

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 μ l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 紫外吸光検出器を用い、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。

(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

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 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 μ m)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 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変性ラノリンを10%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 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 (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 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・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 0.25 μ m の厚さでコーティングしたもの。

カラム温度 45 $^{\circ}$ で 4 分間保持した後、毎分 15 $^{\circ}$ で昇温し、300 $^{\circ}$ に到達後 10 分間保持する。

試験溶液注入口温度 250 $^{\circ}$

検出器 質量分析計を用い、質量数 263 で検出する。

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)

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 3 μ l 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。

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。

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, 吸気管に入れる部分は先端を内径1mmに引き伸ばす。)

D：吸気管 (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、ブ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及びヨウ化カリウム試液5mlを加え、2~3分間放置した後、塩化スズ(II)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入れておく。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、試験溶液の試験と同時に行う。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 モノマー試験法

エピクロロヒドリン

(1) 定性試験

試験溶液及びエピクロロヒドリン標準溶液をそれぞれ5 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とピークの検出時間とエピクロロヒドリン標準溶液のガスクロマトグラムとエピクロロヒドリンのピークの検出時間を比較する。

操作条件

カラム 内径0.53mm、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1 μ m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 窒素又はヘリウムを用いる。エピクロロヒドリンが約7分で流出する流量に調節する。

(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ロヒドリン標準溶液のガスクロマトグラムのエピクロロ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ロヒドリンのピーク面積を測定するとき、その面積は、エピクロロ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。

7 モノマー試験法

エピクロロヒドリン

(1) 定性試験

試験溶液及びエピクロロヒドリン標準溶液をそれぞれ5 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とピークの検出時間とエピクロロヒドリン標準溶液のガスクロマトグラムとエピクロロヒドリン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。エピクロロヒドリンが約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177~250 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。

カラム温度 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。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。エピクロロヒドリンが約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ロヒドリン標準溶液のガスクロマトグラムのエピクロロ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ロヒドリンのピーク高さを測定するとき、その高さは、エピクロロ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。