

令和5年度 第1回 薬事・食品衛生審議会 薬事分科会 化学物質安全対策部会 家庭用品安全対策調査会	資料 2-3
2023（令和5年）年12月25日	

家庭用品中の有害物質試験法（改正案）

I 通則

1. 本試験法は、「有害物質を含有する家庭用品の規制に関する法律施行規則」（昭和49年厚令第34号）で定める有害物質の定性及び定量を目的とした試験を行う際の試験方法を収載したものである。
2. 試験法各条に掲げる各試験法に代わる方法で、それが当該試験法以上の精度である場合には、その試験法を用いることができる。ただし、その結果について疑いがある場合には、本試験法で規定する当該試験法で最終の判定を行う。

II 各試験法

別記のとおり。

別記

アゾ化合物（化学的変化により容易に4-アミノジフェニル、オルト-アニジン、オルト-トルイジン、4-クロロ-2-メチルアニリン、2, 4-ジアミノアニソール、4, 4'-ジアミノジフェニルエーテル、4, 4'-ジアミノジフェニルスルフィド、4, 4'-ジアミノ-3, 3'-ジメチルジフェニルメタン、2, 4-ジアミノトルエン、3, 3'-ジクロロ-4, 4'-ジアミノジフェニルメタン、3, 3'-ジクロロベンジジン、2, 4-ジメチルアニリン、2, 6-ジメチルアニリン、3, 3'-ジメチルベンジジン（別名オルト-トリジン）、3, 3'-ジメトキシベンジジン、2, 4, 5-トリメチルアニリン、2-ナフチルアミン（別名ベータ-ナフチルアミン）、パラ-クロロアニリン、ベンジジン、2-メチル-4-(2-トリルアゾ)アニリン、2-メチル-5-ニトロアニリン、4, 4'-メチレンジアニリン又は2-メトキシ-5-メチルアニリンを生成するものに限る。）（1）

1. 対象家庭用品

アゾ化合物を含有する染料が使用されている繊維製品のうち、おしめ、おしめカバー、下着、寝衣、手袋、くつした、中衣、外衣、帽子、寝具、床敷物、テーブル掛け、えり飾り、ハンカチーフ並びにタオル、バスマット及び関連製品

2. 試験法

（1） 試料の調製

ア 分散染料が使用されていない繊維製品の場合

天然繊維のみから構成されている繊維製品又は分散染料が使用されていない化学繊維から構成されている繊維製品は、身体と接触する繊維（白色の繊維を除く。）の部分を細かく切ったものを試料とする。

イ 分散染料が使用されている繊維製品の場合

分散染料が使用されている若しくはその可能性がある化学繊維から構成されている繊維製品又はそのような化学繊維から構成されている部分が天然繊維から構成されている部分と分離できない繊維製品は、身体と接触する繊維（白色の繊維を除く。）の部分を細長く短冊状に切ったものを試料とする。

（2） 試験溶液の調製

ア 分散染料が使用されていない繊維製品の場合

（1）アによって得た試料 1.0 g をガラス製で密せんできる容器（以下「反応容器」という。）に正確に量り採り、メタノール 2 mL を加える。次に、あらかじめ 70°C に加温したクエン酸緩衝液 15 mL を反応容器に入れ密せんし、70±2°C で 30 分間加温

する。次に、亜ジチオン酸ナトリウム水溶液 3 mL を加えて、密せんし激しく振り混ぜた後、 $70\pm 2^{\circ}\text{C}$ で 30 分間加温する。次に、反応容器を 2 分以内に $20\sim 25^{\circ}\text{C}$ まで冷却する。次に、水酸化ナトリウム水溶液 0.2 mL を加え、激しく振り混ぜた後、ケイソウ土カラムに流し込み、15 分間放置する。次に、メチル-tert-ブチルエーテル 10 mL を反応容器に入れ、激しく振り混ぜ、そのメチル-tert-ブチルエーテルを残留物とともに、ケイソウ土カラムに流し込み、溶出液をナス型フラスコ等に採る。更に、メチル-tert-ブチルエーテル 10 mL で反応容器を洗い、その洗液をケイソウ土カラムに流し込み、溶出液を当該ナス型フラスコ等に採る。次に、メチル-tert-ブチルエーテル 60 mL をケイソウ土カラムに流し込み、溶出液を当該ナス型フラスコ等に採る。この溶出液について、ロータリーエバポレーターを用いて 50°C 以下で乾固しないように約 1 mL まで濃縮する。これをメスフラスコに移しメチル-tert-ブチルエーテルを加えて 2~10 mL の範囲で一定量に正確に定容したものを試験溶液とする。

イ 分散染料が使用されている繊維製品の場合

(1) イによって得た試料 1.0 g を正確に量り採り、還流冷却器内に、沸騰した抽出液に直接触れないよう、かつ、冷却凝縮した抽出液が十分に試料に浸潤するように、試料を宙づりに設置する。ナス型フラスコ等に抽出溶媒としてクロロベンゼンを 25 mL 以上加えて加温し、クロロベンゼンが沸騰し、凝縮し、抽出が開始してから 30 分間還流を行う。還流後、この抽出液を $20\sim 25^{\circ}\text{C}$ まで冷却したのち、ロータリーエバポレーターを用いて $45\sim 60^{\circ}\text{C}$ で少量の残さになるまで濃縮する。その後、メタノール 1 mL ずつ 2 回に分けてこれを反応容器に移す。その際、1 回ごとに超音波浴を用いて染料を分散させる。更に、試料を還流冷却器内から取り出し、試料が完全に脱色されている場合には試料を破棄する。また、試料が脱色されていない場合には、n-ペンタン又はメチル-tert-ブチルエーテルを用いて試料に残留するクロロベンゼンを洗い、除去し、乾燥させた後、細かく切り、反応容器に加える。次に、あらかじめ 70°C に加温したクエン酸緩衝液 15 mL を反応容器に入れ密せんし、 $70\pm 2^{\circ}\text{C}$ で 30 分間加温する。次に、亜ジチオン酸ナトリウム水溶液 3 mL を加えて、密せんし、激しく振り混ぜた後、 $70\pm 2^{\circ}\text{C}$ で 30 分間加温する。次に、反応容器を 2 分以内に $20\sim 25^{\circ}\text{C}$ まで冷却する。次に、水酸化ナトリウム水溶液 0.2 mL を加え、激しく振り混ぜた後、ケイソウ土カラムに流し込み、15 分間放置する。次に、メチル-tert-ブチルエーテル 10 mL を反応容器に入れ激しく振り混ぜ、そのメチル-tert-ブチルエーテルを残留物とともに、ケイソウ土カラムに流し込み、溶出液をナス型フラスコ等に採る。更に、メチル-tert-ブチルエーテル 10 mL で反応容器を洗い、その洗液をケイソウ土カラムに流し込み、溶出液を当該ナス型フラスコ等に採る。次に、メチル-tert-ブチルエーテル 60 mL をケイソウ土カラムに流し込み、溶出液を当該ナス型フラスコ等に採る。この溶出液について、ロータリーエバポレーターを用いて 50°C

以下で乾固しないように約 1 mL まで濃縮する。これをメスフラスコに移しメチルtert-ブチルエーテルを加えて 2~10 mL の範囲で一定量に正確に定容したものを試験溶液とする。

(3) 試験

ガスクロマトグラフ質量分析計を用いる。標準液及び試験溶液をそれぞれ正確に 1 mL 試験管に採り、内部標準液 50 μ L を加え混ぜ合わせた後、それぞれの試験管から 1~2 μ L を採り、次の操作条件で試験を行う。このとき、それぞれの試験管から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 4-アミノジフェニル、オルト-アニシジン、オルト-トルイジン、4-クロロ-2-メチルアニリン、2, 4-ジアミノアニソール、4, 4'-ジアミノジフェニルエーテル、4, 4'-ジアミノジフェニルスルフィド、4, 4'-ジアミノ-3, 3'-ジメチルジフェニルメタン、2, 4-ジアミノトルエン、3, 3'-ジクロロ-4, 4'-ジアミノジフェニルメタン、3, 3'-ジクロロベンジジン、2, 4-ジメチルアニリン、2, 6-ジメチルアニリン、3, 3'-ジメチルベンジジン(別名オルト-トリジン)、3, 3'-ジメトキシベンジジン、2, 4, 5-トリメチルアニリン、2-ナフチルアミン(別名ベーターナフチルアミン)、パラ-クロロアニリン、ベンジジン、4, 4'-メチレンジアニリン又は 2-メトキシ-5-メチルアニリン(以下「4-アミノジフェニル等」という。)のそれぞれ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、4-アミノジフェニル等のそれぞれに相当するピーク面積の内部標準物質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 4-アミノジフェニル等のそれぞれのピーク面積の内部標準物質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 4-アミノジフェニル等のそれぞれの量を計算する。

試料 1 g についての 4-アミノジフェニル等のそれぞれの含有量(μ g) = $K \times (R_t/R_s) \times$
試験溶液の液量(mL) \times (1/試料採取量(g))

ただし、K: 4-アミノジフェニル等のそれぞれの標準液中の濃度(μ g/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確認試験の対象となった物質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 μ m の 35%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 55°C で 5 分間保持し、その後 230°C まで毎分 15°C で昇温した後、290°C まで毎分 5°C で昇温し、更に 310°C まで毎分 20°C で昇温させ、310°C に到達後、5 分間保持する。

注入口温度 250°C

キャリアーガス 高純度ヘリウム、高純度窒素又は高純度水素を用いる。4-アミノジフェニルが約 17~18 分 (高純度水素使用時は約 15~17 分)、オルト-アニシジンが約 11.5~12.5 分 (高純度水素使用時は約 10~12 分)、オルト-トルイジンが約 10~11 分 (高純度水素使用時は約 9~10 分)、4-クロロ-2-メチルアニリンが約 13~14 分 (高純度水素使用時は約 12~13 分)、2, 4-ジアミノアニソールが約 15~16 分 (高純度水素使用時は約 14~15 分)、4, 4'-ジアミノジフェニルエーテル、ベンジジン及び 4, 4'-メチレンジアニリンが約 22~23 分 (高純度水素使用時は約 19.5~21.5 分)、4, 4'-ジアミノジフェニルスルフィドが約 26~27 分 (高純度水素使用時は約 24~25 分)、4, 4'-ジアミノ-3, 3'-ジメチルジフェニルメタンが約 24~25 分 (高純度水素使用時は約 22~23 分)、2, 4-ジアミノトルエンが約 14~15 分 (高純度水素使用時は約 13~14 分)、3, 3'-ジクロロ-4, 4'-ジアミノジフェニルメタン、3, 3'-ジクロロベンジジン及び 3, 3'-ジメトキシベンジジンが約 26.5~27.5 分 (高純度水素使用時は約 24.5~25.5 分)、2, 4-ジメチルアニリン及び 2, 6-ジメチルアニリンが約 11~12 分 (高純度水素使用時は約 10~11 分)、3, 3'-ジメチルベンジジン(別名オルト-トリジン)が約 24.5~25.5 分 (高純度水素使用時は約 22.5~23.5 分)、2, 4, 5-トリメチルアニリン及び 2-メトキシ-5-メチルアニリンが約 12.5~13.5 分 (高純度水素使用時は約 11.5~12.5 分)、2-ナフチルアミン(別名ベーターナフチルアミン)が約 15.5~16.5 分 (高純度水素使用時は約 14.5~15.5 分)並びにパラ-クロロアニリンが約 12~13 分 (高純度水素使用時は約 11~12 分) (以下「4-アミノジフェニル等の保持時間」という。)で流出する流速に調整する。

注入方法 スプリットレス又はスプリット

モニターイオン 原則として「4-アミノジフェニル 169」、「オルト-アニシジン 123」、「オルト-トルイジン 106」、「4-クロロ-2-メチルアニリン 141」、「2, 4-ジアミノアニソール 123」、「4, 4'-ジアミノジフェニルエーテル 200」、「4, 4'-ジアミノジフェニルスルフィド 216」、「4, 4'-ジアミノ-3, 3'-ジメチルジフェニルメタン 226」、「2, 4-ジアミノトルエン 121」、「3, 3'-ジクロロ-4, 4'-ジアミノジフェニルメタン 266」、「3, 3'-ジクロロベンジジン 252」、「2, 4-ジメチルアニリン 121」、「2, 6-ジメチルアニリン 121」、「3, 3'-ジメチルベンジジン(別名オルト-トリジン) 212」、「3, 3'-ジメトキシベンジジン 244」、「2, 4, 5-トリメチルアニリン 120」、「2-ナフチルアミン(別名ベーターナフチルアミン) 115」、「パラ-クロロアニリン 127」、「ベンジジン 184」、「4, 4'-メチレンジアニリン 198」及び「2-メトキシ-5-メチルアニリン 137」(以下「4-アミノジフェニル等のモニターイオン」という。)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。

(4) 確認試験

(3)において、試料1gについての4-アミノジフェニル等のそれぞれの量が一成分でも30 μgを超えて検出された場合には、次のア及びイの試験により、これが4-アミノジフェニル等のそれぞれによるものであることを確認しなければならない。

ア ガスクロマトグラフ質量分析法

(2)によって得た試験溶液をキャリアーガスに高純度ヘリウム又は高純度水素を用いたガスクロマトグラフ質量分析法においてスキャンモード(範囲 [m/z] =60~300)で測定して得られた4-アミノジフェニル等のそれぞれのマススペクトルと、標準液を同様にして測定した際のマススペクトルが一致するか確認する。

イ 高速液体クロマトグラフ法

(2)によって得た試験溶液及び標準液をそれぞれ一定量採り、不活性ガス気流下でメチル-tert-ブチルエーテルを除去後、一定量のメタノールに溶解させる。このメタノール溶液から5~20 μL採り、次の操作条件で試験を行う。試験溶液のクロマトグラム上に、標準液のピークと保持時間が一致するピークが存在するか確認する。

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4-アミノジフェニル等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4.6 mm、長さ150 mmのステンレス管に粒径3~5 μmのオクタデシルシリル化シリカゲルを充填したものをを用いる。

カラム温度 30~40℃

検出器 紫外可視検出器

検出波長 240、280、305、380 nm等

移動相 溶離液1:溶離液2=90:10の状態から22.5分間かけて直線的に溶離液1:溶離液2=45:55とし、その後、5分間かけて直線的に溶離液1:溶離液2=5:95とした後、溶離液1:溶離液2=5:95で1分間保持する。次いで、0.5分間かけて直線的に溶離液1:溶離液2=90:10とし、溶離液1:溶離液2=90:10で6分間保持する。

流速 毎分0.6 mLで27.5分間保持した後、1分間かけて直線的に毎分2 mLとする。その後、2.5分間かけて直線的に毎分0.6 mLとし、毎分0.6 mLで4分間保持する。

(5) 試薬、標準液等

ア メチル-tert-ブチルエーテル

産業標準化法(昭和24年法律第185号)に基づく日本産業規格(以下「日本産業規格」という。)試薬特級を用いる。

イ クロロベンゼン

日本産業規格試薬特級を用いる。

ウ メタノール

日本産業規格試薬特級を用いる。

エ n-ペンタン

日本産業規格試薬特級を用いる。

オ 水酸化ナトリウム水溶液

水酸化ナトリウム(日本産業規格試薬特級) 10 g を精製水 90 mL に溶解させたものを用いる。

カ 精製水

医薬品、医療機器等の品質、有効性及び安全性の確保等に関する法律(昭和 35 年法律第 145 号)に規定する日本薬局方(以下「日本薬局方」という。)精製水を用いる。

キ クエン酸緩衝液

クエン酸一水和物(日本産業規格試薬特級) 12.526 g 及び水酸化ナトリウム(日本産業規格試薬特級) 6.320 g を精製水に溶かし、1,000 mL とする。この緩衝液はクエン酸として 0.06 mol/L、pH=6.0 である。

ク 亜ジチオン酸ナトリウム水溶液

亜ジチオン酸ナトリウム(日本産業規格試薬特級) 20 g を精製水に溶かし、100 mL としたものを用いる。用時調製する。

ケ ケイソウ土カラム

内径 25~30 mm、長さ 130~150 mm で先端にガラスフィルター等が装着されたガラス又はポリプロピレン製カラムにケイソウ土 20 g を詰めたものを用いる。自ら充填するか、同等の充填済み製品を使用する。

コ 標準液

4-アミノジフェニル等のそれぞれ 10 mg を正確に量り採り、メタノールを加えて溶解し正確に 10 mL とする。ここから 1 mL を採り、メタノールで正確に 10 mL とする。その 3 mL を正確に採り、メチル-tert-ブチルエーテルで正確に 10 mL とする。更に、ここから 1 mL を正確に採り、メチル-tert-ブチルエーテルで正確に (2) によって得た試験溶液の液量と同じ容量に定容したものを標準液とする。ただし、同等の調製済み製品及び調製済み混合製品を使用してもよい。

サ 内部標準液

内部標準物質として、そのモニターイオンが対象物質に含有される他の芳香族アミン等のフラグメントイオンとクロマトグラム上で重複しないようなものを選択する。ナフタレン-d₈、ベンジジン-d₈、アントラセン-d₁₀ 等が使用できる。その内部標準物質 10 mg を正確に採り、メタノールで正確に 10 mL とする。その 2 mL を採り、メチル-tert-ブチルエーテルで正確に 10 mL とする。更に、その 1~5 mL を採り、メチル-

tert-ブチルエーテルで正確に 10 mL としたものを内部標準液とする。

シ 溶離液 1

リン酸二水素カリウム 0.68 g を精製水に溶解し全量を 1,000 mL とした後に、測定対象物質の分析の妨害となる物質を含まないメタノール 150 mL を加えたものを溶離液 1 とする。

ス 溶離液 2

測定対象物質の分析の妨害となる物質を含まないメタノールを溶離液 2 とする。

セ 高純度ヘリウム

純度 99.999%以上のものを用いる。

ソ 高純度窒素

純度 99.9995%以上のものを用いる。

タ 高純度水素

純度 99.9995%以上のものを用いる。

アゾ化合物（化学的変化により容易に4-アミノジフェニル、オルト-アニジン、オルト-トルイジン、4-クロロ-2-メチルアニリン、2, 4-ジアミノアニソール、4, 4'-ジアミノジフェニルエーテル、4, 4'-ジアミノジフェニルスルフィド、4, 4'-ジアミノ-3, 3'-ジメチルジフェニルメタン、2, 4-ジアミノトルエン、3, 3'-ジクロロ-4, 4'-ジアミノジフェニルメタン、3, 3'-ジクロロベンジジン、2, 4-ジメチルアニリン、2, 6-ジメチルアニリン、3, 3'-ジメチルベンジジン（別名オルト-トリジン）、3, 3'-ジメトキシベンジジン、2, 4, 5-トリメチルアニリン、2-ナフチルアミン（別名ベータ-ナフチルアミン）、パラ-クロロアニリン、ベンジジン、2-メチル-4-(2-トリルアゾ)アニリン、2-メチル-5-ニトロアニリン、4, 4'-メチレンジアニリン又は2-メトキシ-5-メチルアニリン を生成するものに限る。）（2）

1. 対象家庭用品

アゾ化合物を含有する染料が使用されている革製品（毛皮製品を含む。）のうち、下着、手袋、中衣、外衣、帽子及び床敷物

2. 試験法

（1） 試験溶液の調製

革試料に接着剤等が使用されている場合には機械的に取り除く。その後、試料を約1 mm 平方以下に細切する。この試料1.0 g を正確に量り採り、反応容器に入れる。次に、n-ヘキサン20 mL を加え、40°Cで20分間超音波処理した後、n-ヘキサンを除去する。この操作を更に1回繰り返す。次に、反応容器の口を開け、局所排気装置内で一晩放置し、残留n-ヘキサンを完全に除去する。次に、あらかじめ70°Cに加温したクエン酸緩衝液17 mL を反応容器に入れ密せんし、手で振とうした後、70±2°Cで25分間加温する。次に、亜ジチオン酸ナトリウム水溶液1.5 mL を加え、70±2°Cで10分間加温する。更に亜ジチオン酸ナトリウム水溶液1.5 mL を加え、70±2°Cで10分間加温する。その後、反応容器を2分以内に20~25°Cまで冷却する。この液をケイソウ土カラムに流し込み、15分間放置する。また、メチル-tert-ブチルエーテル5 mL 及び水酸化ナトリウム・メタノール溶液1 mL を反応容器に入れ激しく振り混ぜた後、ケイソウ土カラムに流し込む。更に、メチル-tert-ブチルエーテル15 mL を反応容器に入れ、反応容器と残留物を洗い、洗液をケイソウ土カラムに流し込み、溶出液をナス型フラスコ等に採る。更に、メチル-tert-ブチルエーテル20 mL を反応容器に入れ同様に洗った後、その洗液をケイソウ土カラムに流し込み、溶出液を当該ナス型フラスコ等に採る。次に、メチル-tert-ブチルエーテル40 mL をケイソウ土カラムに流し込み、溶出液を当該ナス型フラスコ等に採る。この溶出液について、ロータリーエバポレーターを用いて50°C以下で乾固しないように約1

mL まで濃縮する。これをメスフラスコに移しメチルtert-ブチルエーテルを加えて 2～10 mL の範囲で一定量に正確に定容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。標準液及び試験溶液をそれぞれ正確に 1 mL 試験管に採り、内部標準液 50 μ L を加え混ぜ合わせた後、それぞれの試験管から 1～2 μ L を採り、次の操作条件で試験を行う。このとき、それぞれの試験管から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 4-アミノジフェニル等それぞれ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、4-アミノジフェニル等それぞれに相当するピーク面積の内部標準物質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 4-アミノジフェニル等それぞれのピーク面積の内部標準物質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 4-アミノジフェニル等のそれぞれの量を計算する。

試料 1 g についての 4-アミノジフェニル等のそれぞれの含有量 (μ g) = $K \times (Rt/Rs) \times$
試験溶液の液量 (mL) $\times (1/\text{試料採取量 (g)})$

ただし、K: 標準液の 4-アミノジフェニル等それぞれの濃度 (μ g/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確認試験の対象となった物質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 μ m の 35%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 55 $^{\circ}$ C で 5 分間保持し、その後 230 $^{\circ}$ C まで毎分 15 $^{\circ}$ C で昇温した後、290 $^{\circ}$ C まで毎分 5 $^{\circ}$ C で昇温し、更に 310 $^{\circ}$ C まで毎分 20 $^{\circ}$ C で昇温させ、310 $^{\circ}$ C に到達後、5 分間保持する。

注入口温度 250 $^{\circ}$ C

キャリアーガス 高純度ヘリウム、高純度窒素又は高純度水素を用いる。4-アミノジフェニル等の保持時間で流出する流速に調整する。

注入方法 スプリットレス又はスプリット

モニターイオン 原則として 4-アミノジフェニル等のモニターイオン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) 確認試験

(2) において、試料 1 g についての 4-アミノジフェニル等それぞれの量が一成分で

も 30 μg を超えて検出された場合には、次のア及びイの試験により、これが 4-アミノジフェニル等それぞれによるものであることを確認しなければならない。

ア ガスクロマトグラフ質量分析法

(1) によって得た試験溶液を キャリアーガスに高純度ヘリウム又は高純度水素を用いた ガスクロマトグラフ質量分析法においてスキャンモード(範囲 $[m/z] = 60 \sim 300$) で測定して得られた 4-アミノジフェニル等のそれぞれのマススペクトルと、標準液を同様にして測定した際のマススペクトルが一致するか確認する。

イ 高速液体クロマトグラフ法

(1) によって得た試験溶液及び標準液をそれぞれ一定量採り、不活性ガス気流下でメチル-tert-ブチルエーテルを除去後、一定量のメタノールに溶解させる。このメタノール溶液から 5~20 μL 採り、次の操作条件で試験を行う。試験溶液のクロマトグラム上に、標準液のピークと保持時間が一致するピークが存在するか確認する。

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確認試験の対象となった物質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 4.6 mm、長さ 150 mm のステンレス管に粒径 3~5 μm のオクタデシルシリル化シリカゲルを充填したものをを用いる。

カラム温度 30~40°C

検出器 紫外可視検出器

検出波長 240、280、305、380 nm 等

移動相 溶離液 1 : 溶離液 2 = 90 : 10 の状態から 22.5 分間かけて直線的に溶離液 1 : 溶離液 2 = 45 : 55 とし、その後、5 分間かけて直線的に溶離液 1 : 溶離液 2 = 5 : 95 とした後、溶離液 1 : 溶離液 2 = 5 : 95 で 1 分間保持する。次いで、0.5 分間かけて直線的に溶離液 1 : 溶離液 2 = 90 : 10 とし、溶離液 1 : 溶離液 2 = 90 : 10 で 6 分間保持する。

流速 毎分 0.6 mL で 27.5 分間保持した後、1 分間かけて直線的に毎分 2 mL とする。

その後、2.5 分間かけて直線的に毎分 0.6 mL とし、毎分 0.6 mL で 4 分間保持する。

(4) 試薬、標準液等

ア メチル-tert-ブチルエーテル

日本産業規格試薬特級を用いる。

イ メタノール

日本産業規格試薬特級を用いる。

ウ n-ヘキサン

日本産業規格試薬特級を用いる。

エ 水酸化ナトリウム・メタノール溶液

水酸化ナトリウム(日本産業規格試薬特級)20 g をメタノール(日本産業規格試薬特級)100 mL に溶解したものをを用いる。

オ 精製水

日本薬局方精製水を用いる。

カ クエン酸緩衝液

クエン酸一水和物(日本産業規格試薬特級)12.526 g 及び水酸化ナトリウム(日本産業規格試薬特級)6.320 g を精製水に溶かし、1,000 mL とする。この緩衝液はクエン酸として0.06 mol/L、pH=6.0である。

キ 亜ジチオン酸ナトリウム水溶液

亜ジチオン酸ナトリウム(日本産業規格試薬特級)20 g を精製水に溶かし、100 mL としたものをを用いる。用時調製する。

ク ケイソウ土カラム

内径 25~30 mm、長さ 130~150 mm で先端にガラスフィルター等が装着されたガラス又はポリプロピレン製カラムにケイソウ土 20 g を詰めたものをを用いる。自ら充填するか、同等の充填済み製品を使用する。

ケ 標準液

4-アミノジフェニル等のそれぞれ 10 mg を正確に量り採り、メタノールを加えて溶解し正確に 10 mL とする。ここから 1 mL を採り、メタノールで正確に 10 mL とする。その 3 mL を正確に採り、メチル-tert-ブチルエーテルで正確に 10 mL とする。更に、ここから 1 mL を正確に採り、メチル-tert-ブチルエーテルで正確に (1) によって得た試験溶液の液量と同じ容量に定容したものを標準液とする。ただし、同等の調製済み製品及び調製済み混合製品を使用してもよい。

コ 内部標準液

内部標準物質として、そのモニターイオンが対象物質に含有される他の芳香族アミン等のフラグメントイオンとクロマトグラム上で重複しないようなものを選択する。ナフタレン-d₈、ベンジジン-d₈、アントラセン-d₁₀等が使用できる。その内部標準物質 10 mg を正確に採り、メタノールで正確に 10 mL とする。その 2 mL を採り、メチル-tert-ブチルエーテルで正確に 10 mL とする。更に、その 1~5 mL を採り、メチル-tert-ブチルエーテルで正確に 10 mL としたものを内部標準液とする。

ホ 溶離液 1

リン酸二水素カリウム 0.68 g を精製水に溶解し全量を 1,000 mL とした後に、測定対象物質の分析の妨害となる物質を含まないメタノール 150 mL を加えたものを溶離液 1 とする。

ヘ 溶離液 2

測定対象物質の分析の妨害となる物質を含まないメタノールを溶離液 2 とする。

ヘ 高純度ヘリウム

純度 99.999%以上のものを用いる。

セ 高純度窒素

純度 99.9995%以上のものを用いる。

ソ 高純度水素

純度 99.9995%以上のものを用いる。

アゾ化合物（化学的変化により容易にパラフェニルアゾアニリンを生成するものに限る。）（1）

1. 対象家庭用品

アゾ化合物を含有する染料が使用されている繊維製品のうち、おしめ、おしめカバー、下着、寝衣、手袋、くつした、中衣、外衣、帽子、寝具、床敷物、テーブル掛け、えり飾り、ハンカチーフ並びにタオル、バスマット及び関連製品

2. 試験法

（1） 試料の調製

ア 分散染料が使用されていない繊維製品の場合

天然繊維のみから構成されている繊維製品又は分散染料が使用されていない化学繊維から構成されている繊維製品は、身体と接触する繊維（白色の繊維を除く。）の部分进行細かく切ったものを試料とする。

イ 分散染料が使用されている繊維製品の場合

分散染料が使用されている若しくはその可能性がある化学繊維から構成されている繊維製品又はそのような化学繊維から構成されている部分が天然繊維から構成されている部分と分離できない繊維製品は、身体と接触する繊維（白色の繊維を除く。）の部分进行細長く短冊状に切ったものを試料とする。

（2） 試験溶液の調製

ア 分散染料が使用されていない繊維製品の場合

（1）アによって得た試料 1.0 g を反応容器に正確に量り採り、メタノール 2 mL を加える。次に、あらかじめ 70°C に加温したクエン酸緩衝液 15 mL を反応容器に入れ密せんし、70±2°C で 30 分間加温する。次に、亜ジチオン酸ナトリウム水溶液 3 mL を加え、密せんし激しく振り混ぜた後、70±2°C で 30 分間加温する。次に、反応容器を 2 分以内に 20~25°C まで冷却する。次に、10% 水酸化ナトリウム水溶液 0.2 mL を加え、激しく振り混ぜた後、ケイソウ土カラムに流し込み、15 分間放置する。次に、メチルtert-ブチルエーテル 10 mL を反応容器に入れ、激しく振り混ぜ、そのメチルtert-ブチルエーテルを残留物とともに、ケイソウ土カラムに流し込み、溶出液をナス型フラスコ等に採る。更に、メチルtert-ブチルエーテル 10 mL で反応容器を洗い、その洗液をケイソウ土カラムに流し込み、溶出液を当該ナス型フラスコ等に採る。次に、メチルtert-ブチルエーテル 60 mL をケイソウ土カラムに流し込み、溶出液を当該ナス型フラスコ等に採る。この溶出液について、ロータリーエバポレーターを用いて 50°C 以下で乾固しないように約 1 mL まで濃縮する。これをメスフラスコに移しメチルtert-ブチルエーテルを加えて 2~10 mL の範囲で一定量に正確に定容したものを試験溶液とする。

イ 分散染料が使用されている繊維製品の場合

(1) イによって得た試料 1.0 g を正確に量り採り、還流冷却器内に、沸騰した抽出液に直接触れないよう、かつ、冷却凝縮した抽出液が十分に試料に浸潤するように、試料を宙づりに設置する。ナス型フラスコ等に抽出溶媒としてクロロベンゼンを 25 mL 以上加えて加温し、クロロベンゼンが沸騰し、凝縮し、抽出が開始してから 30 分間還流を行う。還流後、この抽出液を 20~25°C まで冷却したのち、ロータリーエバポレーターを用いて 45~60°C で少量の残さになるまで濃縮する。その後、メタノール 1 mL ずつ 2 回に分けてこれを反応容器に移す。その際、1 回ごとに超音波浴を用いて染料を分散させる。更に、試料を還流冷却器内から取り出し、試料が完全に脱色されている場合には試料を破棄する。また、試料が脱色されていない場合には、n-ペンタン又はメチル-tert-ブチルエーテルを用いて試料に残留するクロロベンゼンを洗い、除去し、乾燥させた後、細かく切り、反応容器に加える。次に、あらかじめ 70°C に加温したクエン酸緩衝液 15 mL を反応容器に入れ密せんし、70±2°C で 30 分間加温する。次に、亜ジチオン酸ナトリウム水溶液 3 mL を加えて、密せんし、激しく振り混ぜた後、70±2°C で 30 分間加温する。次に、反応容器を 2 分以内に 20~25°C まで冷却する。次に、10%水酸化ナトリウム水溶液 0.2 mL を加え、激しく振り混ぜた後、ケイソウ土カラムに流し込み、15 分間放置する。次に、メチル-tert-ブチルエーテル 10 mL を反応容器に入れ激しく振り混ぜ、そのメチル-tert-ブチルエーテルを残留物とともに、ケイソウ土カラムに流し込み、溶出液をナス型フラスコ等に採る。更に、メチル-tert-ブチルエーテル 10 mL で反応容器を洗い、その洗液をケイソウ土カラムに流し込み、溶出液を当該ナス型フラスコ等に採る。次に、メチル-tert-ブチルエーテル 60 mL をケイソウ土カラムに流し込み、溶出液を当該ナス型フラスコ等に採る。この溶出液について、ロータリーエバポレーターを用いて 50°C 以下で乾固しないように約 1 mL まで濃縮する。これをメスフラスコに移しメチル-tert-ブチルエーテルを加えて 2~10 mL の範囲で一定量に正確に定容したものを試験溶液とする。

(3) 試験

ガスクロマトグラフ質量分析計を用いる。アニリン・1, 4-フェニレンジアミン混合標準液及び試験溶液をそれぞれ正確に 1 mL 試験管に採り、内部標準液 50 μ L を加え混ぜ合わせた後、それぞれの試験管から 1~2 μ L を採り、次の操作条件で試験を行う。このとき、それぞれの試験管から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、アニリン・1, 4-フェニレンジアミン混合標準液のアニリン又は 1, 4-フェニレンジアミン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、アニリン又は 1, 4-フェニレンジアミンに相当するピーク面積の内部標準物質のピーク面積に対する比(Rt)を求める。同時に、アニリン・1, 4-フェニレンジアミン混合標準液において得られたクロマトグラム上でのアニリン又は 1, 4-フェニレンジ

アミンのピーク面積の内部標準物質のピーク面積に対する比(Rs)を求める。このとき、次式により計算する試料 1 g についてのアニリン又は 1, 4-フェニレンジアミンの量が 5 μ g 以上の場合には、(4) を行う。

試料 1 g についてのアニリン又は 1, 4-フェニレンジアミンの含有量 (μ g) = $K \times (Rt/Rs) \times \text{試験溶液の液量 (mL)} \times (1/\text{試料採取量 (g)})$

ただし、K: アニリン・1, 4-フェニレンジアミン混合標準液におけるアニリン又は 1, 4-フェニレンジアミンの濃度 (μ g/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確認試験の対象となった物質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 μ m の 35%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 55°Cで5分間保持し、その後230°Cまで毎分15°Cで昇温した後、290°Cまで毎分5°Cで昇温し、更に310°Cまで毎分20°Cで昇温させ、310°Cに到達後、5分間保持する。

注入口温度 250°C

キャリアーガス 高純度ヘリウム、高純度窒素又は高純度水素を用いる。アニリンが約9~10分 (高純度水素使用時は約8~9分) 及び1, 4-フェニレンジアミンが約13~14分 (高純度水素使用時は約12~13分) で流出する流速に調整する。

注入方法 スプリットレス又はスプリット

モニターイオン 原則として「アニリン93」及び「1, 4-フェニレンジアミン108」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。

(4) 追加試験

ア 分散染料が使用されていない繊維製品の場合

(1) アによって得た試料 1.0 g を反応容器に正確に量り採る。次に、2%水酸化ナトリウム水溶液 9 mL 及び亜ジチオン酸ナトリウム水溶液 1 mL を加え、密せんし、激しく振り混ぜた後、40 \pm 2°Cで30分間加温する。次に、反応容器を1分以内に20~25°Cまで冷却する。次に、メチル-tert-ブチルエーテル 5 mL を正確に加え、塩化ナトリウム 7 g を加える。この液について、振とう機を用いて1秒間に約5回の速度で45分間水平振とうを行う。なお、冷却後から振とう開始までの時間は5分を超えないようにする。その後、メチル-tert-ブチルエーテル層を分取し、試験溶液とする。この際、必要に応じて遠心分離操作を行ってよい。

イ 分散染料が使用されている繊維製品の場合

(1) イによって得た試料 1.0 g を正確に量り採り、還流冷却器内に、沸騰した抽出液に直接触れないよう、かつ、冷却凝縮した抽出液が十分に試料に浸潤するように、試料を宙づりに設置する。ナス型フラスコ等に抽出溶媒としてクロロベンゼンを 25 mL 以上加えて加温し、クロロベンゼンが沸騰し、凝縮し、抽出が開始してから 30 分間還流を行う。還流後、この抽出液を 20~25°C まで冷却したのち、ロータリーエバポレーターを用いて 45~60°C で少量の残さになるまで濃縮する。その後、メタノール 4 mL を加え、超音波浴を用いて染料を分散させてから反応容器に移す。このナス型フラスコ等をメタノール 1 mL で洗い、洗液を反応容器に移す。この操作を 3 回繰り返す。この際、必要に応じて超音波浴を使用する。更に、試料を還流冷却器内から取り出し、試料が完全に脱色されている場合には試料を破棄する。また、試料が脱色されていない場合には、*n*-ペンタン又はメチル-tert-ブチルエーテルを用いて試料に残留するクロロベンゼンを洗い、除去し、乾燥させた後、細かく切り、反応容器に加える。次に、2%水酸化ナトリウム水溶液 9 mL 及び亜ジチオン酸ナトリウム水溶液 1 mL を加え密せんし、激しく振り混ぜた後、40±2°C で 30 分間加温する。次に、反応容器を 1 分以内に 20~25°C まで冷却する。次に、メチル-tert-ブチルエーテル 5 mL を正確に加え、塩化ナトリウム 7g を加える。この液について、振とう機を用いて 1 秒間に約 5 回の速度で 45 分間水平振とうを行う。なお、冷却後から振とう開始までの時間は 5 分を超えないようにする。その後、メチル-tert-ブチルエーテル層を分取し、試験溶液とする。この際、必要に応じて遠心分離操作を行ってよい。

ウ 試験

ガスクロマトグラフ質量分析計を用いる。パラフェニルアゾアニリン標準液及び(4)ア又はイによって得た試験溶液をそれぞれ 1 mL 試験管に採り、内部標準液 50 μ L を加え混ぜ合わせた後、それぞれの試験管から 1~2 μ L を採り、次の操作条件で試験を行う。このとき、それぞれの試験管から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、パラフェニルアゾアニリン標準液のパラフェニルアゾアニリン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、パラフェニルアゾアニリンに相当するピーク面積の内部標準物質のピーク面積に対する比 (R_t) を求める。同時に、パラフェニルアゾアニリン標準液において得られたクロマトグラム上でのパラフェニルアゾアニリンのピーク面積の内部標準物質のピーク面積に対する比 (R_s) を求める。このとき、次式により試料 1 g についてのパラフェニルアゾアニリンの量を計算する。

試料 1 g についてのパラフェニルアゾアニリンの含有量 (μ g) = $K \times (R_t/R_s) \times$ 試験溶液の液量 (mL) \times (1/試料採取量 (g))

ただし、 K : パラフェニルアゾアニリン標準液の濃度 (μ g/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

マトグラム上で試験の対象となった物質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 μm の 35%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 55°Cで5分間保持し、その後230°Cまで毎分15°Cで昇温した後、290°Cまで毎分5°Cで昇温し、更に310°Cまで毎分20°Cで昇温させ、310°Cに到達後、5分間保持する。

注入口温度 250°C

キャリアーガス 高純度ヘリウム、高純度窒素又は高純度水素を用いる。パラフェニルアゾアニリンが約21~22分 (高純度水素使用時は約19.5~20.5分) で流出する流速に調整する。

注入方法 スプリットレス又はスプリット

モニターイオン 原則として「パラフェニルアゾアニリン 197」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。

(5) 確認試験

(4)において、試料1gについてのパラフェニルアゾアニリンの量が30 μg を超えて検出されたときは、次のア及びイの試験により、これがパラフェニルアゾアニリンによるものであることを確認しなければならない。

ア ガスクロマトグラフ質量分析法

(4) ア又はイによって得た試験溶液をキャリアーガスに高純度ヘリウム又は高純度水素を用いたガスクロマトグラフ質量分析法においてスキャンモード(範囲 $[m/z] = 60\sim 300$)で測定して得られたパラフェニルアゾアニリンのマススペクトルと、パラフェニルアゾアニリン標準液を同様にして測定した際のマススペクトルが一致するか確認する。

イ 高速液体クロマトグラフ法

(4) ア又はイによって得た試験溶液及びパラフェニルアゾアニリン標準液をそれぞれ一定量採り、不活性ガス気流下でメチルtert-ブチルエーテルを除去後、一定量のメタノールに溶解させる。このメタノール溶液から5~20 μL 採り、次の操作条件で試験を行う。試験溶液のクロマトグラム上に、パラフェニルアゾアニリン標準液のピークと保持時間が一致するピークが存在するか確認する。

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確認試験の対象となった物質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 4.6 mm、長さ 150 mm のステンレス管に粒径 3~5 μm のオクタデシルシリル化シリカゲルを充填したものをを用いる。

カラム温度 30~40°C

検出器 紫外可視検出器

検出波長 240、280、305、380 nm 等

移動相 溶離液 1 : 溶離液 2 = 90 : 10 の状態から 22.5 分間かけて直線的に溶離液 1 : 溶離液 2 = 45 : 55 とし、その後、5 分間かけて直線的に溶離液 1 : 溶離液 2 = 5 : 95 とした後、溶離液 1 : 溶離液 2 = 5 : 95 で 1 分間保持する。次いで、0.5 分間かけて直線的に溶離液 1 : 溶離液 2 = 90 : 10 とし、溶離液 1 : 溶離液 2 = 90 : 10 で 6 分間保持する。

流速 毎分 0.6 mL で 27.5 分間保持した後、1 分間かけて直線的に毎分 2 mL とする。その後、2.5 分間かけて直線的に毎分 0.6 mL とし、毎分 0.6 mL で 4 分間保持する。

(6) 試薬、標準液等

ア メチル-tert-ブチルエーテル

日本産業規格試薬特級を用いる。

イ クロロベンゼン

日本産業規格試薬特級を用いる。

ウ メタノール

日本産業規格試薬特級を用いる。

エ n-ペンタン

日本産業規格試薬特級を用いる。

オ 10%水酸化ナトリウム水溶液

水酸化ナトリウム(日本産業規格試薬特級) 10 g を精製水 90 mL に溶解させたものをを用いる。

カ 2%水酸化ナトリウム水溶液

水酸化ナトリウム(日本産業規格試薬特級) 2 g を精製水 98 mL に溶解させたものをを用いる。

キ 精製水

日本薬局方精製水を用いる。

ク 塩化ナトリウム

日本産業規格試薬特級を用いる。

ケ クエン酸緩衝液

クエン酸一水和物(日本産業規格試薬特級) 12.526 g 及び水酸化ナトリウム(日本産業規格試薬特級) 6.320 g を精製水に溶かし、1,000 mL とする。この緩衝液はクエン酸

として 0.06 mol/L、pH=6.0 である。

コ 亜ジチオン酸ナトリウム水溶液

亜ジチオン酸ナトリウム(日本産業規格試薬特級) 20 g を精製水に溶かし、100 mL としたものを用いる。用時調製する。

サ ケイソウ土カラム

内径 25~30 mm、長さ 130~150 mm で先端にガラスフィルター等が装着されたガラス又はポリプロピレン製カラムにケイソウ土 20 g を詰めたものを用いる。自ら充填するか、同等の充填済み製品を使用する。

シ パラーフェニルアゾアニリン標準液

パラーフェニルアゾアニリン 10 mg を正確に量り採り、メタノールを加えて溶解し正確に 10 mL とする。ここから 1 mL を採り、メタノールで正確に 10 mL とする。その 1 mL を正確に採り、メチル-tert-ブチルエーテルで正確に 10 mL とする。更に、ここから 3 mL を正確に採りメチル-tert-ブチルエーテルで正確に 5 mL としたものをパラーフェニルアゾアニリン標準液とする。

ス 内部標準液

内部標準物質として、そのモニターイオンが対象物質に含有される他の芳香族アミン等のフラグメントイオンとクロマトグラム上で重複しないようなものを選択する。ナフタレン-d₈、ベンジジン-d₈、アントラセン-d₁₀ 等が使用できる。その内部標準物質を正確に 10 mg 採り、メタノールで正確に 10 mL とする。その 2 mL を採り、メチル-tert-ブチルエーテルで正確に 10 mL とする。この溶液を 1~5 mL 採り、メチル-tert-ブチルエーテルで正確に 10 mL としたものを、内部標準液とする。

セ アニリン・1, 4-フェニレンジアミン混合標準液

アニリン及び 1, 4-フェニレンジアミンそれぞれ 10 mg を正確に量り採り、メタノールを加えて溶解し正確に 10 mL とする。ここから 1 mL を採り、メタノールで正確に 10 mL とする。その 0.5 mL を正確に採り、メチル-tert-ブチルエーテルで正確に 10 mL とする。更に、ここから 1 mL を正確に採りメチル-tert-ブチルエーテルで正確に (2) によって得た試験溶液の液量と同じ容量に定容したものをアニリン・1, 4-フェニレンジアミン混合標準液とする。

ソ 溶離液 1

リン酸二水素カリウム 0.68 g を精製水に溶解し全量を 1,000 mL とした後に、測定対象物質の分析の妨害となる物質を含まないメタノール 150 mL を加えたものを溶離液 1 とする。

タ 溶離液 2

測定対象物質の分析の妨害となる物質を含まないメタノールを溶離液 2 とする。

チ 高純度ヘリウム

純度 99.999% 以上のものを用いる。

ツ 高純度窒素

純度 99.9995%以上のものを用いる。

テ 高純度水素

純度 99.9995%以上のものを用いる。

アゾ化合物（化学的変化により容易にパラフェニルアゾアニリンを生成するものに限る。）（2）

1. 対象家庭用品

アゾ化合物を含有する染料が使用されている革製品（毛皮製品を含む。）のうち、下着、手袋、中衣、外衣、帽子及び床敷物

2. 試験法

（1） 試験溶液の調製

革試料に接着剤等が使用されている場合には機械的に取り除く。その後、試料を約 1 mm 平方以下に細切する。この試料 1.0 g を正確に量り採り、反応容器に入れる。次に、*n*-ヘキサン 20 mL を加え、40°C で 20 分間超音波処理した後、*n*-ヘキサンを除去する。この操作を更に 1 回繰り返す。次に、反応容器の口を開け、局所排気装置内で一晩放置し、残留 *n*-ヘキサンを完全に除去する。次に、あらかじめ 70°C に加温したクエン酸緩衝液 17 mL を反応容器に入れ密せんし、手で振とうした後、70±2°C で 25 分間加温する。次に、亜ジチオン酸ナトリウム水溶液 1.5 mL を加え、70±2°C で 10 分間加温する。更に亜ジチオン酸ナトリウム水溶液 1.5 mL を加え、70±2°C で 10 分間加温する。その後、反応容器を 2 分以内に 20~25°C まで冷却する。この液をケイソウ土カラムに流し込み、15 分間放置する。また、メチル-tert-ブチルエーテル 5 mL 及び水酸化ナトリウム・メタノール溶液 1 mL を反応容器に入れ激しく振り混ぜた後、ケイソウ土カラムに流し込む。更に、メチル-tert-ブチルエーテル 15 mL を反応容器に入れ、反応容器と残留物を洗い、洗液をケイソウ土カラムに流し込み、溶出液をナス型フラスコ等に採る。更に、メチル-tert-ブチルエーテル 20 mL を反応容器に入れ同様に洗った後、その洗液をケイソウ土カラムに流し込み、溶出液を当該ナス型フラスコ等に採る。次に、メチル-tert-ブチルエーテル 40 mL をケイソウ土カラムに流し込み、溶出液を当該ナス型フラスコ等に採る。この溶出液について、ロータリーエバポレーターを用いて 50°C 以下で乾固しないように約 1 mL まで濃縮する。これをメスフラスコに移しメチル-tert-ブチルエーテルを加えて 2~10 mL の範囲で一定量に正確に定容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。アニリン・1, 4-フェニレンジアミン混合標準液及び試験溶液をそれぞれ正確に 1 mL 試験管に採り、内部標準液 50 µL を加え混ぜ合わせた後、それぞれの試験管から 1~2 µL を採り、次の操作条件で試験を行う。このとき、それぞれの試験管から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、アニリン・1, 4-フェニレンジアミン混合標準液のアニリン又は 1, 4-フェニレンジアミン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、アニリン又は 1, 4-フェニレンジアミンに相当するピーク面積の内部標準物質のピーク面積に対する比(Rt)を求める。同時に、アニリン・1, 4-フェニレンジアミン混合標準液において得られたクロマトグラム上でのアニリン又は 1, 4-フェニレンジアミンのピーク面積の内部標準物質のピーク面積に対する比(Rs)を求める。このとき、次式により計算する試料 1 g についてのアニリン又は 1, 4-フェニレンジアミンの量が 5 μ g 以上の場合には、(3) を行う。

試料 1 g についてのアニリン又は 1, 4-フェニレンジアミンの含有量 (μ g) = $K \times (R_t/R_s) \times \text{試験溶液の液量 (mL)} \times (1/\text{試料採取量 (g)})$

ただし、K: アニリン・1, 4-フェニレンジアミン混合標準液におけるアニリン又は 1, 4-フェニレンジアミンの濃度 (μ g/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試験の対象となった物質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 μ m の 35%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 55°Cで 5 分間保持し、その後 230°Cまで毎分 15°Cで昇温した後、290°Cまで毎分 5°Cで昇温し、更に 310°Cまで毎分 20°Cで昇温させ、310°Cに到達後、5 分間保持する。

注入口温度 250°C

キャリアーガス 高純度ヘリウム、高純度窒素又は高純度水素を用いる。アニリンが約 9~10 分 (高純度水素使用時は約 8~9 分) 及び 1, 4-フェニレンジアミンが約 13~14 分 (高純度水素使用時は約 12~13 分) で流出する流速に調整する。

注入方法 スプリットレス又はスプリット

モニターイオン 原則として「アニリン 93」及び「1, 4-フェニレンジアミン 108」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) 追加試験

ア 試験溶液の調製

革試料に接着剤等が使用されている場合には機械的に取り除く。その後、試料を約 1 mm 平方以下に細切する。この試料 1.0g を正確に量り採り、反応容器に入れる。次に、n-ヘキサン 20 mL を加え、40°Cで 20 分間超音波処理した後、n-ヘキサンを除去する。この操作を更に 1 回繰り返す。次に、反応容器の口を開け、局所排気装置内で一晩放置し、残留 n-ヘキサンを完全に除去する。2%水酸化ナトリウム水溶液 9 mL 及び亜ジチオン酸ナトリウム水溶液 1 mL を加え、密せんし、激しく振り混ぜた後、40 \pm 2°Cで 30

分間加温する。次に、反応容器を1分以内に20~25℃まで冷却する。次に、メチルーtert-ブチルエーテル5mLを正確に加え、塩化ナトリウム7gを加える。この液について、振とう機を用いて1秒間に5回の速度で45分間水平振とうを行う。なお、冷却後から振とう開始までの時間は5分を超えないようにする。その後、メチルーtert-ブチルエーテル層を分取し、試験溶液とする。この際、必要に応じて遠心分離操作を行ってよい。

イ 試験

ガスクロマトグラフ質量分析計を用いる。パラフェニルアゾアニリン標準液及び(3)アによって得た試験溶液をそれぞれ1mL試験管に採り、内部標準液50μLを加え混ぜ合わせた後、それぞれの試験管から1~2μLを採り、次の操作条件で試験を行う。このとき、それぞれの試験管から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、パラフェニルアゾアニリン標準液のパラフェニルアゾアニリン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、パラフェニルアゾアニリンに相当するピーク面積の内部標準物質のピーク面積に対する比(Rt)を求める。同時に、パラフェニルアゾアニリン標準液において得られたクロマトグラム上でのパラフェニルアゾアニリンのピーク面積の内部標準物質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1gについてのパラフェニルアゾアニリンの量を計算する。

試料1gについてのパラフェニルアゾアニリンの含有量(μg) = $K \times (R_t/R_s) \times$ 試験溶液の液量(mL) \times (1/試料採取量(g))

ただし、K: パラフェニルアゾアニリン標準液の濃度(μg/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試験の対象となった物質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0.25mm、長さ30m、膜厚0.25μmの35%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 55℃で5分間保持し、その後230℃まで毎分15℃で昇温した後、290℃まで毎分5℃で昇温し、更に310℃まで毎分20℃で昇温させ、310℃に到達後、5分間保持する。

注入口温度 250℃

キャリアーガス 高純度ヘリウム、高純度窒素又は高純度水素を用いる。パラフェニルアゾアニリンが約21~22分(高純度水素使用時は約19.5~20.5分)で流出する流速に調整する。

注入方法 スプリットレス又はスプリット

モニターイオン 原則として「パラフェニルアゾアニリン197」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。

(4) 確認試験

(3)において、試料1gについてのパラフェニルアゾアニリンの量が30 μgを超えて検出されたときは、次のア及びイの試験により、これがパラフェニルアゾアニリンによるものであることを確認しなければならない。

ア ガスクロマトグラフ質量分析法

(3)アによって得た試験溶液をキャリアーガスに高純度ヘリウム又は高純度水素を用いたガスクロマトグラフ質量分析法においてスキャンモード(範囲 [m/z] =60~300)で測定して得られたパラフェニルアゾアニリンのマスペクトルと、パラフェニルアゾアニリン標準液を同様にして測定した際のマスペクトルが一致するか確認する。

イ 高速液体クロマトグラフ法

(3)アによって得た試験溶液及びパラフェニルアゾアニリン標準液をそれぞれ一定量採り、不活性ガス気流下でメチルtert-ブチルエーテルを除去後、一定量のメタノールに溶解させる。このメタノール溶液から5~20 μL採り、次の操作条件で試験を行う。試験溶液のクロマトグラム上に、パラフェニルアゾアニリン標準液のピークと保持時間が一致するピークが存在するか確認する。

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確認試験の対象となった物質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4.6 mm、長さ150 mmのステンレス管に粒径3~5 μmのオクタデシルシリル化シリカゲルを充填したものをを用いる。

カラム温度 30~40℃

検出器 紫外可視検出器

検出波長 240、280、305、380 nm等

移動相 溶離液1：溶離液2=90：10の状態から22.5分間かけて直線的に溶離液1：溶離液2=45：55とし、その後、5分間かけて直線的に溶離液1：溶離液2=5：95とした後、溶離液1：溶離液2=5：95で1分間保持する。次いで、0.5分間かけて直線的に溶離液1：溶離液2=90：10とし、溶離液1：溶離液2=90：10で6分間保持する。

流速 毎分0.6 mLで27.5分間保持した後、1分間かけて直線的に毎分2 mLとする。

その後、2.5分間かけて直線的に毎分0.6 mLとし、毎分0.6 mLで4分間保持する。

(5) 試薬、標準液等

ア メチル-tert-ブチルエーテル

日本産業規格試薬特級を用いる。

イ メタノール

日本産業規格試薬特級を用いる。

ウ n-ヘキサン

日本産業規格試薬特級を用いる。

エ 水酸化ナトリウム・メタノール溶液

水酸化ナトリウム(日本産業規格試薬特級)20 g をメタノール 100 mL に溶解させたものを用いる。

オ 水酸化ナトリウム水溶液

水酸化ナトリウム(日本産業規格試薬特級)2 g を精製水 98 mL に溶解させたものを用いる。

カ 精製水

日本薬局方精製水を用いる。

キ クエン酸緩衝液

クエン酸一水和物(日本産業規格試薬特級)12.526 g 及び水酸化ナトリウム(日本産業規格試薬特級)6.320 g を精製水に溶かし、1,000 mL とする。この緩衝液はクエン酸として0.06 mol/L、pH=6.0である。

ク 亜ジチオン酸ナトリウム水溶液

亜ジチオン酸ナトリウム(日本産業規格試薬特級)20 g を精製水に溶かし、100 mL としたものを用いる。用時調製する。

ケ ケイソウ土カラム

内径 25~30 mm、長さ 130~150 mm で先端にガラスフィルター等が装着されたガラス又はポリプロピレン製カラムにケイソウ土 20 g を詰めたものを用いる。自ら充填するか、同等の充填済み製品を使用する。

コ パラーフェニルアゾアニリン標準液

パラーフェニルアゾアニリン 10 mg を正確に量り採り、メタノールを加えて溶解し正確に 10 mL とする。ここから 1 mL を採り、メタノールで正確に 10 mL とする。その 1 mL を正確に採り、メチル-tert-ブチルエーテルで正確に 10 mL とする。更に、ここから 3 mL を正確に採りメチル-tert-ブチルエーテルで正確に 5 mL としたものをパラーフェニルアゾアニリン標準液とする。

サ 内部標準液

内部標準物質として、そのモニターイオンが対象物質に含有される他の芳香族アミン等のフラグメントイオンとクロマトグラム上で重複しないようなものを選択する。

ナフタレン-d₈、ベンジジン-d₈、アントラセン-d₁₀等が使用できる。その内部標準物質を正確に 10 mg 採り、メタノールで正確に 10 mL とする。その 2 mL を採り、メチルtert-ブチルエーテルで正確に 10 mL とする。この溶液を 1~5 mL 採り、メチルtert-ブチルエーテルで正確に 10 mL としたものを内部標準液とする。

シ アニリン・1, 4-フェニレンジアミン混合標準液

アニリン及び 1, 4-フェニレンジアミンそれぞれ 10 mg を正確に量り採り、メタノールを加えて溶解し正確に 10 mL とする。ここから 1 mL を採り、メタノールで正確に 10 mL とする。その 0.5 mL を正確に採り、メチルtert-ブチルエーテルで正確に 10 mL とする。更に、ここから 1 mL を正確に採りメチルtert-ブチルエーテルで正確に (1) によって得た試験溶液の液量と同じ容量に定容したものをアニリン・1, 4-フェニレンジアミン混合標準液とする。

ス 溶離液 1

リン酸二水素カリウム 0.68 g を精製水に溶解し全量を 1,000 mL とした後に、測定対象物質の分析の妨害となる物質を含まないメタノール 150 mL を加えたものを溶離液 1 とする。

セ 溶離液 2

測定対象物質の分析の妨害となる物質を含まないメタノールを溶離液 2 とする。

ソ 高純度ヘリウム

純度 99.999%以上のものを用いる。

タ 高純度窒素

純度 99.9995%以上のものを用いる。

チ 高純度水素

純度 99.9995%以上のものを用いる。

塩化水素又は硫酸

1. 対象家庭用品

住宅用の洗剤で液体状のもの(塩化水素又は硫酸を含有する製剤たる劇物を除く。)

2. 試験法

試料 1 mL 中の塩化水素又は硫酸を中和するのに要する 0.1 mol/L 水酸化ナトリウム溶液の消費量を、家庭用品に含まれる劇物の定量方法及び容器又は被包の試験方法を定める省令(昭和 47 年厚生省令第 27 号)別表第 1 に定める方法により定量する。

このとき、0.1 mol/L 水酸化ナトリウム溶液消費量 30 mL は試料中の酸として 10%に相当する。

改正なし

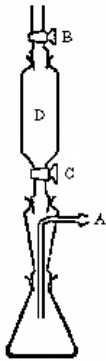
塩化ビニル

1. 対象家庭用品

家庭用エアゾール製品

2. 試験法

噴射口を次の図に示すガス捕集装置の吸入口 A にシリコンゴム管で連結し、活せん B 及び C を開き、約 5 秒間試料を噴出させたのち、直ちに活せん B 及び C を閉じ、ガス分を分液漏斗 D に捕集する。このガス分を約 13.3 kPa に減圧した赤外吸収スペクトル測定用ガスセル(層長 10 cm のもの)に導入し、赤外吸収スペクトルを測定し、 $1,620\text{ cm}^{-1}$ 、 $1,600\text{ cm}^{-1}$ 、 730 cm^{-1} 及び 710 cm^{-1} のすべてに塩化ビニルに特有の吸収がみられないことを確認する。



改正なし

4, 6-ジクロロ-7-(2, 4, 5-トリクロロフェノキシ)-2-トリフルオルメチルベンズイミダゾール

1. 対象家庭用品

繊維製品のうち、おしめカバー、下着、寝衣、手袋、くつした、中衣、外衣、帽子、寝具及び床敷物

家庭用毛糸

2. 試験法

(1) 試験溶液の調製

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 0.50 g を正確に量り採り 200 mL のナス型フラスコに入れ、メタノール 50 mL 及び塩酸 0.1 mL を加えた後、還流抽出器を付け恒温水槽またはマントルヒーターを使用し、30 分間煮沸還流する。この液をガラスろ過器でろ過し、ろ液をロータリーエバポレーターを用いて 50°C 以下で 2~5 mL に濃縮する。これを 10 mL にメタノールで定容し、その 2 mL を 50 mL の遠沈管に正確に量り採る。次いで、10%塩化ナトリウム水溶液 10 mL 及びヘキサン 4 mL を加え、10 分間激しく振り混ぜた後、1 分間 3000 回転で 10 分間遠心分離を行う。ヘキサン層 1 mL を正確に分取し、あらかじめアセトン 5 mL 及びヘキサン 10 mL で調製したプロピルスルホニルシリル化シリカゲルミニカラムに流し込み、ヘキサン 4 mL で洗浄する。その後、ミニカラムに 10 分間通気してカラム内に残存するヘキサンを除去し、酢酸エチル・メタノール溶液 5 mL で溶出する。溶出液を酢酸エチル・メタノール溶液で 5 mL に正確に定容したものを試料溶液とする。

(2) 試験

ガスクロマトグラフ質量分析計を用いる。試料溶液又は標準液をそれぞれ正確に 1 mL 量り採り、内部標準液 50 μ L 及びトリメチルフェニルアンモニウムヒドロキシド溶液 100 μ L を加えた後、そこから 1~2 μ L を採り、次の操作条件で試験を行う。このとき、それぞれ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 4, 6-ジクロロ-7-(2, 4, 5-トリクロロフェノキシ)-2-トリフルオルメチルベンズイミダゾール（以下 DTTB）の N-メ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、DTTB の N-メチル化体に相当するピーク面積の内部標準物質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 DTTB の N-メチル化体のピーク面積の内部標準物質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 あたりの DTTB の含有量を計算する。

試料 1 g についての DTTB 含有量 (μ g) = $K \times (R_t/R_s) \times (0.5/\text{試料採取量 (g)}) \times 200$

ただし、K : DTTB 標準液の濃度 ($\mu\text{g/mL}$)

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対象物質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 μm 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 100°Cで1分間保持し、その後毎分10°Cで240°Cまで昇温した後、280°Cまで毎分5°Cで昇温し、280°Cに到達後、7分間保持する。

注入口温度 240°C

注入方法 スプリットレス又はスプリット

キャリアーガス 高純度ヘリウム、高純度窒素又は高純度水素を用いる。DTTBのN-メチル化体が約20~22分(高純度水素使用時は約18~20分)で流出する流速に調整する。このとき、DTTBのN-メチル化体のピークが二つ認められるが、溶出時間の早い方を選択する。

モニターイオン 「DTTBのN-メチル化体392」を選択する。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選択する。

(3) 試薬、標準液等

ア 酢酸エチル

日本産業規格試薬特級を用いる。

イ メタノール

日本産業規格試薬特級を用いる。

ウ ヘキサン

日本産業規格試薬特級を用いる。

エ アセトン

日本産業規格試薬特級を用いる。

オ 塩酸

日本産業規格試薬特級を用いる。

カ 10%塩化ナトリウム水溶液

塩化ナトリウム(日本産業規格試薬特級)10gを精製水100mLに溶かしたもの。

キ 酢酸エチル・メタノール溶液

酢酸エチルとメタノールを等量混合したもの。

ク トリメチルフェニルアンモニウムヒドロキシド溶液

トリメチルフェニルアンモニウムヒドロキシドを0.2 mol/Lとなるようにメタノー

ルで調製したもの。

ケ DTTB 標準液

DTTB を 10 mg 正確に量り採り、酢酸エチルを加えて正確に 10 mL とする。ここから 1 mL を採り、酢酸エチルを加えて正確に 10 mL とする。ここから 1 mL を正確に量り採り、酢酸エチル・メタノール溶液を加えて正確に 10 mL とする。ここから 1 mL を採り、酢酸エチル・メタノール溶液で正確に 10 mL とする。ここから 1.5 mL を採り、正確に酢酸エチル・メタノール溶液で 10 mL としたものを DTTB 標準液とする。

コ 内部標準液

内部標準物質として、そのモニターイオンが対象物質に含有される他の成分のフラグメントイオンとクロマトグラム上で重複しないようなものを選択する。フルオランテン-d₁₀、クリセン-d₁₂等を用いることができる。その 10 mg を正確に量り採り、酢酸エチルを加えて正確に 10 mL とする。ここから 1 mL を採り、酢酸エチルを加えて正確に 10 mL とする。ここから 1 mL を採り、酢酸エチルを加えて正確に 10 mL とする。ここから 1 mL を採り、酢酸エチルを加えて正確に 10 mL としたものを内部標準液とする。

サ プロピルスルホニルシリル化シリカゲルミニカラム

ポリプロピレン製のカラム管にプロピルスルホニルシリル化シリカゲル 1,000 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。

シ 高純度ヘリウム

純度 99.999%以上のものを用いる。

ス 高純度窒素

純度 99.9995%以上のものを用いる。

セ 高純度水素

純度 99.9995%以上のものを用いる。

ジベンゾ [a, h] アントラセン (1)

1. 対象家庭用品

クレオソート油を含有する家庭用の木材防腐剤及び木材防虫剤

2. 試験法

(1) 試験溶液の調製

試料約 0.5 g を正確に量り採り、これをシリカゲルを充てんしたミニカートリッジカラムに流し込み、50 mL のナス型フラスコに採る。さらに、そのミニカートリッジカラムにジクロルメタン 10 mL を流し込み、前述のナス型フラスコに加える。その液について、ロータリーエバポレーターを用いて 50°C で約 2 mL になるまでジクロルメタンを除去し、これをメスフラスコに移し、ジクロルメタ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。試験溶液及びジベンゾ [a, h] アントラセン標準液 2 mL をそれぞれ正確に試験管に採り、内部標準液 0.5 mL を加え、それぞれの試験管から 1 μ L を採り、次の操作条件で試験を行う。試験溶液を測定し、得られたクロマトグラム上で、標準液のジベンゾ [a, h] アントラセン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は、ジベンゾ [a, h] アントラセンに相当するピーク面積の内部標準物質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ジベンゾ [a, h] アントラセンのピーク面積の内部標準物質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 についてのジベンゾ [a, h] アントラセンの量を計算する。

試料 1 g についてのジベンゾ [a, h] アントラセンの含有量 (μ g) = $K \times (Rt/Rs) \times 5 \times (1/\text{試料採取量(g)})$

ただし、K: ジベンゾ [a, h] アントラセン標準液の濃度 (μ g/mL)

操作条件

カラム 内径 0.25 mm、長さ 30 m、膜厚 0.25 μ m 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 25°C で昇温し、300°C に到達後 6 分間保持する。

注入口温度 280°C

キャリアーガス 高純度ヘリウムを用いる。ジベンゾ [a, h] アントラセンが約 15~16 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「ジベンゾ [a, h] アントラセン 278」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ことが望ましい。

(3) 試薬、標準液等

ア ジクロルメタン

日本産業規格試薬特級を用いる。

イ ジベンゾ [a, h] アントラセン標準液

ジベンゾ [a, h] アントラセン 0.010 g を正確に量り採り、ジクロルメタンを加えて溶かし、正確に 100 mL とする。その 1 mL を採り、ジクロルメタンを加えて正確に 100 mL としたものをジベンゾ [a, h] アントラセン標準液とする。

ウ 内部標準液

内部標準物質として、そのモニターイオンが対象物質に含有される他の多環芳香族炭化水素等のフラグメントイオンとクロマトグラム上で重複しないようなものを選択する。アセナフテン-d₁₀、フェナントレン-d₁₀、クリセン-d₁₂ 等を用いることができる。その内部標準物質 0.010 g を正確に量り採り、ジクロルメタンを加えて溶かし、正確に 100 mL とする。その 5~20 mL を採り、ジクロルメタンを加えて正確に 100 mL としたものを内部標準液とする。

エ 高純度ヘリウム

純度 99.999%以上のものを用いる。

改正なし

ジベンゾ [a, h] アントラセン (2)

1. 対象家庭用品

クレオソート油及びその混合物で処理された家庭用の防腐木材及び防虫木材

2. 試験法

(1) 試験溶液の調製

試料の表面部分を削り取り細かく刻んだもの約 1.0 g をガラス管に採り、ジクロルメタン 20 mL を加えて、37°C で 24 時間静置して抽出する。抽出液はろ紙でろ過し、100 mL のナス型フラスコに採る。抽出後の試料はジクロルメタン 10~20 mL で洗い、この洗液を前述のろ液に合わせる。その液について、ロータリーエバポレーターを用いて 50°C で約 2 mL になるまでジクロルメタンを除去し、これをシリカゲルを充てんしたミニカートリッジカラムに流し込み、50 mL のナス型フラスコに採る。さらに、そのミニカートリッジカラムにジクロルメタン 10 mL を流し込み、前述のナス型フラスコに加える。その液について、ロータリーエバポレーターを用いて 50°C で約 2 mL になるまでジクロルメタンを除去し、これをメスフラスコに移し(試料中に対象物質が高濃度で含まれると認められる場合は、この除去操作を行わず、一定量の溶出液を直接メスフラスコに採る。)、ジクロルメタ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(検量線の範囲に収まるように、適宜ジクロルメタンで希釈する。)

(2) 試験

ガスクロマトグラフ質量分析計を用いる。試験溶液及びジベンゾ [a, h] アントラセン標準液 2 mL をそれぞれ正確に試験管に採り、内部標準液 0.5 mL を加え、それぞれの試験管から 1 μ L を採り、次の操作条件で試験を行う。試験溶液を測定し、得られたクロマトグラム上で、標準液のジベンゾ [a, h] アントラセン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は、ジベンゾ [a, h] アントラセンに相当するピーク面積の内部標準物質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ジベンゾ [a, h] アントラセンのピーク面積の内部標準物質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 についてのジベンゾ [a, h] アントラセンの量を計算する。

試料 1 g についてのジベンゾ [a, h] アントラセンの含有量 (μ g) = $K \times (Rt/Rs) \times 5 \times (1/\text{試料採取量}(g))$

ただし、K: ジベンゾ [a, h] アントラセン標準液の濃度 (μ g/mL)

操作条件

カラム 内径 0.25 mm、長さ 30 m、膜厚 0.25 μ m 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25°Cで昇温し、300°Cに到達後6分間保持する。

注入口温度 280°C

キャリアーガス 高純度ヘリウムを用いる。ジベンゾ [a, h] アントラセンが約15～16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「ジベンゾ [a, h] アントラセン 278」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ことが望ましい。

(3) 試薬、標準液等

ア ガラス管

内容量30～50 mLで密せんのできるもの。

イ ジクロルメタン

日本産業規格試薬特級を用いる。

ウ ジベンゾ [a, h] アントラセン標準液

ジベンゾ [a, h] アントラセン0.010 gを正確に量り採り、ジクロルメタンを加えて溶かし、正確に100 mLとする。その1 mLを採り、ジクロルメタンを加えて正確に100 mLとしたものをジベンゾ [a, h] アントラセン標準液とする。

エ 内部標準液

内部標準物質として、そのモニターイオンが対象物質に含有される他の多環芳香族炭化水素等のフラグメントイオンとクロマトグラム上で重複しないようなものを選択する。アセナフテン-d₁₀、フェナントレン-d₁₀、クリセン-d₁₂等を用いることができる。その内部標準物質0.010 gを正確に量り採り、ジクロルメタンを加えて溶かし、正確に100 mLとする。その5～20 mLを採り、ジクロルメタンを加えて正確に100 mLとしたものを内部標準液とする。

オ 高純度ヘリウム

純度99.999%以上のものを用いる。

カ ろ紙

日本産業規格に規定される化学分析用のものを用いる。

改正なし

水酸化カリウム又は水酸化ナトリウム

1. 対象家庭用品

家庭用の洗浄剤で液体状のもの（水酸化カリウム又は水酸化ナトリウムを含有する製剤たる劇物を除く。）

2. 試験法

(1) 試験溶液の調製

試料約 5 g を精密に量り採り、50 mL のメスフラスコに入れ、精製水を加えて正確に 50 mL とする。その 10 mL を正確に採り、かき混ぜながら 3%過酸化水素水 10 mL を滴下した後、直火で 2 分間煮沸し、これを試験溶液とする。

(2) 試験

試験溶液を、メチルオレンジ試薬 2 滴を指示薬として 0.1 mol/L 塩酸で滴定する。このとき、滴定に要した 0.1 mol/L 塩酸の消費量を V (mL) とする。別に 3%過酸化水素水 10 mL を採り、直火で 2 分間煮沸した後、同様に操作したとき滴定に要した 0.1 mol/L 塩酸の消費量を V_0 (mL) とする。このとき、次式により試料 1 g 中の水酸化カリウム又は水酸化ナトリウムを中和するのに要する 0.1 mol/L 塩酸消費量を計算する。このとき、0.1 mol/L 塩酸消費量 13 mL は試料中のアルカリの量として 5%に相当する。

試料 1 g 中の水酸化カリウム又は水酸化ナトリウムを中和するのに要する 0.1 mol/L 塩酸消費量(mL) = $(V - V_0)F \times 5 \times (1/\text{試料採取量}(g))$

ただし、 F : 0.1 mol/L 塩酸の力価

(3) 試薬、標準液等

ア 精製水

日本薬局方精製水を用いる。

イ 3%過酸化水素水

過酸化水素水(日本産業規格試薬特級)を精製水で 10 倍に薄めたものを用いる。用時調製する。

ウ メチルオレンジ試薬

メチルオレンジ(日本産業規格試薬特級)0.1 g に精製水を加えて溶かし、100 mL としたものを用いる。用時調製する。

エ 0.1 mol/L 塩酸

日本薬局方容量分析用標準液を用いる。

改正なし

テトラクロロエチレン

1. 対象家庭用品

家庭用エアゾール製品

家庭用の洗剤

2. 試験法

(1) 試験溶液の調製

試料（家庭用エアゾール製品にあつては、200 mL のフラスコを氷冷し、ドラフト内で内容物をフラスコ内に噴出させたもの）0.50 g をメスフラスコに正確に量り採り、乳酸エチルを加えて正確に 50 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。試験溶液又は標準液 5 mL を 20 mL 容のヘッドスペースバイアルに正確に量り採り、内部標準液 50 μ L を加えた後、ポリテトラフルオロエチレン及びシリコンからなるセプタム付きキャップで密栓する。これらを穏やかに降り混ぜながら 30 分間加温後、ヘッドスペースガスを正確に 1 mL 採り、次の操作条件で試験を行う。このとき、加温する温度は 30°C から 45°C の範囲で設定した一定の温度とし、試験溶液と標準液は同一温度で加温する。

試験溶液を測定し、得られたクロマトグラム上で、標準液のテトラクロロエチレン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、テトラクロロエチレンに相当するピーク面積のトリクロロエチレン重水素化物のピーク面積に対する比 (R_t) 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テトラクロロエチレンのピーク面積のトリクロロエチレン重水素化物のピーク面積に対する比 (R_s) を求める。このとき、次式により試料中のテトラクロロエチレンの含有量を計算する。

テトラクロロエチレン含有量 (w/w%) = $K \times (R_t/R_s) \times (0.5/\text{試料採取量 (g)}) \times 100$
ただし、K: テトラクロロエチレン標準液の濃度 (w/v%)

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対象物質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 0.32 mm、長さ 60 m、膜厚 1.8 μ m の 6%シアノプロピルフェニル/94%ジ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 35°C で 5 分間保持し、その後毎分 5°C で 120°C まで昇温した後、200°C まで毎分 20°C で昇温し、200°C に到達後、10 分間保持する。

注入口温度 200°C

注入方法 スプリットレス又はスプリット

キャリアーガス 高純度ヘリウム、高純度窒素又は高純度水素を用いる。テトラクロロエチレンが約 19～21 分 (高純度水素使用時は約 16～18 分) で流出する流速に調整する。

モニターイオン 原則として「テトラクロロエチレン 166 及びトリクロロエチレン重水素化物 131」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 乳酸エチル

次の試験に適合する乳酸エチルを用いる。

乳酸エチル 5 mL を 20 mL 容ヘッドスペースバイアルに正確に量り採り、(2) 試験に準じて試験を行うとき、クロマトグラム上にテトラクロロエチレンのピークを認めてはならない。

イ テトラクロロエチレン標準液

あらかじめ少量の乳酸エチルを入れた 10 mL 容メスフラスコにテトラクロロエチレン 10 mg を正確に量り採り、乳酸エチルを加えて正確に 10 mL とする。ここから 1 mL を採り、乳酸エチルを加えて正確に 10 mL とする。ここから 1 mL を採り、乳酸エチルを加えて正確に 10 mL としたものをテトラクロロエチレン標準液とする。

ウ 内部標準液

あらかじめ少量の乳酸エチルを入れた 10 mL 容メスフラスコに、トリクロロエチレンの水素が重水素に置換しているトリクロロエチレン重水素化物 10 mg を正確に量り採り、乳酸エチルを加えて正確に 10 mL としたものを内部標準液とする。

エ 高純度ヘリウム

純度 99.999%以上のものを用いる。

オ 高純度窒素

純度 99.9995%以上のものを用いる。

カ 高純度水素

純度 99.9995%以上のものを用いる。

トリクロロエチレン

1. 対象家庭用品

家庭用エアゾール製品

家庭用の洗剤

2. 試験法

テトラクロロエチレンの試験法に従う。ただし、「テトラクロロエチレン」とあるのは「トリクロロエチレン」と、「166」とあるのは「130」と、「約 19～21 分 (高純度水素使用時は約 16～18 分)」とあるのは「約 15～17 分 (高純度水素使用時は約 11～13 分)」と読み替えるものとする。

トリス(1-アジリジニル)ホスフィンオキシド

1. 対象家庭用品

繊維製品のうち、寝衣、寝具、カーテン及び床敷物

2. 試験法

(1) 試験溶液の調製

ア 抽出

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100 mLのナス型フラスコ(I)に正確に量り採り、メタノール50 mLを加えた後、還流冷却器を付け、70°Cの水浴中で30分間抽出する。次に、この液をガラスろ過器(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)を用いて温時ろ過し、ろ液を100 mLのナス型フラスコ(II)に採り、ロータリーエバポレーターを用いてメタノールを除去する。

イ 精製

内径10 mm、長さ300 mmの吸着管に、カラムクロマトグラフ用酸化アルミニウム(中性)5 gをジクロロメタンに懸濁して入れ、次いでその上に硫酸ナトリウム(無水)約1 gを入れ、カラムの上端に少量のジクロロメタンが残る程度までジクロロメタンを流出させる。

アのメタノールを除去したナス型フラスコ(II)にジクロロメタン10 mLを加えてよく振り混ぜ、この液をカラムに流し込んだ後、ジクロロメタン100 mLをカラムに流し込み、最初の流出液約100 mLを200 mLのナス型フラスコに採り、ロータリーエバポレーターを用いてジクロロメタンを除去する。残留物をメタノール2 mLに溶かし、これを試験溶液とする。

(2) 試験

炎光光度型検出器(リン用干渉フィルター、波長526 nm)付きガスクロマトグラフを用いる。

試験溶液を5 μ L採り、次の操作条件により試験を行うとき、トリス(1-アジリジニル)ホスフィンオキシド標準品の保持時間と一致する保持時間の位置にピークがみられないことを確認する。

操作条件

カラム 内径3 mm、長さ1,000 mmのガラス管にガスクロマトグラフ用ポリエチレングリコール(分子量20,000)を1%含ませたケイソウ土を充填したものをを用いる。

カラム温度 150~220°C、昇温速度毎分10°C

注入口温度 170°C

検出器温度 200°C

キャリアーガス 高純度窒素を用いる。トリス(1-アジリジニル)ホスフィンオキシドが約 1.5 分で流出する流速に調整するとともに、水素及び空気の流量を至適条件に調整する。

(3) 試薬、標準液等

ア メタノール

日本産業規格試薬特級を用いる。

イ カラムクロマトグラフ用酸化アルミニウム(中性)

水分含量 10%のものを用いる。

カラムクロマトグラフ用酸化アルミニウム(中性) 10 g を精製水 90 mL に懸濁したとき、その pH は 6.0~8.0 である。

ウ ジクロルメタン

日本産業規格試薬特級を用いる。

エ 硫酸ナトリウム(無水)

日本産業規格試薬特級を用いる。

オ トリス(1-アジリジニル)ホスフィンオキシド標準品

トリス(1-アジリジニル)ホスフィンオキシドを 95%以上含む。

39.9 Pa のとき、沸点は 90~91°C である。

カ ケイソウ土

ガスクロマトグラフ用に精製したケイソウ土(標準網フルイ 149~177 μm)を 6 mol/L 塩酸で 2 時間還流して洗い、次いで精製水で流出液が中性となるまで洗った後、乾燥し、メチルシラザン処理(ヘキサメチルジシラザン(日本産業規格試薬特級)、トリメチルクロルシラン(日本産業規格試薬特級)及びピリジン(日本産業規格試薬特級)の混液(3:1:5)に浸し 10 分間水洗して乾燥させる)を施したものを用いる。

キ 6 mol/L 塩酸

塩酸(日本産業規格試薬特級)を精製水で約 2 倍に薄めたものを用いる。

ク 精製水

日本薬局方精製水を用いる。

ケ 高純度窒素

日本産業規格の高純度窒素 2 級を用いる。

コ 水素

日本産業規格の水素 3 級を用いる。

改正なし

トリス(2, 3-ジブロムプロピル)ホスフェイト

1. 対象家庭用品

繊維製品のうち、寝衣、寝具、カーテン及び床敷物

2. 試験法

(1) 試験溶液の調製

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0.50 gを100 mLのナス型フラスコ(I)に正確に量り採り、サロゲート標準液50 µL、メタノール25 mL及び塩酸0.5 mLを加えた後、還流冷却器を付け、70°Cの水浴中で30分間抽出する。次に、抽出液をガラスろ過器(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)を用いて温時ろ過し、ろ液を100 mLのナス型フラスコ(II)に採る。ナス型フラスコ(I)に残る試料をメタノール5 mLで洗い、先と同様にろ過する。この洗い込みを2回洗い、先の抽出液と合わせる。この抽出液を、ロータリーエバポレーターを用いて40°C以下で約1 mLまで濃縮後、50 mLのガラス遠沈管(I)に移し、酢酸エチル15 mL及び10%塩化ナトリウム水溶液10 mLを加え、5分間激しく振り混ぜる。その後、上清を50 mLガラス遠沈管(II)に移す。その際、二層に分離できていない場合には1分間3000回転で5分間遠心分離を行った後、上清を分取する。ガラス遠沈管(I)に酢酸エチル10 mLを加え、5分間激しく振り混ぜた後、先と同様に上清を50 mLガラス遠沈管(II)に移す。ガラス遠沈管(II)に10%塩化ナトリウム水溶液10 mLを加え5分間激しく振り混ぜた後、下層を廃棄する。この操作は、下層の水溶液のpHが4以上になるまで行う(脱酸処理)。その際、二層に分離できていない場合には1分間3000回転で5分間遠心分離を行う。脱酸処理後の酢酸エチル抽出液を無水硫酸ナトリウムを用いて脱水後、ロータリーエバポレーターを用いて40°C以下で約1 mLまで濃縮後、アセトンで5 mLに定容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。標準液及び試験溶液を1~2 µL採り、次の操作条件で試験を行う。この時、標準液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、標準液のトリス(2, 3-ジブロムプロピル)ホスフェイト(以下TDBPP)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、TDBPPに相当するピーク面積のTDBPP重水素化物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TDBPPのピーク面積のTDBPP重水素化物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TDBPP量を計算する。

試料1 gについてのTDBPP含有量(µg) = $K \times (R_t/R_s) \times (0.5/\text{試料採取量(g)}) \times 10$

ただし、K：標準液の濃度（ $\mu\text{g}/\text{mL}$ ）

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確認試験の対象となった物質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 μm 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 40 $^{\circ}\text{C}$ で2分間保持し、その後 180 $^{\circ}\text{C}$ まで毎分 20 $^{\circ}\text{C}$ で昇温した後、300 $^{\circ}\text{C}$ まで毎分 10 $^{\circ}\text{C}$ で昇温し、300 $^{\circ}\text{C}$ に到達後、10分間保持する。

注入口温度 250 $^{\circ}\text{C}$

注入方式 スプリットレス

キャリアーガス 高純度ヘリウムを用いる。TDBPP が約 21～24 分で流出する流速に調整する。

モニターイオン 原則として「TDBPP 119 及び TDBPP 重水素化物 123」を選択すべきであるが、使用する装置及びカラム等により、対象とする物質に特異性が高く、かつ、イオン化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 メタノール

日本産業規格試薬特級を用いる。

イ 酢酸エチル

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 アセトン

日本産業規格試薬特級を用いる。

オ 硫酸ナトリウム（無水）

日本産業規格試薬特級を用いる。

カ 10%塩化ナトリウム水溶液

塩化ナトリウム（日本産業規格試薬特級）10 g を精製水 100 mL に溶かしたものを。

キ 標準液

TDBPP を 10 mg 正確に量り採り、アセトンを加えて正確に 10 mL とする。ここから 1 mL を採り、アセトンを加えて正確に 10 mL とする。ここから 1 mL を採り、アセトンを加えて正確に 10 mL とする。ここから 0.4 mL を採り、サロゲート標準液 50 μL を加えた後、アセトンで正確に 5 mL としたものを標準液とする。

ク サロゲート標準液

TDBPPの水素がすべて重水素に置換している TDBPP 重水素化物を 1 mg 正確に量り採り、アセトンを加えて 10 mL とする。ここから 4 mL を採り、アセトンを加えて正確に 5 mL としたものをサロゲート標準液とする。

ケ 精製水

日本薬局方精製水を用いる。

コ 高純度ヘリウム

純度 99.999%以上のものを用いる。

2. 試験法

—(1)— 試験溶液の調製

ア 抽出

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 100 mL のナス型フラスコ (I) に正確に量り採り、メタノール 50 mL を加えた後、還流冷却器を付け、70°C の水浴中で 30 分間抽出する。次に、この液をガラスろ過器 (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) を用いて温時ろ過し、ろ液を 100 mL のナス型フラスコ (II) に採り、ロータリーエバポレーターを用いてメタノールを除去する。

イ 精製

内径 10 mm、長さ 300 mm の吸着管に、カラムクロマトグラフ用酸化アルミニウム (塩基性) 5 g をベンゼンに懸濁して入れ、次いでその上に硫酸ナトリウム (無水) 約 1 g を入れ、カラムの上端に少量のベンゼンが残る程度までベンゼンを流出させる。

アのメタノールを除去したナス型フラスコ (II) にベンゼン 10 mL を加えてよく振り混ぜ、この液をカラムに流し込んだ後、ベンゼン 100 mL をカラムに流し込み、最初の流出液約 100 mL を 200 mL のナス型フラスコに採り、ロータリーエバポレーターを用いてベンゼンを除去する。残留物をアセトン 1 mL に溶かし、これを試験溶液とする。

—(2)— 試験

炎光光度型検出器 (リン用干渉フィルター、波長 526 nm) 付きガスクロマトグラフを用いる。

試験溶液を 1 μ L 採り、次の操作条件 1 又は 2 のいずれか適切な条件の下に試験を行うとき、トリス (2, 3-ジブロムプロピル) ホスフェイト標準品の保持時間と一致する保持時間の位置にピークがみられないことを確認する。

操作条件 1

カラム—内径 0.8 mm、長さ 500 mm のガラス管にガスクロマトグラフ用ジメチルシリコンゴムを 15% 含ませ標準網フルイ 125~149 μ m に整えたケイソウ土 1 を充填したものをを用いる。

カラム温度—225°C

注入口及び検出器温度—260°C

キャリアーガス—高純度窒素を用いる。トリス(2,3-ジブロムプロピル)ホスフェイトが約6分で流出する流速に調整するとともに、水素及び空気の流量を至適条件に調整する。

操作条件2

次に示す条件以外は、操作条件1に示すところによる。

カラム—内径3 mm、長さ500 mmのガラス管にガスクロマトグラフ用ジメチルシリコンゴムを10%含ませたケイソウ土2を充填したものをを用いる。

(3) 試薬、標準液等

ア—メタノール

日本産業規格試薬特級を用いる。

イ—カラムクロマトグラフ用酸化アルミニウム(塩基性)

水分含量4.5~6.5%のものを用いる。

カラムクロマトグラフ用酸化アルミニウム(塩基性)10 gを精製水90 mLに懸濁したとき、そのpHは7.5~9.0である。

ウ—ベンゼン

日本産業規格試薬特級を用いる。

エ—硫酸ナトリウム(無水)

日本産業規格試薬特級を用いる。

オ—アセトン

日本産業規格試薬特級を用いる。

カ—トリス(2,3-ジブロムプロピル)ホスフェイト標準品

トリス(2,3-ジブロムプロピル)ホスフェイトを80%以上含む。

沸点は260°Cである。

キ—ケイソウ土1

ガスクロマトグラフ用に精製したケイソウ土(標準網フルイ125~149 μm)を6 mol/L 塩酸で2時間還流して洗い、次いで精製水で流出液が中性となるまで洗った後、アルコール性塩基で洗い、更に精製水で流出液が中性となるまで洗った後、乾燥し、メチルシリル化処理を施したもの。

ク—ケイソウ土2

ガスクロマトグラフ用に精製したケイソウ土(標準網フルイ149~177 μm)を6 mol/L 塩酸で2時間還流して洗い、次いで精製水で流出液が中性となるまで洗った後、アルコール性塩基で洗い、更に精製水で流出液が中性となるまで洗った後、乾燥し、メチルシリル化処理を施したもの。

~~ケ—6 mol/L塩酸~~

~~塩酸(日本産業規格試薬特級)を精製水で約2倍に薄めたものを用いる。~~

~~コ—精製水~~

~~日本薬局方精製水を用いる。~~

~~サ—高純度窒素~~

~~日本産業規格の高純度窒素2級を用いる。~~

~~シ—水素~~

~~日本産業規格の水素3級を用いる。~~

トリフェニル錫化合物

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

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 μ 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°C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 μ 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°C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 μ 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 μ 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(R_s)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。

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

ただし、

F : 0.308

K : 塩化トリフェニル錫標準液の濃度 ($\mu\text{g/mL}$)

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 μm 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約20~22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

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 μ 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、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。

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。

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で混和したもの

トリブチル錫化合物

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

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、「約20～22分」とあるのは「約10～12分」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。

ビス(2, 3-ジブロムプロピル)ホスフェイト化合物

1. 対象家庭用品

繊維製品のうち、寝衣、寝具、カーテン及び床敷物

2. 試験法

(1) 試験溶液の調製

ア 抽出

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0.50 gを100 mLのナス型フラスコ（Ⅰ）に正確に量り採り、サロゲート標準液50 µL、メタノール25 mL及び塩酸0.5 mLを加えた後、還流冷却器を付け、70°Cの水浴中で30分間抽出する。次に、抽出液をガラスろ過器（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）を用いて温時ろ過し、ろ液を100 mLのナス型フラスコ（Ⅱ）に採る。ナス型フラスコ（Ⅰ）に残る試料をメタノール5 mLで洗い、先と同様にろ過する。この洗い込みを2回洗い、先の抽出液と合わせる。この抽出液を、ロータリーエバポレーターを用いて40°C以下で約1 mLまで濃縮後、50 mLのガラス遠沈管（Ⅰ）に移し、酢酸エチル15 mL及び10%塩化ナトリウム水溶液10 mLを加え、5分間激しく振り混ぜる。その後、上清を50 mLガラス遠沈管（Ⅱ）に移す。その際、二層に分離できていない場合には1分間3000回転で5分間遠心分離を行った後、上清を分取する。ガラス遠沈管（Ⅰ）に酢酸エチル10 mLを加え、5分間激しく振り混ぜた後、先と同様に上清を50 mLガラス遠沈管（Ⅱ）に移す。ガラス遠沈管（Ⅱ）に10%塩化ナトリウム水溶液10 mLを加え5分間激しく振り混ぜた後、下層を廃棄する。この操作は、下層の水溶液のpHが4以上になるまで行う（脱酸処理）。その際、二層に分離できていない場合には1分間3000回転で5分間遠心分離を行う。脱酸処理後の酢酸エチル抽出液を無水硫酸ナトリウムを用いて脱水後、ロータリーエバポレーターを用いて40°C以下で約1 mLまで濃縮後、アセトンで5 mLに定容する。

イ 誘導体化

アで調製した溶液から正確に2 mL量り採り、トリメチルシリルジアゾメタン・ヘキサン溶液を0.1 mL加え混和後、室温で1時間静置しメチル誘導体化する。その後、ヘキサンを用いて5 mLに定容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。メチル化体標準液及び試験溶液を1~2 µL採り、次の操作条件で試験を行う。この時、標準液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、標準液のビス(2, 3-ジブロムプロピル)

ホスフェイト（以下 BDBPP）メ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、BDBPP メチル化体に相当するピーク面積の BDBPP 重水素化物メ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 BDBPP メチル化体のピーク面積の BDBPP 重水素化物メ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 BDBPP 量を計算する。

試料 1 g についての BDBPP 含有量（ μg ） = $K \times (R_t/R_s) \times (0.5/\text{試料採取量 (g)}) \times 10$
ただし、K：標準液の濃度（ $\mu\text{g/mL}$ ）

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確認試験の対象となった物質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 μm 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 40°Cで 2 分間保持し、その後 180°Cまで毎分 20°Cで昇温した後、300°Cまで毎分 10°Cで昇温し、300°Cに到達後、10 分間保持する。

注入口温度 250°C

注入方式 スプリットレス

キャリアーガス 高純度ヘリウムを用いる。BDBPP メチル化体が約 15~18 分で流出する流速に調整する。

モニターイオン 原則として「BDBPP メチル化体 231 及び BDBPP 重水素化物メチル化体 237」を選択すべきであるが、使用する装置及びカラム等により、対象とする物質に特異性が高く、かつ、イオン化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 メタノール

日本産業規格試薬特級を用いる。

イ 酢酸エチル

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 アセトン

日本産業規格試薬特級を用いる。

オ ヘキサン

日本産業規格試薬特級を用いる。

カ 硫酸ナトリウム（無水）

日本産業規格試薬特級を用いる。

キ 10%塩化ナトリウム水溶液

塩化ナトリウム（日本産業規格試薬特級）10 gを精製水100 mLに溶かしたものを。

ク トリメチルシリルジアゾメタン・ヘキサン溶液

トリメチルシリルジアゾメタンを約0.6 mol/Lとなるようにヘキサンで調製したものを。

ケ 標準液

BDBPPを10 mg正確に量り採り、アセトンを加えて正確に10 mLとする。ここから1 mLを採り、アセトンを加えて正確に10 mLとする。ここから1 mLを採り、アセトンを加えて正確に10 mLとする。ここから0.5 mLを採り、サロゲート標準液50 µLを加えた後、アセトンで正確に5 mLとしたものを標準液とする。

コ メチル化体標準液

標準液から正確に2 mL量り採り、トリメチルシリルジアゾメタン・ヘキサン溶液を0.1 mL加え混和後、室温で1時間静置しメチル誘導体化する。その後、ヘキサンを用いて5 mLに定容したものをメチル化体標準液とする。

サ サロゲート標準液

BDBPPの水素がすべて重水素に置換しているBDBPP重水素化物を1 mg正確に量り採り、アセトンを加えて10 mLとしたものをサロゲート標準液とする。

シ 精製水

日本薬局方精製水を用いる。

ス 高純度ヘリウム

純度99.999%以上のものを用いる。

2. 試験法

（1）試験溶液の調製

ア 抽出

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200 mLのナス型フラスコ（Ⅰ）に正確に量り採り、メタノール50 mLと塩酸1 mLを加えた後、還流冷却器を付け、70°Cの水浴中で30分間抽出する。次に、この液をガラスろ過器（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）を用いて温時ろ過し、ろ液を200 mLのナス型フラスコ（Ⅱ）に採る。還流冷却器、ナス型フラスコ（Ⅰ）及びガラスろ過器をメタノール20 mLで洗い、洗液はろ液に合わせ、ロータリーエバポレーターを用いて50°Cでメタノールを除去した後、エタノール10 mLを加え、ロータリーエバポレーターを用いて50°Cでエタノールを除去する。残留物を1 mol/L炭酸水素ナトリウム溶液20 mLに溶かして50 mL共せん付き遠沈管（Ⅰ）に移す。ナス型フラスコ（Ⅱ）を10 mLの4

mol/L 炭酸水素ナトリウム溶液で洗い洗液は遠沈管(I)に合わせる。遠沈管(I)にベンゼン 10 mL を加えて 5 分間激しく振り混ぜ静置した後、ベンゼン層を遠沈管(II)に採る。この操作を更に 2 回繰り返す。遠沈管(II)に 1 mol/L 炭酸水素ナトリウム溶液 10 mL を加えて 5 分間激しく振り混ぜ静置した後、水層は遠沈管(I)に合わせる。次に、この水層を 200 mL の分液ロートに移し、塩酸 10 mL をかき混ぜながら少量ずつ加える。これに酢酸エチル 50 mL を加えて 5 分間激しく振り混ぜ静置した後、酢酸エチル層を分取する。この操作を更に 5 回繰り返す、全酢酸エチル層を合わせる。これに硫酸ナトリウム(無水)約 30 g を加えてよく振り混ぜた後、2 時間放置し、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)を用いてろ過し、ろ液をナス型フラスコに採る。硫酸ナトリウムを酢酸エチル 50 mL で洗い、洗液はろ液に合わせ、ロータリーエバポレーターを用いて 50°C で約 5 mL まで濃縮し、氷冷する。

イ—メチルエステル化

アの濃縮液にジアゾメタン・エーテル溶液を液の黄色が 5 分間放置しても消えなくなるまで加えた後、ロータリーエバポレーターを用いて 50°C で溶媒を除去する。残留物をアセトン 1 mL に溶かし、これを試験溶液とする。

(2) 試験

炎光光度型検出器(リン用干渉フィルター、波長 526 nm)付きガスクロマトグラフを用いる。

試験溶液を 1 μ L 採り、次の操作条件 1 又は 2 のいずれか適切な条件の下に試験を行うとき、ビス(2, 3-ジブロムプロピル)ホスフェイトのメチルエステル標準液の保持時間と一致する保持時間の位置にピークがみられないことを確認する。

ピークが認められたときは(3)により、このピークがビス(2, 3-ジブロムプロピル)ホスフェイトによるものであることを確認しなければならない。

操作条件 1

カラム—内径 0.8 mm、長さ 500 mm のガラス管にガスクロマトグラフ用ジメチルシリコンゴムを 15% 含ませ標準網フルイ 125~149 μ m に整えたケイソウ土 1 を充填したものをを用いる。

カラム温度—120~235°C、毎分 10°C 昇温

注入口及び検出器温度—250°C

キャリアーガス—高純度窒素を用いる。ビス(2, 3-ジブロムプロピル)ホスフェイトのメチルエステルが約 10 分で流出する流速に調整するとともに、水素及び空気の流量を至適条件に調整する。

操作条件 2

次に示す操作条件以外は、操作条件 1 に示すところによる。

カラム—内径 3 mm、長さ 500 mm のガラス管にガスクロマトグラフ用ジメチルシリコン

ゴムを10%含ませたケイソウ土2を充填したものを用いる。

(3) 確認試験

ア 試験溶液の調製

(1) アによって得た濃縮液をロータリーエバポレーターを用いて50°Cで酢酸エチルを除去する。残留物を1 mol/L水酸化ナトリウム溶液20 mLに溶かし、2日間放置する。次に、この液を100 mLの分液ロートに移し、塩酸8 mLをかき混ぜながら少量ずつ加える。これに酢酸エチル30 mLを加えて振り混ぜ静置した後、酢酸エチル層を分取する。この操作を更に5回繰り返して、全酢酸エチル層を合わせる。これに硫酸ナトリウム(無水)約20 gを加えてよく振り混ぜた後、2時間放置し、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)を用いてろ過し、ろ液をナス型フラスコに採る。硫酸ナトリウムを酢酸エチル20 mLで洗い、洗液はろ液に合わせ、ロータリーエバポレーターを用いて50°Cで約5 mLまで濃縮し、氷冷する。以下(1)イの場合と同様に操作して、得られた溶液を試験溶液とする。

イ 試験

炎光度型検出器(リン用干渉フィルター、波長526 nm)付きガスクロマトグラフを用いる。

試験溶液を1 µL採り、(2)の場合と同様に試験を行い、得られたクロマトグラム上のピークと(2)によって得られたクロマトグラム上のピークを比較する。このとき、ビス(2,3-ジブロムプロピル)ホスフェイトのメチルエステル標準液の保持時間と一致する保持時間の位置のピークが著しく減少しているか又は完全に消失しているとともに、ビス(2-ブロムプロペン-2-イル)ホスフェイトのメチルエステル標準液の保持時間と一致する保持時間の位置に新たにピークが認められたとき、ビス(2,3-ジブロムプロピル)ホスフェイトと確認する。

(4) 試薬、標準液等

ア メタノール

日本産業規格試薬特級を用いる。

イ 塩酸

日本産業規格試薬特級を用いる。

ウ エタノール

日本産業規格試薬特級を用いる。

エ 1 mol/L炭酸水素ナトリウム溶液

炭酸水素ナトリウム(日本産業規格試薬特級)84 gを精製水に溶かし、1,000 mLとしたものを用いる。

オ ベンゼン

日本産業規格試薬特級を用いる。

カ—酢酸エチル

酢酸エチル(日本産業規格試薬特級)を精製水で洗った後、硫酸ナトリウム(無水)で乾燥し、これを蒸留する。沸点 76~78°Cの留分を用いる。

キ—硫酸ナトリウム(無水)

日本産業規格試薬特級を用いる。

ク—ジアゾメタン・エーテル溶液

ナス型フラスコに水酸化カリウム(日本産業規格試薬特級)1 gを採り、精製水1.6 mL及びエタノール5 mLを加えて溶かした後、N-メチル-N-ニトロソパラトルエンシルホンアミド4.3 gをエチルエーテル(日本産業規格試薬特級)26 mLに溶かした溶液を注意深く加える。これを65°Cの水浴中で蒸留し、留液20 mLをエチルエーテル(日本産業規格試薬特級)5 mLを入れた共せん付きフラスコに採る。この場合共せん付きフラスコは氷水中で冷却し、又冷却器の先端は共せん付きフラスコ中のエチルエーテルの液面下に浸すものとする。調製した溶液は密せんして冷蔵庫に保存し、1~2週間以内に用いる。

ケ—アセトン

日本産業規格試薬特級を用いる。

コ—ビス(2, 3-ジブロムプロピル)ホスフェイト標準品

ビス(2, 3-ジブロムプロピル)ホスフェイトを95%以上含む。

サ—ビス(2, 3-ジブロムプロピル)ホスフェイトのメチルエステル標準液

ビス(2, 3-ジブロムプロピル)ホスフェイト標準品50.0 mgを正確に量り採り、酢酸エチルで正確に100 mLとする。その1 mLを正確に採り、(1)イの場合と同様に操作して得られたアセトン溶液をビス(2, 3-ジブロムプロピル)ホスフェイトのメチルエステル標準液とする。用時調製する。

シ—ケイソウ主1

ガスクロマトグラフ用に精製したケイソウ主(標準網フルイ125~149 μm)を6 mol/L塩酸で2時間還流して洗い、次いで精製水で流出液が中性となるまで洗った後、アルコール性塩基で洗い、更に精製水で流出液が中性となるまで洗った後、乾燥し、メチルシリル化処理を施したもの。

ス—ケイソウ主2

ガスクロマトグラフ用に精製したケイソウ主(標準網フルイ149~177 μm)を6 mol/L塩酸で2時間還流して洗い、次いで精製水で流出液が中性となるまで洗った後、アルコール性塩基で洗い、更に精製水で流出液が中性となるまで洗った後、乾燥し、メチルシリル化処理を施したもの。

セ—6 mol/L塩酸

塩酸(日本産業規格試薬特級)を精製水で約2倍に薄めたものを用いる。

ソ—精製水

日本薬局方精製水を用いる。

タ—高純度窒素

日本産業規格の高純度窒素 2 級を用いる。

チ—水素

日本産業規格の水素 3 級を用いる。

ツ—1 mol/L 水酸化ナトリウム溶液

水酸化ナトリウム(日本産業規格試薬特級)40.0 g を精製水に溶かし、1,000 mL としたものを用いる。

テ—ビス(2-ブロムプロペン-2-イル)ホスフェイト標準品

ビス(2, 3-ジブロムプロピル)ホスフェイト 1 g を 1 mol/L 水酸化ナトリウム溶液 50 mL に溶かし、2 日間かき混ぜた後、塩酸を加えて酸性としベンゼン 50 mL で 3 回抽出する。ベンゼン抽出液に硫酸ナトリウム(無水)約 20 g を加えてよく振り混ぜた後、2 時間放置し、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)を用いてろ過し、ろ液をナス型フラスコに採る。硫酸ナトリウムをベンゼン 30 mL で洗い、洗液はろ液に合わせ、ロータリーエバポレーターを用いて 50°C でベンゼンを除去する。残留物を減圧デシケーター(シリカゲル)中に入れ一晩放置したものを用いる。

ト—ビス(2-ブロムプロペン-2-イル)ホスフェイトのメチルエステル標準液

ビス(2-ブロムプロペン-2-イル)ホスフェイト標準品 30.0 mg を正確に量り採り、酢酸エチルで正確に 100 mL とする。その 1 mL を正確に採り、(1)イの場合と同様に操作して得られたアセトン溶液をビス(2-ブロムプロペン-2-イル)ホスフェイトのメチルエステル標準液とする。用時調製する。

ヘキサクロルエポキシオクタヒドロエンドエキソジメタノナフタリン(別名デ ィルドリン)

1. 対象家庭用品

繊維製品のうち、おしめカバー、下着、寝衣、手袋、くつした、中衣、外衣、帽子、寝具
及び床敷物
家庭用毛糸

2. 試験法

(1) 試験溶液の調製

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0.50 gを正確に量り
採り200 mLのナス型フラスコに入れ、メタノール50 mL及び塩酸0.1 mLを加えた後、
還流抽出器を付け恒温水槽またはマントルヒーターを使用し、30分間煮沸還流する。こ
の液をガラスろ過器でろ過し、ろ液をロータリーエバポレーターを用いて50°C以下で2
~5 mLに濃縮する。これを10 mLにメタノールで定容し、その2 mLを50 mLの遠沈管に
正確に量り採る。次いで、10%塩化ナトリウム水溶液10 mL及びヘキサン4 mLを加え、
10分間激しく振り混ぜた後、1分間3,000回転で10分間遠心分離を行う。ヘキサン層1
mLを正確に分取し、あらかじめアセトン5 mL及びヘキサン10 mLで調製したプロピルス
ルホニルシリル化シリカゲルミニカラムに流し込み、ヘキサン4 mLで洗浄する。その後、
ミニカラムに10分間通気してカラム内に残存するヘキサンを除去し、酢酸エチル・メタ
ノール溶液5 mLで溶出する。溶出液を酢酸エチル・メタノール溶液で5 mLに正確に定
容したものを試料溶液とする。

(2) 試験

ガスクロマトグラフ質量分析計を用いる。試料溶液又は標準液をそれぞれ正確に1 mL
量り採り、内部標準液50 µLを加えた後、そこから1~2 µLを採り、次の操作条件で試
験を行う。このとき、それぞれ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、標準液のディルドリンのモニターイ
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、ディルドリンに相当す
るピーク面積の内部標準物質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ディルドリンのピーク面積の内部標準物質のピー
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あたりのディルドリン
の含有量を計算する。

試料1 gについてのディルドリン含有量(µg) = $K \times (R_t/R_s) \times (0.5/\text{試料採取量(g)})$
× 200

ただし、K: ディルドリン標準液の濃度(µg/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対象物質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 μ m 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 100°Cで1分間保持し、その後毎分10°Cで240°Cまで昇温した後、280°Cまで毎分5°Cで昇温し、280°Cに到達後、7分間保持する。

注入口温度 240°C

注入方法 スプリットレス又はスプリット

キャリアーガス 高純度ヘリウム、高純度窒素又は高純度水素を用いる。ディルドリンが約16~18分 (高純度水素使用時は約14~16分) で流出する流速に調整する。

モニターイオン 原則として「ディルドリン263」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 酢酸エチル

日本産業規格試薬特級を用いる。

イ メタノール

日本産業規格試薬特級を用いる。

ウ ヘキサン

日本産業規格試薬特級を用いる。

エ アセトン

日本産業規格試薬特級を用いる。

オ 塩酸

日本産業規格試薬特級を用いる。

カ 10%塩化ナトリウム水溶液

塩化ナトリウム（日本産業規格試薬特級）10 gを精製水に溶解させ100 mLに定容したもの。

キ 酢酸エチル・メタノール溶液

酢酸エチルとメタノールを等量混合したもの。

ク ディルドリン標準液

ディルドリンを10 mg正確に量り採り、酢酸エチルを加えて正確に10 mLとする。ここから1 mLを採り、酢酸エチルを加えて正確に10 mLとする。ここから1 mLを採り、酢酸エチル・メタノール溶液を加えて正確に10 mLとする。ここから1 mLを採り、

酢酸エチル・メタノール溶液を加えて正確に 10 mL とする。ここから 1.5 mL を採り、正確に酢酸エチル・メタノール溶液を加えて 10 mL としたものをディルドリン標準液とする。

ケ 内部標準液

内部標準物質として、そのモニターイオンが対象物質に含有される他の成分のフラグメントイオンとクロマトグラム上で重複しないようなものを選択する。フルオランテン-d₁₀、クリセン-d₁₂等を用いることができる。その 10 mg を正確に量り採り、酢酸エチルを加えて正確に 10 mL とする。ここから 1 mL を採り、酢酸エチルを加えて正確に 10 mL とする。ここから 1 mL を採り、酢酸エチルを加えて正確に 10 mL とする。ここから 1 mL を採り、酢酸エチルを加えて正確に 10 mL としたものを内部標準液とする。

コ プロピルスルホニルシリル化シリカゲルミニカラム

ポリプロピレン製のカラム管にプロピルスルホニルシリル化シリカゲル 1000 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。

サ 高純度ヘリウム

純度 99.999%以上のものを用いる。

シ 高純度窒素

純度 99.9995%以上のものを用いる。

ス 高純度水素

純度 99.9995%以上のものを用いる。

ベンゾ [a] アントラセン (1)

1. 対象家庭用品

クレオソート油を含有する家庭用の木材防腐剤及び木材防虫剤

2. 試験法

ジベンゾ [a, h] アントラセンの試験法(クレオソート油を含有する家庭用の木材防腐剤及び木材防虫剤に係るものに限る。)に従う。ただし、「ジベンゾ [a, h] アントラセン」とあるのは「ベンゾ [a] アントラセン」と、「278」とあるのは「228」と、「約 15~16 分」とあるのは「約 11~12 分」と読み替えるものとする。

改正なし

ベンゾ [a] アントラセン (2)

1. 対象家庭用品

クレオソート油及びその混合物で処理された家庭用の防腐木材及び防虫木材

2. 試験法

ジベンゾ [a, h] アントラセンの試験法(クレオソート油及びその混合物で処理された家庭用の防腐木材及び防虫木材に係るものに限る。)に従う。ただし、「ジベンゾ [a, h] アントラセン」とあるのは「ベンゾ [a] アントラセン」と、「278」とあるのは「228」と、「約 15～16 分」とあるのは「約 11～12 分」と読み替えるものとする。

改正なし

ベンゾ [a] ピレン (1)

1. 対象家庭用品

クレオソート油を含有する家庭用の木材防腐剤及び木材防虫剤

2. 試験法

ジベンゾ [a, h] アントラセンの試験法(クレオソート油を含有する家庭用の木材防腐剤及び木材防虫剤に係るものに限る。)に従う。ただし、「ジベンゾ [a, h] アントラセン」とあるのは「ベンゾ [a] ピレン」と、「278」とあるのは「252」と「約 15～16 分」とあるのは「約 13～14 分」と読み替えるものとする。

改正なし

ベンゾ [a] ピレン (2)

1. 対象家庭用品

クレオソート油及びその混合物で処理された家庭用の防腐木材及び防虫木材

2. 試験法

ジベンゾ [a, h] アントラセン試験法(クレオソート油及びその混合物で処理された家庭用の防腐木材及び防虫木材に係るものに限る。)に従う。ただし、「ジベンゾ [a, h] アントラセン」とあるのは「ベンゾ [a] ピレン」と、「278」とあるのは「252」と、「約 15~16 分」とあるのは「約 13~14 分」と読み替えるものとする。

改正なし

ホルムアルデヒド（１）

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、寝衣、手袋、くつした、中衣、外衣、帽子、寝具であって、出生後 24 月以内の乳幼児用のもの

2. 試験法

（１） 試験溶液の調製

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 2.50 g を 200 mL の共せんフラスコに正確に量り採り、精製水 100 mL を正確に加えた後、密せんし、40℃の水浴中で時々振り混ぜながら 1 時間抽出する。次に、この液をガラスろ過器（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）を用いて温時ろ過し、これを試験溶液とする。

（２） 試験

試験溶液及びホルムアルデヒド標準液を正確にそれぞれ 5.0 mL 採り、それぞれにアセチルアセトン試液 5.0 mL を加えて振り混ぜた後、40℃の水浴中で 30 分間加温し、30 分間放置する。それぞれの溶液について、精製水 5.0 mL にアセチルアセトン試液 5.0 mL を加えて同様に操作したものを対照として、層長 1 cm で 412～415 nm における吸収の極大波長で試験溶液に係る吸光度 A 及びホルムアルデヒド標準液に係る吸光度 A_s を測定する。また、別に試験溶液 5.0 mL を採り、アセチルアセトン試液の代わりに酢酸・酢酸アンモニウム緩衝液 5.0 mL を用いて同様に操作する。その溶液について、精製水 5.0 mL に酢酸・酢酸アンモニウム緩衝液 5.0 mL を加えて同様に操作したものを対照として、吸光度 A 及び A_s を測定したときと同じ波長における吸光度 A_o を測定する。このとき、 $A-A_o$ の値（吸光度差）を測定又は次式により試料 1 g についてのホルムアルデヒド溶出量を計算する。

試料 1 g についてのホルムアルデヒド溶出量 (μg) = $K \times ((A-A_o) / A_s) \times 100 \times (1/\text{試料採取量 (g)})$

ただし、K：ホルムアルデヒド標準液の濃度 ($\mu\text{g/mL}$)

（３） 確認試験

（２）において、 $A-A_o$ の値が 0.05 を超えたとき又はホルムアルデヒドの溶出量が試料 1 g あたり 16 μg を超えたときは、次のア又はイのいずれかの試験により、吸光度 A を測定した波長における吸収がホルムアルデヒドによるものであることを確認しなければならない。

ア ジメドン法

試験溶液 5.0 mL を共せん試験管に採り、ジメドン・エタノール溶液 1.0 mL を加えて振り混ぜ、40℃の水浴中で 10 分間加温し、更にアセチルアセトン試液 5.0 mL を加えて振り混ぜ、40℃の水浴中で 30 分間加温し、30 分間放置した後、試験溶液の代わりに精製水 5.0 mL を用いて同様に操作したものを対照として吸収スペクトルを測定するとき、波長 412~415 nm において、吸光度 A 及び A_s を測定した場合と同様の吸収スペクトルを示さないことを確認する。

イ 高速液体クロマトグラフ法

(2) によって得られた試験溶液にアセチルアセトン試液を加えた液及びホルムアルデヒド標準液にアセチルアセトン試液を加えた液をそれぞれ 10 μL 採り、次の操作条件で試験を行う。試験溶液にアセチルアセトン試液を加えた液のクロマトグラム上に、ホルムアルデヒド標準液にアセチルアセトン試液を加えた液におけるホルムアルデヒドアセチルアセトン反応生成物のピークと保持時間が一致するピークが存在するか確認する。

操作条件

カラム 内径 4.6 mm、長さ 150 mm のステンレス管に粒径 5 μm のオクタデシルシリル化シリカゲルを充填したものを用いる。

カラム温度 35℃

検出器 紫外可視検出器

検出波長 412~415 nm

移動相 アセトニトリル：精製水(15：85~20：80)

流速 毎分 1.0 mL

(4) 試薬、標準液等

ア 精製水

日本薬局方精製水を用いる。

イ ホルムアルデヒド標準液

(ア) ホルマリンの標定

ホルマリン(日本薬局方ホルマリン)約 1 g を精製水を入れたはかりびんで精密に量り、精製水を加えて正確に 100 mL とする。その 10mL を正確に量り採り、0.05 mol/L ヨウ素液(日本薬局方定量分析用標準液)50 mL を正確に加え、更に 1 mol/L 水酸化カリウム液(日本薬局方定量分析用標準液)20mL を加えた後、15 分間常温で放置する。更に希硫酸(日本薬局方試薬)15 mL を加え、過剰のヨウ素を 0.1 mol/L チオ硫酸ナトリウム液(日本薬局方定量分析用標準液)で滴定する(指示薬：日本薬局方デンプン試液)。別に精製水 10 mL を用いて同様の方法で空試験を行う。

ホルマリン中のホルムアルデヒド含有量 C(%) は次式により求める。

$$C(\%) = 1.5013 \times ((V_0 - V)F / 1,000) \times (100/10) \times (1/W) \times 100$$

ただし、

V_0 : 空試験における 0.1 mol/L チオ硫酸ナトリウム液の滴定量 (mL)

V : 本試験における 0.1 mol/L チオ硫酸ナトリウム液の滴定量 (mL)

F : 0.1 mol/L チオ硫酸ナトリウム液の力価

W : ホルマリンの採取量 (g)

(イ) ホルムアルデヒド標準液の調製

ホルマリン(日本薬局方ホルマリン)400/G g を正確に量り採り、精製水を加えて 100 mL とする。この溶液を用いて、10 mL を正確に採り、精製水で 10 倍量に希釈する操作を 5 回繰り返してホルムアルデヒド標準液とする。

ホルムアルデヒド標準液 1 mL = 0.4 μ g HCHO

ウ アセチルアセトン試液

酢酸アンモニウム(日本産業規格試薬特級)150 g に適量の精製水を加えて溶かし、氷酢酸(日本産業規格試薬特級)3 mL 及びアセチルアセトン(日本産業規格試薬特級)2 mL を加え、更に精製水を加えて 1,000 mL としたものをを用いる。用時調製する。

エ ジメドン・エタノール溶液

ジメドン(日本産業規格試薬特級)1 g にエタノール(日本薬局方エタノール)を加えて溶かし、100 mL としたものをを用いる。用時調製する。

オ 酢酸・酢酸アンモニウム緩衝液

酢酸アンモニウム(日本産業規格試薬特級)150 g に適量の精製水を加えて溶かし、氷酢酸(日本産業規格試薬特級)3 mL を加え、更に精製水を加えて 1,000 mL としたものをを用いる。

改正なし

ホルムアルデヒド（２）

1. 対象家庭用品

繊維製品のうち、下着、寝衣、手袋及びくつした（出生後 24 月以内の乳幼児用のものを除く。）、たび並びにかつら、つけまつげ、つけひげ又はくつしたために使用される接着剤

2. 試験法

（１） 試験溶液の調製

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、その約 1 g を 200 mL の共せんフラスコに精密に量り採り、精製水 100 mL を正確に加えた後、密せんし、40°C の水浴中で時々振り混ぜながら 1 時間抽出する。次に、この液をガラスろ過器（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）を用いて温時ろ過し、試験溶液とする。

イ 接着剤の場合

試料約 2 g を水蒸気蒸留装置のフラスコに精密に量り採り、精製水 50 mL 及びリン酸溶液 3 mL を加えた後、受器に精製水 10~20 mL を入れ冷却器のアダプターが精製水に浸るようにして水蒸気蒸留を行う。留液が 190 mL になったとき、蒸留をやめ、精製水を加えて正確に 200 mL とし、試験溶液とする。

（２） 試験

試験溶液及びホルムアルデヒド標準液を正確にそれぞれ 5.0 mL 採り、それぞれにアセチルアセトン試液 5.0 mL を加えて振り混ぜた後、40°C の水浴中で 30 分間加温し、30 分間放置する。それぞれの溶液について、精製水 5.0 mL にアセチルアセトン試液 5.0 mL を加えて同様に操作したものを対照として、層長 1 cm で 412~415 nm における吸収の極大波長で試験溶液に係る吸光度 A 及びホルムアルデヒド標準液に係る吸光度 A_s を測定する。また、別に試験溶液 5.0 mL を採り、アセチルアセトン試液の代わりに酢酸・酢酸アンモニウム緩衝液 5.0 mL を用いて同様に操作する。その溶液について、精製水 5.0 mL に酢酸・酢酸アンモニウム緩衝液 5.0 mL を加えて同様に操作したものを対照として、吸光度 A 及び A_s を測定したときと同じ波長における吸光度 A_o を測定する。このとき、次式により試料 1 g についてのホルムアルデヒド溶出量を計算する。

試料 1 g についてのホルムアルデヒド溶出量 (μg) = $K \times ((A - A_o) / A_s) \times E \times (1 / \text{試料採取量 (g)})$

ただし、

K : ホルムアルデヒド標準液の濃度 ($\mu\text{g/mL}$)

E : 繊維製品にあつては 100 とし、接着剤にあつては 200 とする。

ホルムアルデヒドの溶出量が試料 1 g あたり 75 μ g を超えたときは、次の試験により、吸光度 A を測定した波長における吸収がホルムアルデヒドによるものであることを確認しなければならない。

試験溶液 5.0 mL を共せん試験管に採り、ジメドン・エタノール溶液 1.0 mL を加えて振り混ぜ、40°Cの水浴中で 10 分間加温し、更にアセチルアセトン試液 5.0 mL を加えて振り混ぜ、40°Cの水浴中で 30 分間加温し、30 分間放置した後、試験溶液の代わりに精製水 5.0 mL を用いて同様に操作したものを対照として吸収スペクトルを測定するとき、波長 412~415 nm において、吸光度 A 及び A_s を測定した場合と同様の吸収スペクトルを示さないことを確認する。

(3) 試薬、標準液等

ア 精製水

日本薬局方精製水を用いる。

イ リン酸溶液

リン酸(日本産業規格試薬特級) 5 g を採り、精製水を加えて 25 mL としたものをを用いる。

ウ ホルムアルデヒド標準液

(ア) ホルマリンの標定

ホルマリン(日本薬局方ホルマリン)約 1 g を精製水を入れたはかりびんで精密に量り、精製水を加えて正確に 100 mL とする。その 10 mL を正確に量り採り、0.05 mol/L ヨウ素液(日本薬局方定量分析用標準液) 50 mL を正確に加え、更に 1 mol/L 水酸化カリウム液(日本薬局方定量分析用標準液) 20 mL を加えた後、15 分間常温で放置する。更に希硫酸(日本薬局方試薬) 15 mL を加え、過剰のヨウ素を 0.1 mol/L チオ硫酸ナトリウム液(日本薬局方定量分析用標準液)で滴定する(指示薬: 日本薬局方デンプン試液)。別に精製水 10 mL を用いて同様の方法で空試験を行う。

ホルマリン中のホルムアルデヒド含有量 C(%) は次式により求める。

$C(\%) = 1.5013 \times ((V_0 - V)F / 1,000) \times (100/10) \times (1/W) \times 100$ ただし、

V_0 : 空試験における 0.1 mol/L チオ硫酸ナトリウム液の滴定量(mL)

V : 本試験における 0.1 mol/L チオ硫酸ナトリウム液の滴定量(mL)

F : 0.1 mol/L チオ硫酸ナトリウム液の力価

W : ホルマリンの採取量(g)

(イ) ホルムアルデヒド標準液の調製

ホルマリン(日本薬局方ホルマリン) 400/C g を正確に量り採り、精製水を加えて 100 mL とする。この溶液を用いて、10 mL を正確に採り、精製水で 10 倍量に希釈する操作を 4 回繰り返してホルムアルデヒド標準液とする。

ホルムアルデヒド標準液 1 mL = 4 μ g HCHO

エ アセチルアセトン試液

酢酸アンモニウム(日本産業規格試薬特級)150 g に適量の精製水を加えて溶かし、氷酢酸(日本産業規格試薬特級)3 mL 及びアセチルアセトン(日本産業規格試薬特級)2 mL を加え、更に精製水を加えて1,000 mL としたものをを用いる。用時調製する。

オ ジメドン・エタノール溶液

ジメドン(日本産業規格試薬特級)1 g にエタノール(日本薬局方エタノール)を加えて溶かし、100 mL としたものをを用いる。用時調製する。

カ 酢酸・酢酸アンモニウム緩衝液

酢酸アンモニウム(日本産業規格試薬特級)150 g に適量の精製水を加えて溶かし、氷酢酸(日本産業規格試薬特級)3 mL を加え、更に精製水を加えて1,000 mL としたものをを用いる。

改正なし

メタノール

1. 対象家庭用品

家庭用エアゾール製品

2. 試験法

(1) 試験溶液の調製

200 mL のフラスコを氷冷し、ドラフト内で内容物をフラスコ内に噴出させ試料とする。試料 0.50 g をメスフラスコに正確に量り採り、乳酸エチルを加えて正確に 50 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。試験溶液又は標準液 5 mL を 20 mL 容ヘッドスペースバイアルに正確に量り採り、内部標準液 50 μ L を加えた後、ポリテトラフルオロエチレン及びシリコンからなるセプタム付きキャップで密栓する。これらを穏やかに降り混ぜながら 30 分間加温後、ヘッドスペースガスを正確に 1 mL 採り、次の操作条件で試験を行う。このとき、加温する温度は 30°C から 45°C の範囲で設定した一定の温度とし、試験溶液と標準液は同一温度で加温する。

試験溶液を測定し、得られたクロマトグラム上で、標準液のメタノール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、メタノールに相当するピーク面積のメタノール重水素化物のピーク面積に対する比 (R_t) 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メタノールのピーク面積のメタノール重水素化物のピーク面積に対する比 (R_s) を求める。このとき、次式により試料中のメタノールの含有量を計算する。

$$\text{メタノール含有量 (w/w\%)} = K \times (R_t/R_s) \times (0.5/\text{試料採取量 (g)}) \times 100$$

ただし、K: メタノール標準液の濃度 (w/v%)

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対象物質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 0.32 mm、長さ 60 m、膜厚 1.8 μ m の 6%シアノプロピルフェニル/94%ジ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 35°C で 5 分間保持し、その後毎分 5°C で 120°C まで昇温した後、200°C まで毎分 20°C で昇温し、200°C に到達後、10 分間保持する。

注入口温度 200°C

注入方法 スプリットレス又はスプリット

キャリアーガス 高純度ヘリウム、高純度窒素又は高純度水素を用いる。メタノールが約 4~6 分 (高純度水素使用時は約 3~5 分) で流出する流速に調整する。

モニターイオン 原則として「メタノール 31 及びメタノール重水素化物 33」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 乳酸エチル

次の試験に適合する乳酸エチルを用いる。

乳酸エチル 5 mL を 20 mL 容ヘッドスペースバイアルに正確に量り採り、(2) 試験に準じて試験を行うとき、クロマトグラム上にメタノールのピークを認めてはならない。

イ メタノール標準液

メタノール 1.0 g を正確に量り採り、乳酸エチルを加えて正確に 20 mL とする。ここから 1 mL を採り、乳酸エチルを加えて正確に 10 mL とする。ここから 1 mL を採り、乳酸エチルを加えて正確に 10 mL としたものをメタノール標準液とする。

ウ 内部標準液

メタノールのメチル基の水素が全て重水素に置換しているメタノール重水素化物 0.50 g を正確に量り採り、乳酸エチルを加えて正確に 10 mL としたものを内部標準液とする。

エ 高純度ヘリウム

純度 99.999%以上のものを用いる。

オ 高純度窒素

純度 99.9995%以上のものを用いる。

カ 高純度水素

純度 99.9995%以上のものを用いる。

有機水銀化合物

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

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つたもの)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、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。

(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。

試料 1 g についての水銀の含有量 (μg) = $K \times (A/A_s) \times (1/\text{試料採取量 (g)})$

ただし、K: 水銀標準液 1 mL 中の水銀量 (μg)

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。

試料 1 g についての水銀の含有量 (μg) = $K \times (A/A_s) \times (1/\text{試料採取量 (g)})$

ただし、 K : 水銀標準液 1 mL 中の水銀量 (μg)

(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

0.5 mol/L 塩酸試液(日本薬局方試液)を四塩化炭素で 4 回洗ったものを用いる。

ウ 四塩化炭素

日本産業規格試薬特級を用いる。

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用いる。

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用いる。

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

改正なし