

## 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°

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  $\mu$  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  $\mu$  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ピークの検出時間を比較する。

操作条件

カラム 内径  $0.32\text{mm}$ 、長さ  $30\text{m}$  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  $120^\circ$  で1分間保持した後、毎分  $5^\circ$  で昇温して  $170^\circ$  とする。

試験溶液注入口温度  $200^\circ$

検出器 水素炎イオン化検出器を用いる。 $200^\circ$  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 $1\text{cm}^2$ につき $2\text{ml}$ の割合の浸出用液を $60^\circ$ に加温して用い、 $60^\circ$ 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  $C_2H_3ClO$  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)  $SbCl_3$  [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  $C_6H_{14}N_2O_7$  [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  $C_3H_{10}AgNS_2$  [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  $C_6H_2Cl_3NO$

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  $(C_6H_5)_2CO_3$  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]

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ないことを確認する。  
トリエチルアミン  $(\text{C}_2\text{H}_5)_3\text{N}$  本品はトリエチルアミン 99 %以上を含む。  
トリブチルアミン  $(\text{C}_4\text{H}_9)_3\text{N}$  本品はトリブチルアミン 98 %以上を含む。  
トルエン  $\text{C}_6\text{H}_5\text{CH}_3$  [K 8680, 特級]  
二塩化ジブチルスズ  $(\text{C}_4\text{H}_9)_2\text{SnCl}_2$  本品は二塩化ジブチルスズ 97 %以上を含む。  
二酸化ゲルマニウム  $\text{GeO}_2$  本品は二酸化ゲルマニウム 99 %以上を含む。  
ビスフェノール A  $(\text{CH}_3)_2\text{C}(\text{C}_6\text{H}_4\text{OH})_2$  本品はビスフェノール A 99 %以上を含む。  
ピリジン  $\text{C}_5\text{H}_5\text{N}$  [K 8777, 特級]  
ピロカテコールバイオレット (削除)  
フェニルフルオロン (削除)  
フェノール  $\text{C}_6\text{H}_5\text{OH}$  [K 8798, 特級]  
フタル酸ジオクチル  $\text{C}_6\text{H}_4(\text{COOC}_8\text{H}_{17})_2$  (1号) (削除)  
p - tert - ブチルフェノール  $(\text{CH}_3)_3\text{CC}_6\text{H}_4\text{OH}$  本品は p - tert - ブチルフェノール 99 %以上を含む。  
プロピルベンゼン  $\text{C}_6\text{H}_5\text{C}_3\text{H}_7$  本品はプロピルベンゼン 97 %以上を含む。  
プロピルベンゼン, イソ (削除)  
ブロモフェノールブルー  $\text{C}_{19}\text{H}_{10}\text{Br}_4\text{O}_5\text{S}$  [K 8844, 特級]  
ヘキサン  $\text{C}_6\text{H}_{14}$  [K 8848, 特級]  
ヘキサシアノ鉄 (III) 酸カリウム  $\text{K}_3[\text{Fe}(\text{CN})_6]$  [K 8801, 特級]  
ヘプタン  $\text{C}_7\text{H}_{16}$  [K 9701, 特級]  
ペンタン  $\text{C}_5\text{H}_{12}$  エピクロルヒドリンの試験を行うとき、試験を妨害する物質を含まないことを確認する。  
ホウ酸  $\text{H}_3\text{BO}_3$  [K 8863, ほう酸, 特級]  
メタクリル酸メチル  $\text{C}_5\text{H}_8\text{COOCH}_3$  本品はメタクリル酸メチル 98 %以上を含む。  
メチレンブルー  $\text{C}_6\text{H}_8\text{ClN}_3\text{S} \cdot 3\text{H}_2\text{O}$  [K 8897, 特級]  
2 - メルカプトイミダゾリン  $\text{C}_3\text{H}_6\text{N}_2\text{S}$  本品は 2 - メルカプトイミダゾリン 95 %以上を含む。  
ヨウ化カリウム  $\text{KI}$  [K 8913, よう化カリウム, 特級]  
硫化ナトリウム九水和物  $\text{Na}_2\text{S} \cdot 9\text{H}_2\text{O}$  [K 8949, 特級]  
硫酸  $\text{H}_2\text{SO}_4$  [K 8951, 特級]

## 2 試液

試液の調製には1試薬に記載の試薬を用いる。

アセチルアセトン試液 酢酸アンモニウム 150g を水に溶かし、酢酸 3ml 及びアセチルアセトン 2ml を加え、更に水を加えて 1,000ml とする。用時調製する。

4-アミノアンチピリン試液 4-アミノアンチピリン 1.36g を水に溶かして 1,000ml とする。

アンモニア試液 アンモニア水 400ml を量り、水を加えて 1,000ml とする。

20%エタノール エタノール(99.5)40ml を量り、水を加えて 200ml とする。

塩化スズ(II)試液 塩化スズ(II)二水和物 4g を量り、塩酸(ヒ素分析用) 125ml を加えて溶かし、水を加えて 250ml とする。共栓瓶に入れ、密栓をして保存する。調製後 1 カ月以内に用いる。

6mol/l 塩酸 塩酸 540ml に水を加えて 1,000ml とする。

1mol/l 塩酸 塩酸 90ml に水を加えて 1,000ml とする。

0.1mol/l 塩酸 1mol/l 塩酸 100ml に水を加えて 1,000ml とする。

希硫酸(持続耐圧試験用) 硫酸 7.54g を水 1,000ml に徐々に加える。

0.5%クエン酸溶液 クエン酸一水和物 5g を量り、水を加えて 1,000ml とし、水酸化ナトリウム試液を用いて pH を 3.5 に調整する。

クエン酸アンモニウム試液 クエン酸水素二アンモニウム 25g を水に溶かして 100ml とする。

4%酢酸 酢酸 40ml を量り、水を加えて 1,000ml とする。

酢酸・酢酸ナトリウム緩衝液 第1液：酢酸 12g を量り、水を加えて 100ml とする。第2液：酢酸ナトリウム 16.4g を水に溶かして 100ml とする。第1液 3 容量と第2液 7 容量を混和する。

酢酸鉛試液 酢酸鉛(II)三水和物 11.8g を量り、水に溶かして 100ml とし、酢酸(1→4) 2 滴を加える。密栓して保存する。

シアン化カリウム試液：シアン化カリウム 1g を水 10ml に溶かす。用時調製する。

ジエチルジチオカルバミン酸ナトリウム試液(削除)

ジエチルベンゼン試液 ジエチルベンゼン 1ml にテトラヒドロフランを加えて 100ml とし、その 10ml を採り、更にテトラヒドロフランを加えて 100ml とする。

シクロペンタノール試液(削除)

2,6-ジクロロキノクロロイミドエタノール試液 2,6-ジクロロキノクロロイミド 100mg をエタノールに溶かして 10ml とする。

シュウ酸アンモニウム試液 シュウ酸アンモニウム一水和物の飽和溶液である。シュウ酸アンモニウム一水和物 5g を水に溶かして 100ml とする。

0.1mol/l 硝酸 硝酸 6.4ml に水を加えて 1,000ml とする。

水酸化ナトリウム試液 水酸化ナトリウム 4.3g を水に溶かして 100ml とする。

ゼラチン溶液(削除)

テトラエチルホウ酸ナトリウム試液 テトラエチルホウ酸ナトリウム 1g を水に溶かして 50ml とする。用時調製する。

電解液(削除)

ヒ化水素吸収液 N,N-ジエチルジチオカルバミド酸銀 0.50g をピリジンに溶かして 100ml とする。この液は遮光した共栓瓶に入れ、冷所に保存する。

ピロカテコールバイオレット試液 (削除)

0.05 % フェニルフルオロン試液 (削除)

プロモフェノールブルー試液 プロモフェノールブルー 0.1g を量り、50vol %エタノール 100ml を加えて溶かし、必要があればろ過する。

ヘキサシアノ鉄(Ⅲ)酸カリウム試液 ヘキサシアノ鉄(Ⅲ)酸カリウム 8.6g を水に溶かし、アンモニア水 1.8ml 及び水を加えて 1,000ml とする。

10 % フタル酸ジオクチル・メタノール試液 (削除)

ホウ酸緩衝液 第 1 液：水酸化ナトリウム 4.0g を水に溶かして 100ml とする。

第 2 液：ホウ酸 6.2g を水に溶かして 100ml とする。

第 1 液と第 2 液を等量ずつ量り混和する。

メチレンブルー試液(ピンホール試験用) メチレンブルー 0.4g を量り、エタノール 10ml を含む水に溶かして 100ml とする。

ヨウ化カリウム試液 ヨウ化カリウム 16.5g を量り、水を加えて溶かし 100ml とする。遮光して保存する。

ヨード・L-アスコルビン酸試液 (削除)

硫化ナトリウム試液：硫化ナトリウム九水合物 5g を量り、水 10ml 及びグリセリン 30ml の混液を加えて溶かす。遮光した小瓶にほとんど全満し、密栓して保存する。調製後 3 箇月以内に使用する。

### 3 容量分析用標準溶液

0.002mol / l 過マンガン酸カリウム溶液 過マンガン酸カリウム約 0.31g を水に溶かして 1,000ml とする。遮光した共栓ビンに保存する。用時 0.005mol / l シュウ酸ナトリウム溶液を用いて標定する。

標定 水 100ml を採り、硫酸(1 → 3)5ml 及び過マンガン酸カリウム溶液 5ml を加えて 5 分間煮沸する。次いで、加熱をやめ、直ちに 0.005mol / l シュウ酸ナトリウム溶液 10ml を加えて脱色した後、過マンガン酸カリウム溶液を微紅色が消えずに残るまで滴加する。この液に硫酸(1 → 3)5ml 及び過マンガン酸カリウム溶液 5ml を加え、5 分間煮沸した後、0.005mol / l シュウ酸ナトリウム溶液 10ml を加え、直ちに過マンガン酸カリウム溶液で滴定し、次式により過マンガン酸カリウム溶液のファクターを求める。

$$\text{ファクター} = 10 / (5 + a)$$

ただし、a：過マンガン酸カリウム溶液の滴定量(ml)

0.005mol / l シュウ酸ナトリウム溶液 シュウ酸ナトリウム 0.6700g を水に溶かして 1,000ml とし、遮光した共栓ビンに保存する。調製後 1 箇月以内に使用する。

### 4 標準溶液、標準原液



亜鉛標準原液 亜鉛 1.0g を量り, 6mol / l 塩酸に溶かして水浴上で蒸発乾固し, 残留物に 1mol / l 塩酸を加えて 1,000ml とする。本液 1ml は亜鉛 1mg を含む。

亜鉛標準溶液 亜鉛標準原液 1ml を採り, 水を加えて 50ml とする。その 1ml を採り試験溶液と同じ浸出用液を加えて 20ml とする。水を浸出用液とする場合にはこれに酢酸 5 滴を加える。本液 1ml は亜鉛  $1 \mu\text{g}$  を含む。

アンチモン比色標準溶液 (削除)

アンチモン標準原液 塩化アンチモン (III) 1.874g を量り, 少量の塩酸 (1 → 2) で溶解した後, 塩酸 (2 → 5) を加えて 1,000ml とする。本液 1ml はアンチモン 1mg を含む。

アンチモン標準溶液 アンチモン標準原液 1ml を採り, 4% 酢酸を加えて 100ml とし, その 1ml を採り 4% 酢酸を加えて 200ml とする。本液 1ml はアンチモン  $0.05 \mu\text{g}$  を含む。

エピクロルヒドリン標準溶液 エピクロルヒドリン 100mg をペンタンに溶かして 100ml とし, その 1ml を採り, ペンタンを加えて 100ml とする。更にこの液 5ml を採り, ペンタンを加えて 100ml とする。本液 1ml はエピクロルヒドリン  $0.5 \mu\text{g}$  を含む。

塩化ビニリデン標準溶液 100ml のメスフラスコに約 98ml の N,N-ジメチルアセトアミドを入れ, シリコーンゴム栓をする。このメスフラスコに塩化ビニリデンを  $250 \mu\text{l}$ , シリコーンゴム栓を通して注入する。更にシリコーンゴム栓を通して N,N-ジメチルアセトアミドを注入して 100ml とする。この液 1ml を採り, N,N-ジメチルアセトアミドを加えて 50ml とする。本液 1ml は塩化ビニリデン  $60 \mu\text{g}$  を含む。

塩化ビニル標準溶液 200ml のメスフラスコに約 190ml のエタノール (塩化ビニル試験用) を入れ, シリコーンゴム栓をして重量を測定する。このメスフラスコをメタノール・ドライアイス浴で冷却し, あらかじめ液化した塩化ビニル 200mg をシリコーンゴム栓を通して注入する。シリコーンゴム栓を通して, メタノール・ドライアイス浴で冷却したエタノール (塩化ビニル試験用) を注入して 200ml とする。次いで, これをメタノール・ドライアイス浴で冷却し, その 1ml を採り, メタノール・ドライアイス浴で冷却したエタノール (塩化ビニル試験用) を加えて 100ml とする。メタノール・ドライアイス浴中で保存する。本液 1ml は塩化ビニル  $10 \mu\text{g}$  を含む。

カドミウム標準原液 金属カドミウム 100mg を量り, 10% 硝酸 50ml に溶かして水浴上で蒸発乾固し, 残留物に 0.1mol / l 硝酸を加えて 100ml とする。本液 1ml はカドミウム 1mg を含む。

カドミウム標準溶液 カドミウム標準原液 1ml を採り, 試験溶液と同じ溶媒を加えて 200ml とする。ただし, 試験溶液が水の場合には硝酸を 5 滴加える。本液 1ml はカドミウム  $5 \mu\text{g}$  を含む。

カドミウム標準溶液 (ガラス等試験用) カドミウム標準溶液 10ml を採り, 4% 酢酸を加えて 100ml とする。本液 1ml はカドミウム  $0.5 \mu\text{g}$  を含む。

カドミウム標準溶液 (金属缶試験用) カドミウム標準溶液 2ml を採り, 浸出用液を加えて 100ml とする。ただし, 浸出用液が水の場合には硝酸を 5 滴加える。本液 1ml はカドミウム  $0.1 \mu\text{g}$  を含む。

カドミウム・鉛標準溶液 (ポーラログラフ法用) (削除)

カプロラクタム標準溶液 カプロラクタム 1.5g を量り、20 %エタノールに溶かして 1,000ml とする。この液 1ml を採り、20 %エタノールを加えて 100ml とする。本液 1ml はカプロラクタム 15  $\mu$ g を含む。

クレゾール標準溶液 (削除)

クレゾールリン酸エステル標準溶液 クレゾールリン酸エステル 100mg を採り、アセトニトリルを加えて溶解し 100ml とする。その 1ml を採り、アセトニトリル 60ml を加えた後、水を加えて 100ml とする。本液 1ml はクレゾールリン酸エステル 10  $\mu$ g を含む。

ゲルマニウム比色標準溶液 (削除)

ゲルマニウム標準原液 二酸化ゲルマニウム 144mg を白金るつぼに量り、炭酸ナトリウム 1g を加え、十分に混合した後、加熱融解し、冷後、水を加えて溶かす。塩酸を加えて中和した後、1ml 過剰に塩酸を加え、更に水を加えて 100ml とする。本液 1ml はゲルマニウム 1mg を含む。

ゲルマニウム標準溶液 ゲルマニウム標準原液 1ml を採り、4 %酢酸を加えて 100ml とする。その 1ml を採り、4 %酢酸を加えて 100ml とする。本液 1ml はゲルマニウム 0.1  $\mu$ g を含む。

ジブチルスズ標準溶液 二塩化ジブチルスズ 100mg にアセトン及び塩酸 2 ~ 3 滴を加えて溶かした後、アセトンを加えて 100ml とする。その 1ml を採り、ヘキサン及び塩酸 2 ~ 3 滴を加えて 1,000ml とする。本液 1ml は二塩化ジブチルスズ 1  $\mu$ g を含む。

鉛標準原液 硝酸鉛 (II) 159.8mg を 10 %硝酸 10ml に溶かし、水を加えて 100ml とする。本液 1ml は鉛 1mg を含む。

鉛標準溶液 鉛標準原液 1ml を採り、試験溶液と同じ溶媒を用いて 200ml とする。ただし、試験溶液が水の場合には硝酸を 5 滴加える。本液 1ml は鉛 5  $\mu$ g を含む。

鉛標準溶液 (金属缶試験用) 鉛標準溶液 8ml を採り、浸出用液と同じ溶媒を用いて 100ml とする。ただし、浸出用液が水の場合には硝酸 5 滴を加える。本液 1ml は鉛 0.4  $\mu$ g を含む。

鉛標準溶液 (重金属試験用) 鉛標準原液 1ml を採り、水を加えて 100ml とする。用時調製する。本液 1ml は鉛 10  $\mu$ g を含む。

鉛標準溶液 (ポーラログラフ法用) (削除)

バリウム標準原液 硝酸バリウム 190.3mg を 0.1mol / l 硝酸に溶かして 100ml とする。本液 1ml はバリウム 1mg を含む。

バリウム標準溶液 バリウム標準原液 1ml を採り、0.1mol / l 硝酸を加えて 1,000ml とする。本液 1ml はバリウム 1  $\mu$ g を含む。

ヒ素標準原液 三酸化二ヒ素を微細な粉末とし、105 ° で 4 時間乾燥し、その 0.10g を量り、水酸化ナトリウム溶液 (1 → 5) 5ml を加えて溶かす。この液を硫酸 (1 → 20) で中和し、更に硫酸 (1 → 20) 10ml を追加し、新たに煮沸し冷却した水を加えて 1,000ml とする。本液 1ml は三酸化二ヒ素 0.1mg を含む。

ヒ素標準溶液 ヒ素標準原液 10ml を採り、硫酸 (1 → 20) 10ml を加え、新たに煮沸し冷却した水を加えて 1,000ml とする。本液 1ml は三酸化二ヒ素 1  $\mu$ g を含む。用時調製し、共栓瓶に保存する。

フェノール標準溶液 フェノール 1.0g を水に溶かして 100ml とし、その 1ml を採り、水を加えて 100ml とする。更にこの液 1ml を採り、水を加えて 20ml とする。本液 1ml はフェノール 5  $\mu$ g を含む。

メタクリル酸メチル標準溶液 メタクリル酸メチル 1.5g を採り、20 %エタノールに溶かして 1,000ml とする。この液 1ml を採り、20 %エタノールを加えて 100ml とする。本液 1ml はメタクリル酸メチル 15  $\mu$ g を含む。

2-メルカプトイミダゾリン標準溶液 2-メルカプトイミダゾリン 200mg を採り、メタノールに溶かして 100ml とする。この液 1ml を採り、メタノールを加えて 100ml とする。本液 1ml は2-メルカプトイミダゾリン 20  $\mu$ g を含む。

D 器具若しくは容器包装又はこれらの原材料の材質別規格

1 ガラス製，陶磁器製又はホウロウ引きの器具又は容器包装

ガラス製，陶磁器製又はホウロウ引きの器具又は容器包装は，次の試験法による試験に適合しなければならない。

(1) 液体を満たしたときにその深さが 2.5cm 以上である試料

1. 試験溶液の調製

試料を水でよく洗った後，4 %酢酸を満たして，常温で暗所に 24 時間放置する。この液をビーカーに移し試験溶液とする。

2. 溶出試験

a カドミウム及び鉛

試験溶液について，原子吸光光度法又は誘導結合プラズマ発光強度測定法により，標準溶液として，カドミウム標準溶液（ガラス等試験用）及び鉛標準溶液をそれぞれ用いて，カドミウム及び鉛の試験を行うとき，これに適合しなければならない。これに適合するとき，試験溶液中のカドミウムは 0.5  $\mu$ g/ml 以下，鉛は 5  $\mu$ g/ml 以下となる。また，容量 1.1L 以上の試料の場合は，標準溶液として，カドミウム標準溶液（ガラス等試験用）及び鉛標準溶液各 50ml にそれぞれ 4%酢酸を加えて 100ml としたものをを用いて同じく試験を行うとき，これに適合しなければならない。これに適合するとき，カドミウム 0.25  $\mu$ g/ml 以下，鉛 2.5  $\mu$ g/ml 以下となる。

(2) 液体を満たすことのできない試料又は液体を満たしたときにその深さが 2.5cm 未満である試料

1. 試験溶液の調製

試料を水でよく洗った後，4 %酢酸を浸出用液として，常温で暗所に 24 時間放置する。この液をビーカーに移し試験溶液とする。

2. 溶出試験

a カドミウム及び鉛

① 検量線の作製

10ml のメスフラスコにカドミウム標準溶液（ガラス等試験用）及び鉛標準溶液をそれぞれ 2.0, 4.0, 6.0, 8.0ml 及び 10.0ml 別々に採り，それぞれに 4%酢酸を加えて 10ml とする。これらについて試験溶液と同様の方法により測定し，カドミウム及び鉛それぞれの検量線を作製する。

## ② 定量法

試験溶液について，原子吸光光度法又は誘導結合プラズマ発光強度測定法により，カドミウム及び鉛の濃度  $C(\mu\text{ g/ml})$  をそれぞれ求め，試料の表面積を  $S(\text{cm}^2)$ ，浸出用液の全量を  $V(\text{ml})$  とし，次式により単位面積あたりの溶出量をそれぞれ求めるとき，その量は，カドミウムにあつては  $1.7\ \mu\text{ g/cm}^2$  以下，鉛にあつては  $17\ \mu\text{ g/cm}^2$  以下でなければならない。

$$\text{単位面積あたりの溶出量}(\mu\text{ g/cm}^2) = (C \times V) / S$$

## 2 合成樹脂製の器具又は容器包装

### (1) 一般規格

合成樹脂製の器具又は容器包装は，次の試験法による試験（フェノール樹脂，メラミン樹脂又はユリア樹脂を主成分とする合成樹脂製のものについては，2. 溶出試験の b に示す過マンガン酸カリウム消費量の試験を除く。）に適合しなければならない。

### 1. 材質試験

#### a カドミウム及び鉛

試料 1.0g を白金製，石英製又は耐熱ガラス製の蒸発皿に採り，硫酸 2ml を加え徐々に加熱し，更に硫酸の白煙がほとんど出なくなり，大部分が炭化するまで加熱する。これを約 450 ° の電気炉で加熱して灰化する。完全に灰化するまで，蒸発皿の内容物を硫酸で潤して再び加熱する操作を繰り返し行う。この残留物に塩酸（1→2）5ml を加えてかき混ぜ，水浴上で蒸発乾固する。冷後 0.1mol/l 硝酸 20ml を加えて溶解し，不溶物がある場合はろ過をして試験溶液とする。この試験溶液について，原子吸光光度法又は誘導結合プラズマ発光強度測定法によりカドミウム及び鉛の試験を行うとき，これに適合しなければならない。これに適合するとき，試験溶液中のカドミウム及び鉛の量はそれぞれ  $5\ \mu\text{ g/ml}$  以下となり，試料当たりに換算するとそれぞれ  $100\ \mu\text{ g/g}$  以下となる。

### 2. 溶出試験

#### a 重金属

浸出用液として 4%酢酸を用いて作った試験溶液について，重金属試験を行うとき，これに適合しなければならない。これに適合するとき，試験溶液中の重金属の量は鉛として  $1\ \mu\text{ g/ml}$  以下となる。

#### b 過マンガン酸カリウム消費量

浸出用液として水を用いて作った試験溶液について，過マンガン酸カリウム消費量の試験を行うとき，その量は  $10\ \mu\text{ g/ml}$  以下でなければならない。