別表第一 原子吸光法による検定の方法 (第二条関係)

区分	方 法
一 試薬の調製	
(一) 酒石酸	酒石酸カリウムナトリウム (九十九・五パーセント以上) 二十五グラム
カリウムナトリ	に蒸留水を加えて百ミリリツトルとする。
ウム液	
(二) ブロム	ブロムフエノールブルー○・一グラムをエチルアルコール(九十五パ
フエノールブル	ーセント以上)二十ミリリツトルに溶かし、蒸留水を加えて百ミリリツ
一液	トルとする。
(三) 硫酸ア	蒸留水に飽和するまで硫酸アンモニウム(九十九・五パーセント以上)
ンモニウム液	を加える。
(四) ジエチ	ジエチルジチオカルバミン酸ナトリウムーグラムを蒸留水に溶かして
ルジチオカルバ	百ミリリツトルとする。
ミン酸ナトリウ	
ム液	
(五) カドミ	金属カドミウム一・○○○グラムを希硝酸(硝酸(六十パーセント以
ウム標準原液	上。以下同じ。)と蒸留水を容量比一対五の割合で混合したもの)五十ミ
	リリツトルに溶かし、これを煮沸した後、冷却し、蒸留水を加えて一・〇
	OOリツトルとする。
(六) カドミ	使用の都度、カドミウム標準原液を蒸留水で千倍に希釈する。
ウム標準液	
二 試料液の調	試料十・○グラムないし三十・○グラムの範囲の適量 (Sグラム) を容

惻

量三百ミリリツトルの分解容器に入れ、蒸留水十ミリリツトルないし四十ミリリツトル及び硝酸四十ミリリツトルを加えてよく混和した後、おだやかに加熱する。暫時加熱した後、放冷し、硫酸(九十五パーセント以上。以下同じ。)二十ミリリツトルを加え、必要に応じ随時硝酸少量を加えつつ淡黄色ないし無色の澄明な液になるまで加熱する。これを冷却した後、蒸留水を加えて全量を百・○○ミリリツトルとする。

三 空試験液の 調製

試料液の調製に用いた蒸留水、硝酸及び硫酸と同量の蒸留水、硝酸及び硫酸について試料液の調製の場合と同様に処理し、これに蒸留水を加えて全量を百・○○ミリリツトルとする。

四 検定の操作

試料液五十・○ミリリツトル以下の量でカドミウムが○・五マイクログラムないし二十マイクログラムが含まれると推定される適量(Vミリリツトル)を容量二百ミリリツトルの分液ロートに入れ、酒石酸カリウムナトリウム液五ミリリツトルを加え、つぎに指示薬としてブロムフエノールブルー液二滴を加えた後、液の色が淡黄色から青紫色になるまで希アンモニア水(アンモニア水(二十八パーセント以上)と蒸留水を容量比一対一の割合で混合したもの)を加え、さらに蒸留水を加えて百ミリリツトルとする。これに硫酸アンモニウム液十ミリリツトルを加え、つぎにジエチルジチオカルバミン酸ナトリウム液五ミリリツトルを加えて数分間放置した後、メチルイソブチルケトン(九十八パーセント以上)十・○ミリリツトルを加え、約五分間激しく振り混ぜる。これを静置してメチルイソブチルケトン層を分取し、これを原子吸光分光光度計にかけ、二百二十八・八ナノメートルの波長で吸光度(A)を測定する。

別に、カドミウム標準液五・○ミリリツトルないし二十・○ミリリツトルの範囲の適量(vミリリツトル)及び空試験液(Vミリリツトル)を、

それぞれ、分液ロートに入れ、試料液の操作の場合と同様に操作した後、 吸光度(A_s 及び A_o)を測定する。

備考 カドミウム標準原液は市販品を用いてもよい。