

## 家庭用品中の有害物質試験法（改正新旧案）

（下線部が今回の改正部分）

改正後（新）	現行（旧）
<p style="text-align: center;">トリフェニル錫化合物</p> <p>1. 対象家庭用品            繊維製品のうち、おしめ、おしめカバー、よだれ掛け、下着、衛生バンド、衛生パンツ、手袋及びくつした            家庭用接着剤            家庭用塗料            家庭用ワックス            くつ墨及びくつクリーム</p> <p>2. 試験法            (1) 試験溶液の調製            ア 抽出            (ア) 繊維製品の場合            身体と接触する繊維の部分を細かく切ったものを試料とし、その1.0 gを50 mLの遠沈管に正確に量り採り、サロゲート標準アセトン溶液 100 <math>\mu</math>L、アセトン 15 mL 及び塩酸 0.4 mL を加え、5 分間激しく振り混ぜる。その後、ヘキサン 30 mL を加えて 30 分間激しく振り混ぜた後、1 分間 3,000 回転で 5 分間遠心分離を行い、繊維部分を採らないように上澄液を採取する。次に、残留物にアセトン・ヘキサン混液 30 mL を加えて、30 分間激しく振り混ぜた後、ガラスろ過器で吸引ろ過し、ろ液を上澄液に合わせる。この溶液を、無水硫酸ナトリウムを用いて脱水した後、ロータリーエバポレーターを用いて 40℃以下で約 1 mL まで濃縮する。濃縮液にヘキサンを加えて全量を約 2 mL としたものを抽出液とする。            (イ) 繊維製品以外で水性のものの場合            試料 1.0 g を 50 mL の遠沈管に正確に量り採り、サロゲート標準アセトン溶液 100 <math>\mu</math>L、アセトン 15 mL 及び塩酸 0.4 mL を加え、5 分間激しく振り混ぜる。その後、ヘキサン 30 mL を加えて 30 分間激しく振り混ぜた後、1 分間 3,000 回転で 5 分間遠心分離を行い、上澄液を採取する。次に、残留物にアセトン・ヘキサン混液 30 mL を加えて、30 分間激しく振り混ぜた後、1 分間 3,000 回転で 5 分間遠心分離を行い、上澄液を採取し、先ほどの上澄液に合わせる。この溶液を無水硫酸ナトリウムを用いて脱水した後、ロータリーエバポレーターを用いて 40℃以下で約 1 mL まで濃縮する。濃縮液にヘキサンを加えて全量を約 2 mL としたものを抽出液とする。            (ウ) 繊維製品以外で油性のものの場合            試料 1.0 g をあらかじめヘキサン 20 mL の入っている 50 mL の遠沈管に正確に量り採り、精製水 20 mL 及び塩酸 0.4 mL を加える。次に、サロゲート標準ヘキサン溶液 100</p>	<p style="text-align: center;">トリフェニル錫化合物</p> <p>1. 対象家庭用品            繊維製品のうち、おしめ、おしめカバー、よだれ掛け、下着、衛生バンド、衛生パンツ、手袋及びくつした            家庭用接着剤            家庭用塗料            家庭用ワックス            くつ墨及びくつクリーム</p> <p>2. 試験法            (1) 試験溶液の調製            ア 抽出            (ア) 繊維製品の場合            身体と接触する繊維の部分を細かく切ったものを試料とし、その1.0 gを50 mLの遠沈管に正確に量り採り、サロゲート標準アセトン溶液 100 <math>\mu</math>L、アセトン 15 mL 及び塩酸 0.4 mL を加え、5 分間激しく振り混ぜる。その後、ヘキサン 30 mL を加えて 30 分間激しく振り混ぜた後、1 分間 3,000 回転で 5 分間遠心分離を行い、繊維部分を採らないように上澄液を採取する。次に、残留物にアセトン・ヘキサン混液 30 mL を加えて、30 分間激しく振り混ぜた後、ガラスろ過器で吸引ろ過し、ろ液を上澄液に合わせる。この溶液を、無水硫酸ナトリウムを用いて脱水した後、ロータリーエバポレーターを用いて 40℃以下で約 1 mL まで濃縮する。濃縮液にヘキサンを加えて全量を約 2 mL としたものを抽出液とする。            (イ) 繊維製品以外で水性のものの場合            試料 1.0 g を 50 mL の遠沈管に正確に量り採り、サロゲート標準アセトン溶液 100 <math>\mu</math>L、アセトン 15 mL 及び塩酸 0.4 mL を加え、5 分間激しく振り混ぜる。その後、ヘキサン 30 mL を加えて 30 分間激しく振り混ぜた後、1 分間 3,000 回転で 5 分間遠心分離を行い、上澄液を採取する。次に、残留物にアセトン・ヘキサン混液 30 mL を加えて、30 分間激しく振り混ぜた後、1 分間 3,000 回転で 5 分間遠心分離を行い、上澄液を採取し、先ほどの上澄液に合わせる。この溶液を無水硫酸ナトリウムを用いて脱水した後、ロータリーエバポレーターを用いて 40℃以下で約 1 mL まで濃縮する。濃縮液にヘキサンを加えて全量を約 2 mL としたものを抽出液とする。            (ウ) 繊維製品以外で油性のものの場合            試料 1.0 g をあらかじめヘキサン 20 mL の入っている 50 mL の遠沈管に正確に量り採り、精製水 20 mL 及び塩酸 0.4 mL を加える。次に、サロゲート標準ヘキサン溶液 100</p>

$\mu\text{L}$ を加えた後、30分間激しく振り混ぜる。その後、1分間3,000回転で5分間遠心分離を行い、ヘキサン層10 mLを分取し無水硫酸ナトリウムを用いて脱水した後、ロータリーエバポレーターを用いて40°C以下で約5 mLまで濃縮する。この溶液を、あらかじめヘキサン10 mLで調製したシリカゲルミニカートリッジカラムに流し込み、ヘキサン30 mLで洗浄する。次に、80%エタノール・ヘキサン溶液80 mLで溶出し、溶出液をナス型フラスコ等に採る。この溶液を、ロータリーエバポレーターを用いて40°C以下で約1 mLまで濃縮する。濃縮液をヘキサンで約2 mLに定容したものを抽出液とする。

#### イ 誘導体化及び精製

アによって得た抽出液を遠沈管に移し、酢酸・酢酸ナトリウム緩衝液5 mLを加えた後、テトラエチルホウ酸ナトリウム溶液1 mLを加えて10分間振とうしてエチル化体へと誘導体化する。次に、ヘキサン20 mLを加えて30分間激しく振り混ぜた後、1分間3,000回転で5分間遠心分離を行い、上澄液を採取する。もう一度ヘキサン20 mLを加えて、30分間激しく振り混ぜた後、1分間3,000回転で5分間遠心分離を行い、上澄液を採取し、先ほどの上澄液に合わせる。この溶液を、ロータリーエバポレーターを用いて40°C以下で約1 mLまで濃縮する。濃縮液をヘキサンで約2 mLに定容し、あらかじめヘキサン10 mLで調製した合成ケイ酸マグネシウムミニカートリッジカラムに流し込み、流出液をナス型フラスコ等に採る。さらに、5%ジエチルエーテル・ヘキサン溶液6 mLで溶出させ、溶出液を採取する。この溶出液を、ロータリーエバポレーターを用いて40°C以下で約1 mLまで濃縮した後、ヘキサンを加えて全量を正確に5 mLとしたものを試験溶液とする。

#### (2) 試験

ガスクロマトグラフ質量分析計を用いる。トリフェニル錫エチル化体標準液及び試験溶液をそれぞれ1~2  $\mu\text{L}$ 採り、次の操作条件で試験を行う。このとき、標準液の採取量と試験溶液の採取量は同量とする。試験溶液を測定し、得られたクロマトグラム上で、標準液のトリフェニル錫エチル化体のモニターイオンのピークと保持時間が一致するピークが存在する場合には、トリフェニル錫エチル化体に相当するピーク面積のトリフェニル錫重水素化物エチル化体のピーク面積に対する比(Rt)を求める。同時に、標準液において得られたクロマトグラム上でのトリフェニル錫エチル化体のピーク面積のトリフェニル錫重水素化物エチル化体のピーク面積に対する比(Rs)を求める。このとき、次式により試料1 gについてのトリフェニル錫化合物の錫としての量を計算する。

試料1 gについてのトリフェニル錫化合物の錫としての含有量 ( $\mu\text{g}$ ) =  $F \times K \times (1/5)$

$\mu\text{L}$ を加えた後、30分間激しく振り混ぜる。その後、1分間3,000回転で5分間遠心分離を行い、ヘキサン層10 mLを分取し無水硫酸ナトリウムを用いて脱水した後、ロータリーエバポレーターを用いて40°C以下で約5 mLまで濃縮する。この溶液を、あらかじめヘキサン10 mLで調製したシリカゲルミニカートリッジカラムに流し込み、ヘキサン30 mLで洗浄する。次に、80%エタノール・ヘキサン溶液80 mLで溶出し、溶出液をナス型フラスコ等に採る。この溶液を、ロータリーエバポレーターを用いて40°C以下で約1 mLまで濃縮する。濃縮液をヘキサンで約2 mLに定容したものを抽出液とする。

#### イ 誘導体化及び精製

アによって得た抽出液を遠沈管に移し、酢酸・酢酸ナトリウム緩衝液5 mLを加えた後、テトラエチルホウ酸ナトリウム溶液1 mLを加えて10分間振とうしてエチル化体へと誘導体化する。次に、ヘキサン20 mLを加えて30分間激しく振り混ぜた後、1分間3,000回転で5分間遠心分離を行い、上澄液を採取する。もう一度ヘキサン20 mLを加えて、30分間激しく振り混ぜた後、1分間3,000回転で5分間遠心分離を行い、上澄液を採取し、先ほどの上澄液に合わせる。この溶液を、ロータリーエバポレーターを用いて40°C以下で約1 mLまで濃縮する。濃縮液をヘキサンで約2 mLに定容し、あらかじめヘキサン10 mLで調製した合成ケイ酸マグネシウムミニカートリッジカラムに流し込み、流出液をナス型フラスコ等に採る。さらに、5%ジエチルエーテル・ヘキサン溶液6 mLで溶出させ、溶出液を採取する。この溶出液を、ロータリーエバポレーターを用いて40°C以下で約1 mLまで濃縮した後、ヘキサンを加えて全量を正確に5 mLとしたものを試験溶液とする。

#### (2) 試験

ガスクロマトグラフ質量分析計を用いる。トリフェニル錫エチル化体標準液及び試験溶液をそれぞれ1~2  $\mu\text{L}$ 採り、次の操作条件で試験を行う。このとき、標準液の採取量と試験溶液の採取量は同量とする。試験溶液を測定し、得られたクロマトグラム上で、標準液のトリフェニル錫エチル化体のモニターイオンのピークと保持時間が一致するピークが存在する場合には、トリフェニル錫エチル化体に相当するピーク面積のトリフェニル錫重水素化物エチル化体のピーク面積に対する比(Rt)を求める。同時に、標準液において得られたクロマトグラム上でのトリフェニル錫エチル化体のピーク面積のトリフェニル錫重水素化物エチル化体のピーク面積に対する比(Rs)を求める。このとき、次式により試料1 gについてのトリフェニル錫化合物の錫としての量を計算する。

試料1 gについてのトリフェニル錫化合物の錫としての含有量 ( $\mu\text{g}$ ) =  $F \times K \times (1/5)$

<p> <math>\times (Rt/Rs) \times (1/\text{試料採取量}(g)) \times V</math>  ただし、  F : 0.308  K : 塩化トリフェニル錫標準液の濃度  (<math>\mu\text{g/mL}</math>)  V : 試験溶液及びトリフェニル錫エチル化体  標準液の最終液量(5 mL)  操作条件  原則として、次の条件で操作すべきである  が、使用する装置、カラム等により、クロマ  トグラム上でトリフェニル錫エチル化体及び  トリフェニル錫重水素化物エチル化体のピー  クとそれ以外の物質のピークが重複しないよ  うな条件を適切に選択することが望ましい。  カラム 内径 0.25 mm、長さ 30 m、膜厚 0.25  <math>\mu\text{m}</math> の 5%フェニルメチルポリシロキサンを  液相とするキャピラリーカラムを用いる。  カラム温度 60°Cで2分間保持し、その後毎  分 20°Cで130°Cまで昇温した後、210°Cまで  毎分 10°Cで昇温し、さらに 260°Cまで毎分  5°Cで昇温させた後、300°Cまで毎分 10°Cで昇  温し、300°Cに到達後、5分間保持する。  注入口温度 270°C  キャリアーガス 高純度ヘリウム、<u>高純度窒  素又は高純度水素</u>を用いる。トリフェニル錫  エチル化体が <u>19~21分</u> (高純度水素使用時  は 17~19分) で流出する流速に調整する。  注入方法 スプリットレス方式  モニターイオン 原則として「トリフェニル  錫エチル化体 351」及び「トリフェニル錫重  水素化物エチル化体 366」を選択すべきであ  るが、使用する装置、カラム等により、対象  とする物質に特異性が高く、かつ、イオン強  度が高いフラグメントイオンを適切に選択す  る。    (3) 試薬、標準液等  ア アセトン  日本産業規格試薬特級を用いる。  イ ヘキサン  日本産業規格試薬特級を用いる。  ウ 塩酸  日本産業規格試薬特級を用いる。  エ ジエチルエーテル  日本産業規格試薬特級を用いる。  オ エタノール  日本産業規格試薬特級を用いる。  カ 無水硫酸ナトリウム  日本産業規格試薬特級を用いる。  キ 酢酸・酢酸ナトリウム緩衝液  酢酸(日本産業規格試薬特級) 120 g 及び酢  酸ナトリウム(日本産業規格試薬特級) 164 g  をそれぞれ精製水 1,000 mL に溶かし、体積  比 5.9 : 14.1 で混合した後、pH を 5 に調整し  たもの。  ク テトラエチルホウ酸ナトリウム溶液  テトラエチルホウ酸ナトリウム 1 g を精製  水 20 mL に溶解させたもの。用時調製する。  ケ 塩化トリフェニル錫標準液 </p>	<p> <math>\times (Rt/Rs) \times (1/\text{試料採取量}(g)) \times V</math>  ただし、  F : 0.308  K : 塩化トリフェニル錫標準液の濃度  (<math>\mu\text{g/mL}</math>)  V : 試験溶液及びトリフェニル錫エチル化体  標準液の最終液量(5 mL)  操作条件  原則として、次の条件で操作すべきである  が、使用する装置、カラム等により、クロマ  トグラム上でトリフェニル錫エチル化体及び  トリフェニル錫重水素化物エチル化体のピー  クとそれ以外の物質のピークが重複しないよ  うな条件を適切に選択することが望ましい。  カラム 内径 0.25 mm、長さ 30 m、膜厚 0.25  <math>\mu\text{m}</math> の 5%フェニルメチルポリシロキサンを  液相とするキャピラリーカラムを用いる。  カラム温度 60°Cで2分間保持し、その後毎  分 20°Cで130°Cまで昇温した後、210°Cまで  毎分 10°Cで昇温し、さらに 260°Cまで毎分  5°Cで昇温させた後、300°Cまで毎分 10°Cで昇  温し、300°Cに到達後、5分間保持する。  注入口温度 270°C  キャリアーガス 高純度ヘリウムを用いる。  トリフェニル錫エチル化体が <u>20~22分</u> で流  出する流速に調整する。  注入方法 スプリットレス方式  モニターイオン 原則として「トリフェニル  錫エチル化体 351」及び「トリフェニル錫重  水素化物エチル化体 366」を選択すべきであ  るが、使用する装置、カラム等により、対象  とする物質に特異性が高く、かつ、イオン強  度が高いフラグメントイオンを適切に選択す  る。    (3) 試薬、標準液等  ア アセトン  日本産業規格試薬特級を用いる。  イ ヘキサン  日本産業規格試薬特級を用いる。  ウ 塩酸  日本産業規格試薬特級を用いる。  エ ジエチルエーテル  日本産業規格試薬特級を用いる。  オ エタノール  日本産業規格試薬特級を用いる。  カ 無水硫酸ナトリウム  日本産業規格試薬特級を用いる。  キ 酢酸・酢酸ナトリウム緩衝液  酢酸(日本産業規格試薬特級) 120 g 及び酢  酸ナトリウム(日本産業規格試薬特級) 164 g  をそれぞれ精製水 1,000 mL に溶かし、体積  比 5.9 : 14.1 で混合した後、pH を 5 に調整し  たもの。  ク テトラエチルホウ酸ナトリウム溶液  テトラエチルホウ酸ナトリウム 1 g を精製  水 20 mL に溶解させたもの。用時調製する。  ケ 塩化トリフェニル錫標準液 </p>
--	---

塩化トリフェニル錫を 10 mg 正確に量り採り、ヘキサンを加えて正確に 10 mL とする。ここから 1.0 mL を採り、ヘキサンで正確に 10 mL とする。ここから 1.0 mL を採り、ヘキサンで正確に 10 mL とする。ここから 3.0 mL を採りヘキサンで 10 mL としたものを塩化トリフェニル錫標準液とする。

コ トリフェニル錫エチル化体標準液

塩化トリフェニル錫標準液から 1 mL を遠沈管に正確に量り採り、試験対象が繊維製品及び繊維製品以外で水性のものの場合にはサロゲート標準アセトン溶液を、繊維製品以外で油性のものの場合にはサロゲート標準ヘキサン溶液 100  $\mu$ L を加える。そこに、酢酸・酢酸ナトリウム緩衝液 5 mL を加えた後、テトラエチルホウ酸ナトリウム溶液 1 mL を加えて 10 分間激しく振り混ぜてエチル化体へと誘導体化する。次に、ヘキサン 20 mL を加えて 30 分間激しく振り混ぜた後、1 分間 3,000 回転で 5 分間遠心分離を行い、上澄液を採取する。もう一度ヘキサン 20 mL を加えて、30 分間激しく振り混ぜた後、1 分間 3,000 回転で 5 分間遠心分離を行い、上澄液を採取し、先ほどの上澄液に合わせる。この溶液を、ロータリーエバポレーターを用いて 40°C 以下で約 1 mL まで濃縮した後、ヘキサンで 5 mL に定容したものをトリフェニル錫エチル化体標準液とする。

サ サロゲート標準原液

塩化トリフェニル錫の水素が全て重水素に置換している塩化トリフェニル錫重水素化物を 1 mg 正確に量り採り、ヘキサンを加えて正確に 10 mL としたものを、又は塩化トリフェニル錫重水素化物を 10 mg 正確に量り採りヘキサンを加えて 10 mL とし、そこから 1.0 mL を採りヘキサンで正確に 10 mL としたものをサロゲート標準原液とする。

シ サロゲート標準アセトン溶液

サロゲート標準原液から 3.0 mL を採り、アセトンで正確に 10 mL としたものを。

ス サロゲート標準ヘキサン溶液

サロゲート標準原液から 3.0 mL を採り、ヘキサンで正確に 10 mL としたものを。

セ シリカゲルミニカートリッジカラム

ポリプロピレン製のカラム管にカラムクロマトグラフ用シリカゲル 690 mg を充填したもの又はこれと同等の分離特性を有するもの。

ソ 合成ケイ酸マグネシウムミニカートリッジカラム

ポリプロピレン製のカラム管にカラムクロマトグラフ用合成ケイ酸マグネシウム 910 mg を充填したもの又はこれと同等の分離特性を有するもの。

タ アセトン・ヘキサン混液

アセトンとヘキサンを体積比 3:7 で混和したもの。

チ 高純度ヘリウム

純度 99.999% 以上のものを用いる。

塩化トリフェニル錫を 10 mg 正確に量り採り、ヘキサンを加えて正確に 10 mL とする。ここから 1.0 mL を採り、ヘキサンで正確に 10 mL とする。ここから 1.0 mL を採り、ヘキサンで正確に 10 mL とする。ここから 3.0 mL を採りヘキサンで 10 mL としたものを塩化トリフェニル錫標準液とする。

コ トリフェニル錫エチル化体標準液

塩化トリフェニル錫標準液から 1 mL を遠沈管に正確に量り採り、試験対象が繊維製品及び繊維製品以外で水性のものの場合にはサロゲート標準アセトン溶液を、繊維製品以外で油性のものの場合にはサロゲート標準ヘキサン溶液 100  $\mu$ L を加える。そこに、酢酸・酢酸ナトリウム緩衝液 5 mL を加えた後、テトラエチルホウ酸ナトリウム溶液 1 mL を加えて 10 分間激しく振り混ぜてエチル化体へと誘導体化する。次に、ヘキサン 20 mL を加えて 30 分間激しく振り混ぜた後、1 分間 3,000 回転で 5 分間遠心分離を行い、上澄液を採取する。もう一度ヘキサン 20 mL を加えて、30 分間激しく振り混ぜた後、1 分間 3,000 回転で 5 分間遠心分離を行い、上澄液を採取し、先ほどの上澄液に合わせる。この溶液を、ロータリーエバポレーターを用いて 40°C 以下で約 1 mL まで濃縮した後、ヘキサンで 5 mL に定容したものをトリフェニル錫エチル化体標準液とする。

サ サロゲート標準原液

塩化トリフェニル錫の水素が全て重水素に置換している塩化トリフェニル錫重水素化物を 1 mg 正確に量り採り、ヘキサンを加えて正確に 10 mL としたものを、又は塩化トリフェニル錫重水素化物を 10 mg 正確に量り採りヘキサンを加えて 10 mL とし、そこから 1.0 mL を採りヘキサンで正確に 10 mL としたものをサロゲート標準原液とする。

シ サロゲート標準アセトン溶液

サロゲート標準原液から 3.0 mL を採り、アセトンで正確に 10 mL としたものを。

ス サロゲート標準ヘキサン溶液

サロゲート標準原液から 3.0 mL を採り、ヘキサンで正確に 10 mL としたものを。

セ シリカゲルミニカートリッジカラム

ポリプロピレン製のカラム管にカラムクロマトグラフ用シリカゲル 690 mg を充填したもの又はこれと同等の分離特性を有するもの。

ソ 合成ケイ酸マグネシウムミニカートリッジカラム

ポリプロピレン製のカラム管にカラムクロマトグラフ用合成ケイ酸マグネシウム 910 mg を充填したもの又はこれと同等の分離特性を有するもの。

タ 高純度ヘリウム

純度 99.999% 以上のものを用いる。

チ アセトン・ヘキサン混液

アセトンとヘキサンを体積比 3:7 で混和し

<p>ツ 高純度窒素 純度 99.9995%以上のものを用いる。</p> <p>テ 高純度水素 純度 99.9995%以上のものを用いる。</p>	<p>たもの</p>
<p style="text-align: center;"><b>トリブチル錫化合物</b></p> <p>1. 対象家庭用品 繊維製品のうち、おしめ、おしめカバー、よだれ掛け、下着、衛生バンド、衛生パンツ、手袋及びくつした 家庭用接着剤 家庭用塗料 家庭用ワックス くつ墨及びくつクリーム</p> <p>2. 試験法 トリフェニル錫化合物の試験法に従う。ただし、「トリフェニル錫」とあるのは「トリブチル錫」と、「0.308」とあるのは「0.365」と、「<u>19～21分（高純度水素使用時は17～19分）</u>」とあるのは「<u>9～11分（高純度水素使用時は8.5～10.5分）</u>」と、「351」とあるのは「263」と、「366」とあるのは「318」と読み替えるものとする。</p>	<p style="text-align: center;"><b>トリブチル錫化合物</b></p> <p>1. 対象家庭用品 繊維製品のうち、おしめ、おしめカバー、よだれ掛け、下着、衛生バンド、衛生パンツ、手袋及びくつした 家庭用接着剤 家庭用塗料 家庭用ワックス くつ墨及びくつクリーム</p> <p>2. 試験法 トリフェニル錫化合物の試験法に従う。ただし、「トリフェニル錫」とあるのは「トリブチル錫」と、「0.308」とあるのは「0.365」と、「<u>20～22分</u>」とあるのは「<u>10～12分</u>」と、「351」とあるのは「263」と、「366」とあるのは「318」と読み替えるものとする。</p>
<p style="text-align: center;"><b>有機水銀化合物</b></p> <p>1. 対象家庭用品 繊維製品のうち、おしめ、おしめカバー、よだれ掛け、下着、衛生バンド、衛生パンツ、手袋及びくつした 家庭用接着剤 家庭用塗料 家庭用ワックス くつ墨及びくつクリーム</p> <p>2. 試験法 (1) 試験溶液の調製 試料(繊維製品にあつては、身体と接触する繊維の部分を細かく切ったもの)1.0 gを100 mLのポリプロピレン製遠沈管 (I)に正確に量り採り、精製水 1 mL 及び 0.5 mol/L 塩酸 50 mL を加え、30 分間放置する。次に、シクロヘキサン・酢酸エチル混液 10 mL を加えて 5 分間激しく振り混ぜたのち、<u>上層を 50 mL のポリプロピレン製遠沈管 (I) に採取する。この時、上層と下層との間に分離が不十分な層が存在する場合は、その層もあわせて採取する。50 mL のポリプロピレン製遠沈管 (I) を 1 分間 3,000 回転で 5 分間遠心分離を行い、上層を 50 mL のポリプロピレン製遠沈管 (II) に採取する。残液を 100 mL のポリプロピレン製遠沈管 (I) に戻し、シクロヘキサン・酢酸エチル混液 10 mL を加えて 5 分間激しく振り混ぜたのち、先と同様に上層を 50 mL のポリプロピレン製遠沈管 (I) に採取する。この遠沈管を 1 分間 3,000 回転で 5 分間遠心分離を行い、上層を 50 mL のポリプロピレン製遠沈管 (II) に採取し、残液を</u></p>	<p style="text-align: center;"><b>有機水銀化合物</b></p> <p>1. 対象家庭用品 繊維製品のうち、おしめ、おしめカバー、よだれ掛け、下着、衛生バンド、衛生パンツ、手袋及びくつした 家庭用接着剤 家庭用塗料 家庭用ワックス くつ墨及びくつクリーム</p> <p>2. 試験法 (1) 試験溶液の調製 試料(繊維製品にあつては、身体と接触する繊維の部分を細かく切ったもの)1.0 gを分液漏斗 (I) に正確に量り採り、精製水 1 mL 及び 0.5 mol/L 塩酸 50 mL を加え、30 分間放置し、更に四塩化炭素 10 mL を加えて 5 分間激しく振り混ぜたのち、<u>四塩化炭素層を分液漏斗 (II) に分取する。更に分液漏斗 (I) に四塩化炭素 10 mL を加えて 5 分間激しく振り混ぜたのち、四塩化炭素層を分液漏斗 (II) に分取する。分液漏斗 (II) にシステイン・アセテート溶液 10 mL を正確に加えて振り混ぜたのち、静置し、更に必要があれば遠心分離を行ったのち、システイン・アセテート溶液層を分取し、これを試験溶液とする。</u></p>

100 mL のポリプロピレン製遠沈管 (I) に戻す。100 mL のポリプロピレン製遠沈管 (I) の残液及び試料残渣をガラスろ過器 (日本産業規格のガラスろ過器 (細孔記号 2) に適合するもの) 上に移し吸引ろ過し、100 mL のポリプロピレン製遠沈管 (II) にろ液を採取する。さらに、シクロヘキサン・酢酸エチル混液 5 mL を用いてろ過器上の残渣を洗いこみ、同様に吸引ろ過して、100 mL のポリプロピレン製遠沈管 (II) のろ液に合わせる。次に、100 mL のポリプロピレン製遠沈管 (II) に採ったろ液の上層を 50 mL のポリプロピレン製遠沈管 (II) に採取する。50 mL のポリプロピレン製遠沈管 (II) にシステイン・アセテート溶液 10 mL を正確に加えて振り混ぜたのち、静置し、更に必要があれば遠心分離を行ったのち、下層のシステイン・アセテート溶液層を分取し、これを試験溶液とする。

(2) 試験(フレイムレス原子吸光法)

次のア又はイのいずれかの試験による。

ア 加熱気化-金アマルガム法

試験溶液 0.2 mL を正確に採り、石英製又はセラミック製の試料ポートに入れ、液面が隠れるように粉末状の水酸化カルシウムを加え、波長 253.7 nm における吸光度 A を測定する。

別に、水銀標準液 1.0 mL を正確に採り、0.5 mol/L 塩酸 50 mL を加え、30 分間放置し、以下 (1) の場合と同様に操作して得られた溶液 0.2 mL を正確に採り、試験溶液の場合と同様に操作して吸光度  $A_s$  を測定するこのとき、次式により試料 1 g あたりの水銀の含有量を計算する。

$$=K \times (A/A_s) \times (1/\text{試料採取量 (g)})$$

ただし、K: 水銀標準液 1 mL 中の水銀量 ( $\mu\text{g}$ )

イ 還元気化法

試験溶液 2.0 mL を正確に採り、日本産業規格 K0102-3 の 25.2.1 に準じて操作し、波長 253.7 nm における吸光度 A を測定する。

別に、水銀標準液 1.0 mL を正確に採り、0.5 mol/L 塩酸 50 mL を加え、30 分間放置し、以下 (1) の場合と同様に操作して得られた溶液 2.0 mL を正確に採り、試験溶液の場合と同様に操作して吸光度  $A_s$  を測定する。このとき、次式により試料 1 g あたりの水銀の含有量を計算する。

$$=K \times (A/A_s) \times (1/\text{試料採取量 (g)})$$

ただし、K: 水銀標準液 1 mL 中の水銀量 ( $\mu\text{g}$ )

(3) 試薬、標準液等

ア 精製水

日本薬局方精製水を用いる。

イ 0.5 mol/L 塩酸

(2) 試験(フレイムレス原子吸光法)

次のア又はイのいずれかの試験による。

ア 加熱気化-金アマルガム法

試験溶液 0.2 mL を正確に採り、石英ポートに入れ、液面が隠れるように粉末状の水酸化カルシウムを加え、波長 253.7 nm における吸光度 A を測定する。

別に、水銀標準液 1.0 mL を正確に採り、0.5 mol/L 塩酸 50 mL を加え、30 分間放置し、以下 (1) の場合と同様に操作して得られた溶液 0.2 mL を正確に採り、試験溶液の場合と同様に操作して吸光度  $A_s$  を測定するこのとき、次式により試料 1 g あたりの水銀の含有量を計算する。

$$=K \times (A/A_s) \times (1/\text{試料採取量 (g)})$$

ただし、K: 水銀標準液 1 mL 中の水銀量 ( $\mu\text{g}$ )

イ 還元気化法

試験溶液 2.0 mL を正確に採り、日本産業規格 K0102 の 66.1.1 に準じて操作し、波長 253.7 nm における吸光度 A を測定する。

別に、水銀標準液 1.0 mL を正確に採り、0.5 mol/L 塩酸 50 mL を加え、30 分間放置し、以下 (1) の場合と同様に操作して得られた溶液 2.0 mL を正確に採り、試験溶液の場合と同様に操作して吸光度  $A_s$  を測定する。このとき、次式により試料 1 g あたりの水銀の含有量を計算する。

$$=K \times (A/A_s) \times (1/\text{試料採取量 (g)})$$

ただし、K: 水銀標準液 1 mL 中の水銀量 ( $\mu\text{g}$ )

(3) 試薬、標準液等

ア 精製水

日本薬局方精製水を用いる。

イ 0.5 mol/L 塩酸

<p>0.5 mol/L 塩酸試液(日本薬局方試液)を用いる。</p> <p>ウ シクロヘキサン 日本産業規格試薬特級を用いる。</p> <p>エ 酢酸エチル 日本産業規格試薬特級を用いる。</p> <p>オ システイン・アセテート溶液 L-システイン塩酸塩一水和物(日本産業規格試薬特級)1 g、酢酸ナトリウム(日本産業規格試薬特級)0.8 g 及び無水硫酸ナトリウム(日本産業規格試薬特級)12.5 g を精製水に溶かし、100 mL とし、必要があればろ過したものをを用いる。</p> <p>カ シクロヘキサン・酢酸エチル混液 シクロヘキサンと酢酸エチルを体積比 3 : 1 で混合したもの。</p> <p>キ 水酸化カルシウム 水酸化カルシウム(日本産業規格試薬一級)を約 800°C で 5 時間強熱したものをを用いる。</p> <p>ク 水銀標準液 酢酸フェニル水銀(純度 98% 以上のもの)167.9 mg を正確に採り、精製水に溶かし、正確に 1,000 mL とする。その 10 mL を正確に採り、精製水を加えて 100 mL とし、更にその 10 mL を正確に採り、精製水を加えて 100 mL としたものを水銀標準液とする。 水銀標準液 1 mL = 1 μg Hg</p>	<p>0.5 mol/L 塩酸試液(日本薬局方試液)を四塩化炭素で 4 回洗ったものをを用いる。</p> <p>ウ 四塩化炭素 日本産業規格試薬特級を用いる。</p> <p>エ システイン・アセテート溶液 L-システイン塩酸塩(一水塩)(日本産業規格試薬特級)1 g、酢酸ナトリウム(日本産業規格試薬特級)0.8 g 及び硫酸ナトリウム(無水)(日本産業規格試薬特級)12.5 g を精製水に溶かし、100 mL とし、必要があればろ過したものをを用いる。</p> <p>オ 水酸化カルシウム 水酸化カルシウム(日本産業規格試薬一級)を約 800°C で 5 時間強熱したものをを用いる。</p> <p>カ 水銀標準液 酢酸フェニル水銀(純度 98% 以上のもの)167.9 mg を正確に採り、精製水に溶かし、正確に 1,000 mL とする。その 10 mL を正確に採り、精製水を加えて 100 mL とし、更にその 10 mL を正確に採り、精製水を加えて 100 mL としたものを水銀標準液とする。 水銀標準液 1 mL = 1 μg Hg</p>
---	--