

2-2. 「JIS K 0102（工業排水試験法）改定の概要について」

社団法人 日本工業用水協会
本郷 秀昭

はじめまして、本郷と申します。このような機会を頂き大変有難うございます。

私は、JIS K 0102の改正原案作成時において、事務局を担当しておりました。

あまり技術的なお話しはできませんので、ご了承下さい。

本日お話しさせて頂きたいと考えておりますのは、改正の概要、主な改正点、これにつきましては項目番号で申し上げますと、2.の共通事項から51.のマグネシウムまでの主な改正点と、イオンクロマトグラフ法も含めて、それ以降については、ICP発光分光分析法やICP質量分析法、ひ素の水素化物発生原子吸光法、ICP発光分光分析法、ICP質量分析法を中心に説明させて頂きます。

改正点の詳細につきましては、主に同時測定法のイオンクロマトグラフ法の概要、ICP発光分光分析法の概要、ICP質量分析法の概要、りん化合物及び全りんに関する概要、ひ素のICP発光分光分析法の概要について説明させて頂きます。

1時間のお時間を頂いておりますが、項目が多すぎますので、部分的に省略させて頂くところも出てくると思います。あらかじめご了承下さい。

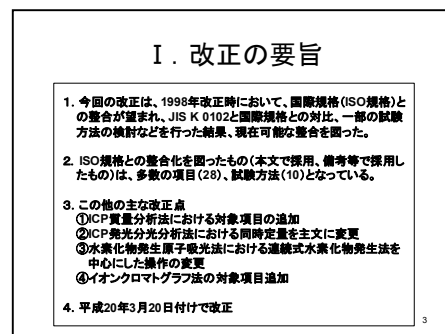
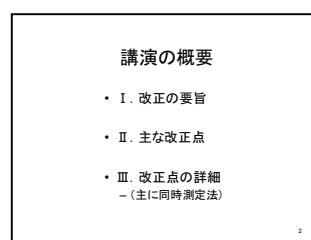
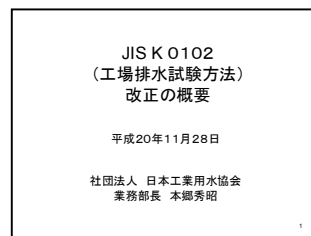
配布して頂いた資料で文字が小さくて恐縮ですが、改正点を可能な範囲で示した資料もありますので、そちらも後ほど参考にして頂ければと思います。

改正の要旨について説明します。

今回の改正は、1998年改正時において、国際規格（ISO規格）との整合が望まれ、JIS K 0102と国際規格との対比、一部の試験方法の検討などを行った結果、現在可能な整合を図ったものとなっております。

ISO規格との整合化を図ったもの（本文で採用、備考等で採用したものは、多数の項目（28）、試験方法（10）となっております。

この他の主な改正点としましては、項目の順番とは異なりますが、ICP質量分析法における対象項目の追加、ICP発



光分光分析法などにおける同時定量を主文に変更、水素化物発生原子吸光法における連続式水素化物発生法を中心にした操作の変更、イオンクロマトグラフ法の対象項目追加などとなっております、平成20年3月20日付けで改正されております。

共通的な改正点につきましては、スライド4～7に、主な改正点(1)～(4)で示してあるとおりですが、単位表記の変更、用語の変更、備考や注などの表記方法の変更などとなっておりますが、スライド5(主な改正点(2))にあります繰り返し分析精度につきましては、繰り返し精度と表現を変更しました。繰り返し精度の定義は、このスライドの6)にあるとおり、それぞれの試験方法で、定量範囲内で、繰り返し試験で求めた変動係数の概略値となっております。旧規格では、変動係数の算出式も示されておりましたが、今回これを削除してあります。

改正点(3)については、整合化を図ったISOがある場合の表記のしかたを、色度の項目番号11.2の三波長を用いる方法を例として示してあります。

また、スライド7の改正点(4)には、表現を追加して試験操作の明確化を図ったものもありますので、7.2の水温を例として示してあります。アンダラインのところになります。

今回の改正では、多くの項目で旧規格で表現が不足していると思われるところは、可能な範囲で、試験操作の明確化のために表現を追加、修正したところがあります。

次に共通事項につきまして、スライド8～10に示してあります。

改正点(5)には、ICP質量分析法をJIS K 0133が2000年に制定されておりましたので、追加しました。また、定量範囲のところにおきまして、アルキル水銀(II)化合物について、試料中の濃度であることを明記しました。このことは、この項目のところでも追加してあります。

II. 主な改正点(1)

1. 共通的な改正点

1) 濃度単位

- ① mgC/ml → C mg/ml
- ② mg/l → mg/L
- ③ vol% → 体積百分率%

2) 用語の修正

- ① 適当 → 適切
- ② 数個(滴) → 5～7個(滴)
- ③ …や… → …及び…

II. 主な改正点(2)

1. 共通的な改正点

3) 備考、注などにおける文章の箇条書き

4) 検量線を項番で整理

5) 試薬、器具及び装置などの説明文を「次による。」で統一

6) 繰返し分析精度 → 繰返し精度

- ・それぞれの試験方法で、定量範囲内で、繰返し試験で求めた変動係数(%)の概略値

II. 主な改正点(3)

1. 共通的な改正点

7) 整合化を図ったISOがある場合

記載例

なお、三波長を用いる方法は、1994年に発行されたISO 7887と整合をはかったものである。

備考 この試験方法の対応国際規格を、次に示す。
 なお、対応の程度を表す記号は、ISO/IEC Guide 21に基づき、IDT(一致している)、MOD(修正している)、NEQ(同等ではない)とする。
 ISO 7887:1994 Water quality—Examination and determination of colour(MOD)

II. 主な改正点(4)

1. 共通的な改正点

8) 表現を追加し、試験操作の明確化

例 7.2水温

備考2 ベンテンコーヘル水温計(図7.2参照)を用いる場合には、金属筒内に試料を3回入れ替えた後、試料を満たし、感温液の止まるときの目盛を読み取る。

↓

備考2 ベンテンコーヘル水温計(図7.2参照)を用いる場合には、現場の水に水温計を投入して試料をくみ上げ、金属筒内に試料を3回入れ替えた後、試料を満たし、感温液の止まるときの目盛を読み取る。

II. 主な改正点(5)

2. 共通事項

1) 高周波プラズマ質量分析法(ICP質量分析方法)を追記(JIS K 0133)

2) 定量範囲

- ・アルキル水銀(II)化合物について、試料中の濃度で示すことを明記

3) 繰返し精度[改正点(2)の6)]

次に試薬のところですが、各項目における調製方法はこれまでとほぼ同様に規定してあのですが、新たに、国家計量標準のトレーサビリティが確保されたものも又はそれを一定濃度に薄めたものを使用するように規定しました。多くの標準試薬が供給されている現状を追認したものです。また、注として、調製に用いた化合物、添加してある酸などの種類及び濃度が試験に支障のないものを用いることも明記しました。

その他として、液体試薬の混用溶液における濃度表示、規格の中ではよくA(1+2)といった表現方法が使用されておりますが、この説明を追加してあります。何度かこれまで質問がきているせいもあります。

また、新たに試薬類、廃液類による室内汚染、人体への吸引、付着への注意や排水への影響を与える場合も考えられたことから、関係法令や規則に従うよう明記しました。同様に、ガラス器具類の洗浄についても明記されております。特に微量の金属類を測定するICP発光分光分析法、ICP質量分析法などを念頭に置かれているものです。

これからは、各項目の説明になります。

最初に試料の取扱について、旧規格では鉄やマンガンのところ記載されていた、溶存の試料調製に使用するろ紙について、ここにも記載しました。

次に試料の保存処理についてですが、よく質問があったところで、保存温度、保存場所を明記しました。また、各試験項目で規定されている場合はそれに従うことも明記しました。いずれも操作の明確化を意識したものです。

硫化物イオンの固定に使用する塩基性炭酸亜鉛懸濁液の調製に使用する硫酸亜鉛七水和物について、この試薬20gを100mlに溶かすことを明記しました。

それからひ素、アンチモン、にセレンを追加して同様な保存処理を行うこととしました。

改正点(9)は省略して、改正点(10)の色度に移ります。

この方法はISOの7887をほぼ全文採用したもので、波長436nm、525nm、620nmで吸光度を測定し、それぞれの吸収係数を算出し、吸収係数で色を表すもので、これまでのものよりは容易に測定できるものと考えております。

II. 主な改正点(6)

2. 共通事項

4) 試薬[n(1)]

- ①各項目の調製方法
- ②国家計量標準のトレーサビリティが確保されたもの
- ③注(9): 試験に支障のないもの
- ④参考: JCSSマーク

II. 主な改正点(7)

2. 共通事項

5) その他

- ①n(4): 液体試薬の混合溶液の濃度表示の説明
- ②n(8): 試薬類、廃液類による室内汚染人体への吸入、付着への注意及び取扱
- ③p): ガラス器具類の洗浄

II. 主な改正点(8)

3. 試料の取扱

- 1) 注(1): 溶存マンガン、溶存鉄のろ紙
- 2) 3.3 試料の保存処理
 - ①保存温度(0°C)、保存場所(冷暗所)
 - ②各試験項目で示されている場合
 - ③a) 8): 硫酸亜鉛七水和物の水の溶解量
 - ④b) 9): As, Sb, (Se)の試料の保存

II. 主な改正点(10)

5. 透視度

- 1) 備考2: 下口つきシリンダー(ISO)
 - 2) 参考: 市販品の品質を追記
6. 色度: 11.2三波長を用いる方法(ISO)

次に pH に移ります。改正点 (11) になります。

方法は旧規格のままですが、試料中の pH が化学的、物理的、生物学的作用によって迅速に変化するため、試料採取後直ちに行く。といった説明を追加しました。ISO の 10523 からです。

また、pH 標準液について、先に申し上げてありますが、国家計量標準にトレーサブルな第 2 種のものを用いることを新たに追記しました。旧規格の注にあったトレーサブルについての説明は削除しました。

ISO から電極の保存、取扱については、ほぼ全文を備考 4. に追加してあります。詳細は規格本文を参照して下さい。この後の説明につきましても、詳細な説明は省略させて頂きます。

同様に ISO から備考 6. 以降をほぼ全文採用されております。ここで、正誤票が出ており、現在備考 6. となっているものを、備考 6. と備考 7. の二つにするようになっております。

お手元に規格票をお持ちでしたら p 25 の下のところになるのですが、備考 6. は 2 行、備考 7. は溶解性の低いガラスで始まることから、最後までになります。このため以降の備考は順送りとなります。

前後して申し訳ありませんが、ここで正誤票がもう一つあり、e) 操作の 5) に測定を 3 回行いその測定値が ± 0.05 と表記されておりますが、これはミスで ± 0.1 、旧規格と同じ値に修正下さい。

この後のスライドで何カ所かに正誤票として記載してあるところがあります。正誤票は、11月4日作成のものが、規格協会から発行されておりますので、是非入手して下さい。前もって申し上げておきますが、あまり多いので驚かないで下さい。

この原案作成においては、短時間で並木先生、土屋先生、坂本先生、田尾先生はじめ多くの方の大変なご努力によりとりまとめられたもので、表現方法等について不十分と考えられたところや単位のミスなどが発行後見つけました。大変ご迷惑をおかけしますが、よろしくご対応の方お願い申し上げます。

さて、次の電気伝導率に移ります。

内容の変更はほとんどありませんが、構成を大幅に変更しました。また、ISO7888 から恒温槽の規定や、温度換算式、これは注 (4) になりますが、追加しました。更に今回の改正で、電極の白金黒めっきの条件、電流密度ですが、修正してあります。旧規格では $10 \sim 40 \text{ A/m}^2$ であったものを十倍の $100 \sim 400 \text{ A/m}^2$ になっております。

ISO からは更に附属書で示しましたが、電気伝導率にお

II. 主な改正点(11)

7. pH
 - 1) 試料の pH に与える影響 (ISO)
 - 2) pH 標準液: 国家計量標準にトレーサブルな第 2 種を追記
 - 3) 備考 4. 電極の保存 (ISO)
 - 4) 備考 6. ~ 8. (ISO)
 - 5) 正誤票
 - ① e) 5): $\pm 0.05 \rightarrow \pm 0.1$
 - ② 備考 6. \rightarrow 備考 6.、備考 7.

II. 主な改正点(12)

8. 電気伝導率
 - 1) 構成 (試薬、器具及び装置、操作)
 - 2) b) 3): 恒温槽 (ISO)
 - 3) 注 (4): 温度換算式 (ISO)
 - 4) 電極の白金黒めっき (電流密度)
 - 5) 附属書: 電気伝導率における温度補正係数 (ISO)

ける温度補正係数の換算式と一覧を示しました。天然水の場合に適用し、25度に変換するものです。

改正点(13)ですが、BODのところでも正誤票が出ております。注(1)のこの試験で使用する水についてのものですが、これまで蒸留水だけとなっていたものを、試験に影響がないと考えられる水の使用も考えられておりましたので、この表記を追加してあります。

TOCにつきましてはISO8245から全炭素、無機体炭素、有機体炭素の定義を追加してあります。ここにも正誤票ありと記載してあります。規格票をお持ちの方がお出でになりましたら、52頁になります。

まず、無機体炭素のところ、全二酸化炭素の前に「元素状、」とし後段にある「の元素状」を削除するようになっております。

また、有機体炭素におきましては、文章の最後のところにある「及び元素状の炭素」を削除するようになっております。

このTOCのところでは、備考2.の二酸化炭素とする方式に、高温湿式酸化法、紫外線酸化法など、名称だけが方式を追加すると共に、旧規格の備考3.を二酸化炭素の定量方法も追加して一緒にしてあります。

更に備考3.としてISOから検出率の確認方法をほぼ全文追加してあります。

フェノール類について説明します。

最初にこの試験で定量できるフェノール類の定義をISOから「この試験で、対象となるフェノール類は、ベンゼン及びその類似体のヒドロキシ誘導体で、規定の方法によって4-アミノアンチピリンと反応して着色化合物を生成するもの」として追加しました。

注(1)には、蒸留操作を省略できる条件について旧規格の備考3.を移行し、この場合の試料の取扱〔硫酸銅(II)の添加をしないこと〕を追記しております。

備考1.は妨害についての記載になっておりますが、旧規格の備考2.になっていたものを移行しております。

ここにISOから還元性物質への対応を追加し、油類及びタール類が含まれている場合で、蒸留における対応を4.2)で示してあります。また、アミン類の妨害についても追記してあります。

II. 主な改正点(13)

9. 生物化学的酸素消費量(BOD)
○正誤票 注(1):又は同等のもの。

10. 有機体炭素(TOC)
1)備考:①全炭素(TC)、②無機体炭素(TIC)、③有機体炭素(TOC)の定義(ISO)(正誤票あり)
2)備考2.:CO₂にする方法の追加
3)備考3.:検出率の確認方法(ISO)

II. 主な改正点(14)

11. フェノール類(1)(28.1.1)
1)試験におけるフェノール類の定義(ISO)
2)注(1):蒸留操作を省略できる条件を追記(旧規格の備考3を移行、更に追記)
3)蒸留操作の備考1.
①旧規格の備考2を移行
②還元性物質、4)油類及びタール類の4.2)、5)アミン類(ISO)

フェノール類については、更に、備考4. に蒸留操作から発色操作を通じての操作全体で回収率を求める方法を追加してあります。

また、旧規格にあったフェノール標準液の標定方法については、標準物質としての品質の安定性に問題が少ないと考えられたことから、附属書に回しました。

界面活性剤につきましては、内容的な変更はありません。旧規格にあった界面活性剤の平均分子量の求め方につきましては、附属書に回しました。

農薬の31.1にあるエジフェンホスにつきましては、全文を削除し、JISK0128（用水・排水中の農薬試験方法）の項目番号を引用に変更しました。この試験方法は、ガスクロマトグラフ方法でキャピラリーを用いた方法とガスクロマトグラフ質量分析方法になっております。

溶存酸素においては、旧規格でウインクラ-アジ化ナトリウム変法の項目名をよう素滴定法と名称を変更してあります。この方法において、注（2）～（4）を追記してあり、注（2）では、溶存酸素の固定操作を定義しました。

備考2. については、酸化性物質又は還元性物質の確認方法をISOからほぼ全文追加しました。また、備考4. n還元性物質を含む試料の試験において、空試験方法を明記しました。

説明が前後いて申し訳ありませんが、この資料では記載してなおりますが、試料の採取方法の記載順で、直接採取する場合を最初に記載する修正を行っております。また、この試料の採取方法においては、現地において溶存酸素の固定を行うこと、着色などがある場合の対応を追記してあります。

ミラー変法については、この方法の滴定操作のポイントとなる「硫酸アンモニウム鉄（II）の滴定方法」を5）で追記しました。

隔膜電極法においては、溶存酸素「ゼロ」の溶液を作成するときに使用する亜硫酸ナトリウム溶液調製における試薬の採取量を、ISOから約25g→1gに変更しました。また、この溶液の調製において、塩化コバルトの添加方法が旧規格の注（2）で記載されておりましたが、今回の改正では全文削除しました。

注（6）は溶存酸素飽和水におけるDOの測定方法を規定しているもので、旧規格では表32.1だけを参考とする用に

II. 主な改正点(15)

11. フェノール類(2)(28.1.2)
 - ①備考4.: 回収率の確認方法を追記
 - ②標準液の標定方法を附属書に表記
11. フェノール類(3)(28.2.1)
 - d)検量線1): 操作5)の表記を追記
12. 界面活性剤
 - 旧規格備考4.の平均分子量の求め方を附属書に移行
13. 農薬31.3エジフェンホス: 全文JIS K 1028の19.引用(GC/MS,GC-キャピラリー) ⁸

II. 主な改正点(16)

14. 溶存酸素
 - 1) 32.1よう素滴定法
 - ①項目名の変更(ウインクラ-アジ化ナトリウム変法)
 - ②注(1)~(4)を追記
【特に注(2)でDOの固定操作を定義】
 - ③備考2.酸化性物質又は還元性物質の確認方法追記(ISO)
 - ④備考4.: 空試験の操作を明確化 ¹⁰

II. 主な改正点(17)

14. 溶存酸素
 - 2) 32.2ミラー変法
 - c)5): 滴定方法を明確化
 - 3) 32.3隔膜電極法[①,③,⑤は(ISO)]
 - ①a)1): 亜硫酸ナトリウムの採取量(1g)
 - ②旧規格の注(2)削除(塩化コバルト)
 - ③注(4): DO測定法に32.1を追加
 - ④c)5): 飽和水との水温度の一致を追記
 - ⑤備考7.: 隔膜電極の取扱追記 ¹⁰

規定されておりましたが、要素滴定法によるDO測定方法を追記しました。

溶存酸素の測定方法において、飽和水の水温と一致していることを確認する操作を追記してあります。

備考7.にはISOから隔膜電極法の取扱について、使用前及び測定時の注意事項を追記してあります。

残留塩素について、o-トリジン法で使用する発色試薬は発ガン性があるとの指摘があり、削除することが検討されましたが、環境省の「特定排水基準の係る検定方法のトリハロメタン生成能の検定方法」において、引用されていることから、削除しませんでした。今回の改正では、備考3.の1)に残留塩素が存在しないこと、2)に残留塩素を消費しないことのそれぞれの確認方法を、追記してあります。DPD比色法においては、備考5.～7.にISOから妨害物質、マンガン酸化物による妨害の補正方法を追記しました。

DPD吸光度法を上水試験方法を参考として新たに規定しました。

ここでもc)操作の1)、d)検量線において正誤票が出ております。資料に一応示してありますが、入手いただきますようお願い申し上げます。

因みに規格票をお持ちでしたら、103頁の下にある操作1)が、資料のと通りの修正になります。また104頁の検量線においては、1)及び2)をあわせて、資料のと通りの修正になります。

ふっ素化合物については、主文の修正を行っております。旧規格では「ふっ素化合物は、ふっ化物イオン、金属ふっ素化合物などを総称し」といった表現がありましたが、今回の改正では、この表現を削除し、「蒸留分離し、ランタンアリザリンコンプレキソンとの錯体と反応して青い複合錯体」と変更してあります。

標準液の「F⁻ 2 μg/ml」の保存容器（ポリエチレン瓶）、期間（1ヶ月）をISOから追記してあります。

注（1）で蒸留時に加える二酸化珪素の粒径「100～150 μm」を表記してあります。これは旧規格では試薬のところで記載されていたものです。

最近この試薬が入手できないとの質問がありましたが、純正化学や和光純薬から市販されております。

蒸留については、ISOの方法を附属書に追記してあり、旧規格の備考2.の二重管形の蒸留フラスコを用いる方法は削除しました。

II. 主な改正点(18)

- 15. 残留塩素
 - 1) 33.1 o-トリジン法
 - 備考3.の1)、2)を追記
 - 2) 33.2 DPD比色法
 - 備考5.～7.を追記(ISO)
 - 3) 33.4 DPD吸光度法:新規追加
 - ①上水試験方法を参考

21

II. 主な改正点(19)

- 15. 残留塩素
 - 3) 33.4 DPD吸光度法:新規追加
 - ②正誤票[c)1)]
 - 1) 試料(*)の適量について、33.2のc)1)の操作を行う。
 - ③正誤票[d)1),2)]
 - 1) 塩素標準液(Cl⁻ 5 μg/ml) 0.5～30mlについてc)1)及び2)の…関係線を作成する。

22

II. 主な改正点(20)

- 16. ふっ素化合物
 - 1) 34.1 ランタン-アリザリンコンプレキソン吸光度法
 - ①主文の修正
 - ②標準液[8]の保存条件(ISO)
 - ③注(1): 粒径(100～150 μm)
 - ④附属書に蒸留法を追記(ISO)
 - ⑤正誤票 注(1): 10ml→50ml

23

II. 主な改正点(21)

- 16. ふっ素化合物
 - 1) 34.1 ランタン-アリザリンコンプレキソン吸光度法
 - ⑥正誤票:注(*)
 - …必要に応じて水酸化ナトリウム溶液(40g/L)を添加する。[ただし、蒸留後の定量に、34.3のイオンクロマトグラフ法を適用する場合は、フェノールフタレイン溶液(5g/L)を加えず、pH試験紙による液性を判別する。]

24

また、ここでも正誤票が出ており、注（１）は、ふっ素標準液「F⁻ 2 μg/ml」の採取量を資料のとおり修正をお願いします。更に、注（６）についても資料の表現が追加修正されております。

ふっ素化合物のイオン電極法においては、資料のとおり I S Oから備考 2. に溶存ふっ化物イオンの定量、ろ過方法、備考 3. に標準液の調製範囲、b) の器具及び装置における 1) 電位差計及び 2) 指示電極においては、それぞれの条件、4) 測定容器、5) 恒温槽は新たに追記してあります。

最近測定容器にある、ポリプロピレン製で恒温ジャケットが取り付けられている市販品があるのかとの質問がありました。ポリプロピレン製を用いているのは絶縁性がよいことから I S Oで規定されていると考えられること、恒温ジャケットは測定容器を一定温度に保つものであればどのようなものでもよいことから、独自に作成したものでよいことを申し上げてあります。

同様に I S Oから資料の⑤～⑨にしめす測定条件などを追記してあります。

このイオン電極法においても正誤票が出ております。定量範囲、標準液の調製などになっております。

次にふっ素化合物のイオン電極法です。この方法は新たに追加されたものです。測定方法は塩化物イオンの項目の引用になっております。

ふっ化物イオンのイオンクロマトグラフ法では、I S Oから①に示してあるとおろ過した試料、溶存状態のふっ化物イオンを測定することとなります。ふっ素化合物として測定する場合は、これまで環境省の告示で提示されていた方法を踏襲して、蒸留後の試料への適用、ハロゲン化物を多量に含む場合の試料への適用方法を備考 8. に示しまし

II. 主な改正点(22)

- 16. ふっ素化合物
- 2) 34.2イオン電極法
- [①②④ (ISO)]
- ①備考2を追記 (妨害物を含まない溶存ふっ化物イオンの定量、ろ過)
- ②標準液[2]の保存方法追記
- ③備考3に標準液の調製範囲追記
- ④b)の1), 2), 4), 5)の説明

22

II. 主な改正点(23)

- 16. ふっ素化合物
- 2) 34.2イオン電極法
- [⑤～⑨ (ISO)]
- ⑤c)の測定条件等をISOから追記
- ⑥注⁽¹⁾: かけ混ぜ速度
- ⑦注⁽¹⁾: 記録条件
- ⑧注⁽¹⁾: 連続測定条件
- ⑨備考4.: 緩衝液

23

II. 主な改正点(24)

- 16. ふっ素化合物
- 2) 34.2イオン電極法
- ⑩正誤票
- ・定量範囲: 0.1～100mg/Lに修正
- ・標準液: 5mg/L, 0.5mg/Lを削除。
0.2mg/L→0.1mg/Lに修正
- ・注⁽¹⁾: 0.1～100mg/Lに修正
- ・備考4.の参考を削除

24

II. 主な改正点(25)

- 16. ふっ素化合物
- 3) 34.3イオンクロマトグラフ法(新規)
- [①～③ (ISO)]
- ①ろ過した試料へ適用
- ②試料の保存方法
- ③備考8.に蒸留操作後の適用
- ④備考8.にハロゲン化を大量に含む試料への適用
- ⑤測定方法は、35.3の項番引用

25

た。

後で、イオンクロマトグラフ法について改めてお話しします。

塩化物イオンについては、硝酸銀滴定法において定量範囲を1mg→5mgに変更してあります。低濃簿の場合はイオンクロマトグラフ法などを使用していただきたいと考えられているためです。

ただし、今回の改正では指示薬を「ウラニン」から「ジクロロフルオレセインナトリウム」に変更し、さらに備考2.で試料にあるように標準液を添加して試料中の塩化物イオン濃度を5mg/L以上にする方法を提示してあり、この方法を使用すると、終点が明瞭に判断できるようになり、低濃度の測定にも適用できるものとなっております。

塩化物イオンのイオン電極法は、ふっ素化合物で触れているISOなどの追記があるため、それを引用する形での整合化をしております。

イオンクロマトグラフ法におきましては、今回の改正全体について共通しているものですが、同時測定できる方法では、同時測定を中心に記載し、個別測定も可能であるとの内容で整理されております。

従いまして、この項目で、陰イオンを測定する元素を一括で示してあります。塩化物イオンの他に、亜硝酸イオン、硝酸イオン、りん酸イオン、臭化物イオン、硫酸イオンについて、サプレッサー有り無しの場合の定量範囲、各陰イオンの標準液の調製方法、混合標準液の調製方法を一括で示してあります。

ふっ化物イオン、りん酸イオンは新たに追加された項目です。

同時測定する場合の試料の取扱についてもこの項目で、亜硝酸イオン、硝酸イオン、りん酸イオン及び臭化物イオンの測定では保存処理は行わないことを一括で示してあります。

今回の改正では、溶離液については、分離性能の確認方法、溶離液の調製方法の注意点についての記載にしました。溶離液の調製方法の例示はISOから附属書に示しました。分離性能の確認方法は、イオンクロマトグラフ法の通則でJISK0127から備考8.に示しました。

再生液については、サプレッサー使用時に使用するものですが、分離カラムと組み合わせて、分離性能を確認する方

II. 主な改正点(26)

- 17. 塩化物イオン
- 1) 35.1硝酸銀滴定法[③(ISO)]
 - ① 定量範囲: 1mg以上→5mg以上
 - ② 指示薬の変更、注(1)で旧規格のもの
 - ③ 器具に磁器皿を追記
 - ④ 備考2.に試料中のCl⁻濃度が5mg/L以上となるように標準液を添加の操作追記

29

II. 主な改正点(27)

- 17. 塩化物イオン
- 2) 35.2イオン電極法
 - ふっ素化合物イオンに整合
- 3) 35.3イオンクロマトグラフ法
 - ① ふっ化物イオン、りん酸イオンを追加
 - ② 同時測定又は個別測定
 - ③ 亜硝酸イオン、硝酸イオン、りん酸イオン及び臭化物イオンでは保存処理は行わず、直ちに測定

30

II. 主な改正点(28)

- 17. 塩化物イオン
- 3) 35.3イオンクロマトグラフ法
 - ④ 溶離液
 - ・ 分離性能は分離度の確認(備考8.)
 - ・ 調製方法、例示は附属書
 - ・ 脱気、脱気した水で調製(ISO)
 - ⑤ 再生液
 - ・ サプレッサー使用時に必要
 - ・ 分離性能は分離度の確認(備考8.)

31

法としました。

この項目で陰イオンを一括で表記したことに付随して、旧規格で各項目で記載されていた、標準液の調製方法、妨害物質などについては、ここに同様に一括で示し、更に I S O から妨害について、注(26)、表35.2に追記してあります。

各元素への換算式もここで示してあります。

次にシアン化合物の全シアン、イオン電極法についてです。全シアンの定量において、シアンが含まれていない試料で亜硝酸イオンや EDTA の共存によってシアンが検出される場合の対応についての注(8)について、試料に示す表現が追記されております。

イオン電極法においては、変更はないのですが、塩化物イオンの場合と同様に、ふっ素化合物のイオン電極法との整合をはかったものとなっております。

硫化物イオンにつきましては、メチレンブルー吸光光度法において、備考2.に硫化物イオンの硫化亜鉛として固定する方法が提示されておりますが、その固定量を定量的に示しました。また、I S O から試料のろ過の器具、操作方を備考3.の2)、3)に示すと同時に、その図も示してあります。この備考3.の2)の方法は、よう素滴定法においても引用してあります。

硫化物イオンのストリッピング装置を用いて定量する方法を I S O から附属書に示しました。

アンモニウムイオンについて、各試験方法の適用を備考1.で新たに記載してあります。

蒸留法の前処理においては、新たに注(1)に残留塩素の除去として蒸留前の試料にチオ硫酸ナトリウムの結晶を添加しておく方法を記載してあります。また、備考3.には妨害物質の脂肪族アミン、芳香族アミンなどについて記載してあります。

インドフェノール青吸光光度法について、サリチル酸塩による方法を I S O から附属書に示しました。当初は本文にできるように検討されていたのですが、強制法規にも引用されている項目であることから、今回の改正では附属書に示しました。

II. 主な改正点(29)

- 17. 塩化物イオン
- 3) 35.3イオンクロマトグラフ法
 - ⑥標準液を一括でこの項で表記
 - ⑦妨害物質(備考9.)
 - ・a)~c)(ISO)
 - ・d):旧規格の各項目から一括表記
 - ⑧備考11.:窒素、りんへの換算式
 - ⑨各イオンの妨害イオンの許容割合
[注(26)、表35.2]

32

II. 主な改正点(30)

- 18. シアン化合物
- 1) 38.1.2全シアン
 - 注(9):EDTAが関与と考えられる場合は、添加を除いた蒸留操作を追記
- 2) 38.4イオン電極
 - ふっ素化合物のイオン電極法の器具及び装置、操作等に整合

33

II. 主な改正点(31)

- 19. 硫化物イオン
- 1) 39.1メチレンブルー吸光光度法
 - ①塩基性炭酸亜鉛の硫化物イオン固定量を明記(10mlで約50mg)(備考2.)
 - ②ろ過器具を明記(ISO)
 - ・ピストンリンジ、加圧ろ過装置
 - ③ストリッピング装置の定量法を附属書
- 2) 39.2よう素滴定法
 - ろ過器による処理を追記(備考9.)

34

II. 主な改正点(32)

- 20. アンモニウムイオン
- 1) 各試験方法の適用を備考1.で追記
- 2) 42.1前処理(蒸留法)
 - ①試料中の残留塩素除去を追記[注(1)]
 - ②妨害物質を追記(備考3.)
- 3) 42.2インドフェノール青吸光光度法
 - サリチル酸塩による吸光法は附属書(ISO)

35

アンモニウムイオンのイオン電極法は、いずれもISOからであります。塩化物イオンなどと同様にふっ素化合物のイオン電極法との整合をはかった改正を行っております。この他に、試薬では塩化アンモニウム溶液、アルカリ性緩衝液を追加してあります。

また、注(8)には低濃度の標準液の調製方法を、備考11.には電極の保管方法、アミン類や界面活性剤等の妨害を備考12.5), 6)及び表42.1に新たに示してあります。

アンモニウムイオンの定量には、イオンクロマトグラフ法が新たに追加されております。陽イオン、アンモニウムイオン、ナトリウム、カリウム、カルシウム、マグネシウムの元素との同時になっております。試験操作などは、ナトリウムの項番を引用しております。

このイオンクロマトグラフ法においては、試料の保存処理について、資料のとおりで「試料の保存処理は行わず、直ちに試験を行う」こととなっており、「保存する場合は、0～10℃の冷暗所で保存し、できるだけ早く試験する。」としてあります。

亜硝酸イオンは、ナフチルエチレンジアミン吸光光度法において、ISOの発色試薬を使用する方法が備考2.に新たに示されております。

亜硝酸イオン、硝酸イオンのイオンクロマトグラフ法は塩化物イオンの項番の引用とし、旧規格にあった本文を全文削除しました。

有機体窒素は、注(1)にISOから、しばらく使用していない蒸留装置の使用時における洗浄について追記してあります。また、備考4.にはほう酸溶液の濃度を明記しました。旧規格では飽和のほう酸溶液となっておりました。さらにこの備考によった場合は、試料中の有機体窒素濃度を算出する本文中の色の適用ができないことも明記してあります。

次にりん酸イオンについてです。

旧規格にあった塩化すず還元法は削除されております。当初からあった試験方法ですが、最近はあまり利用されていないのではとの意見もあり、削除されました。

II. 主な改正点(33)

20. アンモニウムイオン
4) 42.4イオン電極法(ISO)
① ふっ素化合物のイオン電極法の器具及び装置、操作等に整合
② 低濃度の標準液調製方法[注(8)]
③ 電極の保管方法(備考11.)
④ アミン類や界面活性剤等の妨害
[備考12.5), 6)]

36

II. 主な改正点(34)

20. アンモニウムイオン
5) 42.5イオンクロマトグラフ法(新規)
① 陽イオンと同時定量(NH₄, Na, K, Ca, Mg)
② 3.3の試料保存は行わず直ちに試験。保存する場合は、0～10℃の冷暗所、できるだけ早く試験する。
③ 試薬、器具及び装置、操作等はNaの項番を引用

37

II. 主な改正点(35)

21. 亜硝酸イオン
1) 43.1.1ナフチルエチレンジアミン吸光光度法
○ 混合発色試薬を使用(備考2.) (ISO)
2) 43.1.2イオンクロマトグラフ法
○ 塩化物イオンの項番の引用(本文削除)
22. 硝酸イオン 43.2.5イオンクロマトグラフ法
○ 塩化物イオンの項番の引用(本文削除)

38

II. 主な改正点(36)

23. 有機体窒素
1) 44.1前処理(ケルダール法)
① 蒸留装置の取扱[注(1)](ISO)
② ほう酸溶液(20g/L)、式適用不可(備考4.)

39

II. 主な改正点(37)

24. りん酸イオン
1) 旧規格の塩化すず還元法は削除
2) 46.1.1モリブデン青吸光光度法
① ひ素(V)の除去(備考1.)
・ 検討試験結果から修正
・ 除去濃度を明記(10mg/L)
② 亜硝酸イオンの妨害(備考3.)
・ アミド硫酸ナトリウム添加で約7mgまで抑制

40

モリブデン青吸光光度法においては、後ほど検討試験結果をお話ししますが、その結果から以下のものが改正されております。

最初に備考1.におけるひ素の除去濃度を10mg/Lと明記しました。備考3.の亜硝酸イオンの妨害除去に使用するアミド硫酸ナトリウム添加のモリブデン酸アンモニウム溶液を用いた場合は、亜硝酸イオン約7mgまで妨害しないことも明記しました。旧規格では約20mgとなっていたものです。

備考4.においては、鉄(III)の妨害の量を30mgから10mg以上に修正してあります。

また備考6.は旧規格のままですが、DIBK抽出の操作を備考12.の引用によると明記しました。

さらに発色試薬としてモリブデン酸アンモニウム-アスコルビン酸混合溶液を用いる方法が備考7.に記載してあるのですが、備考8.ではモリブデン酸アンモニウム溶液、アスコルビン酸溶液を別々に添加する方法を新たに追記してあります。

りん酸イオンの定量には、イオンクロマトグラフ法が新たに追記されておりますが、測定操作等は塩化物イオンの項番を引用しております。

加水分解性りんについては、変更はないのですが、塩化すず還元法が削除されたことに関連して部分的な修正が行われております。

全りんは、分解後の注意について注(13)に旧規格も記載がありましたが、臭化物イオンを塩化物イオンに修正し、塩素ガスが発生するため、その注意事項が示されており、更に塩素の除去法として煮沸法を明記しました。

全りんの定量において、ひ素(V)からひ素(III)への還元方法が注(16)に示されておりますが、硫酸の濃度、チオ硫酸ナトリウム溶液の濃度、添加量を資料のとおりにより修正してあります。また還元後の放置時間も資料のとおりにより修正してあります。

旧規格では、硫酸酸性二流酸ナトリウム-チオ硫酸ナトリウム溶液5ml、放置時間は1~2分間となっております。

注(16)、(17)について正誤票が出ておりますので、ご確認下さい。

II. 主な改正点(38)

- 24. りん酸イオン
- 2) 46.1.1モリブデン青吸光光度法
 - ③鉄(III)の妨害(備考4.)
 - ・30mg以上→10mg以上に修正
 - ④DIBK抽出操作を明記(備考6.)
 - ⑤備考7.の混合溶液(発色)ではなく、別々に添加して発色する操作を追記(備考8.)
- 3) 46.1.3イオンクロマトグラフ法(新規)
 - 塩化物イオンの項番を引用

II. 主な改正点(39)

- 24. 加水分解性りん
- 1) 旧規格46.1.2削除に関連して
 - ①定量範囲
 - ②旧規格注(9)、(10)、(13)削除
- 25. 全りん
- 1) 46.3.1ペルオキシ二硫酸カリウム分解法
 - ①分解瓶の取扱[注(13)]
 - ・臭化物イオン→塩化物イオン
 - ・塩素臭の除去法で煮沸法を明記

II. 主な改正点(40)

- 25. 全りん
- 1) 46.3.1ペルオキシ二硫酸カリウム分解法
 - ②ひ素(III)への還元[注(16)]
 - ・硫酸(1mol/L)1.5ml+チオ硫酸ナトリウム溶液(7.65g/L)1.5ml添加
 - ・放置時間を5~10分間
 - ・正誤票
 - ◎60/25→(60+c)/25(後ろ)

II. 主な改正点(41)

- 25. 全りん
- 1) 46.3.1ペルオキシ二硫酸カリウム分解法
 - ③注(17)正誤票
 - ◎60/25→(61+c)/25(後ろ)
 - ◎(60+b)/25→(61+b)/25(後ろ)

続いてほう素のメチレンブルー吸光光度法においては、注（１）で試料のろ過を示してあります。旧規格ではアズメチンH吸光光度法で規定されていたものですが、この吸光光度法においても、試料をろ過してから定量操作を行うこととなっております。注（２）も同様です。

II. 主な改正点(42)

26. ほう素
1) 47.1メチレンブルー吸光光度法
① 試料のろ過【注(1)】
② 懸濁物を含まない試料又は除いた試料に有機物が含まれている場合【注(2)】

45

ほう素のICP質量分析法です。新たに規定されたものです。

この方法は通常多元素同時測定法として用いられる方法になるわけですが、試料の前処理としてろ過だけの方法であるため、多の金属元素とは別に単独で定量する方法となっております。また、他の金属で溶存を測定する場合でも、ほうその場合はICP発光分光分析法の備考6.にあるように、メモリー効果が大きいため、単独測定が前提になります。

内標準元素はイットリウム、インジウムを用いております。

ICP質量分析法においては、通常検量線法は用いられないようですが、備考8.に示してありますが、主成分元素又は有機物の含有量が少なく、非スペクトル干渉が無視できる場合は、内標準元素の添加を行わない検量線法が用いられるように規定してあります。

ここでも正誤票が出ております。

II. 主な改正点(43)

26. ほう素
2) 47.4ICP質量分析法(新規)
① 内標準元素(Y,In)
② 非スペクトル干渉が無視できる試料は検量線法(備考8.)
③ メモリー効果対策(備考9.)
④ 正誤票
・(Y 50mg/ml) → (Y 50 μg/ml)
・(In 50mg/ml) → (In 50 μg/ml)

46

ナトリウムにおいては、フレイム光度法にISOからカリウム、カルシウムの影響を抑制するため、塩化セシウム溶液を試料にあるとおり添加して定量する方法を備考1.に示してあります。

イオンクロマトグラフ法においては、この項目で塩化物イオンと同様、陽イオンのアンモニウムイオン、ナトリウム、カリウム、カルシウム、マグネシウムの同時定量法を一括で示してあります。カルシウム、マグネシウムは新規に追加された項目です。

このイオンクロマトグラフ法は、塩化物イオンと同様に同時定量が中心に整理されております。必要に応じて単独定量、複数定量が可能となる記載となっております。

II. 主な改正点(44)

27. ナトリウム
1) 48.1フレイム光度法
○ K, Ca影響抑制(備考1.)
・ 塩化セシウム(25g/L)
試料40ml: 添加量5ml(ISO)
2) 48.3イオンクロマトグラフ法
① Ca, Mg新規追加
② 同時定量又は単独定量

47

溶離液、再生液についても塩化物イオンと同様となっております。

妨害についても、塩化物イオンと同様の整理になっておりますが、I S Oから備考6. を追記してあります。

ここでも正誤票が出ております。

カリウムにおいては、資料にないのですが、フレイム光度法のナトリウム影響抑制として、備考1. に塩化セシウムを用いる方法をナトリウムの備考1. の引用で示してあります。

フレイム原子吸光法では、カルシウムの影響抑制のため、塩化セシウム溶液の添加方法を示してあります。

イオンクロマトグラフ法では、ナトリウムの項番を引用し、旧規格にあった操作等は全文削除してありますが、カリウムに必要な備考は旧規格のままとなっております。

カルシウムのキレート滴定法では、旧規格にもあったのですが、I S OからHSNN指示薬のHSNNと硫酸カリウム、HSNNと塩化ナトリウムを用いた粉末の指示薬が利用できるように新たに追記されております。

E D T A溶液の調製方法を、加熱時間等を除いた方法で規定してあります。また、この評定には亜鉛溶液を用いた方法で新たに記載しました。

シアン溶液の添加をしない条件を注(4)にI S Oから新たに追記してあります。さらに同様にI S Oから備考1. にシアン溶液の取扱を備考1. に新たに追記、備考2. にも妨害について新たに追記してあります。

フレイム原子吸光法では、I S Oからアセチレン-一酸化二窒素フレイムを用いる場合に、塩化セシウム溶液を用いる方法を備考4. に新たに追記してあります。

I C P発光分光分析法では、同時測定が可能なマグネシウムを含めてここで一括で整理してあります。旧規格ではアルミニウムも同時定量の対象元素となっておりますが、

II. 主な改正点(45)

27. ナトリウム
2) 48.3イオンクロマトグラフ法
③ 溶離液
・分離性能は分離度の確認(備考3.)
・調製方法、例示は附属書
④ 再生液
・分離性能は分離度の確認(備考3.)

48

II. 主な改正点(46)

27. ナトリウム
2) 48.3イオンクロマトグラフ法
⑤ 妨害(備考6.) (ISO)
⑥ 正誤票
・a) マグネシウム標準液
(Mg 5mg/ml) → (Mg 1mg/ml)

49

II. 主な改正点(47)

28. カリウム
1) 49.2フレイム原子吸光法
○ Ca影響抑制(備考2.)
2) 49.3イオンクロマトグラフ法
① ナトリウムを項番で引用
② 旧規格の備考等はそのまま

50

II. 主な改正点(48)

29. カルシウム
1) 50.1キレート滴定法
① 粉末の指示薬[注(*)] (ISO)
② EDTA溶液調製方法及び標定方法
・亜鉛溶液を用いた標定
・亜鉛溶液の調製方法(JIS K 8005)
③ シアン溶液の無添加[注(*)] (ISO)
④ シアン溶液の取扱(備考1.) (ISO)
⑤ 滴定への妨害(備考2.) (ISO)

51

II. 主な改正点(49)

29. カルシウム
2) 50.2フレイム原子吸光法
○ 多燃料フレイム対応(備考4.) (ISO)
3) 50.3ICP発光分光分析法
① Mgとの同時定量又は個別定量
② 検量線作成の調製範囲[注(*)]
4) 50.4イオンクロマトグラフ法(新規)
○ ナトリウムを項番で引用

52

今回の改正では、削除されております。
イオンクロマトグラフ法は、新たに規定されたものですが、
ナトリウムの項番を引用しております。

マグネシウムのキレート滴定法も、カルシウムの場合と同様な変更となっております。

指示薬の名称については、エリオクロムブラック T 溶液の表記から E B T 溶液の表記に変更してありますが、調製方法等は旧規格のままです。しかし、I S O から注 (1) でこの指示薬以外にメタニル塩を用いることも可能としております。また、備考 1 . にも E B T と他の試薬との調製による指示薬の使用も可能となっております。

E D T A 溶液は旧規格と同様にカルシウムの引用となっているのですが、標定方法等はカルシウムで説明したとおり亜鉛溶液を用いたものとなっております。

シアン溶液を使用しない条件も、I S O から注 (3) で示してあります。

I C P 発光分光分析法はカルシウムの項番を引用にし、操作等は全文削除となっております。

イオンクロマトグラフ法は新たに追加された方法ですが、ナトリウムの項番引用となっております。

銅についてですが、これに関連する金属元素を代表して説明させていただきます。

フレイム原子吸光法では、分析装置、準備操作をここで規定して、他の元素ではこれを引用するように整理しました。内容の改正はありません。

フレイム原子吸光分析装置につきましては、「JISK0121 に規定するフレイム原子吸光分析装置で、測定対象元素用の中空陰極ランプ又は無電極放電ランプを備え、かつ、バックグラウンド補正が可能なもの。」としました。

また、準備操作においては、資料のとおりで整理しました。電気加熱原子吸光法においても、内容の改正はありませんが、フレイム原子吸光法と同様に、分析装置、準備操作を修正し、規定しました。

II. 主な改正点 (50)

30. マグネシウム

- 1) 51.1 キレート滴定法
 - ① 指示薬表記を修正 (EBT 溶液)
 - ② EDTA 溶液調製方法及び標定方法
・Ca の引用
 - ③ 指示薬 [注 (1)、備考 4.] (ISO)
 - ④ シアン溶液の無添加 (備考 3.) (ISO)

53

II. 主な改正点 (51)

30. マグネシウム

- 1) 51.3 ICP 発光分光分析法
 - Ca の項番の引用
- 2) 51.4 イオンクロマトグラフ法 (新規)
 - Na の項番の引用

54

II. 主な改正点 (52)

31. 銅 (関連する金属の代表)

- 1) 52.2 フレイム原子吸光法
 - ① フレイム原子吸光分析装置
 - ② 準備操作 5.5→5.
- 2) 52.3 電気加熱原子吸光法
 - ① 電気加熱原子吸光分析装置
 - ② 準備操作 5.5→5

55

ICP発光分光分析法については、同時定量を中心に整理し、ここで一括で標準液の調製等を示しました。対象となる項目の変更はありません。同時定量の対象、単独の定量はイオンクロマトグラフ法の場合と同様な整理となっております。

なお、附属書には、それぞれ単独での測定になるのですが、銀、バリウム、ベリリウム及びウランについて示してあります

さて、標準液は、一括でこの項目で示してあるのですが、旧規格にあった試薬を用いての調製、JIS試薬を用いての調製は削除されており、金属を溶解して調製する方法となっております。ただし、金属の溶解が困難なものについては試薬を用いて調製するものも、そのまま残っており、マンガン標準液に用いる過マンガン酸カリウム、クロム標準液に用いる二クロム酸カリウムなどがそれにあたります。

ISOから、測定前、連続測定中の測定系の洗浄を注(11)に示してあります。

更にICP発光分光分析法の検量線の調製範囲については、注(17)に「検量線の最高濃度の5～10倍」と提示してあります。

この資料では記載してありませんが、内標準元素にはイットリウム他に、インジウム、イッテルビウムも使用できるようになっております。これは、アルミニウム、クロム、モリブデン、バナジウムの同時定量、ビスマス、タングステンの単独定量の場合にも同様な内標準元素が用いられるようになっております。

ICP質量分析法では対象金属元素が、13元素と大幅に増えております。同時定量の対象、単独の定量は、イオンクロマトグラフ法の場合と同様な整理となっております。なお、ISO17353においては62元素が対象となっております。今回の改正では、この検討も行っているのですが、国内で必要と考えられた項目だけを対象とすることから今回の改正内容となっております。

また、附属書には、水銀、銀、バリウム、ベリリウム及びウランの方法が示されております。

標準液の調製については、ICP発光分光分析法の引用の他、各項目で関連する元素の引用となっております。

また、標準液の濃度確認方法として注(21)に、「定期的に濃度の安定性を、新たに調製した標準液と比較して確認する。特に、濃度の低い標準液は濃度が低下し安いため注

II. 主な改正点(53)

- 31.銅(関連する金属の代表)
3)52.4ICP発光分光分析法
(Cu,Zn,Pb,Cd,Mn,Fe,Ni,Co)
①同時定量又は単独定量
②標準液
・金属を溶解して調製
・旧規格にある試薬による調製方法は削除
③測定前、連続測定中での測定系の洗浄[注(11)](ISO)

II. 主な改正点(54)

- 31.銅(関連する金属の代表)
3)52.4ICP発光分光分析法
④検量線の調製範囲[注(17)]
4)52.5ICP質量分析法
(Cu,Zn,Pb,Cd,Mn,Al,Ni,Co,As,Bi,Cr,Se,V)
①対象元素(6→17)
②同時定量又は単独定量(6→13)

II. 主な改正点(54)

- 31.銅(関連する金属の代表)
4)52.5ICP質量分析法
③標準液
・ICP発光分光分析法からの引用
・各項目の関連元素を引用
・濃度の定期的確認[注(21)]
・沈殿が生じないもの[注(22)]
④内標準元素(Y,In,Bi)
⑤スペクトル干渉[注(24)],(25)表52.3
⑥非スペクトル干渉(備考13.)

意する」としております。

更に注(22)において、標準液を混合した場合、沈殿が生じることも考えられることから、沈殿の生じないものとして規定されております。

内標準元素としては、ほう素の場合と同様イットリウム、インジウムがありますが、更にビスマスも用いられるようになっております。

スペクトル干渉については、注(24)、(25)及び表52.3に示されております。

ほう素の場合と同様に、主成分元素又は有機物の含有量が少なく、非スペクトル干渉が無視できる場合は、内標準元素の添加を行わない検量線法が用いられるように規定してあります。

アルミニウムのICP発光分光分析法は、旧規格では同時測定にカルシウム、マグネシウムとなっておりますが、今回の改正で、アルミニウム、クロム、モリブデン、バナジウムで同時定量法となっております。

標準液の調製は、この項目で一括整理してあり、硝酸酸性ですべて調製することとなっております。

装置、操作等は銅を引用したものとなっております。

次にひ素の水素化物発生原子吸光法ですが、旧規格では備考で示されていたものですが、連続水素化物発生法を本文にし、これまでのもの、バッチ式ですが、備考3. にしてあります。水素化物発生法はテトラヒドロほう酸ナトリウムを用いる方法となっており、旧規格のよう化カリウム、塩化せず、鉄を用いる方法は削除されております。

この備考3. においては、テトラヒドロほう酸ナトリウムをシリンジによる方法としてあります。

備考2. にISOから循環式分解装置を示すとともに、その操作を提示してあります。

旧規格の備考2. にあった水素化物の濃縮法は備考4. として規定されております。また、遷移金属による妨害対応を備考5. に新たに提示してあります。

水素化物発生ICP発光分光分析法においては、水素化物発生方法は旧規格と同様なのですが、水素化物発生原子吸光法において、連続式が本文となったことから、この原子吸光法の操作を引用する表記としております。旧規格の備考5. 備考6. を削除し、新規格では備考7. で遷移金属の妨害を水素化物発生原子吸光法の備考5. の引用で表記

II. 主な改正点(55)

- 32.アルミニウム(関連する金属の代表)
1) 58.4ICP発光分光分析法
(Al, Cr, Mo, V)
①標準液
・硝酸酸性で調製
②装置、操作等は銅を引用

59

II. 主な改正点(56)

- 33.ひ素(関連する金属の代表)
1) 61.2水素化物発生原子吸光法
①連続水素化物発生法を本文
②循環式分解装置(備考2.) (ISO)
③バッチ式水素化物発生法(備考3.)
④濃縮法(備考4.) (旧規格備考2.)
⑤遷移金属による妨害(備考5.)

60

II. 主な改正点(57)

- 33.ひ素(関連する金属の代表)
1) 61.3水素化物発生ICP発光分光分析法
①水素化物発生法の操作、遷移金属妨害(61.2の引用)
②セレンとの同時定量を不採用
2) 61.4ICP質量分析法
①銅の項番の引用
②塩素を含む試料の補正方法(備考9.)

61

してあります。更にこの備考7. に標準添加法を用いる場合は、バックグラウンド補正を行うことを表記してあります。旧規格の備考6. にあったものです。

今回の改正では、各種の検討報告などから、セレンとの同時測定を不採用としました。

ひ素のICP質量分析法は、新規に規定されたものですが、銅の項番の引用となっております。

しかし、ひ素のこの方法の場合は、塩酸、塩化物イオンなどの塩素を多量に含む試料ではスペクトル干渉の影響が大きくなることから、備考9. に補正の方法を示してあります。

改正点の概要説明の最後になります。アンチモンのICP質量分析法についてです。新規に規定された方法となります。同時測定としてはアンチモン、すず、モリブデン、タングステンとなっております。他の同時測定の場合と同様に、この項目のところで一括で標準液の調製等を整理してあります。

混合標準液の調製においては、他の金属と違い塩酸を用いて調製することとしておりますが、注(15)に硝酸を用いてもよいとしてあります。

装置、操作等、非スペクトル干渉については、銅を引用しております。

改正点の詳細として、これまでお話ししたことも踏まえて主に同時測定方法を中心としてまとめのご説明申し上げます。

最初にイオンクロマトグラフ法です。陰イオン、陽イオンの同時測定対象元素を一覧として示しました。対象イオンに「○」がついているのは、今回新規に追加された元素です。陰イオンではふっ化物イオン、りん酸イオン、陽イオンではカルシウム、マグネシウムとなっております。

陰イオンの定量範囲についてはサプレッサーあり、サプレッサーなしのものが示されております。サプレッサーありの場合、定量下限値が無しの場合の約1/5となっております。

分離度について、イオンクロマトグラフ分析通則(JIS K 0127)にあるものを示してあります。第二成分と第一成分のピーク距離とを考えていただければよいと思います。分離度の計算式は本文中にも示されております。この分離度の求め方は、もともとはISOにあったもので、通則で

II. 主な改正点(58)

34.アンチモン(関連する金属の代表)
1) 62.4ICP質量分析法
(Sb, Sn, Mo, W)
① 混合標準液 塩酸(又は硝酸)による調製
② 装置、操作、スペクトル干渉、検量線法は銅を引用
③ 非スペクトル干渉【備考12.】

62

III. 改正点の詳細(1)

1. イオンクロマトグラフ法

1) 陰イオン

陰イオン	サプレッサーあり	サプレッサーなし
塩化物 (Cl ⁻)	0.1~25	0.5~25
ふっ化物 (F ⁻)	0.05~20	0.1~20
硝酸根 (NO ₃ ⁻)	0.1~25	0.5~25
硫酸根 (SO ₄ ²⁻)	0.1~50	0.5~50
りん酸根 (PO ₄ ³⁻)	0.1~50	0.5~50
臭化物 (Br ⁻)	0.1~50	0.5~50
硫酸根 (SO ₄ ²⁻)	0.2~100	1~100

備考 測定範囲は、検出限、試料注入量、カラムの交換容量などにより異なる。
○: 新規

2) 陽イオン

対象陰イオン	定量範囲 (mg/L)	繰返し精度 (%)
アンモニウムイオン (NH ₄ ⁺)	0.1~30	2~10
ナトリウム (Na)	0.1~30	2~10
カリウム (K)	0.1~30	2~10
カルシウム (Ca)	0.2~50	5~10
マグネシウム (Mg)	0.2~50	5~10

*: 定量範囲は、検出限、試料注入量、カラムの交換容量などにより異なる。

III. 改正点の詳細(2)

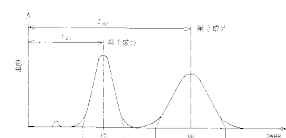
1. イオンクロマトグラフ法

3) 分離度 (JIS K 0127)

陰イオン混合標準液 (1mg/ml) を用いた場合は分離度1.3以上が必要。

$$R = \frac{2 \times (t_{R2} - t_{R1})}{W_1 + W_2}$$

ここに、
 t_{R1} : 第1成分の保持時間(s)
 t_{R2} : 第2成分の保持時間(s)
 W_1 : 第1成分のピーク幅(s)
 W_2 : 第2成分のピーク幅(s)

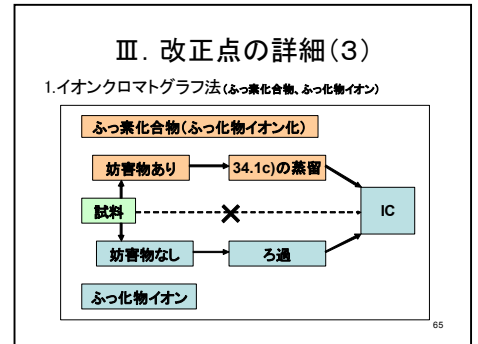


それから作成されたものです。

今回の改正でふっ化物いおんが追加されておりますが、先の陰イオン全部を同時測定すると、ふっ化物イオンが最初のピークが検出されますが、これまでの技術ではこのふっ化物と塩化物イオンの分離が明確でないものもあり、これまで採用を見送られてきました。近年の温度管理、ポンプ能力の精度アップなどにより可能となっております。

イオンクロマトグラフ法において、ふっ化物を例として示しましたが、試験方法においてろ過を行う指示があった場合はそれに従っていただく必要があります。特にふっ化物の場合は、イオンクロマトグラフ法ではろ過した試料に適用するのが前提となっております。直接イオンクロマトグラフに注入してはいけません。

規格ではある試料を想定して操作を記載してあります。この場合はある程度清浄な試料を想定して、試料の前処理としてろ過だけを行い、イオンクロマトグラフで定量するものとなっております。妨害がある場合、ハロゲン化物が多量に含まれている場合の対応として備考に記載されており、その場合の対応が記載されており、その操作を行った後イオンクロマトグラフで定量することとなります。



次にICP発光分光分析法について、この資料は田尾先生の資料からの引用になっておりますが、同時測定元素と、単独測定元素を一覧として示したものです。

今回の改正では、ICP発光分光分析法が適用された元素が21元素となっており、旧規格の18元素より3元素増えています。アンチモン、ビスマス、タングステンの3元素です。

標準液の組合せ、同時測定対象元素の組合せにもなるのですが、変更されております。旧規格でカルシウム、マグネシウム、アルミニウムが同時測定となっておりますが、今回の改正でアルミニウムはクロム、モリブデン、バナジウムと同時定量となっております。また、ひ素とセレンは今回の改正で、水素化物発生を行う元素としてそれぞれ単独測定に変更されております。

なお、この資料にないのですが、内標準法を行う場合の内標準物質はイットリウムとなっているのですが、銅などの測定、アルミニウムなどの測定、ビスマス、タングステンの場合は、イットリウム他に、インジウム、イッテルビウムも使用できるようになっております。

また、先にも述べましたが、附属書に銀、バリウム、ベリリウム、ウランのICP発光分光分析法が示されております。

Ⅲ. 改正点の詳細(4)

ICP発光分光分析法

出典: JISK 0102工業排水試験方法改正説明会テキストp.36 田尾

① 測定元素: 18元素 → 21元素(Sb, Bi, W自加)
 ② 標準液の組み合わせ変更

測定前	測定後	試薬	淨液組成
B 20	B 20	H ₂ O ₂	H ₂ O
Ca 20	Ca 10	CaCO ₃	0.3M HCl
Mg 10	Mg 1	MgO	0.3M HCl
Bi 20			
Cu 10	Cu 10		0.14M HNO ₃
Zn 10	Zn 10		0.14M HNO ₃
Pb 10	Pb 10		0.14M HNO ₃
Co 5	Co 10	Co	0.14M HNO ₃
Mn 10	Mn 10	MnO ₂	0.14M HNO ₃
Fe 10	Fe 10	FeF ₆ (NH ₄) ₂ SO ₄ ・9H ₂ O	0.12M HCl
Ni 10	Ni 10		0.14M HNO ₃
Cr 10	Cr 10	Cr	0.14M HNO ₃
Sb 10	Sb 10	Sb(三價標準液)・H ₂ SO ₄ ・H ₂ O	1.1M HCl (0.025M H ₂ SO ₄)
Al 10	Al 20	Al(NO ₃) ₃ ・12H ₂ O	0.14M HNO ₃
Cr 10	Cr 10	K ₂ Cr ₂ O ₇	0.14M HNO ₃
Mo 20	Mo 20	(NH ₄) ₂ MoO ₄ ・4H ₂ O	H ₂ O
V 10	V 10	(NH ₄) ₂ VO ₄ (濃縮標準液)・H ₂ SO ₄	0.14M HNO ₃ (0.025M H ₂ SO ₄)
As 0.1	As 10	As ₂ O ₃	0.12M HCl (0.001M NaOH, 0.001M H ₂ SO ₄)
Se 0.1	Se 10	Se	0.17M H ₂ SO ₄ (0.006M HCl)
	Sb 10	Sb	1.6M H ₂ SO ₄
	Bi 10	Bi	1.6M HNO ₃ (0.006M H ₂ SO ₄)
	W 10	Na ₂ WO ₄ ・2H ₂ O	1.2M HCl

追加

す。

次にICP質量分析法について説明します。この資料も田尾先生の資料をもとにしたものです。対象元素が18元素と旧規格の6元素から大幅に追加されており、金属の同時測定へのニーズが高まってきていること、ICP発光分光分析法の大凡1/20の定量下限値が可能となってきたことから対象元素が増えたものです。ほう素は、単独の測定となっております。更に溶存のほう素を定量することとしており、環境省の方法に整合させたものです。内標準物質もイットリウムとインジウムとなっております。銅などでは、13元素の同時定量となっており、内標準物質にイットリウム、インジウム、ビスマスの3物質となっております。アンチモン、すずなどでは4元素が同時定量となっており、内標準物質は銅などと同じです。アンチモン、すずなどが別になっているのは、標準液の安定性を考慮したことによっております。また、内標準物質のイットリウム、インジウム、ビスマス以外のもも資料に示す条件を満たせば使用できるようとなっております。

同時測定の方法ではありませんが、先にりん化合物及び全りんの説明において、検討試験結果によっていることを申し上げます。この資料はその基になっている資料で、並木先生がとりまとめられた資料です。上二つと右下が備考1. のひ素(V)の妨害除去を確認した結果です。これによってひ素(V)の除去量や放置時間などが決定されております。左下のものは、備考2. にアンモニウムイオンの影響を示しているものです。

ナトリウム、カリウムのフレイム原子吸光法における塩化セシウムの添加による感度上昇、それぞれの影響現象を確認したものです。

Ⅲ. 改正点の詳細(5)

ICP質量分析法

出典: JIS K 0102工業排水試験方法改正 説明会テキストp.37 田尾、加藤、修正

主な改正点

① 6元素 → 18元素

② B, As, Seの採用

③ Biは、環境省公定法では溶存態を測定するため、本JISでも同様の操作(Y, In)

④ Sb, Snなどは標準液の安定性を考慮し、別途記述

⑤ 内標準元素: Y, In, Bi以外でも、下記の条件を満たせば使用可。

- 測定対象元素と質量数の近い元の地球に含まれていない

対象元素	定量範囲 (ppb/L)	検出限界 (ppb/L)	質量数
Be	0.5~500	2~10	90.05
B	0.5~500	2~10	10.0125
Br	0.5~500	2~10	79.904
Ca	0.5~500	2~10	40.078
Cd	0.5~500	2~10	112.414
Co	0.5~500	2~10	58.933
Cr	0.5~500	2~10	51.996
Cu	0.5~500	2~10	63.546
Fe	0.5~500	2~10	55.845
Hg	0.5~500	2~10	200.59
In	0.5~500	2~10	114.818
Mn	0.5~500	2~10	54.938
Mo	0.5~500	2~10	95.94
Ni	0.5~500	2~10	58.693
Pb	0.5~500	2~10	207.2
Se	0.5~500	2~10	78.96
Sb	0.5~500	2~10	121.757
Sn	0.5~500	2~10	118.710
Te	0.5~500	2~10	127.46
Ti	0.5~500	2~10	47.88
V	0.5~500	2~10	50.942
Zn	0.5~500	2~10	65.38

※ 検出限界は測定条件による。

対象元素	定量範囲 (ppb/L)	検出限界 (ppb/L)	質量数
Y	0.5~500	2~10	88.905
In	0.5~500	2~10	114.818
Bi	0.5~500	2~10	208.980
As	0.5~500	2~10	74.9216
Se	0.5~500	2~10	78.96
Sb	0.5~500	2~10	121.757
Sn	0.5~500	2~10	118.710
Te	0.5~500	2~10	127.46
Ti	0.5~500	2~10	47.88
V	0.5~500	2~10	50.942
Zn	0.5~500	2~10	65.38

※ 検出限界は測定条件による。

Ⅲ. 改正点の詳細(6)

りん化合物及び全りん

出典: JIS K 0102工業排水試験方法改正 説明会テキストp.9 並木

※ 検出限界は測定条件による。

Ⅲ. 改正点の詳細(7)

フレイム原子吸光法 (Na, K)

出典: JIS K 0102工業排水試験方法改正 説明会テキストp.10 並木

○: Na 標準溶液
△: Na, K 混合標準溶液
塩化セシウム溶液
実線: 無添加, 点線: 添加

○: K 標準溶液
△: Na, K 混合標準溶液
塩化セシウム溶液
実線: 無添加, 点線: 添加

最後に ICP 発光分光分析法において、ひ素とセレンとの同時測定を不採用としたもとの資料です。田尾先生の資料ですが、資料の下段「しかし」以降になりますが、ひ素（V）からひ素（III）への還元力が弱いことが明らかとなったためです。

長々と修正点だけの説明であまりお役に立つことはなかったと思いますが、これで私の説明は終わります。なお、参考に平成17年次点ですが整理した関係している法律と項目との引用を一覧で示したものを参考に付けさせていただきます。また、別に、今回修正点の詳細を文字が小さくて恐縮ですが、一覧として示したのも配布させていただきます。参考にさせていただければ幸いです。

ご静聴有難うございました。

Ⅲ. 改正点の詳細(8)

Asの水素化物発生ICP発光分光分析法

出典:JIS K 0102工業排水試験方法改正 説明会テキストp.34 田尾

Asの水素化物発生ICP発光分光分析法

⑤ 予備還元剤

硫酸白煙後の試料
H₂O
HCl
KBr
50℃で50分間反応

変更

原子吸光法と同じ操作
硫酸白煙後の試料
H₂O
HCl
KI
室温で30分間反応

KIは予備還元剤の他、干渉抑制剤としても働く

予備還元: 係数により、水素化(合)物になる効率が異なるので、事前に統一しておく
As(V) → As(III) ... As(V)はAs(III)に比べて50~80%しかAsH₃にならない
Se(VI) → Se(IV) ... Se(VI)は殆どH₂Seにならない

予備還元剤にKBrを用いた理由:
ICP発光分光分析法の多元素同時定量能力を活かすため、AsとSeの還元を同時に予備還元することを目指す

しかし、As(V) → As(III)への還元力が弱いことが、環境省の統一精度管理調査等で明らかとなったことから、**尚時定量は廃し、As&Seは個別に定量することとした。**

参考

項目	JIS K 0102 工業排水試験方法										備考	
	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10		
As	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○	As(III)はAs(V)より検出感度が低い。As(V)はAs(III)に比べて50~80%しかAsH ₃ にならない。
Se	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○	Se(VI)は殆どH ₂ Seにならない。
Cr	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○	Cr(VI)はCr(III)に比べて検出感度が低い。
Fe	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○	Fe(III)はFe(II)に比べて検出感度が低い。
Mn	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○	Mn(VII)はMn(II)に比べて検出感度が低い。
Ni	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○	Ni(IV)はNi(II)に比べて検出感度が低い。
Pb	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○	Pb(IV)はPb(II)に比べて検出感度が低い。
Sn	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○	Sn(IV)はSn(II)に比べて検出感度が低い。
Co	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○	Co(III)はCo(II)に比べて検出感度が低い。
Cd	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○	Cd(IV)はCd(II)に比べて検出感度が低い。
Zn	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○	Zn(IV)はZn(II)に比べて検出感度が低い。
Mo	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○	Mo(VI)はMo(IV)に比べて検出感度が低い。
Bi	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○	Bi(V)はBi(III)に比べて検出感度が低い。
U	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○	U(VI)はU(IV)に比べて検出感度が低い。
Th	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○	Th(V)はTh(III)に比べて検出感度が低い。
Pa	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○	Pa(V)はPa(III)に比べて検出感度が低い。
U	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○	U(VI)はU(IV)に比べて検出感度が低い。
Th	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○	Th(V)はTh(III)に比べて検出感度が低い。
Pa	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○	Pa(V)はPa(III)に比べて検出感度が低い。
U	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○	U(VI)はU(IV)に比べて検出感度が低い。
Th	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○	Th(V)はTh(III)に比べて検出感度が低い。
Pa	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○	Pa(V)はPa(III)に比べて検出感度が低い。
U	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○	U(VI)はU(IV)に比べて検出感度が低い。
Th	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○	Th(V)はTh(III)に比べて検出感度が低い。
Pa	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○	Pa(V)はPa(III)に比べて検出感度が低い。
U	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○	U(VI)はU(IV)に比べて検出感度が低い。
Th	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○	Th(V)はTh(III)に比べて検出感度が低い。
Pa	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○	Pa(V)はPa(III)に比べて検出感度が低い。
U	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○	U(VI)はU(IV)に比べて検出感度が低い。
Th	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○	Th(V)はTh(III)に比べて検出感度が低い。
Pa	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○	Pa(V)はPa(III)に比べて検出感度が低い。
U	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○	U(VI)はU(IV)に比べて検出感度が低い。
Th	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○	Th(V)はTh(III)に比べて検出感度が低い。
Pa	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○	Pa(V)はPa(III)に比べて検出感度が低い。
U	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○	U(VI)はU(IV)に比べて検出感度が低い。
Th	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○	Th(V)はTh(III)に比べて検出感度が低い。
Pa	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○	Pa(V)はPa(III)に比べて検出感度が低い。
U	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○	U(VI)はU(IV)に比べて検出感度が低い。
Th	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○	Th(V)はTh(III)に比べて検出感度が低い。
Pa	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○	Pa(V)はPa(III)に比べて検出感度が低い。
U	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○	U(VI)はU(IV)に比べて検出感度が低い。
Th	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○	Th(V)はTh(III)に比べて検出感度が低い。
Pa	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○	Pa(V)はPa(III)に比べて検出感度が低い。
U	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○	U(VI)はU(IV)に比べて検出感度が低い。
Th	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○	Th(V)はTh(III)に比べて検出感度が低い。
Pa	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○	Pa(V)はPa(III)に比べて検出感度が低い。
U	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○	U(VI)はU(IV)に比べて検出感度が低い。
Th	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○	Th(V)はTh(III)に比べて検出感度が低い。
Pa	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○	Pa(V)はPa(III)に比べて検出感度が低い。
U	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○	U(VI)はU(IV)に比べて検出感度が低い。
Th	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○	Th(V)はTh(III)に比べて検出感度が低い。
Pa	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○	Pa(V)はPa(III)に比べて検出感度が低い。
U	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○	U(VI)はU(IV)に比べて検出感度が低い。
Th	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○	Th(V)はTh(III)に比べて検出感度が低い。
Pa	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○	Pa(V)はPa(III)に比べて検出感度が低い。
U	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○	U(VI)はU(IV)に比べて検出感度が低い。
Th	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○	Th(V)はTh(III)に比べて検出感度が低い。
Pa	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○	Pa(V)はPa(III)に比べて検出感度が低い。
U	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○	U(VI)はU(IV)に比べて検出感度が低い。
Th	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○	Th(V)はTh(III)に比べて検出感度が低い。
Pa	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○	Pa(V)はPa(III)に比べて検出感度が低い。
U	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○	U(VI)はU(IV)に比べて検出感度が低い。
Th	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○	Th(V)はTh(III)に比べて検出感度が低い。
Pa	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○	Pa(V)はPa(III)に比べて検出感度が低い。
U	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○	U(VI)はU(IV)に比べて検出感度が低い。
Th	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○	Th(V)はTh(III)に比べて検出感度が低い。
Pa	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○	Pa(V)はPa(III)に比べて検出感度が低い。
U	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○	U(VI)はU(IV)に比べて検出感度が低い。
Th	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○	Th(V)はTh(III)に比べて検出感度が低い。
Pa	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○	Pa(V)はPa(III)に比べて検出感度が低い。
U	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○	U(VI)はU(IV)に比べて検出感度が低い。
Th	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○	Th(V)はTh(III)に比べて検出感度が低い。
Pa	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○	Pa(V)はPa(III)に比べて検出感度が低い。
U	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○	U(VI)はU(IV)に比べて検出感度が低い。
Th	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○	Th(V)はTh(III)に比べて検出感度が低い。
Pa	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○	Pa(V)はPa(III)に比べて検出感度が低い。
U	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○	U(VI)はU(IV)に比べて検出感度が低い。
Th	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○	Th(V)はTh(III)に比べて検出感度が低い。
Pa	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○	Pa(V)はPa(III)に比べて検出感度が低い。
U	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○	U(VI)はU(IV)に比べて検出感度が低い。
Th	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○	Th(V)はTh(III)に比べて検出感度が低い。
Pa	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○	Pa(V)はPa(III)に比べて検出感度が低い。
U	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○	U(VI)はU(IV)に比べて検出感度が低い。
Th	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○	Th(V)はTh(III)に比べて検出感度が低い。
Pa	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○	Pa(V)はPa(III)に比べて検出感度が低い。
U	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○	U(VI)はU(IV)に比べて検出感度が低い。
Th	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○	Th(V)はTh(III)に比べて検出感度が低い。
Pa	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○	Pa(V)はPa(III)に比べて検出感度が低い。
U	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○	U(VI)はU(IV)に比べて検出感度が低い。
Th	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○	Th(V)はTh(III)に比べて検出感度が低い。
Pa	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○	Pa(V)はPa(III)に比べて検出感度が低い。
U	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○	U(VI)はU(IV)に比べて検出感度が低い。
Th	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○	Th(V)はTh(III)に比べて検出感度が低い。
Pa	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○	Pa(V)はPa(III)に比べて検出感度が低い。
U	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○	U(VI)はU(IV)に比べて検出感度が低い。
Th	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○	Th(V)はTh(III)に比べて検出感度が低い。
Pa	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○	Pa(V)はPa(III)に比べて検出感度が低い。
U	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○	U(VI)はU(IV)に比べて検出感度が低い。
Th	○											