

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の一部を改正する省令案新旧対照条文

○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（昭和四十八年厚生省令第三十四号）

（傍線の部分は改正部分）

| 改 正 案 | 現 行 |
|---|---|
| <p>様式第2（第5条関係）</p> <p style="text-align: center;">（表面）</p> <p style="text-align: center;">12cm</p> <p style="text-align: center;">8cm</p> <p style="text-align: center;">（裏面）</p> <p>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、質問又は取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。</p> <p style="text-align: center;">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</p> <p>（立入検査等）</p> <p>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取去させることができる。</p> <p>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。</p> <p>3 第1項の規定により家庭用品衛生監視員が立入検査、質問又は取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。</p> <p>4 第1項の規定による立入検査、質問及び取去の権限は、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> | <p>様式第2（第5条関係）</p> <p style="text-align: center;">（表面）</p> <p style="text-align: center;">12cm</p> <p style="text-align: center;">8cm</p> <p style="text-align: center;">（裏面）</p> <p>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、質問又は取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。</p> <p style="text-align: center;">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</p> <p>（立入検査等）</p> <p>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取去させることができる。</p> <p>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。</p> <p>3 第1項の規定により家庭用品衛生監視員が立入検査、質問又は取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。</p> <p>4 第1項の規定による立入検査、質問及び取去の権限は、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> |

別表第1 (第1条関係)

| 有害物質 | 家庭用品 | 基準 |
|--|---|--|
| アゾ化合物(化学的变化により容易に4-アミノジフェニル、オルトアニジン、オルトトルイジン、4-クロロメチルアニリン、2,4-ジアミノアニール、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エニル) | 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、おしめカバー、下着、寝衣、手袋、くつした、中衣、外衣、帽子、寝具、床敷物、テーブル掛け、えり飾り、ハンカチーフ並びにタオル、バスマット及び関連製品 | <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 試料の調製</p> <p>(1) 分散染料が使用されていない繊維製品の場合 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、身体と接触する繊維(白色の繊維を除く。)の部分を細かく切つたものを試料とする。</p> <p>(2) 分散染料が使用されている繊維製品の場合 分散染料が使用されている若しくはその可能性が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が天然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。)の部分を細長く短冊状に切つたものを試料とする。</p> <p>2 試験溶液の調製</p> <p>(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をガラス製で密せんできる容器(以下「反応容器」という。)に正確</p> |

別表第1 (第1条関係)

| 有害物質 | 家庭用品 | 基準 |
|------|------|------|
| (新設) | (新設) | (新設) |

ルフィド
、 4, 4'
ージア
ミノー 3
、 3' ー
ジメチル
ジフェニ
ルメタン
、 2, 4
ージアミ
ノトルエ
ン、 3,
3' ージ
クロロ
4, 4'
ージアミ
ノジフェ
ニルメタ
ン、 3,
3' ージ
クロロベ
ンジジン
、 2, 4
ージメチ
ルアニリ
ン、 2,
6ージメ
チルアニ
リン、 3
、 3' ー

に量り採り、メタノール 2ml を加える。
次に、あらかじめ 70℃ に加温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 分間加温する。次に、亜ジチオン酸ナトリウム水溶液 3ml を加えて、密せんし激しく振り混ぜた後、70±2℃ で 30 分間加温する。次に、反応容器を 2 分以内に 20~25℃ まで冷却する。次に、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 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 2~10ml 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。

ジメチル
ベンジジ
ン（別名
オルト
トリジン
）、3,
3'-ジ
メトキシ
ベンジジ
ン、2,
4, 5-
トリメチ
ルアニリ
ン、2-
ナフチル
アミン（
別名ベ
ターナフ
チルアミ
ン）、パ
ラクロ
ロアニリ
ン、ベン
ジジン、
2-メチ
ル-4-
（2-ト
リルアゾ
）アニリ
ン、2-

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、試料を宙づりに設置する。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20～25℃まで冷却したのち、ロータリーエバポレーターを用いて45～60℃で少量の残さになるまで濃縮する。その後、メタノール1mlずつ2回に分けてこれを反応容器に移す。その際、1回ごとに超音波浴を用いて染料を分散させる。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、あらかじめ70℃に加温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分間加温する。次に、亜ジチオン酸ナトリウム水溶液3mlを加え

メチルー
5-ニト
ロアニリ
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
リンを生
成するも
のに限る
。)

て、密せんし、激しく振り混ぜた後、70
±2℃で30分間加温する。次に、反応容
器を2分以内に20~25℃まで冷却する。
次に、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、メチルーtert-ブチルエーテル
10mlを反応容器に入れ激しく振り混ぜ、
そのメチルー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、メチルー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
、メチルーtert-ブチルエーテル60
ml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
スコに移しメチルーtert-ブチルエ
ーテルを加えて2~10ml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

3 試験

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1
ml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

～2 μl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、オルト-アニシジン、オルト-トルイジン、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'-ジクロロベンジジン、2, 4-ジメチルアニリン、2, 6-ジメチルアニリン、3, 3'-ジメチルベンジジン（別名オルト-トリジン）、3, 3'-ジメトキシベンジジン、2, 4, 5-トリメチルアニリン、2-ナフチルアミン（別名ベーターナフチルアミン）、パラ-クロロアニリン、ベンジジン、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、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の4-アミノジフェニル等のそれぞれ

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 4-アミノジフェニル等のそれぞれの量は、30 μg 以下でなければならない。

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 (μg)

$$= K \times \frac{R_t}{R_s} \times \text{試験溶液の液量 (ml)} \times \frac{1}{\text{試料採取量 (g)}}$$

料採取量 (g)

ただし、K : 4-アミノジフェニル等のそれぞれの標準液中の濃度 (μg/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。

カラム管 内径0.25mm、長さ30m、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。

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。4-アミノジフェニルが約17~18分、オルト-アニシジンが約11.5~12.5分、オルト-トルイジンが約10~11分、4-クロロ-2-メチルアニリンが約13~14分、2, 4-ジアミノアニソールが約15~16分、4, 4'-ジアミノジフェニルエーテル、ベンジジン及び4, 4'-メチレンジアニリンが約22~23分、4, 4'-ジアミノジフェニルスルフィドが約26~27分、4, 4'-ジアミノ-3, 3'-ジメチルジフェニルメタンが約24~25分、2, 4-ジアミノトルエンが約14~15分、3, 3'-ジクロロ-4, 4'-ジアミノジフェニルメタン、3, 3'-ジクロロベンジジン及び3, 3'-ジメトキシベンジジンが約26.5~27.5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11~12分、3, 3'-ジメチルベンジジン（別名オルト-トリジン）が約24.5~25.5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12.5~13.5分、2-ナフチルアミン（別名ベーターナフチルアミン）が約15.5~16.5分並びにパラ-クロロアニリンが約12~13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。

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「4-アミノジフェニル169」、「オルト-アニシジン123」、「オルト-トルイジン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'-ジメチルベンジジン (別名オルト-トリジン) 212」、「3, 3'-ジメトキシベンジジン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」、「ベンジジン184」、「4, 4'-メチレンジアニン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ーイオン」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。

4 確認試験

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 μ g 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

(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つて得た試験
溶液をスキヤンモード（範囲 [m/z
] = 60~300）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。

(2) 高速液体クロマトグラフ法

2 試験溶液の調製によつて得た試験
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 5~20 μ l 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。

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。

カラム管 内径4.6 μm 、長さ150mmの
ステンレス管を用いる。

カラム充填剤 粒径3～5 μm 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 30～40℃

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。

5 試薬、標準液等

- (1) メチルーtert-ブチルエーテル
日本工業規格試薬特級を用いる。
- (2) クロロベンゼン
日本工業規格試薬特級を用いる。
- (3) メタノール
日本工業規格試薬特級を用いる。
- (4) n-ペンタン
日本工業規格試薬特級を用いる。
- (5) 水酸化ナトリウム水溶液
水酸化ナトリウム（日本工業規格試薬特級）10gを精製水90mlに溶解させたものを用いる。
- (6) 精製水
日本薬局方精製水を用いる。
- (7) クエン酸緩衝液
クエン酸一水和物（日本工業規格試薬特級）12.526g及び水酸化ナトリウム（日本工業規格試薬特級）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。
- (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（日本工業規格試薬特級）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。
- (9) ケイソウ土カラム
内径25~30mm、長さ130~150mm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。

(i) 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。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を採り、メチル-tert-ブチルエーテルで正確に10mlとする。ここに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。

(ii) 内部標準液

内部標準物質として、そのモニターイ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-d₈、ベンジジン-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、

| | | | | |
|--|---|--|------|------|
| | <p><u>その1～5ml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。</u></p> <p><u>(12) 溶離液 1</u> 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><u>(13) 溶離液 2</u> 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><u>(14) 高純度ヘリウム</u> 純度99.999%以上のものを用いる。</p> | | | |
| <p><u>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</u></p> | <p><u>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。</u></p> <p><u>1 試験溶液の調製</u> 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</p> | | (新設) | (新設) |

間加温する。次に、亜ジチオン酸ナトリウム水溶液1.5mlを加え、 $70 \pm 2^\circ\text{C}$ で10分間加温する。更に亜ジチオン酸ナトリウム水溶液1.5mlを加え、 $70 \pm 2^\circ\text{C}$ で10分間加温する。その後、反応容器を2分以内に $20 \sim 25^\circ\text{C}$ 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、メチルー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、メチルー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、メチルー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、メチルー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°C 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ーtert-ブチルエーテルを加えて $2 \sim 10\text{ml}$ 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

。標準液及び試験溶液をそれぞれ正確に 1 ml 試験管に採り、内部標準液 50 μ l を加え混ぜ合わせた後、それぞれの試験管から 1 ~ 2 μ 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、標準液の 4-アミノジフェニル等それぞれ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、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 1 g についての 4-アミノジフェニル等のそれぞれの量は 30 μ g 以下でなければならない。

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 (μ g)

$$= K \times \frac{R_t}{R_s} \times \text{試験溶液の液量 (ml)} \times \frac{1}{\text{試料採取量 (g)}}$$

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 (μ g/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0.25mm、長さ30m、膜厚0.25 μ 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。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。

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。

3 確認試験

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一成分でも30 μ g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

ー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。

(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、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] =60~300）で測定し得られた4ー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。

(2) 高速液体クロマトグラフ法

1 試験溶液の調製によつ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—t e r t—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5~20 μ l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。

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。

カラム管 内径4.6 μ m、長さ150mmのステンレス管を用いる。

カラム充填剤 粒径3～5 μm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 30～40℃

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。

4 試薬、標準液等

(1) メチルーtert-ブチルエーテル
日本工業規格試薬特級を用いる。

(2) メタノール
日本工業規格試薬特級を用いる。

(3) n-ヘキサン
日本工業規格試薬特級を用いる。

(4) 水酸化ナトリウム・メタノール溶液
水酸化ナトリウム（日本工業規格試薬

特級) 20 g をメタノール (日本工業規格試薬特級) 100ml に溶解したものをを用いる。

(5) 精製水

日本薬局方精製水を用いる。

(6) クエン酸緩衝液

クエン酸一水和物 (日本工業規格試薬特級) 12.526 g 及び水酸化ナトリウム (日本工業規格試薬特級) 6.320 g 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。

(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 (日本工業規格試薬特級) 20 g を精製水に溶かし、100ml としたものをを用いる。用時調製する。

(8) ケイソウ土カラム

内径 25~30mm、長さ 130~150mm 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 20 g を詰めたものをを用いる。自ら充填するか、同等の充填済み製品を使用する。

(9) 標準液

4-アミノジフェニル等のそれぞれ 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 10ml とする。ここから 1 ml を採り、メタノールで正確に 10ml とする。その 3 ml 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っ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。

⑩ 内部標準液

内部標準物質として、そのモニターイ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-d₈、ベンジジン-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1～5ml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。

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。

⑫ 溶離液 2

測定対象物質の分析の妨害となる物質

| | | | | | |
|--|--|---|------|------|------|
| | | <p>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（化学的变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、おしめカバー、下着、寝衣、手袋、くつした、中衣、外衣、帽子、寝具、床敷物、テーブル掛け、えり飾り、ハンカチーフ並びにタオル、バスマット及び関連製品</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 試料の調製</p> <p>(1) 分散染料が使用されていない繊維製品の場合 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、身体と接触する繊維（白色の繊維を除く。）の部分を細かく切つたものを試料とする。</p> <p>(2) 分散染料が使用されている繊維製品の場合 分散染料が使用されている若しくはその可能性が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が天然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。）の部分を細長く短冊状に切つたものを試料とする。</p> <p>2 試験溶液の調製</p> <p>(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</p> | (新設) | (新設) | (新設) |

試料1.0 gを反応容器に正確に量り採り、メタノール2 mlを加える。次に、あらかじめ70℃に加温したクエン酸緩衝液15 mlを反応容器に入れ密せんし、70±2℃で30分間加温する。次に、亜ジチオン酸ナトリウム水溶液3 mlを加え、密せんし激しく振り混ぜた後、70±2℃で30分間加温する。次に、反応容器を2分以内に20～25℃まで冷却する。次に、10%水酸化ナトリウム水溶液0.2 ml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10 ml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10 ml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60 ml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 ml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2～10 ml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) 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1.0 g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、試料を宙づりに設置する。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20～25℃まで冷却したのち、ロータリーエバポレーターを用いて45～60℃で少量の残さになるまで濃縮する。その後、メタノール1 mlずつ2回に分けてこれを反応容器に移す。その際、1回ごとに超音波浴を用いて染料を分散させる。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-t e r t-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、あらかじめ70℃に加温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分間加温する。次に、亜ジチオン酸ナトリウム水溶液3mlを加

えて、密せんし、激しく振り混ぜた後、
70±2℃で30分間加温する。次に、反応
容器を2分以内に20～25℃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2～10ml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。

3 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
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 1～2 μl 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のアニリン又は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 μg 未満でなければならない。

ただし、5 μg 以上の場合には、4 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 (μg)

$$= K \times \frac{R_t}{R_s} \times \text{試験溶液の液量 (ml)} \times \frac{1}{\text{試料採取量 (g)}}$$

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 ($\mu\text{g}/\text{ml}$)

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。

カラム管 内径0.25mm、長さ30m、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。

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

試験溶液注入口温度 250°C

キャリアーガス 高純度ヘリウムを用いる。アニリンが約9~10分及び1, 4-フェニレンジアミンが約13~14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。

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1.0 g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9 ml及び亜ジチオン酸ナトリウム水溶液1 ml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20～25℃まで冷却する。次に、メチル-tert-ブチルエーテル5 ml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) 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1.0 g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、試料を宙づりに設置する。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20～25℃まで冷却したのち、ロータリーエバポレーターを用いて45～60℃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、40±2℃で30分間加温する。次に、反応容器を1分以内に20～25℃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50 μ lを加え混ぜ合わせた後、それぞれの試験管から1~2 μ 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(Rt)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の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 (Rs) を求める。このとき、次式により計算する試料 1 g についてのパラフェニルアゾアニリンの量は 30 μg 以下でなければならない。

試料 1 g についてのパラフェニルアゾアニリン含有量 (μg)

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

ただし、K：パラフェニルアゾアニリン標準液の濃度 (μg/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 0.25 μm の 35% フェニルメチルポリシロキサンを液相とするキヤ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21～22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。

5 確認試験

4 追加試験において、試料 1 g についてのパラフェニルアゾアニリンの量が30 μ g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、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] =60～300）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

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5~20 μ l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4.6 μ m、長さ150mmのステンレス管を用いる。

カラム充填剤 粒径3~5 μ m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 30~40 $^{\circ}$ 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：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。

6 試薬、標準液等

- (1) メチル—t e r t—ブチルエーテル
日本工業規格試薬特級を用いる。
- (2) クロロベンゼン
日本工業規格試薬特級を用いる。
- (3) メタノール
日本工業規格試薬特級を用いる。
- (4) n—ペンタン
日本工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（日本工業規格試薬
特級）10gを精製水90mlに溶解させたも
のをを用いる。
- (6) 2%水酸化ナトリウム水溶液
水酸化ナトリウム（日本工業規格試薬
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

日本工業規格試薬特級を用いる。

(9) クエン酸緩衝液

クエン酸一水和物（日本工業規格試薬特級）12.526 g 及び水酸化ナトリウム（日本工業規格試薬特級）6.320 g 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。

(10) 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（日本工業規格試薬特級）20 g を精製水に溶かし、100ml としたものをを用いる。用時調製する。

(11) ケイソウ土カラム

内径25～30mm、長さ130～150mm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20 g を詰めたものをを用いる。自ら充填するか、同等の充填済み製品を使用する。

(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1mlを正確に採り、メチル— t e r t

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5
mlとしたものをパラフェニルアゾアニ
リン標準液とする。

⑬ 内部標準液

内部標準物質として、そのモニターイ
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-d₈、ベンジジン
-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1～5ml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。

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2 試験溶液の調

| | | | | |
|---|---|--|------|------|
| | <p>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0.68 g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>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>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1 mm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晩放置し、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</p> | | (新設) | (新設) |

間加温する。次に、亜ジチオン酸ナトリウム水溶液1.5mlを加え、 $70 \pm 2^\circ\text{C}$ で10分間加温する。更に亜ジチオン酸ナトリウム水溶液1.5mlを加え、 $70 \pm 2^\circ\text{C}$ で10分間加温する。その後、反応容器を2分以内に $20 \sim 25^\circ\text{C}$ 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、メチルー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、メチルー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、メチルー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、メチルー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°C 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ーtert-ブチルエーテルを加えて $2 \sim 10\text{ml}$ 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1ml試験管に採り、内部標準液50 μ lを加え混ぜ合わせた後、それぞれの試験管から1～2 μ 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（Rt）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のアニリン又は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（Rs）を求める。このとき、次式により計算する試料1gについてのアニリン又は1，4-フェニレンジアミンの量が5 μ g未満でなければならない。

ただし、5 μ 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1g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（ μ g）

$$= K \times \frac{R_t}{R_s} \times \text{試験溶液の液量 (ml)} \times \frac{\text{試}}{\text{試}}$$

1

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 ($\mu\text{g}/\text{ml}$)

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0.25 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。

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9～10分及び1, 4-フェニレンジアミンが約13～14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晩放置し、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、40±2℃で30分間加温する。次に、反応容器を1分以内に20～25℃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 ml試験管に採り、内部標準液50 μ lを加え混ぜ合わせた後、それぞれの試験管から1 ~ 2 μ 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の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 (R_s) を求める。このとき、次式により計算する試料1 g についてのパラフェニルアゾアニリンの量は30 μ g以下でなければならない。

試料1 g についてのパラフェニルアゾアニリン含有量 (μ g)

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

ただし、K：パラフェニルアゾアニリン標準液の濃度 ($\mu\text{g/ml}$)

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0.25 μm の35%フェニルメチルポリシロキサンを液相とするキヤピラリーカラムを用いる。

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

試験溶液注入口温度 250°C

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21~22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。

4 確認試験

3 追加試験において、試料 1 g についてのパラフェニルアゾアニリンの量が 30 μ g 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] = 60~300) 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タートリ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 5~20 μ l 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4.6 μ m、長さ150mmのステンレス管を用いる。

カラム充填剤 粒径3～5 μ m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 30～40℃

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。

5 試薬、標準液等

- (1) メチル—tert—ブチルエーテル
日本工業規格試薬特級を用いる。
- (2) メタノール
日本工業規格試薬特級を用いる。
- (3) n—ヘキサン
日本工業規格試薬特級を用いる。
- (4) 水酸化ナトリウム・メタノール溶液
水酸化ナトリウム（日本工業規格試薬特級）20gをメタノール100mlに溶解させたものを用いる。
- (5) 水酸化ナトリウム水溶液
水酸化ナトリウム（日本工業規格試薬特級）2gを精製水98mlに溶解させたものを用いる。
- (6) 精製水
日本薬局方精製水を用いる。
- (7) クエン酸緩衝液
クエン酸一水和物（日本工業規格試薬特級）12.526g及び水酸化ナトリウム（日本工業規格試薬特級）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。
- (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（日本工業規

格試薬特級) 20 g を精製水に溶かし、10
0mlとしたものを用いる。用時調製する

○
(9) ケイソウ土カラム

内径25~30mm、長さ130~150mm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20 g を詰めたものを用いる。自ら充
填するか、同等の充填済み製品を使用す
る。

(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1 mlを採
り、メタノールで正確に10mlとする。そ
の1 mlを正確に採り、メチル—t e r t
—ブチルエーテルで正確に10mlとする。
更に、ここから3 mlを正確に採りメチル
—t e r t—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。

(11) 内部標準液

内部標準物質として、そのモニターイ
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—d₈、ベンジジン
—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—t e r t—ブチルエーテルで正確に10mlとする。この溶液を1～5ml採り、メチル—t e r t—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。

(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0.5mlを正確に採り、メチル—t e r t—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—t e r t—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アニリン・1, 4—フェニレンジアミン混合標準液とする。

(13) 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。

(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

(15) 高純度ヘリウム

| | | | | | |
|--------------------|---|--|--------------------|---|--|
| | | <u>純度99.999%以上のものを用いる。</u> | | | |
| 塩化水素 又は硫酸 | (略) | (略) | 塩化水素 又は硫酸 | (略) | (略) |
| (略) | (略) | (略) | (略) | (略) | (略) |
| トリフェ ニル錫化 合物 | 繊維製品の うち、おし め、おしめ カバー、よ だれ掛け、 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 家庭用ワツ クス くつ墨及び くつクリー ム | <u>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。</u> <u>1 試験溶液の調製</u> <u>(1) 抽出</u> <u>ア 繊維製品の場合</u> <u>身体と接触する繊維の部分を細かく 切ったものを試料とし、その1.0gを5 0ml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100μl、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。</u> | トリフェ ニル錫化 合物 | 繊維製品の うち、おし め、おしめ カバー、よ だれ掛け、 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 家庭用ワツ クス くつ墨及び くつクリー ム | <u>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。</u> <u>1 試験溶液の調製</u> <u>(1) 抽出</u> <u>ア 繊維製品の場合</u> <u>身体と接触する繊維の部分を細かく 切ったものを試料とし、その1.0gを 正確に量り採り、200mlのナス型フラ スコに入れ、塩酸・メタノール溶液75 ml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（日本工業規格 のガラスろ過器（細孔記号G2）に適 合するもの）を用いてろ過し、ろ液を 300mlの分液漏斗に採る。還流冷却器 、ナス型フラスコ及びガラスろ過器を メタノール25mlで洗い、洗液はろ液に 合わせる。分液漏斗にリン酸・クエン 酸緩衝液（pH2.0）50ml及び精製水100 mlを加え、更にジクロロメタン30mlを 加えて5分間激しく振り混ぜた後、ジ クロロメタン層を分取する。更にジク ロロメタン30mlを加えて5分間激しく 振り混ぜた後、ジクロロメタン層を分 取する。必要があれば遠心分離を行う 。ジクロロメタン抽出液に硫酸ナトリ</u> |

イ 繊維製品以外で水性のものの場合

試料1.0 g 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100 μ l、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、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。

ウム（無水）5gを加えてよく振り混ぜた後、ガラスろ過器（日本工業規格のガラスろ過器（細孔記号G2）に適合するもの）を用いてろ過し、ろ液を100mlのナス型フラスコに採る。ロータリーエバポレーターを用いて50℃でろ液を約10mlまで濃縮する。

イ 繊維製品以外で水性のものの場合

試料1.0 g を50mlの遠沈管に正確に量り採り、メタノール20mlを加えてよくかき混ぜた後、塩酸1mlを加えて5分間激しく振り混ぜる。1分間3,000回転で5分間遠心分離を行い、上澄液を200mlの分液漏斗に分取する。残留物及び遠沈管をメタノール5mlで洗い、洗液は上澄液に合わせる。分液漏斗にリン酸・クエン酸緩衝液（pH2.0）25ml及び精製水50mlを加え、更にヘキサン30mlを加えて5分間激しく振り混ぜた後、ヘキサン層を分取する。更にヘキサン30mlを加えて5分間激しく振り混ぜた後、ヘキサン層を分取する。必要があれば遠心分離を行う。ヘキサン抽出液に硫酸ナトリウム（無水）2gを加えてよく振り混ぜた後、2時間放置する。ヘキサン抽出液を100mlのナス型フラスコに入れ、ロータリーエバポレーターを用いて50℃で抽出液を約1mlまで濃縮する。濃縮液にジクロルメタン10mlを加える。

ウ 繊維製品以外で油性のものの場合
試料1.0 g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100 μ l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) 抽出によつ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

ウ 繊維製品以外で油性のものの場合
試料1.0 gを50mlの遠沈管に正確に量り採り、ヘキサン20mlを加えてよくかき混ぜた後、酢酸1mlを加えて5分間激しく振り混ぜる。1分間3,000回転で5分間遠心分離を行い、上澄液を100mlの分液漏斗に分取する。分液漏斗にエチレンジアミン四酢酸二ナトリウムを含むリン酸・クエン酸緩衝液(pH8.5)20mlを加えて5分間激しく振り混ぜた後、ヘキサン層を分取する。更にヘキサン10mlを加えて5分間激しく振り混ぜた後、ヘキサン層を分取する。必要があれば遠心分離を行う。ヘキサン抽出液に硫酸ナトリウム(無水)2gを加えてよく振り混ぜた後、2時間放置する。必要があればガラスろ過器(日本工業規格のガラスろ過器(細孔記号G3)に適合するもの)を用いてろ過する。

(2) 精製

ア 繊維製品の場合又は繊維製品以外で水性のものの場合

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)1.5g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

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する。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。

残る程度までジクロロメタンを流出させる。

1 試験溶液の調製(1) 抽出ア 繊維製品の場合又はイ 繊維製品以外で水性のものの場合によつて得た液をカラムに流し込み、更にジクロロメタン10mlをカラムに流し込んだ後、全溶出液を100mlのナス型フラスコに採る。

イ 繊維製品以外で油性のものの場合

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)1.5gをヘ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1gを入れ、カラムの上端に少量のヘキサンが残る程度までヘキサンを流出させる。

1 試験溶液の調製(1) 抽出ウ 繊維製品以外で油性のものの場合によつて得た液にトリオクチルメチルアンモニウムクロリド溶液1mlを加えた後、カラムに流し込み、ヘキサン溶出液は捨てる。更にヘキサン10mlをカラムに流し込み、ヘキサン溶出液は捨てる。次に、ジクロロメタン10mlをカラムに流し込み、ジクロロメタン溶出液の全量を100mlのナス型フラスコに採る。

(3) 灰化

1 試験溶液の調製(2) 精製によつて得た液をロータリーエバポレーターを用いて50℃で液の全量が1~2mlになるま

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1～2 μl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、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 (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トリフェニル錫エチル化体の

でジクロルメタンを除去した後、空気又は窒素を吹きつけてジクロルメタンを全部除去する。残留物に硝酸2mlを加えた後、還流冷却器を付け、5分間直火で穏やかに加熱する。冷やした後、3%硝酸10mlで還流冷却器を洗い、洗液をナス型フラスコに加える。これをガラスろ過器（日本工業規格のガラスろ過器（細孔記号G3）に適合するもの）を用いてろ過し、ろ液を20mlのメスフラスコに採る。ナス型フラスコ及びガラスろ過器を3%硝酸5mlで洗い、洗液をメスフラスコに加える。メスフラスコに精製水を加え、全量を正確に20mlとしたものを試験溶液とする。

2 試験（フレイムレス原子吸光法）

試験溶液20 μlを正確に採り、次の操作条件により試験を行うとき、286.3nmに吸収を認めることがあつてはならない。

ただし、吸収が認められたときは、3確認試験法により、286.3nmにおける吸収がトリフェニル錫化合物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

乾燥条件 110℃、20秒間

灰化条件 500℃、50秒間

原子化条件 2,500℃、10秒間

パーキングガス 高純度窒素を用いる。

毎分30mlの流速に調整する。

ピーク面積のトリフェニル^{ナズ}錫重水素化物エチル化体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 についてのトリフェニル^{ナズ}錫化合物の量は、錫として 1.0 μg 以下でなければならない。

試料 1 g についてのトリフェニル^{ナズ}錫化合物の錫としての含有量 (μg)

$$= F \times K \times \frac{1}{5} \times \frac{Rt}{Rs} \times \frac{1}{\text{試料採取量 (g)}}$$

— × V
)

ただし、

F : 0.308

K : 塩化トリフェニル^{ナズ}錫標準液の濃度 (μg/ml)

V : 試験溶液及びトリフェニル^{ナズ}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^{ナズ}錫エチル化体及びトリフェニル^{ナズ}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 μm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20～22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

モニターイオン 原則として「トリフェニル錫エチル化体351」及び「トリフェニル錫重水素化物エチル化体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

日本工業規格試薬特級を用いる。

(2) ヘキサン

日本工業規格試薬特級を用いる。

(3) 塩酸

日本工業規格試薬特級を用いる。

(4) ジエチルエーテル

日本工業規格試薬特級を用いる。

(5) エタノール

日本工業規格試薬特級を用いる。

3 確認試験法

(1) 試験溶液の調製

1 試験溶液の調製 (2) 精製によつて得た液をロータリーエバポレーターを用いて50℃で液の全量が1～2mlになるまでジクロルメタンを除去した後、空気又は窒素を吹きつけてジクロルメタンを全部除去する。残留物を0.2mlのジクロルメタンに溶かし、これを試験溶液とする。

(6) 無水硫酸ナトリウム

日本工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（日本工業規格試薬特級）120 g
及び酢酸ナトリウム（日本工業規格試薬特級）164 g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。

(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1 gを精製水20mlに溶解させたもの。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体標準液

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100 μ l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

(2) 試験

シリカゲル薄層板の下端から20mm、左端から20mmの位置に試験溶液を、下端から20mm、右端から20mmの位置にトリブチル錫標準液を、下端から20mm、右端から40mmの位置にトリフェニル錫標準液をそれぞれスポットする。直ちにこのシリカゲル薄層板をジクロロメタンを展開溶媒とした展開槽の中で上昇法により100mm展開した後、風乾する。このシリカゲル薄層板の上端から20mm、左端から20mmの位置にトリブチル錫標準液を、上端から40mm、左端から20mmの位置にトリフェニル錫標準液をそれぞれスポットする。直ちにこのシリカゲル薄層板を左端を下にしてヘキサン・アセトン・酢酸（16 : 3.5 : 0.5）溶液を展開溶媒とした展開槽の中で上昇法により100mm展開した後、風乾し、ジチゾン溶液を噴霧してその展開位置をトリブチル錫標準液及びトリフェニル錫標準液と比較して同定する。トリブチル錫化合物は、退色の速やかな黄色のはん点を、トリフェニル錫化合物は、黄だいたい色のはん点を示す。

4 試薬、標準液等

(1) 塩酸・メタノール溶液

塩酸（日本工業規格試薬特級）1mlにメタノール（日本工業規格試薬特級）を加えて100mlとしたものを用いる。

(2) メタノール

酸ナトリウム溶液 1 mlを加えて10分間激しく振り混ぜ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1 mlまで濃縮した後、ヘキサンで5 mlに定容したものをトリフェニル錫エチル化体標準液とする。

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物を1 mg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。

日本工業規格試薬特級を用いる。

③ リン酸・クエン酸緩衝液 (pH2.0)

リン酸二ナトリウム (十二水塩) (日本工業規格試薬特級) 1.43 g、クエン酸 (日本薬局方クエン酸) 17.3 g 及び塩化ナトリウム (日本工業規格試薬特級) 5.0 g を精製水800mlに溶かし、1 mol/l 塩酸 (塩酸 (日本工業規格試薬特級) を10ml採り、精製水を加えて120mlとしたもの) でpHを2.0に調整した後、精製水を加えて1,000mlとしたものを用いる。

④ 精製水

日本薬局方精製水を用いる。

⑤ ジクロロメタン

日本工業規格試薬特級を用いる。

⑥ 硫酸ナトリウム (無水)

日本工業規格試薬特級を用いる。

⑦ 塩酸

日本工業規格試薬特級を用いる。

⑧ ヘキサン

日本工業規格試薬特級を用いる。

⑨ 酢酸

日本工業規格試薬特級を用いる。

⑩ エチレンジアミン四酢酸二ナトリウムを含むリン酸・クエン酸緩衝液 (pH8.5)

リン酸二ナトリウム (十二水塩) (日本工業規格試薬特級) 42.3 g、クエン酸 (日本薬局方クエン酸) 7.7 g 及びエチレンジアミン四酢酸二ナトリウム (日本

- (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
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。

工業規格試薬特級) 2.0 g を精製水800ml
に溶かし、10mol/l 水酸化ナトリウム
液 (水酸化ナトリウム (日本工業規格試
薬特級) 40 g に精製水を加えて100mlと
したもの) でpHを8.5に調整した後、精
製水を加えて1,000mlとしたものを用い
る。

(11) カラムクロマトグラフ用酸化アルミニ
ウム (中性)

水分含量10%のものを用いる。

カラムクロマトグラフ用酸化アルミニ
ウム (中性) 10 g を精製水90mlに懸濁し
たとき、そのpHは6.0~8.0である。

(12) トリオクチルメチルアンモニウムクロ
リド溶液

トリオクチルメチルアンモニウムクロ
リド (純度85%以上のもの) 20mgにヘキ
サンを加えて溶かし、100mlとしたもの
を用いる。

(13) 硝酸

次の試験に適合する硝酸を用いる。

硝酸 2 mlを採り、この硝酸を用いて作
った3%硝酸15mlを加え、更に精製水を
加えて20mlとする。その20 μ lを採り、
2 試験に準じて試験を行うとき、吸収
を認めない。

(14) 3%硝酸

(13)の硝酸10mlに精製水を加えて200ml
としたものを用いる。

(15) 高純度窒素

| | | | | | |
|------|-------|------------------------------------|------|-------|---|
| | | | | | <p>日本工業規格の高純度窒素2級を用いる。</p> <p>(16) シリカゲル薄層板 薄層クロマトグラフ用シリカゲル30gに精製水60mlを加え、ガラス板(200×200mm)に0.2~0.25mmの厚さに均一に塗る。105~110℃で約3時間乾燥し、デシケーター中で放冷保存したものを用いる。</p> <p>(17) トリブチル^{ナズ}錫標準液 トリブチル^{ナズ}錫アセテート(純度95%以上のもの)を10mg採り、100mlのジクロロメタンに溶かしたものを^{ナズ}用いる。</p> <p>(18) トリフェニル^{ナズ}錫標準液 トリフェニル^{ナズ}錫アセテート(純度95%以上のもの)を10mg採り、100mlのジクロロメタンに溶かしたものを^{ナズ}用いる。</p> <p>(19) ヘキサン・アセトン・酢酸(16:3.5:0.5)溶液 ヘキサン(日本工業規格試薬特級)96ml、アセトン(日本工業規格試薬特級)21ml及び酢酸(日本工業規格試薬特級)3.0mlをそれぞれ正確に量り採り、よく混ぜ合わせたものを^{ナズ}用いる。</p> <p>(20) ジチゾン溶液 精製水10mlにアセトン(日本工業規格試薬特級)を加えて100mlとしたものにジチゾン(日本工業規格試薬特級)0.1gを溶かしたものを^{ナズ}用いる。</p> |
| トリブチ | 繊維製品の | 左に掲げる家庭用品は、トリフェニル ^{ナズ} 錫化 | トリブチ | 繊維製品の | 左に掲げる家庭用品は、トリフェニル ^{ナズ} 錫化 |

| | | | | | |
|------------------------|--|--|------------------------|--|--|
| ^{すず} ル錫化合物 | 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 | 化合物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。 <u>この場合において、同欄中「トリフェニル^{すず}錫」とあるのは「トリブチル^{すず}錫」と、「0.308」とあるのは「0.365」と、「約20～22分」とあるのは「約10～12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。</u> | ^{すず} ル錫化合物 | 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 | 化合物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。 <u>この場合において、2 試験（フレームレス原子吸光法）中「トリフェニル^{すず}錫化合物」とあるのは「トリブチル^{すず}錫化合物」と読み替えるものとする。</u> |
| (略) | (略) | (略) | (略) | (略) | (略) |
| ホルムアルデヒド | 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、くつした、中衣、外衣、帽子、寝具であつて、出生後24 | 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 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2.50 g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（日本工業規格のガラスろ過器（細孔記号G2）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。 | ホルムアルデヒド | 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、くつした、中衣、外衣、帽子、寝具であつて、出生後24 | 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 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2.50 g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（日本工業規格のガラスろ過器（細孔記号G2）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。 |

月以内の乳
幼児用のも
の

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412～415nm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を測定したときと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16μg以下でなければならない。

試料1gについてのホルムアルデヒド溶出量(μg)

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

ただし、K：ホルムアルデヒド標準液の濃度(μg/ml)

3 確認試験

月以内の乳
幼児用のも
の

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412～415nm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精製水5.0mlを用いて同様に操作する。その溶液について、精製水を対照として、吸光度A及びAsを測定したときと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16μg以下でなければならない。

試料1gについてのホルムアルデヒド溶出量(μg)

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

ただし、K：ホルムアルデヒド標準液の濃度(μg/ml)

3 確認試験

2 試験において、 $A - A_0$ 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 $16 \mu\text{g}$ 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ない。

(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°C 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°C 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 $412\sim 415\text{nm}$ 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。

(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 $10 \mu\text{l}$ 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

2 試験において、 $A - A_0$ 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 $16 \mu\text{g}$ 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ない。

(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°C 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°C 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 $412\sim 415\text{nm}$ 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。

(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 $10 \mu\text{l}$ 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。

カラム充てん剤 粒径5 μ m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°C

検出器 紫外可視検出器

検出波長 412~415nm

移動相 アセトニトリル：精製水（15：85~20：80）

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（日本薬局方試薬）15ml

セトン反応生成物のピークと保持時間が一致する保持時間を持つ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。

カラム充てん剤 粒径5 μ m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°C

検出器 紫外可視検出器

検出波長 412~415nm

移動相 アセトニトリル：精製水（15：85~20：80）

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（日本薬局方試薬）15ml

を加え、過剰のヨウ素を0.1mol/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10mlを用いて同様の方法で空試験を行う。

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。

$$C(\%) = 1.5013 \times \frac{(V_0 - V) F}{1,000} \times \frac{100}{10} \times \frac{1}{W} \times 100$$

ただし、

V_0 ：空試験における0.1mol/lチオ硫酸ナトリウム液の滴定量（ml）

V ：本試験における0.1mol/lチオ硫酸ナトリウム液の滴定量（ml）

F ：0.1mol/lチオ硫酸ナトリウム液の力価

W ：ホルマリンの採取量（g）

イ ホルムアルデヒド標準液の調製

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100mlとする。この溶液を用いて、10ml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。

ホルムアルデヒド標準液 1 ml = 0.4 μ gHCHO

(3) アセチルアセトン試液

を加え、過剰のヨウ素を0.1mol/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10mlを用いて同様の方法で空試験を行う。

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。

$$C(\%) = 1.5013 \times \frac{(V_0 - V) F}{1,000} \times \frac{100}{10} \times \frac{1}{W} \times 100$$

ただし、

V_0 ：空試験における0.1mol/lチオ硫酸ナトリウム液の滴定量（ml）

V ：本試験における0.1mol/lチオ硫酸ナトリウム液の滴定量（ml）

F ：0.1mol/lチオ硫酸ナトリウム液の力価

W ：ホルマリンの採取量（g）

イ ホルムアルデヒド標準液の調製

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100mlとする。この溶液を用いて、10ml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。

ホルムアルデヒド標準液 1 ml = 0.4 μ gHCHO

(3) アセチルアセトン試液

| | | | |
|--|---|--|--|
| | <p>酢酸アンモニウム（日本工業規格試薬特級）150 g に適量の精製水を加えて溶かし、氷酢酸（日本工業規格試薬特級）3 ml 及びアセチルアセトン（日本工業規格試薬特級）2 ml を加え、更に精製水を加えて1,000ml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 ジメドン（日本工業規格試薬特級）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、100mlとしたものを用いる。用時調製する。</p> <p>(5) <u>酢酸・酢酸アンモニウム緩衝液</u> <u>酢酸アンモニウム（日本工業規格試薬特級）150 g に適量の精製水を加えて溶かし、氷酢酸（日本工業規格試薬特級）3 ml を加え、更に精製水を加えて1,000mlとしたものを用いる。</u></p> | | <p>酢酸アンモニウム（日本工業規格試薬特級）150 g に適量の精製水を加えて溶かし、氷酢酸（日本工業規格試薬特級）3 ml 及びアセチルアセトン（日本工業規格試薬特級）2 ml を加え、更に精製水を加えて1,000ml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 ジメドン（日本工業規格試薬特級）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、100mlとしたものを用いる。用時調製する。</p> |
| <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。）、たび並びにかつら、つけまつげ、つ</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 (1) 繊維製品の場合 身体と接触する繊維の部分を細かく切ったものを試料とし、その約1 g を200mlの共せんフラスコに精密に量り採り、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（日本工業規格のガラスろ過器（細孔記号G 2）に適合するもの）を用い</p> | <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。）、たび並びにかつら、つけまつげ、つ</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 (1) 繊維製品の場合 身体と接触する繊維の部分を細かく切ったものを試料とし、その約1 g を200mlの共せんフラスコに精密に量り採り、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（日本工業規格のガラスろ過器（細孔記号G 2）に適合するもの）を用い</p> |

けひげ又はくつしたじめに使用される接着剤

て温時ろ過し、試験溶液とする。

(2) 接着剤の場合

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 50ml 及びリン酸溶液 3 ml を加えた後、受器に精製水 10~20ml 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 190ml になったとき、蒸留をやめ、精製水を加えて正確に 200ml とし、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 1 cm で 412~415nm 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 A_s 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 A_s を測定したときと同じ波長における吸光度 A_o 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

けひげ又はくつしたじめに使用される接着剤

て温時ろ過し、試験溶液とする。

(2) 接着剤の場合

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 50ml 及びリン酸溶液 3 ml を加えた後、受器に精製水 10~20ml 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 190ml になったとき、蒸留をやめ、精製水を加えて正確に 200ml とし、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 1 cm で 412~415nm 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 A_s 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精製水 5.0ml を用いて同様に操作する。その溶液について、精製水を対照として、吸光度 A 及び A_s を測定したときと同じ波長における吸光度 A_o 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 $75 \mu\text{g}$ 以下でなければならない。

ホルムアルデヒド溶出量は75 μ g以下でなければならない。

試料 1 g についてのホルムアルデヒド溶出量 (μ g)

$$= K \times \frac{A - A_0}{A_s} \times E \times \frac{1}{\text{試料採取量 (g)}}$$

ただし、

K : ホルムアルデヒド標準液の濃度 (μ g/ml)

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。

ただし、ホルムアルデヒドの溶出量が75 μ g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。

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 $^{\circ}$ C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 $^{\circ}$ C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412~415nm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ない。

3 試薬、標準液等

(1) 精製水

日本薬局方精製水を用いる。

試料 1 g についてのホルムアルデヒド溶出量 (μ g)

$$= K \times \frac{A - A_0}{A_s} \times E \times \frac{1}{\text{試料採取量 (g)}}$$

ただし、

K : ホルムアルデヒド標準液の濃度 (μ g/ml)

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。

ただし、ホルムアルデヒドの溶出量が75 μ g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。

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 $^{\circ}$ C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 $^{\circ}$ C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412~415nm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ない。

3 試薬、標準液等

(1) 精製水

日本薬局方精製水を用いる。

(2) リン酸溶液

リン酸（日本工業規格試薬特級）5 gを採り、精製水を加えて25mlとしたものを用いる。

(3) 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1 g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（日本薬局方試薬）15mlを加え、過剰のヨウ素を0.1mol/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10mlを用いて同様の方法で空試験を行う。

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。

$$C (\%) = 1.5013 \times \frac{(V_0 - V) F}{1,000} \\ \times \frac{100}{10} \times \frac{1}{W} \times 100$$

ただし、

V_0 : 空試験における0.1mol/lチオ硫

(2) リン酸溶液

リン酸（日本工業規格試薬特級）5 gを採り、精製水を加えて25mlとしたものを用いる。

(3) 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1 g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（日本薬局方試薬）15mlを加え、過剰のヨウ素を0.1mol/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10mlを用いて同様の方法で空試験を行う。

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。

$$C (\%) = 1.5013 \times \frac{(V_0 - V) F}{1,000} \\ \times \frac{100}{10} \times \frac{1}{W} \times 100$$

ただし、

V_0 : 空試験における0.1mol/lチオ硫

酸ナトリウム液の滴定量 (ml)

V : 本試験における0.1mol / 1 チオ硫酸
酸ナトリウム液の滴定量 (ml)

F : 0.1mol / 1 チオ硫酸ナトリウム液
の力価

W : ホルマリンの採取量 (g)

イ ホルムアルデヒド標準液の調製

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100mlとする。この溶液を
用いて、10ml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。

ホルムアルデヒド標準液 1 ml = 4 μ
gHCHO

(4) アセチルアセトン試液

酢酸アンモニウム (日本工業規格試薬
特級) 150 g に適量の精製水を加えて溶
かし、氷酢酸 (日本工業規格試薬特級)
3 ml 及びアセチルアセトン (日本工業規
格試薬特級) 2 ml を加え、更に精製水を
加えて1,000mlとしたものを用いる。用
時調製する。

(5) ジメドン・エタノール溶液

ジメドン (日本工業規格試薬特級) 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、100mlとしたもの
を用いる。用時調製する。

(6) 酢酸・酢酸アンモニウム緩衝液

酢酸アンモニウム (日本工業規格試薬

酸ナトリウム液の滴定量 (ml)

V : 本試験における0.1mol / 1 チオ硫
酸ナトリウム液の滴定量 (ml)

F : 0.1mol / 1 チオ硫酸ナトリウム液
の力価

W : ホルマリンの採取量 (g)

イ ホルムアルデヒド標準液の調製

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100mlとする。この溶液を
用いて、10ml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。

ホルムアルデヒド標準液 1 ml = 4 μ
gHCHO

(4) アセチルアセトン試液

酢酸アンモニウム (日本工業規格試薬
特級) 150 g に適量の精製水を加えて溶
かし、氷酢酸 (日本工業規格試薬特級)
3 ml 及びアセチルアセトン (日本工業規
格試薬特級) 2 ml を加え、更に精製水を
加えて1,000mlとしたものを用いる。用
時調製する。

(5) ジメドン・エタノール溶液

ジメドン (日本工業規格試薬特級) 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、100mlとしたもの
を用いる。用時調製する。

| | | | | | |
|-----|-----|---|-----|-----|-----|
| | | <u>特級) 150 g に適量の精製水を加えて溶かし、氷酢酸 (日本工業規格試薬特級) 3 ml を加え、更に精製水を加えて1,000m</u> <u>1としたものを用いる。</u> | | | |
| (略) | (略) | (略) | (略) | (略) | (略) |