

改正案	現 行
<p>第3 器具及び容器包装</p> <p>A 器具若しくは容器包装又はこれらの原材料一般の規格（略）</p> <p>B 器具又は容器包装一般の試験法 次に示すもの以外は、第2 添加物の部B 一般試験法の項に示すものを用いる。<u>規定の方法に代わる方法で、それが規定の方法以上の精度のある場合は、その方法を用いることができる。ただし、その結果について疑いのある場合は、規定の方法で最終の判定を行う。</u></p> <p>1 過マンガン酸カリウム消費量試験 過マンガン酸カリウム消費量試験法は、所定の方法によつて試料から水に移行する物質中に存在している過マンガン酸カリウムによつて酸化される物質の量を測定する試験法である。 操作法 三角フラスコに水100ml、硫酸(1 3)5ml及び0.002mol/l過マンガン酸カリウム溶液5mlを入れ、5分間煮沸した後、液を捨て水で洗う。この三角フラスコに試験溶液100mlを採り、硫酸(1 3)5mlを加え、更に0.002mol/l過マンガン酸カリウム溶液10mlを加え、加熱して5分間煮沸する。次いで、加熱をやめ、直ちに0.005mol/lシュウ酸ナトリウム溶液10mlを加えて脱色した後、0.002mol/l過マンガン酸カリウム溶液で微紅色が消えずに残るまで滴定する。 別に同様な方法で空試験を行い、次式により過マンガン酸カリウム消費量を求める。 過マンガン酸カリウム消費量(μg/ml) = $\frac{(a - b) \times 0.316 \times f \times 1,000}{100}$ ただし、a：本試験の0.002mol/l過マンガン酸カリウム溶液の滴定量(ml) b：空試験の0.002mol/l過マンガン酸カリウム溶液の滴定量(ml) f：0.002mol/l過マンガン酸カリウム溶液のファクター</p> <p>2 強度等試験法（略）</p> <p>3 原子吸光光度法 原子吸光光度法は、光が原子蒸気層を通過するとき基底状態の原子が特有波長の光を吸収する現象を利用し、試験溶液中の被検元素量の濃度を測定する方法である。 装置 通例、光源部、試料原子化部、分光部、測光部及び表示記録部からなる。光源部には中空陰極ランプを用いる。試料原子化部はフレイム方式ではバーナー及びガス流量調節器、電気加熱方式は電気加熱炉及び電源部からなる。分光部には回折格子又は干渉フィルターを用いる。測光部は検出器及び信号処理系からなる。表示記録部にはディスプレイ、記録装置等がある。</p> <p>標準溶液</p>	<p>第3 器具及び容器包装</p> <p>A 器具若しくは容器包装又はこれらの原材料一般の規格（略）</p> <p>B 器具又は容器包装一般の試験法 次に示すもの以外は、第2 添加物の部B 一般試験法の項に示すものを用いる。</p> <p>1 過マンガン酸カリウム消費量試験法 過マンガン酸カリウム消費量試験法は、所定の方法によつて試料から水に移行する物質中に存在している過マンガン酸カリウムによつて酸化される物質の量を測定する試験法である。 操作法 三角フラスコに水100ml、硫酸(1 3)5ml及び0.002mol/l過マンガン酸カリウム溶液5mlを入れ、5分間煮沸した後、液を捨て水で洗う。この三角フラスコに試験溶液100mlを採り、硫酸(1 3)5mlを加え、更に0.002mol/l過マンガン酸カリウム溶液10mlを加え、加熱して5分間煮沸する。次いで、加熱をやめ、直ちに0.01mol/lシュウ酸ナトリウム溶液10mlを加えて脱色した後、0.002mol/l過マンガン酸カリウム溶液で微紅色が消えずに残るまで滴定する。 別に同様な方法で空試験を行い、次式により過マンガン酸カリウム消費量を求める。 過マンガン酸カリウム消費量(ppm) = $\frac{((a - b) \times 1,000)}{100} \times 0.316$ ただし、a：本試験の0.002mol/l過マンガン酸カリウム溶液の滴定量(ml) b：空試験の0.002mol/l過マンガン酸カリウム溶液の滴定量(ml)</p> <p>2 強度等試験法（略）</p> <p>3 原子吸光光度法 原子吸光光度法は、光が原子蒸気層を通過するとき基底状態の原子が特有波長の光を吸収する現象を利用し、試験溶液中の被検元素量の濃度を測定する方法である。<u>ここではフレイム方式(直接噴霧法)を用いる。</u> 装置 通例、光源部、試料原子化部、分光部及び測光部からなる。光源部には中空陰極ランプを用いる。試料原子化部はバーナー及びガス流量調節器からなる。分光部には回折格子又はプリズムを用いる。測光部は検出器、指示計器等からなる。</p> <p>標準溶液</p>

別段の規定があるもののほか、被検元素に対応する標準溶液を用いる。

操作法

別に規定するもののほか、次のいずれかを用いる。

(1)フレイム方式 光源ランプ(被検元素に対応した中空陰極ランプを用いる。)を点灯させ、分光器を被検元素に対応する分析波長に合わせる。適当な電流値とスリット幅に設定し、ガス(アセチレンガス又は水素を用いる。)に点火した後、ガス及び圧縮空気の流量を調節し、溶媒をフレイム中に噴霧してゼロ合わせを行う。次に試験溶液又は被検元素の標準溶液をフレイム中に噴霧し、その吸光度を測定する。

(2)電気加熱方式 光源ランプ(被検元素に対応した中空陰極ランプを用いる。)を点灯させ、分光器を被検元素に対応する分析波長に合わせた後、適当な電流値とスリット幅に設定する。次に試験溶液又は被検元素の標準溶液の一定量を電気加熱炉に注入し、適当な流量のフローガスを流し、適当な温度、時間、加熱モードで乾燥させ、灰化させたのち原子化させ、その吸光度を測定する。

吸光度の測定において、亜鉛は213.9nm、アンチモンは217.6nm、カドミウムは228.8nm、ゲルマニウムは265.2nm、鉛は283.5nm、バリウムは553.6nmの波長を用いる。

試験溶液の吸光度は、被検元素の標準溶液を用いて試験溶液の場合と同様に操作して得られた吸光度より大きくてはならない。

4 重金属試験法(追加)

重金属試験法は、試料から溶出してくる重金属の許容される限量を試験する方法である。この試験における重金属とは、酸性において硫化ナトリウム試液によって暗色を呈する金属性物質をいい、その量は、鉛(Pb)の量として表す。

操作法

試験溶液20mlを比色管に採り水を加えて50mlとする。別に鉛標準溶液(重金属試験用)2mlを比色管に採り、浸出用液20ml及び水を加えて50mlとし、比較標準液とする。両液に硫化ナトリウム試液2滴ずつを加えてよく混和し、5分間放置した後、両管を白色を背景として上方及び側方から観察するとき、試験溶液の呈する色は比較標準液の呈する色より濃くしてはならない。ただし、浸出用液が水の場合には、試験溶液及び鉛標準溶液に4%酢酸5mlずつ加えたのち、水を加えて50mlとする。

5 蒸発残留物試験法

蒸発残留物試験法は、所定の方法によって試料より浸出用液に移行する物質の量を測定する試験である。

操作法

別段の規定があるもののほか、次の表の第1欄に掲げる食品と接触して使用する器具又は容器包装はそれぞれ第2欄に掲げる溶媒を浸出用液として用いて作った試験溶液について、次の試験を行う。

別段の規定があるもののほか、亜鉛標準原液、カドミウム標準原液、鉛標準原液又はバリウム標準原液をそれぞれ亜鉛標準溶液(原子吸光光度法用)、カドミウム標準溶液、鉛標準溶液(原子吸光光度法用)又はバリウム標準溶液(原子吸光光度法用)として用いる。

操作法

光源ランプ(亜鉛の試験にあつては亜鉛中空陰極ランプを、カドミウムの試験にあつてはカドミウム中空陰極ランプを、鉛の試験にあつては鉛中空陰極ランプを、バリウムの試験にあつてはバリウム中空陰極ランプを用いる。)を点灯させ、適当な電圧値に調節する。ガス(アセチレンガス又は水素に限る。)に点火した後、ガス及び圧縮空気の流量を調節する。次に試験溶液の一部をそれぞれフレイム中に噴霧し、亜鉛の試験にあつては波長213.9nmで、カドミウムの試験にあつては波長228.8nmで、鉛の試験にあつては波長283.5nmで、バリウムの試験にあつては波長553.6nmで吸光度を測定するとき、試験溶液の吸光度は、それぞれ亜鉛標準溶液(原子吸光光度法用)、カドミウム標準溶液、鉛標準溶液(原子吸光光度法用)又はバリウム標準溶液(原子吸光光度法用)を用いて試験溶液の場合と同様に操作して得られた吸光度より大きくてはならない。

4 蒸発残留物試験法

蒸発残留物試験法は、所定の方法によって試料より浸出用液に移行する物質の量を測定する試験である。

操作法

別段の規定があるもののほか、次の表の第1欄に掲げる食品の容器包装はそれぞれ第2欄に掲げる溶媒を浸出用液として用いて作った試験溶液について、器具は4%酢酸を浸出用液として用いて作った試験溶液について、次の試験を行う。

表 (別紙 1 参照)

試験溶液200～300ml(ヘプタンを浸出用液とした場合は、試験溶液200～300mlをナス型フラスコに移し、減圧濃縮して数mlとしたその濃縮液及びそのフラスコをヘプタン約5mlずつで2回洗った洗液)を、あらかじめ105°で乾燥した重量既知の白金製、石英製又は耐熱ガラス製の蒸発皿に採り、水浴上で蒸発乾固する。次いで、105°で2時間乾燥した後、デシケーター中で放冷する。冷後、秤ひょう量して蒸発皿の前後の重量差a(mg)を求め、次式により蒸発残留物の量を求める。

蒸発残留物($\mu\text{g/ml}$) = $((a - b) \times 1,000) / \text{試験溶液の採取量(ml)}$

ただし、b: 試験溶液と同量の浸出用液について得た空試験値(mg)

6 添加剤試験法

アミン類 (略)

アンチモン (削除)

クレゾールリン酸エステル

(1) 定性試験

試験溶液及びクレゾールリン酸エステル標準溶液をそれぞれ20 μl ずつ用いて、次の操作条件で液体クロマトグラフィーを行い、試験溶液の液体クロマトグラム¹のピークの検出時間とクレゾールリン酸エステル標準溶液の液体クロマトグラム¹のピークの検出時間を比較する。

操作条件

カラム充てん剤 フェニル化シリカゲルを用いる。

カラム管 内径4.6mm、長さ250mmのステンレス管を用いる。

カラム温度 50°

検出器 紫外外部吸光光度計を用い、波長264nmで操作する。

移動相 アセトニトリル及び水の混液(2:1)を用いる。クレゾールリン酸エステルが約9分で流出する流速に調整する。

表

試験溶液200～300ml(n-ヘプタンを浸出用液とした場合は、試験溶液200～300mlをナス型フラスコに移し、減圧濃縮して数mlとしたその濃縮液及びそのフラスコをn-ヘプタン約5mlずつで2回洗ったその洗液)を、あらかじめ105°で乾燥した重量既知の白金製又は石英製の蒸発皿に採り、水浴上で蒸発乾固する。次いで、105°で2時間乾燥した後、デシケーター中で放冷する。冷後、秤ひょう量して蒸発皿の前後の重量差a(mg)を求め、次式により蒸発残留物の量を求める。

蒸発残留物(ppm) = $((a - b) \times 1,000) / \text{試験溶液の採取量(ml)}$

ただし、b: 試験溶液と同量の浸出用液について得た空試験値(mg)

5 添加剤試験法

アミン類 (略)

アンチモン

試験溶液200mlを分解フラスコに採り、硫酸5mlを加え、白煙が発生するまで加熱濃縮する。冷後、液が澄明となるまで過酸化水素を一滴ずつ約1～2ml加え、白煙が発生するまで加熱濃縮する。このとき、液が着色するようであればこの操作を繰り返す。冷後、少量の水を加えて50mlのメスフラスコに移し、ヨード・Lアスコルビン酸試液10ml及び水を加えて50mlとする。別に4%酢酸を用いて試験溶液と同様に操作して得られた溶液を対照とし、波長330nmで吸光度を測定するとき、試験溶液の吸光度は、アンチモン比色標準溶液の吸光度より大きくてはならない。

クレゾールリン酸エステル

(1) 定性試験

試験溶液及びクレゾール標準溶液をそれぞれ5 μl ずつ用いて、次の操作条件でガスクロマトグラフィーを行い、試験溶液のガスクロマトグラムのピークの検出時間とクレゾール標準溶液のガスクロマトグラムのピークの検出時間を比較する。

操作条件1

カラム担体 ガスクロマトグラフ用ケイソウ土(標準網ふるい149～177 μm)を用いる。

カラム充てん剤 カラム担体に対してトリキシレニルホスフェイトを10%及びリン酸を0.5%含ませる。

カラム管 内径3～4mm、長さ3mのステンレス管又はガラス管を用いる。

カラム温度 140°

試験溶液注入口温度 220°

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

キャリアーガス 窒素を用いる。m クレゾールが約10分で流出する流速に調節する。

操作条件2

カラム担体 ガスクロマトグラフ用ケイソウ土(標準網ふるい149～177 μm)を用いる。

カラム充てん剤 カラム担体に対してガスクロマトグラフ用変性ラノリンを10%含ませる。

(2) 定量試験

(1) 定性試験において試験溶液の液体クロマトグラムのピークの検出時間がクレゾールリン酸エステル標準溶液の液体クロマトグラムのピークの検出時間と一致するときは次の試験を行う。

(1) 定性試験の操作条件の下に得られた試験結果を基とし、試験溶液中のクレゾールリン酸エステルのピーク面積を測定するとき、その面積は、クレゾールリン酸エステル標準溶液のピーク面積より大きくてはならない。

ゲルマニウム (削除)

ジブチルスズ化合物

(1) 定性試験

試験溶液及びジブチルスズ標準溶液をそれぞれ 2ml ずつ採り、酢酸・酢酸ナトリウム緩衝液5ml及びテトラエチルホウ酸ナトリウム試液1mlを加えて直ちに密栓し、20分間激しく振り混ぜる。これを室温で約1時間静置した後、ヘキサン層を分取する。これらを1µl ずつ用いて、次の操作条件でガスクロマトグラフィー・質量分析を行い、試験溶液のガスクロマトグラムのピークの検出時間とジブチルスズ標準溶液のガスクロマトグラムのピークの検出時間を比較する。

操作条件

カラム 内径0.25mm、長さ30mのケイ酸ガラス製細管に、ガスクロマトグラフィー用0~5%ジフェニルポリシロキサン含有ジメチルポリシロキサンを0.25µmの厚さでコーティングしたもの。

カラム温度 45°で4分間保持した後、毎分15°で昇温し、300°に到達後10分間保持する。

試験溶液注入口温度 250°

検出器 質量分析計を用い、質量数263で検出す

カラム管 内径3~4mm、長さ3mのステンレス管又はガラス管を用いる。

カラム温度 160°

試験溶液注入口温度 250°

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

キャリアーガス 窒素を用いる。m クレゾールが約15分で流出する流速に調節する。

(2) 定量試験

(1) 定性試験において試験溶液のガスクロマトグラムのピークの検出時間がクレゾール標準溶液のガスクロマトグラムのピークの検出時間の1~3個と一致するときは次の試験を行う。

(1) 定性試験の操作条件1又は2のうちいずれか適切な条件の下に得られた試験結果を基とし、試験溶液中のクレゾールのピーク面積を測定するとき、その面積は、クレゾール標準溶液のピーク面積より大きくてはならない。

ゲルマニウム

試験溶液200mlを分解フラスコに採り、硫酸5mlを加え、白煙が発生するまで加熱濃縮する。冷後、液が澄明となるまで過酸化水素を一滴ずつ約1~2ml加え、白煙が発生するまで加熱濃縮する。このとき、液が着色するようであればこの操作を繰り返す。冷後、少量の水を加えて20mlのメスフラスコに移し、更に水を加えて20mlとする。この液10mlを分液漏斗に採り、塩酸30ml及び四塩化炭素20mlを加えて2分間激しく振り混ぜた後、四塩化炭素層を分取し、これを四塩化炭素抽出液とする。次いで、0.05%フェニルフルオロン試液2ml及びエタノール6mlを20mlのメスフラスコに入れてあらかじめ混合したものに四塩化炭素抽出液10mlを加え、更にエタノールを加えて正確に20mlとする。別に4%酢酸を用いて試験溶液と同様に操作して得られた溶液を対照として、波長508nmで吸光度を測定するとき、試験溶液の吸光度は、ゲルマニウム比色標準溶液の吸光度より大きくてはならない。

ジブチルスズ化合物

試験溶液及びジブチルスズ標準溶液をそれぞれ3µl ずつ用いてメタノール及び1mol/l塩酸の混液(3:1)を展開用溶媒として、ろ紙クロマトグラフィーを行い、次いでろ紙をアンモニア蒸気中に5分間放置した後、ピロカテコールバイオレット試液を噴霧するとき、ジブチルスズ標準溶液から得たはん点と同じ位置に青色のはん点を認めてはならない。ただし、ろ紙はクロマトグラフィー用3号を10%フタル酸ジオクチル・メタノール試液に浸した後、風乾したものをを用いる。

る。

キャリアーガス ヘリウムを用いる。ジブチルスズ誘導体が約13分で流出する流速に調節する。

(2) 定量試験

(1) 定性試験において試験溶液のガスクロマトグラムのピークの検出時間とジブチルスズ標準溶液のガスクロマトグラムのピークの検出時間が一致するときは、次の試験を行う。

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

6 ポーラログラフ法 (削除)

6 ポーラログラフ法

ポーラログラフ法は、通例滴下水銀電極を陰極とし非極性の電極を陽極として、試験溶液をかき混ぜないで電解を行い、ポーラログラムを記録し、これを判断して分析を行う方法である。

交流又はク形波ポーラログラフ法とは、直流ポーラログラフ法における直流加電圧に微小交流電圧又はク形波電圧を重ねて電解を行い、そのとき流れる電解電流のうち交流成分のみを取り出して記録し、定性及び定量を行う方法である。

装置

通例、滴下水銀電極、電解ビン及び対極からなる。電解ビンの構造は、滴下水銀電極の挿入口、不活性ガスの通気口、排気口及び対極連絡端子を備えたものである。

操作法

試験溶液5mlを電解ビンに採り、電解ビンの白金線が隠れるまで水銀を注入した後、25°の恒温槽に入れ、滴下水銀電極を挿入する。次いで、電解ビンに窒素を15分間通じた後、-1,000~-400mV間のポーラログラムを描かせる。鉛の試験にあつては、鉛の波高は鉛標準溶液(ポーラログラフ法用)を用いて試験溶液の場合と同様に操作して得られた波高より高くしてはならない。カドミウム及び鉛の試験にあつては、カドミウム及び鉛の波高はカドミウム・鉛標準溶液(ポーラログラフ法用)を用いて試験溶液の場合と同様に操作して得られた波高より高くしてはならない。

7 ヒ素試験法 (追加)

ヒ素試験法は、試料中に混在するヒ素の許容される限量を試験する方法である。その量は、三酸化二ヒ素の量として表す。

装置

概略は図による。(別紙2参照)

A：発生瓶(肩までの容量約70ml)

B：排気管

C：ガラス管(内径5.6mm, 吸収管に入れる部分は先端を内径1mmに引き伸ばす。)

D：吸収管(内径10mm)

E：小孔

F：ガラス繊維(約0.2g)

G : 5mlの標線
H及びJ : ゴム栓
L : 40mlの標線

排気管Bに約30mmの高さにガラス繊維Fを詰め、酢酸鉛試液及び水の等容量混液で均等に潤した後、下端から弱く吸引して、過量の液を除く。これをゴム栓Hの中心に垂直に差し込み、Bの下部の小孔Eは下にわずかに突きでるようにして発生瓶Aに付ける。Bの上端にはガラス管Cを垂直に固定したゴム栓Jを付ける。Cの排気管側の下端はゴム栓Jの下端と同一平面とする。

操作法

試験溶液を発生瓶に入れ、プロモフェノールブルー試液1滴を加え、アンモニア水又はアンモニア試液で中和する。ただし、浸出用液が水の場合には中和の操作は省略できる。この溶液に塩酸(1-2)5ml及びよう化カリウム試液5mlを加え、2~3分間放置した後、塩化スズ()試液5mlを加えて室温で10分間放置する。次に水を加えて40mlとし、亜鉛(ヒ素試験用)2gを加え、直ちにB及びCを連結したゴム栓Hを発生瓶に付ける。Cの細管部の端はあらかじめヒ化水素吸収液5mlを入れた吸収管Dの底に達するようにしておく。次に発生瓶は25°の水中に肩まで浸し、1時間放置する。吸収管をはずし、必要があればピリジンを加えて5mlとし、吸収液の色を観察するとき、この色は、次の標準色よりも濃くない。

標準色の調製は、試験溶液と同量の浸出用液とヒ素標準溶液2.0mlを発生瓶に入れ、以下試験溶液と同様に操作して得た吸収液の呈色を標準色とする。

8 モノマー試験

エピクロルヒドリン

(1) 定性試験

試験溶液及びエピクロルヒドリン標準溶液をそれぞれ5µlずつ用いて次の操作条件でガスクロマトグラフィーを行い、試験溶液のガスクロマトグラムピークの検出時間とエピクロルヒドリン標準溶液のガスクロマトグラムピークの検出時間を比較する。

操作条件

カラム 内径0.53mm、長さ30mのケイ酸ガラス製細管に、ガスクロマトグラフィー用ポリエチレングリコールを1µmの厚さでコーティングしたもの。

カラム温度 50°で5分間保持した後、毎分10°で昇温し、100°とする。

試験溶液注入口温度 220°

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

キャリアーガス 窒素またはヘリウムを用いる。エピクロルヒドリンが約7分で流出する流量に調節する。

7 モノマー試験

エピクロルヒドリン

(1) 定性試験

試験溶液及びエピクロルヒドリン標準溶液をそれぞれ5µlずつ用いて次の操作条件でガスクロマトグラフィーを行い、試験溶液のガスクロマトグラムピークの検出時間とエピクロルヒドリン標準溶液のガスクロマトグラムピークの検出時間を比較する。

操作条件1

カラム担体 ガスクロマトグラフ用ケイソウ土(標準網ふるい177~250µm)を用いる。

カラム充てん剤 カラム担体に対してガスクロマトグラフ用ポリエチレングリコールを20%含ませる。

カラム管 内径3~4mm、長さ2mのガラス管を用いる。

カラム温度 120°

試験溶液注入口温度 150°

検出器 水素炎イオン化検出器を用いる。200°付近で操作する。水素及び空気量は検出感度が最高となるように調節する。

キャリアーガス 窒素を用いる。エピクロルヒドリンが約4~5分で流出する流速に調節する。

操作条件2

カラム担体 ガスクロマトグラフ用テレフタル酸樹脂(標準網ふるい177~250µm)を用いる。

カラム充てん剤 カラム担体に対してガスクロマトグラフ用フタル酸エステルを10%含ませる。

カラム管 内径3~4mm、長さ2mのガラス管を用いる。

(2) 定量試験

(1) 定性試験において試験溶液のガスクロマトグラムのピークの検出時間とエピクロルヒドリン標準溶液のガスクロマトグラムのエピクロルヒドリンのピークの検出時間が一致するときは、次の試験を行う。

(1) 定性試験の操作条件の下に得られた試験結果を基とし、試験溶液中のエピクロルヒドリンのピーク面積を測定するとき、その面積は、エピクロルヒドリン標準溶液のピーク面積よりも大きくてはならない。

塩化ビニリデン

(1) 定性試験

塩化ビニリデン標準溶液は、その50 μ lをN,N-ジメチルアセトアミド2.5mlを入れたバイアルに加え直ちにセブタムで密封する。次いで、試験溶液と標準溶液を密封したバイアルを90 $^{\circ}$ に保ちながら時々振り混ぜて1時間加熱し、それぞれのバイアルの気相0.5mlずつを用いて次の操作条件でガスクロマトグラフィーを行い、試験溶液のガスクロマトグラムのピークの検出時間と塩化ビニリデン標準溶液のガスクロマトグラムの塩化ビニリデンのピークの検出時間を比較する。

操作条件

カラム 内径0.25mm、長さ25mのケイ酸ガラス製細管に、ガスクロマトグラフィー用スチレン・ジビニルベンゼン系多孔性樹脂を3 μ mの厚さでコーティングしたものをを用いる。

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

試験溶液注入口温度 200 $^{\circ}$

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

キャリアーガス 窒素またはヘリウムを用いる。塩化ビニリデンが約9分で流出する流速に調節する。

(2) 定量試験

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

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

塩化ビニル

(1) 定性試験

塩化ビニル標準溶液はその50 μ lをN,N-ジメチルアセトアミド2.5mlを入れたバイアルに加え直ちにセブタムで密封する。次いで、試験溶液と標準溶液を密封

カラム温度 80 $^{\circ}$

試験溶液注入口温度 150 $^{\circ}$

検出器 水素炎イオン化検出器を用いる。200 $^{\circ}$ 付近で操作する。水素及び空気量は検出感度が最高となるように調節する。

キャリアーガス 窒素を用いる。エピクロルヒドリンが約7~8分で流出する流速に調節する。

(2) 定量試験

(1) 定性試験において試験溶液のガスクロマトグラムのピークの検出時間とエピクロルヒドリン標準溶液のガスクロマトグラムのエピクロルヒドリンのピークの検出時間が一致するときは、次の試験を行う。

(1) 定性試験の操作条件1又は2のうちいずれか適切な操作条件の下に得られた試験結果を基とし、試験溶液中のエピクロルヒドリンのピーク高さを測定するとき、その高さは、エピクロルヒドリン標準溶液のピーク高さよりも高くしてはならない。

塩化ビニリデン

(1) 定性試験

試験溶液及び塩化ビニリデン標準溶液をそれぞれ10 μ lずつ用いて次の操作条件でガスクロマトグラフィーを行い、試験溶液のガスクロマトグラムのピークの検出時間と塩化ビニリデン標準溶液のガスクロマトグラムの塩化ビニリデンのピークの検出時間を比較する。

操作条件

カラム担体 ガスクロマトグラフ用ケイソウ土(標準網ふるい177~250 μ m)を用いる。

カラム充てん剤 カラム担体に対してガスクロマトグラフ用シリコンを25%含ませる。

カラム管 内径3~4mm、長さ3~4mのガラス管を用いる。

カラム温度 50~60 $^{\circ}$

試験溶液注入口温度 100~150 $^{\circ}$

検出器 水素炎イオン化検出器を用いる。200 $^{\circ}$ 付近で操作する。水素及び空気量は検出感度が最高となるように調節する。

キャリアーガス 窒素を用いる。塩化ビニリデンが約3~4分で流出する流速に調節する。

(2) 定量試験

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

(1) 定性試験の操作条件の下に得られた試験結果を基とし、試験溶液中の塩化ビニリデンのピーク高さを測定するとき、その高さは、塩化ビニリデン標準溶液のピーク高さよりも高くしてはならない。

塩化ビニル

(1) 定性試験

試験溶液及び塩化ビニル標準溶液をそれぞれ10 μ lずつ用いて次の操作条件でガスクロマトグラフィーを行い、試験溶液のガスクロマトグラムのピークの検出

したバイアルを90°に保ちながら時々振り混ぜて1時間加熱し、それぞれのバイアルの気相0.5mlずつを用いて次の操作条件でガスクロマトグラフィーを行い、試験溶液のガスクロマトグラムのピークの検出時間と塩化ビニル標準溶液のガスクロマトグラムの塩化ビニルのピークの検出時間を比較する。ただし、金属缶の試験においては、バイアルにエタノール10mlを入れ、塩化ビニル標準溶液50μlを加えて直ちにセプタムで密封する。次いで、試験溶液と標準溶液を密封したバイアルを50°に保ちながら時々振り混ぜて30分間加熱する。

操作条件

カラム 内径0.25mm、長さ25mのケイ酸ガラス製細管に、ガスクロマトグラフィー用スチレン・ジビニルベンゼン系多孔性樹脂を3μmの厚さでコーティングしたものをを用いる。

カラム温度 80°で1分間保持した後、毎分10°で昇温し、250°に到達後10分間保持する。

試験溶液注入口温度 200°

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

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

(2) 定量試験

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

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

カプロラクタム

(1) 定性試験

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

操作条件

カラム 内径0.32mm、長さ30mのケイ酸ガラス製細管に、ガスクロマトグラフィー用ジメチルポリシロキサンを5μmの厚さでコーティングしたものをを用いる。

カラム温度 240°

試験溶液注入口温度 240°

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

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

時間と塩化ビニル標準溶液のガスクロマトグラムの塩化ビニルのピークの検出時間を比較する。

操作条件1

カラム担体 ガスクロマトグラフ用ケイソウ土(標準網ふるい1149~177μm)を用いる。

カラム充てん剤 カラム担体に対してガスクロマトグラフ用ポリプロピレングリコールを15~20%含ませる。

カラム管 内径3~4mm、長さ2~3mのステンレス管又はガラス管を用いる。

カラム温度 60~70°

試験溶液注入口温度 150°

検出器 水素炎イオン化検出器を用いる。200°付近で操作する。水素及び空気量は検出感度が最高となるように調節する。

キャリアーガス 窒素を用いる。塩化ビニルが約90秒で流出する流速に調節する。

操作条件2

カラム充てん剤 ガスクロマトグラフ用多孔性ポリマービーズ(標準網ふるい1149~177μm)を用いる。

カラム管 内径3~4mm、長さ1.5mのステンレス管又はガラス管を用いる。

カラム温度 120°

試験溶液注入口温度 150°

検出器 水素炎イオン化検出器を用いる。150°付近で操作する。水素及び空気量は検出感度が最高となるように調節する。

キャリアーガス 窒素を用いる。塩化ビニルが約3~4分で流出する流速に調節する。

(2) 定量試験

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

(1) 定性試験の操作条件1又は2のうちいずれか適切な操作条件の下に得られた試験結果を基とし、試験溶液中の塩化ビニルのピーク高さを測定するとき、その高さは、塩化ビニル標準溶液のピーク高さよりも高くしてはならない。

カプロラクタム

(1) 定性試験

試験溶液及びカプロラクタム標準溶液をそれぞれ2μlずつ用いて、次の操作条件でガスクロマトグラフィーを行い、試験溶液のガスクロマトグラムのピークの検出時間とカプロラクタム標準溶液のガスクロマトグラムのカプロラクタムのピークの検出時間を比較する。

操作条件

カラム担体 ガスクロマトグラフ用ケイソウ土(標準網ふるい1149~177μm)を用いる。

カラム充てん剤 カラム担体に対してガスクロマトグラフ用ポリエチレングリコールを5%及び水酸化カリウムを1%含ませる。

カラム管 内径3~4mm、長さ1~2mのガラス管を用いる。

カラム温度 170°

試験溶液注入口温度 250°

検出器 水素炎イオン化検出器を用いる。250°

(2) 定量試験

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

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

揮発性物質

(1) 検量線の作製

100mlのメスフラスコにテトラヒドロフラン約90mlを入れ、スチレン、トルエン、エチルベンゼン、イソプロピルベンゼン及びプロピルベンゼンそれぞれ約50mgを精密に採り、テトラヒドロフランを加えて100mlとする。この溶液1, 2, 3, 4及び5mlを採り、それぞれ20mlのメスフラスコに入れ、それぞれにジエチルベンゼン試液1mlを加えた後テトラヒドロフランを加えて20mlとし、これを標準溶液とする。標準溶液をそれぞれ1 μ lずつ用いて、次の操作条件でガスクロマトグラフィーを行い、得られたガスクロマトグラムからスチレン、トルエン、エチルベンゼン、イソプロピルベンゼン及びプロピルベンゼンのピーク面積とジエチルベンゼンのピーク面積との比を求め、それぞれの検量線を作成する。

操作条件

カラム 内径0.25mm、長さ30mのケイ酸ガラス製細管に、ガスクロマトグラフィー用ポリエチレングリコールを0.5 μ mの厚さでコーティングしたものをを用いる。

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

試験溶液注入口温度 220 $^{\circ}$

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

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

(2) 試験

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

$$\text{濃度}(\mu\text{g/g}) = \text{成分の含量}(\mu\text{g}) / \text{試料の重量}(\text{g})$$

ジフェニルカーボネート

(1) 定性試験

付近で操作する。水素及び空気量は検出感度が最高となるように調節する。

キャリアーガス 窒素を用いる。カプロラクタムが約7分で流出する流速に調節する。

(2) 定量試験

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

(1) 定性試験の操作条件の下に得られた試験結果を基とし、試験溶液中のカプロラクタムのピーク高さを測定するとき、その高さは、カプロラクタム標準溶液のピーク高さよりも高くしてはならない。

揮発性物質

(1) 検量線の作製

スチレン、トルエン、エチルベンゼン、イソプロピルベンゼン及びn-プロピルベンゼンそれぞれ約50mgを精密に量り、100mlのメスフラスコに採り、ジメチルホルムアミドを加えて100mlとする。この溶液1, 2, 3, 4及び5mlを採り、それぞれ20mlのメスフラスコに入れ、それぞれにシクロペンタノール試液1mlを加えた後ジメチルホルムアミドを加えて20mlとし、これを標準溶液とする。標準溶液をそれぞれ3 μ lずつ用いて、次の操作条件でガスクロマトグラフィーを行い、得られたガスクロマトグラムからスチレン、トルエン、エチルベンゼン、イソプロピルベンゼン及びn-プロピルベンゼンのピーク面積とシクロペンタノールのピーク面積との比を求め、それぞれの検量線を作成する。

操作条件

カラム担体 ガスクロマトグラフ用ケイソウ土(標準網ふるい175~246 μ m)を用いる。

カラム充てん剤 カラム担体に対してガスクロマトグラフ用ポリエチレングリコールを25%含ませる。

カラム管 内径3~4mm、長さ2~3mのステンレス管又はガラス管を用いる。

カラム温度 90~110 $^{\circ}$

試験溶液注入口温度 220 $^{\circ}$

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

キャリアーガス 窒素を用いる。シクロペンタノールが約15~20分で流出する流速に調節する。

(2) 試験

試験溶液3 μ lを用いて(1)検量線の作製の場合と同様の操作条件によりガスクロマトグラフィーを行い、得られたガスクロマトグラムから各ピーク面積とシクロペンタノールのピーク面積との比を求める。それぞれの検量線を用いてスチレン、トルエン、エチルベンゼン、イソプロピルベンゼン及びn-プロピルベンゼンの各含量を求め、次式により各成分の濃度を求める。

$$\text{濃度}(\text{ppm}) = (\text{成分の含量}(\text{mg}) \times 1,000) / \text{試料の重量}(\text{g})$$

ジフェニルカーボネート

(1) 定性試験

次の操作条件で液体クロマトグラフィーを行い、試験溶液の液体クロマトグラムとジフェニルカーボネートの液体クロマトグラムのピークの検出時間を比較する。

操作条件

カラム充てん剤 オクタデシルシリル化シリカゲルを用いる。

カラム管 内径4.6mm，長さ250mmのステンレス管を用いる。

カラム温度 40°

検出器 紫外外部吸光度計を用いる。波長217nmで操作する。

移動相 A アセトニトリル B 水

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

(2) 定量試験

(1) 定性試験において試験溶液の液体クロマトグラムのピークの検出時間とジフェニルカーボネートの液体クロマトグラムのピークの検出時間が一致するときは，次の試験を行う。

(1) 定性試験の操作条件の下に得られた試験結果を基とし，試験溶液中のジフェニルカーボネートについてピーク高法又はピーク面積法により定量を行う。

ビスフェノールA (略)

フェノール (追加)

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

ホルムアルデヒド (略)

メタクリル酸メチル

(1) 定性試験

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

操作条件

カラム 内径0.32mm，長さ30mのケイ酸ガラス製細管に，ガスクロマトグラフィー用ジメチルポリシロキサンを5µmの厚さでコーティングしたものをを用いる。

カラム温度 120°で1分間保持した後，毎分5°で昇温して170°とする。

試験溶液注入口温度 200°

検出器 水素炎イオン化検出器を用いる。200°付近で操作する。水素及び空気量は検出感度が最高となるように調節する。

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

次の操作条件で液体クロマトグラフィーを行い，試験溶液の液体クロマトグラムのピークの検出時間とジフェニルカーボネートの液体クロマトグラムのピークの検出時間を比較する。

操作条件

カラム充てん剤 オクタデシルシリル化シリカゲルを用いる。

カラム管 内径4.6mm，長さ250mmのステンレス管を用いる。

カラム温度 40°

検出器 波長217nmで操作する。

移動相 A アセトニトリル B 水

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

(2) 定量試験

(1) 定性試験において試験溶液の液体クロマトグラムのピークの検出時間とジフェニルカーボネートの液体クロマトグラムのピークの検出時間が一致するときは，次の試験を行う。

(1) 定性試験の操作条件の下に得られた試験結果を基とし，試験溶液中のジフェニルカーボネートについてピーク高法又はピーク面積法により定量を行う。

ビスフェノールA (略)

ホルムアルデヒド (略)

メタクリル酸メチル

(1) 定性試験

試験溶液及びメタクリル酸メチル標準溶液をそれぞれ5µlずつ用いて，次の操作条件でガスクロマトグラフィーを行い，試験溶液のガスクロマトグラムのピークの検出時間とメタクリル酸メチル標準溶液のガスクロマトグラムのメタクリル酸メチルのピークの検出時間を比較する。

操作条件

カラム担体 ガスクロマトグラフ用ケイソウ土(標準網ふるい177~250µm)を用いる。

カラム充てん剤 カラム担体に対してガスクロマトグラフ用D ソルビトールを30%含ませる。

カラム管 内径3~4mm，長さ3~4mのステンレス管又はガラス管を用いる。

カラム温度 70~80°

試験溶液注入口温度 150°

検出器 水素炎イオン化検出器を用いる。150°付近で操作する。水素及び空気量は検出感度が最高となるように調節する。

る。

(2) 定量試験

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

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

9 誘導結合プラズマ発光強度測定法（追加）

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

装置

通例、励起源部、試料導入部、発光部、分光部、測光部及び表示記録部からなる。励起源部は、試料を励起させ、発光させるための電気エネルギーを供給し制御する電源、制御系及び回路からなり、付属としてガス供給源や冷却装置を含む。試料導入部はネブライザー及び噴霧室からなる。発光部は、トーチ管及び高周波誘導コイル等からなる。分光部は集光計、回折格子等の分光器からなる。測光部は検出器及び信号処理系からなる。表示記録部には、ディスプレイ、記録装置等がある。方式として、波長走査型分光器を用いる単元素逐次分析方式、波長走査型分光器を用いる多元素逐次分析方式及び波長固定型のポリクロメーターを用いる多元素同時分析方式がある。

標準溶液

別段の規定があるもののほかは、被検元素の標準溶液を用いる。

操作法

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

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

10 溶出試験における試験溶液の調製法

特に定める場合以外は、次の方法により試験溶液を調製する。

試料を水でよく洗い、指定された浸出用液を用いて次のように操作して作る。

試料の表面積 1cm^2 につき 2ml の割合の浸出用液を 60° に加熱して用い、 60° に保ちながら30分間放置する。ただし、使用温度が 100° を超える試料であって水又は4%酢酸を浸出用液とする場合にあっては 95° 。

キャリアーガス 窒素を用いる。メタクリル酸メチルが約2～3分で流出する流速に調節する。

(2) 定量試験

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

(1) 定性試験の操作条件の下に得られた試験結果を基とし、試験溶液中のメタクリル酸メチルのピーク高さを測定するとき、その高さは、メタクリル酸メチル標準溶液のピーク高さよりも高くしてはならない。

8 溶出試験における試験溶液の調製法

特に定める場合以外は、次の方法により試験溶液を調製する。

試料を水でよく洗い、指定された浸出用液を用いて次のように操作して作る。

試料の表面積 1cm^2 につき 2ml の割合の浸出用液を用い、 60° に保ちながら30分間放置する。ただし、使用温度が 100° を超える試料であって水又は4%酢酸を浸出用液とする場合にあっては 95° に保ちながら30分

に保ちながら30分間、ヘプタンを浸出用液とする場合にあっては25°に保ちながら1時間放置する。

C 試薬、試液等

次に示すもの以外は、第2 添加物の部C 試薬・試液等の項に示すものを用いる。

なお、日本工業規格番号を記載し、特級、ひ素分析用等と記載したものは、それぞれ日本工業規格試薬の特級、ひ素分析用等の規格に適合するものであることを示す。

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

1 試薬

亜鉛(ヒ素分析用) Zn [K 8012, ひ素分析用] 砂状

アセチルアセトン CH₃COCH₂COCH₃ [K 8027, 特級]

アセトニトリル CH₃CN [K 8032, 特級]

4 - アミノアンチピリン C₁₁H₁₃N₃O [K 8048, 特級]

アンモニア水 NH₃ [K 8085, 特級, 含量28 ~ 30%]

イソプロピルベンゼン 本品はイソプロピルベンゼン98%以上を含む

エタノール(99.5) C₂H₅OH [K 8101, 特級]

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

エピクロロヒドリン C₃H₅ClO 本品はエピクロロヒドリン98%以上を含む。

塩化アンチモン() SbCl₃ [K 8400, 特級]

塩化ビニリデン C₂H₂Cl₂ 本品は塩化ビニリデン99%以上を含む。

塩化ビニル C₂H₃Cl 本品は塩化ビニル99.5%以上を含む。

塩酸(ヒ素分析用) HCl [K 8180, ひ素分析用]

カプロラクタム C₆H₁₁NO 本品はカプロラクタム98%以上を含む。

過マンガン酸カリウム KMnO₄ [K 8247, 特級]

金属カドミウム Cd 本品はカドミウム99.9%以上を含む。

クエン酸一水和物 H₃C₆H₅O₇ [K 8283, くえん酸一水和物, 特級]

クエン酸水素二アンモニウム C₆H₁₄N₂O₇ [K 8284, くえん酸水素二アンモニウム, 特級]

o クレゾール C₆H₄CH₃OH(1級) (削除)

m クレゾール C₆H₄CH₃OH(1級) (削除)

p クレゾール C₆H₄CH₃OH(1級) (削除)

クレゾールリン酸エステル (C₆H₄CH₃O)₃PO 本品はクレゾールリン酸エステル90%以上を含む。

酢酸 CH₃COOH [K 8355, 特級]

酢酸アンモニウム CH₃COONH₄ [K 8359, 特級]

酢酸ナトリウム CH₃COONa [K 8372, 特級]

酢酸鉛()三水和物 Pb(CH₃COO)₂·3H₂O [K 8374, 特級]

三酸化二ヒ素 As₂O₃ [K 8044, 三酸化二ヒ素, 特級]

シアン化カリウム KCN [K 8443, 特級]

間、n ヘプタンを浸出用液とする場合にあっては25°に保ちながら1時間放置する。

C 試薬、試液等

次に示すもの以外は、第2 添加物の部C 試薬・試液等の項に示すものを用いる。

なお、(標準試薬)、(特級)、(一級)、(無ヒ素)等と記載したもの又はこれらの記載がないものは、それぞれ日本工業規格試薬の標準試薬、特級、一級若しくは無ヒ素等の規格

に適合するもの又は日本工業規格試薬のこれらのもの以外の規格に適合するものであることを示す。

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

1 試薬

アセチルアセトン CH₃COCH₂COCH₃(特級)

アセトニトリル CH₃CN(特級)

アンチモン Sb(特級)

アンモニア NH₃(特級)

イソプロピルベンゼン プロピルベンゼン, イソを見よ。

エタノール(塩化ビニル試験用) エタノールに硫酸第一鉄を加えて蒸留し、塩化ビニルの試験を行うとき、試験を妨害する物質を含まないことを確認する。

エピクロロヒドリン C₃H₅ClO(特級)

塩化ビニリデン C₂H₂Cl₂ 本品は塩化ビニリデン99%以上を含む。

塩化ビニル C₂H₃Cl 本品は塩化ビニル99.5%以上を含む。

カプロラクタム C₆H₁₁NO 本品はカプロラクタム98%以上を含む。

o クレゾール C₆H₄CH₃OH(1級)

m クレゾール C₆H₄CH₃OH(1級)

p クレゾール C₆H₄CH₃OH(1級)

N,N-ジエチルジチオカルバミド酸銀 C₅H₁₀AgNS₂ [K 9512, 特級]

ジエチルジチオカルバミン酸ナトリウム (削除)
ジエチルベンゼン 本品は1,4-ジエチルベンゼン98%以上を含む。

シクロペンタノール C₅H₉OH (削除)

ジクロロメタン CH₂Cl₂ [K 8161, 特級]

N,N-ジメチルアセトアミド CH₃CON(CH₃)₂ 塩化ビニリデンまたは塩化ビニルの試験を行うとき、試験を妨害する物質を含まないことを確認する。

ジフェニルカーボネート (C₆H₅)₂CO₃ 本品はジフェニルカーボネート97%以上を含む。

シュウ酸アンモニウム一水和物 (NH₄)₂C₂O₄·H₂O [K 8521, しゅう酸アンモニウム一水和物, 特級]

シュウ酸ナトリウム NaC₂O₄ [K 8528, しゅう酸ナトリウム, 特級]

硝酸鉛 () Pb(NO₃)₂ [K 8563, 特級]

硝酸バリウム Ba(NO₃)₂ [K 8565, 特級]

水酸化ナトリウム NaOH [K 8576, 特級]

スチレン C₆H₅CHCH₂ 本品はスチレン99%以上を含む。

窒素 N₂ 高純度窒素を用いる。

テトラエチルホウ酸ナトリウム (C₂H₅)₄BNa 本品はテトラエチルホウ酸ナトリウム98%以上を含む。

テトラヒドロフラン C₄H₈O [K 9705, 特級] 揮発性物質の試験を行うとき、試験を妨害する物質を含まないことを確認する。

トリエチルアミン (C₂H₅)₃N 本品はトリエチルアミン99%以上を含む。

トリブチルアミン (C₄H₉)₃N 本品はトリブチルアミン98%以上を含む。

トルエン C₆H₅CH₃ [K 8680, 特級]

二塩化ジブチルスズ (C₄H₉)₂SnCl₂ 本品は二塩化ジブチルスズ97%以上を含む。

二酸化ゲルマニウム GeO₂ 本品は二酸化ゲルマニウム99%以上を含む。

ビスフェノールA (CH₃)₂C(C₆H₄OH)₂ 本品はビスフェノールA 99%以上を含む。

ピリジン C₅H₅N [K 8777, 特級]

ピロカテコールバイオレット (削除)

フェニルフルオロン (削除)

フェノール C₆H₅OH [K 8798, 特級]

フタル酸ジオクチル C₆H₄(COOC₈H₁₇)₂(1号) (削除)

p-tert-ブチルフェノール (CH₃)₃CC₆H₄OH 本品はp-tert-ブチルフェノール99%以上を含む。

プロピルベンゼン C₆H₅C₃H₇ 本品はプロピルベンゼン97%以上を含む。

ジエチルジチオカルバミン酸ナトリウム (C₂H₅)₂NCS₂Na ジエチルジチオカルバミン酸ナトリウムを原子吸光度法用に精製したものをを用いる。

シクロペンタノール C₅H₉OH シクロペンタノールをガスクロマトグラフ用に精製したものをを用いる。

ジクロロメタン CH₂Cl₂(特級)

ジフェニルカーボネート (C₆H₅)₂CO₃ 本品はジフェニルカーボネート97%以上を含む。

スチレン C₆H₅CHCH₂ スチレンをガスクロマトグラフ用に精製したものをを用いる。

窒素 N₂ 高純度窒素を用いる。

テトラヒドロフラン C₄H₈O テトラヒドロフラン(特級)に硫酸第一鉄又は水素化リチウムアルミニウムを加えて蒸留し、塩化ビニルの試験を行うとき、試験を妨害する物質を含まないことを確認する。

トリエチルアミン (C₂H₅)₃N 本品はトリエチルアミン99%以上を含む。

トリブチルアミン (C₄H₉)₃N 本品はトリブチルアミン98%以上を含む。

トルエン C₆H₅CH₃ トルエンをガスクロマトグラフ用に精製したものをを用いる。

二塩化ジブチルスズ (C₄H₉)₂SnCl₂ 本品は二塩化ジブチルスズ99%以上を含む。

二酸化ゲルマニウム GeO₂(特級)

ビスフェノールA (CH₃)₂C(C₆H₄OH)₂ 本品はビスフェノールA 99%以上を含む。

ピロカテコールバイオレット C₁₉H₁₄O₇S 液層の長さ1cmで吸光度を測定するとき、その吸光度は、再蒸留水に比較して445nmで1.0以上である。

フェニルフルオロン C₁₉H₁₂O₅ 本品は赤橙色の粉末で水にわずかに溶け、エタノールによく溶ける。

本品75mgを採り、塩酸1.0ml及びメタノール40mlに溶かし、その10mlを採り、メタノールを加えて正確に250mlとする。この液について、液層の長さ1cmでメタノールを対照として、470nm付近における吸収の極大波長で吸光度を測定するとき、その値は0.70以上である。

フタル酸ジオクチル C₆H₄(COOC₈H₁₇)₂(1号)

p tert 布チルフェノール (CH₃)₃CC₆H₄OH 本品はp tert 布チルフェノール99%以上を含む。

n プロピルベンゼン C₆H₅C₃H₇ n プロピルベンゼンをガスクロマトグラフ用に精製したものをを用いる。

プロピルベンゼン, イソ (削除)
プロモフェノールブルー $C_{19}H_{10}Br_4O_5S$ [K 8844, 特級]
ヘキサン C_6H_{14} [K 8848, 特級]
ヘキサシアノ鉄()酸カリウム $K_3[Fe(CN)_6]$ [K 8801, 特級]

ヘプタン C_7H_{16} [K 9701, 特級]
ペンタン C_5H_{12} エピクロルヒドリンの試験を行うとき, 試験を妨害する物質を含まないことを確認する。

ホウ酸 H_3BO_3 [K 8863, ほう酸, 特級]
メタクリル酸メチル $C_5H_8COOCH_3$ 本品はメタクリル酸メチル98%以上を含む。
メチレンブルー $C_6H_8ClN_3S \cdot 3H_2O$ [K 8897, 特級]
2-メルカプトイミダゾリン $C_3H_6N_2S$ 本品は2-メルカプトイミダゾリン95%以上を含む。
ヨウ化カリウム KI [K 8913, よう化カリウム, 特級]
硫化ナトリウム九水和物 $Na_2S \cdot 9H_2O$ [K 8949, 特級]
硫酸 H_2SO_4 [K 8951, 特級]

2 試液
試液の調製には1 試薬に記載の試薬を用いる。
アセチルアセトン試液 酢酸アンモニウム150gを水に溶かし, 酢酸3ml及びアセチルアセトン2mlを加え, 更に水を加えて1,000mlとする。用時調製する。
4-アミノアンチピリン試液 4-アミノアンチピリン1.36gを水に溶かして1,000mlとする。
アンモニア試液 アンモニア水400mlを量り, 水を加えて1,000mlとする。
20%エタノール エタノール(99.5)40mlを量り, 水を加えて200mlとする。
塩化スズ()試液 塩化スズ()二水和物4gを量り, 塩酸(ヒ素分析用)125mlを加えて溶かし, 水を加えて250mlとする。共栓瓶に入れ, 密栓をして保存する。調製後1カ月以内に用いる。
6mol/l塩酸 塩酸540mlに水を加えて1,000mlとする。
1mol/l塩酸 塩酸90mlに水を加えて1,000mlとする。
0.1mol/l塩酸 1mol/l塩酸100mlに水を加えて1,000mlとする。
希硫酸(持続耐圧試験用) 硫酸7.54gを水1,000mlに徐々に加える。
0.5%クエン酸溶液 クエン酸一水和物5gを量り, 水を加えて1,000mlとし, 水酸化ナトリウム試液を用いてpHを3.5に調整する。
クエン酸アンモニウム試液 クエン酸水素二アンモニウム25gを水に溶かして100mlとする。
4%酢酸 酢酸40mlを量り, 水を加えて1,000mlとする。
酢酸・酢酸ナトリウム緩衝液 第1液: 酢酸12gを量り, 水を加えて100mlとする。第2液: 酢酸ナトリウム16.4gを水に溶かして100mlとする。第1液3容量と第2液7容量を混和する。
酢酸鉛試液 酢酸鉛()三水和物11.8gを量り, 水を加えて溶かして100mlとし, 酢酸(1-4)2滴を加える。密栓して保存する。
シアン化カリウム試液: シアン化カリウム1gを水10mlに溶かす。用時調製する。

プロピルベンゼン, イソ $C_6H_5C_3H_7$ イソプロピルベンゼンをガスクロマトグラフ用に精製したものをを用いる。

n_ヘプタン C_7H_{16} (特級)
n_ペンタン C_5H_{12} (特級)

メタクリル酸メチル $C_5H_8COOCH_3$ 本品はメタクリル酸メチル98%以上を含む。

2-メルカプトイミダゾリン $C_3H_6N_2S$ 本品は2-メルカプトイミダゾリン95%以上を含む。

2 試液
試液の調製には1 試薬に記載の試薬を用いる。
アセチルアセトン試液 酢酸アンモニウム150gを水に溶かし, 酢酸3ml及びアセチルアセトン2mlを加え, 更に水を加えて1,000mlとする。用時調製する。
4-アミノアンチピリン試液 4-アミノアンチピリン1.36gを水に溶かして1,000mlとする。
20%エタノール エタノール40mlを採り, 水を加えて190mlとする。

希硫酸(持続耐圧試験用) 硫酸37.7gに水を5Lを加える。
0.5%クエン酸溶液 クエン酸5gを採り, 水を加えて1,000mlとし, 水酸化ナトリウム試液(mol/l)を用いてpHを3.5に調整する。
クエン酸アンモニウム試液 クエン酸アンモニウム25gを水に溶かして100mlとする。
4%酢酸 酢酸40mlを採り, 水を加えて1,000mlとする。

ジエチルジチオカルバミン酸ナトリウム試液 (削除)
ジエチルベンゼン試液 ジエチルベンゼン1mlにテトラヒドロフランを加えて100mlとし、その10mlを採り、更にテトラヒドロフランを加えて100mlとする。

シクロペンタノール試液 (削除)

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

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

0.1mol/l硝酸 硝酸6.4mlに水を加えて1,000mlとする。

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

ゼラチン溶液 (削除)

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

電解液 (削除)

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

ピロカテコールバイオレット試液 (削除)

0.05%フェニルフルオロン試液 (削除)

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

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

10%フタル酸ジオクチル・メタノール試液 (削除)

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

第2液：ホウ酸6.2gを水に溶かして100mlとする。

第1液と第2液を等量混和する。

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

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

ヨード・L アスコルビン酸試液 (削除)

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

3 容量分析用標準溶液

0.002mol/l過マンガン酸カリウム溶液 過マンガン酸カリウム約0.31gを水に溶かして1,000mlとする。遮光した共栓ビンに保存する。用時0.005mol/lシ

ジエチルジチオカルバミン酸ナトリウム試液 ジエチルジチオカルバミン酸ナトリウム10gを水に溶かして100mlとする。

シクロペンタノール試液 シクロペンタノール1mlにジメチルホルムアミドを加えて100mlとし、その10mlを採り、更にジメチルホルムアミドを加えて100mlとする。

2,6 ジクロロキノクロロイミドエタノール試液

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

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

ゼラチン溶液 ゼラチン100mgに水100mlを加え、加温して溶かす。用時調製する。

電解液 70%過塩素酸7.8mlに水を加えて500mlとし、この液に0.1mol/l塩酸10ml及び水を加えて1,000mlとする。

ピロカテコールバイオレット試液 ピロカテコールバイオレット0.1gを水に溶かして100mlとする。

0.05%フェニルフルオロン試液 フェニルフルオロン0.05gを塩酸0.5mlを含むエタノールに溶かして100mlとする。

フェリシアン化カリウム試液 フェリシアン化カリウム8.6gを水に溶かし、強アンモニア試液1.8ml及び水を加えて1,000mlとする。

10%フタル酸ジオクチル・メタノール試液 フタル酸ジオクチル10gをメタノールに溶かして100mlとする。

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

第2液：ホウ酸18.5gを水に溶かして100mlとする。

第1液9容量と第2液10容量とを混和する。

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

ヨード・L アスコルビン酸試液 ヨウ化カリウム112g及びL アスコルビン酸20gを水に溶かして500mlとする。

3 容量分析用標準溶液

0.002mol/l過マンガン酸カリウム溶液 過マンガン酸カリウム約0.33gを水に溶かして1,000mlとする。遮光した共栓ビンに保存する。用時0.01mol/lシ

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

$$\text{ファクター} = 10 / (5 + a)$$

ただし、a：過マンガン酸カリウム溶液の滴定量(ml)

0.005mol/lシュウ酸ナトリウム溶液 シュウ酸ナトリウム(標準試薬)0.6700gを水に溶かして1,000mlとし、遮光した共栓ビンに保存する。調製後1箇月以内に使用する。

4 標準溶液、標準原液

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

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

アンチモン比色標準溶液 (削除)

アンチモン標準原液 塩化アンチモン() 1.874gを量り、少量の塩酸(1-2)で溶解したのち、塩酸(2-5)を加えて1,000mlとする。本液1mlはアンチモン1mgを含む。

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

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

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

シュウ酸ナトリウム溶液を用いて標定する。
標定 水100mlを採り、硫酸(1-3)5ml及び過マンガン酸カリウム溶液5mlを加えて5分間煮沸する。次いで、加熱をやめ、直ちに0.01mol/lシュウ酸ナトリウム溶液10mlを加えて脱色した後、過マンガン酸カリウム溶液を微紅色が消えずに残るまで滴加する。この液に硫酸(1-3)5ml及び過マンガン酸カリウム溶液5mlを加え、5分間煮沸した後、0.01mol/lシュウ酸ナトリウム溶液10mlを加え、直ちに過マンガン酸カリウム溶液で滴定し、次式により過マンガン酸カリウム溶液の規定度係数を求める。

$$\text{規定度係数} = 10 / (5 + a)$$

ただし、a：過マンガン酸カリウム溶液の滴定量(ml)

0.01mol/lシュウ酸ナトリウム溶液 シュウ酸ナトリウム(標準試薬)0.6700gを水に溶かして1,000mlとし、遮光した共栓ビンに保存する。調製後1箇月以内に使用する。

0.1mol/l硝酸 硝酸6.4mlに水を加えて1,000mlとする。

4 標準溶液、標準原液

亜鉛標準原液 亜鉛1.0gを6mol/l塩酸に溶かして水浴上で蒸発乾固し、残留物に1mol/l塩酸を加えて1,000mlとする。この液15mlを採り、0.1mol/l塩酸を加えて1,000mlとする。

アンチモン比色標準溶液 アンチモン500mgを採り、硫酸25mlを加え、加熱して溶かし、冷後、硫酸(1-6)を加えて500mlとし、その1mlを採り、硫酸(1-6)を加えて100mlとする。更にこの液1mlを50mlのメスフラスコに採り、硫酸(1-2)10ml、ヨード・Lアスコルビン酸試液10ml及び水を加えて50mlとする。

エピクロルヒドリン標準溶液 エピクロルヒドリン1.0gをn ペンタンに溶かして100mlとし、その1mlを採り、n ペンタンを加えて100mlとする。更にこの液2.5mlを採り、n ペンタンを加えて100mlとする。

塩化ビニリデン標準溶液 100mlのメスフラスコに約98mlの四塩化炭素及びテトラヒドロフランの混液(7:3)を入れ、シリコーンゴム栓をする。このメスフラスコに、塩化ビニリデンを正確に250μl、シリコーンゴム栓を通して注入する。更にシリコーンゴム栓を通して四塩化炭素及びテトラヒドロフランの混液(7:3)を注入して100mlとする。この液1mlを採り、四塩化炭素及びテトラヒドロフランの混液(7:3)を加えて100mlとし、更にその1mlを採り、四塩化炭素及びテトラヒドロフランの混液(7:3)を加えて100mlとする。

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

カドミウム標準原液 金属カドミウム100mgを正確に量り、10%硝酸50mlに溶かして水浴上で蒸発乾固し、残留物に0.1mol/l硝酸を加えて100mlとする。本液1mlはカドミウム1mgを含む。

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

カドミウム標準溶液(ガラス等試験用)カドミウム標準溶液10mlを採り、4%酢酸を用いて100mlとする。本液1mlはカドミウム0.5 μ gを含む。

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

カドミウム・鉛標準溶液(ポーラログラフ法用) (削除)

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

クレゾール標準溶液 (削除)

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

ゲルマニウム比色標準溶液 (削除)

lとする。

塩化ビニル標準溶液 200mlのメスフラスコに約190mlのエタノール(塩化ビニル試験用)を入れ、シリコンゴム栓をして重量を測定する。このメスフラスコをメタノール・ドライアイス浴で冷却し、あらかじめ液化した塩化ビニル約200mgをシリコンゴム栓を通して注入する。次いで、重量を測定して増量a(mg)を精密に求める。シリコンゴム栓を通して、メタノール・ドライアイス浴で冷却したエタノール(塩化ビニル試験用)を注入して200mlとする。次いで、これをメタノール・ドライアイス浴で冷却し、その1mlを採り、メタノール・ドライアイス浴で冷却したエタノール(塩化ビニル試験用)を加えて200mlとし、更にその1mlを採り、メタノール・ドライアイス浴で冷却したエタノール(塩化ビニル試験用)を加えて100mlとする。メタノール・ドライアイス浴中で保存する。

標準溶液の補正係数 = $a / 200$

カドミウム標準原液 金属カドミウム100mgを10%硝酸50mlに溶かして水浴上で蒸発乾固し、残留物に0.1mol/l硝酸を加えて1,000mlとする。この液1mlを採り、0.1mol/l硝酸を加えて100mlとする。

カドミウム・鉛標準溶液(ポーラログラフ法用) 金属カドミウム100mgを70%過塩素酸7.8mlに溶かし、0.1mol/l塩酸10ml及び水を加えて1,000mlとする。この液10mlに鉛標準溶液(ポーラログラフ法用)の原液10mlを加え、更に電解液を加えて100mlとする(直流ポーラログラフ法を用いる場合にあっては、更にゼラチン溶液2mlを加えてよく振り混ぜる。)

カプロラクタム標準溶液 カプロラクタム1.5gを20%エタノールに溶かして1,000mlとする。この液1mlを採り、20%エタノールを加えて100mlとする。

クレゾール標準溶液 m クレゾール0.044g, o クレゾール0.044g及びp クレゾール0.044gをエタノールに溶かして150mlとする。

ゲルマニウム比色標準溶液 二酸化ゲルマニウム144mgを白金るつぼに採り、無水炭酸ナトリウム1gを加

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

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

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

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

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

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

鉛標準溶液(重金属試験用) 鉛標準原液1mlを採り、水を加えて正確に100mlとする。用時調製する。本液1mlは鉛10μgを含む。

鉛標準溶液(ポーラログラフ法用) (削除)

バリウム標準原液 硝酸バリウム190.3mgを0.1mol/l硝酸に溶かして100mlとする。本液1mlはバリウム1mgを含む。

バリウム標準溶液 バリウム標準原液1mlを採り、0.1mol/l硝酸を加えて1,000mlとする。本液1mlはバリウム1μgを含む。

ヒ素標準原液 三酸化二ヒ素を微細な粉末とし、105°で4時間乾燥し、その0.10gを正確に量り、水酸化ナトリウム溶液(1 5)5mlを加えて溶かす。この液を硫酸(1 20)で中和し、更に硫酸(1 20)10mlを追加し、新たに煮沸し冷却した水を加えて正確に1,000mlとする。本液1mlは、三酸化二ヒ素0.1mgを含む。

ヒ素標準溶液 ヒ素標準原液10mlを正確に採り、硫酸(1 20)10mlを加え、新たに煮沸し冷却した水を加えて正確に1,000mlとする。本液1mlは、三酸化二ヒ素1μgを含む。用時調製し、共栓瓶に保存する。

フェノール標準溶液 フェノール1.0gを水に溶かして100mlとし、その1mlを採り、水を加えて100mlとする。更にこの液1mlを採り、水を加えて20mlとする。本液1mlはフェノール5μgを含む。

え、十分に混合した後、加熱融解し、冷後、水を加えて溶かす。塩酸を加えて中和した後、1ml過剰に塩酸を加え、更に水を加えて100mlとする。この液1mlを採り、水を加えて200mlとし、その2mlを分液漏斗に採り、水8ml及び塩酸30mlを加え、更に四塩化炭素20mlを加えて2分間激しく振り混ぜた後、四塩化炭素層を分取し、これを四塩化炭素抽出液とする。あらかじめ、0.05%フェニルフルオロン試液2ml及びエタノール6mlを20mlのメスフラスコに入れて混合し、これに四塩化炭素抽出液10mlを加え、更にエタノールを加えて20mlとする。

ジブチルスズ標準溶液 二塩化ジブチルスズ100mgをエタノールに溶かして1,000mlとする。

鉛標準原液 硝酸鉛159.8mgを0.1mol/l硝酸に溶かして1,000mlとする。この液10mlを採り、0.1mol/l硝酸を加えて100mlとする。

鉛標準溶液(ポーラログラフ法用) 硝酸鉛159.8mgを電解液に溶かして1,000mlとし原液とする。原液10mlを採り、電解液を加えて100mlとする(直流ポーラログラフ法を用いる場合にあっては、更にゼラチン溶液2mlを加えてよく振り混ぜる。)。

バリウム標準原液 硝酸バリウム190.3mgを0.1mol/l硝酸に溶かして500mlとする。この液10mlを採り、0.1mol/l硝酸を加えて100mlとする。

フェノール比色標準溶液 フェノール1.0gを水に溶かして100mlとし、その1mlを採り、水を加えて100mlとする。更にこの液1mlを採り、水を加えて20mlとし、ホウ酸緩衝液 3mlを加えてよく振り混ぜた後、4 アミノアンチピリン試液5ml及びフェリシアニ化カリウム試液2.5mlを加え、更に水を加えて100mlとする。よく振り混ぜて室温で10分間放置する。

メタクリル酸メチル標準溶液　メタクリル酸メチル1.5gを正確に採り，20%エタノールに溶かして1,000mlとする。この液1mlを採り，20%エタノールを加えて100mlとする。本液1mlはメタクリル酸メチル15μgを含む。

2　メルカプトイミダゾリン標準溶液　2　メルカプトイミダゾリン200mgを正確に採り，メタノールに溶かして100mlとする。この液1mlを採り，メタノールを加えて100mlとする。本液1mlは2　メルカプトイミダゾリン20μgを含む。

D　器具若しくは容器包装又はこれらの原材料の材質別規格

1　ガラス製，陶磁器製又はホウロウ引きの器具又は容器包装

ガラス製，陶磁器製又はホウロウ引きの器具又は容器包装は，次の試験法による試験に適合しなければならない。

(1) 液体を満たしたときにその深さが2.5cm以上である試料

1. 試験溶液の調製

試料を水でよく洗った後，4%酢酸を満たして，常温で暗所に24時間放置する。

2. 溶出試験

a　カドミウム及び鉛

試験溶液について，原子吸光光度法又は誘導結合プラズマ発光強度測定法により，カドミウム及び鉛の試験を行うとき，カドミウム0.5μg/ml以下，鉛5μg/ml以下でなければならない。ただし，カドミウム標準溶液として，カドミウム標準溶液（ガラス等試験用）を用いる。また，容量1.1L以上の試料の場合は，カドミウム0.25μg/ml以下，鉛2.5μg/ml以下でなければならない。ただし，カドミウム標準溶液（ガラス等試験用）および鉛標準溶液それぞれ50mlに4%酢酸を加えて100mlとしたものを標準溶液として用いる。

(2) 液体を満たすことのできない試料又は液体を満たしたときにその深さが2.5cm未満である試料

1. 試験溶液の調製

試料を水でよく洗った後，4%酢酸を浸出用液として，常温で暗所に24時間放置する。

2. 溶出試験

a　カドミウム及び鉛

検量線の作成

10mlのメスフラスコにカドミウム標準溶液（ガラス等試験用）及び鉛標準溶液をそれぞれ2.0, 4.0, 6.0, 8.0ml及び10.0ml別々に採り，それぞれに4%酢酸を加えて10mlとする。これらについて試験溶液と同様に測定し，カドミウム及び鉛それぞれの検量線を作成する。

メタクリル酸メチル標準溶液　メタクリル酸メチル1.5gを20%エタノールに溶かして1,000mlとする。この液1mlを採り，20%エタノールを加えて100mlとする。

2　メルカプトイミダゾリン標準溶液　2　メルカプトイミダゾリン200mgをメタノールに溶かして100mlとする。この液1mlを採り，メタノールを加えて100mlとする。

D　器具若しくは容器包装又はこれらの原材料の材質別規格

1　ガラス製，陶磁器製又はホウロウ引きの器具又は容器包装

ガラス製，陶磁器製又はホウロウ引きの器具又は容器包装は，次の試験法による試験に適合しなければならない。

(1) 液体を満たしたときにその深さが2.5cm以上である試料

1. 試験溶液の調製

試料を水でよく洗った後，試料に4%酢酸を満たして，常温で暗所に24時間放置し，これを20mlビーカーに採り，水浴上で蒸発乾固する。冷後，塩酸(1　2)2mlを静かに加えてこれを溶解した後，水浴上で蒸発乾固する。冷後，これを0.1mol/l硝酸に溶かして全量を10mlとし，試験溶液とする。

2. 溶出試験

a　カドミウム及び鉛

試験溶液について，原子吸光光度法により，カドミウム及び鉛の試験を行うとき，これに適合しなければならない。ただし，容量1.1L以上の試料の場合は，カドミウム標準溶液としては，カドミウム標準原液50mlに0.1mol/l硝酸を加えて100mlとしたものを，鉛標準溶液(原子吸光光度法用)としては，鉛標準原液50mlに0.1mol/l硝酸を加えて100mlとしたものをそれぞれ用いる。

(2) 液体を満たすことのできない試料又は液体を満たしたときにその深さが2.5cm未満である試料

1. 試験溶液の調製

試料を水でよく洗った後，試料に4%酢酸を浸出用液として用い，常温で暗所に24時間放置し，これを5mlビーカーに採り，水浴上で蒸発乾固する。冷後，塩酸(1　2)2mlを静かに加えてこれを溶解した後，水浴上で蒸発乾固する。冷後，これを0.1mol/l硝酸に溶かして全量を10mlとし，試験溶液とする。

2. 溶出試験

a　カドミウム及び鉛

検量線の作成

10mlのメスフラスコにカドミウム標準原液及び鉛標準原液をそれぞれ1.0, 2.0, 3.0, 4.0及び5.0ml別々に採り，それぞれに0.1mol/l硝酸を加えて10mlとし，これらについて原子吸光光度法の操作法により吸光度を測定し，カドミウム及び鉛それぞれの検量線を作成する。

定量法

試験溶液について、原子吸光光度法又は誘導結合プラズマ発光強度測定法により、カドミウム及び鉛の濃度C($\mu\text{g}/\text{ml}$)をそれぞれ求め、試料の表面積をS(cm^2)、浸出用液の全量をV(ml)とし、次式により単位面積あたりの溶出量をそれぞれ求めるとき、その量は、カドミウムにあつては $1.7\mu\text{g}/\text{cm}^2$ 以下、鉛にあつては $17\mu\text{g}/\text{cm}^2$ 以下でなければならない。

$$\text{単位面積あたりの溶出量}(\mu\text{g}/\text{cm}^2) = (C \times V) / S$$

2 合成樹脂製の器具又は容器包装

(1) 一般規格

合成樹脂製の器具又は容器包装は、次の試験法による試験(フェノール樹脂、メラミン樹脂及びユリア樹脂を主成分とする合成樹脂製のものについては、2. 溶出試験のbに示す過マンガン酸カリウム消費量の試験を除く。)に適合しなければならない。

1. 材質試験

a カドミウム及び鉛

試料1.0gを白金製、石英製又は耐熱ガラス製の蒸発皿に採り、硫酸2mlを加え徐々に加熱し、更に硫酸の白煙がほとんど出なくなり、大部分が炭化するまで加熱する。これを約 450° の電気炉で加熱して灰化する。十分に灰化するまで、蒸発皿の内容物を硫酸で潤して再び加熱する操作を繰り返し行う。この残留物に塩酸(1-2)5mlを加えてかき混ぜ、水浴上で蒸発乾固する。冷後0.1mol/l硝酸20mlを加えて溶解し、不溶物がある場合はろ過をして試験溶液とする。この試験溶液について、原子吸光光度法又は誘導結合プラズマ発光強度測定法によりカドミウム及び鉛の試験を行うとき、その量はそれぞれ $100\mu\text{g}/\text{g}$ 以下でなければならない。

2. 溶出試験

a 重金属

浸出用液として4%酢酸を用いて作った試験溶液について、重金属試験を行うとき、その量はPbとして $1\mu\text{g}/\text{ml}$ 以下でなければならない。

b 過マンガン酸カリウム消費量

浸出用液として水を用いて作った試験溶液について、過マンガン酸カリウム消費量の試験を行うとき、その量は $10\mu\text{g}/\text{ml}$ 以下でなければならない。

(2) 個別規格

1. フェノール樹脂、メラミン樹脂及びユリア樹脂を主成分とする合成樹脂製の器具又は容器包装
フェノール樹脂、メラミン樹脂及びユリア樹脂を主成分とする合成樹脂製の器具又は容器包装は、次の試験法による試験に適合しなければならない。

定量法

試験溶液について、原子吸光光度法の操作法により、カドミウム及び鉛の吸光度をそれぞれ測定する。得られた吸光度から の検量線に基づいて試験溶液のカドミウム及び鉛の濃度C(mg/L)をそれぞれ求め、試料の表面積(液体を満たしたときにその深さが2.5cm未満である試料にあつては、試料を伏せたときにその外周で囲まれる面積)をS(cm^2)、浸出用液の全量をV(ml)とし、次式により単位面積あたりの溶出量をそれぞれ求めるとき、その量は、カドミウムにあつては $1.7\mu\text{g}/\text{cm}^2$ 以下、鉛にあつては $17\mu\text{g}/\text{cm}^2$ 以下でなければならない。

$$\text{単位面積あたりの溶出量}(\mu\text{g}/\text{cm}^2) = (C \times V \times 2) / S$$

2 合成樹脂製の器具又は容器包装

(1) 一般規格

合成樹脂製の器具又は容器包装は、次の試験法による試験(ホルムアルデヒドを製造原料とする合成樹脂製のものについては、2. 溶出試験のbに示す過マンガン酸カリウム消費量の試験を除く。)に適合しなければならない。

1. 材質試験

a カドミウム及び鉛

試料1.0gを白金製又は石英製の蒸発皿に採り、硫酸10滴を加えて徐々に加熱し、大部分の硫酸分を蒸発させた後、直火上で乾固する。引き続き火力を強めながらこれを約 450° で加熱して灰化する。蒸発皿の内容物を硫酸で潤して再び加熱し、ほとんど白色の灰分が得られるまでこの操作を繰り返し行う。ポーログラフ法を用いる場合にあっては、この残留物に電解液10mlを加え(直流ポーログラフを用いる場合にあっては、更にゼラチン溶液0.2mlを加える。)、時々かき混ぜて3時間放置し、試験溶液とする。原子吸光光度法を用いる場合にあっては、この残留物に0.1mol/l硝酸10mlを加えて溶解し、鉛の試験溶液とする。更にこの試験溶液1mlを採り、これに0.1mol/l硝酸を加えて10mlとし、カドミウムの試験溶液とする。これらの試験溶液について、ポーログラフ法又は原子吸光光度法によりカドミウム及び鉛の試験を行うとき、これに適合しなければならない。

2. 溶出試験

a 重金属

浸出用液として4%酢酸を用いて作った試験溶液について、重金属の試験を行うとき、その量は1ppm以下でなければならない。

b 過マンガン酸カリウム消費量

浸出用液として水を用いて作った試験溶液について、過マンガン酸カリウム消費量の試験を行うとき、その量は10ppm以下でなくてはならない。

(2) 個別規格

1. ホルムアルデヒドを製造原料とする合成樹脂製の器具又は容器包装
ホルムアルデヒドを製造原料とする合成樹脂製の器具又は容器包装は、次の試験法による試験に適合しなければならない。

a 溶出試験

フェノール

浸出用液として水を用いて作った試験溶液について、モノマー試験法中のフェノールの試験を行うとき、その量は5 µg/ml以下でなければならない。

ホルムアルデヒド

浸出用液として水を用いて作った試験溶液について、モノマー試験法中のホルムアルデヒドの試験を行うとき、これに適合しなければならない。

蒸発残留物

蒸発残留物試験を行うとき、その量は30 µg/ml以下でなければならない。

2. ポリ塩化ビニルを主成分とする合成樹脂製の器具又は容器包装

ポリ塩化ビニルを主成分とする合成樹脂製の器具又は容器包装は、次の試験法による試験に適合しなければならない。

a 材質試験

ジブチルスズ化合物

試料を細切又は粉碎し、その0.5gを正確に量り、共栓付フラスコに入れる。アセトン及びヘキサンの混液(3:7) 20ml 及び塩酸1滴を加え、密栓をして約40 °に保ちながら時々振り混ぜて一晩放置する。冷後、この液をろ過し、ろ液及び洗液を合わせ、減圧濃縮器を用いて40 °以下で約 1ml まで濃縮する。次いで、ヘキサンを用いて25ml のメスフラスコに移し、ヘキサンを加えて 25.0mlとする。毎分2,500回転で、約10分間遠心分離を行い、上澄液を試験溶液として添加剤試験法中のジブチルスズ化合物の試験を行うとき、その量は二塩化ジブチルスズとして50 µg/g 以下でなければならない。

クレゾールリン酸エステル

試料を細切又は粉碎し、その0.5gを正確に量り、共栓付フラスコに入れる。アセトニトリル15mlを加え、密栓をして約40 °に保ちながら一晩放置する。この液をろ過し、ろ液及び洗液を合わせ、アセトニトリルを加えて25mlとする。アセトニトリル 5ml、次にアセトニトリル及び水の混液(1:1) 5mlで調整したオクタデシルシリル化シリカゲルミニカラムに、アセトニトリル抽出液5mlと水5mlを混和して注入する。その後、アセトニトリル及び水の混液(2:1)で溶出して溶出液10mlを採取する。これを試験溶液として添加剤試験法中のクレゾールリン酸エステルの試験を行うとき、その量は1,000 µg/g 以下でなければならない。

a 溶出試験

フェノール

浸出用液として水を用いて作った試験溶液について、次の試験を行う。試験溶液5mlを採り、臭素試液5滴を加えて、1時間放置するとき、帯黄白色の沈殿を生じてはならない。

ホルムアルデヒド

浸出用液として水を用いて作った試験溶液について、モノマー試験法中のホルムアルデヒドの試験を行うとき、これに適合しなければならない。

蒸発残留物

浸出用液として4%酢酸を用いて作った試験溶液について、蒸発残留物の試験を行うとき、その量は30ppm以下でなければならない。

2. ポリ塩化ビニルを主成分とする合成樹脂製の器具又は容器包装

ポリ塩化ビニルを主成分とする合成樹脂製の器具又は容器包装は、次の試験法による試験(飲食器又は割ぼう具以外の器具についてはbに示す溶出試験に限る。)に適合しなければならない。

a 材質試験

ジブチルスズ化合物

試料10gを500mlの共栓フラスコに入れ、四塩化炭素100ml及びメタノール50mlを加え、還流冷却器を付けて水浴中で時々振り混ぜながら4時間加熱する。冷後この液をろ過し、ろ液を水浴上で蒸発乾固し、残留物をエタノールに溶かして5mlとする。これを試験溶液として添加剤試験法中のジブチルスズ化合物の試験を行うとき、これに適合しなければならない。

クレゾールリン酸エステル

試料10gを500mlの共栓フラスコに入れ、四塩化炭素100ml及びメタノール50mlを加え、還流冷却器を付けて水浴中で時々振り混ぜながら4時間加熱する。冷後この液をろ過し、ろ液を水浴上で蒸発乾固し、残留物をエタノールに溶かして5mlとする。次いで、この液2.5mlを共栓フラスコに入れ、エタノール製水酸化カリウム試液60mlを加え、還流冷却器を付けて水浴中で2時間加熱する。冷後、水30mlを加え、これを減圧濃縮して約30mlとし、0.5mol/l硫酸を滴下してpH3に調整する。次いで、この液を分液漏斗に移した後、フラスコをエーテル20mlずつで2回洗い、洗液を分液漏斗に加え、激しく振り混ぜた後、静置する。次に、下層を別の分液漏斗に移し、エーテル40mlずつで2回抽出し、エーテル抽出液を最初のエーテル抽出液に合わせる。次に、この液をクデルナダニッシュ濃縮器を用いて水浴上で約1mlとなるまで濃縮し、エタノールを加えて5mlとする。これを試験溶液として添加剤試験法中のクレゾールリン酸エステルの試験を行うとき、これに適合しなければならない。

塩化ビニル

試料を細切りし、その 0.5g を正確に量り、20ml のバイアルに入れる。次いで、N,N-ジメチルアセトアミド 2.5ml を加え、直ちにセプトラムで密封する。これを試験溶液としてモノマー試験法中の塩化ビニルの試験を行うとき、その量は $1\mu\text{g/g}$ 以下でなければならない。ただし、溶解が困難な試料にあっては、密封後常温で時々振り混ぜて一晩放置したものを試験溶液とする。

b 溶出試験

蒸発残留物

蒸発残留物試験を行うとき、その量は $30\mu\text{g/ml}$ 以下でなければならない。ただし、ヘプタンを浸出用液とする場合にあっては、 $150\mu\text{g/ml}$ 以下でなければならない。

3. ポリエチレン及びポリプロピレンを主成分とする合成樹脂製の器具又は容器包装

ポリエチレン及びポリプロピレンを主成分とする合成樹脂製の器具又は容器包装は、次の試験法による試験に適合しなければならない。

a 溶出試験

蒸発残留物

蒸発残留物試験を行うとき、その量は $30\mu\text{g/ml}$ 以下でなければならない。ただし、使用温度が 100° 以下の試料であってヘプタンを浸出用液とする場合にあっては、 $150\mu\text{g/ml}$ 以下でなければならない。

4. ポリスチレンを主成分とする合成樹脂製の器具又は容器包装

ポリスチレンを主成分とする合成樹脂製の器具又は容器包装は、次の試験法による試験に適合しなければならない。

a 材質試験

揮発性物質

試料約 0.5g を精密に量り、20ml のメスフラスコに採り、テトラヒドロフランを適量加える。試料が溶けた後、ジエチルベンゼン試液 1ml を加え、次にテトラヒドロフランを加え 20ml とする。これを試験溶液としてモノマー試験法中の揮発性物質の試験を行うとき、スチレン、トルエン、エチルベンゼン、イソプロピルベンゼン及びプロピルベンゼンの各成分の濃度の合計は、 $5,000\mu\text{g/g}$ 以下でなければならない。ただし、発泡ポリスチレン(熱湯を用いるものに限る。)にあっては、各成分の濃度の合計が $2,000\mu\text{g/g}$ 以下であり、かつ、スチレン及びエチルベンゼンの濃度がそれぞれ $1,000\mu\text{g/g}$ 以下でなければならない。

b 溶出試験

蒸発残留物

蒸発残留物試験を行うとき、その量は $30\mu\text{g/ml}$ 以下でなければならない。ただし、ヘプタンを浸出用液とする場合にあっては、 $240\mu\text{g/ml}$ 以下でなければならない。

5. ポリ塩化ビニリデンを主成分とする合成樹脂製の

塩化ビニル

試料を 5mm 角以下に細切り、その約 1g を精密に量り、20ml のメスフラスコに入れ、テトラヒドロフランを適量加え、冷所に保存し、時々振り混ぜる。試料が溶けた後、メタノール・ドライアイス浴で冷却したテトラヒドロフランを加えてメタノール・ドライアイス浴中で 20ml とする。メタノール・ドライアイス浴中で保存する。これを試験溶液としてモノマー試験法中の塩化ビニルの試験を行うとき、これに適合しなければならない。

b 溶出試験

蒸発残留物

蒸発残留物の試験を行うとき、その量は 30ppm 以下でなければならない。ただし、 n ヘプタンを浸出用液とする場合にあっては、150ppm 以下でなければならない。

3. ポリエチレン及びポリプロピレンを主成分とする合成樹脂製の器具又は容器包装

ポリエチレン及びポリプロピレンを主成分とする合成樹脂製の器具又は容器包装は、次の試験法による試験に適合しなければならない。

a 溶出試験

蒸発残留物

蒸発残留物の試験を行うとき、その量は 30ppm 以下でなければならない。ただし、使用温度が 100° 以下の試料であって n ヘプタンを浸出用液とする場合にあっては、150ppm 以下でなければならない。

4. ポリスチレンを主成分とする合成樹脂製の器具又は容器包装

ポリスチレンを主成分とする合成樹脂製の器具又は容器包装は、次の試験法による試験に適合しなければならない。

a 材質試験

揮発性物質

試料約 0.5g を精密に量り、20ml のメスフラスコに採り、ジメチルホルムアミドを適量加える。試料が溶けた後、シクロペンタノール試液 1ml を加え、次にジメチルホルムアミドを加え 20ml とする。これを試験溶液としてモノマー試験法中の揮発性物質の試験を行うとき、スチレン、トルエン、エチルベンゼン、イソプロピルベンゼン及び n プロピルベンゼンの各成分の濃度の合計は、5,000ppm 以下でなければならない。ただし、発泡ポリスチレン(熱湯を用いるものに限る。)にあっては、各成分の濃度の合計が 2,000ppm 以下であり、かつ、スチレン及びエチルベンゼンの濃度がそれぞれ 1,000ppm 以下でなければならない。

b 溶出試験

蒸発残留物

蒸発残留物の試験を行うとき、その量は 30ppm 以下でなければならない。ただし、 n ヘプタンを浸出用液とする場合にあっては、240ppm 以下でなければならない。

5. ポリ塩化ビニリデンを主成分とする合成樹脂製の

器具又は容器包装

ポリ塩化ビニリデンを主成分とする合成樹脂製の器具又は容器包装は、次の試験法による試験に適合しなければならない。

a 材質試験
バリウム

試料0.5gを白金製、石英製又は耐熱ガラス製の蒸発皿に量り、直火上約300°で徐々に炭化した後、約450°で加熱して灰化する。この残留物に0.1mol/l硝酸50mlを加えて溶解する。これを試験溶液として原子吸光光度法又は誘導結合プラズマ発光強度測定法によりバリウムの試験を行うとき、その量は100 µg/g以下でなければならない。

塩化ビニリデン

試料を細切り、その0.5gを精密に量り、20mlのバイアルに入れる。次いで、N,N-ジメチルアセトアミド2.5mlを加え、直ちにセプタムで密封する。これを試験溶液としてモノマー試験法中の塩化ビニリデンの試験を行うとき、その量は6 µg/g以下でなければならない。

b 溶出試験
蒸発残留物

蒸発残留物試験を行うとき、その量は30 µg/ml以下でなければならない。

6. ポリエチレンテレフタレートを主成分とする合成樹脂製の器具又は容器包装

ポリエチレンテレフタレートを主成分とする合成樹脂製の器具又は容器包装は、次の試験法による試験に適合しなければならない。

a 溶出試験
アンチモン

浸出用液として4%酢酸を用いて作った試験溶液について、原子吸光光度法又は誘導結合プラズマ発光強度測定法によりアンチモンの試験を行うとき、その量は0.05 µg/ml以下でなければならない。

ゲルマニウム

浸出用液として4%酢酸を用いて作った試験溶液について、原子吸光光度法又は誘導結合プラズマ発光強度測定法によりゲルマニウムの試験を行うとき、その量は0.1 µg/ml以下でなければならない。

蒸発残留物

蒸発残留物試験を行うとき、その量は30 µg/ml以下でなければならない。

7. ポリメタクリル酸メチルを主成分とする合成樹脂製の器具又は容器包装

ポリメタクリル酸メチルを主成分とする合成樹脂製の器具又は容器包装は、次の試験法による試験に適合しなければならない。

a 溶出試験
メタクリル酸メチル

器具又は容器包装

ポリ塩化ビニリデンを主成分とする合成樹脂製の器具又は容器包装は、次の試験法による試験に適合しなければならない。

a 材質試験
バリウム

試料2.0gを白金製又は石英製の蒸発皿に採り、直火上約300°で徐々に炭化した後、約450°で加熱して灰化する。この残留物に0.1mol/l硝酸10mlを加えて溶解する。これを試験溶液として原子吸光光度法によりバリウムの試験を行うとき、これに適合しなければならない。

塩化ビニリデン

試料を5mm角以下に細切り、その約1gを精密に量り、30mlの三角フラスコに入れ、四塩化炭素及びテトロヒドロフランの混液(7:3)を正確に20ml加え、シリコンゴム栓をして50°に保ちながら時々振り混ぜて30分間放置する。冷後、この上澄みを試験溶液としてモノマー試験法中の塩化ビニリデンの試験を行うとき、これに適合しなければならない。

b 溶出試験
蒸発残留物

蒸発残留物の試験を行うとき、その量は30ppm以下でなければならない。

6. ポリエチレンテレフタレートを主成分とする合成樹脂製の器具又は容器包装

ポリエチレンテレフタレートを主成分とする合成樹脂製の器具又は容器包装は、次の試験法による試験に適合しなければならない。

a 溶出試験
アンチモン

浸出用液として4%酢酸を用いて作った試験溶液について、添加剤試験法中のアンチモンの試験を行うとき、これに適合しなければならない。

ゲルマニウム

浸出用液として4%酢酸を用いて作った試験溶液について、添加剤試験法中のゲルマニウムの試験を行うとき、これに適合しなければならない。

蒸発残留物

蒸発残留物の試験を行うとき、その量は30ppm以下でなければならない。

7. ポリメタクリル酸メチルを主成分とする合成樹脂製の器具又は容器包装

ポリメタクリル酸メチルを主成分とする合成樹脂製の器具又は容器包装は、次の試験法による試験に適合しなければならない。

a 溶出試験
メタクリル酸メチル

浸出用液として20%エタノールを用いて作った試験溶液について、モノマー試験法中のメタクリル酸メチルの試験を行うとき、その量は15 µg/ml以下でなければならない。

蒸発残留物
蒸発残留物試験を行うとき、その量は30 µg/ml以下でなければならない。

8. ナイロンを主成分とする合成樹脂製の器具又は容器包装
ナイロンを主成分とする合成樹脂製の器具又は容器包装は、次の試験法による試験に適合しなければならない。

a 溶出試験
カプロラクタム
浸出用液として20%エタノールを用いて作った試験溶液について、モノマー試験法中のカプロラクタムの試験を行うとき、その量は15 µg/ml以下でなければならない。

蒸発残留物
蒸発残留物試験を行うとき、その量は30 µg/ml以下でなければならない。

9. ポリメチルペンテンを主成分とする合成樹脂製の器具又は容器包装
ポリメチルペンテンを主成分とする合成樹脂製の器具又は容器包装は、次の試験法による試験に適合しなければならない。

a 溶出試験
蒸発残留物
蒸発残留物試験を行うとき、その量は30 µg/ml以下でなければならない。ただし、ヘプタンを浸出用液とする場合にあっては、120 µg/ml以下でなければならない。

10. ポリカーボネートを主成分とする合成樹脂製の器具又は容器包装

a 材質試験
ビスフェノールA(フェノール及びp tert ブチルフェノールを含む。)
試料1.0gを200mlの三角フラスコに入れ、ジクロロメタン20mlを加える。試料が溶けた後、よくかき混ぜながらアセトン100mlを滴加し、毎分3,000回転で約10分間遠心分離を行い、上澄液を減圧濃縮器を用いて約2mlとなるまで濃縮する。次いで、アセトニトリル10mlを加え、更に水を加えて20mlとする。その1mlを採り、孔径0.5 µm以下のメンブランフィルターでろ過する。これを試験溶液としてモノマー試験法中のビスフェノールA(フェノール及びp tert ブチルフェノールを含む。)の試験を行うとき、その量は500 µg/g以下でなければならない。

ジフェニルカーボネート
ビスフェノールA(フェノール及びp tert ブチルフェノールを含む。)の場合と同様に操作して得ら

浸出用液として20%エタノールを用いて作った試験溶液について、モノマー試験法中のメタクリル酸メチルの試験を行うとき、これに適合しなければならない。

蒸発残留物
蒸発残留物の試験を行うとき、その量は30ppm以下でなければならない。

8. ナイロンを主成分とする合成樹脂製の器具又は容器包装
ナイロンを主成分とする合成樹脂製の器具又は容器包装は、次の試験法による試験に適合しなければならない。

a 溶出試験
カプロラクタム
浸出用液として20%エタノールを用いて作った試験溶液について、モノマー試験法中のカプロラクタムの試験を行うとき、これに適合しなければならない。

蒸発残留物
蒸発残留物の試験を行うとき、その量は30ppm以下でなければならない。

9. ポリメチルペンテンを主成分とする合成樹脂製の器具又は容器包装
ポリメチルペンテンを主成分とする合成樹脂製の器具又は容器包装は、次の試験法による試験に適合しなければならない。

a 溶出試験
蒸発残留物
蒸発残留物の試験を行うとき、その量は30ppm以下でなければならない。ただし、n ヘプタンを浸出用液とする場合にあっては、120ppm以下でなければならない。

10. ポリカーボネートを主成分とする合成樹脂製の器具又は容器包装

a 材質試験
ビスフェノールA(フェノール及びp tert ブチルフェノールを含む。)
試料1.0gを200mlの三角フラスコに入れ、ジクロロメタン20mlを加える。試料が溶けた後、よくかき混ぜながらアセトン100mlを滴加し、毎分3,000回転で約10分間遠心分離を行い、上澄液を減圧濃縮器を用いて約2mlとなるまで濃縮する。次いで、アセトニトリル10mlを加え、更に水を加えて20mlとする。その1mlを採り、孔径0.5 µm以下のメンブランフィルターでろ過する。これを試験溶液としてモノマー試験法中のビスフェノールA(フェノール及びp tert ブチルフェノールを含む。)の試験を行うとき、その量は500ppm以下でなければならない。

ジフェニルカーボネート
ビスフェノールA(フェノール及びp tert ブチルフェノールを含む。)の場合と同様に操作して得ら

れた試験溶液を用いて、モノマー試験法中のジフェニルカーボネートの試験を行うとき、その量は500 $\mu\text{g/g}$ 以下でなければならない。

アミン類

試料1.0gを200mlの三角フラスコに入れ、ジクロロメタン20mlを加える。試料が溶けた後、よくかき混ぜながらアセトン100mlを滴加し、毎分3,000回転で約10分間遠心分離を行う。上澄液を減圧濃縮器を用いて約1mlに濃縮した後、ジクロロメタンを加えて2mlとする。これを試験溶液として添加剤試験法中のアミン類(トリエチルアミン及びトリブチルアミンに限る。以下同じ。)の試験を行うとき、その量は1 $\mu\text{g/g}$ 以下でなければならない。

b 溶出試験

ビスフェノールA(フェノール及びp tert プチルフェノールを含む。)

イ 油脂及び脂肪性食品の器具又は容器包装の場合
試料を水でよく洗った後、試料の表面積1 cm^2 につき2mlの割合のn-ヘプタンを浸出用液として用い、25°に保ちながら1時間放置する。この液25mlを分液漏斗に移し、アセトニトリル10mlを加え、5分間激しく振り混ぜた後、静置し、アセトニトリル層を25mlのメスフラスコに移す。ヘプタン層にアセトニトリル10mlを加え、上記と同様に操作して、アセトニトリル層を上記のメスフラスコに合わせる。次いでアセトニトリルを加えて正確に25mlとする。これを試験溶液としてモノマー試験法中のビスフェノールA(フェノール及びp-tert-プチルフェノールを含む。)の試験を行うとき、その量は2.5 $\mu\text{g/ml}$ 以下でなければならない。

ロ 油脂及び脂肪性食品以外の食品の器具又は容器包装の場合
次の表の第1欄に掲げる食品の器具又は容器包装はそれぞれ第2欄に掲げる溶媒を浸出用液として用いて作った試験溶液について、モノマー試験法中のビスフェノールA(フェノール及びp-tert-プチルフェノールを含む。)の試験を行うとき、その量は2.5 $\mu\text{g/ml}$ 以下でなければならない。

表

蒸発残留物

蒸発残留物試験を行うとき、その量は30 $\mu\text{g/ml}$ 以下でなければならない。

11. ポリビニルアルコールを主成分とする合成樹脂製の器具又は容器包装

蒸発残留物

蒸発残留物試験を行うとき、その量は30 $\mu\text{g/ml}$ 以下でなければならない。

3 ゴム製の器具又は容器包装

(1) ゴム製の器具(ほ乳器具を除く。)又は容器包装
ゴム製の器具(ほ乳器具を除く。)又は容器包装は、次の試験法による試験(塩素を含まないゴム製のものについては、1.材質試験のbに示す2-メルカプトイミダゾリンの試験を除く。)に適合しなければならない。

れた試験溶液を用いて、モノマー試験法中のジフェニルカーボネートの試験を行うとき、その量は500ppm以下でなければならない。

アミン類

試料1.0gを200mlの三角フラスコに入れ、ジクロロメタン20mlを加える。試料が溶けた後、よくかき混ぜながらアセトン100mlを滴加し、毎分3,000回転で約10分間遠心分離を行い、上澄液を減圧濃縮器を用いて濃縮した後、乾固する。次いで、ジクロロメタンを加えて2mlとする。これを試験溶液として添加剤試験法中のアミン類(トリエチルアミン及びトリブチルアミンに限る。以下同じ。)の試験を行うとき、その量は1ppm以下でなければならない。

b 溶出試験

ビスフェノールA(フェノール及びp tert プチルフェノールを含む。)

イ 油脂及び脂肪性食品の器具又は容器包装の場合
試料を水でよく洗った後、試料の表面積1 cm^2 につき2mlの割合のn-ヘプタンを浸出用液として用い、25°に保ちながら1時間放置する。この液25mlを分液漏斗に移し、アセトニトリル10mlを加え、5分間激しく振り混ぜた後、静置し、アセトニトリル層を25mlのメスフラスコに移す。n-ヘプタン層にアセトニトリル10mlを加え、上記と同様に操作して、アセトニトリル層を上記のメスフラスコに合わせる。次いでアセトニトリルを加えて正確に25mlとする。これを試験溶液としてモノマー試験法中のビスフェノールA(フェノール及びp-tert-プチルフェノールを含む。)の試験を行うとき、その量は2.5ppm以下でなければならない。

ロ 油脂及び脂肪性食品以外の食品の器具又は容器包装の場合
次の表の第1欄に掲げる食品の器具又は容器包装はそれぞれ第2欄に掲げる溶媒を浸出用液として用いて作った試験溶液について、モノマー試験法中のビスフェノールA(フェノール及びp-tert-プチルフェノールを含む。)の試験を行うとき、その量は2.5ppm以下でなければならない。

表

蒸発残留物

蒸発残留物の試験を行うとき、その量は30ppm以下でなければならない。

11. ポリビニルアルコールを主成分とする合成樹脂製の器具又は容器包装

蒸発残留物

蒸発残留物の試験を行うとき、その量は30ppm以下でなければならない。

3 ゴム製の器具又は容器包装

(1) ゴム製の器具(ほ乳器具を除く。)又は容器包装
ゴム製の器具(ほ乳器具を除く。)又は容器包装は、次の試験法による試験(塩素を含まないゴム製のものについては、1.材質試験のbに示す2-メルカプトイミダゾリンの試験を除く。)に適合しなければならない。

1. 材質試験

a カドミウム及び鉛

試料1.0gを白金製、石英製又は耐熱ガラス製の蒸発皿に採り、硫酸2mlを加えて徐々に加熱し、更に硫酸の白煙がほとんど出なくなり、大部分が炭化するまで加熱する。これを約450°の電気炉で加熱して灰化する。十分に灰化するまで、蒸発皿の内容物を硫酸で潤して再び加熱する操作を繰り返し行う。この残留物に塩酸(1-2)5mlを加えてかき混ぜ、水浴上で蒸発乾固する。冷後0.1mol/l硝酸20mlを加えて溶解し、不溶物がある時はろ過をして試験溶液とする。この試験溶液について、原子吸光光度法又は誘導結合プラズマ発光強度測定法によりカドミウム及び鉛の試験を行うとき、その量はそれぞれ100µg/g以下でなければならない。

b 2 メルカプトイミダゾリン(略)

2. 溶出試験

a フェノール

浸出用液として水を用いて作った試験溶液について、モノマー試験法中のフェノールの試験を行うとき、その量は5µg/ml以下でなければならない。

b ホルムアルデヒド

浸出用液として水を用いて作った試験溶液について、モノマー試験法中のホルムアルデヒドの試験を行うとき、これに適合しなければならない。

c 亜鉛

浸出用液として4%酢酸を用いて作った試験溶液の1mlを採り、水を加えて15mlとし、塩酸4滴を加えたものについて、原子吸光光度法又は誘導結合プラズマ発光強度測定法により亜鉛の試験を行うとき、その量は15µg/ml以下でなければならない。

d 重金属

浸出用液として4%酢酸を用いて作った試験溶液について、重金属試験を行うとき、その量はPbとして1µg/ml以下でなければならない。ただし、硫化ナトリウム試液を加えるとき、白濁により試験に影響がある場合には、試験溶液をアンモニア水で中和してpH7以上とし、これにシアン化カリウム試液を加えたものについて試験を行う。

e 蒸発残留物

蒸発残留物試験を行うとき、その量は60µg/ml以下でなければならない。ただし、器具にあっては水を、油脂及び脂肪性食品の容器包装にあっては20%エタノールを浸出用液として用いる。

(2) ゴム製ほ乳器具

ゴム製ほ乳器具は、次の試験法による試験に適合しなければならない。

1. 材質試験

a カドミウム及び鉛

試料1.0gを白金製又は石英製の蒸発皿に採り、硫酸10滴を加えて徐々に加熱し、大部分の硫酸分を蒸発させた後、直火上で乾固する。引き続き火力を強めながらこれを約450°で加熱して灰化する。蒸発皿の内容物を硫酸で潤して再び加熱し、ほとんど白色の灰分が得られるまでこの操作を繰り返し行う。この残留物に0.1mol/l硝酸10mlを加えて溶解し、鉛の試験溶液とする。さらに、この試験溶液1mlを採り、これに0.1mol/l硝酸を加えて10mlとし、カドミウムの試験溶液とする。これらの試験溶液について、原子吸光光度法によりカドミウム及び鉛の試験を行うとき、これに適合しなければならない。

b 2 メルカプトイミダゾリン(略)

2. 溶出試験

a フェノール

浸出用液として水を用いて作った試験溶液について、次の試験を行う。

試験溶液20mlを採り、ホウ酸緩衝液3mlを加えてよく振り混ぜた後、4 アミノアンチピリン試液5ml及びフェリシアン化カリウム試液2.5mlを加え、更に水を加えて100mlとし、よく振り混ぜて室温で10分間放置する。別に水を用いて試験溶液と同様に操作して得られた溶液を対照とし、波長510nmで吸光度を測定するとき、試験溶液の吸光度はフェノール比色標準溶液の吸光度より大きくてはならない。

b ホルムアルデヒド

浸出用液として水を用いて作った試験溶液について、モノマー試験法中のホルムアルデヒドの試験を行うとき、これに適合しなければならない。

c 亜鉛

浸出用液として4%酢酸を用いて作った試験溶液について、原子吸光光度法により亜鉛の試験を行うとき、これに適合しなければならない。

d 重金属

浸出用液として4%酢酸を用いて作った試験溶液について、重金属の試験を行うとき、その量は1ppm以下でなければならない。ただし、硫化ナトリウム試液を加えるとき、白濁により試験に影響がある場合には、試験溶液をアンモニア水で中和してpH7以上とし、これにシアン化カリウム試液を加えたものについて試験を行う。

e 蒸発残留物

蒸発残留物の試験を行うとき、その量は60ppm以下でなければならない。ただし、器具にあっては水を、油脂及び脂肪性食品の容器包装にあっては20%エタノールを浸出用液として用いる。

(2) ゴム製ほ乳器具

ゴム製ほ乳器具は、次の試験法による試験に適合しなければならない。

1. 材質試験

a カドミウム及び鉛

(1) ゴム製の器具(ほ乳器具を除く。)又は容器包装の1. 材質試験のa カドミウム及び鉛に準じて試験を行うとき、カドミウム及び鉛はそれぞれ10 μ g/g以下でなければならない。ただし、標準溶液として、カドミウム標準溶液及び鉛標準溶液それぞれ10mlに0.1mol/l硝酸を加えて100mlとしたものを用いる。

2. 溶出試験

a 試験溶液の調製(略)

b 試験

フェノール(略)

ホルムアルデヒド(略)

亜鉛

浸出用液として水を用いて作った試験溶液20mlを採り、塩酸5滴を加えたものについて、原子吸光光度法又は誘導結合プラズマ発光強度測定法により亜鉛の試験を行うとき、その量は1 μ g/ml以下でなければならない。

重金属(略)

蒸発残留物

蒸発残留物試験を行うとき、その量は40 μ g/ml以下でなければならない。ただし、水を浸出用液として用いる。

4 金属缶(乾燥した食品(油脂及び脂肪性食品を除く。)を内容物とするものを除く。以下この目において同じ。)

(中略)

(1) 試料溶液の調製

特に定める場合以外は、次の方法により試料溶液を調製する。

試料を水でよく洗い、各試験法に規定されている浸出用液を用いて次のように操作して作る。

液体を満たすことができる試料にあっては、60 $^{\circ}$ に加温した浸出用液を満たし、時計皿で覆い、60 $^{\circ}$ に保ちながら30分間放置する。

液体を満たすことができない試料にあっては、表面積1 cm^2 につき2mlの割合の浸出用液を60 $^{\circ}$ に加温して浸し、60 $^{\circ}$ に保ちながら30分間放置する。

ただし、使用温度が100 $^{\circ}$ を超える試料であって水を浸出用液とする場合にあっては95 $^{\circ}$ に保ちながら30分間、n-ヘプタン又はペンタンを浸出用液とする場合にあっては25 $^{\circ}$ に保ちながら1時間放置する。

(2) 試験

1. ヒ素、鉛及びカドミウム

(中略)

表中のクエン酸溶液をクエン酸溶液に変更

a ヒ素

試料溶液10mlを試験溶液とし、ヒ素試験法により試験を行うとき、その量は三酸化二ヒ素として0.2 μ g/ml以下でなければならない。

1. 材質試験

a カドミウム及び鉛

(1) ゴム製の器具(ほ乳器具を除く。)又は容器包装の1. 材質試験のa カドミウム及び鉛を準用する。ただし、カドミウム標準溶液としては、カドミウム標準原液10mlに0.1mol/l硝酸を加えて100mlとしたものを、鉛標準溶液(原子吸光光度法用)としては、鉛標準原液10mlに0.1mol/l硝酸を加えて100mlとしたものを用いる。

2. 溶出試験

a 試験溶液の調製(略)

b 試験

フェノール(略)

ホルムアルデヒド(略)

亜鉛

浸出用液として水を用いて作った試験溶液について、原子吸光光度法により亜鉛の試験を行うとき、これに適合しなければならない。ただし、亜鉛標準溶液(原子吸光光度法用)としては、亜鉛標準原液10mlに0.1mol/l塩酸を加えて150mlとしたものを用いる。

重金属(略)

蒸発残留物

蒸発残留物の試験を行うとき、その量は40ppm以下でなければならない。ただし、水を浸出用液として用いる。

4 金属缶(乾燥した食品(油脂及び脂肪性食品を除く。)を内容物とするものを除く。以下この目において同じ。)

(中略)

(1) 試料溶液の調製

特に定める場合以外は、次の方法により試料溶液を調製する。

試料を水でよく洗い、各試験法に規定されている浸出用液を用いて次のように操作して作る。

液体を満たすことができる試料にあっては、60 $^{\circ}$ に加温した浸出用液を満たし、時計皿で覆い、60 $^{\circ}$ に保ちながら30分間放置する。

液体を満たすことができない試料にあっては、表面積1 cm^2 につき2mlの割合の浸出用液を用い、60 $^{\circ}$ に保ちながら30分間放置する。

ただし、使用温度が100 $^{\circ}$ を超える試料であって水を浸出用液とする場合にあっては95 $^{\circ}$ に保ちながら30分間、n-ヘプタンを浸出用液とする場合にあっては25 $^{\circ}$ に保ちながら1時間放置する。

(2) 試験

1. ヒ素、鉛及びカドミウム

(中略)

a ヒ素

試料溶液100mlをナス型フラスコに採り、硝酸5mlを加えてよく混ぜ合わせ、加熱して約20mlとした後、硝酸10ml及び硫酸5mlを加え、硫酸の白煙が発生し溶液の色が淡黄色又は無色になるまで穏やかに加熱する。冷後、水15ml及びシュウ酸アンモニウム試液10mlを加え、フラスコの頸部⁽¹⁾に白霧が現われるまで加熱する。冷後、水を加えて全量を正確に50mlとする。この

b カドミウム及び鉛
試料溶液を試験溶液として原子吸光光度法又は誘導結合プラズマ発光強度測定法によりカドミウム及び鉛の試験を行うとき、その量はそれぞれ0.1 µg/ml及び0.4 µg/ml以下でなければならない。ただし、水を用いて作った試料溶液はその100mlに硝酸5滴を加えて試験溶液とする。

2 フェノール
浸出用液として水を用いて作った試料溶液について、モノマー試験法中のフェノールの試験を行うとき、その量は5 µg/ml以下でなければならない。

3 ホルムアルデヒド
浸出用液として水を用いて作った試料溶液を試験溶液としてモノマー試験法中のホルムアルデヒドの試験を行うとき、これに適合しなければならない。

4 蒸発残留物
蒸発残留物試験に定める浸出用液を用いて調製した試料溶液を試験溶液として蒸発残留物試験を行うとき、その量は30 µg/ml以下でなくてはならない。
ただし、天然の油脂を主原料とする塗料であって塗膜中の酸化亜鉛の含量が3%を超えるものにより缶の内面を塗装した缶を試料とする場合であり、かつ、n ヘプタンを浸出用液として用いたときの蒸発残留物の量は、90 µg/ml以下でなければならない。また、この場合であって、水を浸出用液として用いたときの蒸発残留物の量が30 µg/mlを超える場合は、次の試験に適合しなければならない。
水を浸出用液として用いて得られた蒸発残留物にクロロホルム30mlを加え、加温した後これをろ過し、ろ液を重量既知の白金製、石英製又は耐熱ガラス製の蒸発皿に量る。更にクロロホルム10mlずつで2回蒸発残留物を洗い、加温した後これをろ過し、ろ液を蒸発皿に合わせ、水浴上で蒸発乾固する。冷後、秤^{ひょう}量して蒸発皿の前後の重量差a(mg)を求め、次式によりクロロホルム可溶物の量を求めるとき、その量は30 µg/ml以下でなければならない。
クロロホルム可溶物量(µg/ml) = ((a - b) × 1,000)

液3mlを採り、ヒ素試験法中の装置Aを用いる方法により試験を行うとき、これに適合しなければならない。
ただし、標準色は、0.5%クエン酸溶液100mlを試料溶液の場合と同様に操作して作った液3mlを採り、ヒ素標準液1.2mlを加えてよく混ぜ合わせ、ヒ素試験法中の操作法に規定するところにより調製する。

b カドミウム及び鉛
試料溶液50mlを採り、徐々に加熱し直火上で乾固する。引き続き火力を強めながらこれを約450°で加熱して灰化する。冷後、塩酸(1-2)5mlを静かに加えてこれを溶解した後、水浴上で蒸発乾固する。冷後、これを1mol/l硝酸に溶かして全量を10mlとする。これを試験溶液として原子吸光光度法によりカドミウム及び鉛の試験を行うとき、これに適合しなければならない。ただし、カドミウム標準溶液としては、カドミウム標準原液50mlに0.1mol/l硝酸を加えて100mlとしたものを、鉛標準溶液(原子吸光光度法用)としては、鉛標準原液20mlに0.1mol/l硝酸を加えて100mlとしたものをそれぞれ用いる。

2 フェノール
浸出用液として水を用いて作った試料溶液について、次の試験を行う。
試料溶液20mlを採り、ホウ酸緩衝液3mlを加えてよく振り混ぜた後、4 アミノアンチピリン試液5ml及びフェリシアン化カリウム試液2.5mlを加え、更に水を加えて100mlとし、よく振り混ぜて室温で10分間放置する。別に水を用いて試料溶液と同様に操作して得られた溶液を対照とし、波長510nmで吸光度を測定するとき、試料溶液の吸光度はフェノール比色標準溶液の吸光度より大きくてはならない。

3 ホルムアルデヒド
浸出用液として水を用いて作った試料溶液を試験溶液としてモノマー試験法中のホルムアルデヒドの試験を行うとき、これに適合しなければならない。

4 蒸発残留物
試料溶液を試験溶液として蒸発残留物の試験を行うとき、その量は30ppm以下でなくてはならない。
ただし、天然の油脂を主原料とする塗料であって塗膜中の酸化亜鉛の含量が3%を超えるものにより缶の内面を塗装した缶を試料とする場合であり、かつ、n ヘプタンを浸出用液として用いたときの蒸発残留物の量は、90ppm以下でなければならない。また、この場合であって、水を浸出用液として用いたときの蒸発残留物の量が30ppmを超える場合は、次の試験に適合しなければならない。
水を浸出用液として用いて得られた蒸発残留物にクロロホルム30mlを加え、加温した後これをろ過し、ろ液を重量既知の白金製又は石英製の蒸発皿に量る。更にクロロホルム10mlずつで2回蒸発残留物を洗い、加温した後これをろ過し、ろ液を蒸発皿に合わせ、水浴上で蒸発乾固する。冷後、秤^{ひょう}量して蒸発皿の前後の重量差a(mg)を求め、次式によりクロロホルム可溶物の量を求めるとき、その量は30ppm以下でなければならない。
クロロホルム可溶物量(ppm) = ((a - b) × 1,000) / 最初の試験溶液の採取量(ml)

/最初の試験溶液の採取量(ml)
ただし、b：試験溶液と同量の浸出用液について得た空試験値(mg)

5. エピクロロヒドリン

浸出用液としてペンタンを用いて作った試料溶液を試験溶液として、モノマー試験法中のエピクロロヒドリンの試験を行うとき、その量は0.5 µg/ml以下でなければならない。

6. 塩化ビニル

液体を満たすことができる試料にあつては、5°以下に冷却したエタノールを満たし、密栓して5°以下に保ちながら24時間放置する。

液体を満たすことができない試料にあつては、表面積1cm²につき2mlの割合の5°以下に冷却したエタノールを用い、密封した容器中で5°以下に保ちながら24時間放置する。

得られた溶液10mlをバイアルに入れ、直ちにセプトムで密封する。これを試験溶液としてモノマー試験法中の塩化ビニルの試験を行うとき、その量は0.05 µg/ml以下でなければならない。

E 器具又は容器包装の用途別規格（略）

F 器具及び容器包装の製造基準（略）

ただし、b：試験溶液と同量の浸出用液について得た空試験値(mg)

5. エピクロロヒドリン

液体を満たすことができる試料にあつては、内容積の20%の量のn ペンタンを入れて密栓し、25°に保ちながら時々振り混ぜて2時間放置する。

液体を満たすことができない試料にあつては、表面積1cm²につき0.4mlの割合のn ペンタンを用い、密封した容器中で25°に保ちながら時々振り混ぜて2時間放置する。これを試験溶液としてモノマー試験法中のエピクロロヒドリンの試験を行うとき、これに適合しなければならない。

6. 塩化ビニル

液体を満たすことができる試料にあつては、5°以下に冷却したエタノールを満たし、密栓して5°以下に保ちながら24時間放置する。

液体を満たすことができない試料にあつては、表面積1cm²につき2mlの割合の5°以下に冷却したエタノールを用い、密封した容器中で5°以下に保ちながら24時間放置する。これを試験溶液としてモノマー試験法中の塩化ビニルの試験を行うとき、これに適合しなければならない。

E 器具又は容器包装の用途別規格（略）

F 器具及び容器包装の製造基準（略）

改 正 案	現 行
<p>第4 おもちや A おもちや又はその原材料の規格 1 うつし絵は、次の試験法による試験に適合しなければならない。 この場合において、試験に用いる水は蒸留水とする。 (1) 試験溶液の調製（略） (2) 試験 1. 重金属 <u>試験溶液20mlについて、第3 器具および容器包装の部B 器具又は容器包装一般の試験法 4 重金属試験法により試験を行うとき、その量はPbとして1μg/ml以下でなければならない。</u></p> <p>2. ヒ素 <u>試験溶液20mlを採り、第3 器具および容器包装の部B 器具又は容器包装一般の試験法 7 ヒ素試験法により試験を行うとき、その量は三酸化二ヒ素として0.1μg/ml以下でなければならない。</u></p> <p>2 折り紙（略） (2) ヒ素 第4 おもちやの部A おもちや又はその原材料の規格の項の1の(2) 試験の2. ヒ素を準用する。</p> <p>3 ゴム製おしやぶり（略）</p> <p>4 おもちやの製造に用いる塩化ビニル樹脂塗料は、次の試験法による試験に適合しなければならない。この場合において、試験に用いる水は蒸留水とする。 (1) 試験溶液の調製（略） (2) 試験 1. 過マンガン酸カリウム消費量 <u>試験溶液50mlに水を加えて100mlとしたものについて、第3 器具および容器包装の部B 器具又は容器包装一般の試験法 1 過マンガン酸カリウム消費量試験法により試験を行うとき、その量は50μg/ml以下でなければならない。</u></p>	<p>第4 おもちや A おもちや又はその原材料の規格 1 うつし絵は、次の試験法による試験に適合しなければならない。 この場合において、試験に用いる水は蒸留水とする。 (1) 試験溶液の調製（略） (2) 試験 1. 重金属 <u>試験溶液100mlを白金製又は石英製の蒸発皿に採り、初め水浴上で加温して大部分の水分を蒸発させた後直火上で注意して乾固する。これを引き続き火力を強めながら約500°で加熱して灰化する。蒸発皿の内容物を硫酸で潤して再び加熱し、ほとんど白色の灰分が得られるまでこの操作を繰り返して行つた後、この残留物に希酢酸10ml及び水10mlを加え、水浴上で加温して溶かし、更に水を加えて25mlとし、その5mlをネスラー管に採り、水を加えて50mlとする。別に鉛標準液2mlをネスラー管に採り、希酢酸2ml及び水を加えて50mlとし、比較標準液とする。両液に硫化ナトリウム試液2滴ずつを加えてよく混和し、5分間放置した後、両管を白色を背景として上方及び側方から観察するとき、試験溶液の呈する色は比較標準液の呈する色より濃くてはならない。</u> <u>硫酸 硫酸(特級)を用いる。</u> <u>希酢酸 酢酸(特級)6mlに水を加えて100mlとしたものを用いる。</u> <u>鉛標準液 第2 添加物の部C 試薬・試液等の項の3 標準液に規定する鉛標準液を用いる。</u> <u>硫化ナトリウム試液 第2 添加物の部C 試薬・試液等の項の1 試薬・試液に規定する硫化ナトリウム試液を用いる。</u></p> <p>2. ヒ素 <u>試験溶液10mlを採り、第2 添加物の部B 一般試験法の項のヒ素試験法中の装置Aを用いる方法により試験を行うとき、その呈色は標準色より濃くてはならない。</u></p> <p>2 折り紙（略） (2) ヒ素 第4 おもちやの部A おもちや又はその原材料の規格の項の1の(2) 試験の2. ヒ素を準用する。</p> <p>3 ゴム製おしやぶり（略）</p> <p>4 おもちやの製造に用いる塩化ビニル樹脂塗料は、次の試験法による試験に適合しなければならない。この場合において、試験に用いる水は蒸留水とする。 (1) 試験溶液の調製（略） (2) 試験 1. 過マンガン酸カリウム消費量 <u>三角フラスコに水100ml、硫酸(1-3)5ml及び0.002mol/l過マンガン酸カリウム溶液5mlを入れ、5分間煮沸した後、液を捨てて水で洗う。この三角フラスコに試験溶液100mlを採り、硫酸(1-3)5mlを加え、更に0.002mol/l過マンガン酸カリウム溶液10mlを加え、加熱</u></p>

ただし、次式により過マンガン酸カリウム消費量を求める。

$$\text{過マンガン酸カリウム消費量}(\mu\text{g/ml}) = ((a-b) \times 0.316 \times f \times 1,000) / 50$$

2. 重金属(略)

3. カドミウム

試験溶液100mlに硝酸5滴を加え、第3 器具および容器包装の部 B 器具又は容器包装一般の試験法 3 原子吸光光度法又は9 誘導結合プラズマ発光強度測定法によりカドミウムの試験を行うとき、その量は試験溶液あたり0.5 $\mu\text{g/ml}$ 以下でなければならない。ただし、カドミウム標準溶液として、第3 器具および容器包装の部 C 試薬、試液等 のカドミウム標準溶液10mlに水を加えて100mlとし、硝酸5滴を加えたものを用いる。

して5分間煮沸する。次いで、加熱をやめ、直ちに0.01mol/lシウ酸ナトリウム溶液10mlを加えて脱色した後、0.002mol/l過マンガン酸カリウム溶液で微紅色が消えずに残るまで滴定する。

別に同様な方法で空試験を行い、次式により過マンガン酸カリウム消費量を求めるとき、その量は50ppm以下でなければならない。

$$\text{過マンガン酸カリウム消費量(ppm)} = ((a - b) \times 1,000) / 100 \times 0.316$$

ただし、a：本試験の0.002mol/l過マンガン酸カリウム溶液の滴定量(ml)

b：空試験の0.002mol/l過マンガン酸カリウム溶液の滴定量(ml)

硫酸 硫酸(特級)を用いる。

0.002mol/l過マンガン酸カリウム溶液 過マンガン酸カリウム(特級)約0.33gを水に溶かして1,000mlとする。遮光した共栓瓶に保存する。用時0.01mol/lシウ酸ナトリウム溶液を用いて標定する。

標定 水100mlを採り、硫酸(1-3)5ml及び過マンガン酸カリウム溶液5mlを加えて5分間煮沸する。次いで、加熱をやめ、直ちに0.01mol/lシウ酸ナトリウム溶液10mlを加えて脱色した後、過マンガン酸カリウム溶液を微紅色が消えずに残るまで滴加する。この液に硫酸(1-3)5ml及び過マンガン酸カリウム溶液5mlを加え、5分間煮沸した後、0.01mol/lシウ酸ナトリウム溶液10mlを加え、直ちに過マンガン酸カリウム溶液で滴定し、次式により過マンガン酸カリウム溶液の規定度係数を求める。

$$\text{規定度係数} = 10 / (5 + a)$$

ただし、a：過マンガン酸カリウム溶液の滴定量(ml)

0.01mol/lシウ酸ナトリウム溶液 シウ酸ナトリウム(標準試薬)0.6700gを水に溶かして1,000mlとし、遮光した共栓瓶に保存する。作製後1月以内に使用する。

2. 重金属(略)

3. カドミウム

この試験では、直流ポーラログラフ、交流ポーラログラフ又はク形波ポーラログラフを用いる。

試験溶液200mlをビーカーに採り、水浴上で蒸発乾固し、これに0.1mol/l塩酸10mlを加えて溶かす(直流ポーラログラフを用いる場合にあっては、更にゼラチン溶液0.2mlを加えてよく振り混ぜる。)。この液5mlを電解瓶に採り、電解瓶の白金線が隠れるまで水銀を注入した後、25°の恒温槽に入れ、滴下水銀電極を挿入する。次いで、電解瓶に窒素を15分間通じた後、-1,000~-400mv間のポーラログラムを描かせるとき、カドミウムの波高は、カドミウム比較標準液5mlを電解瓶に採り、以下試験溶液の場合と同様に操作して得られた波高より高くしてはならない。

硝酸 硝酸(特級)を用いる。

窒素 高純度窒素を用いる。

0.1mol/l塩酸 塩酸(特級)9.5mlに水を加えて1,000mlとする。

カドミウム比較標準液 金属カドミウム100mgを精密に量り、硝酸(1-10)25mlを加えて溶かし、水浴上で蒸発乾固する。この残留物に塩酸(1-2)5mlを加えて溶かし、再び蒸発乾固した後、得られた残留物を0.

4. 蒸発残留物

試験溶液200～300mlを採り、第3 器具および容器包装の部B 器具又は容器包装一般の試験法 5 蒸発残留物試験法により試験を行うとき、その量は50 µg/ml以下でなければならない。

5. ヒ素

第4 おもちやの部A おもちや又はその原材料の規格の項の1の(2) 試験の2. ヒ素を準用する。

5～8 (略)

9 1～8までに掲げる規定の方法に代わる方法で、それが規定の方法以上の精度のある場合は、その方法を用いることができる。ただし、その結果について疑いのある場合は、規定の方法で最終の判定を行う。

第5 洗浄剤

A 洗浄剤(もつぱら飲食器の洗浄の用に供されることが目的とされているものを除く。以下この項において同じ。)の成分規格

1 洗浄剤(固型石けんを除く。以下この目において同じ。)は、次の試験法による試験(洗浄剤であつて液状のもの以外のものについては、(3)メタノールを除く。)に適合しなければならない。この場合において、試験に用いる水は、蒸留水とする。

(1) ヒ素

洗浄剤であつて高級脂肪酸塩および高級脂肪酸エステル系界面活性剤以外の界面活性剤を含まないもの(以下「脂肪酸系洗浄剤」という。)にあつては試料を水で30倍に希釈し、脂肪酸系洗浄剤以外の洗浄剤にあつては試料を水で150倍に希釈して、これを試料溶液とする。試料溶液100mlを蒸発ザラにとり水浴上で加熱して大部分の水分を蒸発させる。残留液を分解フラスコに移し、蒸発ザラを少量の水で洗い、洗液を分解フラスコに加える。これに硝酸10mlを加えてよく混和し、はじめおだやかに加熱し、激しい反応が終つた後放冷する。ついで硫酸5mlを加え、白煙が発生するまで加熱する。液がなおかつ色を呈するときは、冷後硝酸5mlを追加して加熱する。この操作を液が無色～淡黄色となるまで繰り返す。冷後水を加えて50mlとする。この液20mlをとり、飽和シュウ酸アンモニウム溶液10mlを加え、再び白煙が発生するまで加熱する。冷

1mol/l塩酸に溶かして1,000mlとする。この液5mlを採り0.1mol/l塩酸を加えて50mlとする(直流ポーラログラフを用いる場合にあっては更にゼラチン溶液1mlを加えてよく振り混ぜる)。
ゼラチン溶液 ゼラチン100mgに水100mlを加え、加温して溶かす。用時作製する。

4. 蒸発残留物

試験溶液300mlを、あらかじめ105°で乾燥した重量既知の白金製又は石英製の蒸発皿に採り、水浴上で蒸発乾固する。次いで、105°で2時間乾燥した後、デンケーター中で放冷する。冷後、秤ひよう量して蒸発皿の前後の重量差を求める。別に同様の方法で空試験を行い、次式により蒸発残留物の量を求めるとき、その量は50ppm以下でなければならない。

蒸発残留物(ppm) = ((a - b) × 1,000) / 試験溶液の採取量(ml)

ただし、

a: 本試験における重量差(mg)

b: 空試験における重量差(mg)

5. ヒ素

第4 おもちやの部A おもちや又はその原材料の規格の項の1の(2) 試験の2. ヒ素を準用する。

5～8 (略)

第5 洗浄剤

A 洗浄剤(もつぱら飲食器の洗浄の用に供されることが目的とされているものを除く。以下この項において同じ。)の成分規格

1 洗浄剤(固型石けんを除く。以下この目において同じ。)は、次の試験法による試験(洗浄剤であつて液状のもの以外のものについては、(3)メタノールを除く。)に適合しなければならない。この場合において、試験に用いる水は、蒸留水とする。

(1) ヒ素

洗浄剤であつて高級脂肪酸塩および高級脂肪酸エステル系界面活性剤以外の界面活性剤を含まないもの(以下「脂肪酸系洗浄剤」という。)にあつては試料を水で30倍に希釈し、脂肪酸系洗浄剤以外の洗浄剤にあつては試料を水で150倍に希釈して、これを試料溶液とする。試料溶液75mlを蒸発ザラにとり水浴上で加熱して大部分の水分を蒸発させる。残留液を分解フラスコに移し、蒸発ザラを少量の水で洗い、洗液を分解フラスコに加える。これに硝酸10mlを加えてよく混和し、はじめおだやかに加熱し、激しい反応が終つた後放冷する。ついで硫酸5mlを加え、白煙が発生するまで加熱する。液がなおかつ色を呈するときは、冷後硝酸5mlを追加して加熱する。この操作を液が無色～淡黄色となるまで繰り返す。冷後水を加えて50mlとする。この液25mlを採り、飽和シュウ酸アンモニウム溶液10mlを加え、再び白煙が発生するまで加熱する。冷

後水を加えて20mlとし、これを試験溶液として、第3器具および容器包装の部B 器具又は容器包装一般の試験法 7 ヒ素試験法により試験を行うとき、その呈する色は、標準色より濃くてはならない。

試薬

硝酸 硝酸(特級)を用いる。

硫酸 硫酸(特級)を用いる。

シュウ酸アンモニウム シュウ酸アンモニウム(特級)を用いる。

- (2) 重金属(略)
- (3) メタノール(略)
- (4) 液性(略)
- 2 成分規格(略)
- 3 成分規格(略)
- 4 成分規格(略)
- 5 成分規格(略)

B 洗浄剤の使用基準

- 1 (略)
- 2 (略)
- 3 (略)

後水を加えて25mlとし、その10mlを採り、これを試験溶液として、第2 添加物の部B 一般試験法の項のヒ素試験法中の装置Aを用いる方法により試験を行うとき、その呈する色は、標準色より濃くてはならない。

試薬

硝酸 硝酸(特級)を用いる。

硫酸 硫酸(特級)を用いる。

シュウ酸アンモニウム シュウ酸アンモニウム(特級)を用いる。

- (2) 重金属(略)
- (3) メタノール(略)
- (4) 液性(略)
- 2 成分規格(略)
- 3 成分規格(略)
- 4 成分規格(略)
- 5 成分規格(略)

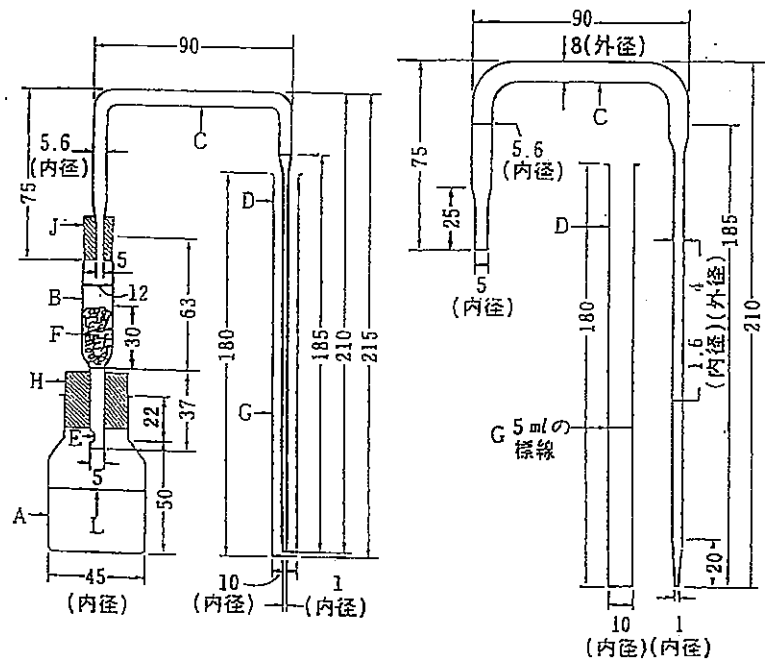
B 洗浄剤の使用基準

- 1 (略)
- 2 (略)
- 3 (略)

第 1 欄		第 2 欄
油脂及び脂肪性食品		n-ヘプタン → ヘプタン
酒類		20%エタノール
油脂及び脂肪性食品並びに酒類以外の食品	pH 5 を超えるもの	水
	pH 5 以下のもの	4%酢酸

装置 B

概略は、図 2 による。



(単位 mm)

図 2

- A : 発生瓶 (肩までの容量約70ml)
- B : 排気管
- C : ガラス管 (内径5.6mm, 吸収管に入れる部分は先端を内径1mmに引き伸ばす。)
- D : 吸収管 (内径10mm)
- E : 小孔
- F : ガラス繊維 (約0.2g)
- G : 5 ml の標線
- H及びJ : ゴム栓
- L : 40ml の標線

排気管 B に約30mmの高さにガラス繊維 F を詰め、酢酸鉛試液及び水の等容量混液で均等に潤した後、下端から弱く吸引して、過量の液を除く。これをゴム栓 H の中心に垂直に差し込み、B の下部の小孔 E は下にわずかに突きでるようにして発生瓶 A に付ける。B の上端にはガラス管 C を垂直に固定したゴム栓 J を付ける。C の排気管側の下端はゴム栓 J の下端と同一平面とする。