

検出器 紫外外部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 $\mu$ 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。

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

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 $\mu$ g/ml)。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 $\mu$ 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高さまたはピーク面積を求め、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。

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

#### 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。

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、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(フェノール及びp-tert-ブチルフェノールを含む。)

#### (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液体クロマトグラムのそれぞれのピークの検出時間を比較する。

#### 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) 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ビスフェノールA、フェノール又はp-tert-ブチルフェノール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で得られた試験結果を基とし、試験溶液中のビスフェノールA、フェノール及びp-tert-ブチルフェノールそれぞれについてピーク高法又はピーク面積法により定量を行い、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和として、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。)の含量を求める。

## 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 $\mu$ 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 $\mu$ 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

## 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5 $\mu$ 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177~250 $\mu$ 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。

キャリアガス 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。

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 $1\text{cm}^2$ につき $2\text{ml}$ の割合の浸出用液を $60^\circ$ に加熱して用い、 $60^\circ$ に保ちながら30分間放置する。ただし、使用温度が $100^\circ$ を超える試料であつて水又は4%酢酸を浸出用液とする場合にあつては $95^\circ$ 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 $25^\circ$ 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  $\text{CH}_3\text{CN}$  [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  $\text{NH}_3$  [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。

エピクロルヒドリン  $\text{C}_3\text{H}_5\text{ClO}$  本品はエピクロルヒドリン98%以上を含む。

塩化アンチモン(III)  $\text{SbCl}_3$  [K 8400, 特級]

#### 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 $1\text{cm}^2$ につき $2\text{ml}$ 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 $100^\circ$ を超える試料であつて水又は4%酢酸を浸出用液とする場合にあつては $95^\circ$ 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つては $25^\circ$ 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  $\text{CH}_3\text{COCH}_2\text{COCH}_3$  (特級)

アセトニトリル  $\text{CH}_3\text{CN}$  (特級)

アンチモン Sb (特級)

アンモニア  $\text{NH}_3$  (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。

エピクロルヒドリン  $\text{C}_3\text{H}_5\text{ClO}$  (特級)

塩化スズ(Ⅱ)二水和物  $\text{SnCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$  [塩化すず

(Ⅱ)二水和物, 特級]

塩化ビニリデン  $\text{C}_2\text{H}_2\text{Cl}_2$  本品は塩化ビニリデン99%以上を含む。

塩化ビニル  $\text{C}_2\text{H}_3\text{Cl}$  本品は塩化ビニル99.5%以上を含む。

塩酸  $\text{HCl}$  [K 8180, 特級]

塩酸(ヒ素試験用)  $\text{HCl}$  [K 8180, ひ素分析用]

カプロラクタム  $\text{C}_6\text{H}_{11}\text{NO}$  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  $\text{KMnO}_4$  [K 8247, 特級]

金属カドミウム  $\text{Cd}$  本品はカドミウム99.9%以上を含む。

クエン酸一水和物  $\text{H}_3\text{C}_6\text{H}_5\text{O}_7 \cdot \text{H}_2\text{O}$  [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  $\text{C}_6\text{H}_4\text{N}_2\text{O}_7$  [K 8284, くえん酸水素二アンモニウム, 特級]

グリセリン  $\text{CH}_2(\text{OH})\text{CH}(\text{OH})\text{CH}_2\text{OH}$  [K8295, 特級]

o-クレゾール  $\text{C}_6\text{H}_4\text{CH}_3\text{OH}$  (1級) (削除)

m-クレゾール  $\text{C}_6\text{H}_4\text{CH}_3\text{OH}$  (1級) (削除)

p-クレゾール  $\text{C}_6\text{H}_4\text{CH}_3\text{OH}$  (1級) (削除)

クレゾールリン酸エステル  $(\text{C}_6\text{H}_4\text{CH}_3\text{O})_3\text{P}$  本品はクレゾールリン酸エステル90%以上を含む。

酢酸  $\text{CH}_3\text{COOH}$  [K 8355, 特級]

酢酸アンモニウム  $\text{CH}_3\text{COONH}_4$  [K 8359, 特級]

酢酸ナトリウム  $\text{CH}_3\text{COONa}$  [K 8372, 特級]

酢酸鉛(Ⅱ)三水和物  $\text{Pb}(\text{CH}_3\text{COO})_2 \cdot 3\text{H}_2\text{O}$  [K 8374, 特級]

三酸化二ヒ素  $\text{As}_2\text{O}_3$  [K 8044, 三酸化二ひ素, 特級]

シアン化カリウム  $\text{KCN}$  [K 8443, 特級]

N,N-ジエチルジチオカルバミド酸銀  $\text{C}_5\text{H}_{10}\text{AgNS}_2$  [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  $\text{C}_5\text{H}_9\text{OH}$  (削除)

2,6-ジクロロキノクロロイミド  $\text{C}_8\text{H}_2\text{Cl}_4\text{NO}$

ジクロロメタン  $\text{CH}_2\text{Cl}_2$  [K 8161, 特級]

N,N-ジメチルアセトアミド  $\text{CH}_3\text{CON}(\text{CH}_3)_2$  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  $(\text{C}_6\text{H}_5)_2\text{CO}$  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  $(\text{NH}_4)_2\text{C}_2\text{O}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$  [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  $\text{NaC}_2\text{O}_4$  [K 8528, しゅう酸ナトリウム, 特級]

硝酸 [K 8541, 特級]

硝酸鉛(Ⅱ)  $\text{Pb}(\text{NO}_3)_2$  [K 8563, 特級]

硝酸バリウム  $\text{Ba}(\text{NO}_3)_2$  [K 8565, 特級]

水酸化ナトリウム  $\text{NaOH}$  [K 8576, 特級]

スチレン  $\text{C}_6\text{H}_5\text{CHCH}_2$  本品はスチレン99%以上を含む。

炭酸ナトリウム  $\text{Na}_2\text{CO}_3$  [K 8625, 特級]

窒素  $\text{N}_2$  高純度窒素を用いる。

テトラエチルホウ酸ナトリウム  $(\text{C}_2\text{H}_5)_4\text{BNa}$  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  $\text{C}_4\text{H}_8\text{O}$  [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

塩化ビニリデン  $\text{C}_2\text{H}_2\text{Cl}_2$  本品は塩化ビニリデン99%以上を含む。

塩化ビニル  $\text{C}_2\text{H}_3\text{Cl}$  本品は塩化ビニル99.5%以上を含む。

カプロラクタム  $\text{C}_6\text{H}_{11}\text{NO}$  本品はカプロラクタム98%以上を含む。

o-クレゾール  $\text{C}_6\text{H}_4\text{CH}_3\text{OH}$  (1級)

m-クレゾール  $\text{C}_6\text{H}_4\text{CH}_3\text{OH}$  (1級)

p-クレゾール  $\text{C}_6\text{H}_4\text{CH}_3\text{OH}$  (1級)

ジエチルジチオカルバミン酸ナトリウム  $(\text{C}_2\text{H}_5)_2\text{NCS}_2\text{Na}$  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用いる。

シクロペンタノール  $\text{C}_5\text{H}_9\text{OH}$  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用いる。

ジクロロメタン  $\text{CH}_2\text{Cl}_2$  (特級)

ジフェニルカーボネート  $(\text{C}_6\text{H}_5)_2\text{CO}$  本品はジフェニルカーボネート97%以上を含む。

スチレン  $\text{C}_6\text{H}_5\text{CHCH}_2$  スチレンをガスクロマトグラフ用に精製したものを用いる。

窒素  $\text{N}_2$  高純度窒素を用いる。

テトラヒドロフラン  $\text{C}_4\text{H}_8\text{O}$  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