

ものを用いる。

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 窒素又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 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、試験溶液のガスクロマトグラム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 5 μ m の厚さでコーティングしたものを用いる。

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 窒素又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。

(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を精密に量って加え、テトラヒドロフランを更に加えて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製する。

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° から毎分 4° で昇温して 100° とし、更に毎分 10° で昇温して 150° 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 窒素又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濃度を求め、次式により各成分の含量を求める。

$$\text{含量}(\mu\text{g/g}) = \text{成分の濃度}(\mu\text{g/ml}) \times 20(\text{ml}) / \text{試料の重量}(\text{g})$$

ジフェニルカーボネート

(1) 検量線の作製

ジフェニルカーボネート約 10mg を精密に量り、100ml のメスフラスコに採り、メタノールを加えて 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、水を加えて 20ml とし、これを標準溶液とする (5,10,15,20 及び 25 μ g/ml)。標準溶液をそれぞれ 20 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ジフェニルカーボネートのピーク高さ又はピーク面積を求め、それぞれの検量線を作製する。

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 紫外吸光検出器を用いる。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)試験

試験溶液 20 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ピーク高さまたはピーク面積を求める。それぞれの検量線を用いて試験溶液中のジフェニルカーボネートの濃度を求め、次式により材質中の含量を求める。

$$\text{材質中の含量}(\mu\text{ g/g}) = \text{試験溶液濃度}(\mu\text{ g/ml}) \times 20(\text{ml}) / \text{試料の重量}(\text{g})$$

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。)

(1) 検量線の作製

ビスフェノールA, フェノール及びp-tert-ブチルフェノールそれぞれ約10mgを精密に量り、100mlのメスフラスコに採り、メタノールを加えて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、水を加えて20mlとし、これを標準溶液とする(5, 10, 15, 20, 25 μ g/ml)。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-ブチルフェノールのピーク高さまたはピーク面積を求め、それぞれの検量線を作製する。

操作条件

ジフェニルカーボネートの操作条件を準用する。

(2)試験

試験溶液 20 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高さまたはピーク面積を求める。それぞれの検量線を用いて試験溶液中のビスフェノールA, フェノール及びp-tert-ブチルフェノールの濃度を求め、次式によりそれぞれの材質中の含量を求める。

$$\text{材質中の含量}(\mu\text{ g/g}) = \text{試験溶液濃度}(\mu\text{ g/ml}) \times 20(\text{ml}) / \text{試料の重量}(\text{g})$$

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(III)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 $1\ \mu\text{l}$ 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 $5\ \mu\text{m}$ の厚さでコーティングしたものを用いる。

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 窒素又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° に加温して用い、 60° に保ちながら30分間放置する。ただし、使用温度が 100° を超える試料であつて水又は4%酢酸を浸出用液とする場合にあつては 95° 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つては 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 Zn [K 8012, 特級]

亜鉛 (ヒ素試験用) Zn [K 8012, ひ素分析用] 砂状

アセチルアセトン $\text{CH}_3\text{COCH}_2\text{COCH}_3$ [K 8027, 特級]

アセトニトリル CH_3CN [K 8032, 特級]

4-アミノアンチピリン $\text{C}_{11}\text{H}_{13}\text{N}_3\text{O}$ [K 8048, 特級]

アンチモン Sb [K 8080, 特級]

アンモニア水 NH_3 [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) $\text{C}_2\text{H}_5\text{OH}$ [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 C_2H_3ClO 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 (Ⅲ) $SbCl_3$ [K 8400, 特級]

塩化スズ(Ⅱ)二水和物 $SnCl_2 \cdot 2H_2O$ [塩化スズ(Ⅱ)二水和物, 特級]

塩化ビニリデン $C_2H_2Cl_2$ 本品は塩化ビニリデン 99 %以上を含む。

塩化ビニル C_2H_3Cl 本品は塩化ビニル 99.5 %以上を含む。

塩酸 HCl [K 8180, 特級]

塩酸 (ヒ素試験用) HCl [K 8180, ひ素分析用]

カプロラクタム $C_6H_{11}NO$ 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 $KMnO_4$ [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 $H_3C_6H_7O_7 \cdot H_2O$ [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 $C_6H_8N_2O_7$ [K 8284, くえん酸水素二アンモニウム, 特級]

グリセリン $CH_2(OH)CH(OH)CH_2OH$ [K8295, 特級]

o-クレゾール $C_6H_4CH_3OH$ (1級) (削除)

m-クレゾール $C_6H_4CH_3OH$ (1級) (削除)

p-クレゾール $C_6H_4CH_3OH$ (1級) (削除)

クレゾールリン酸エステル $(C_6H_4CH_3O)_3PO$ 本品はクレゾールリン酸エステル 90 %
以上を含む。

酢酸 CH_3COOH [K 8355, 特級]

酢酸アンモニウム CH_3COONH_4 [K 8359, 特級]

酢酸ナトリウム CH_3COONa [K 8372, 特級]

酢酸鉛(Ⅱ)三水和物 $Pb(CH_3COO)_2 \cdot 3H_2O$ [K 8374, 特級]

三酸化二ヒ素 As_2O_3 [K 8044, 三酸化二ひ素, 特級]

シアン化カリウム KCN [K 8443, 特級]

N,N-ジエチルジチオカルバミド酸銀 $C_8H_{10}AgNS_2$ [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 C_5H_9OH (削除)

2,6-ジクロロキノクロロイミド $C_6H_2Cl_2NO$

ジクロロメタン CH_2Cl_2 [K 8161, 特級]

N,N-ジメチルアセトアミド $CH_3CON(CH_3)_2$ 塩化ビニリデン又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 $(C_6H_5)_2CO_2$ 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 $(NH_4)_2C_2O_4 \cdot H_2O$ [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 NaC_2O_4 [K 8528, しゅう酸ナトリウム, 特級]

硝酸 [K 8541, 特級]

硝酸鉛(Ⅱ) $Pb(NO_3)_2$ [K 8563, 特級]