

2 大腸菌

特定酵素基質培地法

(一) 培地

(1) 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B 1mg, 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, ねじ口試験管に 20 分の 1 量ずつ分注したもの。

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。

(2) 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 450ml に溶かし, pH 値が 6.1 ないし 6.3 となるように調整する。精製水を加えて 500ml とし, ろ過除菌した後, ねじ口試験管に 50ml ずつ分注したもの。

この培地は, 冷暗所に保存する。

(3) 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, ねじ口試験管に 20 分の 1 量ずつ分注したもの。

この培地は, 冷暗所に保存する。

(4) ビルビン酸添加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, ビ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, ねじ口試験管に 20 分の 1 量ずつ分注したもの。

この培地は、冷暗所に保存する。

(二) 器具及び装置

(1) ねじ口試験管

容量 50ml 又は 100ml で、乾熱滅菌したもの。

(2) 比色液(MMO・MUG培地用)

o-ニトロフェノール 4mg, ヘベス(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, ヘベスナトリウム塩(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 を混合し、精製水を加えて 1L とし、ねじ口試験管に分注したもの。

(3) 比色液(IPTG添加ONPG-MUG培地用)

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, 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、ねじ口試験管に分注したもの。

(4) 比色液(XG a 1-MUG培地用)

アミドブラック 10B 0.25mg, 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, エチルアルコール 150ml を混合し、精製水を加えて 1L とし、ねじ口試験管に分注したもの。

(5) 比色液(ピルビン酸添加XG a 1-MUG培地用)

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, 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、ねじ口試験管に分注したもの。

(6) 恒温器

「1 一般細菌(標準寒天培地法)」の例による。

(三) 試料の採取及び保存

「1 一般細菌(標準寒天培地法)」の例による。

(四) 試験操作

検水 50ml をいずれかの培地 1 本に加え、直ちにねじ口栓を強く締め、試験管を振って培地を溶解あるいは混合させた後、恒温器内に静置して 24 時間培養する。ただし、XG a 1-MUG 培地では 48 時間培養する。培養後、紫外線ランプ等を用いて波長 366nm の紫外線を照射し、蛍光の有無を確認する。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。

5 水 銀

還元気化—原子吸光光度法

(一) 試 薬

(1) 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。

(2) 塩酸ヒドロキシルアミン溶液(10w/v%)

(3) 塩化第一スズ溶液

塩化第一スズ(2 水塩)10g を精製水 60ml に加え、更に硫酸 3ml を加えて加熱溶解させ、冷後、窒素ガスを通気し、精製水を加えて 100ml としたもの。

この溶液は、使用の都度調製する。

(4) 硝酸(2+15)

(5) 水銀標準原液

塩化第二水銀 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、褐色瓶に入れて冷暗所に保存する。

(6) 水銀標準液

水銀標準原液を精製水で 100 倍に薄めた溶液 10ml に、硝酸 1ml と精製水とを加えて 1L 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。

(二) 器具及び装置

(1) 還元フラスコ

還流冷却器付きの容量 350ml の三角フラスコで、容量 250ml の位置に刻線を付けたもの。

(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 ないし 300mm のガラス製又は塩化ビニル製の円筒で、両端に石英ガラス窓を装着したもの。

(三) 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 2ml 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。

(四) 試験操作

(1) 前処理

検水 200ml(又は水銀として 0.00005 ないし 0.005mg/L を含むように検水に精製水

を加えて 200ml としたもの)を還元フラスコに採り、硫酸 10ml と硝酸 5ml とを加えて混合する。次に、過マンガン酸カリウム溶液 20ml を加えて振り混ぜ、還流冷却器を装着した後、約 95℃の水浴中に還元フラスコを浸して 2 時間加熱する。冷後、塩酸ヒドロキシルアミン溶液(10w/v%)8ml を加えて振り混ぜ、更に精製水を加えて 250ml とし、これを試験溶液とする。

(2) 分 析

(1)で得られた試験溶液に塩化第一スズ溶液 10ml を加え、直ちに通気装置に連結して波長 253.7nm で吸光度を測定し、(五)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。

(五) 検量線の作成

水銀標準液を段階的に還元フラスコに採り、それぞれに精製水を加えて 200ml とする。以下(四)の(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 セレン

第1 水素化物発生－原子吸光光度法

(一) 試薬

- (1) 塩酸(1+1)
- (2) 塩酸(2+3)
- (3) 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。

- (4) 硝酸(1+160)
- (5) セレン標準原液

「フレイムレス－原子吸光光度法」の例による。

- (6) セレン標準液

「フレイムレス－原子吸光光度法」の例による。

この溶液 1ml は、セレン 0.001mg を含む。

(二) 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
純度 99.99v/v% 以上のもの。
- (4) 加熱吸収セル

(三) 試料の採取及び保存

「フレイムレス－原子吸光光度法」の例による。

(四) 試験操作

(1) 前処理

検水 100ml(セレンとして 0.0001 ないし 0.01mg/L を含む)又は適量をビーカーに採り、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)、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 196.0 nm で吸光度を測定し、(五)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。

(五) 検量線の作成

セレン標準液を段階的にメスフラスコに採り、塩酸(1+1)4ml と精製水とを加えて 20ml とする。以下(四)の(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。

第2 フレームレス-原子吸光光度法

「フレームレス-原子吸光光度法」の例による。

第3 水素化物発生-誘導結合プラズマ発光分光分析法

(一) 試薬

- (1) 塩酸(1+1)
- (2) 塩酸(2+3)
- (3) 水素化ホウ素ナトリウム溶液

「第1 水素化物発生-原子吸光光度法」の例による。

- (4) 硝酸(1+160)
- (5) セレン標準原液

「フレームレス-原子吸光光度法」の例による。

- (6) セレン標準液

「フレームレス-原子吸光光度法」の例による。

この溶液 1ml は、セレン 0.001mg を含む。

(二) 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

純度 99.99v/v% 以上のもの。

(三) 試料の採取及び保存

「フレームレス-原子吸光光度法」の例による。

(四) 試験操作

- (1) 前処理

「第1 水素化物発生-原子吸光光度法」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)、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 196.090nm で発光強度を測定し、(五)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。

(五) 検量線の作成

セレン標準液を段階的にメスフラスコに採り、塩酸(1+1)4ml と精製水とを加えて 20ml とする。以下(四)の(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。

第4 誘導結合プラズマ質量分析法

「誘導結合プラズマ質量分析装置による一斉分析法」の例による。

ただし、共存物質の影響があるので、確認が必要である。

8 ひ素

第1 水素化物発生－原子吸光光度法

(一) 試薬

- (1) 塩酸(1+1)
- (2) ヨウ化カリウム溶液(20w/v%)
- (3) 塩酸(2+3)
- (4) 水素化ホウ素ナトリウム溶液

「セレン(第1 水素化物発生－原子吸光光度法)」の例による。

- (5) 水酸化ナトリウム溶液(0.4w/v%)
- (6) 塩酸(1+50)
- (7) ひ素標準原液

「フレイムレス－原子吸光光度法」の例による。

- (8) ひ素標準液

「フレイムレス－原子吸光光度法」の例による。

この溶液 1ml は、ひ素 0.001mg を含む。

(二) 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ひ素中空陰極ランプ
- (3) アルゴンガス

純度 99.99v/v% 以上のもの。

- (4) 加熱吸収セル

(三) 試料の採取及び保存

「フレイムレス－原子吸光光度法」の例による。

(四) 試験操作

(1) 前処理

検水 100ml(ひ素として 0.0001ないし 0.01mg/L を含む)又は適量をビーカーに採り、塩酸(1+1)4ml 及びヨウ化カリウム溶液(20w/v%)2ml 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

「セレン(第1 水素化物発生－原子吸光光度法)」の例による。

この場合において、「セレン」とあるのは「ひ素」、「波長 196.0nm」とあるのは「波長 193.7nm」と読み替えるものとする。

(五) 検量線の作成

ひ素標準液を段階的にメスフラスコに採り、塩酸(1+1)4mlとヨウ化カリウム溶液2mlとを加え、更に精製水を加えて20mlとする。以下(四)の(2)と同様に操作して、ひ素の濃度と吸光度との関係を求める。

第2 フレームレス-原子吸光光度法

「フレームレス-原子吸光光度法」の例による。

第3 水素化物発生-誘導結合プラズマ発光分光分析法

(一) 試薬

- (1) 塩酸(1+1)
- (2) ヨウ化カリウム溶液(20w/v%)
- (3) 塩酸(2+3)
- (4) 水素化ホウ素ナトリウム溶液

「セレン(第1 水素化物発生-原子吸光光度法)」の例による。

- (5) 水酸化ナトリウム溶液(0.4w/v%)
- (6) 塩酸(1+50)
- (7) ひ素標準原液

「フレームレス-原子吸光光度法」の例による。

- (8) ひ素標準液

「フレームレス-原子吸光光度法」の例による。

この溶液1mlは、ひ素0.001mgを含む。

(二) 器具及び装置

「セレン(第3 水素化物発生-誘導結合プラズマ発光分光分析法)」の例による。

(三) 試料の採取及び保存

「フレームレス-原子吸光光度法」の例による。

(四) 試験操作

- (1) 前処理

「第1 水素化物発生-原子吸光光度法」の例による。

- (2) 分析

「セレン(第3 水素化物発生-誘導結合プラズマ発光分光分析法)」の例による。

この場合において、「セレン」とあるのは「ひ素」、「波長196.090nm」とあるのは「波長189.042nm」と読み替えるものとする。

(五) 検量線の作成

ひ素標準液を段階的にメスフラスコに採り、塩酸(1+1)4mlとヨウ化カリウム溶液2mlとを加え、更に精製水を加えて20mlとする。以下(四)の(2)と同様に操作して、ひ素の濃度と

発光強度との関係を求める。

第4 誘導結合プラズマ質量分析法

「誘導結合プラズマ質量分析装置による一斉分析法」の例による。
ただし、共存物質の影響があるので、確認が必要である。

9 シアン

ここで言うシアンとは、シアンイオンと塩化シアンの合計を指す。

イオンクロマトグラフーポストカラム吸光光度法

(一) 試薬

(1) 精製水

精製水を約0.2 μ mのメンブランフィルターでろ過したもので、クロマトグラムにおいて測定対象イオンの保持時間にピークを有しないこと。

(2) 酢酸 (1+9)

(3) 水酸化ナトリウム溶液 (4w/v%)

(4) 溶離液

硫酸 (0.001mol/L)

(5) 緩衝液 (pH7.5)

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)〕0.5gを緩衝液(pH7.5)に溶かして500mlとしたもの。

この溶液は、使用の都度調製する。

(7) 発色液

1-フェニル-3-メチル-5-ピラゾロン2.5gをN、N-ジメチルホルムアミド150mlに溶かし、別に4-ピリジンカルボン酸ナトリウム(4水塩)11.0gを精製水約300mlに溶かし、両液を合わせ、精製水を加えて500mlとしたもの。

この溶液は、吸引瓶に移し、超音波洗浄器上で減圧で吸引脱気した後、使用する。

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

(8) リン酸二水素カリウム溶液

リン酸二水素カリウム6.80gを精製水に溶かして1Lとしたもの。

(9) 水酸化ナトリウム (0.004w/v%)

(10) 次亜塩素酸ナトリウム溶液 (有効塩素0.02%)

次亜塩素酸ナトリウム溶液 (有効塩素5~6%) 20/C ml (Cは有効塩素濃度) を精製水に溶かして1Lとしたもの。

この溶液は、使用の都度調製する。

(11) 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。

(12) 塩化ナトリウム溶液 (0.1mol/L)

白金るつぼ中で500ないし550℃で40ないし50分間強熱し、デシケーター中で放冷した塩化ナトリウム5.844gを精製水に溶かして1Lとしたもの。

(13) 硝酸銀溶液 (5w/v%)

(14) 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。

(15) 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、褐色瓶に入れて暗所に保存する。

なお、以下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、同様に操作して空試験を行い、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。

$$\text{ファクター}(f) = 25 / a$$

(16) シアン標準原液

シアン化カリウム2.51gを精製水に溶かして1L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の濃度を測定する。

この溶液100mlをビーカーに採り、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の濃度 (mg/ml) を算定する。

$$\text{シアン (mg/ml)} = 5.204 \times b \times f / 100$$

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。

(17) シアン標準液

シアンとして10mgに相当するシアン標準原液に精製水を加えて1Lとした溶液20mlに、水酸化ナトリウム溶液 (4w/v%) 5mlを加え、更に精製水を加えて1Lとしたもの。

この溶液1mlは、シアン0.0002mgを含む。

この溶液は、使用の都度調製する。

(18) 塩化シアン標準液

リン酸二水素カリウム溶液5ml及び次亜塩素酸ナトリウム溶液 (有効塩素0.02%) 0.5mlにシアン標準液50mlを加え、更に精製水を加えて100mlとしたもの。

この溶液1mlは、シアン0.0001mgを含む。

この溶液は、使用の都度調製する。

(二) 器具及び装置

(1) 超音波洗浄器

20ないし100kHzの高周波を発振するもの。

(2) メンブランフィルターろ過装置

約0.2 μ mのメンブランフィルターを備えたもの。

(3) シリンジ

容量1ないし2mlのもの。

(4) イオンクロマトグラフ²¹

a) 試料導入部

ループインジェクト方式で、サンプルループ容量50ないし200 μ lのもの。

b) 分離カラム

内径4ないし8mm、長さ5ないし25cmのもので、多孔性のポリスチレン系基材に-SO₃Hをイオン交換基として2ないし4meq/g被覆したもの又はこれと同等の分離性能を有するもの。

c) 溶離液流量

毎分1.2mlの流量で流せるもの。

d) 反応コイル1

内径0.5mm、長さ2mのエチレンテトラフルオロエチレン等塩素化液に侵されない材質のもので、その温度を40℃に保ったもの。

e) 塩素化液流量

毎分0.5mlの流量で流せるもの。

f) 反応コイル2

内径0.5mm、長さ10mのポリエーテルエーテルケトン等発色液に侵されない材質のもので、その温度を100℃に保ったもの。

g) 発色液流量

毎分0.5mlの流量で流せるもの。

h) 可視吸収検出器

波長638nm付近に設定したもの。

(三) 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、試料のpH値が6ないし8の範囲にない場合には、酢酸(1+9)又は水酸化ナトリウム溶液(4w/v%)で調整し、速やかに試験する。

(四) 試験操作

本法の定量範囲は0.001~0.2mg/Lで、定量下限値付近の測定精度はCV10%である。

(1) 前処理

検水(シアンイオンとして0.001~0.2mg/Lを含むように調製したもの)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

(1)で得られた試験溶液をシリンジを用いて、サンプルループの数倍の容量をイオンクロマトグラフに注入し、シアニオンと塩化シアンのピーク高さ又はピーク面積を求め、(五)により作成した検量線から試験溶液中のシアニオンと塩化シアンの濃度を求め、検水中シアニオンと塩化シアンの濃度を算定する。

(五) 検量線の作成

シアン標準液を段階的にメスフラスコに採り、それぞれに水酸化ナトリウム溶液(0.004 w/v%)を加えて100mlとする。以下(四)の(2)と同様に操作して、シアニ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、塩化シア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100mlとする。以下(四)の(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。

1 2 ほう素

第1 誘導結合プラズマ発光分光分析法

(一) 試薬

(1) 内部標準原液

酸化イットリウム(Ⅲ)0.318gを採り、塩酸3ml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、褐色瓶に入れて冷暗所に保存する。

(2) 内部標準液

内部標準原液を精製水で2000倍に薄めたもの。

この溶液1mlは、イットリウム0.0005mgを含む。

この溶液は、使用の都度調製する。

(7) ほう素標準原液

ほう酸5.715gを精製水に溶かして1Lとしたもの。

この溶液1mlは、ほう素1mgを含む。

この溶液は、褐色瓶に入れて冷暗所に保存する。

(10) ほう素標準液

ほう素標準原液を精製水で100倍に薄めたもの。

この溶液1mlは、ほう素0.01mgを含む。

この溶液は、使用の都度調製する。

(二) 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

純度99.99v/v%以上のもの。

(三) 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、1か月以内に試験する。

(四) 試験操作

(1) 前処理

検水500ml(又はほう素として0.006ないし0.6mg/Lを含むように検水に精製水を加えて500mlとしたもの)をピーカーに採り、試料採取のときに加えた量を含めて硝酸が5mlとなるように加え、更に内部標準液5mlを加え、静かに加熱する。液量が50ml以下になったら加熱をやめ、冷後、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。

(2) 分析

(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、ほう素は249.773nm, 208.893nm, イットリウムは371.029nmの発光強度を測定し、イットリウムに対するほう素の発光強度比を求め、(五)により作成した検量線から試験溶液中のほう素の濃度を求め、検水中のほう素の濃度を算定する。

(五) 検量線の作成

ほう素標準液を段階的にメスフラスコに採り、それぞれに硝酸5mlと内部標準液5mlとを加え、更に精製水を加えて50mlとする。以下(四)の(2)と同様に操作して、ほう素の濃度と発光強度比との関係を求める。

第2 誘導結合プラズマ質量分析法

「誘導結合プラズマ質量分析装置による一斉分析法」の例による。

ただし、共存物質の影響があるので、確認が必要である。

1 4 1,4-ジオキサン

固相抽出ーガスクロマトグラフー質量分析法

(一) 試 薬

(1) 再精製水

1,4-ジオキサンを含まないもの。

(2) メチルアルコール

1,4-ジオキサンを含まないもの。

(3) アセトン

1,4-ジオキサンを含まないもの。

(4) ジクロロメタン

1,4-ジオキサンを含まないもの。

(5) 1,4-ジオキサン-d₈標準原液

1,4-ジオキサン-d₈ 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-d₈ 1mgを含む。

この溶液は、褐色のアンプルに封入して保存する。

(6) 1,4-ジオキサン-d₈標準液

1,4-ジオキサン-d₈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-d₈ 0.1mgを含む。

この溶液は、褐色のアンプルに封入して保存する。

(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、褐色のアンプルに封入して保存する。

(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。

(二) 器具及び装置

(1) 固相カラム

活性炭固相カラム及びスチレンジビニルベンゼンポリマー固相カラム、又はこれと同等の性能を有するもの。

(2) マイクロシリンジ

容量1~10 μ lのもの。

(3) 固相抽出用装置

(4) ガスクロマトグラフ-質量分析計

7. 試料導入部

スプリットレス方式のもので、その温度を200ないし250℃にしたもの。

イ. 分離管

内径0.20ないし0.53mm、長さ60ないし75mの熔融シリカ製又はホウ珪酸ガラス製のもの、内面に25%フェニル-75%ジメチルポリシロキサンを0.1ないし0.2 μ mの厚さで被膜したもの、又はこれと同等の分離性能を有するもの。

ロ. 分離管の温度

最適分離条件に設定できるもの。その一例としては、45℃(1分間保持)→10℃/分→200℃(5分間保持)。

ハ. 検出器

選択イオン測定(SIM)又はマスクロマトグラフ法が行えるもの。

ニ. セパレーター温度

機器の最適条件に設定する。

ヒ. イオン化電圧

電子衝撃イオン化電圧(EI)を70Vにしたもの。

ヘ. イオン源温度

機器の最適条件に設定する。

ト. キャリアーガス

純度99.999v/v%以上のヘリウムガス。

(三) 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℃で2時間程度加熱したガラス瓶に採取する。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、冷暗所に保存する。

(四) 試験操作

(1) 前処理

活性炭固相カラムとスチレンジビニルベンゼンポリマー固相カラムを直列に接続し、スチレンジビニルベンゼンポリマー固相カラム側からジクロロメタン10ml、アセトン10ml、再精製水10mlを順次加圧注入する。次に、1,4-ジオキサン-d₈標準液5 μ gをサロゲートとして添加した検水200ml(又は1,4-ジオキサンとして0.0005ないし0.05mg/Lを含むように検水に再精製水を加えて200mlとしたもの)を毎分10mlの流量でスチレンジビニルベンゼンポリマー固相カラム側から流した後、活性炭固相カラムを取り外し、再精製水10mlで洗浄する。窒素ガス2kg/cm²で20分間以上流して水分を十分除去する。アセトン2mlを毎分約1mlの流速で通水方向とは逆にゆっくり流し、試験管に受ける。試験管の溶出液に窒素ガスを緩やかに吹き付けて正確に1mlまで濃縮し、これを試験溶液とする。

(2) 分析

(1)で得られた試験溶液の一定量をマイクロシリンジを用いて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-d₈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、(3)で求めた空試験のピーク高さ又はピーク面積の比を差し引いた後、(五)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。

(3) 空試験

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

(五) 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に採り、それぞれに1,4-ジオキサン-d₈標準液を0.05mlずつ加え、更にアセトンを加えて10mlとする。以下(四)の(2)と同様に操作して、1,4-ジオキサンと1,4-ジオキサン-d₈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。

2 1 臭素酸

イオンクロマトグラフーポストカラム法

(一) 試 薬

(1) 精製水

精製水を約0.2 μ mのメンブランフィルターでろ過したもので、クロマトグラムにおいて測定対象イオンの保持時間にピークを有しないこと。

(2) 溶離液

炭酸ナトリウムと炭酸水素ナトリウムを混合し、それぞれ0.0027mol/L、0.0003mol/Lになるように調製したもの(三臭素イオン法)、又は硝酸溶液(0.005mol/L)(*o*-ジアニシジン法)。

(3) 硫酸(1mol/L)

(4) 臭化カリウムー硫酸溶液

臭化カリウム178.5gを硫酸(1mol/L)に溶かして1Lとしたもの。

(5) 亜硝酸ナトリウム溶液

亜硝酸ナトリウム8.28gを精製水100mlに溶かした溶液1mlを精製水を加えて1Lとしたもの。

(6) 硝酸(2mol/L)

(7) *o*-ジアニシジン溶液

o-ジアニシジン二塩酸塩1.27gを精製水800mlに溶かした後、エチルアルコールを加えて1Lとしたものと、臭化カリウム23.8gを硝酸(2mol/L)で溶かして1Lとしたものを体積比で1:1になるように混合したもの。

(8) 臭素酸標準原液

105ないし110℃で乾燥し、デシケーター中で放冷した臭素酸カリウム2.63g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。

(9) 臭素酸イオン標準液

臭素酸標準原液1mlに精製水を加えて1Lとした溶液1mlに精製水を加えて100mlとしたもの。

この溶液1mlは、臭素酸0.00002mgを含む。

この溶液は、冷暗所に保存する。

(二) 器具及び装置

(1) メンブランフィルターろ過装置

約0.2 μ mのメンブランフィルターを備えたもの。

(2) シリンジ

容量1ないし2mlのもの。