別表第5の1⑾及び⑿を同り、同表の4①中「5mlを」を「を試験溶液の内部標準物質濃度がおおむね0.5～50mg／Lとなるよう一定量」に改め、同ら中「カルシウム標準液、金属類混合標準液A及び金属類混合標準液B」を「金属類混合標準液」に、「硝酸5ml及び内部標準液5ml」を「試験溶液と同じ濃度となるように硝酸及び内部標準液」に、「50ml」を「一定量」に改め、同6中「操作して」の下に「試験溶液中の」を加え、「表2に示す」を「検量線の」に改める。

別表第6の1⑶中「200倍」を「2～200倍」に、「0.00005mg」を「0.00005～0.005mg」に改め、同⑿を次のように改める。

⑿　金属類混合標準液

カドミウム、セレン、鉛、ヒ素、六価クロム、ホウ素、亜鉛、アルミニウム、鉄、銅、ナトリウム、マンガン、カルシウム及びマグネシウムのそれぞれ一定量の標準原液を混合し、精製水で10～10000倍の範囲内における任意の濃度に薄めたもの

この溶液1mlは、それぞれの金属を0.0001～0.1mg含む。

この溶液は、冷暗所に保存する。

別表第6の1⒀、⒁及び⒂を同り、同表の4①中「検水100mlに対して10mlの割合となるように」を「試験溶液の内部標準物質濃度がおおむね0.005～0.5mg／Lとなるよう一定量」に改め、同ら中「金属類混合標準液A及び金属類混合標準液B」を「金属類混合標準液」に改め、「。これとは別に、金属類混合標準液C及びマグネシウム標準液をそれぞれ段階的にメスフラスコ4個以上に採り、それぞれに試験溶液と同じ割合となるように硝酸及び混合内部標準液を加え、更に精製水を加えて一定量とする。この場合、調製した溶液のそれぞれの金属の濃度は、表2に示す濃度範囲から算定される試験溶液の濃度範囲を超えてはならない」を同り、同6中「操作して」の下に「試験溶液中の」を加え、「表2に示す」を「検量線の」に改める。

別表第7の6、別表第8の6、別表第9の6、別表第10の6、別表第11の6及び別表第12の6中「操作して」の下に「試験溶液中の」を加え、「上記4⑴に示す検水」を「検量線」に改める。

別表第13の6中「操作して」の下に「試験溶液中の」を加え、「表1」を「検量線」に改める。

別表第14の1⑹中「40倍（内部標準液A）及び400倍（内部標準液B）」を「4～400倍」に、「Aでは0.125mg、B液では0.0125mg、」を「0.0125～1.25mg及び」に、「A液では0.1mg、B液では0.01mg」を「0.01～1mg」に改め、同4中「内部標準液Bを検水5mlに対して2μlの割合で」を「内部標準液を試験溶液の内部標準物質濃度がフルオロベンゼン又は4－ブロモフルオロベンゼンがおおむね0.005～0.5mg／L及び1，4－ジオキサン－d_8がおおむね0.004～0.4mg／Lとなるよう一定量」に改め、同5中「内部標準液Aを1ml」を「内部標準液を一定量」に、「精製水5mlに対して2μl」を「一定」に、「調整した溶液のそれぞれの揮発性有機化合物の濃度は、上記4に示す検水の濃度範囲を超えてはならない」を「内部標準物質の濃度が上記4に示す試験溶液の内部標準物質濃度と同一になるよう調整する」に改め、「（内部標準液Bを注入する操作は除く。）」を同り、同6中「操作して」の下に「試験溶液中の」を加え、「上記4に示す検水」を「検量線」に改める。

別表第15の1⑴中「A液では0.125mg、B液では0.0125mg、」を「0.0125～1.25mg及び」に、「A液では1mg、B液では0.1mg」を「0.1～10mg」に改め、同4①中「0.70～0.85」を「0.40～0.85」に、「内部標準液Bを検水10mlに対して2μlの割合で」を「内部標準液を試験溶液の内部標準物質濃度がフルオロベンゼン又は4－ブロモフルオロベンゼンがおおむね0.0025～0.25mg／L及び1，4－ジオキサン－d_8がおおむね0.002～0.2mg／Lとなるよう一定量」に改め、同5中「内部標準液Aを1ml」を「内部標準液を一定量」に、「精製水10mlに対して2μl」を「一定」に改め、「超えてはならない」の下に「。また、内部標準物質の濃度が上記4⑴に示す試験溶液の内部標準物質濃度と同一になるよう調製する」を加え、「（内部標準液Bを注入する操作は除く。）」を同り、同6中「操作して」の下に「試験溶液中の」を加え、「上記4⑴に示す検水」を「検量線」に改める。

別表第16の6、別表第16の2の6、別表第17の6及び別表第17の2の6中「操作して」の下に「試験溶液中の」を加え、「上記4⑴に示す検水」を「検量線」に改める。

別表第18の2⑵ウ中「268nm」の下に「付近」を加え、同6中「操作して」の下に「試験溶液中の」を加え、「上記4⑴に示す検水」を「検量線」に改め、同表の次に次の1表を加える。

別表第18の2

液体クロマトグラフ－質量分析法

ここで対象とする項目は、臭素酸である。

1　試薬

⑴　精製水

測定対象成分を含まないもの

⑵　アセトニトリル

測定対象成分を含まないもの

⑶　酢酸（0.5ｖ／ｖ％）

⑷　酢酸アンモニウム

⑸　臭素酸標準原液

別表第18の1⑹の例による。

⑹　臭素酸標準液

2　器具及び装置

⑴　メンブランフィルターろ過装置

別表第12の2⑴の例による。

⑵　液体クロマトグラフ－質量分析計

ア　分離カラム

内径2～5㎜、長さ5～15cmのステンレス管に、陰イオン交換基を被覆したシリカゲル若しくはポリマー系充塡剤を充塡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　移動相

最適条件に調製したもの

例えば、A液は酢酸アンモニウム（0.2mol／L）－酢酸（0.5ｖ／ｖ％）溶液、B液はアセトニトリルのもの

ウ　移動相流量

対象物質の最適分離条件に設定できるもの

例えば、毎分0.3mlの流量で、A液とB液の混合比が5：95で13分間保持した後、95：5にして10分間保持できるもの

エ　検出器

別表第17の2の2⑷エの例による。

オ　モニターイオンを得るための電圧

別表第17の2の2⑷オの例による。

3　試料の採取及び保存

別表第18の3の例による。

4　試験操作

⑴　前処理

検水（検水に含まれる臭素酸の濃度が0.02mg／Lを超える場合には、0.0005～0.02mg／Lとなるように精製水を加えて調製したもの）をメンブランフィルターろ過装置でろ過し、初めのろ液約10mlを捨て、次のろ液を試験溶液とする。

⑵　分析

上記⑴で得られた試験溶液の一定量を液体クロマトグラフ－質量分析計に注入し、表1に示す臭素酸のモニターイオンのピーク高さ又はピーク面積を求め、下記5により作成した検量線から試験溶液中の臭素酸の濃度を求め、検水中の臭素酸の濃度を算定する。検水中に高濃度の硫酸イオンが含まれる場合は、硫酸イオンが分離カラムから溶出する分析条件を設定する。