

## 塩化ビニリデン

### (1) 定性試験

塩化ビニリデン標準溶液50 $\mu$ lを、あらかじめN,N-ジメチルアセトアミド2.5mlを入れたセプタムキャップ付きガラス瓶に加え直ちに密封する。次いで、試験溶液と標準溶液をそれぞれ密封したガラス瓶を90°に保ちながら時々振り混ぜて1時間加熱する。その後、それぞれの気相0.5ml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 $\mu$ mの厚さでコーティングしたものを用いる。

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50 $\mu$ lを採り、あらかじめN,N-ジメチルアセトアミド2.5mlを入れたセプタムキャップ付きガラス瓶に加え直ちに密封する。次いで、試験溶液と標準溶液をそれぞれ密封したガラス瓶を90°に保ちながら時々振り混ぜて1時間加熱する。その後、それぞれの気相0.5ml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、試験溶液10mlをセプタムキャップ付きのガラス瓶に採り、直ちに密封する。塩化ビニル標準溶液50 $\mu$ lをあらかじめエタノール10mlを入れたセプタムキャップ付きのガラス瓶に加えて直ちに密封する。試験溶液と標準溶液をそれぞれ密封したガラス瓶を50°に保ちながら時々振り混ぜて30分間加温したものをを用いて同様の操作を行う。

#### 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

## 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 $\mu$ 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 $\mu$ 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°

試験溶液注入口温度 100~150°

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 $\mu$ 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149~177 $\mu$ 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。

ベンゼン系多孔性樹脂を3 $\mu$ 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° 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1 $\mu$ 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5 $\mu$ 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 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

## 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149~177 $\mu$ m)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2 $\mu$ 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149~177 $\mu$ 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° 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カプロラクタ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

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 $\mu$ 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 $\mu$ 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 $\mu$ 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 $\mu$ g/ml)。標準溶液をそれぞれ20 $\mu$ 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°

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 $\mu$ 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製する。

#### 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 $\mu$ 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°

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。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 $\mu$ 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