

昭和四十九年厚生省令第三十四号

有害物質を含有する家庭用品の規制に関する法律施行規則

有害物質を含有する家庭用品の規制に関する法律（昭和四十八年法律第百十二号）第四条第一項及び第二項並びに第八条第二項の規定に基づき、並びに同法を実施するため、有害物質を含有する家庭用品の規制に関する法律施行規則を次のように定める。

（家庭用品の基準）

第一条 有害物質を含有する家庭用品の規制に関する法律（昭和四十八年法律第百十二号。以下「法」という。）第四条第一項の規定により指定する家庭用品は、別表第一の有害物質の欄の区分に同じ同表の家庭用品の欄に掲げるとおりとし、同項の規定により定める基準は、同表の家庭用品の欄の区分に応じ同表の基準の欄に掲げるとおりとする。

第二条 法第四条第二項の規定により指定する家庭用品は、別表第二の家庭用品の欄に掲げるとおりとし、同項の規定により定める基準は、同表の基準の欄に掲げるとおりとする。

（法第七条第一項の厚生労働省令で定める職員）

第三条 法第七条第一項の厚生労働省令で定める職員は、次の各号のいずれかに該当する者とする。

- 一 食品衛生監視員（食品衛生法施行令（昭和二十八年政令第二百二十九号）第九条第一項第二号又は第三号に該当する者に限る。）
- 二 薬事監視員（医薬品、医療機器等の品質、有効性及び安全性の確保等に関する法律施行令（昭和三十六年政令第十一号）第六十八条第一号又は第二号に該当する者に限る。）
- 三 次のいずれかに該当する職員
 - イ 医師、歯科医師、薬剤師又は獣医師
 - ロ 学校教育法（昭和二十二年法律第二十六号）に基づく大学若しくは高等専門学校、旧大学令（大正七年勅令第三百八十八号）に基づく大学又は旧専門学校令（明治三十六年勅令第六十一号）に基づく専門学校において、医学、歯学、薬学、獣医学、農学、水産学、理学、工学、保健学、衛生学又は家政学の課程を修めて卒業した者（当該課程を修めて同法に基づく専門職大学の前期課程を修了した者を含む。）

（収去証）

第四条 家庭用品衛生監視員は、法第七条第一項の規定により家庭用品を収去しようとするときは、その相手方に、様式第一による収去証を交付しなければならない。

（身分を示す証明書）

第五条 法第七条第三項に規定する証明書は、様式第二によるものとする。

附 則 抄

（施行期日）

1 この省令は、昭和四十九年十月一日から施行する。ただし、別表第一中有機水銀化合物に係る部分は、昭和五十年一月一日から、同表中ホルムアルデヒドに係る部分は、同年十月一日から施行する。

附 則 （昭和五二年九月二四日厚生省令第四〇号）

この省令は、昭和五十三年一月一日から施行する。ただし、別表第一の改正規定中ヘキサクロルエポキシオクタヒドロエンドエキソジメタノナフタリン（別名デイルドリン）に係る部分は、同年十月一日から施行する。

附 則 （昭和五三年九月二七日厚生省令第六四号）

この省令は、昭和五十三年十一月一日から施行する。ただし、別表第一の改正規定中トリフェニル錳化合物に係る部分は、昭和五十四年一月一日から施行する。

附 則 （昭和五四年二月一八日厚生省令第四六号）

この省令は、昭和五十五年四月一日から施行する。

附 則 （昭和五六年七月二七日厚生省令第五四号）

この省令は、昭和五十六年九月一日から施行する。ただし、別表第一の改正規定中四・六―ジクロルー七―（二・四・五―トリクロルフエノキシ）―二―トリフルオルメルベンズイミダゾール及びメタノールに係る部分は、昭和五十七年四月一日から施行する。

附 則 （昭和五八年五月二七日厚生省令第二八号）

この省令は、昭和五十八年十月一日から施行する。

附 則 （昭和六〇年七月二二日厚生省令第三二号）抄

1 この省令は、公布の日から施行する。

3 第八条の規定の施行の際現に家庭用品衛生監視員が携帯する証明書は、同条の規定による改正後の様式による証明書とみなす。

附 則 （平成元年三月二四日厚生省令第一〇号）抄

1 この省令は、公布の日から施行する。

2 この省令の施行の際この省令による改正前の様式（以下「旧様式」という。）により使用されている書類は、この省令による改正後の様式によるものとみなす。

3 この省令の施行の際現にある旧様式による用紙及び板については、当分の間、これを取り繕って使用することができる。

4 この省令による改正後の省令の規定にかかわらず、この省令により改正された規定であつて改正後の様式により記載することが適当でないものについては、当分の間、なお従前の例による。

附 則 （平成九年九月三〇日厚生省令第七五号）

この省令は、公布の日から施行する。

附 則 (平成二十一年一月一日厚生省令第八七号)
この省令は、公布の日から施行する。

附 則 (平成二十二年一月二〇日厚生省令第二二七号) 抄
(施行期日)

1 この省令は、内閣法の一部を改正する法律 (平成十一年法律第八十八号) の施行の日 (平成十三年一月六日) から施行する。

(様式に関する経過措置)

3 この省令の施行の際現にあるこの省令による改正前の様式 (次項において「旧様式」という。) により使用されている書類は、この省令による改正後の様式によるものとみなす。

4 この省令の施行の際現にある旧様式による用紙については、当分の間、これを取り繕って使用することができる。

附 則 (平成一六年二月六日厚生労働省令第二二号) 抄
(施行期日)

第一条 この省令は、食品衛生法等の一部を改正する法律 (以下「改正法」という。) 附則第一条第三号に掲げる規定の施行の日 (平成十六年二月二十七日) から施行する。

附 則 (平成一六年六月一五日厚生労働省令第二〇四号)
この省令は、平成十六年六月十五日から施行する。

附 則 (平成一六年七月九日厚生労働省令第二一二号) 抄
(施行期日)

第一条 この省令は、薬事法及び採血及び供血あつせん業取締法の一部を改正する法律 (以下「改正法」という。) の施行の日 (平成十七年四月一日) から施行する。

(経過措置)

第九条 この省令の施行前にした行為に対する罰則の適用については、なお従前の例による。

附 則 (平成二二年三月二六日厚生労働省令第四六号)
この省令は、公布の日から施行する。

附 則 (平成二六年七月三〇日厚生労働省令第八七号) 抄
(施行期日)

第一条 この省令は、薬事法等の一部を改正する法律 (以下「改正法」という。) の施行の日 (平成二十六年十一月二十五日) から施行する。

附 則 (平成二七年七月九日厚生労働省令第二二四号)
この省令は、平成三十一年四月一日から施行する。

(経過措置)

1 この省令は、平成二十八年四月一日から施行する。ただし、様式第二の改正規定は、公布の日から施行する。

(経過措置)

2 この省令の施行の際現にあるこの省令による改正前の様式による証明書は、この省令による改正後の様式による証明書とみなす。

附 則 (平成二九年一〇月二七日厚生労働省令第一一八号)
この省令は、平成三十一年四月一日から施行する。

附 則 (令和元年五月七日厚生労働省令第一号) 抄
(施行期日)

第一条 この省令は、公布の日から施行する。

(経過措置)

第二条 この省令による改正前のそれぞれの省令で定める様式 (次項において「旧様式」という。) により使用されている書類は、この省令による改正後のそれぞれの省令で定める様式によるものとみなす。

2 旧様式による用紙については、合理的に必要と認められる範囲内で、当分の間、これを取り繕って使用することができる。

附 則 (令和元年六月二八日厚生労働省令第二〇号) 抄
(施行期日)

第一条 この省令は、不正競争防止法等の一部を改正する法律の施行の日 (令和元年七月一日) から施行する。

(様式に関する経過措置)

第二条 この省令の施行の際現にあるこの省令による改正前の様式 (次項において「旧様式」という。) により使用されている書類は、この省令による改正後の様式によるものとみなす。

2 この省令の施行の際現にある旧様式による用紙については、当分の間、これを取り繕って使用することができる。

様式第一 (第4条関係)



様式第2 (第5条関係)

(表面)

<p>第 号</p> <p>氏 名</p> <p style="text-align: center;">年 月 日生</p> <p style="text-align: center;">家庭用品衛生監視員証明書</p> <p style="text-align: center;">令和 年 月 日発行</p> <p>所属庁 所属庁 印</p>	<div style="border: 1px solid black; width: 100px; height: 100px; margin: 0 auto; display: flex; align-items: center; justify-content: center;"> <p style="writing-mode: vertical-rl; text-orientation: upright;">写真 ちよう付</p> </div> <div style="border: 1px solid black; width: 60px; height: 40px; margin: 5px auto; display: flex; align-items: center; justify-content: center;"> <p style="writing-mode: vertical-rl; text-orientation: upright;">所属 庁 印</p> </div>
---	--

12cm

(裏面)

この証明書を携帯する者は、有害物質を含有する家庭用品の規制に関する法律により立入検査、質問又は収去をする職権を行うもので、その関係条文は次のとおりであります。

有害物質を含有する家庭用品の規制に関する法律抜すい

(立入検査等)

第7条 厚生労働大臣又は都道府県知事は、この法律を施行するため必要があると認めるときは、家庭用品の製造、輸入若しくは販売の事業を行う者に対し、必要な報告をさせ、又は食品衛生監視員、薬事監視員その他の厚生労働省令で定める職員のうちからあらかじめ指定する者に、当該事業を行う者の事務所、工場、事業場、店舗若しくは倉庫に立ち入り、帳簿、書類その他の物件を検査させ、関係者に質問させ、若しくは試験に必要な限度において当該家庭用品を収去させることができる。

2 前項の規定により指定された者は、家庭用品衛生監視員と称する。

3 第1項の規定により家庭用品衛生監視員が立入検査、質問又は収去をする場合においては、その身分を示す証明書を携帯し、関係者に提示しなければならない。

4 第1項の規定による立入検査、質問及び収去の権限は、犯罪捜査のために認められたものと解釈してはならない。

<p>4 確認試験</p> <p>3 試験において、試料 1 g についての 4-アミノジフェニル等のそれぞれの量が一成分でも 30 mg を超えて検出された場合には、次の (1) 及び (2) の試験により、これが 4-アミノジフェニル等のそれぞれによるものであることを確認しなければならない。</p>	<p>トールイジン、4-クロロ-2-メチルアニリン、2, 4-ジアミノアニソール、4, 4'-ジアミノジフェニルエーテル、4, 4'-ジアミノジフェニルスルフィド、4, 4'-ジアミノ-3, 3'-ジメチルジフェニルメタン、2, 4-ジアミノトルエン、3, 3'-ジクロロ-4, 4'-ジアミノジフェニルメタン、3, 3'-ジクロロベンジン、2, 4-ジメチルアニリン、2, 6-ジメチルベンジン(別名オルトリジン)、3, 3'-ジメトキシベンジン、2, 4, 5-トリメチルアニリン、2-ナフチルアミン(別名オルトリジン)、パラクロロアニリン、ベンジン、4, 4'-メチレンジアニリン又は2-メトキシ-5-メチルアニリン(以下「4-アミノジフェニル等」という。))のそれぞれのモニタリーオン</p> <p>のピークと保持時間が一致するピークが存在する場合には、4-アミノジフェニル等のそれぞれに相当するピーク面積の内部標準物質のピーク面積に対する比(Rt)を求める。同時に、標準液において得られたクロマトグラム上で4-アミノジフェニル等のそれぞれのピーク面積の内部標準物質のピーク面積に対する比(Rs)を求める。このとき、次式により計算する試料 1 g についての</p> <p>4-アミノジフェニル等のそれぞれの量は、$300 \times \frac{R_t}{R_s}$ g 以下でなければならない。</p> <p>試料 1 g についての4-アミノジフェニル等のそれぞれの含有量(mg)</p> <p>$\frac{K \times (R_t \cdot R_s) \times \text{試験溶液の液量}(mL) \times (1 \cdot \text{試料採取量}(g))}{\text{ただし、} K: 4 \text{-アミノジフェニル等のそれぞれの標準液中の濃度}(mg/mL)}$</p> <p>操作条件</p> <p>原則として、次の条件で操作すべきであるが、使用する装置、カラム等により、クロマトグラム上で確認試験の対象となった物質とそれ以外の物質のピークが重複しないような条件を選択することが望ましい。</p> <p>カラム管 内径 0.25 mm、長さ 30 m、膜厚 0.25 μm の 3.5% フェニルメチルポリシロキサンを液相とするキャピラリーカラムを用いる。</p> <p>カラム温度 55℃で5分間保持し、その後230℃まで毎分15℃で昇温した後、290℃まで毎分5℃で昇温し、更に310℃まで毎分20℃で昇温させ、310℃に到達後、5分間保持する。</p> <p>試験溶液注入口温度 250℃</p> <p>キャリアーガス 高純度ヘリウムを用いる。4-アミノジフェニルが約17分から18分、オルトアニシジンが約11.5から12.5分、オルトリジンが約10から11分、4-クロロ-2-メチルアニリンが約13から14分、2, 4-ジアミノアニソールが約15から16分、4, 4'-ジアミノジフェニルエーテル、ベンジン及び4, 4'-メチレンジアニリンが約22から23分、4, 4'-ジアミノジフェニルスルフィドが約26から27分、4, 4'-ジアミノ-3, 3'-ジメチルジフェニルメタンが約24から25分、2, 4-ジアミノトルエンが約14から15分、3, 3'-ジクロロ-4, 4'-ジアミノジフェニルメタン、3, 3'-ジクロロベンジン及び3, 3'-ジメトキシベンジンが約26.5から27.5分、2, 4-ジメチルアニリン及び2, 6-ジメチルアニリンが約11から12分、3, 3'-ジメチルベンジン(別名オルトリジン)が約24.5から25.5分、2, 4, 5-トリメチルアニリン及び2-メトキシ-5-メチルアニリンが約12.5から13.5分、2-ナフチルアミン(別名ベーターナフチルアミン)が約15.5から16.5分並びにパラクロロアニリンが約12から13分(以下「4-アミノジフェニル等の保持時間」という。)で流出する流速に調整する。</p> <p>注入方法 スプリットレス又はスプリット</p> <p>モニタリーオン 原則として「4-アミノジフェニル169」、「オルトアニシジン123」、「オルトリジン106」、「4-クロロ-2-メチルアニリン141」、「2, 4-ジアミノアニソール123」、「4, 4'-ジアミノジフェニルエーテル200」、「4, 4'-ジアミノジフェニルスルフィド216」、「4, 4'-ジアミノ-3, 3'-ジメチルジフェニルメタン226」、「2, 4-ジアミノトルエン121」、「3, 3'-ジクロロ-4, 4'-ジアミノジフェニルメタン266」、「3, 3'-ジクロロベンジン252」、「2, 4-ジメチルアニリン121」、「2, 6-ジメチルアニリン121」、「3, 3'-ジメチルベンジン(別名オルトリジン)212」、「3, 3'-ジメトキシベンジン244」、「2, 4, 5-トリメチルアニリン120」、「2-ナフチルアミン(別名ベーターナフチルアミン)115」、「パラクロロアニリン127」、「ベンジン184」、「4, 4'-メチレンジアニリン198」及び「2-メトキシ-5-メチルアニリン137」(以下「4-アミノジフェニル等のモニタリーオン」という。)を選択すべきであるが、使用する装置、カラム等により、対象とする物質に特異性が高く、かつ、イオン強度が高いフラグメントイオンを適切に選択する。</p>
--	---

<p>(1) ガスクロマトグラフ質量分析法 ガスクロマトグラフ質量分析法において、2 試験溶液の調製によって得た試験溶液をスキヤンモード（範囲「m/z」\parallel 60 から 300）で測定し得られた4-アミノジフェニル等のそれぞれのマススペクトルと、標準液を同様にして測定した際のマススペクトルが一致することを確認しなければならない。</p> <p>(2) 高速液体クロマトグラフ法 2 試験溶液の調製によって得た試験溶液及び標準液をそれぞれ一定量採り、不活性ガス気流下でメチルtertブチルエーテルを除去後、一定量のメタノールに溶解させる。このメタノール溶液から5から20μl採り、次の操作条件で試験を行う。試験溶液のクロマトグラム上に、標準液のピークと保持時間が一致するピークが存在しなくてはならない。</p> <p>操作条件 原則として、次の条件で操作すべきであるが、使用する装置、カラム等により、クロマトグラム上で4-アミノジフェニル等とそれ以外の物質のピークが重複しないような条件を適切に選択することが望ましい。</p> <p>カラム管 内径4.6μm、長さ150mのステンレス管を用いる。 カラム充填剤 粒径3から5μmのオクタデシルシリル化シリカゲルを用いる。 カラム温度 30から40$^{\circ}$C 検出器 紫外可視検出器 検出波長 240、280、305、380nm等 移動相 溶離液1\cdots溶離液2\parallel 90\cdots10の状態から22.5分間かけて直線的に溶離液1\cdots溶離液2\parallel 45\cdots55とし、その後、5分間かけて直線的に溶離液1\cdots溶離液2\parallel 5\cdots95とした後、溶離液1\cdots溶離液2\parallel 5\cdots95で1分間保持する。次いで、0.5分間かけて直線的に溶離液1\cdots溶離液2\parallel 90\cdots10とし、溶離液1\cdots溶離液2\parallel 90\cdots10で6分間保持する。 流速 毎分0.6mlで27.5分間保持した後、1分間かけて直線的に毎分2mlとする。その後、2.5分間かけて直線的に毎分0.6mlとし、毎分0.6mlで4分間保持する。</p> <p>5 試薬、標準液等</p> <p>(1) メチルtertブチルエーテル 産業標準化法（昭和25年法律第128号）に基づく日本産業規格（以下「日本産業規格」という。）試薬特級を用いる。</p> <p>(2) クロロベンゼン 日本産業規格試薬特級を用いる。</p> <p>(3) メタノール 日本産業規格試薬特級を用いる。</p> <p>(4) n-ペンタン 日本産業規格試薬特級を用いる。</p> <p>(5) 水酸化ナトリウム水溶液 水酸化ナトリウム（日本産業規格試薬特級）10gを精製水90mlに溶解させたものを用いる。</p> <p>(6) 精製水 日本薬局方精製水を用いる。</p> <p>(7) クエン酸緩衝液 クエン酸一水和物（日本産業規格試薬特級）12.526g及び水酸化ナトリウム（日本産業規格試薬特級）6.320gを精製水に溶かし、1,000mlとする。この緩衝液はクエン酸として0.06mol/l、pH\parallel 6.0である。</p> <p>(8) 亜ジチオン酸ナトリウム水溶液 亜ジチオン酸ナトリウム（日本産業規格試薬特級）20gを精製水に溶かし、100mlとしたものを用いる。用時調製する。</p> <p>(9) ケイソウ土カラム 内径25から30mm、長さ130から150mmで先端にガラスファイター等が装着されたガラス又はポリプロピレン製カラムにケイソウ土20gを詰めしたものを用いる。自ら充填するか、同等の充填済み製品を使用する。</p> <p>(10) 標準液 4-アミノジフェニル等のそれぞれ10mgを正確に量り採り、メタノールを加えて溶解し正確に10mlとする。ここから1mlを採り、メタノールで正確に10mlとする。その3mlを正確に採り、メチルtertブチルエーテルで正確に10mlとする。</p>	
--	--

<p>アゾ化合物を含有する染料が使用されている革製品(毛皮製品を含む。)のうち、帽子及び床敷物</p>	<p>る。更に、ここから1mlを正確に採り、メチルtertブチルエーテルで正確に2 試験溶液の調製によつて得た試験溶液の液量と同じ容量に定容したものを標準液とする。ただし、同等の調製済み製品及び調製済み混合製品を使用してもよい。</p> <p>(11) 内部標準液</p> <p>内部標準物質として、そのモニタリーオンが対象物質に含有される他の芳香族アミン等のフラグメントイオンとクロマトグラム上で重複しないようなものを選択する。ナフタレンジンd8、ベンジレンジンd8、アントラセンd10等が使用できる。その内部標準物質10mgを正確に採り、メタノールで正確に10mlとする。その2mlを採り、メチルtertブチルエーテルで正確に10mlとする。更に、その1から5mlを採り、メチルtertブチルエーテルで正確に10mlとしたものを内部標準液とする。</p> <p>(12) 溶離液1</p> <p>リン酸二水素カリウム0.68gを精製水に溶解し全量を1,000mlとした後に、測定対象物質の分析の妨害となる物質を含まないメタノール150mlを加えたものを溶離液1とする。</p> <p>(13) 溶離液2</p> <p>測定対象物質の分析の妨害となる物質を含まないメタノールを溶離液2とする。</p> <p>(14) 高純度ヘリウム</p> <p>純度99.999%以上のものを用いる。</p> <p>左に掲げる家庭用品は、次の試験法による試験に適合しなければならない。</p> <p>1 試験溶液の調製</p> <p>革試料に接着剤等が使用されている場合には機械的に取り除く。その後、試料を約1mm平方以下に細切する。この試料1.0gを正確に量り採り、反応容器に入れる。次に、n-ヘキサン20mlを加え、40℃で20分間超音波処理した後、n-ヘキサンを除去する。この操作を更に1回繰り返す。次に、反応容器の口を開け、局所排気装置内で一晚放置し、残留n-ヘキサンを完全に除去する。次に、あらかじめ70℃に加熱したクエン酸緩衝液17mlを反応容器に入れ密せんし、手で振とうした後、70±2℃で25分間加熱する。次に、亜ジチオン酸ナトリウム水溶液1.5mlを加え、70±2℃で10分間加熱する。更に亜ジチオン酸ナトリウム水溶液1.5mlを加え、70±2℃で10分間加熱する。その後、反応容器を2分以内に20から25℃まで冷却する。この液をケイソウ土カラムに流し込み、15分間放置する。また、メチルtertブチルエーテル5ml及び水酸化ナトリウム・メタノール溶液1mlを反応容器に入れ激しく振り混ぜた後、ケイソウ土カラムに流し込む。更に、メチルtertブチルエーテル15mlを反応容器に入れ、反応容器と残留物を洗い、洗液をケイソウ土カラムに流し込み、溶出液をナス型フラスコ等に採る。更に、メチルtertブチルエーテル20mlを反応容器に入れ同様に洗った後、その洗液をケイソウ土カラムに流し込み、溶出液を当該ナス型フラスコ等に採る。次に、メチルtertブチルエーテル40mlをケイソウ土カラムに流し込み、溶出液を当該ナス型フラスコ等に採る。この溶出液について、ロータリーエバポレーターを用いて50℃以下で乾固しないように約1mlまで濃縮する。これをメスフラスコに移しメチルtertブチルエーテルを加えて2から10mlの範囲で一定量に正確に定容したものを試験溶液とする。</p>
<p>2 試験</p> <p>ガスクロマトグラフ質量分析計を用いる。標準液及び試験溶液をそれぞれ正確に1ml試験管に採り、内部標準液50μlを加え混ぜ合わせた後、それぞれの試験管から1から2μlを採り、次の操作条件で試験を行う。このとき、それぞれの試験管からの採取量は同量とする。試験溶液を測定し、得られたクロマトグラム上で、標準液の4-アミノジフェニル等それぞれのモニタリーオンのピークと保持時間が一致するピークが存在する場合には、4-アミノジフェニル等それぞれに相当するピーク面積の内部標準物質のピーク面積に対する比(Rt)を求める。同時に、標準液において得られたクロマトグラム上での4-アミノジフェニル等それぞれのピーク面積の内部標準物質のピーク面積に対する比(Rs)を求める。このとき、次式により計算する試料1gについての4-アミノジフェニル等のそれぞれの量は30mg以下でなければならない。</p> <p>試料1gについての4-アミノジフェニル等のそれぞれの含有量(mg)</p> $\frac{K \times (R_{t1} \times R_s)}{R_{t2} \times R_s} \times (1 \times \text{試料採取量}(g))$ <p>ただし、K: 標準液の4-アミノジフェニル等それぞれの濃度(mg/ml)</p>	<p>操作条件</p> <p>原則として、次の条件で操作すべきであるが、使用する装置、カラム等により、クロマトグラム上で確認試験の対象となつた物質とそれ以外の物質のピークが重複しないような条件を適切に選択することが望ましい。</p>

<p>カラム管 内径0.25 mm、長さ30 m、膜厚0.25 μmの35%フェニルメチルポリシロキサンを液相とするキャピラリーカラムを用いる。</p> <p>カラム温度 55℃で5分間保持し、その後230℃まで毎分15℃で昇温した後、290℃まで毎分5℃で昇温し、更に310℃まで毎分20℃で昇温させ、310℃に到達後、5分間保持する。</p> <p>試験溶液注入口温度 250℃</p> <p>キャリアーガス 高純度ヘリウムを用いる。4-アミノジフェニル等の保持時間で流出する流速に調整する。</p> <p>注入方法 スプリットレス又はスプリット</p> <p>モニターイオン 原則として4-アミノジフェニル等のモニターイオンを選択すべきであるが、使用する装置、カラム等により、対象とする物質に特異性が高く、かつ、イオン強度が高いフラグメントイオンを適切に選択する。</p>	<p>3 確認試験</p> <p>2 試験において、試料1gについての4-アミノジフェニル等それぞれの量が1成分でも30 mgを超えて検出された場合には、次の(1)及び(2)の試験により、これが4-アミノジフェニル等それぞれによるものであることを確認しなければならない。</p> <p>(1) ガスクロマトグラフ質量分析法</p> <p>ガスクロマトグラフ質量分析法において、1 試験溶液の調製によって得た試験溶液をスキヤンモード〔範囲「m/z」60から300〕で測定し得られた4-アミノジフェニル等のそれぞれのマスペクトルと、標準液を同様にして測定した際のマスペクトルが一致することを確認しなければならない。</p> <p>(2) 高速液体クロマトグラフ法</p> <p>1 試験溶液の調製によって得た試験溶液及び標準液をそれぞれ一定量採り、不活性ガス気流下でメチルtertブチルエーテルを除去後、一定量のメタノールに溶解させる。このメタノール溶液から5から20 ml採り、次の操作条件で試験を行う。試験溶液のクロマトグラム上に、標準液のピークと保持時間が一致するピークが存在しなくてはならない。</p> <p>操作条件</p> <p>原則として、次の条件で操作すべきであるが、使用する装置、カラム等により、クロマトグラム上で確認試験の対象となった物質とそれ以外の物質のピークが重複しないような条件を適切に選択することが望ましい。</p> <p>カラム管 内径4.6 mm、長さ150 mmのステンレス管を用いる。</p> <p>カラム充填剤 粒径3から5 μmのオクタデシルシリル化シリカゲルを用いる。</p> <p>カラム温度 30から40℃</p> <p>検出器 紫外可視検出器</p> <p>検出波長 240、280、305、380 nm等</p> <p>移動相 溶離液1…溶離液2 90…10の状態から2.5分間かけて直線的に溶離液1…溶離液2 45…55とし、その後、5分間かけて直線的に溶離液1…溶離液2 5…95とした後、溶離液1…溶離液2 5…95で1分間保持する。次いで、0.5分間かけて直線的に溶離液1…溶離液2 90…10とし、溶離液1…溶離液2 90…10で6分間保持する。</p> <p>流速 毎分0.6 mlで27.5分間保持した後、1分間かけて直線的に毎分2 mlとする。その後、2.5分間かけて直線的に毎分0.6 mlとし、毎分0.6 mlで4分間保持する。</p>	<p>4 試薬、標準液等</p> <p>(1) メチルtertブチルエーテル 日本産業規格試薬特級を用いる。</p> <p>(2) メタノール 日本産業規格試薬特級を用いる。</p> <p>(3) n-ヘキサン 日本産業規格試薬特級を用いる。</p> <p>(4) 水酸化ナトリウム・メタノール溶液 水酸化ナトリウム(日本産業規格試薬特級) 20 gをメタノール(日本産業規格試薬特級) 100 mlに溶解したものをを用いる。</p> <p>(5) 精製水 日本薬局方精製水を用いる。</p> <p>(6) クエン酸緩衝液</p>
---	---	---

	<p>クエン酸一水和物（日本産業規格試薬特級）12.526g及び水酸化ナトリウム（日本産業規格試薬特級）6.320gを精製水に溶かし、1,000mlとする。この緩衝液はクエン酸として0.06mol/l、pH 6.0である。</p> <p>(7) 亜ジチオン酸ナトリウム水溶液 亜ジチオン酸ナトリウム（日本産業規格試薬特級）20gを精製水に溶かし、1,000mlとしたものを用いる。用時調製する。</p> <p>(8) ケイソウ土カラム 内径25から30mm、長さ130から150mmで先端にガラスフィルター等が装着されたガラス又はポリプロピレン製カラムにケイソウ土20gを詰め込んだものを用いる。自ら充填するか、同等の充填済み製品を使用する。</p> <p>(9) 標準液 4-アミノジフェニル等のそれぞれ10mgを正確に量り取り、メタノールを加えて溶解し正確に10mlとする。ここから1mlを採り、メタノールで正確に10mlとする。その3mlを正確に採り、メチルtertブチルエーテルで正確に10mlとする。更に、ここから1mlを正確に採り、メチルtertブチルエーテルで正確に1試験溶液の調製によつて得た試験溶液の液量と同じ容量に定容したものを標準液とする。ただし、同等の調製済み製品及び調製済み混合製品を使用してもよい。</p> <p>(10) 内部標準液 内部標準物質として、そのモニタリオンが対象物質に含まれる他の芳香族アミン等のフラグメントイオンとクロマトグラム上で重複しないようなものを選択する。ナフタレンド8、ベンジジンド8、アントラセン10等が使用できる。その内部標準物質10mgを正確に採り、メタノールで正確に10mlとする。その2mlを採り、メチルtertブチルエーテルで正確に10mlとする。更に、その1から5mlを採り、メチルtertブチルエーテルで正確に10mlとしたものを内部標準液とする。</p> <p>(11) 溶離液1 リン酸二水素カリウム0.68gを精製水に溶解し全量を1,000mlとした後に、測定対象物質の分析の妨害となる物質を含まないメタノール150mlを加えたものを溶離液1とする。</p> <p>(12) 溶離液2 測定対象物質の分析の妨害となる物質を含まないメタノールを溶離液2とする。</p> <p>(13) 高純度ヘリウム 純度99.999%以上のものを用いる。</p>
<p>アゾ化合物（化学的変化により容易にパラフェニルアゾアニリンを生成するものに限る。）</p>	<p>アゾ化合物を含有する染料が使用されている繊維製品のうち、おしめか(1) 分散染料が使用されていない繊維製品の場合 パー、下着、寝衣、手袋、天然繊維のみから構成されている繊維製品又は分散染料が使用されていない化学繊維から構成されている繊維製品は、身体と接触すべくつした、中衣、外衣、帽の繊維（白色の繊維を除く。）の部分をおしめか(1) 分散染料が使用されている繊維製品の場合 子、寝具、床敷物、テープ(2) 分散染料が使用されている繊維製品の場合 ル掛け、えり飾り、ハンカチ分散染料が使用されている若しくはその可能性のある化学繊維から構成されている繊維製品又はそのような化学繊維から構成されている部分と分離できない繊維製品は、身体と接触する繊維（白色の繊維を除く。）の部分をおしめか(1) 分散染料が使用されている繊維製品の場合 チーフ並びにタオル、バス用マット及び関連製品</p> <p>2 試験溶液の調製 (1) 分散染料が使用されていない繊維製品の場合 1 試料の調製(1) 分散染料が使用されていない繊維製品の場合によつて得た試料1.0gを反応容器に正確に量り取り、メタノール2mlを加える。次に、あらかじめ70℃に加熱したクエン酸緩衝液15mlを反応容器に入れ、密せんし、70±2℃で30分間加熱する。次に、亜ジチオン酸ナトリウム水溶液3mlを加え、密せんし激しく振り混ぜた後、70±2℃で30分間加熱する。次に、反応容器を2分以内に20から25℃まで冷却する。次に、10%水酸化ナトリウム水溶液0.2mlを加え、激しく振り混ぜた後、ケイソウ土カラムに流し込み、15分間放置する。次に、メチルtertブチルエーテル10mlを反応容器に入れ、激しく振り混ぜ、そのメチルtertブチルエーテルを残留物とともに、ケイソウ土カラムに流し込み、溶出液をナス型フラスコ等に採る。更に、メチルtertブチルエーテル10mlで反応容器を洗い、その洗液をケイソウ土カラムに流し込み、溶出液を当該ナス型フラスコ等に採る。次に、メチルtertブチルエーテル60mlをケイソウ土カラムに流し込み、溶出液を当該ナス型フラスコ等に採る。この溶出液について、ロータリーエバポレーターを用いて50℃以下で乾固しないように約1</p>

モニタリーオン 原則として「アニリン93」及び「1, 4-フェニレンジアミン108」を選択すべきであるが、使用する装置、カラム等により、対象とする物質に特異性が高く、かつ、イオン強度が高いフラグメントイオンを適切に選択する。

4 追加試験

(1) 分散染料が使用されていない繊維製品の場合

1 試料の調製(1) 分散染料が使用されていない繊維製品の場合によつて得た試料1.0gを反応容器に正確に量り採る。次に、2%水酸化ナトリウム水溶液9ml及び亜ジチオン酸ナトリウム水溶液1mlを加え、密せんし、激しく振り混ぜた後、40H₂Cで30分間加温する。次に、反応容器を1分以内に20から25℃まで冷却する。次に、メチルtertブチルエーテル5mlを正確に加え、塩化ナトリウム7gを加える。この液について、振とう機を用いて1秒間に約5回の速度で45分間水平振とうを行う。なお、冷却後から振とう開始までの時間は5分を超えないようにする。その後、メチルtertブチルエーテル層を分取り、試験溶液とする。この際、必要に応じて遠心分離操作を行つてよい。

(2) 分散染料が使用されている繊維製品の場合

1 試料の調製(2) 分散染料が使用されている繊維製品の場合によつて得た試料1.0gを正確に量り採り、還流冷却器内に、沸騰した抽出液に直接触れないよう、かつ、冷却凝縮した抽出液が十分に試料に浸潤するように、試料を宙つりに設置する。ナス型フラスコ等に抽出溶媒としてクロロベンゼンを25ml以上加えて加温し、クロロベンゼンが沸騰し、凝縮し、抽出が開始してから30分間還流を行う。還流後、この抽出液を20から25℃まで冷却したのち、ロータリーエバポレーターを用いて45から60℃で少量の残さになるまで濃縮する。その後、メタノール4mlを加え、超音波浴を用いて染料を分散させてから反応容器に移す。このナス型フラスコ等をメタノール1mlで洗い、洗液を反応容器に移す。この操作を3回繰り返す。この際、必要に応じて超音波浴を使用する。更に、試料を還流冷却器内から取り出し、試料が完全に脱色されている場合には試料を破棄する。また、試料が脱色されていない場合には、n-ペンタン又はメチルtertブチルエーテルを用いて試料に残留するクロロベンゼンを洗い、除去し、乾燥させた後、細かく切り、反応容器に加える。次に、2%水酸化ナトリウム水溶液9ml及び亜ジチオン酸ナトリウム水溶液1mlを加え密せんし、激しく振り混ぜた後、40H₂Cで30分間加温する。次に、反応容器を1分以内に20から25℃まで冷却する。次に、メチルtertブチルエーテル5mlを正確に加え、塩化ナトリウム7gを加える。この液について、振とう機を用いて1秒間に約5回の速度で45分間水平振とうを行う。なお、冷却後から振とう開始までの時間は5分を超えないようにする。その後、メチルtertブチルエーテル層を分取りし、試験溶液とする。この際、必要に応じて遠心分離操作を行つてよい。

(3) 試験

ガスクロマトグラフ質量分析計を用いる。パラフェニルアゾアニリン標準液及び4 追加試験(1) 分散染料が使用されていない繊維製品の場合又は(2) 分散染料が使用されている繊維製品の場合によつて得た試験溶液をそれぞれ1ml試験管に採り、内部標準液50mgを加え混ぜ合わせた後、それぞれの試験管から1から2mgを採り、次の操作条件で試験を行う。このとき、それぞれ試験管からの採取量は同量とする。試験溶液を測定し、得られたクロマトグラム上で、パラフェニルアゾアニリン標準液のパラフェニルアゾアニリンのモニタリーオンのピークと保持時間が一致するピークが存在する場合には、パラフェニルアゾアニリンに相当するピーク面積の内部標準物質のピーク面積に対する比(R₁t)を求める。同時に、パラフェニルアゾアニリン標準液において得られたクロマトグラム上でパラフェニルアゾアニリンのピーク面積の内部標準物質のピーク面積に対する比(R₂s)を求める。このとき、次式により計算する試料1gについてのパラフェニルアゾアニリンの量は30mg以下でなければならない。

試料1gについてのパラフェニルアゾアニリン含有量 (mg)

$$\frac{R_1 \times (R_2 \cdot t \cdot R_s) \times 5 \times (1 \cdot t \cdot \text{試料採取量}) (g)}{R_2 \cdot s}$$

ただし、K:パラフェニルアゾアニリン標準液の濃度 (mg/ml)

操作条件

原則として、次の条件で操作すべきであるが、使用する装置、カラム等により、クロマトグラム上で試験の対象となつた物質とそれ以外の物質のピークが重複しないような条件を適切に選択することが望ましい。

カラム管 内径0.25mm、長さ30m、膜厚0.25µmの35%フェニルメチルポリシロキサンを液相とするキャピラリーカラムを用いる。

カラム温度 55℃で5分間保持し、その後230℃まで毎分15℃で昇温した後、290℃まで毎分5℃で昇温し、更に310℃まで毎分20℃で昇温させ、310℃に到達後、5分間保持する。

試験溶液注入口温度 250℃

キャリアーガス 高純度ヘリウムを用いる。パラフェニルアゾアニリンが約21から22分で流出する流速に調整する。

<p>注入方法 スプリットレス又はスプリットモニターイオン 原則として「パラフェニルアゾアニリン197」を選択すべきであるが、使用する装置、カラム等により、対象とする物質に特異性が高く、かつ、イオン強度が高いフラグメントイオンを適切に選択する。</p>	<p>5 確認試験</p> <p>4 追加試験において、試料1gについてのパラフェニルアゾアニリンの量が30mgを超えて検出されたときは、次の(1)及び(2)の試験により、これがパラフェニルアゾアニリンによるものであることを確認しなければならない。</p> <p>(1) ガスクロマトグラフ質量分析法 ガスクロマトグラフ質量分析法において、4 追加試験(1) 分散染料が使用されていない繊維製品の場合又は(2) 分散染料が使用されている繊維製品の場合によつて得た試験溶液をスキヤンモード(範囲「m/z」60から300)で測定し得られたパラフェニルアゾアニリンのマススペクトルと、パラフェニルアゾアニリン標準液を同様にして測定した際のマススペクトルが一致することを確認しなければならない。</p> <p>(2) 高速液体クロマトグラフ法</p>	<p>4 追加試験(1) 分散染料が使用されていない繊維製品の場合又は(2) 分散染料が使用されている繊維製品の場合によつて得た試験溶液及びパラフェニルアゾアニリン標準液をそれぞれ一定量採り、不活性ガス気流下でメチルtertブチルエーテルを除去後、一定量のメタノールに溶解させる。このメタノール溶液から5から20mL採り、次の操作条件で試験を行う。試験溶液のクロマトグラム上に、パラフェニルアゾアニリン標準液のピークと保持時間が一致するピークが存在しなくてはならない。</p> <p>操作条件 原則として、次の条件で操作すべきであるが、使用する装置、カラム等により、クロマトグラム上で確認試験の対象となつた物質とそれ以外の物質のピークが重複しないような条件を適切に選択することが望ましい。</p> <p>カラム管 内径4.6mm、長さ150mmのステンレス管を用いる。 カラム充填剤 粒径3から5mmのオクタデシルシリル化シリカゲルを用いる。 カラム温度 30から40℃ 検出器 紫外可視検出器 検出波長 240、280、305、380nm等 移動相 溶離液1…溶離液2 90…10の状態から22.5分間かけて直線的に溶離液1…溶離液2 45…55とし、その後、5分間かけて直線的に溶離液1…溶離液2 5…95とした後、溶離液1…溶離液2 5…95で1分間保持する。次いで、0.5分間かけて直線的に溶離液1…溶離液2 90…10とし、溶離液1…溶離液2 90…10で6分間保持する。 流速 毎分0.6mLで27.5分間保持した後、1分間かけて直線的に毎分2mLとする。その後、2.5分間かけて直線的に毎分0.6mLとし、毎分0.6mLで4分間保持する。</p>	<p>6 試薬、標準液等</p> <p>(1) メチルtertブチルエーテル 日本産業規格試薬特級を用いる。 (2) クロロベンゼン 日本産業規格試薬特級を用いる。 (3) メタノール 日本産業規格試薬特級を用いる。 (4) n-ペンタン 日本産業規格試薬特級を用いる。 (5) 10%水酸化ナトリウム水溶液 水酸化ナトリウム(日本産業規格試薬特級) 10gを精製水90mLに溶解させたものを用いる。 (6) 2%水酸化ナトリウム水溶液 水酸化ナトリウム(日本産業規格試薬特級) 2gを精製水98mLに溶解させたものを用いる。 (7) 精製水 日本薬局方精製水を用いる。 (8) 塩化ナトリウム 日本産業規格試薬特級を用いる。</p>
--	---	--	---

<p>アゾ化合物を含有する染料が使用されている革製品(毛皮製品を含む。)のうち、下着、手袋、中衣、外衣、帽子及び床敷物</p>	<p>(9) クエン酸緩衝液 クエン酸一水和物(日本産業規格試薬特級) 1.2、5.26g及び水酸化ナトリウム(日本産業規格試薬特級) 6.320gを精製水に溶かし、1,000mlとする。この緩衝液はクエン酸として0.06mol/l、pH 6.0である。</p> <p>(10) 亜ジチオン酸ナトリウム(日本産業規格試薬特級) 2.0gを精製水に溶かし、1,000mlとしたものを用いる。用時調製する。</p> <p>(11) ケイソウ土カラム 内径25から30mm、長さ130から150mmで先端にガラスフィルター等が装着されたガラス又はポリプロピレン製カラムにケイソウ土20gを詰め込んだものを用いる。自ら充填するか、同等の充填済み製品を使用する。</p> <p>(12) パラーフェニルアゾアニリン標準液 パラーフェニルアゾアニリン10mgを正確に量り取り、メタノールを加えて溶解し正確に10mlとする。ここから1mlを採り、メタノールで正確に10mlとする。その1mlを正確に採り、メチルtertブチルエーテルで正確に10mlとする。更に、ここから3mlを正確に採りメチルtertブチルエーテルで正確に5mlとしたものをパラーフェニルアゾアニリン標準液とする。</p> <p>(13) 内部標準液 内部標準物質として、そのモニタリーオンが対象物質に含有される他の芳香族アミン等のフラグメントイオンとクロマトグラム上で重複しないようなものを選択する。ナフタレンジアミン、ベンジレンジアミン、アントラセン、ピリジン、ピペリン等が使用できる。その内部標準物質を正確に10mg採り、メタノールで正確に10mlとする。その2mlを採り、メチルtertブチルエーテルで正確に10mlとする。この溶液を1から5ml採り、メチルtertブチルエーテルで正確に10mlとしたものを、内部標準液とする。</p> <p>(14) アニリン・1,4-フェニレンジアミン混合標準液 アニリン及び1,4-フェニレンジアミンそれぞれ10mgを正確に量り取り、メタノールを加えて溶解し正確に10mlとする。ここから1mlを採り、メタノールで正確に10mlとする。その0.5mlを正確に採り、メチルtertブチルエーテルで正確に10mlとする。更に、ここから1mlを正確に採りメチルtertブチルエーテルで正確に2ml試験溶液の調製によって得た試験溶液の液量と同じ容量に定容したものをアニリン・1,4-フェニレンジアミン混合標準液とする。</p> <p>(15) 溶離液1 リン酸二水素カリウム0.68gを精製水に溶解し全量を1,000mlとした後に、測定対象物質の分析の妨害となる物質を含まないメタノール150mlを加えたものを溶離液1とする。</p> <p>(16) 溶離液2 測定対象物質の分析の妨害となる物質を含まないメタノールを溶離液2とする。</p> <p>(17) 高純度ヘリウム 純度99.999%以上のものを用いる。</p> <p>左に掲げる家庭用品は、次の試験法による試験に適合しなければならない。</p> <p>1 試験溶液の調製 革試料に接着剤等が使用されている場合には機械的に取り除く。その後、試料を約1mm平方以下に細切する。この試料1.0gを正確に量り取り、反応容器に入れる。次に、n-ヘキサン20mlを加え、40℃で20分間超音波処理した後、n-ヘキサンを除去する。この操作を更に1回繰り返す。次に、反応容器の口を開け、局所排気装置内で一晚放置し、残留n-ヘキサンを完全に除去する。次に、あらかじめ70℃に加熱したクエン酸緩衝液17mlを反応容器に入れ密栓し、手で振とうした後、70℃で25分間加熱する。次に、亜ジチオン酸ナトリウム水溶液1.5mlを加え、70℃で10分間加熱する。更に亜ジチオン酸ナトリウム水溶液1.5mlを加え、70℃で10分間加熱する。その後、反応容器を2分以内に20から25℃まで冷却する。この液をケイソウ土カラムに流し込み、15分間放置する。また、メチルtertブチルエーテル5ml及び水酸化ナトリウム・メタノール溶液1mlを反応容器に入れ激しく振り混ぜた後、ケイソウ土カラムに流し込む。更に、メチルtertブチルエーテル15mlを反応容器に入れ、反応容器と残留物を洗い、洗液をケイソウ土カラムに流し込み、溶出液をナス型フラスコ等に採る。更に、メチルtertブチルエーテル20mlを反応容器に入れ同様に洗った後、その洗液をケイソウ土カラムに流し込み、溶出液を当該ナス型フラスコ等に採る。次に、メチルtertブチルエーテル40mlをケイソウ土カラムに流し込み、溶出液を当該ナス型フラスコ等に採る。この溶出液について、ロータリーエバポレーターを用いて50℃以下で乾固しないように約1</p>
---	---

m lまで濃縮する。これをメスフラスコに移しメチルtertブチルエーテルを加えて2から10 m lの範囲で一定量に正確に定容したものを試験溶液とする。

2 試験

ガスクロマトグラフ質量分析計を用いる。アニリン・1, 4-フェニレンジアミン混合標準液及び試験溶液をそれぞれ正確に1 m l試験管に採り、内部標準液50 m lを加え混ぜ合わせた後、それぞれの試験管から1から2 m lを採り、次の操作条件で試験を行う。このとき、それぞれの試験管からの採取量は同量とする。試験溶液を測定し、得られたクロマトグラム上で、アニリン・1, 4-フェニレンジアミン混合標準液のアニリン又は1, 4-フェニレンジアミンのモニターイオンのピークと保持時間が一致するピークが存在する場合には、アニリン又は1, 4-フェニレンジアミンに相当するピーク面積の内部標準物質のピーク面積に対する比(R_t)を求める。同時に、アニリン・1, 4-フェニレンジアミン混合標準液において得られたクロマトグラム上でアニリン又は1, 4-フェニレンジアミンのピーク面積の内部標準物質のピーク面積に対する比(R_s)を求める。このとき、次式により計算する試料1 gについてのアニリン又は1, 4-フェニレンジアミンの量が5 m g未満でなければならぬ。

ただし、5 m g以上の場合には、3 追加試験を行わなければならない。

試料1 gについてのアニリン又は1, 4-フェニレンジアミン含有量(m g)

Ⅱ K × (R_t ÷ R_s) × 試験溶液の液量(m l) × (1 ÷ 試料採取量(g))

ただし、K: アニリン・1, 4-フェニレンジアミン混合標準液におけるアニリン又は1, 4-フェニレンジアミンの濃度(m g / m l)

操作条件

原則として、次の条件で操作すべきであるが、使用する装置、カラム等により、クロマトグラム上で試験の対象となつた物質とそれ以外の物質のピークが重複しないような条件を適切に選択することが望ましい。

カラム管 内径0. 25 m m、長さ30 m、膜厚0. 25 m mの35%フェニルメチルポリシロキサンを液相とするキャピラリーカラムを用いる。

カラム温度 55℃で5分間保持し、その後230℃まで毎分15℃で昇温した後、290℃まで毎分5℃で昇温し、更に310℃まで毎分20℃で昇温させ、310℃に到達後、5分間保持する。

試験溶液注入口温度 250℃

キャリアーガス 高純度ヘリウムを用いる。アニリンが約9から10分及び1, 4-フェニレンジアミンが約13から14分で流出する流速に調整する。

注入方法 スプリットレス又はスプリット

モニターイオン 原則として「アニリン93」及び「1, 4-フェニレンジアミン108」を選択すべきであるが、使用する装置、カラム等により、対象とする物質に特異性が高く、かつ、イオン強度が高いフラグメントイオンを適切に選択する。

3 追加試験

(1) 試験溶液の調製

革試料に接着剤等が使用されている場合には機械的に取り除く。その後、試料を約1 m m平方以下に細切する。この試料1. 0 gを正確に量り採り、反応容器に入れる。次に、n-ヘキサン20 m lを加え、40℃で20分間超音波処理した後、n-ヘキサンを除去する。この操作を更に1回繰り返す。次に、反応容器の口を開け、局所排気装置内で一晚放置し、残留n-ヘキサンを完全に除去する。2%水酸化ナトリウム水溶液9 m l及び亜ジチオン酸ナトリウム水溶液1 m lを加え、密せんし、激しく振り混ぜた後、40±2℃で30分間加温する。次に、反応容器を1分以内に20から25℃まで冷却する。次に、メチルtertブチルエーテル5 m lを正確に加え、塩化ナトリウム7 gを加える。この液について、振とう機を用いて1秒間に5回の速度で45分間水平振とうを行う。なお、冷却後から振とう開始までの時間は5分を超えないようにする。その後、メチルtertブチルエーテル層を分離し、試験溶液とする。この際、必要に応じて遠心分離操作を行つてよい。

(2) 試験

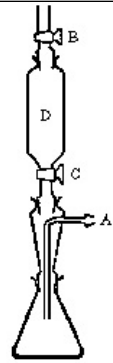
ガスクロマトグラフ質量分析計を用いる。パラフェニルアゾアニリン標準液及び3 追加試験(1) 試験溶液の調製によつて得た試験溶液をそれぞれ1 m l試験管に採り、内部標準液50 m lを加え混ぜ合わせた後、それぞれの試験管から1から2 m lを採り、次の操作条件で試験を行う。このとき、それぞれの試験管からの採取量は同量とする。試験溶液を測定し、得られたクロマトグラム上で、パラフェニルアゾアニリン標準液のパラフェニルアゾアニリンのモニターイオンのピークと保持時間が一致するピークが存在する場合には、パラフェニルアゾアニリンに相当するピーク面積の内部標準物質のピーク面積に対する比(R_t)を求める。同時に、パラフェニルアゾアニリン標準液において得られたクロマトグラム上でパラフェニルアゾアニリンのピーク面積

<p>の内部標準物質のピーク面積に対する比(Rs)を求める。このとき、次式により計算する試料1gについてのパラフェニルアゾアニリンの量は30mg以下でなければならない。 試料1gについてのパラフェニルアゾアニリン含有量(mg) $\frac{K \times (R_{tt} \cdot R_s) \times 5 \times (1 \cdot \text{試料採取量}(g))}{\text{ただし、} K \cdot \text{パラフェニルアゾアニリン標準液の濃度}(mg/ml)}$ <p>操作条件 原則として、次の条件で操作すべきであるが、使用する装置、カラム等により、クロマトグラム上で試験の対象となった物質とそれ以外の物質のピークが重複しないような条件を適切に選択することが望ましい。 カラム管 内径0.25mm、長さ30m、膜厚0.25μmの35%フェニルメチルポリシロキサンを液相とするキャピラリーカラムを用いる。 カラム温度 55℃で5分間保持し、その後230℃まで毎分15℃で昇温した後、290℃まで毎分5℃で昇温し、更に310℃まで毎分20℃で昇温させ、310℃に到達後、5分間保持する。 試験溶液注入口温度 250℃ キヤリアーガス 高純度ヘリウムを用いる。パラフェニルアゾアニリンが約21から22分で流出する流速に調整する。 注入方法 スプリットレス又はスプリット モニタリーオン 原則として「パラフェニルアゾアニリン197」を選択すべきであるが、使用する装置、カラム等により、対象とする物質に特異性が高く、かつ、イオン強度が高いフラグメントイオンを適切に選択する。</p> </p>	<p>4 確認試験 3 追加試験において、試料1gについてのパラフェニルアゾアニリンの量が30mgを超えて検出されたときは、次の(1)及び(2)の試験により、これがパラフェニルアゾアニリンによるものであることを確認しなければならない。 (1) ガスクロマトグラフ質量分析法 ガスクロマトグラフ質量分析法において、3 追加試験(1) 試験溶液の調製によつて得た試験溶液をスキヤンモード(範囲「m/z」60から300)で測定し得られたパラフェニルアゾアニリンのマススペクトルと、パラフェニルアゾアニリン標準液を同様にして測定した際のマススペクトルが一致することを確認しなければならない。 (2) 高速液体クロマトグラフ法 3 追加試験(1) 試験溶液の調製によつて得た試験溶液及びパラフェニルアゾアニリン標準液をそれぞれ一定量採り、不活性ガス気流下でメチルtertブチルエーテルを除去後、一定量のメタノールに溶解させる。このメタノール溶液から5から20μl採り、次の操作条件で試験を行う。試験溶液のクロマトグラム上に、パラフェニルアゾアニリン標準液のピークと保持時間が一致するピークが存在しなくてはならない。 操作条件 原則として、次の条件で操作すべきであるが、使用する装置、カラム等により、クロマトグラム上で確認試験の対象となった物質とそれ以外の物質のピークが重複しないような条件を適切に選択することが望ましい。 カラム管 内径4.6mm、長さ150mmのステンレス管を用いる。 カラム充填剤 粒径3から5μmのオクタデシルシリル化シリカゲルを用いる。 カラム温度 30から40℃ 検出器 紫外可視検出器 検出波長 240、280、305、380nm等 移動相 溶離液1…溶離液2 90…10の状態から22.5分間かけて直線的に溶離液1…溶離液2 45…55とし、その後、5分間かけて直線的に溶離液1…溶離液2 5…95とした後、溶離液1…溶離液2 5…95で1分間保持する。次いで、0.5分間かけて直線的に溶離液1…溶離液2 90…10とし、溶離液1…溶離液2 90…10で6分間保持する。 流速 毎分0.6mlで27.5分間保持した後、1分間かけて直線的に毎分2mlとする。その後、2.5分間かけて直線的に毎分0.6mlとし、毎分0.6mlで4分間保持する。</p>	<p>5 試薬、標準液等 (1) メチルtertブチルエーテル 日本産業規格試薬特級を用いる。 (2) メタノール</p>
--	--	--

塩化ビニル	塩化水素又は硫酸	住宅用の洗浄剤で液体状のもの（塩化水素又は硫酸を含有する製剤たる劇物を除く。）	<p>日本産業規格試薬特級を用いる。</p> <p>(3) n-ヘキサン 日本産業規格試薬特級を用いる。</p> <p>(4) 水酸化ナトリウム・メタノール溶液 水酸化ナトリウム（日本産業規格試薬特級） 20 gをメタノール100 mlに溶解させたものを用いる。</p> <p>(5) 水酸化ナトリウム水溶液 水酸化ナトリウム（日本産業規格試薬特級） 2 gを精製水98 mlに溶解させたものを用いる。</p> <p>(6) 精製水 日本薬局方精製水を用いる。</p> <p>(7) クエン酸緩衝液 クエン酸一水和物（日本産業規格試薬特級） 12.526 g及び水酸化ナトリウム（日本産業規格試薬特級） 6.320 gを精製水に溶かし、1,000 mlとする。この緩衝液はクエン酸として0.06 mol/l、pH 6.0である。</p> <p>(8) 亜ジチオン酸ナトリウム水溶液 亜ジチオン酸ナトリウム（日本産業規格試薬特級） 20 gを精製水に溶かし、100 mlとしたものを用いる。用時調製する。</p> <p>(9) ケイソウ土カラム 内径25から30 mm、長さ130から150 mmで先端にガラスファイター等が装着されたガラス又はポリプロピレン製カラムにケイソウ土20 gを詰めしたものを用いる。自ら充填するか、同等の充填済み製品を使用する。</p> <p>(10) パラーフェニルアゾアニリン標準液 パラーフェニルアゾアニリン10 mgを正確に量り採り、メタノールを加えて溶解し正確に10 mlとする。ここから1 mlを採り、メタノールで正確に10 mlとする。その1 mlを正確に採り、メチルtertブチルエーテルで正確に10 mlとする。更に、ここから3 mlを正確に採りメチルtertブチルエーテルで正確に5 mlとしたものをパラーフェニルアゾアニリン標準液とする。</p> <p>(11) 内部標準液 内部標準物質として、そのモニタリオンが対象物質に含まれる他の芳香族アミン等のフラグメントイオンとクロマトグラム上で重複しないようなものを選択する。ナフタレンジアミン、アントラセン、アントラセン等が使用できる。その内部標準物質を正確に10 mg採り、メタノールで正確に10 mlとする。その2 mlを採り、メチルtertブチルエーテルで正確に10 mlとする。この溶液を1から5 ml採り、メチルtertブチルエーテルで正確に10 mlとしたものを内部標準液とする。</p> <p>(12) アニリン・1,4-フェニレンジアミン混合標準液 アニリン及び1,4-フェニレンジアミンそれぞれ10 mgを正確に量り採り、メタノールを加えて溶解し正確に10 mlとする。ここから1 mlを採り、メタノールで正確に10 mlとする。その0.5 mlを正確に採り、メチルtertブチルエーテルで正確に10 mlとする。更に、ここから1 mlを正確に採りメチルtertブチルエーテルで正確に1 ml試験溶液の調製によって得た試験溶液の液量と同じ容量に定容したものをアニリン・1,4-フェニレンジアミン混合標準液とする。</p> <p>(13) 溶離液1 リン酸二水素カリウム0.68 gを精製水に溶解し全量を1,000 mlとした後に、測定対象物質の分析の妨害となる物質を含まないメタノール150 mlを加えたものを溶離液1とする。</p> <p>(14) 溶離液2 測定対象物質の分析の妨害となる物質を含まないメタノールを溶離液2とする。</p> <p>(15) 高純度ヘリウム 純度99.999%以上のものを用いる。</p> <p>左に掲げる家庭用品は、次の試験に適合しなければならない。</p> <p>左に掲げる家庭用品は、次の試験に適合しなければならない。</p> <p>もの（塩化水素又は硫酸を材料1 ml中の塩化水素又は硫酸を中和するのに要する0.1 mol/l水酸化ナトリウム溶液の消費量が、家庭用品に含まれる劇物の定量方法及び容器又は被包の試験方法を定める省令（昭和47年厚生省令第27号）別表第1に定める方法により定量した場合において30 ml以下でなければならない。</p>
家庭用エアゾル製品		左に掲げる家庭用品は、次の試験に適合しなければならない。	

4, 6-ジクロロル-7-(2, 4, 5-トリクロルフエノキシ)-2-トリパー、下着、寝衣、手袋、フルオルメチルベンズイミダゾール

繊維製品のうち、おしめか子、寝具及び床敷物
家庭用毛糸



噴射口を次の図に示すガス捕集装置の吸入口Aにシリコンゴム管で連結し、活せんB及びCを開き、約5秒間試料を噴出させたのち、直ちに活せんB及びCを閉じ、ガスを分液漏斗Dに捕集する。このガスを約13.3 kPaに減圧した赤外吸収スペクトル測定用ガスセル(層長10 cmのもの)に導入し、赤外吸収スペクトルを測定するとき、1, 620 cm⁻¹、1, 600 cm⁻¹、730 cm⁻¹及び710 cm⁻¹のすべてに塩化ビニルに特有の吸収が認められることがあつてはならない。

1 試験溶液の調製
抽出

身体と接触する繊維の部分を細かく切つたものを試料とし、その約0.5 gを精密に量り採り、50 mlの共せん付き遠沈管に入れ、10%水酸化ナトリウム溶液10 mlを加え、3時間放置して溶解する。次に、この液にエチルエーテル10 mlを加えて5分間激しく振り混ぜた後、1分間4,000回転で10分間遠心分離を行い、エチルエーテル層を分取する。この操作を更に3回繰り返し、全エチルエーテル層を合わせる。これに硫酸ナトリウム(無水)約5 gを加えてよく振り混ぜた後、ガラスろ過器(日本産業規格のガラスろ過器(細孔記号2))を用いてろ過し、ろ液を100 mlのナス型フラスコに採り、ロータリーエバポレーターを用いて50℃でエチルエーテルを除去する。

(2) N-メチル化

(1)の残留物に1 mol/l水酸化ナトリウム溶液10 ml及びジメチル硫酸1 mlを加え、10分間放置する。次に、この液を50 ml共せん付き遠沈管に移し、ヘキサン10 mlを加えて5分間激しく振り混ぜた後、1分間4,000回転で2分間遠心分離を行い、ヘキサン層を分取する。この操作を更に3回繰り返して、全ヘキサン層を合わせる。これに硫酸ナトリウム(無水)約5 gを加えてよく振り混ぜた後、ガラスろ過器(日本産業規格のガラスろ過器(細孔記号2))を用いてろ過し、ろ液を100 mlのナス型フラスコに採り、ロータリーエバポレーターを用いて50℃でヘキサンを除去する。残留物にアセトン10 mlを正確に加えて溶かし、これを試験溶液とする。

2 試験

電子捕獲型検出器付きガスクロマトグラフを用いる。

試験溶液及び4, 6-ジクロロル-7-(2, 4, 5-トリクロルフエノキシ)-2-トリフルオルメチルベンズイミダゾール(以下「DTTB」という。)のN-メチル化標準液を正確にそれぞれ1 ml採り、次の操作条件1及び2で試験を行い、得られたクロマトグラムのピークを比較する。DTTBのN-メチル化標準液の保持時間と一致する保持時間を持つピークが、いずれの操作条件においても存在する場合は、そのピークについていずれか適切な条件のもとに得られたクロマトグラム上で試験溶液のピーク面積P及びDTTBのN-メチル化標準液のピーク面積Psを測定する。このとき、次式により計算する試料1 gについてのDTTB含有量は30 mg以下でなければならない。

試料1 gについてのDTTB含有量(%) $\frac{K \times (P/P_s) \times 10 \times (1/\text{試料採取量}(g))}{\text{ただし、K: DTTBのN-メチル化標準液のDTTBとしての濃度}(g/ml)}$

操作条件1

カラム担体 ケイソウ土(標準網フルイ149から177 μm)を6 mol/l塩酸で2時間還流して洗い、次いで精製水で流出液が中性となるまで洗った後、アルコール性塩基で洗い、更に精製水で流出液が中性となるまで洗った後、乾燥し、メチルシリル化処理を施す。

カラム充填剤 カラム担体に対してガスクロマトグラフ用ジメチルシリコンゴムを2%含ませる。

カラム管 内径3 mm 長さ1, 500 mmのガラス管を用いる。

カラム温度 200℃

試験溶液注入口及び検出器温度 250℃

キャリアーガス 高純度窒素を用いる。DTTBのN-メチル化体が約11.7分及び12.4分で流出する流速に調整する。

操作条件2

次に示す操作条件以外は、操作条件1に示すところによる。

カラム充填剤 カラム担体に対してガスクロマトグラフ用50%フェニルシリコンを1.5%、ガスクロマトグラフ用50%トリフルオルプロピルシリコンを2%含ませる。

カラム温度 225℃

キャリアーガス 高純度窒素を用いる。DTTBのN-メチル化体が約15.9分及び19.3分で流出する流速に調整する。

3 試薬、標準液等

(1) 10%水酸化ナトリウム溶液

水酸化ナトリウム(日本産業規格試薬特級) 100gを精製水に溶かし、1,000mlとしたものを用いる。

(2) エチルエーテル

次の試験に適合するエチルエーテルを用いる。

エチルエーテル300mlをロータリーエバポレーターを用いて5mlに減圧濃縮し、その5mlを採り、2 試験に準じて試験を行うとき、クロマトグラム上のエチルエーテル以外のピークの高さは、 2×10^{-11} gのマーBHCが示すピークの高さ以下でなければならない。

(3) 硫酸ナトリウム(無水)

次の試験に適合する硫酸ナトリウム(無水)を用いる。

硫酸ナトリウム(無水)を20g採り、ヘキサン100mlに懸濁する。1分間振り混ぜた後10分間静置する操作を6回繰り返した後、ヘキサンを分取する。更にこの硫酸ナトリウム(無水)をヘキサン少量で洗い、洗液をこれに合わせる。このヘキサンの全量をロータリーエバポレーターを用いて5mlに減圧濃縮し、その5mlを採り、2 試験に準じて試験を行うとき、クロマトグラム上のヘキサン以外のピークの高さは、 2×10^{-11} gのマーBHCが示すピークの高さ以下でなければならない。

(4) 1mol/l水酸化ナトリウム溶液

水酸化ナトリウム(日本産業規格試薬特級) 40gを精製水に溶かし、1,000mlとしたものを用いる。

(5) ジメチル硫酸

日本産業規格試薬1級を用いる。

(6) ヘキサン

次の試験に適合するヘキサンを用いる。

ヘキサン300mlをロータリーエバポレーターを用いて5mlに減圧濃縮し、その5mlを採り、2 試験に準じて試験を行うとき、クロマトグラム上のヘキサン以外のピークの高さは、 2×10^{-11} gのマーBHCが示すピークの高さ以下でなければならない。

(7) アセトン

次の試験に適合するアセトンを用いる。

アセトン300mlをロータリーエバポレーターを用いて5mlに減圧濃縮し、その5mlを採り、2 試験に準じて試験を行うとき、クロマトグラム上のアセトン以外のピークの高さは、 2×10^{-11} gのマーBHCが示すピークの高さ以下でなければならない。

(8) DTTB標準品

無色粒状結晶。融点は156から158℃である。

(9) DTTBのN-メチル化体標準液

DTTB標準品10mgを正確に量り採り、アセトンに溶かし正確に500mlとする。その液1mlを正確に採り、溶媒を除去し、1 試験溶液の調整(2) N-メチル化の場合と同様に操作して得られたアセトン溶液をDTTBのN-メチル化体標準液とする。用時調整する。

(10) ケイソウ土

ケイソウ土をガスクロマトグラフ用に精製したものを用いる。

(11) 6mol/l塩酸

塩酸(日本産業規格試薬特級)を精製水で約2倍に薄めたものを用いる。

(12) 精製水

日本薬局方精製水を用いる。

(13) 高純度窒素

日本産業規格の高純度窒素2級を用いる。

ジベンゾ「a, h」アントラセン

クレオソート油を含有する
家庭用の木材防腐剤及び木
材防虫剤

左に掲げる家庭用品は、次の試験法による試験に適合しなければならない。

1 試験溶液の調製
試料約0.5gを正確に量り採り、これをシリカゲルを充填したミニカートリッジカラムに流し込み、50mLのナス型フラスコに採る。さらに、そのミニカートリッジカラムにジクロロメタン10mLを流し込み、前述のナス型フラスコに加える。その液について、ロータリーエバポレーターを用いて50℃で約2mLになるまでジクロロメタンを除去し、これをメスフラスコに移し、ジクロロメタンを加えて全量を正確に5mLとしたものを試験溶液とする。

2 試験

ガスクロマトグラフ質量分析計を用いる。試験溶液及びジベンゾ「a, h」アントラセン標準液2mLをそれぞれ正確に試験管に採り、内部標準液0.5mLを加え、それぞれの試験管から1 μ Lを採り、次の操作条件で試験を行う。試験溶液を測定し、得られたクロマトグラム上で、標準液のジベンゾ「a, h」アントラセンのモニタリーイオンのピークと保持時間が一致するピークが存在する場合は、ジベンゾ「a, h」アントラセンに相当するピーク面積の内部標準物質のピーク面積に対する比(R_t)を求める。同時に、標準液において得られたクロマトグラム上のジベンゾ「a, h」アントラセンのピーク面積の内部標準物質のピーク面積に対する比(R_s)を求める。このとき、次式により計算する試料1gについてのジベンゾ「a, h」アントラセンの量は、10 μ g以下でなければならない。

試料1gについてのジベンゾ「a, h」アントラセンの含有量 (F g)

$$F = K \times (R_t \div R_s) \times 5 \times (1 \div \text{試料採取量 (g)})$$

ただし、K:ジベンゾ「a, h」アントラセン標準液の濃度 (F g/mL)

操作条件

カラム管 内径0.25mm、長さ30m、膜厚0.25 μ mの5%フェニルメチルポリシロキサンを液相とするキヤピラリーカラムを用いる。

カラム温度 60℃で2分間保持し、その後毎分25℃で昇温し、300℃に到達後6分間保持する。

試験溶液注入口温度 280℃

キヤリヤーガス 高純度ヘリウムを用いる。ジベンゾ「a, h」アントラセンが約15から16分で流出する流速に調整する。

注入方法 スプリットレス方式

モニタリーイオン 原則として「ジベンゾ「a, h」アントラセン278」を選択すべきであるが、使用する装置、カラム等により、対象とする物質に特異性が高く、かつ、イオン強度が高いフラグメントイオンを適切に選択することが望ましい。

3 試薬、標準液等

(1) ジクロロメタン

日本産業規格試薬特級を用いる。

(2) ジベンゾ「a, h」アントラセン標準液

ジベンゾ「a, h」アントラセン0.010gを正確に量り採り、ジクロロメタンを加えて溶かし、正確に100mLとする。その1mLを採り、ジクロロメタンを加えて正確に100mLとしたものをジベンゾ「a, h」アントラセン標準液とする。

(3) 内部標準液

内部標準物質として、そのモニタリーイオンが対象物質に含有される他の多環芳香族炭化水素等のフラグメントイオンとクロマトグラム上で重複しないようなものを選択する。アセナフテン-d10、フェナンthren-d10、クリセン-d12等を用いることができる。その内部標準物質0.010gを正確に量り採り、ジクロロメタンを加えて溶かし、正確に100mLとする。その5から20mLを採り、ジクロロメタンを加えて正確に100mLとしたものを内部標準液とする。

(4) 高純度ヘリウム

純度99.999%以上のものを用いる。

左に掲げる家庭用品は、次の試験法による試験に適合しなければならない。

1 試験溶液の調製

試料の表面部分を削り取り細かく刻んだもの約1.0gをガラス管に採り、ジクロロメタン20mLを加えて、37℃で24時間静置して抽出する。抽出液はろ紙でろ過し、100mLのナス型フラスコに採る。抽出後の試料はジクロロメタン10から20mLで洗い、この洗液を前述のろ液に合わせる。その液について、ロータリーエバポレーターを用いて50℃で約2mLになるまでジクロロメタンを除去し、これをシリカゲルを充填したミニカートリッジカラムに流し込み、50mLのナス型フラスコに採る。さらに、そのミニカートリッジカラムにジクロロメタン10mLを流し込み、前述のナス型フラスコに加える。その液について、ロータリーエバポレーターを用いて50℃で約2mLになるまでジクロロメタンを除去し、これをメスフラスコに移し(試料中に対象物質が高

クレオソート油及びその混
合物で処理された家庭用の
防腐木材及び防虫木材

水酸化カリウム又は水酸化ナトリウム	家庭用の洗浄剤で液体状のもの（水酸化カリウム又は水酸化ナトリウムを含む）の製剤たる劇物を除く。	
		<p>濃度で含まれると認められる場合は、この除去操作を行わず、一定量の溶出液を直接メスフラスコに採る。ジクロルメタンを加えて全量を正確に5 mlとしたものを試験溶液とする（検量線の範囲に収まるように、適宜ジクロルメタンで希釈する。）。</p> <p>2 試験</p> <p>ガスクロマトグラフ質量分析計を用いる。試験溶液及びジベンゾ「a, h」アントラセン標準液2 mlをそれぞれ正確に試験管に採り、内部標準液0.5 mlを加え、それぞれの試験管から1 mlを採り、次の操作条件で試験を行う。試験溶液を測定し、得られたクロマトグラム上で、標準液のジベンゾ「a, h」アントラセンのモニタリーオンと保持時間が一致するピークが存在する場合は、ジベンゾ「a, h」アントラセンに相当するピーク面積の内部標準物質のピーク面積に対する比（R_t）を求める。同時に、標準液において得られたクロマトグラム上でのジベンゾ「a, h」アントラセンのピーク面積の内部標準物質のピーク面積に対する比（R_s）を求める。このとき、次式により計算する試料1 gについてのジベンゾ「a, h」アントラセンの量は、3 mg以下でなければならない。</p> <p>試料1 gについてのジベンゾ「a, h」アントラセンの含有量（mg）</p> $\frac{K \times (R_t \cdot R_s) \times 5 \times (1 \cdot \text{試料採取量 (g)})}{\text{ただし、} K \cdot \text{ジベンゾ「a, h」アントラセン標準液の濃度 (mg/ml)}}$ <p>操作条件</p> <p>カラム管 内径0.25 mm、長さ30 m、膜厚0.25 μmの5%フェニルメチルポリシロキサンを液相とするキヤピラリーカラムを用いる。</p> <p>カラム温度 60℃で2分間保持し、その後毎分25℃で昇温し、300℃に到達後6分間保持する。</p> <p>試験溶液注入口温度 280℃</p> <p>キヤリヤーガス 高純度ヘリウムを用いる。ジベンゾ「a, h」アントラセンが約15から16分で流出する流速に調整する。</p> <p>注入方法 スプリットレス方式</p> <p>モニタリーオン 原則として「ジベンゾ「a, h」アントラセン278」を選択すべきであるが、使用する装置、カラム等により、対象とする物質に特異性が高く、かつ、イオン強度が高いフラグメントイオンを適切に選択することが望ましい。</p> <p>3 試薬、標準液等</p> <p>(1) ガラス管 内容量30から50 mlで密せんのできるもの。</p> <p>(2) ジクロルメタン 日本産業規格試薬特級を用いる。</p> <p>(3) ジベンゾ「a, h」アントラセン標準液 ジベンゾ「a, h」アントラセン0.010 gを正確に量り採り、ジクロルメタンを加えて溶かし、正確に100 mlとする。その1 mlを採り、ジクロルメタンを加えて正確に100 mlとしたものをジベンゾ「a, h」アントラセン標準液とする。</p> <p>(4) 内部標準液 内部標準物質として、そのモニタリーオンが対象物質に含まれる他の多環芳香族炭化水素等のフラグメントイオンとクロマトグラム上で重複しないようなものを選択する。アセナフテンd10、フェナントレンd10、クリセンd12等を用いることができる。その内部標準物質0.010 gを正確に量り採り、ジクロルメタンを加えて溶かし、正確に100 mlとする。その5から20 mlを採り、ジクロルメタンを加えて正確に100 mlとしたものを内部標準液とする。</p> <p>(5) 高純度ヘリウム 純度99.999%以上のものを用いる。</p> <p>(6) ろ紙 日本産業規格に規定される化学分析用のものを用いる。</p>
		<p>試験溶液を、メチルオレンジ試薬2滴を指示薬として0.1 mol/l塩酸で滴定する。このとき、滴定に要した0.1 mol/l塩酸の消費量をV (ml)とする。別に3%過酸化水素水10 mlを採り、直火で2分間煮沸した後、同様に操作したとき滴定に要</p>

テトラクロロエチレン	
	<p>家庭用エアゾル製品 家庭用の洗浄剤</p> <p>した0.1 mol/l塩酸の消費量をV₀ (ml)とする。このとき、次式により計算する試料1g中の水酸化カリウム又は水酸化ナトリウムを中和するのに要する0.1 mol/l塩酸消費量は13 ml以下でなければならぬ。 試料1g中の水酸化カリウム又は水酸化ナトリウムを中和するのに要する0.1 mol/l塩酸消費量 (ml) \parallel (V-V₀) F × 5 × (1/試料採取量 (g)) ただし、F=0.1 mol/l塩酸の力価 3 試薬、標準液等</p> <p>(1) 精製水 医薬品、医療機器等の品質、有効性及び安全性の確保等に関する法律（昭和35年法律第145号）に規定する日本薬局方（以下「日本薬局方」という。）精製水を用いる。 (2) 3%過酸化水素水 過酸化水素水（日本産業規格試薬特級）を精製水で10倍に薄めたものを用いる。用時調製する。 (3) メチルオレンジ試薬 メチルオレンジ（日本産業規格試薬特級）0.1gに精製水を加えて溶かし、100 mlとしたものを用いる。用時調製する。 (4) 0.1 mol/l塩酸 日本薬局方容量分析用標準液を用いる。</p> <p>左に掲げる家庭用品は、次の試験方法による試験に適合しなければならない。</p> <p>1 試験 電子捕獲型検出器付きガスクロマトグラフを用いる。 ゴムせん付き細口円筒形のガラスびん2個に、それぞれエタノール20 mlを入れた後、一方のガラスびんに試料（家庭用エアゾル製品にあつては、200 mlのフラスコを氷冷し、ドラフト内で内容液をフラスコ内に噴出させたもの）1.00 gを正確に量り採り、他方のガラスびんにテトラクロロエチレン標準液1.0 mlを正確に加える。それぞれに、1, 1, 1, 2-テトラクロロエタン内部標準液1.0 mlを正確に加えた後、ゴムせんをアルミキャップで巻き締めて密せし、30℃の水浴中にガラスびんの首まて入れ、液がゴムせんに付着しないように穏やかに振り混ぜながら30分間加温する。 試料又はテトラクロロエチレン標準液を入れたガラスびんから、ヘッドスペースガスをそれぞれ正確に3 ml採り、次の操作条件で試験を行い、得られたクロマトグラムのピークを比較する。試料のクロマトグラム上にテトラクロロエチレンの保持時間と一致する保持時間を持つピークが存在する場合は、試料のクロマトグラム上でのテトラクロロエチレンに相当するピークの高さH_Tと1, 1, 1, 2-テトラクロロエタンのピークの高さH_{T₁}を測定し、その比R_T \parallel H_T / H_{T₁}を求める。同時に、テトラクロロエチレン標準液のクロマトグラム上でのテトラクロロエチレンのピークの高さH_Sと1, 1, 1, 2-テトラクロロエタンのピークの高さH_{S₁}を測定し、その比R_S \parallel H_S / H_{S₁}を求める。測定は同一のガラスびんについて3回繰り返し行い、平均値R_T及びR_Sを求める。このとき、次式により計算する試料中のテトラクロロエチレンの含有量は0.1 W/W%以下でなければならない。 テトラクロロエチレン含有量 (W/W%) \parallel K × (R_T / R_S) × (1/試料採取量 (g)) ただし、k=テトラクロロエチレン標準液の濃度 (W/V%)</p> <p>操作条件 カラム担体 ケイソウ土（標準網フルイ177から250 μm）を用いる。 カラム管 内径3 mm、長さ3,000 mのガラス管を用いる。 カラム充填剤 カラム担体に対してガスクロマトグラフ用ジメチルシリコンを10%含ませる。 カラム温度 70℃ 注入口及び検出器温度 180℃ キャリアーガス 高純度窒素を用いる。1, 1, 1, 2-テトラクロロエタンが約12から13分間で流出する流速に調整する。 2 試薬、標準液等 (1) ゴムせん付き細口付き円筒形のガラスびん 内容量100 mlのものを用いる。 (2) エタノール 日本産業規格試薬特級を用いる。 (3) テトラクロロエチレン標準液</p>

トリクロロエチレン	家庭用エアゾル製品 家庭用の洗浄剤	トリス(1-アジリジニル)ホスフィンオキシド	家庭用品のうち、寝衣、寝具、カーテン及び床敷物
	<p>左に掲げる家庭用品は、テトラクロロエチレンの項基準の欄の試験法による試験に適合しなければならない。</p> <p>この場合において、「テトラクロロエチレン」とあるのは、「トリクロロエチレン」と読み替えるものとする。</p> <p>1 試験溶液の調製</p> <p>(1) 抽出</p> <p>身体と接触する繊維の部分をおく切つたものを試料とし、その1.0gを100mlのナス型フラスコ(I)に正確に量り採り、メタノール50mlを加えた後、還流冷却器を付け、70℃の水浴中で30分間抽出する。次に、この液をガラスろ過器(日本産業規格のガラスろ過器(細孔記号2)に適合するもの)を用いて温時ろ過し、ろ液を100mlのナス型フラスコ(I)に採り、ロータリーエバポレーターを用いてメタノールを除去する。</p> <p>(2) 精製</p> <p>内径10mm、長さ300mmの吸着管に、カラムクロマトグラフ用酸化アルミニウム(中性)5gをジクロロメタンに懸濁して入れ、次いでその上に硫酸ナトリウム(無水)約1gを入れ、カラムの上端に少量のジクロロメタンが残る程度までジクロロメタンを流出させる。</p> <p>(1)のメタノールを除去したナス型フラスコ(I)にジクロロメタン10mlを加えてよく振り混ぜ、この液をカラムに流し込んだ後、ジクロロメタン100mlをカラムに流し込み、最初の流出液約100mlを200mlのナス型フラスコに採り、ロータリーエバポレーターを用いてジクロロメタンを除去する。残留物をメタノール2mlに溶かし、これを試験溶液とする。</p> <p>2 試験</p> <p>炎光度型検出器(リン用干渉フィルター、波長526nm)付きガスクロマトグラフを用いる。</p> <p>試験溶液を5ml採り、次の操作条件により試験を行うとき、トリス(1-アジリジニル)ホスフィンオキシド標準品の保持時間と一致する保持時間の位置にピークを示してはならない。</p> <p>操作条件</p> <p>カラム担体 ケイソウ土(標準網ノルイ149から177μm)を6ml/1塩酸で2時間還流して洗い、次いで精製水で流出液が中性となるまで洗った後、乾燥し、メチルシラザン処理(ヘキサメチルシラザン(日本産業規格試験特級)、トリメチルクロルシラン(日本産業規格試験特級)及びピリジン(日本産業規格試験特級)の混液(3:1:5)に浸し、10分間水洗いして乾燥させる処理をいう。以下同じ。)を施す。</p> <p>カラム充填剤 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(分子量20,000のもの)を1%含ませる。</p> <p>カラム管 内径3mm 長さ1,000mmのガラス管を用いる。</p> <p>カラム温度 150から220℃、昇温速度毎分10℃</p> <p>試験溶液注入口温度 170℃</p> <p>検出器 200℃で操作する。</p> <p>キャリアーガス 高純度窒素を用いる。トリス(1-アジリジニル)ホスフィンオキシドが約1.5分で流出する流速に調整するとともに、水素及び空気の流量を至適条件に調整する。</p> <p>3 試薬、標準液等</p> <p>(1) メタノール</p> <p>日本産業規格試験特級を用いる。</p>		<p>あらかじめ少量のヘキサン(日本産業規格試験特級、以下この項において同じ。)を入れておいた100mlのメスフラスコにテトラクロロエチレン(純度99%以上のもの)1.00gを正確に量り採り、ヘキサンを加えて正確に100mlとする。この液10mlを採り、ヘキサンを加えて正確に100mlとしたものをテトラクロロエチレン標準液とする。</p> <p>(4) 1, 1, 1, 2-テトラクロロエタン内部標準液</p> <p>あらかじめ少量のヘキサンを入れておいた100mlのメスフラスコに1, 1, 1, 2-テトラクロロエタン(純度99%以上のもの)1.2gを正確に量り採り、ヘキサンを加えて正確に100mlとする。この液10mlを採り、ヘキサンを加えて正確に100mlとしたものを1, 1, 1, 2-テトラクロロエタン内部標準液とする。</p> <p>(5) ケイソウ土</p> <p>ケイソウ土をガスクロマトグラフ用に精製したものを用いる。</p> <p>(6) 高純度窒素</p> <p>日本産業規格の高純度窒素2級を用いる。</p>

	<p>(2) カラムクロマトグラフ用酸化アルミニウム (中性) 水分含有量10%のものを用いる。</p> <p>(3) カラムクロマトグラフ用酸化アルミニウム (中性) 10gを精製水90mlに懸濁したとき、そのpHは6.0から8.0である。</p> <p>(4) ジクロロメタン</p> <p>(5) 日本産業規格試薬特級を用いる。</p> <p>(6) 硫酸ナトリウム (無水)</p> <p>(7) 日本産業規格試薬特級を用いる。</p> <p>(8) トリス (1-アジリジニル) ホスフィンオキシド標準品</p> <p>(9) トリス (1-アジリジニル) ホスフィンオキシドを95%以上含む。</p> <p>(10) 39.9Paのとき、沸点は90から91°Cである。</p> <p>(11) ケイソウ土</p> <p>(12) ケイソウ土をガスクロマトグラフ用に精製したものを用いる。</p> <p>(13) 6mol/l塩酸</p> <p>(14) 塩酸 (日本産業規格試薬特級) を精製水で約2倍に薄めたものを用いる。</p> <p>(15) 精製水</p> <p>(16) 日本薬局方精製水を用いる。</p> <p>(17) 高純度窒素</p> <p>(18) 日本産業規格の高純度窒素2級を用いる。</p> <p>(19) 日本産業規格の水素3級を用いる。</p> <p>(20) 水素</p> <p>日本産業規格の水素3級を用いる。</p>
トリス (2, 3-ジブロムプロピル) ホスフェイト	<p>繊維製品のうち、寝衣、寝具、カーテン及び床敷物</p>
	<p>左に掲げる家庭用品は、次の試験法による試験に適合しなければならない。</p> <p>1 試験溶液の調製</p> <p>(1) 抽出</p> <p>身体と接触する繊維の部分を細かく切つたものを試料とし、その1.0gを100mlのナス型フラスコ (I) に正確に量り採り、メタノール50mlを加えた後、還流冷却器を付け、70°Cの水浴中で30分間抽出する。次に、この液をガラスろ過器 (日本産業規格のガラスろ過器 (細孔記号2) に適合するもの) を用いて温時ろ過し、ろ液を100mlのナス型フラスコ (II) に採り、ロータリーエバポレーターを用いてメタノールを除去する。</p> <p>(2) 精製</p> <p>内径10mm、長さ300mmの吸着管に、カラムクロマトグラフ用酸化アルミニウム (塩基性) 5gをベンゼンに懸濁して入れ、次いでその上に硫酸ナトリウム (無水) 約1gを入れ、カラムの上端に少量のベンゼンが残る程度までベンゼンを流出させる。</p> <p>(1) のメタノールを除去したナス型フラスコ (II) にベンゼン10mlを加えてよく振り混ぜ、この液をカラムに流し込んだ後、ベンゼン100mlをカラムに流し込み、最初の流出液約100mlを200mlのナス型フラスコに採り、ロータリーエバポレーターを用いてベンゼンを除去する。残留物をアセトン2mlに溶かし、これを試験溶液とする。</p> <p>2 試験</p> <p>炎光度型検出器 (リン用干渉フィルター、彼長526nm) 付きガスクロマトグラフを用いる。</p> <p>試験溶液を1ml採り、次の操作条件1又は2のいずれか適切な条件の下に試験を行うとき、トリス (2, 3-ジブロムプロピル) ホスフェイト標準品の保持時間と一致する保持時間の位置にピークを示してはならない。</p> <p>操作条件</p> <p>カラム担体 ケイソウ土 (標準網フルイ125から149μm) を6mol/l塩酸で2時間還流して洗い、次いで精製水で流出液が中性となるまで洗った後、アルコール性塩基で洗い、更に精製水で流出液が中性となるまで洗った後、乾燥し、メチルシリル化処理を施す。</p> <p>カラム充填剤 カラム担体に対してガスクロマトグラフ用ジメチルシリコンゴムを15%含ませた後、標準網フルイ125から149μmに整える。</p> <p>カラム管 内径0.8mm 長さ500mmのガラス管を用いる。</p> <p>カラム温度 225°C</p> <p>試験溶液注入口及び検出器温度 260°C</p>

トリフエニル錫化合物	<p>繊維製品のうち、おしめ、おしめカバー、よだれ掛け、下着、衛生バンド、衛生パANTS、手袋及びくつした</p> <p>家庭用接着剤</p> <p>家庭用塗料</p> <p>家庭用ワックス</p> <p>くつ墨及びくつクリーム</p>	<p>繊維製品のうち、おしめ、おしめカバー、よだれ掛け、下着、衛生バンド、衛生パANTS、手袋及びくつした</p> <p>家庭用接着剤</p> <p>家庭用塗料</p> <p>家庭用ワックス</p> <p>くつ墨及びくつクリーム</p> <p>左に掲げる家庭用品は、次の試験法による試験に適合しなければならない。</p> <p>1 試験溶液の調製</p> <p>(1) 抽出</p> <p>ア 繊維製品の場合</p> <p>身体と接触する繊維の部分をおおきく切つたものを試料とし、その1.0gを50mlの遠沈管に正確に量り採り、サロゲート標準アセトン溶液100ml、アセトン15ml及び塩酸0.4mlを加え、5分間激しく振り混ぜる。その後、ヘキサン30mlを加えて30分間激しく振り混ぜた後、1分間3,000回転で5分間遠心分離を行い、繊維部分を採らないように上澄液を採取する。次に、残留物にアセトン・ヘキサン混液30mlを加えて、30分間激しく振り混ぜた後、ガラスろ過器で吸引ろ過し、ろ液を上澄液に合わせる。この溶液を、無水硫酸ナトリウムを用いて脱水した後、ロータリーエバポレーターを用いて40℃以下で約1mlまで濃縮する。濃縮液にヘキサンを加えて全量を約2mlとしたものを抽出液とする。</p> <p>イ 繊維製品以外で水性のものの場合</p> <p>試料1.0gを50mlの遠沈管に正確に量り採り、サロゲート標準アセトン溶液100ml、アセトン15ml及び塩酸0.4mlを加え、5分間激しく振り混ぜる。その後、ヘキサン30mlを加えて30分間激しく振り混ぜた後、1分間3,000回転で</p> <p>キヤリヤーガス 高純度窒素を用いる。トリス(2, 3-ジブロムプロピル) ホスフェイトが約6分で流出する流速に調整するとともに、水素及び空気の流量を至適条件に調整する。</p> <p>操作条件²</p> <p>次に示す操作条件以外は、操作条件1に示すところによる。</p> <p>カラム担体 ケイソウ土(標準網フルイ149から177μm)を6mol/l塩酸で2時間還流して洗い、次いで精製水で流出液が中性となるまで洗った後、アルコール性塩基で洗い、更に精製水で流出液が中性となるまで洗った後、乾燥し、メチルシリル化処理を施す。</p> <p>カラム充填剤 カラム担体に対してガスクロマトグラフ用ジメチルシリコンゴムを10%含ませる。</p> <p>カラム管 内径3mm 長さ500mmのガラス管を用いる。</p> <p>3 試薬、標準液等</p> <p>(1) メタノール 日本産業規格試薬特級を用いる。</p> <p>(2) カラムクロマトグラフ用酸化アルミニウム(塩基性) 水分含有量4.5から6.5%のものを用いる。</p> <p>カラムクロマトグラフ用酸化アルミニウム(塩基性) 10gを精製水90mlに懸濁したとき、そのpHは7.5から9.0である。</p> <p>(3) ベンゼン 日本産業規格試薬特級を用いる。</p> <p>(4) 硫酸ナトリウム(無水) 日本産業規格試薬特級を用いる。</p> <p>(5) アセトン 日本産業規格試薬特級を用いる。</p> <p>(6) トリス(2, 3-ジブロムプロピル) ホスフェイト標準品</p> <p>トリス(2, 3-ジブロムプロピル) ホスフェイトを80%以上含む。</p> <p>沸点は260℃である。</p> <p>(7) ケイソウ土 ケイソウ土をガスクロマトグラフ用に精製したものを用いる。</p> <p>(8) 6mol/l塩酸 塩酸(日本産業規格試薬特級)を精製水で約2倍に薄めたものを用いる。</p> <p>(9) 精製水 日本薬局方精製水を用いる。</p> <p>(10) 高純度窒素 日本産業規格の高純度窒素2級を用いる。</p> <p>(11) 水素 日本産業規格の水素3級を用いる。</p>
------------	--	--

5分間遠心分離を行い、上澄液を採取する。次に、残留物にアセトン・ヘキサン混液30mlを加えて、30分間激しく振り混ぜた後、1分間3,000回転で5分間遠心分離を行い、上澄液を採取し、先ほどの上澄液に合わせる。この溶液を無水硫酸ナトリウムを用いて脱水した後、ロータリーエバポレーターを用いて40℃以下で約1mlまで濃縮する。濃縮液にヘキサンを加えて全量を約2mlとしたものを抽出液とする。

ウ 繊維製品以外で油性の場合

試料1.0gをあらかじめヘキサン20mlの入っている50mlの遠沈管に正確に量り採り、精製水20ml及び塩酸0.4mlを加える。次に、サロゲート標準ヘキサン溶液100mlを加えた後、30分間激しく振り混ぜる。その後、1分間3,000回転で5分間遠心分離を行い、ヘキサン層10mlを分取し無水硫酸ナトリウムを用いて脱水した後、ロータリーエバポレーターを用いて40℃以下で約5mlまで濃縮する。この溶液を、あらかじめヘキサン10mlで調製したシリカゲルミニカートリッジカラムに流し込み、ヘキサン30mlで洗浄する。次に、80%エタノール・ヘキサン溶液80mlで溶出し、溶出液をナス型フラスコ等に採る。この溶液を、ロータリーエバポレーターを用いて40℃以下で約1mlまで濃縮する。濃縮液をヘキサンで約2mlに定容したものを抽出液とする。

(2) 誘導体化及び精製

(1) 抽出によって得た抽出液を遠沈管に移し、酢酸・酢酸ナトリウム緩衝液5mlを加えた後、テトラエチルホウ酸ナトリウム溶液1mlを加えて10分間振とうしてエチル化体へと誘導体化する。次に、ヘキサン20mlを加えて30分間激しく振り混ぜた後、1分間3,000回転で5分間遠心分離を行い、上澄液を採取する。もう一度ヘキサン20mlを加えて、30分間激しく振り混ぜた後、1分間3,000回転で5分間遠心分離を行い、上澄液を採取し、先ほどの上澄液に合わせる。この溶液を、ロータリーエバポレーターを用いて40℃以下で約1mlまで濃縮する。濃縮液をヘキサンで約2mlに定容し、あらかじめヘキサン10mlで調製した合成ケイ酸マグネシウムミニカートリッジカラムに流し込み、流出液をナス型フラスコ等に採る。さらに、5%ジエチルエーテル・ヘキサン溶液6mlで溶出させ、溶出液を採取する。この溶出液を、ロータリーエバポレーターを用いて40℃以下で約1mlまで濃縮した後、ヘキサンを加えて全量を正確に5mlとしたものを試験溶液とする。

2 試験

ガスクロマトグラフ質量分析計を用いる。トリフェニル錫エチル化体標準液及び試験溶液をそれぞれ1から2 μ l採り、次の操作条件で試験を行う。このとき、標準液の採取量と試験溶液の採取量は同量とする。試験溶液を測定し、得られたクロマトグラム上で、標準液のトリフェニル錫エチル化体のモニタリーオンのピークと保持時間が一致するピークが存在する場合には、トリフェニル錫エチル化体に相当するピーク面積のトリフェニル錫重水素化物エチル化体のピーク面積に対する比(R_t)を求める。同時に、標準液において得られたクロマトグラム上でのトリフェニル錫エチル化体のピーク面積のトリフェニル錫重水素化物エチル化体のピーク面積に対する比(R_s)を求める。このとき、次式により計算する試料1gについてのトリフェニル錫化合物の量は、錫として

1.0 μ g以下でなければならない。

試料1gについてのトリフェニル錫化合物の錫としての含有量 (F g)

$$\frac{F \times K \times (1.15) \times (R_t \div R_s) \times (1.1 \text{ 試料採取量 (g)}) \times V}{\text{ただし、}}$$

F..0.308

K..塩化トリフェニル錫標準液の濃度 (F g/ml)

V..試験溶液及びトリフェニル錫エチル化体標準液の最終液量 (5 ml)

操作条件

原則として、次の条件で操作すべきであるが、使用する装置、カラム等により、クロマトグラム上でトリフェニル錫エチル化体及びトリフェニル錫重水素化物エチル化体のピークとそれ以外の物質のピークが重複しないような条件を適切に選択することが望ましい。

カラム管 内径0.25mm、長さ30m、膜厚0.25 μ mの5%フェニルメチルポリシロキサンを液相とするキャピラリーカラムを用いる。

カラム温度 60℃で2分間保持し、その後毎分20℃で130℃まで昇温した後、210℃まで毎分10℃で昇温し、さらに260℃まで毎分5℃で昇温させた後、300℃まで毎分10℃で昇温し、300℃に到達後、5分間保持する。

試験溶液注入口温度 270℃

キャリアーガス 高純度ヘリウムを用いる。トリフェニル錫エチル化体が約20から22分で流出する流速に調整する。

注入方法 スプリットレス方式

モニタリーオン 原則として「トリフェニル錫エチル化合物351」及び「トリフェニル錫重水素化合物エチル化合物366」を選択すべきであるが、使用する装置、カラム等により、対象とする物質に特異性が高く、かつ、イオン強度が高いフラグメントイオンを適切に選択する。

3 試薬、標準液等

(1) アセトン
日本産業規格試薬特級を用いる。

(2) ヘキサン
日本産業規格試薬特級を用いる。

(3) 塩酸
日本産業規格試薬特級を用いる。

(4) ジエチルエーテル
日本産業規格試薬特級を用いる。

(5) エタノール
日本産業規格試薬特級を用いる。

(6) 無水硫酸ナトリウム
日本産業規格試薬特級を用いる。

(7) 酢酸・酢酸ナトリウム緩衝液
酢酸（日本産業規格試薬特級）120g及び酢酸ナトリウム（日本産業規格試薬特級）164gをそれぞれ精製水1,000mlに溶かし、体積比5・9・14・1で混合した後、pHを5に調整したものを。

(8) テトラエチルホウ酸ナトリウム溶液
テトラエチルホウ酸ナトリウム1gを精製水20mlに溶解させたものを。用時調製する。

(9) 塩化トリフェニル錫標準液
塩化トリフェニル錫を10mg正確に量り採り、ヘキサンを加えて正確に10mlとする。ここから1.0mlを採り、ヘキサンで正確に10mlとする。ここから1.0mlを採り、ヘキサンで正確に10mlとする。ここから3.0mlを採りヘキサンで10mlとしたものを塩化トリフェニル錫標準液とする。

(10) トリフェニル錫エチル化合物標準液
塩化トリフェニル錫標準液から1mlを遠沈管に正確に量り採り、試験対象が繊維製品及び繊維製品以外で水性のものの場合にはサロゲート標準アセトン溶液を、繊維製品以外で油性のものの場合にはサロゲート標準ヘキサン溶液100mlを加える。そこに、酢酸・酢酸ナトリウム緩衝液5mlを加えた後、テトラエチルホウ酸ナトリウム溶液1mlを加えて10分間激しく振り混ぜてエチル化合物へと誘導体化する。次に、ヘキサン20mlを加えて30分間激しく振り混ぜた後、1分間3,000回転で5分間遠心分離を行い、上澄液を採取する。もう一度ヘキサン20mlを加えて、30分間激しく振り混ぜた後、1分間3,000回転で5分間遠心分離を行い、上澄液を採取し、先ほどの上澄液に合わせる。この溶液を、ロータリーエバポレーターを用いて40℃以下で約1mlまで濃縮した後、ヘキサンで5mlに定容したものをトリフェニル錫エチル化合物標準液とする。

(11) サロゲート標準原液
塩化トリフェニル錫の水素が全て重水素に置換している塩化トリフェニル錫重水素化合物を1mg正確に量り採り、ヘキサンを加えて正確に10mlとしたもの、又は塩化トリフェニル錫重水素化合物を10mg正確に量り採りヘキサンを加えて10mlとし、そこから1.0mlを採りヘキサンで正確に10mlとしたものをサロゲート標準原液とする。

(12) サロゲート標準アセトン溶液
サロゲート標準原液から3.0mlを採り、アセトンで正確に10mlとしたもの。

(13) サロゲート標準ヘキサン溶液
サロゲート標準原液から3.0mlを採り、ヘキサンで正確に10mlとしたもの。

(14) シリカゲルミニカートリッジカラム
ポリプロピレン製のカラム管にカラムクロマトグラフ用シリカゲル690mgを充填したもの又はこれと同等の分離特性を有するもの。

(15) 合成ケイ酸マグネシウムミニカートリッジカラム

トリブチル錫化合物	繊維製品のうち、おしめ、おしめカバー、よだれ掛け、この場合において、同欄中「トリフェニル錫」とあるのは「トリブチル錫」と、「0.308」とあるのは「0.365」と、「約2下着、衛生バンド、衛生パ、0から22分」とあるのは「約10から12分」と、「351」とあるのは「263」と、「366」とあるのは「318」と読み替えるものとする。	ポリプロピレン製のカラム管にカラムクロマトグラフ用合成ケイ酸マグネシウム910mgを充填したもの又はこれと同等の分離特性を有するもの。 (16) 高純度ヘリウム 純度99.999%以上のものを用いる。
ビス(2,3-ジブロムプロピル)ホスフェイト化合物	繊維製品のうち、寝衣、寝具、カーテン及び床敷物、家庭用ワックス、家庭用接着剤、家庭用塗料、家庭用ワックス、くつ墨及びくつクリーム	左に掲げる家庭用品は、次の試験法による試験に適合しなければならない。 1 試験溶液の調製 (1) 抽出 身体と接触する繊維の部分を細かく切つたものを試料とし、その1.0gを200mlのナス型フラスコ(I)に正確に量り採り、メタノール50mlと塩酸1mlを加えた後、還流冷却器を付け、70℃の水浴中で30分間抽出する。次に、この液をガラスろ過器(日本産業規格のガラスろ過器(細孔記号2)に適合するもの)を用いて温時ろ過し、ろ液を200mlのナス型フラスコ(II)に採る。還流冷却器、ナス型フラスコ(I)及びガラスろ過器をメタノール20mlで洗い、洗液はろ液に合わせ、ロータリーエバポレーターを用いて50℃でメタノールを除去した後、エタノール10mlを加え、ロータリーエバポレーターを用いて50℃でメタノールを除去した後、エタノール10mlに溶かして50ml共せん付き遠沈管(I)に移す。ナス型フラスコ(II)を10mlの1mol/l炭酸水素ナトリウム溶液で洗い洗液は遠沈管(I)に合わせる。遠沈管(I)にベンゼン10mlを加えて5分間激しく振り混ぜ静置した後、ベンゼン層を遠沈管(II)に採る。この操作を更に2回繰り返す。遠沈管(II)に1mol/l炭酸水素ナトリウム溶液10mlを加えて5分間激しく振り混ぜ静置した後、水層は遠沈管(I)に合わせる。次に、この水層を200mlの分液漏斗に移し、塩酸10mlをかき混ぜながら少量ずつ加える。これに酢酸エチル50mlを加えて5分間激しく振り混ぜ静置した後、酢酸エチル層を分取する。この操作を更に5回繰返し、全酢酸エチル層を合わせる。これに硫酸ナトリウム(無水)約30gを加えてよく振り混ぜた後、2時間放置し、ガラスろ過器(日本産業規格のガラスろ過器(細孔記号2)に適合するもの)を用いてろ過し、ろ液をナス型フラスコに採る。硫酸ナトリウムを酢酸エチル50mlで洗い、洗液はろ液に合わせ、ロータリーエバポレーターを用いて50℃で約5mlまで濃縮し、氷冷する。 (2) メチルエステル化 (1)の濃縮液にジアンメタン・エーテル溶液を液の黄色が5分間放置しても消えなくなるまで加えた後、ロータリーエバポレーターを用いて50℃で溶媒を除去する。残留物をアセトン1mlに溶かし、これを試験溶液とする。 2 試験 炎光度型検出器(リン用干渉フィルター、波長526nm)付きガスクロマトグラフを用いる。 試験溶液を1ml採り、次の操作条件1又は2のいずれか適切な条件の下に試験を行うとき、ビス(2,3-ジブロムプロピル)ホスフェイトのメチルエステル標準液の保持時間と一致する保持時間の位置にピークを示してはならない。ただし、ピークが認められたときは、3 確認試験法により、このピークがビス(2,3-ジブロムプロピル)ホスフェイトによるものであることを確認しなければならない。 操作条件1 カラム担体 ケイソウ土(標準網フルイ125から149mm)を6mol/l塩酸で2時間還流して洗い、次いで精製水で流出液が中性となるまで洗った後、アルコール性塩基で洗い、更に精製水で流出液が中性となるまで洗った後、乾燥し、メチルシリル化処理を施す。 カラム充填剤 カラム担体に対してガスクロマトグラフ用ジメチルシリコンゴムを15%含ませた後、標準網フルイ125から149mmに整える。 カラム管 内径0.8mm、長さ500mmのガラス管を用いる。 カラム温度 120から235℃、毎分10℃昇温

試験溶液注入口及び検出器温度 25.0℃
 キヤリヤーガス 高純度窒素を用いる。ピス(2, 3-ジブロムプロピル) ホスフェイトのメチルエステルが約10分で流出する流速に調整するとともに、水素及び空気の流量を至適条件に調整する。

操作条件²⁾

次に示す操作条件以外は、操作条件1に示すところによる。

カラム担体 ケイソウ土(標準網フルイ149から177 μ m)を6mol/l塩酸で2時間還流して洗い、次いで精製水で流出液が中性となるまで洗った後、アルコール性塩基で洗い、更に精製水で流出液が中性となるまで洗った後、乾燥し、メチルシリル化処理を施す。

カラム充填剤 カラム担体に対してガスクロマトグラフ用ジメチルシリコンゴムを10%含ませる。

カラム管 内径3mm、長さ500mmのガラス管を用いる。

3 確認試験

(1) 試験溶液の調製

1 試験溶液の調製(1) 抽出によつて得た濃縮液をロータリーエバポレーターを用いて50℃で酢酸エチルを除去する。残留物を1mol/l水酸化ナトリウム溶液20mlに溶かし、2日間放置する。次に、この液を100mlの分液ロートに移し、塩酸8mlをかき混ぜながら少量ずつ加える。これに酢酸エチル30mlを加えて振り混ぜ静置した後、酢酸エチル層を分取する。この操作を更に5回繰り返して、全酢酸エチル層を合わせる。これに硫酸ナトリウム(無水)約20gを加えてよく振り混ぜた後、2時間放置し、ガラスろ過器(日本産業規格のガラスろ過器(細孔記号2)に適合するもの)を用いてろ過し、ろ液をナス型フラスコに採る。硫酸ナトリウムを酢酸エチル20mlで洗い、洗液はろ液に合わせ、ロータリーエバポレーターを用いて50℃で約5mlまで濃縮し、氷冷する。以下1 試験溶液の調製(2) メチルエステル化の場合と同様に操作して、得られた溶液を試験溶液とする。

(2) 試験

炎光度型検出器(リン用干渉フィルター、波長526nm)付きガスクロマトグラフを用いる。

試験溶液を1ml採り、2 試験の場合と同様に試験を行い、得られたクロマトグラム上のピークと2 試験によつて得られたクロマトグラム上のピークを比較する。このとき、ピス(2, 3-ジブロムプロピル) ホスフェイトのメチルエステル標準液の保持時間と一致する保持時間の位置のピークが著しく減少しているか又は完全に消失しているとともに、ピス(2-ブロムプロペン-2-イル) ホスフェイトのメチルエステル標準液の保持時間と一致する保持時間の位置に新たにピークが認められたとき、ピス(2, 3-ジブロムプロピル) ホスフェイトと確認する。

4 試薬、標準液等

(1) メタノール

日本産業規格試薬特級を用いる。

(2) 塩酸

日本産業規格試薬特級を用いる。

(3) エタノール

日本産業規格試薬特級を用いる。

(4) 1mol/l炭酸水素ナトリウム溶液

炭酸水素ナトリウム(日本産業規格試薬特級) 8.4gを精製水に溶かし、1,000mlとしたものを用いる。

(5) ベンゼン

日本産業規格試薬特級を用いる。

(6) 酢酸エチル

酢酸エチル(日本産業規格試薬特級)を精製水で洗った後、硫酸ナトリウム(無水)で乾燥し、これを蒸留する。沸点76から78℃の留分を用いる。

(7) 硫酸ナトリウム(無水)

日本産業規格試薬特級を用いる。

(8) ジアゾメタン・エーテル溶液

ナス型フラスコに水酸化カリウム(日本産業規格試薬特級) 1gを採り、精製水1.6ml及びエタノール5mlを加えて溶かした後、N-メチル-N-ニトロソ-パラトルエンホルンアミド4.3gをエチルエーテル(日本産業規格試薬特級) 26mlに溶かした溶液を注意深く加える。これを65℃の水浴中で蒸留し、留液20mlをエチルエーテル(日本産業規格試薬特級) 5mlを入

	<p>へキサクロルエポキシオクタヒドロエ ンドエキソジメタノナフタリン（別名パー デイルドリン）</p>	<p>れた共せん付きフラスコに採る。この場合共せん付きフラスコは氷水中で冷却し、又冷却器の先端は共せん付きフラスコ中のエチルエーテルの液面下に浸すものとする。調製した溶液は密せんにして冷蔵庫に保存し、1から2週間以内を用いる。</p> <p>(9) アセトン</p> <p>日本産業規格試薬特級を用いる。</p> <p>(10) ビス(2,3-ジプロムプロピル)ホスフェイト標準品</p> <p>ビス(2,3-ジプロムプロピル)ホスフェイトを95%以上含む。</p> <p>(11) ビス(2,3-ジプロムプロピル)ホスフェイトのメチルエステル標準液</p> <p>ビス(2,3-ジプロムプロピル)ホスフェイト標準品50.0mgを正確に量り採り、酢酸エチルで正確に100mlとする。その1mlを正確に採り、1 試験溶液の調製(2) メチルエステル化の場合と同様に操作して得られたアセトン溶液をビス(2,3-ジプロムプロピル)ホスフェイトのメチルエステル標準液とする。用時調製する。</p> <p>(12) ケイソウ土</p> <p>ケイソウ土をガスクロマトグラフ用に精製したものを用いる。</p> <p>(13) 6mol/l塩酸</p> <p>塩酸(日本産業規格試薬特級)を精製水で約2倍に薄めたものを用いる。</p> <p>(14) 精製水</p> <p>日本薬局方精製水を用いる。</p> <p>(15) 高純度窒素</p> <p>日本産業規格の高純度窒素2級を用いる。</p> <p>(16) 水素</p> <p>日本産業規格の水素3級を用いる。</p> <p>(17) 1mol/l水酸化ナトリウム溶液</p> <p>水酸化ナトリウム(日本産業規格試薬特級)40.0gを精製水に溶かし1,000mlとしたものを用いる。</p> <p>(18) ビス(2-プロムプロペン-2-イル)ホスフェイト標準品</p> <p>ビス(2,3-ジプロムプロピル)ホスフェイト1gを1mol/l水酸化ナトリウム溶液50mlに溶かし、2日間かき混ぜた後、塩酸を加えて酸性としベンゼン50mlで3回抽出する。ベンゼン抽出液に硫酸ナトリウム(無水)約20gを加えてよく振り混ぜた後、2時間放置し、ガラスろ過器(日本産業規格のガラスろ過器(細孔記号2)に適合するもの)を用いてろ過し、ろ液をナス型フラスコに採る。硫酸ナトリウムをベンゼン30mlで洗い、洗液はろ液に合わせ、ロータリーエバポレーターを用いて50℃でベンゼンを除去する。残留物を減圧デシケーター(シリカゲル)中に入れ一晚放置したものを用いる。</p> <p>(19) ビス(2-プロムプロペン-2-イル)ホスフェイトのメチルエステル標準液</p> <p>ビス(2-プロムプロペン-2-イル)ホスフェイト標準品30.0mgを正確に量り採り、酢酸エチルで正確に100mlとする。その1mlを正確に採り、1 試験溶液の調製(2) メチルエステル化の場合と同様に操作して得られたアセトン溶液をビス(2-プロムプロペン-2-イル)ホスフェイトのメチルエステル標準液とする。用時調製する。</p> <p>身体と接触する繊維の部分の細かく切つたものを試料とし、その約1gを精密に量り採り、500mlのナス型フラスコ(I)に入れ、メタノール250mlを加えた後、還流冷却器を付け、70℃の水浴中で30分間抽出する。次に、この液をガラスろ過器(日本産業規格のガラスろ過器(細孔記号2)に適合するもの)を用いて温時ろ過し、ろ液を500mlのナス型フラスコ(II)に採る。還流冷却器、ナス型フラスコ(I)及びガラスろ過器をメタノール100mlで洗い、洗液はろ液に合わせ、ロータリーエバポレーターを用いて50℃でメタノールを除去する。</p> <p>(1) 抽出</p> <p>身体と接触する繊維の部分の細かく切つたものを試料とし、その約1gを精密に量り採り、500mlのナス型フラスコ(I)に入れ、メタノール250mlを加えた後、還流冷却器を付け、70℃の水浴中で30分間抽出する。次に、この液をガラスろ過器(日本産業規格のガラスろ過器(細孔記号2)に適合するもの)を用いて温時ろ過し、ろ液を500mlのナス型フラスコ(II)に採る。還流冷却器、ナス型フラスコ(I)及びガラスろ過器をメタノール100mlで洗い、洗液はろ液に合わせ、ロータリーエバポレーターを用いて50℃でメタノールを除去する。</p> <p>(2) 精製</p> <p>内径15mm、長さ300mmの吸着管に、カラムクロマトグラフ用合成ケイ酸マグネシウム10gをへキサンに懸濁して入れ、次いでその上に硫酸ナトリウム(無水)約5gを入れ、カラムの先端に少量のへキサンが残る程度までへキサンを流出させる。</p> <p>(1) のメタノールを除去したナス型フラスコ(II)に15%エチルエーテル・へキサン溶液10mlを加えてよく振り混ぜ、この液をカラムに流し込み、更に15%エチルエーテル・へキサン溶液20mlでナス型フラスコ(II)を洗う操作を2回繰り返して、両洗液をカラムに流し込んだ後、15%エチルエーテル・へキサン溶液250mlをカラムに流し込み、最初の流出液約290</p>
	<p>繊維製品のうち、おしめか 子、寝具及び床敷物 家庭用毛糸</p>	

m lを採り、ヘキサンを加えて全量を正確に300 mlとする。その10 mlを正確に採り、ヘキサンを加えて正確に100 mlとしたものを試験溶液とする。

2 試験

電子捕獲型検出器付きガスクロマトグラフを用いる。

試験溶液及びデイルドリン標準液を正確にそれぞれ1 ml採り、次の操作条件1及び2で試験を行い、得られたクロマトグラムのピークを比較する。デイルドリン標準液の保持時間と一致する保持時間を持つピークが、いずれの操作条件においても存在する場合は、そのピークについていずれか適切な条件のもとに得られたクロマトグラム上で試験溶液のピーク面積P及びデイルドリン標準液のピーク面積Psを測定する。このとき、次式により計算する試料1 gについてのデイルドリン含有量は30 mg以下でなければならない。

試料1 gについてのデイルドリンの含有量 (mg) \parallel $K \times (P/P_s) \times 3, 000 \times (1/\text{試料採取量 (g)})$
ただし、K:デイルドリン標準液の濃度 (mg/ml)

操作条件1

カラム担体 ケイソウ土 (標準網フルイ177から250 mm) を6 ml/1塩酸で2時間還流して洗い、次いで精製水で流出液が中性となるまで洗った後、乾燥し、メチルシラザン処理を施す。

カラム充填剤 カラム担体に対してガスクロマトグラフ用シリコンを5%含ませる。カラム管 内径3 mm、長さ1, 500から2, 000 mmのガラス管を用いる。

カラム温度 200°C

試験溶液注入口温度 250°C

検出器 至適加電圧を与え、250°C付近 (線源がトリチウムの場合は、最高使用温度) で操作する。

キャリアーガス 高純度窒素を用いる。デイルドリンが約12分で流出する流速に調整する。

操作条件2

次に示す操作条件以外は、操作条件1に示すところによる。

カラム担体 ケイソウ土 (標準網フルイ149から177 mm) を6 ml/1塩酸で2時間還流して洗い、次いで精製水で流出液が中性となるまで洗った後、乾燥し、メチルシラザン処理を施す。

カラム充填剤 カラム担体に対してガスクロマトグラフ用ジエチレンジグリコールサクシネートを2%、リン酸を0.5%含ませる。カラム温度 175°C

キャリアーガス 高純度窒素を用いる。デイルドリンが約7分で流出する流速に調整する。

3 試薬、標準液等

(1) メタノール

次の試験に適合するメタノールを用いる。

メタノール 300 mlをロータリーエバポレーターを用いて5 mlに減圧濃縮し、その5 mlを採り、2 試験に準じて試験を行うとき、クロマトグラム上のメタノール以外のピークの高さは、 2×10^{-11} gのメーBHCが示すピークの高さ以下でなくてはならない。

(2) カラムクロマトグラフ用合成ケイ酸マグネシウム

カラムクロマトグラフ用合成ケイ酸マグネシウム (標準網フルイ177から250 mm) を450°Cで一晩加熱した後、デシケータ中で放冷したものであつて、次の試験に適合するものを用いる。

デイルドリン標準液 10 mlを試料とし、1 試験溶液の調製

(2) 精製及び2 試験に準じて試験を行うとき、デイルドリンがほとんど完全に回収されなければならない。

(3) ヘキサン

次の試験に適合するヘキサンを用いる。

ヘキサン 300 mlをロータリーエバポレーターを用いて5 mlに減圧濃縮し、その5 mlを採り、2 試験に準じて試験を行うとき、クロマトグラム上のヘキサン以外のピークの高さは、 2×10^{-11} gのメーBHCが示すピークの高さ以下でなくてはならない。

(4) 硫酸ナトリウム (無水)

次の試験に適合する硫酸ナトリウム (無水) を用いる。

硫酸ナトリウム (無水) を20 g採り、(3)のヘキサン100 mlに懸濁する。1分間振り混ぜた後10分間静置する操作を6回繰り返した後、ヘキサンを分取する。更にその硫酸ナトリウム (無水) を(3)のヘキサン少量で洗い、洗液をこれに合わせる。こ

	<p>のヘキサンの全量をロータリーエバポレーターを用いて5 mlに減圧濃縮し、その5 mlを採り、2 試験に準じて試験を行うとき、クロマトグラム上のヘキサン以外のピークの高さは、2×10^{-11} gのメーBHCが示すピークの高さ以下でなくてはならない。</p> <p>(5) エチルエーテル</p> <p>次の試験に適合するエチルエーテルを用いる。</p> <p>エチルエーテル300 mlをロータリーエバポレーターを用いて5 mlに減圧濃縮し、その5 mlを採り、2 試験に準じて試験を行うとき、クロマトグラム上のエチルエーテル以外のピークの高さは、2×10^{-11} gのメーBHCが示すピークの高さ以下でなくてはならない。</p> <p>(6) 15%エチルエーテル・ヘキサン溶液</p> <p>(5) のエチルエーテル15 mlに(3) のヘキサンを加えて全量を100 mlとする。</p> <p>(7) デイルドリン標準品</p> <p>デイルドリンを98%以上含む。融点は177から179℃である。</p> <p>(8) デイルドリン標準液</p> <p>デイルドリン標準品1.0 mgを正確に採り、(3) のヘキサンに溶かし、正確に100 mlとする。その1 mlを正確に採り、(3) のヘキサンを加えて100 mlとし、更にその10 mlを正確に採り、(3) のヘキサンを加えて100 mlとしたものをデイルドリン標準液とする。</p> <p>デイルドリン標準液1 ml=0.01 mgデイルドリン</p> <p>(9) ケイソウ土</p> <p>ケイソウ土をガスクロマトグラフ用に精製したものをを用いる。</p> <p>(10) 6 mol/l塩酸</p> <p>塩酸(日本産業規格試薬特級)を精製水で約2倍に薄めたものをを用いる。</p> <p>(11) 精製水</p> <p>日本薬局方精製水を用いる。</p> <p>(12) 高純度窒素</p> <p>日本産業規格の高純度窒素2級を用いる。</p> <p>(13) リン酸</p> <p>日本産業規格試薬特級を用いる。</p>
ベンゾ「a」アントラセン	<p>クレオソート油を含有する家庭用の木材防腐剤及び木材防虫剤</p> <p>クレオソート油及びその混合物で処理された家庭用の防腐木材及び防虫木材</p> <p>左に掲げる家庭用品は、ジベンゾ「a, h」アントラセンの項基準の欄に掲げる試験(クレオソート油を含有する家庭用の木材防腐剤及び木材防虫剤に係るものに限る。)に適合しなければならない。</p> <p>この場合において、同欄中「ジベンゾ「a, h」アントラセン」とあるのは「ベンゾ「a」アントラセン」と、「278」とあるのは「228」と、「約15から16分」とあるのは「約11から12分」と読み替えるものとする。</p>
ベンゾ「a」ピレン	<p>クレオソート油を含有する家庭用の木材防腐剤及び木材防虫剤</p> <p>クレオソート油及びその混合物で処理された家庭用の防腐木材及び防虫木材</p> <p>左に掲げる家庭用品は、ジベンゾ「a, h」アントラセンの項基準の欄に掲げる試験(クレオソート油を含有する家庭用の木材防腐剤及び木材防虫剤に係るものに限る。)に適合しなければならない。</p> <p>この場合において、同欄中「ジベンゾ「a, h」アントラセン」とあるのは「ベンゾ「a」ピレン」と、「278」とあるのは「252」と、「約15から16分」とあるのは「約13から14分」と読み替えるものとする。</p>
ホルムアルデヒド	<p>繊維製品のうち、おしめ、おしめカバー、よだれ掛け、下着、寝衣、手袋、くつし</p> <p>左に掲げる家庭用品は、次の試験法による試験に適合しなければならない。</p> <p>1 試験溶液の調製</p>

た、中衣、外衣、帽子、寝身体と接触する繊維の部分を細かく切つたものを試料とし、その2.50gを200mlの共せんフラスコに正確に量り採り、精製水100mlを正確に加えた後、密せんし、40℃の水浴中で時々振り混ぜながら1時間抽出する。次に、この液をガラスろ過器（日本産業規格のガラスろ過器（細孔記号2）に適合するもの）を用いて温時ろ過し、これを試験溶液とする。

2 試験

試験溶液及びホルムアルデヒド標準液を正確にそれぞれ5.0ml採り、それぞれにアセチルアセトン試液5.0mlを加えて振り混ぜた後、40℃の水浴中で30分間加温し、30分間放置する。それぞれの溶液について、精製水5.0mlにアセチルアセトン試液5.0mlを加えて同様に操作したものを対照として、層長1cmで412から415nmにおける吸収の極大波長で試験溶液に係る吸光度A及びホルムアルデヒド標準液に係る吸光度Asを測定する。また、別に試験溶液5.0mlを採り、アセチルアセトン試液の代わりに酢酸・酢酸アンモニウム緩衝液5.0mlを用いて同様に操作する。その溶液について、精製水5.0mlに酢酸・酢酸アンモニウム緩衝液5.0mlを加えて同様に操作したものを対照として、吸光度A及びAsを測定したとき同じ波長における吸光度Aoを測定する。このとき、A-Aoの値が0.05以下又は次式により計算する試料1gについてのホルムアルデヒド溶出量が16mg以下でなければならぬ。

試料1gについてのホルムアルデヒド溶出量 (mg)

$\frac{K \times (A - A_o) \times A_s}{A \times A_o} \times 100 \times (1 - \text{試料採取量 (g)})$

ただし、K…ホルムアルデヒド標準液の濃度 (mg/ml)

3 確認試験

2 試験において、A-Aoの値が0.05を超えたとき又はホルムアルデヒドの溶出量が16mgを超えたときは、次の(1)又は(2)のいずれかの試験により、吸光度Aを測定した波長における吸収がホルムアルデヒドによるものであることを確認しなければならぬ。

(1) ジメドン法

試験溶液5.0mlを共せん試験管に採り、ジメドン・エタノール溶液1.0mlを加えて振り混ぜ、40℃の水浴中で10分間加温し、更にアセチルアセトン試液5.0mlを加えて振り混ぜ、40℃の水浴中で30分間加温し、30分間放置した後、試験溶液の代わりに精製水5.0mlを用いて同様に操作したものを対照として吸収スペクトルを測定するとき、波長412から415nmにおいて、吸光度A及びAsを測定した場合と同様の吸収スペクトルを示してはならぬ。

(2) 高速液体クロマトグラフ法

2 試験によつて得られた試験溶液にアセチルアセトン試液を加えた液及びホルムアルデヒド標準液にアセチルアセトン試液を加えた液をそれぞれ10ml採り、次の操作条件で試験を行う。試験溶液にアセチルアセトン試液を加えた液のクロマトグラム上に、ホルムアルデヒド標準液にアセチルアセトン試液を加えた液におけるホルムアルデヒドアセチルアセトン反応生成物のピークと保持時間が一致するピークが存在しなくてはならない。

操作条件

カラム管 内径4.6mm、長さ150mmのステンレス管を用いる。

カラム充填剤 粒径5µmのオクタデシルシリル化シリカゲルを用いる。

カラム温度 35℃

検出器 紫外可視検出器

検出波長 412から415nm

移動相 アセトニトリル…精製水 (15…85から20…80)

流速 毎分1.0ml

4 試薬、標準液等

(1) 精製水

日本薬局方精製水を用いる。

(2) ホルムアルデヒド標準液

アホルマリンの標定

ホルマリン（日本薬局方ホルマリン）約1gを精製水を入れたはかりびんで精密に量り、精製水を加えて正確に100mlとする。その10mlを正確に量り採り、0.05mol/lヨウ素液（日本薬局方定量分析用標準液）50mlを正確に加え、更に1mol/l水酸化カリウム液（日本薬局方定量分析用標準液）20mlを加えた後、15分間常温で放置する。更に希硫酸（日本薬局方

<p>繊維製品のうち、下着、寝衣、手袋及びくつした(出生後24月以内の乳幼児用)のものを除く。)、及び並びにかつら、つげ、つげ、つげ又はくつしたために使用される接着剤</p>	<p>試験) 15 mlを加え、過剰のヨウ素を0.1 mol/lチオ硫酸ナトリウム液(日本薬局方定量分析用標準液)で滴定する(指示薬:日本薬局方デンプン試液)。別に精製水10 mlを用いて同様の方法で空試験を行う。</p> <p>ホルマリン中のホルムアルデヒド含有量C(%)は次式により求める。</p> $C(\%) = \frac{1.5013 \times (V - V_0) \times F \times 1.000}{(100 \times 1.0) \times (1 + W)} \times 100$ <p>ただし、</p> <p>V₀: 空試験における0.1 mol/lチオ硫酸ナトリウム液の滴定量(ml)</p> <p>V: 本試験における0.1 mol/lチオ硫酸ナトリウム液の滴定量(ml)</p> <p>F: 0.1 mol/lチオ硫酸ナトリウム液の力価</p> <p>W: ホルマリンの採取量(g)</p> <p>I: ホルムアルデヒド標準液の調製</p> <p>ホルマリン(日本薬局方ホルマリン) 400/C gを正確に量り採り、精製水を加えて100 mlとする。この溶液を用いて、10 mlを正確に採り、精製水で10倍量に希釈する操作を5回繰り返してホルムアルデヒド標準液とする。</p> <p>ホルムアルデヒド標準液 1 ml ≡ 0.4 mg HCHO</p> <p>(3) アセチルアセトン試液</p> <p>酢酸アンモニウム(日本産業規格試薬特級) 150 gに適量の精製水を加えて溶かし、氷酢酸(日本産業規格試薬特級) 3 ml及びアセチルアセトン(日本産業規格試薬特級) 2 mlを加え、更に精製水を加えて1,000 mlとしたものを用いる。用時調製する。</p> <p>(4) ジメドン・エタノール溶液</p> <p>ジメドン(日本産業規格試薬特級) 1 gにエタノール(日本薬局方エタノール)を加えて溶かし、100 mlとしたものを用いる。用時調製する。</p> <p>(5) 酢酸・酢酸アンモニウム緩衝液</p> <p>酢酸アンモニウム(日本産業規格試薬特級) 150 gに適量の精製水を加えて溶かし、氷酢酸(日本産業規格試薬特級) 3 mlを加え、更に精製水を加えて1,000 mlとしたものを用いる。</p> <p>(1) 繊維製品の調製</p> <p>(2) 繊維製品の場合</p> <p>試料約2 gを水蒸気蒸留装置のフラスコに精密に量り採り、精製水50 ml及びリン酸溶液3 mlを加えた後、受器に精製水100 mlから20 mlを入れ冷却器のアダプターが精製水に浸るようにして水蒸気蒸留を行う。留液が190 mlになったとき、蒸留をやめ、精製水を加えて正確に200 mlとし、試験溶液とする。</p>
<p>2 試験</p>	<p>試験溶液及びホルムアルデヒド標準液を正確にそれぞれ5.0 ml採り、それぞれにアセチルアセトン試液5.0 mlを加えて振り混ぜた後、40℃の水浴中で30分間加温し、30分間放置する。それぞれの溶液について、精製水5.0 mlにアセチルアセトン試液5.0 mlを加えて同様に操作したものを対照として、層長1 cmで412から415 nmにおける吸収の極大波長で試験溶液に係る吸光度A及びホルムアルデヒド標準液に係る吸光度A_sを測定する。また、別に試験溶液5.0 mlを採り、アセチルアセトン試液の代わりに酢酸・酢酸アンモニウム緩衝液5.0 mlを用いて同様に操作する。その溶液について、精製水5.0 mlに酢酸・酢酸アンモニウム緩衝液5.0 mlを加えて同様に操作したものを対照として、吸光度A及びA_sを測定したとき同じ波長における吸光度A₀を測定する。このとき、次式により計算する試料1 gについてのホルムアルデヒド溶出量は75 mg以下でなければならぬ。</p> <p>試料1 gについてのホルムアルデヒド溶出量 (mg)</p> $\frac{K \times (A - A_0) \times A_s \times E \times (1 + \text{試料採取量})}{K \times \text{ホルムアルデヒド標準液の濃度} \times (g/ml)}$

<p>メタノール</p>	<p>家庭用エアゾル製品</p>
	<p>左に掲げる家庭用品は、次の試験法による試験に適合しなければならない。</p> <p>1 試験溶液の調製</p> <p>200 ml のフラスコを氷冷し、ドラフト内で内容液をフラスコ内に噴出させ試料とする。試料 10.0 g を 100 ml のフラスコに正確に量り採り、精製水 20 ml、塩化ナトリウム 2 g、エタノール 10 ml 及び流動パラフィン 2 滴を加えた後、直火で蒸留し、留液を目盛り試験管に 25 ml 採る。次に、留液を 100 ml の分液漏斗に移した後、試験管を 25 ml の精製水で洗い、洗液は留液に合わせる。分液漏斗にヘキサン 10 ml を加えて 2 分間激しく振り混ぜた後、水層を 100 ml のメスフラスコに分取する。更に分液漏斗に精製水 20 ml を加えて 2 分間激しく振り混ぜた後、水層を分取しメスフラスコに合わせる。メスフラスコに精</p> <p>E…繊維製品にあつては 100 とし、接着剤にあつては 200 とする。</p> <p>ただし、ホルムアルデヒドの溶出量が 75 mg を超えたときは、次の試験により、吸光度 A を測定した波長における吸収がホルムアルデヒドによるものであることを確認しなければならない。</p> <p>試験溶液 5.0 ml を共せん試験管に採り、ジメドン・エタノール溶液 1.0 ml を加えて振り混ぜ、40℃ の水浴中で 10 分間加温し、更にアセチルアセトン試液 5.0 ml を加えて振り混ぜ、40℃ の水浴中で 30 分間加温し、30 分間放置した後、試験溶液の代わりに精製水 5.0 ml を用いて同様に操作したものを対照として吸収スペクトルを測定するとき、波長 412 から 415 nm において、吸光度 A 及び A_s を測定した場合と同様の吸収スペクトルを示してはならない。</p> <p>3 試薬、標準液等</p> <p>(1) 精製水 日本薬局方精製水を用いる。</p> <p>(2) リン酸溶液 リン酸（日本産業規格試薬特級） 5 g を採り、精製水を加えて 25 ml としたものを用いる。</p> <p>(3) ホルムアルデヒド標準液 ホルマリンの標定 ホルマリンの標定 ホルマリリン（日本薬局方ホルマリリン）約 1 g を精製水を入れたばかりびんで精密に量り、精製水を加えて正確に 100 ml とする。その 10 ml を正確に量り採り、0.05 mol/l ヨウ素液（日本薬局方定量分析用標準液） 50 ml を正確に加え、更に 1 mol/l 水酸化カリウム液（日本薬局方定量分析用標準液） 20 ml 加えた後、15 分間常温で放置する。更に希硫酸（日本薬局方試薬） 15 ml を加え、過剰のヨウ素を 0.1 mol/l 1 チオ硫酸ナトリウム液（日本薬局方定量分析用標準液）で滴定する（指示薬…日本薬局方デンプン試液）。別に精製水 10 ml を用いて同様の方法で空試験を行う。</p> <p>ホルマリリン中のホルムアルデヒド含有量 C (%) は次式により求める。</p> $C (\%) = \frac{1.5013 \times (V_0 - V) \times F + 1,000}{(100 + 10) \times (1 + W)} \times 100$ <p>ただし、</p> <p>V₀…空試験における 0.1 mol/l 1 チオ硫酸ナトリウム液の滴定量 (ml)</p> <p>V…本試験における 0.1 mol/l 1 チオ硫酸ナトリウム液の滴定量 (ml)</p> <p>F…0.1 mol/l 1 チオ硫酸ナトリウム液の力価</p> <p>W…ホルマリリンの採取量 (g)</p> <p>I…ホルムアルデヒド標準液の調製</p> <p>ホルマリリン（日本薬局方ホルマリリン） 400 / C g を正確に量り採り、精製水を加えて 100 ml とする。この溶液を用いて、10 ml を正確に採り、精製水で 10 倍量に希釈する操作を 4 回繰り返してホルムアルデヒド標準液とする。</p> <p>ホルムアルデヒド標準液 1 ml ≡ 4 mg HCHO</p> <p>(4) アセチルアセトン試液 酢酸アンモニウム（日本産業規格試薬特級） 150 g に適量の精製水を加えて溶かし、氷酢酸（日本産業規格試薬特級） 3 ml 及びアセチルアセトン（日本産業規格試薬特級） 2 ml を加え、更に精製水を加えて 1,000 ml としたものを用いる。用時調製する。</p> <p>(5) ジメドン・エタノール溶液 ジメドン（日本産業規格試薬特級） 1 g にエタノール（日本薬局方エタノール）を加えて溶かし、100 ml としたものを用いる。用時調製する。</p> <p>(6) 酢酸・酢酸アンモニウム緩衝液 酢酸アンモニウム（日本産業規格試薬特級） 150 g に適量の精製水を加えて溶かし、氷酢酸（日本産業規格試薬特級） 3 ml を加え、更に精製水を加えて 1,000 ml としたものを用いる。</p>

製水を加えて全量を正確に100 mlとする。その10 mlを10 mlのメスフラスコに正確に採り、エタノールを加えて正確に10 mlとしたものを試験溶液とする。

2 試験

水素炎型検出器付きガスクロマトグラフを用いる。

試験溶液及びメタノール標準液を正確にそれぞれ1 ml採り、次の操作条件1及び2で試験を行い、得られたクロマトグラムのピークを比較する。メタノール標準液の保持時間と一致する保持時間を持つピークが、いずれの操作条件においても存在する場合は、そのピークについていずれか適切な条件のもとに得られたクロマトグラム上で試験溶液のピーク高さH及びメタノール標準液の高さHsを測定する。このとき、次式により計算する試料中のメタノールの含有量は5W/W%以下でなければならない。

メタノール含有量(W/W%) $\parallel K \times (H/Hs) \times (1/\text{試料採取量}(g) \times 1,000)$

ただし、K…メタノール標準液の濃度(W/V%)

操作条件1

カラム担体 エチルビニルベンゼンとジビニルベンゼンのコポリマー(標準網フルイ149から177 μ m)の吸着型担体を用いる。

カラム管 内径3 mm、長さ2,000 mmのガラス管を用いる。

カラム温度 130 $^{\circ}$ C

試験溶液注入口及び検出器温度 160 $^{\circ}$ C

キャリアーガス 高純度窒素を用いる。メタノールが約5から6分で流出する流速に調整するとともに、水素及び空気の流量を至適条件に調整する。

操作条件2

カラム担体 テレフタル酸(標準網フルイ177から250 μ m)

カラム充填剤 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1500を10%含ませる。

カラム管 内径3 mm、長さ1,500 mmのガラス管を用いる。

カラム温度 50 $^{\circ}$ C

試験溶液注入口及び検出器温度 150 $^{\circ}$ C

キャリアーガス 高純度窒素を用いる。メタノールが約7から8分で流出する流速に調整するとともに、水素及び空気の流量を至適条件に調整する。

3 試薬、標準液等

(1) 精製水

日本薬局方精製水を用いる。

(2) 塩化ナトリウム

日本薬局方塩化ナトリウムを用いる。

(3) エタノール

次の試験に適合するエタノールを用いる。

エタノール1 mlを採り、2 試験に準じて試験を行うとき、クロマトグラム上にメタノールのピークを認めてはならない。

(4) 流動パラフィン

日本産業規格試薬特級を用いる。

(5) ヘキサン

日本産業規格試薬特級を用いる。

(6) メタノール標準液

メタノール(日本産業規格試薬特級)10.0 gを正確に量り採り、エタノールを加えて正確に100 mlとし、この液をエタノールを用いて正確に200倍に希釈したものをメタノール標準液とする。

(7) 高純度窒素

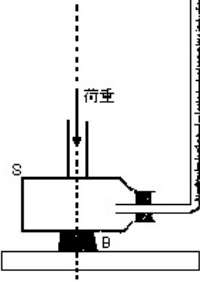
日本産業規格の高純度窒素2級を用いる。

(8) 水素

日本産業規格の水素3級を用いる。

(9) テレフタル酸

<p>有機水銀化合物</p>	<p>繊維製品のうち、おしめ、おしめカバー、よだれ掛け、下着、衛生バンド、衛生パンツ、手袋及びくつした 家庭用接着剤 家庭用塗料 家庭用ワックス くつ墨及びくつクリーム</p>
<p>別表第二(第2条関係)</p>	<p>ガスクロマトグラフ用に精製したものを用いる。 左に掲げる家庭用品は、次の試験法による試験に適合しなければならない。</p>
<p>家庭用品</p>	<p>1 試験溶液の調製 試験溶液(繊維製品にあつては、身体と接触する繊維の部分を細かく切つたもの) 1.0 g を分液漏斗(Ⅰ)に正確に量り採り、精製水 1 ml 及び 0.5 mol/l 塩酸 50 ml を加え、30 分間放置し、更に四塩化炭素 10 ml を加えて 5 分間激しく振り混ぜたのち、四塩化炭素層を分液漏斗(Ⅰ)に分取する。更に分液漏斗(Ⅰ)に四塩化炭素 10 ml を加えて 5 分間激しく振り混ぜたのち、四塩化炭素層を分液漏斗(Ⅰ)に分取する。分液漏斗(Ⅰ)にシステイン・アセト溶液 10 ml を正確に加えて振り混ぜたのち、静置し、更に必要があれば遠心分離を行ったのち、システイン・アセト溶液層を分取し、これを試験溶液とする。</p> <p>2 試験(フレイムレス原子吸光法) 次の(1)又は(2)のいずれかの試験による。 (1) 加熱気化―金アマルガム法 試験溶液 0.2 ml を正確に採り、石英ボートに入れ、液面が隠れるように粉末状の水酸化カルシウムを加え、波長 253.7 nm における吸光度 A を測定する。 別に、水銀標準液 1.0 ml を正確に採り、0.5 mol/l 塩酸 50 ml を加え、30 分間放置し、以下 1 試験溶液の調製の場合と同様に操作して得られた溶液 0.2 ml を正確に採り、試験溶液の場合と同様に操作して吸光度 A_s を測定するとき、A は A_s より小さくなければならない。 (2) 還元気化法 試験溶液 2.0 ml を正確に採り、日本産業規格 K0102 の 6.6.1 に準じて操作し、波長 253.7 nm における吸光度 A を測定する。 別に、水銀標準液 1.0 ml を正確に採り、0.5 mol/l 塩酸 50 ml を加え、30 分間放置し、以下 1 試験溶液の調製の場合と同様に操作して得られた溶液 2.0 ml を正確に採り、試験溶液の場合と同様に操作して吸光度 A_s を測定するとき、A は A_s より小さくなければならない。</p> <p>3 試薬、標準液等 (1) 精製水 日本薬局方精製水を用いる。 (2) 0.5 mol/l 塩酸 0.5 mol/l 塩酸試液(日本薬局方試液)を四塩化炭素で 4 回洗つたものを用いる。 (3) 四塩化炭素 日本産業規格試薬特級を用いる。 (4) システイン・アセト溶液 L-システイン塩酸塩(一水塩)(日本産業規格試薬特級) 1 g、酢酸ナトリウム(日本産業規格試薬特級) 0.8 g 及び硫酸ナトリウム(無水)(日本産業規格試薬特級) 1.2 g を精製水に溶かし、必要があれば過したのものを用いる。 (5) 水酸化カルシウム 水酸化カルシウム(日本産業規格試薬一級)を約 800℃で 5 時間強熱したものを用いる。 (6) 水銀標準液 酢酸フェニル水銀(純度 98% 以上のもの) 167.9 mg を正確に採り、精製水に溶かし、正確に 1,000 ml とする。その 10 ml を正確に採り、精製水を加えて 100 ml とし、更にその 10 ml を正確に採り、精製水を加えて 100 ml としたものを水銀標準液とする。 水銀標準液 1 ml ≡ 1 μg Hg</p>
<p>基準</p>	<p>左に掲げる家庭用品の容器又は被包は、その品質及び構造が、次の試験に適合しなければならない。 1 漏水試験 呼び内容量の内容液で満たされた住宅用の洗浄剤を通常使用する状態にした後、せんを締め、倒立して 24 時間放置するとき、漏れを認めてはならない。 2 落下試験</p>
<p>家庭用品</p>	<p>塩化水素又は硫酸を含有する住宅用の洗浄剤で液体状のもの(塩化水素又は硫酸を含有する製剤たる劇物を除く。)</p>

<p>水酸化カリウム又は水酸化ナトリウムを含有する家庭用の洗浄剤で液体状のもの（水酸化カリウム又は水酸化ナトリウムを含有する製剤たる劇物を除く。）</p>	<p>左に掲げる家庭用品の容器又は被包は、その品質及び構造が、塩化水素又は硫酸を含有する住宅用の洗浄剤で液体状のもの（塩化水素又は硫酸を含有する製剤たる劇物を除く。）の項基準の欄に掲げる試験に適合しなければならない。</p> <p>この場合において、「住宅用の洗浄剤」とあるのは「家庭用の洗浄剤」と、「耐酸性試験」とあるのは「耐アルカリ性試験」と読み替えるものとする。</p>
<p>呼び内容量の内容液で満たされた住宅用の洗浄剤を通常使用する状態にした後、せんを締め、120cmの高さからコンクリート面上に、側面及び底面を衝撃点とするようにして1回ずつ落下させるとき、破損又は漏れを認めてはならない。</p> <p>3 耐酸性試験 呼び内容量の内容液で満たされた住宅用の洗浄剤を20H5℃で30日間放置した後、2 落下試験に定める試験を行うとき、破損又は漏れを認めてはならない。</p> <p>4 圧縮変形試験 水を満たし、20H2℃に調節した恒温水槽に30分間浸す。次に直角に曲げた内径2mmのガラス管とゴムせんで連結した後、これを直径25mmのゴムせん上に図のように載せ、2分後に水位H₀(cm)を読む。次に通常押圧する部位又は柔軟な部位を、直径12.5mmの圧縮面で1重量kgの荷重を加えて静かに圧縮し、2分後に水位H₁(cm)を読む。この場合において、台座のゴムせん及び圧縮面の中心は合致しなければならない。また、試験の結果に影響を及ぼす場合を除き、必要に応じて容器又は被包の底部を支えてもよい。このとき、(H₁-H₀)(cm)は、60cm以下でなければならない。</p>	 <p>B : 台座ゴムせん S : 検体</p>