

特定芳香族アミンを生ずるおそれのある染料を含有する家庭用品の  
試験方法フローチャート

繊維製品: 4-アミノビフェニル他22物質(4-アミノアゾベンゼン以外)

分散染料が使用されていない繊維製品

分散染料が使用されている繊維製品

細切した試料1.0gを反応容器に量り採る

2 mlメタノールを加える

70°Cのクエン酸緩衝液(pH=6.0)を15 ml加える

70±2°Cで30分間加温

還元処理

亜ジチオン酸ナトリウム水溶液を3 ml加える

70±2°Cで30分間保温

30分経過後室温まで冷却(2分以内)

水酸化ナトリウム水溶液を0.2 ml加える

珪藻土カラムに注ぎ15分間吸着させる

MTBEを10 ml反応容器に入れ、15分後に試料残さと共にカラム上部へ移し、溶出液を集める

抽出

さらにMTBE 10 mlで反応容器を洗浄し珪藻土カラムに注ぐ

MTBE 60 mlを珪藻土カラムに注ぐ

溶出液を濃縮し、2~10 mlに定容した後、GC/MSにて測定する

対象アミン標準溶液及び試験溶液をそれぞれ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、試験を行う。

得られたクロマトグラム上で、標準溶液の対象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、対象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、標準液において得られたクロマトグラム上での対象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についての対象アミンの量は、30 µg以下でなければならない。

試料1 gについての対象アミン含有量(µg)= $K \times (Rt/Rs) \times 10 \times (1/\text{試料採取量}(g))$

ただし、K: 対象アミン標準液の濃度(µg/ml)

繊維からの抽出

細長い短冊状の試料1.0gを下記の図のように還流装置内に設置する

25 ml以上のクロロベンゼンを加えて加温し、30分間還流抽出を行う

還流抽出後、室温まで冷却する

試料溶液を少量の残さになるまで濃縮し、1 mlメタノールで2回に分けて超音波浴で分散させながら反応容器に移す

還流装置から試料を取り出し

- ・完全に脱色  
→ 試料を破棄
- ・脱色が完全でない  
→ 試料をn-ペンタンまたはMTBEで洗浄した後に細切し反応容器に入れる

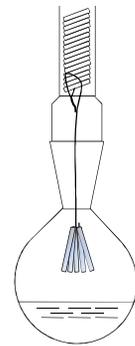


図 設置例

基準値以上の対象アミンが検出された場合には、GC/MSのスクリーンモードで対象アミンのマスペクトルを確認すると共に、別途、HPLC法により確認試験を行う

→

## 繊維製品: 4-アミノアゾベンゼン

\* 追加試験のみ記載(アニリンまたは1,4-フェニレンジアミンが一定濃度以上の時)

### 分散染料が使用されていない繊維製品

### 分散染料が使用されている繊維製品

#### 繊維からの抽出

細長い短冊状の試料1.0gを下記の図のように還流装置内に設置する

25 ml以上のクロロベンゼンを加えて加温し、30分間還流抽出を行う

還流抽出後、室温まで冷却する

試料溶液を少量の残さになるまで濃縮し、1 mlメタノールで2回に分けて超音波浴で分散させながら反応容器に移す

還流装置から試料を取り出し

- ・完全に脱色  
→ 試料を破棄
- ・脱色が完全でない  
→ 試料をn-ペンタンまたはMTBEで洗浄した後に細切し反応容器に入れる

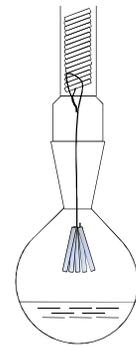


図 設置例

細切した試料1.0gを反応容器に量り採る

7 mlメタノールを加える

2%水酸化ナトリウム水溶液9 ml  
および亜ジチオン酸ナトリウム水  
溶液1mlを加える

40±2°Cで30分間加温

還元処理

30分経過後室温まで冷却(1分以内)

MTBEで調製された内部標準溶液 5 mlおよ  
び塩化ナトリウム7 gを加える

1秒間に約5回の速度で45分間水  
平振とうする  
(冷却から振とうまで5分以内)

抽出

振とう終了後、MTBE層を試験溶液として  
GC/MSにて測定する

4-アミノアゾベンゼン標準溶液及び試験溶液をそれぞれ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、試験を行う。

得られたクロマトグラム上で、標準溶液の4-アミノアゾベンゼ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、対象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、標準液において得られたクロマトグラム上での4-アミノアゾベンゼ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4-アミノアゾベンゼンの量は、30 µg以下でなければならない。

試料1 gについての4-アミノアゾベンゼン含有量(µg)=K×(Rt/Rs)  
×5×(1/試料採取量(g))

ただし、K: 4-アミノアゾベンゼン標準液の濃度(µg/ml)

基準値以上の対象アミンが検出された場合には、GC/MSのスクリーンモードで対象アミンのマススペクトルを確認すると共に、別途、HPLC法により確認試験を行う

# 革製品: 4-アミノビフェニル他22物質(4-アミノアゾベンゼン以外)

## 還元処理

70°Cのクエン酸緩衝液(pH=6.0)を17 ml加える

70±2°Cで25分間加温

亜ジチオン酸ナトリウム水溶液を1.5 ml加える

70±2°Cで10分間加温

亜ジチオン酸ナトリウム水溶液を1.5 ml加える

70±2°Cで10分間加温

30分経過後室温まで冷却(2分以内)

珪藻土カラムに注ぎ15分間吸着させる

MTBEを5 mlおよび1 mlの水酸化ナトリウム・メタノール溶液を反応容器に入れ、振とう後に珪藻土カラムに注ぐ

## 抽出

15 mlのMTBEを反応容器に入れ反応溶液と試料残さを洗浄し、珪藻土カラムに注ぎ、溶出液を集める

20 mlのMTBEを反応容器に入れ反応溶液と試料残さを洗浄し、珪藻土カラムに注ぐ

MTBE 40 mlを珪藻土カラムに注ぐ

溶出液を濃縮し、2~10 mlに定容した後、GC/MSにて測定する

対象アミン標準溶液及び試験溶液をそれぞれ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、試験を行う。

得られたクロマトグラム上で、標準溶液の対象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、対象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、標準液において得られたクロマトグラム上での対象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についての対象アミンの量は、30 µg以下でなければならない。

試料1 gについての対象アミン含有量(µg)= $K \times (Rt/Rs) \times 10 \times (1/\text{試料採取量}(g))$

ただし、K: 対象アミン標準液の濃度(µg/ml)

## 試料の脱脂

革試料を1 mm平方以下に細切する

1.0 gの試料を反応容器に量り採る

n-ヘキサン20 mlを入れ、40°Cで20分間超音波処理を行う

ヘキサンを除去し、もう一度n-ヘキサンで超音波処理を行う

ヘキサンを除去した後、反応容器の口を開けた状態で、局所排気装置内で一晩放置

基準値以上の対象アミンが検出された場合には、GC/MSのスクリーンモードで対象アミンのマスペクトルを確認すると共に、別途、HPLC法により確認試験を行う

→

## 革製品: 4-アミノアゾベンゼン

\* 追加試験のみ記載(アニリンまたは1,4-フェニレンジアミンが一定濃度以上の時)

### 試料の脱脂

革試料を1 mm平方以下に細切する

1.0 gの試料を反応容器に量り採る

n-ヘキサン20 mlを入れ、40°Cで20分間超音波処理を行う

ヘキサンを除去し、もう一度n-ヘキサンで超音波処理を行う

ヘキサンを除去した後、反応容器の口を開けた状態で、局所排気装置内で一晩放置

### 還元処理

水酸化ナトリウム水溶液9 mlおよび亜ジチオン酸ナトリウム水溶液1 mlを加える

40±2°Cで30分間加温

30分経過後室温まで冷却(1分以内)

MTBEで調製された内部標準溶液 5 mlおよび塩化ナトリウム7 gを加える

1秒間に約5回の速度で45分間水平振とうする  
(冷却から振とうまで5分以内)

### 抽出

振とう終了後、MTBE層を試験溶液としてGC/MSにて測定する

4-アミノアゾベンゼン標準溶液及び試験溶液をそれぞれ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、試験を行う。  
得られたクロマトグラム上で、標準溶液の4-アミノアゾベンゼ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、対象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、標準液において得られたクロマトグラム上での4-アミノアゾベンゼ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4-アミノアゾベンゼンの量は、30 µg以下でなければならない。

試料1 gについての4-アミノアゾベンゼン含有量(µg)= $K \times (Rt/Rs) \times 5 \times (1/\text{試料採取量}(g))$   
ただし、K: 4-アミノアゾベンゼン標準液の濃度(µg/ml)

基準値以上の対象アミンが検出された場合には、GC/MSのスクリーンモードで対象アミンのマスペクトルを確認すると共に、別途、HPLC法により確認試験を行う