

海洋汚染等及び海上災害の防止に関する法律施行 令第五条第一項に規定する埋立場所等に排出しよ うとする廃棄物に含まれる金属等の検定方法

発令 .. 昭和48年2月17日号外環境庁告示第14号
最終改正 .. 令和7年7月28日号外環境省告示第64号

第一 検液の作成

一 水底土砂等（汚泥及び汚泥を処分するために処理したもの（ト
リクロロエチレン、テトラクロロエチレン、ジクロロメタン、
四塩化炭素、一・二・一ジクロロエタン、一・一・一ジクロロエチ
レン、シスー・一・一ジクロロエチレン、一・一・一トリクロ
ロエタン、一・一・二・一トリクロロエタン、一・三・一ジクロ
ロプロペン、ベンゼン及び一・四・ジオキサン（以下「揮発性
物質」という。）の検定に係るもの）を除く。）並びに水底土砂
(揮発性物質又は有機塩素化合物の検定に係るもの）を除く。）
をいう。以下同じ。）に係る検液は、次の表に掲げる方法によ
り試料の作成、試料液の調製及び当該水底土砂等に含まれる金
属等（海洋汚染等及び海上災害の防止に関する法律施行令第五
条第一項に規定する埋立場所等に排出しようとする金属等を含
む廃棄物に係る判定基準を定める省令別表第一上欄に掲げる物
質をいう。以下同じ。）の溶出の操作を行い、できるだけ速や
かに三千重力加速度で二十分間遠心分離した後、孔径一マイク
ロメートルのメンブランフィルター（第一の表の上欄に掲げる

物質に対して吸着が起らぬ材質のものに限る。）を用いて
ろ過した溶液から検定に必要な量を正確に計り取つて作成する
ものとする。

| 試料 | 試料液 |
|---|---|
| イ 汚泥及び水底土砂にあっては、有姿のまま採取し、 小石等の異物を除去したものとする。 ロ 汚泥を処分するために処理したもののうち、粒径五 ミリメートル以下のものにあっては有姿のまま採取し たものとし、それ以外のものにあっては有姿のまま採 取し、粉碎した後、日本産業規格Z八八〇一一に定 める網ふるい（目開きが〇・五ミリメートルのもの及 び四・七五ミリメートルのもの）を用いて粒径が〇・ 五ミリメートル以上五ミリメートル以下となるように したものとする。 イ 無機性の汚泥（水溶性のものを除く。）又は無機性 の水底土砂にあつては、試料に溶媒（水（日本産業規 格K〇五五七に規定するA三又はA四のものをいう。 以下同じ。））を加え、その混合液（単位ミリリット ル）に含まれる固型分（単位グラム）の重量体積比が 三パーセントとなるようにし、かつ、その混合液が五 百ミリリットル以上となるようにしたものとする。 ロ イに掲げる廃棄物以外の水底土砂等にあっては、試 料（単位グラム）と溶媒（水）（単位ミリリットル） | イ 汚泥及び水底土砂にあっては、有姿のまま採取し、 小石等の異物を除去したものとする。 ロ 汚泥を処分するために処理したもののうち、粒径五 ミリメートル以下のものにあっては有姿のまま採取し たものとし、それ以外のものにあっては有姿のまま採 取し、粉碎した後、日本産業規格Z八八〇一一に定 める網ふるい（目開きが〇・五ミリメートルのもの及 び四・七五ミリメートルのもの）を用いて粒径が〇・ 五ミリメートル以上五ミリメートル以下となるように したものとする。 イ 無機性の汚泥（水溶性のものを除く。）又は無機性 の水底土砂にあつては、試料に溶媒（水（日本産業規 格K〇五五七に規定するA三又はA四のものをいう。 以下同じ。））を加え、その混合液（単位ミリリット ル）に含まれる固型分（単位グラム）の重量体積比が 三パーセントとなるようにし、かつ、その混合液が五 百ミリリットル以上となるようにしたものとする。 ロ イに掲げる廃棄物以外の水底土砂等にあっては、試 料（単位グラム）と溶媒（水）（単位ミリリットル） |

とを重量体積比十パーセントの割合で混合し、かつ、その混合物が五百ミリリットル以上となるようにしたものとする。

ハイ及びロにおいて用いる容器の容積は溶媒の体積のおおむね二倍とする。混合後、できるだけ速やかに溶出の操作を行う。

常温（おおむね摂氏二十度）常圧（おおむね一気圧）で振とう機（あらかじめ振とう回数を毎分約二百回に、振とう幅を四センチメートル以上五センチメートル以下に調整したもの）を用いて、六時間連續して水平に振とうする。

備考

この表の試料液の項のイに規定する汚泥又は水底土砂に含まれる固型分の重量比は、次により求めるものとする。

汚泥又は水底土砂二十グラム以上百グラム以下（aグラム）を平形はかりびん（容量五十ミリリットル以上）のもので、あらかじめ乾燥したもの）又は蒸発ざら（容量百ミリリットル以上のもので、あらかじめ乾燥したもの）に正確に計り取り、沸騰しないように注意して蒸発乾固し、摂氏百五度以上百十度以下で二時間乾燥した後、デシケーター中で三十分間放冷する。この結果平形はかりびん又は蒸発ざらに残留した物質の重量（bグラム）を正確に求め、これを固型分の重量とし、次の式によ

り求める。

$$\text{固型分の重量比 (パーセント)} = b / a \times 100$$

二 廃酸又は廃アルカリに係る検液は、有姿のまま採取した試料から必要な量（二百ミリリットル以上とする。）を共栓付メスシリンドラー（容量一リットルのもの）に正確に計り取り、これに水を加えて全量を一リットルとし、この試料液を激しく振り混ぜて均質な状態とした後速やかに検定に必要な量を正確に計り取つて作成するものとする。ただし、揮発性物質の検定に係る廃酸又は廃アルカリにあつては、有姿のまま採取した試料（別表第二の（三）イ試料の取扱いに準じて取り扱う。）を検液とする。

第一 検定の方法

検定は、第一の検液、有機塩素化合物又は揮発性物質の検定に係る水底土砂並びに揮発性物質の検定に係る汚泥及び汚泥を処分するためには、各号上欄に掲げる金属等の種類ごとにそれぞれ当該各号下欄に掲げる方法により当該検液、当該水底土砂、当該汚泥又は当該汚泥を処分するために処理したものに含まれる有害物質の重量（単位ミリグラム）を求ることにより行うものとする。

| | |
|-------------|---|
| 一 アルキル水銀化合物 | 昭和四十六年十二月環境庁告示第五十九号（以下「水質環境基準告示」という。）付表三及び昭和四十九年九月環境庁告示第六十四号（以下 |
|-------------|---|

| | | | | |
|-----------------------|--|--|---|------------------------|
| | | | | |
| 六 六価ク | 五 有機り ん化合物 | 四 鉛又は その化合 物 | 三 カドミ ウム又は その化合 物 | 二 水銀又 はその化 合物 |
| 昭和四十八年二月環境庁告示第十三号別表第一 | 日本産業規格K○一〇二一一四の七・二に定める方法（日本産業規格K○一〇二一一四の七・二・四に定める方法を除く。） | 日本産業規格K○一〇二一一三の十四に定める方法（日本産業規格K○一〇二一一三の十四の準備操作で参照することとしている日本産業規格K○一〇二一一三の四・二・四・五に定める方法を除く。日本産業規格K○一〇二一一三の十四・二に定める方法にあっては、日本産業規格K○一〇二一一三の四・二又は四・二・四・三に定める操作を行うものとする。） | 日本産業規格K○一〇二一一三の二十四に定める方法（日本産業規格K○一〇二一一三の二十四・三に定める方法（日本産業規格K○一〇二一一三の二二十四・三・二及び二十四・三・七に定める方法を除く。） | 「排水基準告示」という。）付表一に掲げる方法 |

| | | | | |
|------------------------|--|---|--|--|
| 一一 銅又 | 物 一〇 有機 塩素化合 化ビフェ ニル | 八 シアン 化合物 | 七 ひ素又 はその化 合物 | ロム化合 物 |
| 日本産業規格K○一〇二一一三の十一に定める方 | 別表第一に掲げる方法で得られた検液について、日本産業規格K○一〇二一一二の六・三に定める方法 | 日本産業規格K○一〇二一一三の九に定める方法（日本産業規格K○一〇二一一三の九・二に定める方法を除く。）又は水質環境基準告示付表一に掲げる方法 | 日本産業規格K○一〇二一一三の二十に定める方法（ただし、日本産業規格K○一〇二一一三の二十一・三・五の操作に定めるよう化カリウム溶液及びアスコルビン酸溶液の添加量については、十分な量を加えるものとする。） | に掲げる方法又は添加回収試験において回収率が八十パーセント以上百二十パーセント以下であるときに限り日本産業規格K○一〇二一一三の二十四・三に定める方法（日本産業規格K○一〇二一一三の二十四・三・二及び二十四・三・七に定める方法を除く。） |

| | | | | | | |
|-------------------------------|--|-------------------------|----------------|--|--|---------------------------------------|
| 一五 テト | | 一四 トリ クロロエ チレン | 一三 ふつ 化物 | 日本産業規格K○一〇二一一二の五に定める方法 (日本産業規格K○一〇二一一二の五・四のうちFIA法を用いる場合には、日本産業規格K○一〇二一一二の五・二の試験操作のうち蒸留して得た留出液を○・一モル毎リットル塩酸で中和すること。) | 法 (準備操作のうち日本産業規格K○一〇二一 三の四・二・四・五に定める方法を除く。) 日本産業規格K○一〇二一一三の十二に定める方 法 (日本産業規格K○一〇二一一二の十二の準備操作で参照することとしている日本産業規格K○一〇二一一三の四・二・四・五に定める方法を除く。) | はその化 合物 一二 亜鉛 又はその 化合物 |
| イ 第一の二に掲げる検液にあつては日本産業 法 | | | | | | |

| | | | | | | |
|--------------------------------|------------------------------|-------------------------------|--------------------------|--------------------------------|---|--|
| 一九 ジウム又 はその化 合物 方法 | 日本産業規格K○一〇二一一三の二十九に定める 方法 | 一八 ニッ ケル又は その化合 物 | 一七 クロ ム又はそ の化合物 | 一六 ベリ リウム又 はその化 合物 | 昭和四十八年二月環境庁告示第十三号別表第七 に掲げる方法又は日本産業規格K○一〇二一一三 の三十一に定める方法 | 規格K○一二五の五・一、五・二、五・三・二、 五・四・一又は五・五に定める方法 ロ 汚泥、汚泥を処分するために処理したもの 及び水底土砂にあつては別表第二に掲げる方 法又は日本産業規格K○一二五の五・一、五・ 二、五・三・二若しくは五・四・一に定める方 法 |
|--------------------------------|------------------------------|-------------------------------|--------------------------|--------------------------------|---|--|

| | | |
|--|---|--|
| 二〇 ジク ロロメタ ン | 二二 四塩 化炭素 | 合物 |
| 日本産業規格K○一二五の五・一、五・二、五・三・二又は五・四・一に定める方法 | イ 第一の二に掲げる検液にあっては日本産業規格K○一二五の五・一、五・二、五・三・二、五・四・一又は五・五に定める方法 ロ 汚泥、汚泥を処分するために処理したもの及び水底土砂にあっては別表第二に掲げる方法又は日本産業規格K○一二五の五・一、五・二、五・三・二若しくは五・四・一に定める方法 | 日本産業規格K○一二五の五・一、五・二、五・三・二又は五・四・一に定める方法 |
| 二四 シス 一一・二一 ジクロロ | 二三 一・二 一ジクロ ロエタン | 二五 一・ 一・一 リクロロ エタン |
| 日本産業規格K○一二五の五・一、五・二、五・三・二又は五・四・一に定める方法 | 日本産業規格K○一二五の五・一、五・二、五・三・二又は五・四・一に定める方法 | 日本産業規格K○一二五の五・一、五・二、五・三・二又は五・四・一に定める方法 |

| | | |
|-----------------------|--|---|
| 二八 チウ ン | 二七 一・三 一ジクロ ロプロペ ン | エチレン |
| 水質環境基準告示付表五に掲げる方法（前処理 | 日本産業規格K○一二五の五・一、五・二、五・三・二又は五・四・一に定める方法 | イ 第一の二に掲げる検液にあっては日本産業規格K○一二五の五・一、五・二、五・三・二、五・四・一又は五・五に定める方法 ロ 汚泥、汚泥を処分するために処理したもの及び水底土砂にあっては別表第二に掲げる方法又は日本産業規格K○一二五の五・一、五・二、五・三・二若しくは五・四・一に定める方法 |

| | |
|---------------|--|
| ラム | における試料の量は、百ミリリットルとする。) |
| 二九 シマジン | 水質環境基準告示付表六に掲げる方法（前処理における試料の量は、百ミリリットルとする。） |
| 三〇 チオベンカル | 水質環境基準告示付表六に掲げる方法（前処理における試料の量は、百ミリリットルとする。） |
| ブ | |
| 三一 ベンゼン | 日本産業規格K○一二五の五・一、五・二、五・三・二又は五・四・二に定める方法 |
| 三二 セレン又はその化合物 | 日本産業規格K○一〇二一―三の二十六に定める方法 |
| 三三 一・四ジオキサン | 水質環境基準告示付表七に掲げる方法（ただし、装置の感度が十分得られる場合は、試料量を二十ミリリットル以上二百ミリリットル未満の範囲で変更してもよい。活性炭カートリッジカラムの上部にカートリッジ型ODSカラム又はボリスチレン樹脂充填カラムを装着することとする。） |
| 備考 | 汚泥、汚泥を処分するために処理したもの及び水底土砂の検定に係る第一四号、第一五号、第二〇号から第二七号まで、第三一号及び第三三号の下欄に掲げる方法（別表第一に定め |

| | |
|----------------------------------|---|
| 第三 濃度の算出 | 濃度の算出は、次の表の各号上欄に掲げる廃棄物の種類」としてこれぞ當該各号下欄に掲げる算式によるものとする。 |
| K○五五七に規定するA三又はA四のものとする。 | 一 有機性の汚泥又は有機性の水底土砂 (含水率九十五パーセント以上のもの に限るものとし、有機塩素化合物の検定 に係る水底土砂を除く。) |
| C1 = A / V × 5 / (100 - P) × 103 | 二 水底土砂等並びに揮発性物質の検定 に係る汚泥、当該汚泥を処分するために 処理したもの及び水底土砂（前号に掲げ るものを除く。） |
| C1 = A / V × 103 | 三 有機塩素化合物の検定に係る水底土 砂（含水率九十五パーセント以上のもの に限る。） |
| W = C2 = A / (V × 0 - P) × 106 | 四 前三号に掲げる廃棄物以外の廃棄物 |
| 備考 | 1 算式においてA、C1、C2、P、V及びWはそれぞ |

れ次の数値を表わすものとする。

A 検出された金属等の重量（単位ミリグラム）

C 1 金属等の濃度（試料一キログラム又は検液一リットルに溶出したミリグラム数）

C 2 金属等の濃度（試料一キログラム又は試料一リットルに含まれるミリグラム数）

P 試料の重量（単位グラム）又は含水率（単位パーセント）

V 検液の体積（単位ミリリットル）

W 試料の重量（単位グラム）又は体積（単位ミリリットル）

2 第一の表の備考の規定は、この表において試料の含水率を求める場合において準用する。この場合において、同表の備考中「この表の試料液の項のイに規定する汚泥又は水底土砂に含まれる固型分の重量比」とあるのは、「この表の第一号上欄に掲げる汚泥若しくは水底土砂又は第三号上欄に掲げる水底土砂の含水率」と、「固型分の重量比（パーセント）＝ $b/a \times 100$ 」とあるのは、「含水率（パーセント）＝ $100 - b/a \times 100$ 」とする。

第四 ダイオキシン類に係る検定方法

ダイオキシン類（ダイオキシン類対策特別措置法（平成十一年

法律第百五号）第二条第一項に規定するダイオキシン類をいう。

以下同じ。）に係る検定方法は次のとおりとする。

一 燃え殻、汚泥、ばいじん、廃酸及び廃アルカリ並びに燃え殻、汚泥又はばいじんを処分するためには處理したもの 平成四年七月厚生省告示第百九十二号第一号に定める方法

二 水底土砂 次に掲げる方法

イ 検液の作成 第一の表に掲げる方法により試料の作成、試料液の調製及び当該水底土砂に含まれるダイオキシン類の溶出の操作を行つて得られた懸濁液を孔径一マイクロメートルのガラスファイバーフィルター（GFP）を用いてろ過した後の溶液（ろ過が著しく困難な場合は、当該懸濁液を毎分約三千回転で二十分間遠心分離した後の上澄み液）から検定に必要な量を正確に計り取つて作成するものとする。

ロ 検定の方法 日本産業規格K○三一二に定める方法により行うものとする（測定されるダイオキシン類の量を、二・三・七・八一四塩化ジベンゾーパラジオキシンの毒性にダイオキシン類対策特別措置法施行規則（平成十一年總理府令第六十七号）第三条で定めるところにより換算すること。）。

別表第一

（二）試薬

イ ヘキサン

ロ 硫酸ナトリウム（無水）

硫酸ナトリウム（無水）百グラムにヘキサン五十ミリリットルを加えて振り混ぜ、ろ別し、残留物に再びヘキサン二十五ミ

リリットルを加えて振り混ぜ、ろ別した残留物を風乾したもの

ハ ソジウムビフェニル有機溶媒溶液

ガラス製又はポリエチレン製の容器に封入されたものであつて、有効期間を過ぎていなもの（保存する場合には、冷暗所で保存する。）

ニ 二酸化炭素ガス

空試験を行い、測定値に影響を及ぼさない純度のもの

(二) 器具及び装置

イ 全量フラスコ

容量二十五ミリリットル、百ミリリットル、二百ミリリット

ル、五百ミリリットル及び千ミリリットルのもの

ロ 共栓付三角フラスコ

容量百ミリリットル及び二百ミリリットルのもの

ハ 共栓付遠沈管

容量百ミリリットルのもの

二 分液ロート

容量百ミリリットル、二百ミリリットル及び五百ミリリットル以上千ミリリットル以下のもの（ソジウムビフェニル有機溶媒溶液を添加する際にはガラス製コックのものを使用する）

ホ 遠心分離機

ヘ 紙五種B

日本産業規格P三八〇一に定めるものであつて、十分に洗浄

し塩化物イオンの測定に影響を及ぼさないもの

(三) 試験操作

イ ヘキサン抽出

(イ) 有機性の汚泥又は有機性の水底土砂にあつては、有姿のまま採取し、小石等の異物を除去し、均質な状態としたものの二十五グラムを共栓付三角フラスコ（容量二百ミリリットルのもの）あるいは共栓付遠沈管（容量百ミリリットルのもの）に正確に計り取り、これにヘキサン五十ミリリットルを加えて五分間振り混ぜた後、千重力加速度以上で十分間遠心分離を行い、ヘキサン層を分液ロート（容量二百ミリリットルのもの）に移し、残留物をもとの容器に戻し、ヘキサン四十ミリリットルを加え、同様の抽出操作を繰り返し、分離したヘキサン層を先の分液ロートに合わせる。

無機性の汚泥又は無機性の水底土砂にあつては、第一の一の検液百二十五ミリリットル、廃酸又は廃アルカリにあつては、第一の二の検液の適量（試料百二十五ミリリットルを含む量）を分液ロートA（容量五百ミリリットル以上千ミリリットル以下のもの）に採り、ヘキサン五十ミリリットルを加え、十分間振り混ぜ、静置した後（必要があれば遠心分離を行う。）水層を分液ロートB（容量五百ミリリットル以上千ミリリットル以下のもの）に移し、ヘキサン四十ミリリットルを分液ロートBに加え、同様の抽出操作を繰り返し、分離したヘキサン層を分液ロートAに合わせる。

(ロ) ヘキサン層を水十ミリリットルで三回から五回水洗いし、十分に水を分離した後、共栓付三角フラスコ（容量百ミリリットルのもので、あらかじめ乾燥したもの）に移し、少量の硫酸ナトリウム（無水）を加えて脱水する。次に脱水したヘキサン溶液を全量フラスコ（容量百ミリリットルのもの）に移し、残留物を少量のヘキサンで洗い、洗液を全量フラスコに合わせ（注二）、ヘキサン溶液をヘキサンで標線まで薄める。

ロ 水による逆抽出

全量フラスコからヘキサン抽出液十ミリリットル以上五十ミリリットル以下を分液ロートC（容量百ミリリットルのもの）に正確に計り取り、ソジウムビフェニル有機溶媒溶液二・五ミリリットル以上を加え、ヘキサン溶液に青緑色が残ることを確認した後（青緑色が消える場合は、更にソジウムビフェニル有機溶媒溶液二・五ミリリットルを加える。青緑色が残るまで繰り返す。）、室温で五分間放置する。次にこのヘキサン溶液に水二十ミリリットルを加えて振り混ぜる。パスツールピペットあるいはガラス管等を用い、二酸化炭素ガスを水素イオン濃度指数が八以上九以下となるまで水層に通気し、溶液を中和する。静置した後、水層を分液ロートD（容量百ミリリットルのもの）に移し、これにヘキサン二十ミリリットルを加えて振り混ぜ、静置した後、水層を全量フラスコ（容量五十ミリリットルのもの）に移す。分液ロートCのヘキサン層に水十ミリリ

ットルを加えて振り混ぜ、静置した後、水層を先の全量フラスコに合わせ、水で標線まで薄める（濁りがある場合は、ろ紙五種Bを用いてろ過した後、薄める。）。

ハ ロの操作の空試験

ロの操作で用いたヘキサン抽出液と同量のヘキサンについて、ロの操作と同様の操作を行う。

二 溶媒の除去（注二）

ロの水による逆抽出液の十ミリリットルを五十ミリリットルのビーカーに移し、ホットプレート上で加熱し溶存するヘキサン溶媒を揮散させ、放冷後、二酸化炭素ガスを水素イオン濃度指数が八以上九以下となるまで水層に通気し、全量フラスコ（容量二十五ミリリットルのもの）で二十五ミリリットルに定容し試験溶液とする（注三）。

（注二）廃棄物に硫化物が含まれている場合、水洗いの際に、過酸化水素を含む溶液を用いて洗浄を行い硫化物を酸化するか、又は残留物を少量のヘキサンで洗い、洗液を全量フラスコに合わせる際に、金属銅粒を加え半日程度放置し、硫化物を除去することが望ましい。

（注二）イオンクロマトグラフの測定用カラムの種類によつては、有機溶媒により劣化を起こすことがあるため、溶媒除去の操作は必ず行う。

（注三）溶媒の除去については市販の溶媒除去カートリッジに試料溶液を通し、試験溶液としてもよい。その場合はあ

らかじめ溶媒除去カートリッジから塩化物イオンの溶出がないこと及び塩化物イオン標準液を通液しても濃度が変化しないことを確認しておくこと。

備考

この検定方法における用語その他の事項でこの検定方法に定めのないものについては、日本産業規格に定めるところによる。

別表第一

(一) 試薬

イ 水(注一)

水約一・五ミリリットルを分液ロート(容量二千ミリリットルのもの)に採り、ヘキサン約百ミリリットルを加えて振り混ぜ、静置後水層を三角フラスコ(容量二千ミリリットルのもの)に移し、沸騰させてヘキサンを除去した後、蒸留フラスコに移して二回蒸留し冷却したもの又はこれと同程度に水中のトリクロエチレン、テトラクロロエチレン、四塩化炭素、一・一・一トリクロロエタン及び一・一・二トリクロロエタン(以下本表において「トリクロロエチレン等」という。)が除去されたもの(注二)

ロ ヘキサン(注三)

ガスクロマトグラフに注入したとき、トリクロロエチレン等の保持時間に相当する位置にピークのないもの(試薬の調製及び試験操作には、このヘキサンを用いる。)

ハ トリクロロエチレン標準原液

全量フラスコ(容量五十ミリリットルのもの)にヘキサン約四十ミリリットルを入れて密栓してその質量を測定し、次にトリクロロエチレン約〇・五ミリリットルを速やかに加えて密栓してその質量を測定し、さらにヘキサンを標線まで加えたもの(この溶液の濃度は、トリクロロエチレンを加える前後の質量の差から求める。)

二 トリクロロエチレン標準液(注四)

全量フラスコ(容量百ミリリットルのもの)にヘキサン約九十九ミリリットルを入れ、これにトリクロロエチレン標準原液一ミリリットルを加えた後、ヘキサンを標線まで加えたもの(この溶液の濃度は、トリクロロエチレン標準原液の濃度から算出する。)

ホ テトラクロロエチレン標準原液

全量フラスコ(容量五十ミリリットルのもの)にヘキサン約四十ミリリットルを入れて密栓してその質量を測定し、次にテトラクロロエチレン約一・三ミリリットルを速やかに加えて密栓してその質量を測定し、さらにヘキサンを標線まで加えたもの(この溶液の濃度は、テトラクロロエチレンを加える前後の質量の差から求める。)

ヘ テトラクロロエチレン中間標準液(注五)

全量フラスコ(容量百ミリリットルのもの)にヘキサン約九十九ミリリットルを入れ、これにテトラクロロエチレン標準原液一ミリリットルを加えた後、ヘキサンを標線まで加えたもの

(この溶液の濃度は、テトラクロロエチレン標準原液の濃度から算出する。)

ト テトラクロロエチレン標準液

全量フラスコ（容量百ミリリットルのもの）にヘキサン約八十ミリリットルを入れ、これにテトラクロロエチレン中間標準液十ミリリットルを加えた後、ヘキサンを標線まで加えたもの（この溶液の濃度は、テトラクロロエチレン中間標準液の濃度から算出する。）

チ 四塩化炭素標準原液

全量フラスコ（容量五十ミリリットルのもの）にヘキサン約四十ミリリットルを入れて密栓してその質量を測定し、次に四塩化炭素約三・一ミリリットルを速やかに加えて密栓してその質量を測定し、さらにヘキサンを標線まで加えたもの（この溶液の濃度は、一・一・一トライクロロエタンを加える前後の質量の差から求める。）

リ 四塩化炭素中間標準液（注六）

全量フラスコ（容量百ミリリットルのもの）にヘキサン約九十ミリリットルを入れて密栓してその質量を測定し、次に四塩化炭素約三・一ミリリットルを速やかに加えて密栓してその質量を測定し、さらにヘキサンを標線まで加えたもの（この溶液の濃度は、四塩化炭素を加える前後の質量の差から求める。）

ヌ 四塩化炭素標準液

全量フラスコ（容量百ミリリットルのもの）にヘキサン約九十ミリリットルを入れ、これに四塩化炭素標準原液一ミリリットルを加えた後、ヘキサンを標線まで加えたもの（この溶液の濃度は、四塩化炭素標準原液の濃度から算出する。）

の濃度は、四塩化炭素中間標準液の濃度から算出する。）

ル 一・一・一トライクロロエタン標準原液

全量フラスコ（容量五十ミリリットルのもの）にヘキサン約四十ミリリットルを入れて密栓してその質量を測定し、次に一・一・一トライクロロエタン約一・六ミリリットルを速やかに加えて密栓してその質量を測定し、さらにヘキサンを標線まで加えたもの（この溶液の濃度は、一・一・一トライクロロエタンを加える前後の質量の差から求める。）

ヲ 一・一・一トライクロロエタン中間標準液（注七）

全量フラスコ（容量百ミリリットルのもの）にヘキサン約九十ミリリットルを入れ、これに一・一・一トライクロロエタン標準原液一ミリリットルを加えた後、ヘキサンを標線まで加えたもの（この溶液の濃度は、一・一・一トライクロロエタン標準原液の濃度から算出する。）

ワ 一・一・一トライクロロエタン標準液

全量フラスコ（容量百ミリリットルのもの）にヘキサン約八十ミリリットルを入れ、これに一・一・一トライクロロエタン中間標準液十ミリリットルを加えた後、ヘキサンを標線まで加えたもの（この溶液の濃度は、一・一・一トライクロロエタン中間標準液の濃度から算出する。）

カ 一・一・一トライクロロエタン標準原液

全量フラスコ（容量五十ミリリットルのもの）にヘキサン約四十ミリリットルを入れて密栓してその質量を測定し、次に

一・一・二—トリクロロエタン約一・四ミリリットルを速やかに加えて密栓してその質量を測定し、さらにヘキサンを標線まで加えたもの（この溶液の濃度は、一・一・二—トリクロロエタンを加える前後の質量の差から求める。）

ヨ 一・一・二—トリクロロエタン標準液（注八）

全量フラスコ（容量百ミリリットルのもの）にヘキサン約九十三ミリリットルを入れ、これに一・一・二—トリクロロエタン標準原液〇・五ミリリットルを加えた後、ヘキサンを標線まで加えたもの（この溶液の濃度は、一・一・二—トリクロロエタン標準原液の濃度から算出する。）

タ 混合標準液（注九）

全量フラスコ（容量百ミリリットルのもの）にヘキサン約八十ミリリットルを入れ、これにトリクロロエチレン標準液、テトラクロロエチレン標準液、四塩化炭素標準液、一・一・二—トリクロロエタン標準液及び一・一・二—トリクロロエタン標準液それぞれ一ミリリットルを入れ、さらにヘキサンを標線まで加えたもの（この溶液の濃度は、トリクロロエチレン標準液、四塩化炭素標準液、一・一・二—トリクロロエタン標準液の濃度から算出する。）（注十）

（注一） ガスクロマトグラフに注入したとき、トリクロロエチレン等の保持時間に相当する位置にピークのない精製水を用いてもよい。

（注二） ガラスびんに密栓して試験対象物質による汚染のない場所に保存する。使用時に約二十分間沸騰させ、放冷したものを使いれば安全である。

（注三） ヘキサンのかわりにベンゼンを用いてもよい。

（注四） 全量フラスコ（容量百ミリリットルのもの）にヘキサン約九十ミリリットルを入れ、これにトリクロロエチレン十五ミリグラムに相当するミリリットル数のトリクロロエチレン標準原液を加えた後、ヘキサンを標線まで加えて、一ミリリットル当たり百五十マイクログラムの溶液としたものを用いてもよい。

（注五） 全量フラスコ（容量百ミリリットルのもの）にヘキサン約九十ミリリットルを入れ、これにテトラクロロエチレン四十ミリグラムに相当するミリリットル数のテトラクロロエチレン標準原液を加えた後、ヘキサンを標線まで加えて、一ミリリットル当たり四百マイクログラムの溶液としたものを用いてもよい。

（注六） 全量フラスコ（容量百ミリリットルのもの）にヘキサン約九十ミリリットルを入れ、これに四塩化炭素百ミリグラムに相当するミリリットル数の四塩化炭素標準原液を加えた後、ヘキサンを標線まで加えて、一ミリリットル当たり一ミリグラムの溶液としたものを用いてもよい。

（注七） 全量フラスコ（容量百ミリリットルのもの）にヘキ

サン約九十ミリリットルを入れ、これに一・一・一ト

リクロロエタン四十ミリグラムに相当するミリリット

ル数の一・一・一トリクロロエタン標準原液を加えた

後、ヘキサンを標線まで加えて、一ミリリットル当たり

四百マイクログラムの溶液としたものを用いてもよい。

(注八) 全量フラスコ(容量百ミリリットルのもの)にヘキ

サン約九十ミリリットルを入れ、これに一・一・二ト

リクロロエタン二十ミリグラムに相当するミリリット

ル数の一・一・二トリクロロエタン標準原液を加えた

後、ヘキサンを標線まで加えて、一ミリリットル当たり

二百マイクログラムの溶液としたものを用いてもよい。

(注九) 濃度が既知の市販品を用いてもよい。

(注十) トリクロロエチレン、テトラクロロエチレン、四塩

化炭素、一・一・一トリクロロエタン又は一・一・二

一トリクロロエタンをそれぞれ単独に試験する場合に

は、トリクロロエチレン標準液、テトラクロロエチレン

標準液、四塩化炭素標準液、一・一・一トリクロロエ

タン標準液又は一・一・二トリクロロエタン標準液一

ミリリットルを用いてタに準じて希釈し、個別に標準液を調製する。

(二) 器具及び装置

イ ねじ口付三角フラスコ

容量五百ミリリットルのもの

ロ マグネチックスターラー

ハ かくはん子

直径十一ミリメートル、長さ四十ミリメートル程度のもの

二 マイクロシリソジ

容量一マイクロリットル以上十マイクロリットル以下であつて液体用のもの

ホ ガスクロマトグラフ

次の条件を満たすもの又はこれと同等以上の分離能、定量精度を有するもの

(イ) カラム用管

ガラス製で内径三ミリメートル、長さ三メートルのもの

(ロ) カラム充填剤

酸洗浄した白色けい藻土坦体(粒径百八十マイクロメートル以上二百五十マイクロメートル以下)にフェニルシリコーン油を約二十分セント被覆したもの

(ハ) 検出器

電子捕獲検出器

(二) キヤリヤーガス

体積百分率九十九・九九九以上の窒素(流量は毎分四十三ミリリットル以上八十三ミリリットル以下に調節する。)

(ホ) 試料気化室温度

摂氏百五十度以上三百五十度以下

(ヘ) カラム槽温度

摄氏六十度以上百度以下

(ト) 検出器槽温度

摄氏百五十度以上二百五十度以下

(三) 試験操作

これらの物質は揮発性が高いので、試料は密封できるガラス製容器又はトリクロロエチレン等が吸着しない容器に空げきが残らないように採取する。試験は試料採取後直ちに行う。試験を直ちに行えない場合には、摂氏〇度以上十度以下の暗所に保存し、できるだけ速やかに試験を行う。

口 試料の作成

(イ) 汚泥及び水底土砂にあつては、有姿のまま採取し、小石等の異物を除去したものとする。

八 檢液の調製

(イ) 汚泥及び水底土砂にあつては、あらかじめかくはん子を入れた空げき容量既知（注十二）のねじ口付三角プラスコ（容量五百ミリリットルのもの）に、空げき容量（単位ミリリットル）に対し試料の固型分（単位グラム）（注十二）を

重量体積比三・一パーセントの割合となるように採り、速やかに溶媒（水）を満たして密栓する。

(口) 汚泥を処分するためには、あらかじめかくはん子を入れたねじ口付三角フラスコ（容量五百

ミリリットルのもの）に、試料（単位グラム）と溶媒（水）（単位ミリリットル）とを重量体積比十・パーセントの割合となるように採り（注十三）、速やかに密栓する。このとき、混合液が五百ミリリットル以上となるようにし、かつ、混合

(八) (イ) 又は (ロ) について、常温(おおむね撰氏二十度)に保ちマグネチックスターで四時間連続してかくはんする(注十四)。

二 檢定操作

(三) 十分から三十分程度静置後、混合液を正確に十ミリリットル分取し、これを検液とする。

(イ) 検液を分取した共栓付試験管にヘキサン十ミリリットルを加えて密栓し、十秒から二十秒程度激しく振り混ぜた後静置する。

静置する。

(口) ヘキサン層の一部の一定量（例えば五マイクロリットル）をマイクロシリンジ（注十五）を用いて採り、直ちにガスクロマトグラフに注入し、ガスクロマトグラムを記録する

ークについて、ピーク高さ又はピーク面積を測定する（注十六）。

（三） 検量線からトリクロロエチレン等の重量を求める。

（ホ） 空試験として、あらかじめかくはん子を入れたねじ口付三角フラスコ（容量五百ミリリットルのもの）に水を満たしてハの（ハ）及び（ニ）並びに（イ）から（ハ）までの操作を行い、検液の測定結果を補正する。

（注十一）使用するねじ口付三角フラスコ（容量五百ミリリットルのもの）に使用するかくはん子を入れ質量を測定する。これに水を満たして密栓し、その質量を測定する。前後の質量の差からねじ口付三角フラスコの空げき容量（単位ミリリットル）を求める。一度空げき容量を測定しておけば、同一容器及び同一かくはん子を用いることとすれば毎回測定する必要はなく、二回目以降はその空げき容量を用いてよい。

（注十二）固型分は第一の表の試料液のイの規定による。

（注十三）試料の一グラム当たりの体積（ミリリットル）を測定し、（注十一）により求めた空げき容量からヘッドスペースを残さないように加える水の量を調整してもよい。

（注十四）試料と水が均一に混じってかくはんされるようマグネチックスターラーを調整すること。また、試料溶液が発熱しないようにすること。

（注十五）検量線作成に用いたものと同じものを用いる。

（注十六）検量線の上限を超える場合には、ニ（イ）で得られたヘキサン層の一定量を取り、あらかじめヘキサンを入れた全量フラスコに入れ、適当な濃度に希釈して測定する。

（四） 検量線の作成

ヘキサン約八十ミリリットルを入れた全量フラスコ（容量五百ミリリットルのもの）に混合標準液（注十七）を〇・五ミリリットルから十ミリリットルまで段階的に取り、ヘキサンを標線まで加える。この溶液を用いて（三）のニの（ロ）及び（ハ）の操作を行い、トリクロロエチレン等の量（ナノグラム）とピーク高さ又はピーク面積との関係線をそれぞれ作成する。検量線の作成は、試料測定時に行う。

（注十七）トリクロロエチレン等をそれぞれ単独で試験する場合には、（注十）で調製した標準液を用いて検量線を作成する。

備考

この検定方法における用語その他の事項でこの検定方法に定めのないものについては、日本産業規格に定めるところによる。