

健水発第 0330001 号
平成 18 年 3 月 30 日

各

都 道 府 県
保 健 所 設 置 市
特 別 区

 水道行政担当部（局）長 殿

厚生労働省健康局水道課長

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の一部を改正する件、資機材等の材質に関する試験の一部を改正する件及び給水装置の構造及び材質の基準に係る試験の一部を改正する件等について

水質基準に関する省令（平成 15 年厚生労働省令第 101 号）に定める項目に係る検査方法については、水質基準に関する省令の規定に基づき厚生労働大臣が定める方法（平成 15 年厚生労働省告示第 261 号。以下「検査方法告示」という。）により定められているところであり、資機材等の材質に関する試験（平成 12 年厚生省告示第 45 号）及び給水装置の構造及び材質の基準に係る試験（平成 9 年厚生省告示第 111 号）については、従前より検査方法告示との整合を図りつつ、試験方法が定められてきたところである。

今般、新たな知見や情報等を踏まえ、検査方法の一部が改正されることとなり、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の一部を改正する件（平成 18 年厚生労働省告示第 191 号）、資機材等の材質に関する試験の一部を改正する件（平成 18 年厚生労働省告示第 192 号）及び給水装置の構造及び材質の基準に係る試験の一部を改正する件（平成 18 年厚生労働省告示第 193 号）が平成 18 年 3 月 30 日に公布され、平成 18 年 4 月 1 日から適用されることとなったので、貴管内の水道事業者等関係者に対する本件の周知方、よろしく願いたい。

また、検査方法告示等の一部改正に伴い、関係通知について下記のとおり改正し、平成 18 年 4 月 1 日付けをもって適用することとしたので、あわせて通知する。

記

- 1 厚生労働省健康局水道課長通知「水質基準に関する省令の制定及び水道法施行規則の一部改正等並びに水道水質管理における留意事項について」（平成 15 年 10 月 10 日付健水発第 1010001 号）の一部改正について
 - (1) 別添 4 の表紙及び目次中「平成 17 年 11 月 1 日」を「平成 18 年 3 月 30 日」に、「平成 17 年厚生労働省告示第 125 号」を「平成 18 年厚生労働省告示第 191 号」に改めること。

- (2) 別添4の目標2の第2の4(1)に後段として次のように加えること。
 なお、内部標準液は、分析装置による自動添加でもよい。
- (3) 別添4の目標2の第2の5に後段として次のように加えること。
 なお、内部標準液の添加は、試験溶液と同様とする。
- (4) 別添4の目標3の第2の4(1)に後段として次のように加えること。
 なお、内部標準液は、前処理の任意の段階での添加又は分析装置による自動添加でもよい。
- (5) 別添4の目標3の第2の5に後段として次のように加えること。
 なお、内部標準液の添加は、試験溶液と同様とする。
- (6) 別添4の別添方法1の1(4)中「別表第14の1(4)」を「別表第15の1(5)」に改めること。
- (7) 別添4の別添方法1の1(5)中「別表第14の1(5)」を「別表第15の1(6)」に改めること。
- (8) 別添4の別添方法2の1(5)中「別表第14の1(4)」を「別表第15の1(5)」に改めること。
- (9) 別添4の別添方法2の1(6)中「別表第14の1(5)」を「別表第15の1(6)」に改めること。
- (10) 別添4の別添方法2の4(2)中「、セプタムを通して」を削ること。
- (11) 別添4の別添方法4の4(1)に後段として次のように加えること。
 なお、混合内部標準液は、前処理の任意の段階での添加又は分析装置による自動添加でもよい。
- (12) 別添4の別添方法4の5に後段として次のように加えること。
 なお、混合内部標準液の添加は、試験溶液と同様とする。
- (13) 別添4の別添方法7の1(5)中「別表第14の1(4)」を「別表第15の1(5)」に改めること。
- (14) 別添4の別添方法7の1(6)中「別表第14の1(5)」を「別表第15の1(6)」に改めること。
- (15) 別添4の別添方法8の1(6)中「別表第14の1(4)」を「別表第15の1(5)」に改めること。
- (16) 別添4の別添方法8の1(7)中「別表第14の1(5)」を「別表第15の1(6)」に改めること。
- (17) 別添4の別添方法8の4(2)中「、セプタムを通して」を削ること。
- (18) 別添5の表14の項を次のように改めること。

14	1,4-ジオキサン	0.05mg/L以下	PT-GC-MS法	20%
			固相抽出-GC-MS法	20%

2 厚生省生活衛生局水道環境部水道整備課長通知「水道用薬品の評価のための試験方法ガイドラインについて」（平成12年3月31日付衛水第21号）の一部改正について

- (1) 別添の表紙中「平成 17 年 3 月一部改正」を「最終改正平成 18 年 3 月」に改めること。
- (2) 別添の 1 中「平成 17 年 3 月」を「平成 18 年 3 月」に、「平成 17 年厚生労働省告示第 125 号」を「平成 18 年厚生労働省告示第 191 号」に、「平成 16 年度」を「平成 15、16 年度」に改めること。
- (3) 別添の 7 の 7.1 の表 2 カドミウム及びその化合物の項中「平成 17 厚生労働省告示第 125 号」を「平成 18 年厚生労働省告示第 191 号」に改めること。
- (4) 別添の 7 の 7.1 の表 2 1,4-ジオキサンの項中「固相抽出ーガスクロマトグラフー質量分析法」を「ページ・トラップーガスクロマトグラフー質量分析法又は固相抽出ーガスクロマトグラフー質量分析法」に改めること。
- (5) 別添の 7 の 7.1 の表 2 1,2-ジクロロエタンの項中「方法」の次に「（最終改正平成 18 年 3 月 30 日付け健水発第 0330001 号）」を加えること。
- (6) 別添の 7 の 7.1 の表 2 1,1-ジクロロエチレンの項中「平成 17 年厚生労働省告示第 125 号」を「平成 18 年厚生労働省告示第 191 号」に改めること。
- (7) 別添の 7 の 7.1 の表 2 1,1,2-トリクロロエタンの項中「方法」の次に「（最終改正平成 18 年 3 月 30 日付け健水発第 0330001 号）」を加えること。
- (8) 別添の 7 の 7.1 の表 2 トリクロロエチレンの項中「平成 17 年 3 月 30 日厚生労働省告示第 125 号」を「平成 18 年厚生労働省告示第 191 号」に改めること。
- (9) 別添の 7 の 7.1 の表 2 ニッケル及びその化合物の項中「方法」の次に「（最終改正平成 18 年 3 月 30 日付け健水発第 0330001 号）」を加えること。
- (10) 別添の 7 の 7.1 の表 2 ウラン及びその化合物の項中「方法」の次に「（最終改正平成 18 年 3 月 30 日付け健水発第 0330001 号）」を加えること。
- (11) 別添の 7 の 7.1 の表 2 二酸化塩素の項中「方法」の次に「（最終改正平成 18 年 3 月 30 日付け健水発第 0330001 号）」を加えること。
- (12) 別添の 7 の 7.2.4 の 2 (3)カ中「電子衝撃イオン化電圧(E I)」を「電子衝撃イオン化(E I)電圧」に改めること。
- (13) 別添の参考資料の参考資料表 1 シアン化物イオン及び塩化シアンの項次亜塩素酸ナトリウムの欄に「○」を加えること。

3 厚生労働省健康局水道課長通知「水道施設の技術的基準を定める省令の一部を改正する省令及び資機材等の材質に関する試験の一部改正について」（平成 16 年 2 月 9 日付健水発第 0209001 号。以下「資機材通知」という。）の一部改正について

資機材通知の別添 1 の表 1、表 2 及び別紙方法 1 から別紙方法 5 までを本通知の別添 1 のとおり改めること。

4 厚生労働省健康局水道課長通知「給水装置の構造及び材質の基準に関する省令の一部を改正する省令及び給水装置の構造及び材質の基準に係る試験の一部改正について」（平成 16 年 2 月 9 日付健水発第 0209003 号。以下「給水装置通知」という。）の一

部改正について

給水装置通知の別添 1 の表 1、表 2 及び別紙方法 1 から別紙方法 5 までを本通知の別添 2 のとおり改めること。

(参考資料)

参考 1 水質基準に関する規定に基づき厚生労働大臣が定める方法(平成 15 年厚生労働省告示第 261 号)の主な改正事項

参考 2 資機材等の材質に関する試験(平成 12 年厚生省告示第 45 号)の改正事項

参考 3 給水装置の構造及び材質の基準に係る試験(平成 9 年厚生省告示第 111 号)の改正事項

表 1 浸出用液の調製における水質の確認方法

pH値	水質基準に関する省令の規定に基づき厚生労働大臣の定める方法(平成15年厚生労働省告示261号。以下「基準検査方法告示」という。)の別表第31に定める方法
カルシウム、マグネシウム等(硬度)	基準検査方法告示の別表第4、同別表第5、同別表第20又は同別表第22に定める方法
アルカリ度	別紙方法1に定める方法
残留塩素	「水道法施行規則第17条第2項の規定に基づき厚生労働大臣が定める遊離残留塩素及び結合残留塩素の検査方法(平成15年厚生労働省告示318号)」の別表第1、同別表第2又は同別表第3に定める方法

表 2 浸出液の分析方法

カドミウム及びその化合物	基準検査方法告示の別表第3、同別表第4、同別表第5又は同別表第6に定める方法
水銀及びその化合物	基準検査方法告示の別表第7に定める方法
セレン及びその化合物	基準検査方法告示の別表第3、同別表第6、同別表第8又は同別表第9に定める方法
鉛及びその化合物	基準検査方法告示の別表第3、同別表第5又は同別表第6に定める方法
ヒ素及びその化合物	基準検査方法告示の別表第3、同別表第6、同別表第10又は同別表第11に定める方法
六価クロム化合物	基準検査方法告示の別表第3、同別表第4、同別表第5又は同別表第6に定める方法
シアン化物イオン及び塩化シアン	基準検査方法告示の別表第12に定める方法(※)
硝酸態窒素及び亜硝酸態窒素	基準検査方法告示の別表第13に定める方法
フッ素及びその化合物	基準検査方法告示の別表第13に定める方法
ホウ素及びその化合物	基準検査方法告示の別表第5又は同別表第6に定める方法
四塩化炭素	基準検査方法告示の別表第14又は同別表第15に定める方法
1,4-ジオキサン	基準検査方法告示の別表第14又は同別表第16に定める方法

1, 2-ジクロロエタン	「水質基準に関する省令の制定及び水道法施行規則の一部改正等並びに水道水質管理における留意事項について」(平成15年10月10日健発第1010001号厚生労働省健康局水道課長通知。以下「水質基準等改正通知」という。)の別添方法1及び同別添方法2に定める方法
1, 1-ジクロロエチレン	基準検査方法告示の別表第14又は同別表第15に定める方法
シス-1, 2-ジクロロエチレン	基準検査方法告示の別表第14又は同別表第15に定める方法
ジクロロメタン	基準検査方法告示の別表第14又は同別表第15に定める方法
テトラクロロエチレン	基準検査方法告示の別表第14又は同別表第15に定める方法
1, 1, 2-トリクロロエタン	水質基準等改正通知の別添方法1又は同別添方法2に定める方法
トリクロロエチレン	基準検査方法告示の別表第14又は同別表第15に定める方法
ベンゼン	基準検査方法告示の別表第14又は同別表第15に定める方法
ホルムアルデヒド	基準検査方法告示の別表第19に定める方法
亜鉛及びその化合物	基準検査方法告示の別表第3、同別表第4、同別表第5又は同別表第6に定める方法
アルミニウム及びその化合物	基準検査方法告示の別表第3、同別表第5又は同別表第6に定める方法
鉄及びその化合物	基準検査方法告示の別表第3、同別表第4又は同別表第5に定める方法
銅及びその化合物	基準検査方法告示の別表第3、同別表第4、同別表第5又は同別表第6に定める方法
ナトリウム及びその化合物	基準検査方法告示の別表第3、同別表第4、同別表第5又は同別表第20に定める方法
マンガン及びその化合物	基準検査方法告示の別表第3、同別表第4、同別表第5又は同別表第6に定める方法
塩化物イオン	基準検査方法告示の別表第13又は同別表第21に定める方法
蒸発残留物	基準検査方法告示の別表第23に定める方法
陰イオン界面活性剤	基準検査方法告示の別表第24に定める方法 (※)
非イオン界面活性剤	基準検査方法告示の別表第28に定める方法
フェノール類	基準検査方法告示の別表第29に定める方法 (※)

有機物（全有機炭素（TOC）の量）	基準検査方法告示の別表第30に定める方法
味	基準検査方法告示の別表第33に定める方法
臭気	基準検査方法告示の別表第34に定める方法
色度	基準検査方法告示の別表第35又は同別表第36に定める方法
濁度	基準検査方法告示の別表第38、同別表第39又は同別表第41に定める方法
エピクロロヒドリン	別紙方法2に定める方法
アミン類	別紙方法4に定める方法
2, 4-トルエンジアミン	別紙方法5に定める方法
2, 6-トルエンジアミン	別紙方法5に定める方法
酢酸ビニル	別紙方法2又は別紙方法3に定める方法
スチレン	別紙方法2又は別紙方法3に定める方法
1, 2-ブタジエン	別紙方法2又は別紙方法3に定める方法
1, 3-ブタジエン	別紙方法2又は別紙方法3に定める方法
N, N-ジメチルアニリン	別紙方法2又は別紙方法3に定める方法
有機物等（過マンガン酸カリウム消費量）	基準検査方法告示の別表第45に定める方法

※ 平成19年3月31日までの間は、「基準検査方法告示の別表第12」とあるのは「基準検査方法告示の別表第12又は同別表第46」と、「基準検査方法告示の別表第24」とあるのは「基準検査方法告示の別表第24又は同別表第47」、「基準検査方法告示の別表第29」とあるのは「基準検査方法告示の別表第29又は同別表第48」とする。

滴定法

ここで対象とする項目は、アルカリ度である。

1 試 薬

(1) MR 混合溶液

メチルレッド 0.02g 及びブロモクレゾールグリーン 0.1g をエチルアルコール (95v/v%) に溶かして 100ml としたもの
この溶液の有効期間は約 1 か月である。

(2) 炭酸ナトリウム溶液 (0.05mol/L)

炭酸ナトリウム 5.299g を精製水に溶かして 1L としたもの

(3) 硫酸 (0.05mol/L)

硫酸 3ml を精製水約 100ml 中に徐々に加えて、冷後、精製水を加えて 1L としたもの

なお、次に定める操作により硫酸 (0.05mol/L) のファクター (f) を求める。

炭酸ナトリウム溶液 (0.05mol/L) 25ml を白磁皿に採り、数滴の MR 混合溶液を指示薬として加え、硫酸 (0.05mol/L) を用いて液が赤紫色を呈するまで滴定する。別に、同様に操作して空試験を行い、補正した硫酸 (0.05mol/L) の ml 数 a から次式によりファクターを算定する。

$$\text{ファクター (f)} = 25/a$$

(4) 硫酸 (0.01mol/L)

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

(5) チオ硫酸ナトリウム溶液 (3g/L)

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

4 試験操作

検水 100ml を白磁皿に採り、数滴の MR 混合溶液を加え、硫酸 (0.01mol/L) を用いて液が赤紫色を呈するまで滴定する。これに要した硫酸 (0.01mol/L) の ml 数 b から次式により検水中のアルカリ度 (mg/L) を算定する。

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

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

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

1 試 薬

(1) アスコルビン酸ナトリウム

(2) 精製水

測定対象成分を含まないもの

(3) メチルアルコール

測定対象成分を含まないもの

(4) 内部標準原液

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

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

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

(5) 内部標準液

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

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

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

この溶液は、使用の都度調製する。

(6) 標準原液

エピクロロヒドリン、酢酸ビニル、スチレン、1,2-ブタジエン、1,3-ブタジエン及びN,N-ジメチルアニリンのそれぞれ0.500gについて、メチルアルコール少量を入れた別々のメスフラスコに採り、メチルアルコールを加えて10mlとしたもの

これらの溶液1mlは、エピクロロヒドリン、酢酸ビニル、スチレン、1,2-ブタジエン、1,3-ブタジエン及びN,N-ジメチルアニリンをそれぞれ50mg含む。

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

(7) 混合標準液

エピクロロヒドリン、酢酸ビニル、スチレン、1,2-ブタジエン、1,3-ブタジエン及びN,N-ジメチルアニリンのそれぞれの標準原液1mlずつをメチルアルコール10mlを入れたメスフラスコに採り、メチルアルコールを加えて100mlとしたもの

この溶液 1ml は、エピクロロヒドリン、酢酸ビニル、スチレン、1,2-ブタジエン、1,3-ブタジエン及びN,N-ジメチルアニリンをそれぞれ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) ねじ口ガラス瓶

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

30~40°Cに保持できるもの

ウ トラップ管

内径2mm 以上、長さ5~30 cm 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、活性炭、シリカゲルを3層に充填したもの又はこれと同等以上の性能を有するもの

エ 脱着装置

トラップ管を180~200°C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0.32~0.53mm の熔融シリカ管で、-140~-160°C程度に冷却でき、かつ200°C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ィー質量分析計

ア 分離カラム

内径0.20~0.53mm、長さ60~75m の熔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1 μ m 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°Cから毎分5°Cの速度で上昇させて180°Cとし、更に毎分15°Cの速度で上昇させ、250°Cを1分間保持できるもの

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

電子衝撃イオン化(EI)電圧を70Vにしたもの

オ キャリアーガス

純度99.999v/v%以上のヘリウムガス

3 試料の採取及び保存

試料は、精製水で洗浄したねじロガラス瓶に泡立てないように採取し、満水にして直ちに密栓し、速やかに試験する。速やかに試験できない場合は、冷蔵保存する。

なお、残留塩素が含まれている場合には、残留塩素 1mg に対してアスコルビン酸ナトリウム 0.01~0.02g を加える。

4 試験操作

検水(検水に含まれるそれぞれの対照物質の濃度が表 1 に示す濃度範囲の上限値を超える場合には、同表に示す濃度範囲になるように精製水を加えて調製したものを)をパージ容器に採り、内部標準液 B を検水 5ml に対して 2 μ l の割合で注入する。次いで、ページ・トラップ装置及びガスクロマトグラフィー質量分析計を操作し、表 1 に示すそれぞれの対象項目と内部標準物質とのフラグメントイオンのピーク高さ又はピーク面積の比を求め、下記 5 により作成した検量線から検水中のそれぞれの対象項目の濃度を算定する。

5 検量線の作成

混合標準液を段階的に少量のメチルアルコールを入れたメスフラスコに採り、それぞれに内部標準液 A を 1ml 加え、更にメチルアルコールを加えて 10ml とする。精製水を上記 4 と同様に採り、これに段階的に調製した溶液を精製水 5ml に対して 2 μ l の割合で注入する。以下、上記 4 と同様に操作して、それぞれの対象項目と内部標準物質とのフラグメントイオンのピーク高さ又はピーク面積の比を求め、それぞれの対象項目の濃度との関係を求める。

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

ヘッドスペースーガスクロマトグラフー質量分析法(HS-GC-MS法)

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

1 試薬

- (1) アスコルビン酸ナトリウム
- (2) 精製水
PT-GC-MS法の1の(2)の例による。
- (3) メチルアルコール
PT-GC-MS法の1の(3)の例による。
- (4) 塩化ナトリウム
測定対象成分を含まないもの
- (5) 内部標準原液
PT-GC-MS法の1の(4)の例による。
- (6) 内部標準液
PT-GC-MS法の1の(5)の例による。
- (7) 標準原液
PT-GC-MS法の1の(6)の例による。
- (8) 混合標準液
PT-GC-MS法の1の(7)の例による。

2 器具及び装置

- (1) ねじロガラス瓶
PT-GC-MS法の2の(1)の例による。
- (2) アンプル
PT-GC-MS法の2の(2)の例による。
- (3) バイアル
容量10~100mlのもの
- (4) セブタム
- (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) アルミキャップ
- (7) アルミキャップ締め器
- (8) 恒温槽
60~80°Cに保持できるもの
- (9) ガスクロマトグラフー質量分析計
 - ア 試料導入部
150~250°Cにしたもの
 - イ 分離カラム

PT-GC-MS法の2の(4)アの例による。

ウ 分離カラムの温度

PT-GC-MS法の2の(4)イの例による。

エ 検出器

PT-GC-MS法の2の(4)ウの例による。

オ イオン化電圧

PT-GC-MS法の2の(4)エの例による。

カ キャリヤーガス

PT-GC-MS法の2の(4)オの例による。

3 試料の採取及び保存

PT-GC-MS法の3の例による。

4 試験操作

(1) 前処理

バイアルに塩化ナトリウムを検水量 10ml に対して 3g を入れた後、検水(検水に含まれるそれぞれの対照物質の濃度が表 2 に示す濃度範囲の上限値を超える場合には、同表に示す濃度範囲になるように精製水を加えて調製したもの)をバイアル容量に対して 0.70~0.85 となるように採り、内部標準液Bを検水 10ml に対して 2 μ l の割合で注入する。直ちにポリテトラフルオロエチレンシート、セプタム、アルミキャップをのせ、アルミキャップ締め器で固定する。次いで、バイアルを振り混ぜた後、恒温槽で 15 分間以上静置し、これを試験溶液とする。

(2) 分析

上記(1)で得られた試験溶液の気相の一定量をガスクロマトグラフィー質量分析計に注入し、表 2 に示すそれぞれの対象項目と内部標準物質とのフラグメントイオンのピーク高さ又はピーク面積の比を求め、下記 5 により作成した検量線から試験溶液中のそれぞれの対象項目の濃度を求め、検水中のそれぞれの対象項目の濃度を算定する。

5 検量線の作成

混合標準液を段階的に少量のメチルアルコールを入れたメスフラスコに採り、それぞれに内部標準液Aを 1ml 加え、更にメチルアルコールを加えて 10ml とする。精製水を上記 4 (1)と同様に採り、これに段階的に調製した溶液を精製水 10ml に対して 2 μ l の割合で注入する。以下上記 4 (1)及び(2)と同様に操作して、それぞれの対象項目と内部標準物質とのフラグメントイオンのピーク高さ又はピーク面積の比を求め、それぞれの対象項目の濃度との関係を求める。

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

4	1,3-ブタジエン	54、39	0.0001~0.001
5	N,N-ジメチルアニリン	120、77	0.001 ~0.01
内部標 準物質	フルオロベンゼン	96、97	
	4-ブロモフルオロベンゼン	95、174、176	

吸光光度法

ここで対象とする項目は、アミン類である。

1 試薬

- (1) アスコルビン酸ナトリウム
- (2) ホウ酸ナトリウム溶液(1w/v%)
ホウ酸ナトリウム(10 水塩) 20g を精製水で溶かして 1L としたもの
- (3) TNBS 溶液
2,4,6-トリニトロベンゼンスルホン酸ナトリウム(2 水塩) 1.2g を精製水に溶かして 100ml としたもの
この溶液は、使用の都度調製する。
- (4) 塩化ナトリウム溶液(30w/v%)
塩化ナトリウム 300g を精製水に溶かして 1L としたもの
- (5) ジクロロメタン
- (6) アミン標準原液
トリエチレンテトラミン 1.000g をメスフラスコに採り、精製水に溶かして 1L としたもの
この溶液 1ml は、トリエチレンテトラミン 1mg を含む。
- (7) アミン標準液
アミン標準原液を精製水で 100 倍に薄めたもの
この溶液 1ml は、トリエチレンテトラミン 0.01mg を含む。
この溶液は、使用の都度調製する。

2 器具及び装置

- (1) ねじ口ガラス瓶
エピクロロヒドリン等(PT-GC-MS法)の2の(1)の例による。
- (2) スキープ型分液ロート
容量 300ml のもの
- (3) 光電分光光度計

3 試料の採取及び保存

エピクロロヒドリン等(PT-GC-MS法)の3の例による。

4 試験操作

(1) 前処理

検水 200ml(検水に含まれるアミンの濃度が 0.25mg/L を超える場合には、0.01~0.25mg/L となるように精製水を加えて 200ml に調製したもの)をスキープ型分液ロートに採り、ホウ酸ナトリウム溶液(1w/v%) 10ml を加え、更にTNBS溶液 5ml を加えて振り混ぜ、20 分間静置する。静置後、塩化ナトリウム溶液(30w/v%) 15ml 及びジクロロメタン 10ml を加えて 3 分間振り混ぜ、10 分間静置する。静置後、分離したジクロロメタン層は液層分離ろ紙でろ過し、ろ液を試験溶液とする。

(2) 分 析

上記(1)で得られた試験溶液の一部を吸収セル(10mm)に採り、光電分光光度計を用いて、検水と同様に操作した空試験液を対照として波長 415nm 付近あるいは 340nm 付近における吸光度を測定し、下記 5 により作成した検量線から試験溶液中のアミンの濃度を求め、検水中のアミンの濃度を算定する。

なお、波長 340nm 付近で測定する場合は、石英製吸収セルを使用する。

5 検量線の作成

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

固相抽出ーガスクロマトグラフー質量分析法

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

1 試 薬

- (1) アスコルビン酸ナトリウム
- (2) 水酸化ナトリウム溶液(0.4mol/L)
- (3) ヘプタフルオロ酪酸無水物
ガスクロマトグラフ(ECD)用
- (4) 炭酸水素ナトリウム溶液(1w/v%)
- (5) アセトン
- (6) メチルアルコール
- (7) ジクロロメタン
- (8) トルエンジアミン標準原液

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

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

この溶液は、冷蔵保存すれば約2週間は安定である。

- (9) トルエンジアミン標準液

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

この溶液1mlは、2,4-トルエンジアミン及び2,6-トルエンジアミンをそれぞれ0.001mg含む。

この溶液は、使用の都度調製する。

2 器具及び装置

- (1) 固相カラム

メタクリレートジビニルベンゼン共重合体(ポリメタクリレート系)を200~500mg詰めたもの又はこれと同等以上の性能を有するもの

- (2) ガスクロマトグラフー質量分析計

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15~60mの溶融シリカ製等のキャピラリーカラムで、内面にジメチルポリシロキサン等を0.1~0.5 μ mの厚さで被覆したもの又はこれと同等以上の分離性能を有するもの

ウ 分離カラムの温度

対象物質の最適分離条件に設定できるもの

例えば、60℃を2分間保持し、毎分12℃の速度で上昇させ、250℃を3分間保持できるもの

エ 検出器

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

オ インターフェース温度

機器の最適条件に設定する。

カ イオン化電圧

電子衝撃イオン化(EI)電圧を70Vにしたもの

キ イオン源温度

機器の最適条件に設定する。

ク キャリヤーガス

純度 99.999v/v%以上のヘリウムガス

3 試料の採取及び保存

試料は、精製水及びアセトンで洗浄した後、乾燥したガラス瓶に泡立てないように採取し、満水にして密栓した後、直ちに試験を行う。直ちに試験できない場合は、冷蔵保存し、速やかに試験を行う。

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

4 試験操作

(1) 前処理

固相カラムにジクロロメタン 5ml、メチルアルコール 5ml、精製水 5ml を順次注入する。次に、検水 200ml (検水に含まれるそれぞれの対象物質の濃度が 0.005mg/L を超える場合には、0.0005~0.005mg/L となるように精製水を加えて 200 ml に調製したもの)に水酸化ナトリウム溶液 (0.4mol/L) を加えて pH11 に調整したものを毎分 10~20ml の流量で固相カラムに流した後、30 分間以上吸引又は窒素を吹き付けて固相カラムを乾燥させる。次いで、固相カラムにジクロロメタン 5 ml を緩やかに流し、試験管に採る。試験管の溶出液にジクロロメタンを加えて正確に 5ml とする。これにヘプタフルオロ酪酸 25 μ l を加え、室温で 30 分間静置する。次に、反応させたジクロロメタン層を目盛り試験管に採り、炭酸水素ナトリウム溶液 (1w/v%) 5ml を加えて 2 分間振盪する。静置後、ジクロロメタン層を別の目盛り試験管に採り、無水硫酸ナトリウムを加えて脱水し、これを試験溶液とする。

(2) 分析

上記(1)で得られた試験溶液の一定量をガスクロマトグラフィー質量分析計に注入し、345、317 のフラグメントイオンのピーク高さ又はピーク面積を求め、下記(3)で求めた空試験のピーク高さ又はピーク面積を差し引いた後、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。

(3) 空試験

精製水 200ml を採り、以下上記(1)及び(2)と同様に操作してピーク高さ又はピーク面積を求める。

5 検量線の作成

トルエンジアミン標準液を段階的にメスフラスコに採り、それぞれに精製水を加えて 200ml とする。以下上記 4 (1)及び(2)と同様に操作して、それぞれの対象物質の濃度とピーク高さ又はピーク面積との関係を求める。

表1 浸出用液の調製における水質の確認方法

pH値	水質基準に関する省令の規定に基づき厚生労働大臣の定める方法(平成15年厚生労働省告示261号。以下「基準検査方法告示」という。)の別表第31に定める方法
カルシウム、マグネシウム等(硬度)	基準検査方法告示の別表第4、同別表第5、同別表第20又は同別表第22に定める方法
アルカリ度	別紙方法1に定める方法
残留塩素	「水道法施行規則第17条第2項の規定に基づき厚生労働大臣が定める遊離残留塩素及び結合残留塩素の検査方法(平成15年厚生労働省告示318号)」の別表第1、同別表第2又は同別表第3に定める方法

表2 浸出液の分析方法

カドミウム及びその化合物	基準検査方法告示の別表第3、同別表第4、同別表第5又は同別表第6に定める方法
水銀及びその化合物	基準検査方法告示の別表第7に定める方法
セレン及びその化合物	基準検査方法告示の別表第3、同別表第6、同別表第8又は同別表第9に定める方法
鉛及びその化合物	基準検査方法告示の別表第3、同別表第5又は同別表第6に定める方法
ヒ素及びその化合物	基準検査方法告示の別表第3、同別表第6、同別表第10又は同別表第11に定める方法
六価クロム化合物	基準検査方法告示の別表第3、同別表第4、同別表第5又は同別表第6に定める方法
シアン化物イオン及び塩化シアン	基準検査方法告示の別表第12に定める方法(※)
硝酸態窒素及び亜硝酸態窒素	基準検査方法告示の別表第13に定める方法
フッ素及びその化合物	基準検査方法告示の別表第13に定める方法
ホウ素及びその化合物	基準検査方法告示の別表第5又は同別表第6に定める方法
四塩化炭素	基準検査方法告示の別表第14又は同別表第15に定める方法
1,4-ジオキサン	基準検査方法告示の別表第14又は同別表第16に定める方法

1, 2-ジクロロエタン	「水質基準に関する省令の制定及び水道法施行規則の一部改正等並びに水道水質管理における留意事項について」(平成15年10月10日健発第1010001号厚生労働省健康局水道課長通知。以下「水質基準等改正通知」という。)の別添方法1及び同別添方法2に定める方法
1, 1-ジクロロエチレン	基準検査方法告示の別表第14又は同別表第15に定める方法
シス-1, 2-ジクロロエチレン	基準検査方法告示の別表第14又は同別表第15に定める方法
ジクロロメタン	基準検査方法告示の別表第14又は同別表第15に定める方法
テトラクロロエチレン	基準検査方法告示の別表第14又は同別表第15に定める方法
1, 1, 2-トリクロロエタン	水質基準等改正通知の別添方法1又は同別添方法2に定める方法
トリクロロエチレン	基準検査方法告示の別表第14又は同別表第15に定める方法
ベンゼン	基準検査方法告示の別表第14又は同別表第15に定める方法
ホルムアルデヒド	基準検査方法告示の別表第19に定める方法
亜鉛及びその化合物	基準検査方法告示の別表第3、同別表第4、同別表第5又は同別表第6に定める方法
アルミニウム及びその化合物	基準検査方法告示の別表第3、同別表第5又は同別表第6に定める方法
鉄及びその化合物	基準検査方法告示の別表第3、同別表第4又は同別表第5に定める方法
銅及びその化合物	基準検査方法告示の別表第3、同別表第4、同別表第5又は同別表第6に定める方法
ナトリウム及びその化合物	基準検査方法告示の別表第3、同別表第4、同別表第5又は同別表第20に定める方法
マンガン及びその化合物	基準検査方法告示の別表第3、同別表第4、同別表第5又は同別表第6に定める方法
塩化物イオン	基準検査方法告示の別表第13又は同別表第21に定める方法
蒸発残留物	基準検査方法告示の別表第23に定める方法
陰イオン界面活性剤	基準検査方法告示の別表第24に定める方法 (※)
非イオン界面活性剤	基準検査方法告示の別表第28に定める方法
フェノール類	基準検査方法告示の別表第29に定める方法 (※)

有機物（全有機炭素（TOC）の量）	基準検査方法告示の別表第30に定める方法
味	基準検査方法告示の別表第33に定める方法
臭気	基準検査方法告示の別表第34に定める方法
色度	基準検査方法告示の別表第35又は同別表第36に定める方法
濁度	基準検査方法告示の別表第38、同別表第39又は同別表第41に定める方法
エピクロロヒドリン	別紙方法2に定める方法
アミン類	別紙方法4に定める方法
2，4-トルエンジアミン	別紙方法5に定める方法
2，6-トルエンジアミン	別紙方法5に定める方法
酢酸ビニル	別紙方法2又は別紙方法3に定める方法
スチレン	別紙方法2又は別紙方法3に定める方法
1，2-ブタジエン	別紙方法2又は別紙方法3に定める方法
1，3-ブタジエン	別紙方法2又は別紙方法3に定める方法
有機物等（過マンガン酸カリウム消費量）	基準検査方法告示の別表第45に定める方法

※ 平成19年3月31日までの間は、「基準検査方法告示の別表第12」とあるのは「基準検査方法告示の別表第12又は同別表第46」と、「基準検査方法告示の別表第24」とあるのは「基準検査方法告示の別表第24又は同別表第47」、「基準検査方法告示の別表第29」とあるのは「基準検査方法告示の別表第29又は同別表第48」とする。

滴定法

ここで対象とする項目は、アルカリ度である。

1 試 薬

(1) MR 混合溶液

メチルレッド 0.02g 及びブロモクレゾールグリーン 0.1g をエチルアルコール (95v/v%) に溶かして 100ml としたもの

この溶液の有効期間は約 1 か月である。

(2) 炭酸ナトリウム溶液 (0.05mol/L)

炭酸ナトリウム 5.299g を精製水に溶かして 1L としたもの

(3) 硫酸 (0.05mol/L)

硫酸 3ml を精製水約 100ml 中に徐々に加えて、冷後、精製水を加えて 1L としたもの

なお、次に定める操作により硫酸 (0.05mol/L) のファクター (f) を求める。

炭酸ナトリウム溶液 (0.05mol/L) 25ml を白磁皿に採り、数滴の MR 混合溶液を指示薬として加え、硫酸 (0.05mol/L) を用いて液が赤紫色を呈するまで滴定する。別に、同様に操作して空試験を行い、補正した硫酸 (0.05mol/L) の ml 数 a から次式によりファクターを算定する。

$$\text{ファクター (f)} = 25/a$$

(4) 硫酸 (0.01mol/L)

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

(5) チオ硫酸ナトリウム溶液 (3g/L)

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。

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

4 試験操作

検水 100ml を白磁皿に採り、数滴の MR 混合溶液を加え、硫酸 (0.01mol/L) を用いて液が赤紫色を呈するまで滴定する。これに要した硫酸 (0.01mol/L) の ml 数 b から次式により検水中のアルカリ度 (mg/L) を算定する。

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

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

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

1 試 薬

(1) アスコルビン酸ナトリウム

(2) 精製水

測定対象成分を含まないもの

(3) メチルアルコール

測定対象成分を含まないもの

(4) 内部標準原液

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

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

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

(5) 内部標準液

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

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

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

この溶液は、使用の都度調製する。

(6) 標準原液

エピクロロヒドリン、酢酸ビニル、スチレン、1,2-ブタジエン、1,3-ブタジエン及びN,N-ジメチルアニリンのそれぞれ0.500gについて、メチルアルコール少量を入れた別々のメスフラスコに採り、メチルアルコールを加えて10mlとしたもの

これらの溶液1mlは、エピクロロヒドリン、酢酸ビニル、スチレン、1,2-ブタジエン、1,3-ブタジエン及びN,N-ジメチルアニリンをそれぞれ50mg含む。

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

(7) 混合標準液

エピクロロヒドリン、酢酸ビニル、スチレン、1,2-ブタジエン、1,3-ブタジエン及びN,N-ジメチルアニリンのそれぞれの標準原液1mlずつをメチルアルコール10mlを入れたメスフラスコに採り、メチルアルコールを加えて100mlとしたもの

この溶液 1ml は、エピクロロヒドリン、酢酸ビニル、スチレン、1,2-ブタジエン、1,3-ブタジエン及びN,N-ジメチルアニリンをそれぞれ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) ねじ口ガラス瓶

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

30~40°Cに保持できるもの

ウ トラップ管

内径2mm 以上、長さ5~30 cm 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、活性炭、シリカゲルを3層に充填したもの又はこれと同等以上の性能を有するもの

エ 脱着装置

トラップ管を180~200°C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0.32~0.53mm の熔融シリカ管で、-140~-160°C程度に冷却でき、かつ200°C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ィー質量分析計

ア 分離カラム

内径0.20~0.53mm、長さ60~75m の熔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1 μ m 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°Cから毎分5°Cの速度で上昇させて180°Cとし、更に毎分15°Cの速度で上昇させ、250°Cを1分間保持できるもの

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

電子衝撃イオン化(EI)電圧を70Vにしたもの

オ キャリアーガス

純度99.999v/v%以上のヘリウムガス

3 試料の採取及び保存

試料は、精製水で洗浄したねじロガラス瓶に泡立てないように採取し、満水にして直ちに密栓し、速やかに試験する。速やかに試験できない場合は、冷蔵保存する。

なお、残留塩素が含まれている場合には、残留塩素 1mg に対してアスコルビン酸ナトリウム 0.01~0.02g を加える。

4 試験操作

検水(検水に含まれるそれぞれの対照物質の濃度が表 1 に示す濃度範囲の上限値を超える場合には、同表に示す濃度範囲になるように精製水を加えて調製したものを)をパージ容器に採り、内部標準液 B を検水 5ml に対して 2 μ l の割合で注入する。次いで、ページ・トラップ装置及びガスクロマトグラフィー質量分析計を操作し、表 1 に示すそれぞれの対象項目と内部標準物質とのフラグメントイオンのピーク高さ又はピーク面積の比を求め、下記 5 により作成した検量線から検水中のそれぞれの対象項目の濃度を算定する。

5 検量線の作成

混合標準液を段階的に少量のメチルアルコールを入れたメスフラスコに採り、それぞれに内部標準液 A を 1ml 加え、更にメチルアルコールを加えて 10ml とする。精製水を上記 4 と同様に採り、これに段階的に調製した溶液を精製水 5ml に対して 2 μ l の割合で注入する。以下、上記 4 と同様に操作して、それぞれの対象項目と内部標準物質とのフラグメントイオンのピーク高さ又はピーク面積の比を求め、それぞれの対象項目の濃度との関係を求める。

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

ヘッドスペースーガスクロマトグラフー質量分析法(HS-GC-MS法)

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

1 試薬

- (1) アスコルビン酸ナトリウム
- (2) 精製水
PT-GC-MS法の1の(2)の例による。
- (3) メチルアルコール
PT-GC-MS法の1の(3)の例による。
- (4) 塩化ナトリウム
測定対象成分を含まないもの
- (5) 内部標準原液
PT-GC-MS法の1の(4)の例による。
- (6) 内部標準液
PT-GC-MS法の1の(5)の例による。
- (7) 標準原液
PT-GC-MS法の1の(6)の例による。
- (8) 混合標準液
PT-GC-MS法の1の(7)の例による。

2 器具及び装置

- (1) ねじロガラス瓶
PT-GC-MS法の2の(1)の例による。
- (2) アンプル
PT-GC-MS法の2の(2)の例による。
- (3) バイアル
容量10~100mlのもの
- (4) セブタム
- (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) アルミキャップ
- (7) アルミキャップ締め器
- (8) 恒温槽
60~80°Cに保持できるもの
- (9) ガスクロマトグラフー質量分析計
 - ア 試料導入部
150~250°Cにしたもの
 - イ 分離カラム

PT-GC-MS法の2の(4)アの例による。

ウ 分離カラムの温度

PT-GC-MS法の2の(4)イの例による。

エ 検出器

PT-GC-MS法の2の(4)ウの例による。

オ イオン化電圧

PT-GC-MS法の2の(4)エの例による。

カ キャリアーガス

PT-GC-MS法の2の(4)オの例による。

3 試料の採取及び保存

PT-GC-MS法の3の例による。

4 試験操作

(1) 前処理

バイアルに塩化ナトリウムを検水量 10ml に対して 3g を入れた後、検水(検水に含まれるそれぞれの対照物質の濃度が表 2 に示す濃度範囲の上限値を超える場合には、同表に示す濃度範囲になるように精製水を加えて調製したもの)をバイアル容量に対して 0.70~0.85 となるように採り、内部標準液Bを検水 10ml に対して 2 μ l の割合で注入する。直ちにポリテトラフルオロエチレンシート、セプタム、アルミキャップをのせ、アルミキャップ締め器で固定する。次いで、バイアルを振り混ぜた後、恒温槽で 15 分間以上静置し、これを試験溶液とする。

(2) 分析

上記(1)で得られた試験溶液の気相の一定量をガスクロマトグラフィー質量分析計に注入し、表 2 に示すそれぞれの対象項目と内部標準物質とのフラグメントイオンのピーク高さ又はピーク面積の比を求め、下記 5 により作成した検量線から試験溶液中のそれぞれの対象項目の濃度を求め、検水中のそれぞれの対象項目の濃度を算定する。

5 検量線の作成

混合標準液を段階的に少量のメチルアルコールを入れたメスフラスコに採り、それぞれに内部標準液Aを 1ml 加え、更にメチルアルコールを加えて 10ml とする。精製水を上記 4 (1)と同様に採り、これに段階的に調製した溶液を精製水 10ml に対して 2 μ l の割合で注入する。以下上記 4 (1)及び(2)と同様に操作して、それぞれの対象項目と内部標準物質とのフラグメントイオンのピーク高さ又はピーク面積の比を求め、それぞれの対象項目の濃度との関係を求める。

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

4	1,3-ブタジエン	54、39	0.0001~0.001
5	N,N-ジメチルアニリン	120、77	0.001 ~0.01
内部標 準物質	フルオロベンゼン	96、97	
	4-ブロモフルオロベンゼン	95、174、176	

吸光光度法

ここで対象とする項目は、アミン類である。

1 試薬

- (1) アスコルビン酸ナトリウム
- (2) ホウ酸ナトリウム溶液(1w/v%)
ホウ酸ナトリウム(10水塩)20gを精製水で溶かして1Lとしたもの
- (3) TNBS溶液
2,4,6-トリニトロベンゼンスルホン酸ナトリウム(2水塩)1.2gを精製水に溶かして100mlとしたもの
この溶液は、使用の都度調製する。
- (4) 塩化ナトリウム溶液(30w/v%)
塩化ナトリウム300gを精製水に溶かして1Lとしたもの
- (5) ジクロロメタン
- (6) アミン標準原液
トリエチレンテトラミン1.000gをメスフラスコに採り、精製水に溶かして1Lとしたもの
この溶液1mlは、トリエチレンテトラミン1mgを含む。
- (7) アミン標準液
アミン標準原液を精製水で100倍に薄めたもの
この溶液1mlは、トリエチレンテトラミン0.01mgを含む。
この溶液は、使用の都度調製する。

2 器具及び装置

- (1) ねじ口ガラス瓶
エピクロロヒドリン等(PT-GC-MS法)の2の(1)の例による。
- (2) スキープ型分液ロート
容量300mlのもの
- (3) 光電分光光度計

3 試料の採取及び保存

エピクロロヒドリン等(PT-GC-MS法)の3の例による。

4 試験操作

(1) 前処理

検水 200ml(検水に含まれるアミンの濃度が0.25mg/Lを超える場合には、0.01~0.25mg/Lとなるように精製水を加えて200mlに調製したもの)をスキープ型分液ロートに採り、ホウ酸ナトリウム溶液(1w/v%)10mlを加え、更にTNBS溶液5mlを加えて振り混ぜ、20分間静置する。静置後、塩化ナトリウム溶液(30w/v%)15ml及びジクロロメタン10mlを加えて3分間振り混ぜ、10分間静置する。静置後、分離したジクロロメタン層は液層分離ろ紙でろ過し、ろ液を試験溶液とする。

(2) 分 析

上記(1)で得られた試験溶液の一部を吸収セル(10mm)に採り、光電分光光度計を用いて、検水と同様に操作した空試験液を対照として波長 415nm 付近あるいは 340nm 付近における吸光度を測定し、下記 5 により作成した検量線から試験溶液中のアミンの濃度を求め、検水中のアミンの濃度を算定する。

なお、波長 340nm 付近で測定する場合は、石英製吸収セルを使用する。

5 検量線の作成

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

固相抽出ーガスクロマトグラフー質量分析法

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

1 試 薬

- (1) アスコルビン酸ナトリウム
- (2) 水酸化ナトリウム溶液(0.4mol/L)
- (3) ヘプタフルオロ酪酸無水物
ガスクロマトグラフ(ECD)用
- (4) 炭酸水素ナトリウム溶液(1w/v%)
- (5) アセトン
- (6) メチルアルコール
- (7) ジクロロメタン
- (8) トルエンジアミン標準原液

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

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

この溶液は、冷蔵保存すれば約2週間は安定である。

- (9) トルエンジアミン標準液

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

この溶液1mlは、2,4-トルエンジアミン及び2,6-トルエンジアミンをそれぞれ0.001mg含む。

この溶液は、使用の都度調製する。

2 器具及び装置

- (1) 固相カラム

メタクリレートジビニルベンゼン共重合体(ポリメタクリレート系)を200~500mg詰めたもの又はこれと同等以上の性能を有するもの

- (2) ガスクロマトグラフー質量分析計

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15~60mの溶融シリカ製等のキャピラリーカラムで、内面にジメチルポリシロキサン等を0.1~0.5 μ mの厚さで被覆したもの又はこれと同等以上の分離性能を有するもの

ウ 分離カラムの温度

対象物質の最適分離条件に設定できるもの

例えば、60℃を2分間保持し、毎分12℃の速度で上昇させ、250℃を3分間保持できるもの

エ 検出器

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

オ インターフェース温度

機器の最適条件に設定する。

カ イオン化電圧

電子衝撃イオン化(EI)電圧を70Vにしたもの

キ イオン源温度

機器の最適条件に設定する。

ク キャリヤーガス

純度 99.999v/v%以上のヘリウムガス

3 試料の採取及び保存

試料は、精製水及びアセトンで洗浄した後、乾燥したガラス瓶に泡立てないように採取し、満水にして密栓した後、直ちに試験を行う。直ちに試験できない場合は、冷蔵保存し、速やかに試験を行う。

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

4 試験操作

(1) 前処理

固相カラムにジクロロメタン 5ml、メチルアルコール 5ml、精製水 5ml を順次注入する。次に、検水 200ml (検水に含まれるそれぞれの対象物質の濃度が 0.005mg/L を超える場合には、0.0005~0.005mg/L となるように精製水を加えて 200 ml に調製したもの)に水酸化ナトリウム溶液 (0.4mol/L) を加えて pH11 に調整したものを毎分 10~20ml の流量で固相カラムに流した後、30 分間以上吸引又は窒素を吹き付けて固相カラムを乾燥させる。次いで、固相カラムにジクロロメタン 5 ml を緩やかに流し、試験管に採る。試験管の溶出液にジクロロメタンを加えて正確に 5ml とする。これにヘプタフルオロ酪酸 25 μ l を加え、室温で 30 分間静置する。次に、反応させたジクロロメタン層を目盛り試験管に採り、炭酸水素ナトリウム溶液 (1w/v%) 5ml を加えて 2 分間振盪する。静置後、ジクロロメタン層を別の目盛り試験管に採り、無水硫酸ナトリウムを加えて脱水し、これを試験溶液とする。

(2) 分析

上記(1)で得られた試験溶液の一定量をガスクロマトグラフィー質量分析計に注入し、345、317 のフラグメントイオンのピーク高さ又はピーク面積を求め、下記(3)で求めた空試験のピーク高さ又はピーク面積を差し引いた後、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。

(3) 空試験

精製水 200ml を採り、以下上記(1)及び(2)と同様に操作してピーク高さ又はピーク面積を求める。

5 検量線の作成

トルエンジアミン標準液を段階的にメスフラスコに採り、それぞれに精製水を加えて 200ml とする。以下上記 4 (1)及び(2)と同様に操作して、それぞれの対象物質の濃度とピーク高さ又はピーク面積との関係を求める。

水質基準に関する規定に基づき厚生労働大臣が定める方法（平成 15 年厚生労働省告示第 261 号）の一部改正について

1 概要

水質基準に関する規定に基づき厚生労働大臣が定める方法（平成 15 年厚生労働省告示第 261 号）について、最新の知見を踏まえ水質検査方法を見直すものである。

2 主な改正事項

主な改正事項は以下のとおりである。

(1) 全般

- 用語や表記方法の統一を図った（別表第 7、別表第 1 2、別表第 1 7、別表第 1 8、別表第 2 4、別表第 2 6、別表第 2 8、別表第 2 9）。

(2) 別表第 5

- 前処理時及び検量線作成時に加える内部標準液の添加方法について、分析装置による自動添加を可能にする等、融通性を持たせること等とした。

(3) 別表第 6

- アルゴンガスについて、他の別表で使用するものと同じものとした。
- 前処理時及び検量線作成時に加える混合内部標準液の添加方法について、分析装置による自動添加を可能にする等、融通性を持たせること等とした。

(4) 別表第 7

- 試料採取時に添加する硝酸について、他の金属類の試料採取と同様にすることで採水手順を簡略化できることから、添加量を変更することとした。

(5) 別表第 9 及び別表 1 1

- 市場に流通している測定装置に対応するため、測定波長の選択に融通性を持たせることとした。

(6) 別表第 1 2

- 酒石酸緩衝液について、DL-酒石酸に限定しないこととし、酒石酸とした。

(7) 別表第 1 4

- 1,4-ジオキサンを測定対象項目に加えるため、内部標準物質及び標準物質を追加すること等とした。

(8) 別表第 1 5

- 別表第 1 4 の測定対象項目に 1,4-ジオキサンが加わるため、内部標準原液、内部標準液、揮発性有機化合物標準原液及び揮発性有機化合物標準液について、別表第 1 4 からの引用をしないこと等とした。

(9) 別表第 1 7

- 安全性の観点から、ジアゾメタン溶液の調製時に必要な N-メチル-N'-ニトロ-N'-ニトロソグアニジンの必要量を変更することとした。

(10) 別表第 1 9

- ・ 試料採取時のチオ硫酸ナトリウム溶液（0.3w/v%）について、添加量を明確にすることとした。

(11)別表第22

- ・ 試験操作において、シアン化カリウム溶液（10w/v%）を加える必要がない場合は、その操作を省略できることとした。

(12)別表第30

- ・ 全有機炭素標準原液の調製時に使用するフタル酸水素カリウムについて、「120℃で1時間加熱し、デシケーター中で放冷した」という限定をしないこととした。

「資機材等の材質に関する試験（平成12年厚生省告示第45号）」の一部改正について

1 概要

水質基準に関する規定に基づき厚生労働大臣が定める方法（平成15年厚生労働省告示第261号）について、水質検査方法を見直すことに伴い（参考1 2（3）参照）、資機材等の材質に関する試験（平成12年厚生省告示第45号。以下「資機材試験告示」という。）の一部を改正するものである。

2 改正事項

資機材試験告示の改正事項は以下のとおりである。

(1) 3 分析方法

- ・ 1,4-ジオキサンの分析方法に「PT-GC-MS法」を加える。

給水装置の構造及び材質の基準に係る試験（平成9年厚生省告示第111号）
の一部改正について

1 概要

水質基準に関する規定に基づき厚生労働大臣が定める方法（平成15年厚生労働省告示第261号）について、水質検査方法を見直すことに伴い（参考1 2（3）参照）、給水装置の構造及び材質の基準に係る試験（平成9年厚生省告示第111号。以下「給水装置試験告示」という。）の一部を改正するものである。

2 改正事項

給水装置試験告示の改正事項は以下のとおりである。

(1) 3 分析方法

- ・ 1,4-ジオキサンの分析方法に「PT-GC-MS法」を加える。