

## (2) 定量試験

(1) 定性試験において試験溶液のガスクロマトグラムピークの検出時間と塩化ビニリデン標準溶液のガスクロマトグラムの塩化ビニリデンのピークの検出時間が一致するときは、次の試験を行う。

(1) 定性試験の操作条件の下に得られた試験結果を基とし、試験溶液中の塩化ビニリデンのピーク面積を測定するとき、その面積は、塩化ビニリデン標準溶液のピーク面積より大きくてはならない。

## 塩化ビニル

### (1) 定性試験

塩化ビニル標準溶液50 $\mu$ lを採り、あらかじめN,N-ジメチルアセトアミド2.5mlを入れたセプタムキャップ付きガラス瓶に加え直ちに密封する。次いで、試験溶液と標準溶液をそれぞれ密封したガラス瓶を90 $^{\circ}$ Cに保ちながら時々振り混ぜて1時間加熱する。その後、それぞれの気相0.5mlを用いて次の操作条件でガスクロマトグラフィーを行い、試験溶液のガスクロマトグラムピークの検出時間と塩化ビニル標準溶液のガスクロマトグラムの塩化ビニルのピークの検出時間を比較する。ただし、金属缶の試験においては、試験溶液10mlをセプタムキャップ付きのガラス瓶に採り、直ちに密封する。塩化ビニル標準溶液50 $\mu$ lをあらかじめエタノール10mlを入れたセプタムキャップ付きのガラス瓶に加えて直ちに密封する。試験溶液と標準溶液をそれぞれ密封したガラス瓶を50 $^{\circ}$ Cに保ちながら時々振り混ぜて30分間加熱したものをを用いて同様の操作を行う。

#### 操作条件

カラム 内径0.25mm、長さ25mのケイ酸ガラス製細管に、スチレン・ジビニルベンゼン系多孔性樹脂を3 $\mu$ mの厚さでコーティングしたものをを用いる。

カラム温度 80 $^{\circ}$ Cで1分間保持した後、毎分10 $^{\circ}$ Cで昇温し、250 $^{\circ}$ Cに到達後10分間保持する。

試験溶液注入口温度 200 $^{\circ}$ C

検出器 水素炎イオン化検出器を用いる。250 $^{\circ}$ C付近で操作する。水素及び空気量は検出感度が最高となるように調節する。

キャリアーガス 窒素又はヘリウムを用いる。塩化ビニルが約5分で流出する流速に調節する。

## (2) 定量試験

(1) 定性試験において試験溶液のガスクロマトグラムのピークの検出時間と塩化ビニル標準溶液のガスクロマトグラムの塩化ビニルのピークの検出時間が一致するときは、次の試験を行う。

(1) 定性試験の操作条件の下に得られた試験結果を基とし、試験溶液中の塩化ビニルのピーク面積を測定するとき、その面積は、塩化ビニル標準溶液のピーク面積より大きくてはならない。

## カプロラクタム

### (1) 定性試験

試験溶液及びカプロラクタム標準溶液をそれぞれ 1 $\mu$ lずつ用いて、次の操作条件でガスクロマトグラフィーを行い、試験溶液のガスクロマトグラムのピークの検出時間とカプロラクタム標準溶液のガスクロマトグラムのカプロラクタムのピークの検出時間を比較する。

#### 操作条件

カラム 内径0.32mm、長さ30mのケイ酸ガラス製細管に、ジメチルポリシロキサンを5 $\mu$ mの厚さでコーティングしたものを用いる。

カラム温度 240 $^{\circ}$ C

試験溶液注入口温度 240 $^{\circ}$ C

検出器 水素炎イオン化検出器を用いる。240 $^{\circ}$ C 付近で操作する。水素及び空気量は検出感度が最高となるように調節する。

キャリアーガス 窒素又はヘリウムを用いる。カプロラクタムが約5分で流出する流速に調節する。

### (2) 定量試験

(1) 定性試験において試験溶液のガスクロマトグラムのピークの検出時間とカプロラクタム標準溶液のガスクロマトグラムのカプロラクタムのピークの検出時間が一致するときは、次の試験を行う。

(1) 定性試験の操作条件の下に得られた試験結果を基とし、試験溶液中のカプロラクタムのピーク面積を測定するとき、その面積は、カプロラクタム標準溶液のピーク面積より大きくてはならない。

## 揮発性物質

### (1) 検量線の作成

100mlのメスフラスコにテトラヒドロフラン約90mlを入れ、スチレン、トルエン、エチルベンゼン、イソプロピルベンゼン及びプロピ

ルベンゼンそれぞれ約50mgを精密に量つて加え、テトラヒドロフランを更に加えて100mlとする。この溶液1, 2, 3, 4及び5mlを採り、それぞれ20mlのメスフラスコに入れ、ジエチルベンゼン試液1mlを加えた後テトラヒドロフランを加えて20mlとし、これらを標準溶液とする。標準溶液をそれぞれ1 $\mu$ lずつ用いて、次の操作条件でガスクロマトグラフィーを行い、得られたガスクロマトグラムからスチレン、トルエン、エチルベンゼン、イソプロピルベンゼン及びプロピルベンゼンの各ピーク面積とジエチルベンゼンのピーク面積との比を求め、それぞれの検量線を作成する。

#### 操作条件

カラム 内径0.25mm, 長さ30mのケイ酸ガラス製細管に、ポリエチレングリコールを0.5 $\mu$ mの厚さでコーティングしたものをを用いる。

カラム温度 60 $^{\circ}$ Cから毎分4 $^{\circ}$ Cで昇温して100 $^{\circ}$ Cとし、更に毎分10 $^{\circ}$ Cで昇温して150 $^{\circ}$ Cとする。

試験溶液注入口温度 220 $^{\circ}$ C

検出器 水素炎イオン化検出器を用いる。220 $^{\circ}$ C 付近で操作する。水素及び空気量は検出感度が最高 となるように調節する。

キャリアーガス 窒素又はヘリウムを用いる。ジエチルベンゼンが約11分で流出する流速に調節する。

#### (2) 試験

試験溶液1 $\mu$ lを用いて(1)検量線の作成の場合と同様の操作条件によりガスクロマトグラフィーを行い、得られたガスクロマトグラムから各ピーク面積とジエチルベンゼンのピーク面積との比を求める。それぞれの検量線を用いてスチレン、トルエン、エチルベンゼン、イソプロピルベンゼン及びプロピルベンゼンの各濃度を求め、次式により各成分の含量を求める。

$$\text{含量}(\mu\text{g/g}) = \text{成分の濃度}(\mu\text{g/ml}) \times 20(\text{ml}) / \text{試料の重量}(\text{g})$$

#### ジフェニルカーボネート

##### (1) 検量線の作成

ジフェニルカーボネート約10mgを精密に量り、100mlのメスフラスコに採り、メタノールを加えて100mlとする。この溶液1ml, 2ml, 3ml, 4ml及び5mlを採り、それぞれ20mlのメスフラスコに入れ、水を加えて20mlとし、これらを標準溶液とする(5 $\mu$ g/ml, 10 $\mu$ g/ml, 15 $\mu$ g/

ml, 20  $\mu$ g/ml及び25  $\mu$ g/ml)。標準溶液をそれぞれ20  $\mu$ lずつ用いて次の操作条件で液体クロマトグラフィーを行い、得られた液体クロマトグラムからジフェニルカーボネートのピーク高さ又はピーク面積を求め、検量線を作成する。

#### 操作条件

カラム充てん剤 オクタデシルシリル化シリカゲルを用いる。

カラム管 内径4.6mm, 長さ250mmのステンレス管を用いる。

カラム温度 40℃

検出器 紫外吸光検出器を用いる。波長217nmで操作する。

移動相 A アセトニトリル B 水

濃度勾配 A : B (3 : 7) から (100 : 0) までの直線濃度勾配を35分間行つた後、アセトニトリルを10分間送液する。

#### (2) 試験

試験溶液20  $\mu$ lを用いて(1)検量線の作成の場合と同様の操作条件により液体クロマトグラフィーを行い、得られた液体クロマトグラムからピーク高さ又はピーク面積を求める。検量線を用いて試験溶液中のジフェニルカーボネートの濃度を求め、次式により材質中の含量を求める。

材質中の含量 ( $\mu$ g/g) = 試験溶液濃度 ( $\mu$ g/ml)  $\times$  20 (ml) / 試料の重量 (g)

ビスフェノールA(フェノール及びp-tert-ブチルフェノールを含む。)

#### (1) 検量線の作成

ビスフェノールA, フェノール及びp-tert-ブチルフェノールそれぞれ約10mgを精密に量り, 100mlのメスフラスコに採り, メタノールを加えて100mlとする。この溶液1ml, 2ml, 3ml, 4ml及び5mlを採り, それぞれ20mlのメスフラスコに入れ, 水を加えて20mlとし, これらを標準溶液とする (5  $\mu$ g/ml, 10  $\mu$ g/ml, 15  $\mu$ g/ml, 20  $\mu$ g/ml及び25  $\mu$ g/ml)。標準溶液をそれぞれ20  $\mu$ lずつ用いて次の操作条件で液体クロマトグラフィーを行い, 得られた液体クロマトグラムからビスフェノールA, フェノール及びp-tert-ブチルフェノールの各ピーク高さ又はピーク面積を求め, それぞれの検量線を作成する。

ただし, 溶出試験用の検量線を作成する場合には, 前記の標準溶液2mlを採り, それぞれ20mlのメスフラスコに入れ, 水を加えて20mlとしたもの (0.5  $\mu$ g/ml, 1.0  $\mu$ g/ml, 1.5  $\mu$ g/ml, 2.0  $\mu$ g/ml及び2.5

$\mu\text{g/ml}$ ) を  $100\mu\text{l}$  ずつ用いて、同様の操作によりそれぞれの検量線を作成する。

#### 操作条件

ジフェニルカーボネートの操作条件を準用する。

#### (2) 試験

試験溶液  $20\mu\text{l}$  を用いて(1)検量線の作成の場合と同様の操作条件により液体クロマトグラフィーを行い、得られた液体クロマトグラムから各ピーク高さ又はピーク面積を求める。それぞれの検量線を用いて試験溶液中のビスフェノールA、フェノール及びp-tert-ブチルフェノールの濃度を求め、次式によりそれぞれの材質中の含量を求める。

$$\text{材質中の含量}(\mu\text{g/g}) = \text{試験溶液濃度}(\mu\text{g/ml}) \times 20(\text{ml}) / \text{試料の重量}(\text{g})$$

ただし、溶出試験では試験溶液  $100\mu\text{l}$  を用いて同様に操作し、溶出試験用の検量線を用いて試験溶液中のビスフェノールA、フェノール及びp-tert-ブチルフェノールの濃度を求める。

#### フェノール

試験溶液  $20\text{ml}$  を採り、ホウ酸緩衝液  $3\text{ml}$  を加えてよく振り混ぜた後、4-アミノアンチピリン試液  $5\text{ml}$  及びヘキサシアノ鉄(Ⅲ)酸カリウム試液  $2.5\text{ml}$  を加え、更に水を加えて  $100\text{ml}$  とし、よく振り混ぜて室温で  $10$  分間放置する。別にフェノール標準溶液  $20\text{ml}$  を採り同様に操作する。波長  $510\text{nm}$  で吸光度を測定するとき、試験溶液の吸光度はフェノール標準溶液の吸光度より大きくてはならない。

#### ホルムアルデヒド

試験溶液  $10\text{ml}$  を採り、 $20\%$ リン酸  $1\text{ml}$  を加えた後、 $200\text{ml}$  のメスシリンダーに水  $5\sim 10\text{ml}$  を入れ、冷却器のアダプターが水に浸るようにして水蒸気蒸留を行う。留液が約  $190\text{ml}$  になったとき、蒸留をやめ、水を加えて  $200\text{ml}$  とする。この液  $5\text{ml}$  を内径約  $15\text{mm}$  の試験管に採り、アセチルアセトン試液  $5\text{ml}$  を加えて混和し、沸騰水浴中で  $10$  分間加熱する。

別に水  $5\text{ml}$  を内径約  $15\text{mm}$  の試験管に採り、アセチルアセトン試液  $5\text{ml}$  を加えて混和し、沸騰水浴中で  $10$  分間加熱したものを対照液とする。

両液を白色を背景として側方から観察するとき、試験溶液の呈する色は、対照液の呈する色より濃くはならない。

## メタクリル酸メチル

### (1) 定性試験

試験溶液及びメタクリル酸メチル標準溶液をそれぞれ1 $\mu$ lずつ用いて、次の操作条件でガスクロマトグラフィーを行い、試験溶液のガスクロマトグラムとメタクリル酸メチル標準溶液のガスクロマトグラムのメタクリル酸メチルのピークの検出時間を比較する。

#### 操作条件

カラム 内径0.32mm、長さ30mのケイ酸ガラス製細管に、ジメチルポリシロキサンを5 $\mu$ mの厚さでコーティングしたものをを用いる。

カラム温度 120 $^{\circ}$ Cで1分間保持した後、毎分5 $^{\circ}$ Cで昇温して170 $^{\circ}$ Cとする。

試験溶液注入口温度 200 $^{\circ}$ C

検出器 水素炎イオン化検出器を用いる。200 $^{\circ}$ C付近で操作する。

水素及び空気量は検出感度が最高となるように調節する。

キャリアーガス 窒素又はヘリウムを用いる。メタクリル酸メチルが約4~5分で流出する流速に調節する。

### (2) 定量試験

(1) 定性試験において試験溶液のガスクロマトグラムのピークの検出時間とメタクリル酸メチル標準溶液のガスクロマトグラムのメタクリル酸メチルのピークの検出時間が一致するときは、次の試験を行う。

(1) 定性試験の操作条件の下に得られた試験結果を基とし、試験溶液中のメタクリル酸メチルのピーク面積を測定するとき、その面積は、メタクリル酸メチル標準溶液のピーク面積より大きくてはならない。

## 9 誘導結合プラズマ発光強度測定法

誘導結合プラズマ発光強度測定法は、試料中に含まれる被検元素を、誘導結合プラズマ（ICP）により原子化し、励起し、これらにより得られた原子発光スペクトル線の発光強度から被検元素量（濃度）を測定する方法である。

#### 装置

通例、励起源部、試料導入部、発光部、分光部、測光部及び表示記録部からなる。励起源部は、試料を励起させ、発光させるための電気エネルギーを供給し制御する電源、制御系及び回路からなり、

付属としてガス供給源や冷却装置を含む。試料導入部はネブライザー及び噴霧室からなる。発光部はトーチ管及び高周波誘導コイル等からなる。分光部は集光計、回折格子等の分光器からなる。測光部は検出器及び信号処理系からなる。表示記録部にはディスプレイ、記録装置等がある。方式として、波長走査型分光器を用いる単元素逐次分析方式、波長走査型分光器を用いる多元素逐次分析方式及び波長固定型のポリクロメーターを用いる多元素同時分析方式がある。

#### 標準溶液

別段の規定があるもののほか、被検元素の標準溶液を用いる。

#### 操作法

常時通電されている部分に異常がないことを確認した後、励起源部及び冷却装置の電源スイッチを入れる。真空型分光器を用いて真空紫外域の発光線を測定する場合には、発光部と分光器の間の光軸をアルゴン又は窒素で十分に置換しておく。アルゴン又は窒素を所定の流量に設定し、高周波電源を入れ、プラズマを点灯する。水銀ランプの発光線を用いて分光器の波長校正を行う。別に規定する方法で調製した試験溶液を導入し、適当な発光スペクトル線の発光強度を測定する。

試験溶液の発光強度は、被検元素の標準溶液を用いて同様に操作して得られた発光強度より大きくてはならない。

#### 10 溶出試験における試験溶液の調製法

特に定める場合以外は、次の方法により試験溶液を調製する。

試料を水でよく洗い、指定された浸出用液を用いて次のように操作して作る。

試料の表面積 $1\text{cm}^2$ につき $2\text{ml}$ の割合の浸出用液を $60^\circ\text{C}$ に加温して用い、 $60^\circ\text{C}$ に保ちながら30分間放置する。ただし、使用温度が $100^\circ\text{C}$ を超える試料であつて水又は4%酢酸を浸出用液とする場合にあつては $95^\circ\text{C}$ に保ちながら30分間、ヘプタンを浸出用液とする場合にあつては $25^\circ\text{C}$ に保ちながら1時間放置する。

#### C 試薬・試液等

別段の規定のあるもののほか、試験に用いる試薬、試液、容量分析用標準溶液、標準溶液及び標準原液は、次に示すものを用いる。次に示すもの以外は、第2 添加物の部C 試薬・試液等の項に示すものを用いる。

なお、[K 8012, ひ素分析用] 又は [K 8027, 特級] 等と記載したものは、それぞれ日本工業規格の番号「K 8012」が指す亜鉛のひ素分析用又は「K 8027」が指すアセチルアセトンの特級等の規格に適合するものであることを示す。

本規格で用いる名称が日本工業規格の名称と異なるものには、日本工業規格の番号の次に、日本工業規格の名称を付記してある。

試薬、試液、容量分析用標準溶液、標準溶液及び標準原液を保存するガラス容器は、溶解度及びアルカリ度が極めて小さく、鉛又はヒ素をできるだけ含まないものを用いる。

## 1 試薬

亜鉛 Zn [K 8012, 特級]

亜鉛（ヒ素試験用） Zn [K 8012, ひ素分析用] 砂状

アセチルアセトン  $\text{CH}_3\text{COCH}_2\text{COCH}_3$  [K 8027, 特級]

アセトニトリル  $\text{CH}_3\text{CN}$  [K 8032, 特級]

4-アミノアンチピリン  $\text{C}_{11}\text{H}_{13}\text{N}_3\text{O}$  [K 8048, 特級]

アンモニア水  $\text{NH}_3$  [K 8085, 特級] 本品はアンモニア28～30%を含む。

イソプロピルベンゼン 本品はイソプロピルベンゼン 98%以上を含む。

エタノール(99.5)  $\text{C}_2\text{H}_5\text{OH}$  [K 8101, 特級]

エタノール(塩化ビニル試験用) エタノール(99.5), 塩化ビニルの試験を行うとき、試験を妨害する物質を含まないことを確認する。

エチルベンゼン  $\text{C}_2\text{H}_5\text{C}_6\text{H}_5$  本品はエチルベンゼン99%以上を含む。

エピクロルヒドリン  $\text{C}_3\text{H}_5\text{ClO}$  本品はエピクロルヒドリン98%以上を含む。

塩化アンチモン(Ⅲ)  $\text{SbCl}_3$  [K 8400, 特級]

塩化スズ(Ⅱ)二水和物  $\text{SnCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$  [K 8136, 塩化スズ(Ⅱ)二水和物, 特級]

塩化ビニリデン  $\text{C}_2\text{H}_2\text{Cl}_2$  本品は塩化ビニリデン99%以上を含む。

塩化ビニル  $\text{C}_2\text{H}_3\text{Cl}$  本品は塩化ビニル99.5%以上を含む。

塩酸  $\text{HCl}$  [K 8180, 特級]

塩酸（ヒ素試験用）  $\text{HCl}$  [K 8180, ひ素分析用]

カプロラクタム  $\text{C}_6\text{H}_{11}\text{NO}$  本品はカプロラクタム98%以上を含む。

過マンガン酸カリウム  $\text{KMnO}_4$  [K 8247, 特級]

金属カドミウム  $\text{Cd}$  本品はカドミウム99.9%以上を含む。

クエン酸一水和物  $\text{H}_3\text{C}_6\text{H}_5\text{O}_7 \cdot \text{H}_2\text{O}$  [K 8283, くえん酸一水和物, 特級]



クエン酸水素二アンモニウム  $C_5H_{14}N_2O_7$  [K 8284, くえん酸水素二アンモニウム, 特級]

グリセリン  $CH_2(OH)CH(OH)CH_2OH$  [K8295, 特級]

クレゾールリン酸エステル  $(C_6H_4CH_3O)_3PO$  本品はクレゾールリン酸エステル90%以上を含む。

酢酸  $CH_3COOH$  [K 8355, 特級]

酢酸アンモニウム  $CH_3COONH_4$  [K 8359, 特級]

酢酸ナトリウム  $CH_3COONa$  [K 8372, 特級]

酢酸鉛(Ⅱ)三水和物  $Pb(CH_3COO)_2 \cdot 3H_2O$  [K 8374, 特級]

三酸化二ヒ素  $As_2O_3$  [K 8044, 三酸化二ひ素, 特級]

シアン化カリウム  $KCN$  [K 8443, 特級]

N,N-ジエチルジチオカルバミド酸銀  $C_8H_{16}AgNS_2$  [K 9512, 特級]

ジエチルベンゼン 本品は1,4-ジエチルベンゼン98%以上を含む。

2,6-ジクロロキノクロロイミド  $C_6H_2Cl_3NO$

ジクロロメタン  $CH_2Cl_2$  [K 8161, 特級]

N,N-ジメチルアセトアミド  $CH_3CON(CH_3)_2$  塩化ビニリデン又は塩化ビニルの試験を行うとき, 試験を妨害する物質を含まないことを確認する。

ジフェニルカーボネート  $(C_6H_5)_2CO_3$  本品はジフェニルカーボネート97%以上を含む。

シュウ酸アンモニウム一水和物  $(NH_4)_2C_2O_4 \cdot H_2O$  [K 8521, しゅう酸アンモニウム一水和物, 特級]

シュウ酸ナトリウム  $NaC_2O_4$  [K 8528, しゅう酸ナトリウム, 特級]

硝酸  $HNO_3$  [K 8541, 特級]

硝酸鉛(Ⅱ)  $Pb(NO_3)_2$  [K 8563, 特級]

硝酸バリウム  $Ba(NO_3)_2$  [K 8565, 特級]

水酸化ナトリウム  $NaOH$  [K 8576, 特級]

スチレン  $C_6H_5CHCH_2$  本品はスチレン99%以上を含む。

炭酸ナトリウム  $Na_2CO_3$  [K 8625, 特級]

窒素  $N_2$  高純度窒素を用いる。

テトラエチルホウ酸ナトリウム  $(C_2H_5)_4BNa$  本品はテトラエチルホウ酸ナトリウム98%以上を含む。

テトラヒドロフラン  $C_4H_8O$  [K 9705, 特級] 揮発性物質の試験を行うとき, 試験を妨害する物質を含まないことを確認する。

トリエチルアミン  $(C_2H_5)_3N$  本品はトリエチルアミン99%以上を含む。

トリブチルアミン  $(C_4H_9)_3N$  本品はトリブチルアミン98%以上を含む。

トルエン  $C_6H_5CH_3$  [K 8680, 特級]  
二塩化ジブチルスズ  $(C_4H_9)_2SnCl_2$  本品は二塩化ジブチルスズ97%以上を含む。  
二酸化ゲルマニウム  $GeO_2$  本品は二酸化ゲルマニウム99%以上を含む。  
ビスフェノールA  $(CH_3)_2C(C_6H_4OH)_2$  本品はビスフェノールA 99%以上を含む。  
ピリジン  $C_5H_5N$  [K 8777, 特級]  
フェノール  $C_6H_5OH$  [K 8798, 特級]  
p-tert-ブチルフェノール  $(CH_3)_3CC_6H_4OH$  本品はp-tert-ブチルフェノール99%以上を含む。  
プロピルベンゼン  $C_6H_5C_3H_7$  本品はプロピルベンゼン97%以上を含む。  
ブロモフェノールブルー  $C_{10}H_{10}Br_4O_6S$  [K 8844, 特級]  
ヘキサン  $C_6H_{14}$  [K 8848, 特級]  
ヘキサシアノ鉄(Ⅲ)酸カリウム  $K_3[Fe(CN)_6]$  [K 8801, 特級]  
ヘプタン  $C_7H_{16}$  [K 9701, 特級]  
ペンタン  $C_5H_{12}$  エピクロルヒドリンの試験を行うとき、試験を妨害する物質を含まないことを確認する。  
ホウ酸  $H_3BO_3$  [K 8863, ほう酸, 特級]  
メタクリル酸メチル  $C_5H_8COOCH_3$  本品はメタクリル酸メチル98%以上を含む。  
メチレンブルー  $C_{16}H_{18}ClN_3S \cdot 3H_2O$  [K 8897, 特級]  
2-メルカプトイミダゾリン  $C_3H_6N_2S$  本品は2-メルカプトイミダゾリン95%以上を含む。  
ヨウ化カリウム  $KI$  [K 8913, よう化カリウム, 特級]  
硫化ナトリウム九水和物  $Na_2S \cdot 9H_2O$  [K 8949, 特級]  
硫酸  $H_2SO_4$  [K 8951, 特級]

## 2 試液

試液の調製には1 試薬に記載の試薬を用いる。

アセチルアセトン試液 酢酸アンモニウム150gを水に溶かし、酢酸3ml及びアセチルアセトン2mlを加え、更に水を加えて1,000mlとする。用時調製する。

4-アミノアンチピリン試液 4-アミノアンチピリン1.36gを水に溶かして1,000mlとする。

アンモニア試液 アンモニア水400mlを量り、水を加えて1,000mlとす

る。

20%エタノール エタノール(99.5)40mlを量り、水を加えて200mlとする。

塩化スズ(Ⅱ)試液 塩化スズ(Ⅱ)二水和物4gを量り、塩酸(ヒ素試験用)125mlを加えて溶かし、水を加えて250mlとする。共栓瓶に入れ、密栓をして保存する。調製後1箇月以内に使用する。

6mol/l塩酸 塩酸540mlに水を加えて1,000mlとする。

1mol/l塩酸 塩酸90mlに水を加えて1,000mlとする。

0.1mol/l塩酸 1mol/l塩酸100mlに水を加えて1,000mlとする。

希硫酸(持続耐圧試験用) 硫酸7.54gを水1,000mlに徐々に加える。

0.5%クエン酸溶液 クエン酸一水和物5gを量り、水を加えて1,000mlとし、水酸化ナトリウム試液を用いてpHを3.5に調整する。

クエン酸アンモニウム 試液クエン酸水素二アンモニウム25gを水に溶かして100mlとする。

4%酢酸 酢酸40mlを量り、水を加えて1,000mlとする。

酢酸・酢酸ナトリウム緩衝液 第1液：酢酸12gを量り、水を加えて100mlとする。

第2液：酢酸ナトリウム16.4gを水に溶かして100mlとする。

第1液3容量と第2液7容量を混和する。

酢酸鉛試液 酢酸鉛(Ⅱ)三水和物11.8gを量り、水に溶かして100mlとし、酢酸(1→4)2滴を加える。密栓して保存する。

シアン化カリウム試液：シアン化カリウム1gを水10mlに溶かす。用時調製する。

ジエチルベンゼン試液 ジエチルベンゼン1mlにテトラヒドロフランを加えて100mlとし、その10mlを採り、更にテトラヒドロフランを加えて100mlとする。

2,6-ジクロロキノクロロイミドエタノール試液 2,6-ジクロロキノクロロイミド100mgをエタノールに溶かして10mlとする。

シュウ酸アンモニウム試液 シュウ酸アンモニウム一水和物の飽和溶液である。シュウ酸アンモニウム一水和物5gを水に溶かして100mlとする。

0.1mol/l硝酸 硝酸6.4mlに水を加えて1,000mlとする。

水酸化ナトリウム試液 水酸化ナトリウム4.3gを水に溶かして100mlとする。

テトラエチルホウ酸ナトリウム試液 テトラエチルホウ酸ナトリウム1gを水に溶かして50mlとする。用時調製する。

ヒ化水素吸収液 N,N-ジエチルジチオカルバミド酸銀0.50gをピリジンに溶かして100mlとする。この液は遮光した共栓瓶に入れ、冷所に保存する。

ブロモフェノールブルー試液 ブロモフェノールブルー0.1gを量り、50%エタノール100mlを加えて溶かし、必要があればろ過する。

ヘキサシアノ鉄(Ⅲ)酸カリウム試液ヘキサシアノ鉄(Ⅲ)酸カリウム8.6gを水に溶かし、アンモニア水1.8ml及び水を加えて1,000mlとする。

ホウ酸緩衝液 第1液：水酸化ナトリウム4.0gを水に溶かして100mlとする。

第2液：ホウ酸6.2gを水に溶かして100mlとする。

第1液と第2液を等容量ずつ量り混和する。

メチレンブルー試液(ピンホール試験用)メチレンブルー0.4gを量り、エタノール10mlを含む水に溶かして100mlとする。

ヨウ化カリウム試液 ヨウ化カリウム16.5gを量り、水を加えて溶かし100mlとする。遮光して保存する。

硫化ナトリウム試液：硫化ナトリウム九水和物5gを量り、水10ml及びグリセリン30mlの混液を加えて溶かす。遮光した小瓶にほとんど全満し、密栓して保存する。調製後3箇月以内に使用する。

### 3 容量分析用標準溶液

0.002mol/l過マンガン酸カリウム溶液 過マンガン酸カリウム約0.31gを水に溶かして1,000mlとする。遮光した共栓ビンに保存する。用時0.005mol/lシュウ酸ナトリウム溶液を用いて標定する。

標定 水100mlを採り、硫酸(1→3)5ml及び過マンガン酸カリウム溶液5mlを加えて5分間煮沸する。次いで、加熱をやめ、直ちに0.005mol/lシュウ酸ナトリウム溶液10mlを加えて脱色した後、過マンガン酸カリウム溶液を微紅色が消えずに残るまで滴加する。この液に硫酸(1→3)5ml及び過マンガン酸カリウム溶液5mlを加え、5分間煮沸した後、0.005mol/lシュウ酸ナトリウム溶液10mlを加え、直ちに過マンガン酸カリウム溶液で滴定し、次式により過マンガン酸カリウム溶液のファクターを求める。

$$\text{ファクター} = 10 / (5 + a)$$

ただし、a：過マンガン酸カリウム溶液の滴定量(ml)

0.005mol/lシュウ酸ナトリウム溶液 シュウ酸ナトリウム0.6700gを

水に溶かして1,000mlとし、遮光した共栓ビンに保存する。調製後1箇月以内に使用する。

#### 4 標準溶液, 標準原液

**亜鉛標準原液** 亜鉛1.0gを量り、6mol/l塩酸に溶かして水浴上で蒸発乾固し、残留物に1mol/l塩酸を加えて1,000mlとする。本液1mlは亜鉛1mgを含む。

**亜鉛標準溶液** 亜鉛標準原液1mlを採り、水を加えて50mlとする。その1mlを採り試験溶液と同じ浸出用液を加えて20mlとする。水を浸出用液とする場合にはこれに酢酸5滴を加える。本液1mlは亜鉛1 $\mu$ gを含む。

**アンチモン標準原液** 塩化アンチモン(III) 1.874gを量り、少量の塩酸(1→2)で溶解した後、塩酸(1→10)を加えて1,000mlとする。本液1mlはアンチモン1mgを含む。

**アンチモン標準溶液** アンチモン標準原液1mlを採り、4%酢酸を加えて100mlとし、その1mlを採り4%酢酸を加えて200mlとする。本液1mlはアンチモン0.05 $\mu$ gを含む。

**エピクロルヒドリン標準溶液** エピクロルヒドリン100mgをペンタンに溶かして100mlとし、その1mlを採り、ペンタンを加えて100mlとする。更にこの液5mlを採り、ペンタンを加えて100mlとする。本液1mlはエピクロルヒドリン0.5 $\mu$ gを含む。

**塩化ビニリデン標準溶液** 100mlのメスフラスコに約98mlのN,N-ジメチルアセトアミドを入れ、シリコーンゴム栓をする。このメスフラスコに塩化ビニリデンを250 $\mu$ l、シリコーンゴム栓を通して注入する。更にシリコーンゴム栓を通してN,N-ジメチルアセトアミドを注入して100mlとする。この液1mlを採り、N,N-ジメチルアセトアミドを加えて50mlとする。本液1mlは塩化ビニリデン60 $\mu$ gを含む。

**塩化ビニル標準溶液** 200mlのメスフラスコに約190mlのエタノール(塩化ビニル試験用)を入れ、シリコーンゴム栓をして重量を測定する。このメスフラスコをメタノール・ドライアイス浴で冷却し、あらかじめ液化した塩化ビニル200mgをシリコーンゴム栓を通して注入する。シリコーンゴム栓を通して、メタノール・ドライアイス浴で冷却したエタノール(塩化ビニル試験用)を注入して200mlとする。次いで、これをメタノール・ドライアイス浴で冷却し、その1mlを採り、メタノール・ドライアイス浴で冷却したエタノール(塩化ビニル試験用)を加えて100mlとする。メタノール・ドライアイス浴中で保存する。本液1mlは塩化ビニル10 $\mu$ gを含む。

**カドミウム標準原液** 金属カドミウム100mgを量り、10%硝酸50mlに溶

かして水浴上で蒸発乾固し、残留物に0.1mol/l硝酸を加えて100mlとする。本液1mlはカドミウム1mgを含む。

カドミウム標準溶液 カドミウム標準原液1mlを採り、試験溶液と同じ溶媒を加えて200mlとする。ただし、試験溶液が水の場合には硝酸を5滴加える。本液1mlはカドミウム5 $\mu$ gを含む。

カドミウム標準溶液（ガラス等試験用）カドミウム標準溶液10mlを採り、4%酢酸を加えて100mlとする。本液1mlはカドミウム0.5 $\mu$ gを含む。

カドミウム標準溶液（金属缶試験用）カドミウム標準溶液2mlを採り、浸出用液を加えて100mlとする。ただし、浸出用液が水の場合には硝酸を5滴加える。本液1mlはカドミウム0.1 $\mu$ gを含む。

カプロラクタム標準溶液 カプロラクタム1.5gを量り、20%エタノールに溶かして1,000mlとする。この液1mlを採り、20%エタノールを加えて100mlとする。本液1mlはカプロラクタム15 $\mu$ gを含む。

クレゾールリン酸エステル標準溶液 クレゾールリン酸エステル100mgを採り、アセトニトリルを加えて溶解し100mlとする。その1mlを採り、アセトニトリル60mlを加えた後、水を加えて100mlとする。本液1mlはクレゾールリン酸エステル10 $\mu$ gを含む。

ゲルマニウム標準原液 二酸化ゲルマニウム144mgを白金るつぼに量り、炭酸ナトリウム1gを加え、十分に混合した後、加熱融解し、冷後、水を加えて溶かす。塩酸を加えて中和した後、1ml過剰に塩酸を加え、更に水を加えて100mlとする。本液1mlはゲルマニウム1mgを含む。

ゲルマニウム標準溶液 ゲルマニウム標準原液1mlを採り、4%酢酸を加えて100mlとする。その1mlを採り、4%酢酸を加えて100mlとする。本液1mlはゲルマニウム0.1 $\mu$ gを含む。

ジブチルスズ標準溶液 二塩化ジブチルスズ100mgにアセトン及び塩酸2～3滴を加えて溶かした後、アセトンを加えて100mlとする。その1mlを採り、ヘキサン及び塩酸2～3滴を加えて1,000mlとする。本液1mlは二塩化ジブチルスズ1 $\mu$ gを含む。

鉛標準原液 硝酸鉛（II）159.8mgを10%硝酸10mlに溶かし、水を加えて100mlとする。本液1mlは鉛1mgを含む。

鉛標準溶液 鉛標準原液1mlを採り、試験溶液と同じ溶媒を用いて200mlとする。ただし、試験溶液が水の場合には硝酸を5滴加える。本液1mlは鉛5 $\mu$ gを含む。

鉛標準溶液（金属缶試験用） 鉛標準溶液8mlを採り、浸出用液と同じ溶媒を用いて100mlとする。ただし、浸出用液が水の場合には硝酸5滴を加える。本液1mlは鉛0.4 $\mu$ gを含む。