

改正後	改正前
<p>一 総則的事項</p> <p>1 (略)</p> <p>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。</p> <p>(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) 第三百二十六条若しくは第四百四十四条の規定に基づき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、<u>別表第五、別表第六及び別表第十三</u>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。</p> <p>(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</p>	<p>一 総則的事項</p> <p>1 (略)</p> <p>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。</p> <p>(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) 第三百二十六条若しくは第四百四十四条の規定に基づき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、<u>別表第五及び別表第六</u>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。</p> <p>(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</p>

<p>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。</p> <p>3 (略)</p> <p>二～八 (略)</p> <p>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</p> <p>十～二十一 (略)</p> <p>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</p> <p>二十三～五十一 (略)</p>	<p>い。ただし、別表第五及び別表第六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。</p> <p>3 (略)</p> <p>二～八 (略)</p> <p>九 六価クロム化合物 別表第三、別表第四、別表第五又は別表第六に定める方法</p> <p>十～二十一 (略)</p> <p>二十二 塩素酸 別表第十六の二に定める方法</p> <p>二十三～五十一 (略)</p>																		
<p>別表第1～別表第3 (略)</p>	<p>別表第1～別表第3 (略)</p>																		
<p>別表第4</p> <p>フレーム—原子吸光光度計による一斉分析法</p> <p>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。</p> <p>1～3 (略)</p> <p>4 試験操作</p> <p>(1) (略)</p> <p>(2) 分析</p> <p style="text-align: center;">表3 対象金属の濃度範囲及び測定波長</p> <table border="1" data-bbox="181 1114 1104 1230"> <thead> <tr> <th>金属類</th> <th>濃度範囲 (mg/L)</th> <th>波長 (nm)</th> </tr> </thead> <tbody> <tr> <td>削除</td> <td>削除</td> <td>削除</td> </tr> <tr> <td>(略)</td> <td>(略)</td> <td>(略)</td> </tr> </tbody> </table> <p>5～7 (略)</p>	金属類	濃度範囲 (mg/L)	波長 (nm)	削除	削除	削除	(略)	(略)	(略)	<p>別表第4</p> <p>フレーム—原子吸光光度計による一斉分析法</p> <p>ここで対象とする項目は、六価クロム、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。</p> <p>1～3 (略)</p> <p>4 試験操作</p> <p>(1) (略)</p> <p>(2) 分析</p> <p style="text-align: center;">表3 対象金属の濃度範囲及び測定波長</p> <table border="1" data-bbox="1182 1114 2083 1230"> <thead> <tr> <th>金属類</th> <th>濃度範囲 (mg/L)</th> <th>波長 (nm)</th> </tr> </thead> <tbody> <tr> <td>六価クロム※</td> <td>0.005～0.05</td> <td>357.9</td> </tr> <tr> <td>(略)</td> <td>(略)</td> <td>(略)</td> </tr> </tbody> </table> <p>5～7 (略)</p>	金属類	濃度範囲 (mg/L)	波長 (nm)	六価クロム※	0.005～0.05	357.9	(略)	(略)	(略)
金属類	濃度範囲 (mg/L)	波長 (nm)																	
削除	削除	削除																	
(略)	(略)	(略)																	
金属類	濃度範囲 (mg/L)	波長 (nm)																	
六価クロム※	0.005～0.05	357.9																	
(略)	(略)	(略)																	
<p>別表第5</p> <p>誘導結合プラズマ発光分光分析装置による一斉分析法</p> <p>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</p>	<p>別表第5</p> <p>誘導結合プラズマ発光分光分析装置による一斉分析法</p> <p>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</p>																		

<p>、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。</p> <p>1～4 （略）</p> <p>5 検量線の作成</p> <p>金属類標準原液又は金属類混合標準液をそれぞれ段階的にメスフラスコ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一定量とする。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。</p> <p>6・7 （略）</p>	<p>、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。</p> <p>1～4 （略）</p> <p>5 検量線の作成</p> <p>金属類混合標準液をそれぞれ段階的にメスフラスコ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一定量とする。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。</p> <p>6・7 （略）</p>
<p>別表第6</p> <p>誘導結合プラズマ質量分析装置による一斉分析法</p> <p>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。</p> <p>1～4 （略）</p> <p>5 検量線の作成</p> <p>金属類標準原液又は金属類混合標準液をそれぞれ段階的にメスフラスコ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一定量とする。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。</p> <p>6・7 （略）</p>	<p>別表第6</p> <p>誘導結合プラズマ質量分析装置による一斉分析法</p> <p>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。</p> <p>1～4 （略）</p> <p>5 検量線の作成</p> <p>金属類混合標準液をそれぞれ段階的にメスフラスコ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一定量とする。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。</p> <p>6・7 （略）</p>
<p>別表第7～別表第11 （略）</p>	<p>別表第7～別表第11 （略）</p>
<p>別表第12</p> <p>イオンクロマトグラフィーポストカラム吸光光度法</p> <p>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。</p> <p>1 試薬</p>	<p>別表第12</p> <p>イオンクロマトグラフィーポストカラム吸光光度法</p> <p>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。</p> <p>1 試薬</p>

(1)~(17) (略)

(18) 亜硫酸水素ナトリウム溶液 (1w/v%)

(19) (略)

(20) シアン化物イオン標準液 (10mg/L)

シアン化物イオンとして1mg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100ml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 1 ml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。

(21) 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) 2 mlにリン酸緩衝液 (1 mol/L) 1 mlを加え、更に精製水を加えて100ml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 1 ml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。

(22) 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40ml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%) 2ml又はクロラミンT溶液 (1.25w/v%) 0.5mlを加え、更にシアン化物イオン標準液 (0.2mg/L) 50mlを加えた後、リン酸緩衝液 (0.01mol/L) を加えて100ml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 1 mlは、シアン化物イオン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。

(23) 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 40ml 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%) 2ml

(1)~(17) (略)

(新設)

(18) (略)

(19) シアン化物イオン標準液

シアン化物イオンとして10mg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1 Lとした溶液20mlにリン酸緩衝液 (1 mol/L) 10mlを加え、更に精製水を加えて1 L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 1 ml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。

(新設)

(20) 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40ml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%) 2ml又はクロラミンT溶液 (1.25w/v%) 0.5mlを加え、更にシアン化物イオン標準液50mlを加えた後、リン酸緩衝液 (0.01mol/L) を加えて100ml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 1 mlは、シアン化物イオン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。

(新設)

又はクロラミンT溶液 (1.25w/v%) 0.5ml を加え、更に、シアン化物イオン標準液 (0.2mg/L) 50ml を加えて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%) 0.5ml を加えて十分に混合し、シアン化物イオン標準液 (10mg/L) 1ml を加え、更にリン酸緩衝液 (0.01mol/L) を加えて100ml 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 1 ml は、シアン化物イオン及び塩化シアンをそれぞれ 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。

2～4 (略)

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) を段階的に加え、それぞれにリン酸緩衝液 (0.01mol/L) を加えて100ml とする。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段階的に加え、それぞれにリン酸緩衝液 (0.01mol/L) を加えて100ml とする。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段階的に加え、それぞれにリン酸緩衝液 (0.01mol/L) を加えて100ml とする。この場合、調製し

2～4 (略)

5 検量線の作成

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を段階的に加え、それぞれにリン酸緩衝液 (0.01mol/L) を加えて100ml とする。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段階的に加え、それぞれにリン酸緩衝液 (0.01mol/L) を加えて100ml とする。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。

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。

$$\text{ファクター}(f) = 25 / a$$

(16) (略)

(17) (略)

(18) (略)

(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。

$$\text{塩素酸 (mg/ml)} = (b \times 1.391 \times f) / 10$$

(新設)

(5) (略)

(6) (略)

(7) (略)

(新設)

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) (略)

(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 1 ml 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 (略)

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 1 L につきエチレンジアミン溶液 (50mg/ml) 0.1～1 ml又はチオ硫酸ナトリウム溶液 (0.3w/v%) 1～2 ml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 1 L につきエチレンジアミン溶液 (50mg/ml) 0.1～1 ml又はチオ硫酸ナトリウム溶液 (0.3w/v%) 1～2 ml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

(8) (略)

(9) 陰イオン混合標準液

硝酸態窒素、亜硝酸態窒素、フッ素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 1 ml 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及び塩化物イオン0.002～0.2mgを含む。

この溶液は、使用の都度調製する。

2 (略)

3 試料の採取及び保存

試料は、精製水で洗浄したガラス瓶又はポリエチレン瓶に採取し、速やかに試験する。速やかに試験できない場合は、冷暗所に保存し、24時間以内に試験する。

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 1 L につきエチレンジアミン溶液 (50mg/ml) 1 mlを加える。ただし、亜硝酸態窒素の検査を行わない場合は、エチレンジアミン溶液の添加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)
(略)	(略)
フッ素	0.05 ~ 5
塩素酸	0.06 ~ 1.2
塩化物イオン	0.2 ~ 200

(2) (略)

5~7 (略)

別表第14 (略)

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romokロロメタン、ブromोजクロロメタン並びにブromohホルムである。

1 試薬

(1)~(6) (略)

(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romofフルオロベンゼンを0.0125~1.25mg及び1, 4-ジオキサン-d₈を0.1~10mg含む。

(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)
(略)	(略)
フッ素	0.05 ~ 5
(新設)	
塩化物イオン	0.2 ~ 200

(2) (略)

5~7 (略)

別表第14 (略)

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romokロロメタン、ブromोजクロロメタン並びにブromohホルムである。

1 試薬

(1)~(6) (略)

(7) 内部標準液

別表第14の1(6)の例による。

<p><u>この溶液は、使用の都度調製する。</u></p> <p>(8)・(9) (略)</p> <p>2～7 (略)</p>	<p>(8)・(9) (略)</p> <p>2～7 (略)</p>
<p>別表第16 (略)</p>	<p>別表第16 (略)</p>
<p><u>別表第16の2 (削る)</u></p>	<p><u>別表第16の2</u></p> <p><u>イオンクロマトグラフ法</u></p> <p><u>ここで対象とする項目は、塩素酸である。</u></p> <p><u>1 試薬</u></p> <p>(1) <u>精製水</u> 測定対象成分を含まないもの</p> <p>(2) <u>エチレンジアミン溶液 (50mg/ml)</u> <u>別表第13の1(2)の例による。</u> <u>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。</u></p> <p>(3) <u>ヨウ化カリウム溶液 (5 w/v%)</u></p> <p>(4) <u>窒素ガス</u> <u>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 (5 w/v%) に通し、酸化剤を除去したもの</u> <u>ただし、ヨウ化カリウム溶液 (5 w/v%) は、着色したものは使用してはならない。</u></p> <p>(5) <u>溶離液</u> <u>測定対象成分が分離できるもの</u></p> <p>(6) <u>除去液</u> <u>サプレッサを動作させることができるもの</u></p> <p>(7) <u>塩酸</u></p> <p>(8) <u>ヨウ化カリウム</u></p> <p>(9) <u>炭酸ナトリウム (無水)</u></p> <p>(10) <u>イソアミルアルコール</u> <u>測定対象成分を含まないもの</u></p> <p>(11) <u>ヨウ素酸カリウム溶液 (0.017mol/L)</u> <u>別表第19の1(6)の例による。</u></p>

(12) 硫酸（1 + 5）

(13) でんぷん溶液

別表第19の1(9)の例による。

(14) チオ硫酸ナトリウム溶液（0.1mol/L）

別表第19の1(10)の例による。

(15) 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。

$$\text{塩素酸 (mg/ml)} = (b \times 1.391 \times f) / 10$$

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。

(16) 塩素酸標準液

一定量の塩素酸標準原液を採り、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、塩素酸0.001～0.1mgを含む。

この溶液は、使用の都度調製する。

2 器具及び装置

(1) 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

別表第13の2(2)アの例による。

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、精製水で洗浄したガラス瓶又はポリエチレン瓶に採取し、試料 1 Lにつきエチレンジアミン溶液 (50mg/ml) 1 ml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。

ただし、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 1 Lにつきエチレンジアミン溶液 (50mg/ml) 1 mlを加える。

4 試験操作

(1) 前処理

検水 (検水に含まれる塩素酸の濃度が1.2mg/Lを超える場合には、0.06~1.2mg/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、塩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塩素酸の濃度を求め、検水中の塩素酸の濃度を算定する。

5 検量線の作成

塩素酸標準液を段階的にメスフラスコ4個以上に採り、それぞれに精製水を加えて100mlとする。この場合、調製した溶液の塩素酸の濃度は、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、塩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塩素酸の濃度を求め、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、是正処置を講

	<p>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。</p> <p><u>7 連続試験を実施する場合の措置</u></p> <p>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。</p> <p>(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。</p> <p>(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。</p> <p><u>8 その他</u></p> <p>上記3により採取又は保存した試料は、別表第13に定める方法の対象とする項目について、各測定対象成分の分析に影響がないことを確認した上で、塩素酸と一斉分析を行うことができる。この場合、上記3の規定にかかわらず、速やかに試験できない試料は、冷暗所に保存し、24時間以内に試験する。</p> <p>ただし、フッ素の検査を行う場合は、試料はポリエチレン瓶に採取する。</p>
別表第17・別表第17の2 (略)	別表第17・別表第17の2 (略)
<p>別表第18</p> <p>イオンクロマトグラフィーポストカラム吸光光度法</p> <p>ここで対象とする項目は、臭素酸である。</p> <p>1 試薬</p> <p>(1)～(6) (略)</p> <p>(7) 臭素酸標準液</p>	<p>別表第18</p> <p>イオンクロマトグラフィーポストカラム吸光光度法</p> <p>ここで対象とする項目は、臭素酸である。</p> <p>1 試薬</p> <p>(1)～(6) (略)</p> <p>(7) 臭素酸標準液</p>

<p>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</p> <p>この溶液 1 ml は、臭素酸 0.00002～0.002mg を含む。</p> <p>この溶液は、都度調製する。</p> <p>2～7 (略)</p>	<p>臭素酸標準原液 1 ml に精製水を加えて 1 L とした溶液 1 ml に精製水を加えて 100ml としたもの</p> <p>この溶液 1 ml は、臭素酸 0.00002mg を含む。</p> <p>この溶液は、使用の都度調製する。</p> <p>2～7 (略)</p>
<p>別表第 18 の 2</p> <p>液体クロマトグラフ—質量分析法</p> <p>ここで対象とする項目は、<u>塩素酸及び臭素酸</u>である。</p> <p>1 試薬</p> <p>(1) (略)</p> <p>(2) <u>エチレンジアミン溶液 (50mg/ml)</u></p> <p>別表第 13 の 1(2)の例による。</p> <p>(3) <u>チオ硫酸ナトリウム溶液 (0.3w/v %)</u></p> <p>(4) <u>ヨウ化カリウム溶液 (5 w/v %)</u></p> <p>(5) <u>窒素ガス</u></p> <p>別表第 13 の 1(5)の例による。</p> <p>(6) (略)</p> <p>(7) (略)</p> <p>(8) (略)</p> <p>(9) <u>塩酸</u></p> <p>(10) <u>ヨウ化カリウム</u></p> <p>(11) <u>炭酸ナトリウム (無水)</u></p> <p>(12) <u>イソアミルアルコール</u></p> <p>測定対象成分を含まないもの</p> <p>(13) <u>ヨウ素酸カリウム溶液 (0.017mol/L)</u></p> <p>別表第 13 の 1(12)の例による。</p> <p>(14) <u>硫酸 (1 + 5)</u></p> <p>(15) <u>でんぷん溶液</u></p> <p>別表第 13 の 1(14)の例による。</p> <p>(16) <u>チオ硫酸ナトリウム溶液 (0.1mol/L)</u></p> <p>別表第 13 の 1(15)の例による。</p>	<p>別表第 18 の 2</p> <p>液体クロマトグラフ—質量分析法</p> <p>ここで対象とする項目は、<u>臭素酸</u>である。</p> <p>1 試薬</p> <p>(1) (略)</p> <p>(新設)</p> <p>(新設)</p> <p>(新設)</p> <p>(新設)</p> <p>(2) (略)</p> <p>(3) (略)</p> <p>(4) (略)</p> <p>(新設)</p> <p>(新設)</p> <p>(新設)</p> <p>(新設)</p> <p>(新設)</p> <p>(新設)</p>

<p>(17) <u>塩素酸標準原液</u> 別表第 13 の 1 (19) の例による。</p> <p>(18) (略)</p> <p>(19) <u>陰イオン混合標準液</u> 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 1 ml 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、都度調製する。</p> <p>2 (略)</p> <p>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 1 L につきエチレンジアミン溶液 (50mg/ml) 0.1～1 ml 又はチオ硫酸ナトリウム溶液 (0.3w/v%) 1～2 ml 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 1 L につきエチレンジアミン溶液 (50mg/ml) 0.1～1 ml 又はチオ硫酸ナトリウム溶液 (0.3w/v%) 1～2 ml 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。</p> <p>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。</p>	<p>(新設)</p> <p>(5) (略)</p> <p>(6) <u>臭素酸標準液</u></p> <p>2 (略)</p> <p>3 試料の採取及び保存 別表第 18 の 3 の例による。</p> <p>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、0.0005～0.02mg/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。</p>
--	---

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段階的にメスフラスコ4個以上に採り、それぞれに精製水を加えて100mlとする。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

(新設)

(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に示す臭素酸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臭素酸の濃度を求め、検水中の臭素酸の濃度を算定する。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)
(新設) 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

臭素酸標準液を段階的にメスフラスコ4個以上に採り、それぞれに精製水を加えて100mlとする。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

<p>める。</p> <p>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<u>それぞれの対象物質</u>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。</p> <p>7 (略)</p>	<p>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<u>臭素酸</u>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。</p> <p>7 (略)</p>
<p>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。</p> <p>1 試薬 (1)～(5) (略) (6) ヨウ素酸カリウム溶液 (0.017mol/L) <u>別表第13の1(12)の例による。</u> (7)～(8) (略) (9) でんぷん溶液 <u>別表第13の1(14)の例による。</u> (10) チオ硫酸ナトリウム溶液 (0.1mol/L) <u>別表第13の1(15)の例による。</u></p>	<p>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。</p> <p>1 試薬 (1)～(5) (略) (6) ヨウ素酸カリウム溶液 (0.017mol/L) <u>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</u> (7)～(8) (略) (9) でんぷん溶液 <u>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</u> <u>ただし、上澄み液を使用する。</u> <u>この溶液は、使用の都度調製する。</u> (10) <u>チオ硫酸ナトリウム溶液(0.1mol/L)</u> <u>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</u></p>

<p>(11)～(22) (略)</p> <p>2～7 (略)</p>	<p><u>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。</u></p> <p><u>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 2 g 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。</u></p> $\text{ファクター}(f) = 25 / a$ <p>(11)～(22) (略)</p> <p>2～7 (略)</p>
<p>別表第19の2</p> <p>誘導体化—高速液体クロマトグラフ法</p> <p>ここで対象とする項目は、ホルムアルデヒドである。</p> <p>1 試薬</p> <p>(1)～(8) (略)</p> <p>(9) ヨウ素酸カリウム溶液 (0.017mol/L)</p> <p><u>別表第13の1(12)の例による。</u></p> <p>(10)～(11) (略)</p> <p>(12) でんぷん溶液</p> <p><u>別表第13の1(14)の例による。</u></p> <p>(13) チオ硫酸ナトリウム溶液 (0.1mol/L)</p> <p><u>別表第13の1(15)の例による。</u></p> <p>(14)～(18) (略)</p> <p>2～7 (略)</p>	<p>別表第19の2</p> <p>誘導体化—高速液体クロマトグラフ法</p> <p>ここで対象とする項目は、ホルムアルデヒドである。</p> <p>1 試薬</p> <p>(1)～(8) (略)</p> <p>(9) ヨウ素酸カリウム溶液 (0.017mol/L)</p> <p><u>別表第19の1(6)の例による。</u></p> <p>(10)～(11) (略)</p> <p>(12) でんぷん溶液</p> <p><u>別表第19の1(9)の例による。</u></p> <p>(13) チオ硫酸ナトリウム溶液 (0.1mol/L)</p> <p><u>別表第19の1(10)の例による。</u></p> <p>(14)～(18) (略)</p> <p>2～7 (略)</p>
<p>別表第19の3</p> <p>誘導体化—液体クロマトグラフ—質量分析法</p>	<p>別表第19の3</p> <p>誘導体化—液体クロマトグラフ—質量分析法</p>

<p>ここで対象とする項目は、ホルムアルデヒドである。</p> <p>1 試薬 (1)~(8) (略) (9) ヨウ素酸カリウム溶液 (0.017mol/L) <u>別表第13の1(12)の例による。</u> (10)~(11) (略) (12) でんぷん溶液 <u>別表第13の1(14)の例による。</u> (13) チオ硫酸ナトリウム溶液 (0.1mol/L) <u>別表第13の1(15)の例による。</u> (14)~(18) (略) 2~7 (略)</p>	<p>ここで対象とする項目は、ホルムアルデヒドである。</p> <p>1 試薬 (1)~(8) (略) (9) ヨウ素酸カリウム溶液 (0.017mol/L) <u>別表第19の1(6)の例による。</u> (10)~(11) (略) (12) でんぷん溶液 <u>別表第19の1(9)の例による。</u> (13) チオ硫酸ナトリウム溶液 (0.1mol/L) <u>別表第19の1(10)の例による。</u> (14)~(18) (略) 2~7 (略)</p>
<p>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。</p> <p>1~4 (略) 5 検量線の作成 <u>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段階的にメスフラスコ4個以上に採り、それぞれに精製水を加えて100mlとする。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。</u> 6・7 (略)</p>	<p>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。</p> <p>1~4 (略) 5 検量線の作成 陽イオン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100mlとする。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・7 (略)</p>
<p>別表第21~別表第23 (略)</p>	<p>別表第21~別表第23 (略)</p>
<p>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。</p> <p>1~4 (略) 5 検量線の作成</p>	<p>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。</p> <p>1~4 (略) 5 検量線の作成</p>

<p>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段階的にメスフラスコ4個以上に採り、それぞれにメチルアルコールを加えて100mlとする。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。</p> <p>6・7 (略)</p>	<p>陰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、それぞれにメチルアルコールを加えて100mlとする。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。</p> <p>6・7 (略)</p>
<p>別表第25～別表第26 (略)</p>	<p>別表第25～別表第26 (略)</p>
<p>別表第27</p> <p>固相抽出—ガスクロマトグラフ—質量分析法</p> <p>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。</p> <p>1 試薬</p> <p>(1)～(6) (略)</p> <p>(7) 内部標準液</p> <p>内部標準原液をメチルアルコールでジェオスミン—d₃では2000倍に、2, 4, 6—トリクロロアニソール—d₃では500倍に薄めたもの</p> <p>この溶液1mlは、ジェオスミン—d₃を0.5μg又は2, 4, 6—トリクロロアニソール—d₃を2μg含む。</p> <p>この溶液は、使用の都度調製する。</p> <p>(8)・(9) (略)</p> <p>2～7 (略)</p>	<p>別表第27</p> <p>固相抽出—ガスクロマトグラフ—質量分析法</p> <p>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。</p> <p>1 試薬</p> <p>(1)～(6) (略)</p> <p>(7) 内部標準液</p> <p>内部標準原液をメチルアルコールでジェオスミン—d₃では2000倍に、2, 4, 6—トリクロロアニソール—d₃では500倍に薄めたもの</p> <p>この溶液1mlは、ジェオスミン—d₃を0.5μg又は2, 4, 6—トリクロロアニソール—d₃を2μg含む。</p> <p>この溶液は、使用の都度調製する。</p> <p>(8)・(9) (略)</p> <p>2～7 (略)</p>
<p>別表第27の2 (略)</p>	<p>別表第27の2 (略)</p>
<p>別表第28</p> <p>固相抽出—吸光光度法</p> <p>ここで対象とする項目は、非イオン界面活性剤である。</p>	<p>別表第28</p> <p>固相抽出—吸光光度法</p> <p>ここで対象とする項目は、非イオン界面活性剤である。</p>

<p>1 試薬</p> <p>(1)~(8) (略)</p> <p>(9) PAR溶液</p> <p>4—(2—ピリジアルアゾ)—レゾルシノール 0.1 g を水酸化ナトリウム溶液 (4 w/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 1 L 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製したもの</p> <p>ただし、完全に溶けないときは、上澄み液を希釈する。</p> <p>(10)・(11) (略)</p> <p>2~7 (略)</p>	<p>1 試薬</p> <p>(1)~(8) (略)</p> <p>(9) PAR溶液</p> <p>4—(2—ピリジアルアゾ)—レゾルシノール 0.1 g を水酸化ナトリウム溶液 (4 w/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 1 L 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製したもの</p> <p>ただし、完全に溶けないときは、上澄み液を希釈する。</p> <p>(10)・(11) (略)</p> <p>2~7 (略)</p>
<p>別表第 28 の 2</p> <p>固相抽出—高速液体クロマトグラフ法</p> <p>ここで対象とする項目は、非イオン界面活性剤である。</p> <p>1~3 (略)</p> <p>4 試験操作</p> <p>(1) (略)</p> <p>(2) 分析</p> <p>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 1.5 g 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。</p> <p>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—ピリジアルアゾ)—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</p>	<p>別表第 28 の 2</p> <p>固相抽出—高速液体クロマトグラフ法</p> <p>ここで対象とする項目は、非イオン界面活性剤である。</p> <p>1~3 (略)</p> <p>4 試験操作</p> <p>(1) (略)</p> <p>(2) 分析</p> <p>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 1.5 g 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。</p> <p>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—ピリジアルアゾ)—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</p>

<p>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。</p> <p>5 検量線の作成</p> <p>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 <u>4-(2-ピリジルアゾ)-レゾルシノール</u> の錯体のピーク高さ又はピーク面積との関係を求める。</p> <p>6・7 (略)</p>	<p>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。</p> <p>5 検量線の作成</p> <p>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 <u>4-(2-ピリジアルアゾ)-レゾルシノール</u> の錯体のピーク高さ又はピーク面積との関係を求める。</p> <p>6・7 (略)</p>
<p>別表第29</p> <p>固相抽出—誘導体化—ガスクロマトグラフ—質量分析法</p> <p>ここで対象とする項目は、フェノール類である。</p> <p>1 試薬</p> <p>(1)~(15) (略)</p> <p>(16) でんぷん溶液 <u>別表第13の1(14)の例による。</u></p> <p>(17)・(18) (略)</p> <p>(19) ヨウ素酸カリウム溶液 (0.017mol/L) <u>別表第13の1(12)の例による。</u></p> <p>(20) (略)</p> <p>(21) チオ硫酸ナトリウム溶液 (0.1mol/L) <u>別表第13の1(15)の例による。</u></p>	<p>別表第29</p> <p>固相抽出—誘導体化—ガスクロマトグラフ—質量分析法</p> <p>ここで対象とする項目は、フェノール類である。</p> <p>1 試薬</p> <p>(1)~(15) (略)</p> <p>(16) でんぷん溶液 <u>別表第19の1(9)の例による。</u></p> <p>(17)・(18) (略)</p> <p>(19) ヨウ素酸カリウム溶液 (0.017mol/L) <u>別表第19の1(6)の例による。</u></p> <p>(20) (略)</p> <p>(21) チオ硫酸ナトリウム溶液 (0.1mol/L) <u>別表第19の1(10)の例による。</u></p>

<p>(22)～(24) (略)</p> <p>2～7 (略)</p>	<p>(22)～(24) (略)</p> <p>2～7 (略)</p>
<p>別表第 29 の 2</p> <p>固相抽出—液体クロマトグラフ—質量分析法</p> <p>ここで対象とする項目は、フェノール類である。</p> <p>1 試薬</p> <p>(1)～(10) (略)</p> <p>(11) でんぷん溶液</p> <p><u>別表第 13 の 1 (14) の例による。</u></p> <p>(12)・(13) (略)</p> <p>(14) ヨウ素酸カリウム溶液 (0.017mol/L)</p> <p><u>別表第 13 の 1 (12) の例による。</u></p> <p>(15) (略)</p> <p>(16) チオ硫酸ナトリウム溶液 (0.1mol/L)</p> <p><u>別表第 13 の 1 (15) の例による。</u></p> <p>(17)～(19) (略)</p> <p>2～7 (略)</p>	<p>別表第 29 の 2</p> <p>固相抽出—液体クロマトグラフ—質量分析法</p> <p>ここで対象とする項目は、フェノール類である。</p> <p>1 試薬</p> <p>(1)～(10) (略)</p> <p>(11) でんぷん溶液</p> <p><u>別表第 19 の 1 (9) の例による。</u></p> <p>(12)・(13) (略)</p> <p>(14) ヨウ素酸カリウム溶液 (0.017mol/L)</p> <p><u>別表第 19 の 1 (6) の例による。</u></p> <p>(15) (略)</p> <p>(16) チオ硫酸ナトリウム溶液 (0.1mol/L)</p> <p><u>別表第 19 の 1 (10) の例による。</u></p> <p>(17)～(19) (略)</p> <p>2～7 (略)</p>
<p>別表第 30～別表第 44 (略)</p>	<p>別表第 30～別表第 44 (略)</p>