）トルエンを緩やかに流し、遠心分離管に５mlを採り、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にチオシアノコバルト(Ⅱ)酸アンモニウム溶液2.5ml及び塩化カリウム1.5ｇを加えて５分間振り混ぜ、回転数約2,500rpmで10分間遠心分離する。パスツールピペットを用いてトルエン層４mlを別の遠心分離管に移し、ＰＡＲ溶液1.5mlを加え、静かに３分間振り混ぜる。これを回転数約2,500rpmで10分間遠心分離し、トルエン層を除去する。

この溶液の一部を吸収セルに採り、分光光度計を用いて波長510nm付近で吸光度を測定し、下記５により作成した検量線から試験溶液中の非イオン界面活性剤の濃度をヘプタオキシエチレンドデシルエーテルの濃度として求め、検水中の非イオン界面活性剤の濃度を算定する。

５　検量線の作成

非イオン界面活性剤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1000mlとする。この場合、調製した溶液の非イオン界面活性剤としての濃度は、上記４(1)に示す検水の濃度範囲を超えてはならない。以下上記４(1)及び(2)と同様に操作して、ヘプタオキシエチレンドデシルエーテルの濃度と吸光度との関係を求める。

６　空試験

精製水1000mlを採り、以下上記４(1)及び(2)と同様に操作して試験溶液中の非イオン界面活性剤の濃度を求め、検量線の濃度範囲の下限値を下回ることを確認する。

求められた濃度が当該濃度範囲の下限値以上の場合は、是正処置を講じた上で上記４(1)及び(2)と同様の操作を再び行い、求められた濃度が当該濃度範囲の下限値を下回るまで操作を繰り返す。

７　連続試験を実施する場合の措置

オートサンプラーを用いて10以上の試料の試験を連続的に実施する場合には、以下に掲げる措置を講ずる。

(1) おおむね10の試料ごとの試験終了後及び全ての試料の試験終了後に、上記５で調製した溶液の濃度のうち最も高いものから最も低いものまでの間の一定の濃度（以下この７において「調製濃度」という。）に調製した溶液について、上記４(1)及び(2)に示す操作により試験を行い、算定された濃度と調製濃度との差を求める。

(2) 上記(1)により求められた差が調製濃度の±20％の範囲を超えた場合には、是正処置を講じた上で上記(1)で行った試験の前に試験を行ったおおむね10の試料及びそれらの後に試験を行った全ての試料について再び分析を行う。その結果、上記(1)により求められた差が再び調製濃度の±20％の範囲を超えた場合には、上記４及び５の操作により試験し直す。

別表第28の２

固相抽出―高速液体クロマトグラフ法

ここで対象とする項目は、非イオン界面活性剤である。

１　試薬

(1) 精製水
別表第28の１(1)の例による。

(2) アスコルビン酸ナトリウム

(3) 亜硫酸水素ナトリウム溶液（１ｗ／ｖ％）

(4) チオ硫酸ナトリウム溶液（0.3ｗ／ｖ％）

(5) メチルアルコール
別表第28の１(5)の例による。

(6) 四ホウ酸ナトリウム溶液（0.01mol／Ｌ）

(7) 窒素ガス
別表第28の１(6)の例による。

(8) トルエン
別表第28の１(7)の例による。

(9) チオシアノコバルト(Ⅱ)酸アンモニウム溶液
別表第28の１(8)の例による。

(10) 水酸化ナトリウム溶液（４ｗ／ｖ％）

(11) 塩化カリウム

(12) ＰＡＲ溶液
別表第28の１(11)の例による。

(13) 非イオン界面活性剤標準原液
別表第28の１(12)の例による。

(14) 非イオン界面活性剤標準液
別表第28の１(13)の例による。

２　器具及び装置

(1) 遠心分離管
別表第28の２(1)の例による。

(2) 固相カラム
別表第28の２(2)の例による。
(3) 振盪器
(4) 遠心分離機
(5) パスツールピペット
(6) 高速液体クロマトグラフ
ア　分離カラム
内径4.6mm、長さ15～25cmのステンレス管で、オクタデシルシリル基を化学結合した粒径が５μmのシリカゲルを充填したもの又はこれと同等以上の分離性能を有するもの
イ　移動相
最適条件に調製したもの
例えば、四ホウ酸ナトリウム溶液（0.01mol／Ｌ）とメチルアルコールを体積比で62：38の割合で混合したもの
ウ　可視吸収検出器
波長510nm付近に設定したもの

３　試料の採取及び保存
別表第28の３の例による。

４　試験操作
(1) 前処理
固相カラムにメチルアルコール５ml及び精製水５mlを順次注入する。次に、水酸化ナトリウム溶液（４ｗ／ｖ％）を用いてpH値を９に調整した検水500ml（検水に含まれる非イオン界面活性剤としての濃度が0.05mg／Ｌを超える場合には、0.002～0.05mg／Ｌとなるように精製水を加えて500mlに調製したもの）を毎分10～20ml（ディスク型の固相カラムを使用する場合は10～100ml）の流量で固相カラムに流し、更に精製水10mlを流した後、吸引又は窒素ガスを通気して固相カラムを乾燥させる。次いで、固相カラムの通水方向とは逆から（ディスク型の固相カラムを使用する場合は通水方向から）トルエンを緩やかに流し、遠心分離管に５mlを採り、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にチオシアノコバルト(Ⅱ)酸アンモニウム溶液2.5ml及び塩化カリウム1.5ｇを加えて５分間振り混ぜ、回転数約2,500rpmで10分間遠心分離する。パスツールピペットを用いてトルエン層４mlを別の遠心分離管に移し、ＰＡＲ溶液0.75mlを加え、静かに３分間振り混ぜる。これを回転数約2,500rpmで10分間遠心分離し、トルエン層を除去する。
この溶液の一定量を高速液体クロマトグラフに注入し、コバルトと４―（２―ピリジルアゾ）―レゾルシノールの錯体のピーク高さ又はピーク面積を求め、下記５により作成した検量線から試験溶液中の非イオン界面活性剤の濃度をヘプタオキシエチレンドデシルエーテルの濃度として求め、検水中の非イオン界面活性剤の濃度を算定する。

５　検量線の作成
非イオン界面活性剤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500mlとする。この場合、調製した溶液の非イオン界面活性剤としての濃度は、上記４(1)に示す検水の濃度範囲を超えてはならない。以下上記４(1)及び(2)と同様に操作して、ヘプタオキシエチレンドデシルエーテルの濃度とコバルトと４―（２―ピリジルアゾ）―レゾルシノールの錯体のピーク高さ又はピーク面積との関係を求める。

６　空試験
精製水500mlを採り、以下上記４(1)及び(2)と同様に操作して試験溶液中の非イオン界

面活性剤の濃度を求め、検量線の濃度範囲の下限値を下回ることを確認する。
　求められた濃度が当該濃度範囲の下限値以上の場合は、是正処置を講じた上で上記４(1)及び(2)と同様の操作を再び行い、求められた濃度が当該濃度範囲の下限値を下回るまで操作を繰り返す。
７　連続試験を実施する場合の措置
　オートサンプラーを用いて10以上の試料の試験を連続的に実施する場合には、以下に掲げる措置を講ずる。
(1) おおむね10の試料ごとの試験終了後及び全ての試料の試験終了後に、上記５で調製した溶液の濃度のうち最も高いものから最も低いものまでの間の一定の濃度（以下この７において「調製濃度」という。）に調製した溶液について、上記４(1)及び(2)に示す操作により試験を行い、算定された濃度と調製濃度との差を求める。
(2) 上記(1)により求められた差が調製濃度の±20％の範囲を超えた場合には、是正処置を講じた上で上記(1)で行った試験の前に試験を行ったおおむね10の試料及びそれらの後に試験を行った全ての試料について再び分析を行う。その結果、上記(1)により求められた差が再び調製濃度の±20％の範囲を超えた場合には、上記４及び５の操作により試験し直す。

別表第29
　固相抽出―誘導体化―ガスクロマトグラフ―質量分析法
　ここで対象とする項目は、フェノール類である。
１　試薬
(1) 精製水
　測定対象成分を含まないもの
(2) 硫酸銅（５水塩）
(3) リン酸（１＋９）
(4) アセトン
　測定対象成分を含まないもの
(5) アスコルビン酸ナトリウム
(6) チオ硫酸ナトリウム溶液（0.3w／ｖ％）
(7) メチルアルコール
　測定対象成分を含まないもの
(8) 酢酸エチル
　測定対象成分を含まないもの
(9) 塩酸
(10) 空気又は窒素ガス
　測定対象成分を含まないもの
(11) 無水硫酸ナトリウム
　測定対象成分を含まないもの
(12) Ｎ，Ｏ―ビス（トリメチルシリル）トリフルオロアセトアミド
(13) 内部標準原液
　アセナフテン―d_{10} 1.00ｇをアセトンに溶かして10mlとしたもの
　この溶液１mlは、アセナフテン―d_{10}100mgを含む。
　この溶液は、調製後、直ちに冷凍保存する。
(14) 内部標準液
　内部標準原液をアセトンで10000倍に薄めたもの
　この溶液１mlは、アセナフテン―d_{10} 0.01mgを含む。
　この溶液は、使用の都度調製する。
(15) 臭素酸カリウム・臭化カリウム溶液

臭素酸カリウム2.78ｇ及び臭化カリウム10ｇを精製水に溶かして１Ｌとしたもの

(16) ヨウ化カリウム

(17) でんぷん溶液

別表第13の１(14)の例による。

(18) 炭酸ナトリウム（無水）

(19) イソアミルアルコール

測定対象成分を含まないもの

(20) ヨウ素酸カリウム溶液（0.017mol／Ｌ）

別表第13の１(12)の例による。

(21) 硫酸（１＋５）

(22) チオ硫酸ナトリウム溶液（0.1mol／Ｌ）

別表第13の１(15)の例による。

(23) フェノール標準原液

フェノール１ｇを精製水に溶かして１Ｌとしたもの

なお、次に定める方法により、その含有するフェノールの濃度を測定する。

この溶液50mlを共栓付き三角フラスコに採り、精製水約100mlを加えた後、臭素酸カリウム・臭化カリウム溶液50ml及び塩酸５mlを加えて、白色沈澱を生じさせる。密栓して静かに振り混ぜ、10分間静置後、ヨウ化カリウム１ｇを加え、チオ硫酸ナトリウム溶液（0.1mol／Ｌ）を用いて滴定し、液の黄色が薄くなってから１～２mlのでんぷん溶液を指示薬として加え、液の青色が消えるまで更に滴定し、これに要したチオ硫酸ナトリウム溶液（0.1mol／Ｌ）のml数ｂを求める。別に、精製水100mlに臭素酸カリウム・臭化カリウム溶液25mlを加えた溶液について同様に操作し、これに要したチオ硫酸ナトリウム溶液（0.1mol／Ｌ）のml数ｃを求め、次式により溶液に含まれるフェノールの濃度（mg／ml）を算定する。

フェノール濃度（mg／ml）＝〔（２ｃ－ｂ）／50〕×ｆ×1.569

この式において、ｆはチオ硫酸ナトリウム溶液（0.1mol／Ｌ）のファクターを表す。

この溶液は、褐色瓶に入れて冷蔵保存する。

(24) クロロフェノール標準原液

２―クロロフェノール、４―クロロフェノール、２，４―ジクロロフェノール、２，６―ジクロロフェノール及び２，４，６―トリクロロフェノールのそれぞれ100mgを別々のメスフラスコに採り、それぞれにアセトンを加えて100mlとしたもの

これらの溶液１mlは、２―クロロフェノール、４―クロロフェノール、２，４―ジクロロフェノール、２，６―ジクロロフェノール及び２，４，６―トリクロロフェノールをそれぞれ１mg含む。

これらの溶液は、褐色瓶に入れて冷凍保存する。

(25) フェノール類混合標準液

フェノールとして0.1mgに相当するフェノール標準原液とそれぞれのクロロフェノール標準原液0.1mlずつをメスフラスコに採り、アセトンを加えて10mlとしたもの

この溶液１mlは、フェノール、２―クロロフェノール、４―クロロフェノール、２，４―ジクロロフェノール、２，６―ジクロロフェノール及び２，４，６―トリクロロフェノールをそれぞれ0.01mg含む。

この溶液は、使用の都度調製する。

２　器具及び装置

(1) 固相カラム

ジビニルベンゼン―N―ビニルピロリドン共重合体又はこれと同等以上の性能を有するもの

(2) バイアル
(3) ガスクロマトグラフ―質量分析計
ア　試料導入部
別表第15の２(11)アの例による。
イ　分離カラム
内径0.20～0.53mm、長さ25～30ｍの溶融シリカ製のキャピラリーカラムで、内面に100％ジメチルポリシロキサンを0.1～0.25μｍの厚さに被覆したもの又はこれと同等以上の分離性能を有するもの
ウ　分離カラムの温度
対象物質の最適分離条件に設定できるもの
例えば、50℃を２分間保持し、毎分５℃の速度で80℃まで温度を上昇させ、その後毎分10℃の速度で上昇させ140℃とした後、毎分30℃の速度で290℃まで上昇させ７分間保持できるもの
エ　検出器
別表第14の２(4)ウの例による。
オ　イオン化電圧
別表第14の２(4)エの例による。
カ　イオン源温度
機器の最適条件に設定する。
キ　キャリアーガス
別表第14の２(4)オの例による。

３　試料の採取及び保存

試料は、精製水で洗浄したガラス瓶に採取し、満水にして密栓する。試料は、氷冷して輸送し、速やかに試験する。速やかに試験できない場合は、試料１Ｌにつき硫酸銅（５水塩）１ｇ及びリン酸（１＋９）を加えてpH値を約４とし、冷暗所に保存し、72時間以内に試験する。

なお、残留塩素が含まれている場合には、試料１Ｌにつきアスコルビン酸ナトリウム0.01～0.5ｇ又はチオ硫酸ナトリウム溶液（0.3ｗ／ｖ％）１～２mlを加える。

４　試験操作

(1) 前処理
固相カラムに酢酸エチル10ml、メチルアルコール10ml及び精製水10mlを順次注入する。次に、あらかじめ塩酸を用いてpH値を２とした検水500ml（検水に含まれるそれぞれのフェノールとしての濃度が0.01mg／Ｌを超える場合には、0.0005～0.01mg／Ｌとなるように精製水を加えて500mlに調製したもの）を毎分10～20mlの流量で固相カラムに流し、更に精製水10mlを流した後、30分間以上空気又は窒素ガスを通気して固相カラムを乾燥させる。次いで、固相カラムに通水方向の逆から酢酸エチル５mlを緩やかに流し、試験管に採る。試験管の溶液に酢酸エチルを加えて５mlとし、更に無水硫酸ナトリウムを用いて十分脱水する。この溶液１mlをバイアルに採り、Ｎ，Ｏ―ビス（トリメチルシリル）トリフルオロアセトアミド50μｌを加えて１時間以上静置する。静置後、内部標準液20μｌを加え、これを試験溶液とする。
(2) 分析
上記(1)で得られた試験溶液の一定量をガスクロマトグラフ―質量分析計に注入し、表１に示すそれぞれのフェノール類とアセナフテン―d_{10}とのフラグメントイオンのピーク高さ又はピーク面積の比を求め、下記５により作成した検量線から試験溶液中のそれぞれのフェノール類の濃度を求め、検水中のそれぞれのフェノール類の濃度を算定する。
それぞれのフェノール類の濃度をフェノールに換算し、その濃度を合計してフェノ

ール類としての濃度を算定する。

表１　フラグメントイオン

フェノール類	フラグメントイオン (m／z)
フェノール	151、166
２―クロロフェノール	185、200
４―クロロフェノール	185、200
２，４―ジクロロフェノール	219、234
２，６―ジクロロフェノール	219、234
２，４，６―トリクロロフェノール	253、268
アセナフテン―d_{10} ※	164、162

※印は内部標準物質である。

５　検量線の作成

フェノール類混合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500mlとする。この場合、調製した溶液のそれぞれのフェノールとしての濃度は、上記４(1)に示す検水の濃度範囲を超えてはならない。以下上記４(1)及び(2)と同様に操作して、それぞれのフェノール類とアセナフテン―d_{10}とのフラグメントイオンのピーク高さ又はピーク面積の比を求め、それぞれのフェノール類の濃度との関係を求める。

６　空試験

精製水500mlを採り、以下上記４(1)及び(2)と同様に操作して試験溶液中のそれぞれのフェノール類の濃度を求め、検量線の濃度範囲の下限値を下回ることを確認する。

求められた濃度が当該濃度範囲の下限値以上の場合は、是正処置を講じた上で上記４(1)及び(2)と同様の操作を再び行い、求められた濃度が当該濃度範囲の下限値を下回るまで操作を繰り返す。

７　連続試験を実施する場合の措置

オートサンプラーを用いて10以上の試料の試験を連続的に実施する場合には、以下に掲げる措置を講ずる。

(1)　おおむね10の試料ごとの試験終了後及び全ての試料の試験終了後に、上記５で調製した溶液の濃度のうち最も高いものから最も低いものまでの間の一定の濃度（以下この７において「調製濃度」という。）に調製した溶液について、上記４(1)及び(2)に示す操作により試験を行い、算定された濃度と調製濃度との差を求める。

(2)　上記(1)により求められた差が調製濃度の±20％の範囲を超えた場合には、是正処置を講じた上で上記(1)で行った試験の前に試験を行ったおおむね10の試料及びそれらの後に試験を行った全ての試料について再び分析を行う。その結果、上記(1)により求められた差が再び調製濃度の±20％の範囲を超えた場合には、上記４及び５の操作により試験し直す。

別表第29の２

固相抽出―液体クロマトグラフ―質量分析法

ここで対象とする項目は、フェノール類である。

１　試薬

(1)　精製水

別表第29の１(1)の例による。

(2)　硫酸銅（５水塩）

(3)　リン酸（１＋９）

(4)　アセトン

別表第29の１(4)の例による。

(5) アスコルビン酸ナトリウム
(6) チオ硫酸ナトリウム溶液（0.3w／ｖ％）
(7) メチルアルコール
別表第29の１(7)の例による。
(8) 塩酸
(9) 空気又は窒素ガス
別表第29の１(10)の例による。
(10) 臭素酸カリウム・臭化カリウム溶液
別表第29の１(15)の例による。
(11)ヨウ化カリウム
(12)でんぷん溶液
別表第13の１(14)の例による。
(13)炭酸ナトリウム（無水）
(14)イソアミルアルコール
別表第29の１(19)の例による。
(15)ヨウ素酸カリウム溶液（0.017mol／Ｌ）
別表第13の１(12)の例による。
(16)硫酸（１＋５）
(17)チオ硫酸ナトリウム溶液（0.1mol／Ｌ）
別表第13の１(15)の例による。
(18)フェノール標準原液
別表第29の１(23)の例による。
(19)クロロフェノール標準原液
別表第29の１(24)の例による。
(20)フェノール類混合標準液
フェノールとして１mg に相当するフェノール標準原液とそれぞれのクロロフェノール標準原液を１つのメスフラスコに等量採り、メチルアルコールで 100 倍に薄めたもの
この溶液１ml は、フェノール、２―クロロフェノール、４―クロロフェノール、２，４―ジクロロフェノール、２，６―ジクロロフェノール及び２，４，６―トリクロロフェノールをそれぞれ0.01mg 含む。
この溶液は、使用の都度調製する。

２　器具及び装置
(1) 固相カラム
ジビニルベンゼン―N―ビニルピロリドン共重合体若しくはN含有スチレンジビニルベンゼン―メタクリレート共重合体を詰めたもの又はこれと同等以上の性能を有するもの
(2) 液体クロマトグラフ―質量分析計
ア　分離カラム
内径 2.1mm、長さ 10cm のステンレス管に、オクタデシルシリル基を化学結合した粒径が３μｍのシリカゲルを充填したもの又はこれと同等以上の分離性能を有するもの
イ　移動相
最適条件に調製したもの
例えば、Ａ液は精製水、Ｂ液はメチルアルコールのもの
ウ　移動相流量
対象物質の最適分離条件に設定できるもの

例えば、毎分 0.15ml の流量で、Ａ液とＢ液の混合比が 80：20 のものを、１分後に 60：40 にして 10 分間保持した後、Ｂ液の割合を毎分２ポイントずつ上昇させて 20：80 にして５分間保持できるもの

エ　検出器

次のいずれかに該当するもの

①　選択イオン測定（ＳＩＭ）又はこれと同等以上の性能を有するもの

②　選択反応測定（ＳＲＭ）又はこれと同等以上の性能を有するもの

オ　モニターイオンを得るための電圧

上記エ①に該当する検出器を用いる場合にあっては、大気圧化学イオン化法（ＡＰＣＩ法）（負イオン測定モード）で、最適条件に設定できる電圧

上記エ②に該当する検出器を用いる場合にあっては、大気圧化学イオン化法（ＡＰＣＩ法）（負イオン測定モード）により得られたプリカーサイオンを開裂させてプロダクトイオンを得る方法で、最適条件に設定できる電圧

3　試料の採取及び保存

別表第 29 の３の例による。

4　試験操作

(1) 前処理

固相カラムにメチルアルコール５ml 及び精製水５ml を順次注入する。次に、あらかじめ塩酸を用いて pH 値を２とした検水 500ml（検水に含まれるそれぞれのフェノールとしての濃度が 0.01mg／Ｌを超える場合には、0.0005～0.01mg／Ｌとなるように精製水を加えて 500ml に調製したもの）を毎分 10～20ml の流量で固相カラムに流し、更に精製水５ml を流した後、10 分間以上空気又は窒素ガスを通気して固相カラムを乾燥させる。次いで、固相カラムに通水方向の逆からメチルアルコールを緩やかに流し、試験管に１ml を採り、その溶液に精製水を加えて５ml とし、これを試験溶液とする。また、固相カラムに通水方向からメチルアルコールを緩やかに流す場合は、試験管に２ml を採り、その溶液に精製水を加えて 10ml とし、これを試験溶液とする。

(2) 分析

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

それぞれのフェノール類の濃度をフェノールに換算し、その濃度を合計してフェノール類としての濃度を算定する。

表１　モニターイオンの例

検出器 ＼ フェノール類	２(2)エ①に該当する検出器	２(2)エ②に該当する検出器	
	モニターイオン（m／z）	プリカーサイオン（m／z）	プロダクトイオン※（m／z）
フェノール	93	93	65
２―クロロフェノール	127、129	127、129	91、35
４―クロロフェノール	127、129	127、129	91、35
２，４―ジクロロフェノール	161、163	161、163	125、35

２，６―ジクロロフェノール	161、163	161、163	125、35
２，４，６―トリクロロフェノール	195、197	195、197	159、35

※プロダクトイオンをモニターイオンとする。

５　検量線の作成

フェノール類混合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 500ml とする。この場合、調製した溶液のそれぞれのフェノールとしての濃度は、上記４(1)に示す検水の濃度範囲を超えてはならない。以下上記４(1)及び(2)と同様に操作して、それぞれのフェノール類のモニターイオンのピーク高さ又はピーク面積を求め、それぞれのフェノール類の濃度との関係を求める。

６　空試験

精製水 500ml を採り、以下上記４(1)及び(2)と同様に操作して試験溶液中のそれぞれのフェノール類の濃度を求め、検量線の濃度範囲の下限値を下回ることを確認する。
求められた濃度が当該濃度範囲の下限値以上の場合は、是正処置を講じた上で上記４(1)及び(2)と同様の操作を再び行い、求められた濃度が当該濃度範囲の下限値を下回るまで操作を繰り返す。

７　連続試験を実施する場合の措置

オートサンプラーを用いて 10 以上の試料の試験を連続的に実施する場合には、以下に掲げる措置を講ずる。

(1) おおむね 10 の試料ごとの試験終了後及び全ての試料の試験終了後に、上記５で調製した溶液の濃度のうち最も高いものから最も低いものまでの間の一定の濃度（以下この　７において「調製濃度」という。）に調製した溶液について、上記４(1)及び(2)に示す操作により試験を行い、算定された濃度と調製濃度との差を求める。

(2) 上記(1)により求められた差が調製濃度の±20%の範囲を超えた場合には、是正処置を講じた上で上記(1)で行った試験の前に試験を行ったおおむね10の試料及びそれらの後に試験を行った全ての試料について再び分析を行う。その結果、上記(1)により求められた差が再び調製濃度の±20%の範囲を超えた場合には、上記４及び５の操作により試験し直す。

別表第30

全有機炭素計測定法

ここで対象とする項目は、有機物（全有機炭素（ＴＯＣ）の量）である。

１　試薬

(1) 精製水

イオン交換法、逆浸透膜法、蒸留法又は紫外線照射法の組合せによって精製したもので、全有機炭素濃度が0.1mg／Ｌ以下のもの又は同等以上の品質を有するもの

(2) 全有機炭素標準原液

フタル酸水素カリウム0.425ｇを精製水に溶かして200mlとしたもの
この溶液１mlは、炭素１mgを含む。
この溶液は、冷暗所に保存すると２か月間は安定である。

(3) 全有機炭素標準液

全有機炭素標準原液を精製水で100倍に薄めたもの
この溶液１mlは、炭素0.01mgを含む。
この溶液は、使用の都度調製する。

(4) その他

装置に必要な試薬を調製する。

２　装置

全有機炭素定量装置
　試料導入部、分解部、二酸化炭素分離部、検出部、データ処理装置又は記録装置などを組み合わせたもので、全有機炭素の測定が可能なもの
３　試料の採取及び保存
　試料は、精製水で洗浄したガラス瓶又はポリエチレン瓶に採取し、速やかに試験する。速やかに試験できない場合は、冷暗所に保存し、72時間以内に試験する。
４　試験操作
(1) 前処理
　全有機炭素の測定において、検水に懸濁物質が含まれている場合には、ホモジナイザー、ミキサー、超音波発生器等で懸濁物質を破砕し、均一に分散させ、これを試験溶液とする。
(2) 分析
　装置を作動状態にし、上記(1)で得られた試験溶液の一定量を全有機炭素定量装置で測定を行い、検水中の全有機炭素の濃度を算定する。
５　検量線の作成
　全有機炭素標準液をメスフラスコ４個以上に採り、それぞれに精製水を加えて、濃度を段階的にした溶液を調製する。以下装置の補正方法に従い検量線に相当する補正を行う。
６　連続試験を実施する場合の措置
　オートサンプラーを用いて10以上の試料の試験を連続的に実施する場合には、以下に掲げる措置を講ずる。
(1) おおむね10の試料ごとの試験終了後及び全ての試料の試験終了後に、上記５で調製した溶液の濃度のうち最も高いものから最も低いものまでの間の一定の濃度（以下この６において「調製濃度」という。）に調製した溶液について、上記４(2)に示す操作により試験を行い、算定された濃度と調製濃度との差を求める。
(2) 上記(1)により求められた差が調製濃度の±20％の範囲を超えた場合には、是正処置を講じた上で上記(1)で行った試験の前に試験を行ったおおむね10の試料及びそれらの後に試験を行った全ての試料について再び分析を行う。その結果、上記(1)により求められた差が再び調製濃度の±20％の範囲を超えた場合には、上記４及び５の操作により試験し直す。

別表第30の２
連続自動測定機器による全有機炭素計測定法
　ここで対象とする項目は、有機物（全有機炭素（ＴＯＣ）の量）である。
１　試薬
(1) 精製水
　別表第30の１(1)の例による。
(2) 全有機炭素標準原液
　別表第30の１(2)の例による。
(3) 全有機炭素標準液
　別表第30の１(3)の例による。
(4) 全有機炭素校正用標準液
　全有機炭素原液又は全有機炭素標準液を精製水で薄めたもの
　希釈割合は、装置で指定している濃度となるようにする。
　この溶液は、使用の都度調製する。
(5) 全有機炭素ゼロ校正水
　精製水又は装置で指定しているもの
(6) その他
　装置に必要な試薬を調製する。

２　装置

(1) 自動採水装置

計量部、採水ポンプ、採水ホース、ホモジナイザー、ミキサー、超音波発生器等を組み合わせたもので、試料の採取及び前処理が可能なもの

(2) 自動全有機炭素定量装置

試料導入部、分解部、二酸化炭素分離部、検出部、データ処理装置又は記録装置等を組み合わせたもので、全有機炭素の測定が可能な連続自動測定機器で、定量下限値が0.3mg／Ｌ以下（変動係数20%）の性能を有するもの

３　装置の校正

あらかじめ測定部分及び配管の洗浄を行った後、装置の取扱説明書に従い、全有機炭素ゼロ校正水や全有機炭素校正用標準液を用いて２点以上校正を行う。

４　測定操作

(1) 前処理

全有機炭素の測定において、検水に懸濁物質が含まれる場合には、ホモジナイザー、ミキサー、超音波発生器等で懸濁物質を破砕し、均一に分散させ、これを試験溶液とする。

(2) 測定

装置に上記(1)で得られた試験溶液の一定量を通して全有機炭素の濃度を測定する。

備考

１　定期保守は、下記２の保守管理基準を満たすため、装置の取扱説明書に従い、定期的に洗浄、点検整備、全有機炭素校正用標準液による校正等を行う。

２　保守管理基準は、運用中の装置について常時保持されていなければならない精度の基準で、±0.3mg／Ｌ以内とする。保守管理基準が満たされていない場合は、上記備考１により、保守管理基準が満たされていることを確認する。

別表第31

ガラス電極法

ここで対象とする項目は、pH値である。

１　試薬

(1) 精製水

(2) 無炭酸精製水

精製水を約５分間煮沸して二酸化炭素及び炭酸を除いた後、空気中から二酸化炭素を吸収しないように常温まで放冷したもの又はこれと同程度の品質を有するもの

(3) フタル酸塩標準緩衝液（0.05mol／Ｌ）

フタル酸水素カリウム10.21ｇを無炭酸精製水に溶かして１Ｌとしたもの

(4) リン酸塩標準緩衝液（0.025mol／Ｌ）

リン酸二水素カリウム3.40ｇ及びリン酸一水素ナトリウム3.55ｇを無炭酸精製水に溶かして１Ｌとしたもの

(5) ホウ酸塩標準緩衝液（0.01mol／Ｌ）

四ホウ酸ナトリウム（10水塩）3.81ｇを無炭酸精製水に溶かして１Ｌとしたもの

２　装置

pH計

それぞれの標準緩衝液を使用する場合は、液温により表１に示すpH値にメータの指針を合わせる。

表１　各温度における標準緩衝液のpH値

液温（℃）	フタル酸塩標準緩衝液（0.05mol／Ｌ）	リン酸塩標準緩衝液（0.025mol／Ｌ）	ホウ酸塩標準緩衝液（0.01mol／Ｌ）

0	4.01	6.98	9.46
5	4.01	6.95	9.39
10	4.00	6.92	9.33
15	4.00	6.90	9.27
20	4.00	6.88	9.22
25	4.01	6.86	9.18
30	4.01	6.85	9.14
35	4.02	6.84	9.10
40	4.03	6.84	9.07
45	4.04	6.83	9.04
50	4.06	6.83	9.01
55	4.08	6.84	8.99
60	4.10	6.84	8.96

３　試料の採取及び保存

試料は、精製水で洗浄したガラス瓶又はポリエチレン瓶に採取し、速やかに試験する。速やかに試験できない場合は、冷暗所に保存し、12時間以内に試験する。

４　試験操作

pH計を用いて検水のpH値を測定する。

別表第32

連続自動測定機器によるガラス電極法

ここで対象とする項目は、pH値である。

１　試薬

(1) 精製水

(2) 無炭酸精製水

別表第31の１(2)の例による。

(3) フタル酸塩標準緩衝液（0.05mol／Ｌ）

別表第31の１(3)の例による。

(4) リン酸塩標準緩衝液（0.025mol／Ｌ）

別表第31の１(4)の例による。

(5) ホウ酸塩標準緩衝液（0.01mol／Ｌ）

別表第31の１(5)の例による。

２　装置

ガラス電極による連続自動測定機器で、繰り返し性±0.1pH以内の性能を有するもの

３　装置の校正

あらかじめ電極部分及び配管の洗浄を行った後、上記１の各標準緩衝液を用いて２点校正を行う。

４　測定操作

装置に検水を通してpH値を測定する。

備考

１　定期保守は、下記２の保守管理基準を満たすため、装置の取扱説明書に従い、定期的にガラス電極及びその周辺の洗浄、点検整備、標準緩衝液による校正等を行う。

２　保守管理基準は、運用中の装置について常時保持されていなければならない精度の基準で、±0.1pH以内とする。保守管理基準が満たされていない場合は、上記備考１により、保守管理基準が満たされていることを確認する。

別表第33

官能法

ここで対象とする項目は、味である。

1　試薬

(1) 精製水

(2) 粒状活性炭

(3) 無臭味水

精製水を粒状活性炭１Ｌ当たり毎分100～200mlで通したもの又はこれと同程度の品質を有するもの

2　試料の採取及び保存

試料は、精製水で洗浄したガラス瓶に採取し、直ちに試験する。直ちに試験できない場合は、冷暗所に保存し、12時間以内に試験する。

3　試験操作

検水100mlを採り、40～50℃に加温した後、口に含んで塩素味以外の味を調べる。

4　空試験

無臭味水100mlを採り、以下上記３と同様に操作して味を調べる。

別表第34

官能法

ここで対象とする項目は、臭気である。

1　試薬

(1) 精製水

(2) 粒状活性炭

(3) 無臭味水

別表第33の１(3)の例による。

2　試料の採取及び保存

別表第33の２の例による。

3　試験操作

検水100mlを容量300mlの共栓付き三角フラスコに採り、軽く栓をして40～50℃の温度に加温し、激しく振った後、直ちに塩素臭以外の臭気を調べる。

4　空試験

無臭味水100mlを採り、以下上記３と同様に操作して臭気を調べる。

別表第35

比色法

ここで対象とする項目は、色度である。

1　試薬

(1) 精製水

測定対象成分を含まないもの

(2) 色度標準原液

塩化白金酸カリウム（Ⅳ）2.49ｇ及び塩化コバルト（６水塩）2.02ｇを塩酸200mlに溶かし、精製水を加えて１Ｌとしたもの

この溶液は、色度1000度に相当する。

この溶液は、褐色瓶に入れて冷暗所に保存する。

(3) 色度標準液

色度標準原液を精製水で10倍に薄めたもの

この溶液は、色度100度に相当する。

(4) 色度標準列

色度標準液０から20mlを段階的に比色管に採り、それぞれに精製水を加えて100mlとしたもの

2　器具

比色管
共栓付き平底無色試験管で、底部から30cmの高さに100mlの刻線を付けたもの
３　試料の採取及び保存
別表第31の３の例による。
４　試験操作
検水100mlを比色管に採り、色度標準列と比色して検水中の色度を求める。
５　空試験
精製水100mlを採り、以下上記４と同様に操作して色度を求める。
別表第36
透過光測定法
ここで対象とする項目は、色度である。
１　試薬
(1) 精製水
別表第35の１(1)の例による。
(2) 色度標準原液
別表第35の１(2)の例による。
(3) 色度標準液
別表第35の１(3)の例による。
この溶液は、色度100度に相当する。
２　器具及び装置
(1) 吸収セル
光路長が50mm又は100mmのもの
(2) 分光光度計又は光電光度計
３　試料の採取及び保存
別表第31の３の例による。
４　試験操作
検水100ml（検水の色度が10度を超える場合には、10度以下となるように精製水を加えて100mlに調製したもの）の一部を吸収セルに採り、分光光度計又は光電光度計を用いて、波長390nm付近で吸光度を測定し、下記５により作成した検量線から検水中の色度を算定する。
５　検量線の作成
色度標準液をメスフラスコ４個以上に採り、それぞれに精製水を加えて、濃度を段階的にした溶液を調製する。この場合、調製した溶液の色度は、上記４に示す検水の色度の範囲を超えてはならない。以下上記４と同様に操作して、色度と吸光度との関係を求める。
６　空試験
精製水を一定量採り、以下上記４と同様に操作して色度を算定する。
７　連続試験を実施する場合の措置
オートサンプラーを用いて10以上の試料の試験を連続的に実施する場合には、以下に掲げる措置を講ずる。
(1) おおむね10の試料ごとの試験終了後及び全ての試料の試験終了後に、上記５で調製した溶液の色度のうち最も高いものから最も低いものまでの間の一定の色度（以下この７において「調製色度」という。）に調製した溶液について、上記４に示す操作により試験を行い、算定された色度と調製色度との差を求める。
(2) 上記(1)により求められた差が調製色度の±20％の範囲を超えた場合には、是正処置を講じた上で上記(1)で行った試験の前に試験を行ったおおむね10の試料及びそれらの後に試験を行った全ての試料について再び試験を行う。その結果、上記(1)により求められた差が再び調製色度の±20％の範囲を超えた場合には、上記４及び５の操作

により試験し直す。

別表第37

連続自動測定機器による透過光測定法

ここで対象とする項目は、色度である。

1　試薬

(1) 精製水

(2) 色度標準原液

別表第35の１(2)の例による。

(3) 色度校正用標準液

色度標準原液を精製水で100倍に薄めたもの

この溶液は、色度10度に相当する。

装置に付属している色度標準板を使用する場合は、この溶液を適宜希釈して整合性を確認する。

(4) 色度ゼロ校正水

精製水を孔径約0.2μmのメンブランフィルターを通して微粒子を除去したもの

2　装置

透過光測定方式による連続自動測定機器で、定量下限値が0.2度以下（変動係数20％）の性能を有するもの

3　装置の校正

あらかじめ光学系の測定部分及び配管の洗浄を行った後、色度ゼロ校正水、色度校正用標準液を通水して、装置のゼロ点及びスパンを繰り返し校正する。

(1) ゼロ点校正

装置に色度ゼロ校正水を通水する。信号が十分に安定するまで通水した後、ゼロ点を合わせる。

(2) スパン校正

色度校正用標準液を通水又は色度標準板を用いて校正する。

なお、機種によって色度校正用標準液又は色度標準板で校正したにもかかわらず、水道水の測定値が別表第36で測定した値と一致しない場合は、別表第36で測定した値にスパンを合わせる。

4　測定操作

装置に検水を通して色度を測定する。

備考

1　定期保守は、下記２の保守管理基準を満たすため、装置の取扱説明書に従い、定期的に洗浄、点検整備、色度校正用標準液による校正等を行う。

2　保守管理基準は、運用中の装置について常時保持されていなければならない精度の基準で、±0.5度以内とする。保守管理基準が満たされていない場合は、上記備考１により、保守管理基準が満たされていることを確認する。

別表第38

比濁法

ここで対象とする項目は、濁度である。

1　試薬

(1) 精製水

測定対象成分を含まないもの

(2) ポリスチレン系粒子懸濁液（１ｗ／ｗ％）

表１に示す５種類の標準粒子（ポリスチレン系粒子）

表１　標準粒子（ポリスチレン系粒子）

種類 ※	呼び径（μm）

No. 6	0.5
No. 7	1.0
No. 8	2.0
No. 9	5.0
No.10	10.0

※印はJIS Z 8901による種類である。

(3) ポリスチレン系粒子懸濁液

それぞれのポリスチレン系粒子懸濁液（１ｗ／ｗ％）を十分に懸濁させた後、速やかにそれぞれ1.000ｇを別々のメスフラスコに採り、精製水を加えて100mlとしたもの

これらの溶液１mlは、ポリスチレンをそれぞれ0.1mg含む。

(4) 濁度標準液

５種類のポリスチレン系粒子懸濁液をよく振り混ぜながら表２に示す量をメスフラスコに採り、精製水を加えて500mlとしたもの

この溶液は、濁度100度に相当する。

表２　濁度標準液（100度）調製時におけるポリスチレン系粒子懸濁液（0.1mgポリスチレン／ml）の混合比率及び分取量

種類	混合比率 (%)	分取量（メスフラスコ500mlに対して） (ml)
No. 6	6	10.0
No. 7	17	28.3
No. 8	36	60.0
No. 9	29	48.3
No.10	12	20.0

(5) 濁度標準列

濁度標準液０から10mlを段階的に比色管に採り、それぞれに精製水を加えて100mlとしたもの

２　器具

比色管

別表第35の２の例による。

３　試料の採取及び保存

別表第31の３の例による。

４　試験操作

検水100mlを比色管に採り、濁度標準列と比濁して検水の濁度を求める。

５　空試験

精製水100mlを採り、以下上記４と同様に操作して濁度を求める。

別表第39

透過光測定法

ここで対象とする項目は、濁度である。

１　試薬

(1) 精製水

別表第38の１(1)の例による。

(2) ポリスチレン系粒子懸濁液（１ｗ／ｗ％）

別表第38の１(2)の例による。

(3) ポリスチレン系粒子懸濁液

別表第38の１(3)の例による。

(4) 濁度標準液

別表第38の１(4)の例による。
この溶液は、濁度100度に相当する。
２　器具及び装置
(1) 吸収セル
別表第36の２(1)の例による。
(2) 分光光度計又は光電光度計
３　試料の採取及び保存
別表第31の３の例による。
４　試験操作
検水を吸収セルに採り、分光光度計又は光電光度計を用いて、波長660nm付近で吸光度を測定し、下記５により作成した検量線から検水中の濁度を算定する。
５　検量線の作成
濁度標準液をメスフラスコ４個以上に採り、それぞれに精製水を加えて、濃度を段階的にした溶液を調製する。以下上記４と同様に操作して、濁度と吸光度との関係を求める。
６　空試験
精製水を一定量採り、以下上記４と同様に操作して濁度を求める。
７　連続試験を実施する場合の措置
オートサンプラーを用いて10以上の試料の試験を連続的に実施する場合には、以下に掲げる措置を講ずる。
(1) おおむね10の試料ごとの試験終了後及び全ての試料の試験終了後に、上記５で調製した溶液の濁度のうち最も高いものから最も低いものまでの間の一定の濁度（以下この７において「調製濁度」という。）に調製した溶液について、上記４に示す操作により試験を行い、算定された濁度と調製濁度との差を求める。
(2) 上記(1)により求められた差が調製濁度の±10%の範囲を超えた場合には、是正処置を講じた上で上記(1)で行った試験の前に試験を行ったおおむね10の試料及びそれらの後に試験を行った全ての試料について再び試験を行う。その結果、上記(1)により求められた差が再び調製濁度の±10%の範囲を超えた場合には、上記４及び５の操作により試験し直す。

別表第40
連続自動測定機器による透過光測定法
ここで対象とする項目は、濁度である。
１　試薬
(1) 精製水
(2) ポリスチレン系粒子懸濁液（１ｗ／ｗ%）
別表第38の１(2)の例による。
(3) ポリスチレン系粒子懸濁液
別表第38の１(3)の例による。
(4) 濁度標準液
別表第38の１(4)の例による。
(5) 濁度校正用標準液
濁度標準液を精製水で薄めたもの
希釈割合は、装置で指定している濁度となるようにする。
装置に付属している濁度標準板を使用する場合は、この溶液との整合性を確認する。
(6) 濁度ゼロ校正水
精製水を孔径約0.2μmのメンブランフィルターを通して微粒子を除去したもの
２　装置

透過光方式の連続自動測定機器で、定量下限値が0.1度以下（変動係数10％）の性能を有するもの

３　装置の校正

あらかじめ光学系の測定部分及び配管の洗浄を行った後、濁度ゼロ校正水、濁度校正用標準液を通水して、装置のゼロ点及びスパンを繰り返し校正する。

(1) ゼロ点校正

装置に濁度ゼロ校正水を通水する。信号が十分に安定するまで通水した後、ゼロ点を合わせる。

(2) スパン校正

濁度校正用標準液を通水又は濁度標準板を用いて校正する。

なお、機種によって濁度校正用標準液又は濁度標準板で校正したにもかかわらず、水道水の測定値が別表第39又は別表第41で測定した値と一致しない場合は、別表第39又は別表第41で測定した値にスパンを合わせる。

４　測定操作

装置に検水を通して濁度を測定する。

備考

１　定期保守は、下記２の保守管理基準を満たすため、装置の取扱説明書に従い、定期的に洗浄、点検整備、濁度校正用標準液による校正等を行う。

２　保守管理基準は、運用中の装置について常時保持されていなければならない精度の基準で、±0.1度以内とする。保守管理基準が満たされていない場合は、上記備考１により、保守管理基準が満たされていることを確認する。

別表第41

積分球式光電光度法

ここで対象とする項目は、濁度である。

１　試薬

(1) 精製水

別表第38の１(1)の例による。

(2) ポリスチレン系粒子懸濁液（１ｗ／ｗ％）

別表第38の１(2)の例による。

(3) ポリスチレン系粒子懸濁液

別表第38の１(3)の例による。

(4) 濁度標準液

別表第38の１(4)の例による。

この溶液は、濁度100度に相当する。

２　装置

積分球式濁度計

３　試料の採取及び保存

別表第31の３の例による。

４　試験操作

積分球式濁度計を用いて検水中の散乱光量を測定し、下記５により作成した検量線から検水中の濁度を算定する。

５　検量線の作成

濁度標準液をメスフラスコ４個以上に採り、それぞれに精製水を加えて、濃度を段階的にした溶液を調製する。以下上記４と同様に操作して、濁度と吸光度との関係を求める。

６　空試験

精製水を一定量採り、以下上記４と同様に操作して濁度を求める。

７　連続試験を実施する場合の措置

オートサンプラーを用いて10以上の試料の試験を連続的に実施する場合には、以下に掲げる措置を講ずる。

(1) おおむね10の試料ごとの試験終了後及び全ての試料の試験終了後に、上記５で調製した溶液の濁度のうち最も高いものから最も低いものまでの間の一定の濁度（以下この７において「調製濁度」という。）に調製した溶液について、上記４に示す操作により試験を行い、算定された濁度と調製濁度との差を求める。

(2) 上記(1)により求められた差が調製濁度の±10%の範囲を超えた場合には、是正処置を講じた上で上記(1)で行った試験の前に試験を行ったおおむね10の試料及びそれらの後に試験を行った全ての試料について再び試験を行う。その結果、上記(1)により求められた差が再び調製濁度の±10%の範囲を超えた場合には、上記４及び５の操作により試験し直す。

別表第42

連続自動測定機器による積分球式光電光度法

ここで対象とする項目は、濁度である。

１　試薬

(1) 精製水

(2) ポリスチレン系粒子懸濁液（１ｗ／ｗ%）

別表第38の１(2)の例による。

(3) ポリスチレン系粒子懸濁液

別表第38の１(3)の例による。

(4) 濁度標準液

別表第38の１(4)の例による。

(5) 濁度校正用標準液

別表第40の１(5)の例による。

希釈割合は、装置で指定している濁度となるようにする。

装置に付属している濁度標準板を使用する場合は、この溶液との整合性を確認する。

(6) 濁度ゼロ校正水

別表第40の１(6)の例による。

２　装置

積分球式光電光度方式の連続自動測定機器で、定量下限値が0.1度以下（変動係数10%）の性能を有するもの

３　装置の校正

あらかじめ光学系の測定部分及び配管の洗浄を行った後、濁度ゼロ校正水、濁度校正用標準液を通水して、装置のゼロ点及びスパンを繰り返し校正する。

(1) ゼロ点校正

装置に濁度ゼロ校正水を通水する。信号が十分に安定するまで通水した後、ゼロ点を合わせる。

(2) スパン校正

濁度校正用標準液を通水又は濁度標準板を用いて校正する。

なお、機種によって濁度校正用標準液又は濁度標準板で校正したにもかかわらず、水道水の測定値が別表第39又は別表第41で測定した値と一致しない場合は、別表第39又は別表第41で測定した値にスパンを合わせる。

４　測定操作

装置に検水を通して濁度を測定する。

備考

１　定期保守は、下記２の保守管理基準を満たすため、装置の取扱説明書に従い、定期

的に洗浄、点検整備、濁度校正用標準液による校正等を行う。
２　保守管理基準は、運用中の装置について常時保持されていなければならない精度の基準で、±0.1度以内とする。保守管理基準が満たされていない場合は、上記備考１により、保守管理基準が満たされていることを確認する。

別表第43

連続自動測定機器による散乱光測定法

ここで対象とする項目は、濁度である。

１　試薬

(1) 精製水

(2) ポリスチレン系粒子懸濁液（１ｗ／ｗ％）

別表第38の１(2)の例による。

(3) ポリスチレン系粒子懸濁液

別表第38の１(3)の例による。

(4) 濁度標準液

別表第38の１(4)の例による。

(5) 濁度校正用標準液

別表第40の１(5)の例による。

希釈割合は、装置で指定している濁度となるようにする。

装置に付属している濁度標準板を使用する場合は、この溶液との整合性を確認する。

(6) 濁度ゼロ校正水

別表第40の１(6)の例による。

２　装置

散乱光測定方式の連続自動測定機器で、定量下限値が0.1度以下（変動係数10％）の性能を有するもの

３　装置の校正

あらかじめ光学系の測定部分及び配管の洗浄を行った後、濁度ゼロ校正水、濁度校正用標準液を通水して、装置のゼロ点及びスパンを繰り返し校正する。

(1) ゼロ点校正

装置に濁度ゼロ校正水を通水する。信号が十分に安定するまで通水した後、ゼロ点を合わせる。

(2) スパン校正

濁度校正用標準液を通水又は濁度標準板を用いて校正する。

なお、機種によって濁度校正用標準液又は濁度標準板で校正したにもかかわらず、水道水の測定値が別表第39又は別表第41で測定した値と一致しない場合は、別表第39又は別表第41で測定した値にスパンを合わせる。

４　測定操作

装置に検水を通して濁度を測定する。

備考

１　定期保守は、下記２の保守管理基準を満たすため、装置の取扱説明書に従い、定期的に洗浄、点検整備、濁度校正用標準液による校正等を行う。

２　保守管理基準は、運用中の装置について常時保持されていなければならない精度の基準で、±0.1度以内とする。保守管理基準が満たされていない場合は、上記備考１により、保守管理基準が満たされていることを確認する。

別表第44

連続自動測定機器による透過散乱法

ここで対象とする項目は、濁度である。

１　試薬

(1) 精製水

(2) ポリスチレン系粒子懸濁液（１ｗ／ｗ％）

別表第38の１(2)の例による。

(3) ポリスチレン系粒子懸濁液

別表第38の１(3)の例による。

(4) 濁度標準液

別表第38の１(4)の例による。

(5) 濁度校正用標準液

別表第40の１(5)の例による。

希釈割合は、装置で指定している濁度となるようにする。

装置に付属している濁度標準板を使用する場合は、この溶液との整合性を確認する。

(6) 濁度ゼロ校正水

別表第40の１(6)の例による。

２　装置

透過散乱方式の連続自動測定機器で、定量下限値が0.1度以下（変動係数10％）の性能を有するもの

３　装置の校正

あらかじめ光学系の測定部分及び配管の洗浄を行った後、濁度ゼロ校正水、濁度校正用標準液を通水して、装置のゼロ点及びスパンを繰り返し校正する。

(1) ゼロ点校正

装置に濁度ゼロ校正水を通水する。信号が十分に安定するまで通水した後、ゼロ点を合わせる。

(2) スパン校正

濁度校正用標準液を通水又は濁度標準板を用いて校正する。

なお、機種によって濁度校正用標準液又は濁度標準板で校正したにもかかわらず、水道水の測定値が別表第39又は別表第41で測定した値と一致しない場合は、別表第39又は別表第41で測定した値にスパンを合わせる。

４　測定操作

装置に検水を通して濁度を測定する。

備考

１　定期保守は、下記２の保守管理基準を満たすため、装置の取扱説明書に従い、定期的に洗浄、点検整備、濁度校正用標準液による校正等を行う。

２　保守管理基準は、運用中の装置について常時保持されていなければならない精度の基準で、±0.1度以内とする。保守管理基準が満たされていない場合は、上記備考１により、保守管理基準が満たされていることを確認する。