

令和5年度 第3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	参考 資料3
2024（令和6年）年2月15日	

防災加工剤を含有する家庭用品の試験法の改正（案）

新	旧
<p style="text-align: center;">トリス(2, 3-ジブロムプロピル)ホスフェイト</p> <p>1. 対象家庭用品 (略)</p> <p>2. 試験法</p> <p>(1) 試験溶液の調製</p> <p><u>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℃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℃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</u></p>	<p style="text-align: center;">トリス(2, 3-ジブロムプロピル)ホスフェイト</p> <p>1. 対象家庭用品 (略)</p> <p>2. 試験法</p> <p>(1) 試験溶液の調製</p> <p><u>ア 抽出</u></p> <p><u>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℃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。</u></p> <p><u>イ 精製</u></p> <p><u>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、</u></p>

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 μ L 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

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

一ク面積の 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 × (Rt/Rs) × (0.5 / 試料採取量 (g)) × 10

ただし、K: 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。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

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 μm 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。

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 μ L を

(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

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 重水素化合物を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。

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

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を。

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を。

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。

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

(略)

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 μ L、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、

(略)

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 1 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

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℃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 μ L 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

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 回繰返し、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℃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℃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

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 × (Rt/Rs) × (0.5/試料採取量 (g)) × 10

ただし、K: 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

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 μm 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 を充填したものをを用いる。

注入方式 スプリットレス

キャリアガス 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) 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、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

<p>(3) 試薬、標準液等</p> <p>ア <u>メタノール</u> 日本産業規格試薬特級を用いる。</p> <p>イ <u>酢酸エチル</u> 日本産業規格試薬特級を用いる。</p> <p>ウ <u>塩酸</u> 日本産業規格試薬特級を用いる。</p> <p>エ <u>アセトン</u></p>	<p>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。</p> <p>イ <u>試験</u> 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 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。</p> <p>(4) 試薬、標準液等</p> <p>ア <u>メタノール</u> 日本産業規格試薬特級を用いる。</p> <p>イ <u>塩酸</u> 日本産業規格試薬特級を用いる。</p> <p>ウ <u>エタノール</u> 日本産業規格試薬特級を用いる。</p> <p>エ 1 mol/L 炭酸水素ナトリウム溶液</p>
--	--

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

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スルホンアミド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。

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。

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。

ス 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。

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

	<p><u>を用いる。</u></p> <p><u>ソ 精製水</u> <u>日本薬局方精製水を用いる。</u></p> <p><u>タ 高純度窒素</u> <u>日本産業規格の高純度窒素 2 級を用いる。</u></p> <p><u>チ 水素</u> <u>日本産業規格の水素 3 級を用いる。</u></p> <p><u>ツ 1 mol/L 水酸化ナトリウム溶液</u> <u>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 としたものをを用いる。</u></p> <p><u>テ ビス(2-ブロムプロペン-2-イル)ホスフェイト標準品</u> <u>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を用いる。</u></p> <p><u>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</u></p>
--	---

	<p><u>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。</u></p>
--	---