

新旧対照表

新	旧
<p>アゾ化合物（化学的変化により容易に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、2-メチル-4-(2-トリルアゾ)アニリン、2-メチル-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。)</p> <p>(1)</p> <p>1. 対象家庭用品 (略)</p>	<p>アゾ化合物（化学的変化により容易に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、2-メチル-4-(2-トリルアゾ)アニリン、2-メチル-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。)</p> <p>(1)</p> <p>1. 対象家庭用品 (略)</p>

2. 試験法

(1)・(2) (略)

(3) 試験

(略)

操作条件

(略)

カラム (略)

カラム温度 (略)

注入口温度 (略)

キャリアーガス 高純度ヘリウム、高純度窒素又は高純度水素を用いる。4-アミノジフェニルが 17~18 分 (高純度水素使用時は 15~17 分)、オルト-アニシジンが 11.5~12.5 分 (高純度水素使用時は 10~12 分)、オルト-トルイジンが 10~11 分 (高純度水素使用時は 9~10 分)、4-クロロ-2-メチルアニリンが 13~14 分 (高純度水素使用時は 12~13 分)、2, 4-ジアミノアニソールが 15~16 分 (高純度水素使用時は 14~15 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 22~23 分 (高純度水素使用時は 19.5~21.5 分)、4, 4'-ジアミノジフェニルスルフィドが 26~27 分 (高純度水素使用時は 24~25 分)、4, 4'-ジアミノ-3, 3'-ジメチルジフェニルメタンが 24~25 分 (高純度水素使用時は 22~23 分)、2, 4-ジアミノトルエンが 14

2. 試験法

(1)・(2) (略)

(3) 試験

(略)

操作条件

(略)

カラム (略)

カラム温度 (略)

注入口温度 (略)

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 17~18 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

～15分(高純度水素使用時は13～14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26.5～27.5分(高純度水素使用時は24.5～25.5分)、2, 4-ジメチルアニリン及び2, 6-ジメチルアニリンが11～12分(高純度水素使用時は10～11分)、3, 3'-ジメチルベンジジン(別名オルト-トリジン)が24.5～25.5分(高純度水素使用時は22.5～23.5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12.5～13.5分(高純度水素使用時は11.5～12.5分)、2-ナフチルアミン(別名ベータ-ナフチルアミン)が15.5～16.5分(高純度水素使用時は14.5～15.5分)並びにパラ-クロロアニリンが12～13分(高純度水素使用時は11～12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 (略)

モニターイオン (略)

(4) 確認試験

(3)において、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が一成分でも30 µgを超えて検出された場合には、次のア及びイの試験により、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。

ア ガスクロマトグラフ質量分析法

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-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 (略)

モニターイオン (略)

(4) 確認試験

(3)において、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が一成分でも30 µgを超えて検出された場合には、次のア及びイの試験により、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。

ア ガスクロマトグラフ質量分析法

<p>(2) によって得た試験溶液をキャリヤーガスに高純度ヘリウム又は高純度水素を用いたガスクロマトグラフ質量分析法においてスキャンモード(範囲 [m/z] =60~300)で測定して得られた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か確認する。</p> <p>イ 高速液体クロマトグラフ法 (略)</p> <p>(5) 試薬、標準液等 ア~セ (略) ソ 高純度窒素 純度 99.9995%以上のものを用いる。 タ 高純度水素 純度 99.9995%以上のものを用いる。</p>	<p>(2) によって得た試験溶液をガスクロマトグラフ質量分析法においてスキャンモード(範囲 [m/z] =60~300)で測定して得られた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か確認する。</p> <p>イ 高速液体クロマトグラフ法 (略)</p> <p>(5) 試薬、標準液等 ア~セ (略) (新設) (新設)</p>
<p>アゾ化合物(化学的変化により容易に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</p>	<p>アゾ化合物(化学的変化により容易に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</p>

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、2-メチル-4-(2-トリルアゾ)アニリン、2-メチル-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。)

(2)

1. 対象家庭用品

(略)

2. 試験法

(1) (略)

(2) 試験

(略)

操作条件

(略)

カラム (略)

カラム温度 (略)

注入口温度 (略)

キャリアーガス 高純度ヘリウム、高純度窒素又は高純度水素を用いる。4-アミノジフェニル等の保持時間で流出する流速

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、2-メチル-4-(2-トリルアゾ)アニリン、2-メチル-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。)

(2)

1. 対象家庭用品

(略)

2. 試験法

(1) (略)

(2) 試験

(略)

操作条件

(略)

カラム (略)

カラム温度 (略)

注入口温度 (略)

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。

に調整する。

注入方法 (略)

モニターイオン (略)

(3) 確認試験

(2)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、次のア及びイの試験により、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。

ア ガスクロマトグラフ質量分析法

(1)によって得た試験溶液をキャリヤーガスに高純度ヘリウム又は高純度水素を用いたガスクロマトグラフ質量分析法においてスキャンモード(範囲 [m/z] =60~300)で測定して得られた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か確認する。

イ 高速液体クロマトグラフ法 (略)

(4) 試薬、標準液等

ア~コ (略)

サ 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

注入方法 (略)

モニターイオン (略)

(3) 確認試験

(2)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、次のア及びイの試験により、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。

ア ガスクロマトグラフ質量分析法

(1)によって得た試験溶液をガスクロマトグラフ質量分析法においてスキャンモード(範囲 [m/z] =60~300)で測定して得られた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か確認する。

イ 高速液体クロマトグラフ法 (略)

(4) 試薬、標準液等

ア~コ (略)

カ 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

<p>いメタノール 150 mL を加えたものを溶離液 1 とする。</p> <p><u>シ</u> 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><u>ス</u> 高純度ヘリウム 純度 99.999%以上のものを用いる。</p> <p><u>セ</u> 高純度窒素 <u>純度 99.9995%以上のものを用いる。</u></p> <p><u>ソ</u> 高純度水素 <u>純度 99.9995%以上のものを用いる。</u></p>	<p>いメタノール 150 mL を加えたものを溶離液 1 とする。</p> <p><u>キ</u> 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><u>ケ</u> 高純度ヘリウム 純度 99.999%以上のものを用いる。 (新設)</p> <p>(新設)</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。）（1）</p> <p>1. 対象家庭用品 (略)</p> <p>2. 試験法 (1)・(2) (略)</p> <p>(3) 試験 (略)</p> <p>操作条件 (略)</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。）（1）</p> <p>1. 対象家庭用品 (略)</p> <p>2. 試験法 (1)・(2) (略)</p> <p>(3) 試験 (略)</p> <p>操作条件 (略)</p>

カラム (略)

カラム温度 (略)

注入口温度 (略)

キャリアーガス 高純度ヘリウム、高純度窒素又は高純度水素を用いる。アニリンが9~10分 (高純度水素使用時は8~9分)及び1, 4-フェニレンジアミンが13~14分 (高純度水素使用時は12~13分)で流出する流速に調整する。

注入方法 (略)

モニターイオン (略)

(4) 追加試験

ア・イ (略)

ウ 試験

(略)

操作条件

(略)

カラム (略)

カラム温度 (略)

注入口温度 (略)

キャリアーガス 高純度ヘリウム、高純度窒素又は高純度水素を用いる。パラフェニルアゾアニリンが21~22分 (高純度水素使用時は19.5~20.5分)で流出する流速に調整する。

カラム (略)

カラム温度 (略)

注入口温度 (略)

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 (略)

モニターイオン (略)

(4) 追加試験

ア・イ (略)

ウ 試験

(略)

操作条件

(略)

カラム (略)

カラム温度 (略)

注入口温度 (略)

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 (略)

モニターイオン (略)

(5) 確認試験

(4) 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、次のア及びイの試験により、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。

ア ガスクロマトグラフ質量分析法

(4) ア又はイによって得た試験溶液をキャリアーガスに高純度ヘリウム又は高純度水素を用いたガスクロマトグラフ質量分析法においてスキャンモード(範囲 [m/z] =60~300)で測定して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測定した際のマススペクトルが一致するか確認する。

イ 高速液体クロマトグラフ法 (略)

(6) 試薬、標準液等

ア～チ (略)

ツ 高純度窒素

純度 99.9995%以上のものを用いる。

テ 高純度水素

純度 99.9995%以上のものを用いる。

注入方法 (略)

モニターイオン (略)

(5) 確認試験

(4) 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、次のア及びイの試験により、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。

ア ガスクロマトグラフ質量分析法

(4) ア又はイによって得た試験溶液をガスクロマトグラフ質量分析法においてスキャンモード(範囲 [m/z] =60~300)で測定して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測定した際のマススペクトルが一致するか確認する。

イ 高速液体クロマトグラフ法 (略)

(6) 試薬、標準液等

ア～チ (略)

(新設)

(新設)

<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。）（2）</p> <p>1. 対象家庭用品 （略）</p> <p>2. 試験法 （1）（略）</p> <p>（2） 試験 （略）</p> <p>操作条件 （略）</p> <p>カラム （略）</p> <p>カラム温度 （略）</p> <p>注入口温度 （略）</p> <p>キャリアーガス <u>高純度ヘリウム、高純度窒素又は高純度水素を用いる。アニリンが9～10分（高純度水素使用時は8～9分）及び1, 4-フェニレンジアミンが13～14分（高純度水素使用時は12～13分）</u>で流出する流速に調整する。</p> <p>注入方法 （略）</p> <p>モニターイオン （略）</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。）（2）</p> <p>1. 対象家庭用品 （略）</p> <p>2. 試験法 （1）（略）</p> <p>（2） 試験 （略）</p> <p>操作条件 （略）</p> <p>カラム （略）</p> <p>カラム温度 （略）</p> <p>注入口温度 （略）</p> <p>キャリアーガス 高純度ヘリウムを用いる。アニリンが<u>約9～10分</u>及び1, 4-フェニレンジアミンが<u>約13～14分</u>で流出する流速に調整する。</p> <p>注入方法 （略）</p> <p>モニターイオン （略）</p>
---	---

(3) 追加試験

ア (略)

イ 試験

(略)

操作条件

(略)

カラム (略)

カラム温度 (略)

注入口温度 (略)

キャリアーガス 高純度ヘリウム、高純度窒素又は高純度水素を用いる。パラフェニルアゾアニリンが21~22分(高純度水素使用時は19.5~20.5分)で流出する流速に調整する。

注入方法 (略)

モニターイオン (略)

(4) 確認試験

(3)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 μg を超えて検出されたときは、次のア及びイの試験により、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。

ア ガスクロマトグラフ質量分析法

(3) 追加試験

ア (略)

イ 試験

(略)

操作条件

(略)

カラム (略)

カラム温度 (略)

注入口温度 (略)

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 (略)

モニターイオン (略)

(4) 確認試験

(3)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 μg を超えて検出されたときは、次のア及びイの試験により、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。

ア ガスクロマトグラフ質量分析法

<p>(3) <u>ア</u>によって得た試験溶液をキャリアーガスに高純度ヘリウム又は高純度水素を用いたガスクロマトグラフ質量分析法においてスキャンモード(範囲 [m/z] =60~300)で測定して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か確認する。</p> <p>イ (略)</p> <p>(5) 試薬、標準液等 ア~ソ (略) タ <u>高純度窒素</u> 純度 99.9995%以上のものを用いる。 チ <u>高純度水素</u> 純度 99.9995%以上のものを用いる。</p>	<p>(3) <u>ア</u>によって得た試験溶液をガスクロマトグラフ質量分析法においてスキャンモード(範囲 [m/z] =60~300)で測定して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か確認する。</p> <p>イ (略)</p> <p>(5) 試薬、標準液等 ア~ソ (略) (新設) (新設)</p>
<p>4, 6-ジクロル-7-(2, 4, 5-トリクロルフェノキシ)-2-トリフルオルメチルベンズイミダゾール</p> <p>1. 対象家庭用品 (略)</p> <p>2. 試験法 (1) 試験溶液の調製 (略)</p>	<p>4, 6-ジクロル-7-(2, 4, 5-トリクロルフェノキシ)-2-トリフルオルメチルベンズイミダゾール</p> <p>1. 対象家庭用品 (略)</p> <p>2. 試験法 (1) 試験溶液の調製 (略)</p>

(2) 試験

(略)

操作条件

(略)

カラム (略)

カラム温度 (略)

注入口温度 (略)

注入方法 (略)

キャリアーガス 高純度ヘリウム、高純度窒素又は高純度水素を用いる。DTTB の N-メチル化体が 20~22 分 (高純度水素使用時は 18~20 分) で流出する流速に調整する。このとき、DTTB の N-メチル化体のピークが二つ認められるが、溶出時間の早い方を選択する。

モニターイオン (略)

(3) 試薬、標準液等

ア~カ (略)

キ 酢酸エチル・メタノール混液

酢酸エチルとメタノールを体積比 1:1 で混合したもの。

ク (略)

ケ DTTB 標準液

DTTB を 10 mg 正確に量り採り、酢酸エチルを加えて正確に 10 mL とする。ここから 1 mL を採り、酢酸エチルを加えて正確に

(2) 試験

(略)

操作条件

(略)

カラム (略)

カラム温度 (略)

注入口温度 (略)

注入方法 (略)

キャリアーガス 高純度ヘリウムを用いる。DTTB の N-メチル化体が約 20~22 分で流出する流速に調整する。このとき、DTTB の N-メチル化体のピークが二つ認められるが、溶出時間の早い方を選択する。

モニターイオン (略)

(3) 試薬、標準液等

ア~カ (略)

キ 酢酸エチル・メタノール溶液

酢酸エチルとメタノールを等量混合したもの。

ク (略)

ケ DTTB 標準液

DTTB を 10 mg 正確に量り採り、酢酸エチルを加えて正確に 10 mL とする。ここから 1 mL を採り、酢酸エチルを加えて正確に

<p>10 mL とする。ここから 1 mL を正確に量り採り、<u>酢酸エチル・メタノール混液</u>を加えて正確に 10 mL とする。ここから 1 mL を採り、<u>酢酸エチル・メタノール混液</u>で正確に 10 mL とする。ここから 1.5 mL を採り、正確に<u>酢酸エチル・メタノール混液</u>で 10 mL としたものを DTTB 標準液とする。</p> <p>コ～シ (略)</p> <p>ス <u>高純度窒素</u> 純度 99.9995%以上のものを用いる。</p> <p>セ <u>高純度水素</u> 純度 99.9995%以上のものを用いる。</p>	<p>10 mL とする。ここから 1 mL を正確に量り採り、酢酸エチルを加えて正確に 10 mL とする。ここから 1 mL を採り、酢酸エチルで正確に 10 mL とする。ここから 1.5 mL を採り、正確に酢酸エチルで 10 mL としたものを DTTB 標準液とする。</p> <p>コ～シ (略) (新設)</p> <p>(新設)</p>
<p style="text-align: center;">ジベンゾ [a, h] アントラセン (1)</p> <p>2. 試験法</p> <p>(1) 試験溶液の調製 (略)</p> <p>(2) 試験 (略)</p> <p>操作条件</p> <p>カラム (略)</p> <p>カラム温度 (略)</p> <p>注入口温度 (略)</p> <p>キャリアーガス 高純度ヘリウムを用いる。ジベンゾ [a, h] ア</p>	<p style="text-align: center;">ジベンゾ [a, h] アントラセン (1)</p> <p>2. 試験法</p> <p>(1) 試験溶液の調製 (略)</p> <p>(2) 試験 (略)</p> <p>操作条件</p> <p>カラム (略)</p> <p>カラム温度 (略)</p> <p>注入口温度 (略)</p> <p>キャリアーガス 高純度ヘリウムを用いる。ジベンゾ [a, h] ア</p>

<p>ントラセンが15～16分で流出する流速に調整する。 注入方法 (略) モニターイオン (略)</p> <p>(3) 試薬、標準液等 (略)</p>	<p>ントラセンが約15～16分で流出する流速に調整する。 注入方法 (略) モニターイオン (略)</p> <p>(3) 試薬、標準液等 (略)</p>
<p style="text-align: center;">ジベンゾ [a, h] アントラセン (2)</p> <p>1. 対象家庭用品 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>2. 試験法 (1) 試験溶液の調製 (略)</p> <p>(2) 試験 (略)</p> <p>操作条件 カラム (略) カラム温度 (略) 注入口温度 (略) キャリヤーガス 高純度ヘリウムを用いる。ジベンゾ [a, h] アントラセンが15～16分で流出する流速に調整する。</p>	<p style="text-align: center;">ジベンゾ [a, h] アントラセン (2)</p> <p>1. 対象家庭用品 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>2. 試験法 (1) 試験溶液の調製 (略)</p> <p>(2) 試験 (略)</p> <p>操作条件 カラム (略) カラム温度 (略) 注入口温度 (略) キャリヤーガス 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15～16分で流出する流速に調整する。</p>

<p>注入方法 (略)</p> <p>モニターイオン (略)</p> <p>(3) 試薬、標準液等 (略)</p>	<p>注入方法 (略)</p> <p>モニターイオン (略)</p> <p>(3) 試薬、標準液等 (略)</p>
<p style="text-align: center;">テトラクロロエチレン</p> <p>1. 対象家庭用品 (略)</p> <p>2. 試験法 (1) (略)</p> <p>(2) 試験 (略)</p> <p>操作条件 (略)</p> <p>カラム (略)</p> <p>カラム温度 (略)</p> <p>注入口温度 (略)</p> <p>注入方法 (略)</p> <p>キャリアーガス 高純度ヘリウム、高純度窒素又は高純度水素を用いる。テトラクロロエチレンが 19~21 分(高純度水素使</p>	<p style="text-align: center;">テトラクロロエチレン</p> <p>1. 対象家庭用品 (略)</p> <p>2. 試験法 (1) (略)</p> <p>(2) 試験 (略)</p> <p>操作条件 (略)</p> <p>カラム (略)</p> <p>カラム温度 (略)</p> <p>注入口温度 (略)</p> <p>注入方法 (略)</p> <p>キャリアーガス 高純度ヘリウムを用いる。テトラクロロエチレンが約 19~21 分で流出する流速に調整する。</p>

<p><u>用時は 16～18 分)</u> で流出する流速に調整する。</p> <p>モニターイオン (略)</p> <p>(3) 試薬、標準液等 ア～エ (略)</p> <p>オ <u>高純度窒素</u> <u>純度 99.9995%以上のものを用いる。</u></p> <p>カ <u>高純度水素</u> <u>純度 99.9995%以上のものを用いる。</u></p>	<p>モニターイオン (略)</p> <p>(3) 試薬、標準液等 ア～エ (略)</p> <p>(新設)</p> <p>(新設)</p>
<p style="text-align: center;">トリクロロエチレン</p> <p>1. 対象家庭用品 (略)</p> <p>2. 試験法 テトラクロロエチレンの試験法に従う。ただし、「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、「166」とあるのは「130」と、「19～21 分 (高純度水素使用時は 16～18 分)」とあるのは「15～17 分 (高純度水素使用時は 11～13 分)」と読み替えるものとする。</p>	<p style="text-align: center;">トリクロロエチレン</p> <p>1. 対象家庭用品 (略)</p> <p>2. 試験法 テトラクロロエチレンの試験法に従う。ただし、「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、「166」とあるのは「130」と、「<u>約</u> 19～21 分」とあるのは「<u>約</u> 15～17 分」と読み替えるものとする。</p>
<p style="text-align: center;">トリス (2, 3-ジブロムプロピル)ホスフェイト</p>	<p style="text-align: center;">トリス (2, 3-ジブロムプロピル)ホスフェイト</p>

1. 対象家庭用品
(略)

2. 試験法

(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ったものを試料とし、その0.50 gを100 mLのナス型フラスコ（I）に正確に量り採り、サロゲート標準液50 µL、メタノール25 mL及び塩酸0.5 mL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、抽出液をガラスろ過器（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100 mLのナス型フラスコ（II）に採る。ナス型フラスコ（I）に残る試料をメタノール5 mLで洗い、先と同様にろ過する。この洗い込みを2回洗い、先の抽出液と合わせる。この抽出液を、ロータリーエバポレーターを用いて40°C以下で約1 mLまで濃縮後、50 mLのガラス遠沈管（I）に移し、酢酸エチル15 mL及び10%塩化ナトリウム水溶液10 mLを加え、5分間激しく振り混ぜる。その後、上清を50 mLガラス遠沈管（II）に移す。その際、二層に分離できていない場合には1分間3000回転で5分間遠心分離を行った後、上清を分取する。ガラス遠沈管（I）に酢酸エチル10 mLを加え、5分間激しく振り混ぜた後、先と同様に上清を50 mLガラス遠沈管（II）に移す。ガラス遠沈管（II）に10%塩化ナトリウ

1. 対象家庭用品
(略)

2. 試験法

(1) 試験溶液の調製

ア 抽出

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1.0 gを100 mLのナス型フラスコ（I）に正確に量り採り、メタノール50 mL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100 mL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。

イ 精製

内径10 mm、長さ300 mm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）5 g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1 g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。

アのメタノールを除去したナス型フラスコ（II）にベンゼン10 mL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100 mLをカラムに流し込み、最初の流出液約100 mLを200 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

ム水溶液 10 mL を加え 5 分間激しく振り混ぜた後、下層を廃棄する。この操作は、下層の水溶液の pH が 4 以上になるまで行う（脱酸処理）。その際、二層に分離できていない場合には 1 分間 3000 回転で 5 分間遠心分離を行う。脱酸処理後の酢酸エチル抽出液を無水硫酸ナトリウムを用いて脱水後、ロータリーエバポレーターを用いて 40℃以下で約 1 mL まで濃縮後、アセトンで 5 mL 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 1~2 μL 採り、次の操作条件で試験を行う。この時、標準液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、標準液のトリス (2, 3-ジブロムプロピル) ホスフェイト (以下 TDBPP) 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、TDBPP に相当するピーク面積の TDBPP 重水素化物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 TDBPP のピーク面積の TDBPP 重水素化物のピーク面積に対する比 (Rs) を求める。このとき、次式により試料 1 g についての TDBPP 量を計算する。

試料 1 g についての TDBPP 含有量 (μg) = K × (Rt/Rs) × (0.5/試料採取量 (g)) × 10

ただし、K : 標準液の濃度 (μg/mL)

用いてベンゼンを除去する。残留物をアセトン 1 mL に溶かし、これを試験溶液とする。

(2) 試験

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

試験溶液を 1 μL 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がみられないことを確認する。

操作条件 1

カラム 内径 0.8 mm、長さ 500 mm のガラス管にガスクロマトグラフ用ジメチルシリコンゴムを 15% 含ませ標準網フルイ 125 ~ 149 μm に整えたケイソウ土 1 を充填したものをを用いる。

カラム温度 225℃

注入口及び検出器温度 260℃

キャリアーガス 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

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 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ャピラリーカラムを用いる。

カラム温度 40℃で 2 分間保持し、その後 180℃まで毎分 20℃で昇温した後、300℃まで毎分 10℃で昇温し、300℃に到達後、10 分間保持する。

注入口温度 250℃

注入方式 スプリットレス

キャリアーガス 高純度ヘリウムを用いる。TDBPP が 21～24 分で流出する流速に調整する。

モニターイオン 原則として「TDBPP 119 及び TDBPP 重水素化物 123」を選択すべきであるが、使用する装置及びカラム等により、対象とする物質に特異性が高く、かつ、イオン化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

ア メタノール

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

次に示す条件以外は、操作条件 1 に示すところによる。

カラム 内径 3 mm、長さ 500 mm のガラス管にガスクロマトグラフ用ジメチルシリコンゴムを 10%含ませたケイソウ土 2 を充填したものを用いる。

(3) 試薬、標準液等

ア メタノール

日本産業規格試薬特級を用いる。

イ 酢酸エチル

日本産業規格試薬特級を用いる。

ウ 塩酸

日本産業規格試薬特級を用いる。

エ アセトン

日本産業規格試薬特級を用いる。

オ 硫酸ナトリウム（無水）

日本産業規格試薬特級を用いる。

カ 10%塩化ナトリウム水溶液

塩化ナトリウム（日本産業規格試薬特級）10 g を精製水 100 mL に溶かしたものを。

キ 標準液

TDBPP を 10 mg 正確に量り採り、アセトンを加えて正確に 10 mL とする。ここから 1 mL を採り、アセトンを加えて正確に 10 mL とする。ここから 1 mL を採り、アセトンを加えて正確に 10 mL とする。ここから 0.4 mL を採り、サロゲート標準液 50 μ L を加えた後、アセトンで正確に 5 mL としたものを標準液とする。

ク サロゲート標準液

TDBPP の水素がすべて重水素に置換している TDBPP 重水素化合物を 1 mg 正確に量り採り、アセトンを加えて 10 mL とする。ここから 4 mL を採り、アセトンを加えて正確に 5 mL としたものをサロゲート標準液とする。

日本産業規格試薬特級を用いる。

イ カラムクロマトグラフ用酸化アルミニウム（塩基性）

水分含量 4.5~6.5%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（塩基性）10 g を精製水 90 mL に懸濁したとき、その pH は 7.5~9.0 である。

ウ ベンゼン

日本産業規格試薬特級を用いる。

エ 硫酸ナトリウム（無水）

日本産業規格試薬特級を用いる。

オ アセトン

日本産業規格試薬特級を用いる。

カ トリス（2, 3-ジブロムプロピル）ホスフェイト標準品

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。

沸点は 260°C である。

キ ケイソウ土 1

ガスクロマトグラフ用に精製したケイソウ土（標準網フルイ 125~149 μ m）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したものを。

ク ケイソウ土 2

ガスクロマトグラフ用に精製したケイソウ土（標準網フルイ

<p>ケ 精製水 日本薬局方精製水を用いる。</p> <p>コ 高純度ヘリウム 純度 99.999%以上のものを用いる。</p>	<p>149~177 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したもの。</p> <p>ケ 6 mol/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>コ 精製水 日本薬局方精製水を用いる。</p> <p>サ 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>シ 水素 日本産業規格の水素 3 級を用いる。</p>
<p style="text-align: center;">トリフェニル錫化合物</p> <p>1. 対象家庭用品 (略)</p> <p>2. 試験法 (1)・(2) (略)</p>	<p style="text-align: center;">トリフェニル錫化合物</p> <p>1. 対象家庭用品 (略)</p> <p>2. 試験法 (1)・(2) (略)</p>

<p>(3) 試薬、標準液等 ア～タ (略) チ <u>アセトン・ヘキサン混液</u> <u>アセトンとヘキサンを体積比3:7で混和したもの</u></p>	<p>(3) 試薬、標準液等 ア～タ (略) (新設)</p>
<p style="text-align: center;">トリブチル錫化合物</p> <p>1. 対象家庭用品 (略)</p> <p>2. 試験法 トリフェニル錫化合物の試験法に従う。ただし、「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、「20～22分」とあるのは「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。</p>	<p style="text-align: center;">トリブチル錫化合物</p> <p>1. 対象家庭用品 (略)</p> <p>2. 試験法 トリフェニル錫化合物の試験法に従う。ただし、「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、「<u>約</u>20～22分」とあるのは「<u>約</u>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。</p>
<p style="text-align: center;">ビス(2, 3-ジブロムプロピル)ホスフェイト化合物</p> <p>1. 対象家庭用品 (略)</p> <p>2. 試験法 (1) 試験溶液の調製</p>	<p style="text-align: center;">ビス(2, 3-ジブロムプロピル)ホスフェイト化合物</p> <p>1. 対象家庭用品 (略)</p> <p>2. 試験法 (1) 試験溶液の調製</p>

ア 抽出

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 0.50 g を 100 mL のナス型フラスコ (I) に正確に量り採り、サロゲート標準液 50 μ L、メタノール 25 mL 及び塩酸 0.5 mL 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、抽出液をガラスろ過器 (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 100 mL のナス型フラスコ (II) に採る。ナス型フラスコ (I) に残る試料をメタノール 5 mL で洗い、先と同様にろ過する。この洗い込みを 2 回洗い、先の抽出液と合わせる。この抽出液を、ロータリーエバポレーターを用いて 40°C 以下で約 1 mL まで濃縮後、50 mL のガラス遠沈管 (I) に移し、酢酸エチル 15 mL 及び 10% 塩化ナトリウム水溶液 10 mL を加え、5 分間激しく振り混ぜる。その後、上清を 50 mL ガラス遠沈管 (II) に移す。その際、二層に分離できていない場合には 1 分間 3000 回転で 5 分間遠心分離を行った後、上清を分取する。ガラス遠沈管 (I) に酢酸エチル 10 mL を加え、5 分間激しく振り混ぜた後、先と同様に上清を 50 mL ガラス遠沈管 (II) に移す。ガラス遠沈管 (II) に 10% 塩化ナトリウム水溶液 10 mL を加え 5 分間激しく振り混ぜた後、下層を廃棄する。この操作は、下層の水溶液の pH が 4 以上になるまで行う (脱酸処理)。その際、二層に分離できていない場合には 1 分間 3000 回転で 5 分間遠心分離を行う。脱酸処理後の酢酸エチル抽出液を無水硫酸ナトリウムを用いて脱水後、ロータ

ア 抽出

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 1.0 g を 200 mL のナス型フラスコ (I) に正確に量り採り、メタノール 50 mL と塩酸 1 mL 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 200 mL 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 20 mL 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°C でメタノールを除去した後、エタノール 10 mL を加え、ロータリーエバポレーターを用いて 50°C でエタノールを除去する。残留物を 1 mol/L 炭酸水素ナトリウム溶液 20 mL に溶かして 50 mL 共せん付き遠沈管 (I) に移す。ナス型フラスコ (II) を 10 mL の 1 mol/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 10 mL 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 1 mol/L 炭酸水素ナトリウム溶液 10 mL 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 200 mL の分液ロートに移し、塩酸 10 mL をかき混ぜながら少量ずつ加える。これに酢酸エチル 50 mL 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 回繰り返す、全酢酸エチル層を合わせる。これに硫酸ナト

リーエバポレーターを用いて 40°C以下で約 1 mL まで濃縮後、アセトンで 5 mL に定容する。

イ 誘導体化

アで調製した溶液から正確に 2 mL 量り採り、トリメチルシリルジアゾメタン・ヘキサン溶液を 0.1 mL 加え混和後、室温で 1 時間静置しメチル誘導体化する。その後、ヘキサンを用いて 5 mL 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。メチル化体標準液及び試験溶液を 1~2 μ L 採り、次の操作条件で試験を行う。この時、標準液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、標準液のビス(2, 3-ジブロムプロピル)ホスフェイト (以下 BDBPP) メ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、BDBPP メチル化体に相当するピーク面積の BDBPP 重水素化物メ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 BDBPP メチル化体のピーク面積の

リウム(無水)約 30 g 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 50 mL 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°Cで約 5 mL まで濃縮し、氷冷する。

イ メチルエステル化

アの濃縮液にジアゾメタン・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°Cで溶媒を除去する。残留物をアセトン 1 mL に溶かし、これを試験溶液とする。

(2) 試験

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

試験溶液を 1 μ L 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がみられないことを確認する。

ピークが認められたときは(3)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。

BDBPP 重水素化物メチル化体のピーク面積に対する比 (Rs) を求める。このとき、次式により試料 1 g についての BDBPP 量を計算する。

試料 1 g についての BDBPP 含有量 (μg) = K × (Rt/Rs) × (0.5 / 試料採取量 (g)) × 10

ただし、K: 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 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ャピラリーカラムを用いる。

カラム温度 40°C で 2 分間保持し、その後 180°C まで毎分 20°C で昇温した後、300°C まで毎分 10°C で昇温し、300°C に到達後、10 分間保持する。

注入口温度 250°C

注入方式 スプリットレス

キャリアーガス 高純度ヘリウムを用いる。BDBPP メチル化体が 15~18 分で流出する流速に調整する。

モニターイオン 原則として「BDBPP メチル化体 231 及び BDBPP

操作条件 1

カラム 内径 0.8 mm、長さ 500 mm のガラス管にガスクロマトグラフ用ジメチルシリコンゴムを 15% 含ませ標準網フルイ 125~149 μm に整えたケイソウ土 1 を充填したものを用いる。

カラム温度 120~235°C、毎分 10°C 昇温

注入口及び検出器温度 250°C

キャリアーガス 高純度窒素を用いる。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 内径 3 mm、長さ 500 mm のガラス管にガスクロマトグラフ用ジメチルシリコンゴムを 10% 含ませたケイソウ土 2 を充填したものを用いる。

重水素化物メチル化体 237」を選択すべきであるが、使用する装置及びカラム等により、対象とする物質に特異性が高く、かつ、イオン化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

ア 試験溶液の調製

(1) アによって得た濃縮液をロータリーエバポレーターを用いて 50°Cで酢酸エチルを除去する。残留物を 1 mol/L 水酸化ナトリウム溶液 20 mL に溶かし、2 日間放置する。次に、この液を 100 mL の分液ロートに移し、塩酸 8 mL をかき混ぜながら少量ずつ加える。これに酢酸エチル 30 mL 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、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 20 g 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 20 mL 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°Cで約 5 mL まで濃縮し、氷冷する。以下(1)イ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。

イ 試験

炎光光度型検出器(リン用干渉フィルター、波長 526 nm)付き

(3) 試薬、標準液等

ア メタノール

日本産業規格試薬特級を用いる。

イ 酢酸エチル

日本産業規格試薬特級を用いる。

ウ 塩酸

日本産業規格試薬特級を用いる。

エ アセトン

日本産業規格試薬特級を用いる。

オ ヘキサン

日本産業規格試薬特級を用いる。

カ 硫酸ナトリウム（無水）

ガスクロマトグラフを用いる。

試験溶液を1 μL 採り、(2)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)によっ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、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、ビス(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、ビス(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

ア メタノール

日本産業規格試薬特級を用いる。

イ 塩酸

日本産業規格試薬特級を用いる。

ウ エタノール

日本産業規格試薬特級を用いる。

エ 1 mol/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)84 gを精製水に溶かし、1,000 mLとしたものを用いる。

オ ベンゼン

日本産業規格試薬特級を用いる。

日本産業規格試薬特級を用いる。

キ 10%塩化ナトリウム水溶液

塩化ナトリウム（日本産業規格試薬特級）10 gを精製水 100 mLに溶かしたもの。

ク トリメチルシリルジアゾメタン・ヘキサン溶液

トリメチルシリルジアゾメタンを約 0.6 mol/L となるようにヘキサンで調製したもの。

ケ 標準液

BDBPP を 10 mg 正確に量り採り、アセトンを加えて正確に 10 mL とする。ここから 1 mL を採り、アセトンを加えて正確に 10 mL とする。ここから 1 mL を採り、アセトンを加えて正確に 10 mL とする。ここから 0.5 mL を採り、サロゲート標準液 50 μ L を加えた後、アセトンで正確に 5 mL としたものを標準液とする。

コ メチル化体標準液

標準液から正確に 2 mL 量り採り、トリメチルシリルジアゾメタン・ヘキサン溶液を 0.1 mL 加え混和後、室温で 1 時間静置しメチル誘導体化する。その後、ヘキサンを用いて 5 mL に定容したものをメチル化体標準液とする。

サ サロゲート標準液

BDBPP の水素がすべて重水素に置換している BDBPP 重水素化合物を 1 mg 正確に量り採り、アセトンを加えて 10 mL としたものをサロゲート標準液とする。

シ 精製水

カ 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 76~78°C の留分を用いる。

キ 硫酸ナトリウム（無水）

日本産業規格試薬特級を用いる。

ク 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）1 g を採り、精製水 1.6 mL 及びエタノール 5 mL を加えて溶かした後、N-メチル-N-ニトロソ-パラトルエンシルホンアミド 4.3 g をエチルエーテル（日本産業規格試薬特級）26 mL に溶かした溶液を注意深く加える。これを 65°C の水浴中で蒸留し、留液 20 mL をエチルエーテル（日本産業規格試薬特級）5 mL を入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して冷蔵庫に保存し、1~2 週間以内に用いる。

ケ アセトン

日本産業規格試薬特級を用いる。

コ ビス(2, 3-ジブロムプロピル)ホスフェイト標準品

ビス(2, 3-ジブロムプロピル)ホスフェイトを 95%以上含む。

サ ビス(2, 3-ジブロムプロピル)ホスフェイトのメチルエーテル標準液

日本薬局方精製水を用いる。

ス 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)ホスフェイト標準品 50.0 mg
を正確に量り採り、酢酸エチルで正確に 100 mL とする。その 1
mL を正確に採り、(1) イ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-ジブロムプロピル)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。

シ ケイソウ土 1

ガスクロマトグラフ用に精製したケイソウ土(標準網フルイ
125~149 μ m)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したもの。

ス ケイソウ土 2

ガスクロマトグラフ用に精製したケイソウ土(標準網フルイ
149~177 μ m)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したもの。

セ 6 mol/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。

ソ 精製水

日本薬局方精製水を用いる。

タ 高純度窒素

	<p><u>日本産業規格の高純度窒素 2 級を用いる。</u></p> <p>チ 水素</p> <p><u>日本産業規格の水素 3 級を用いる。</u></p> <p>ツ <u>1 mol/L 水酸化ナトリウム溶液</u></p> <p><u>水酸化ナトリウム(日本産業規格試薬特級) 40.0 g を精製水に溶かし 1,000 mL としたものを</u>用いる。</p> <p>テ <u>ビス(2-ブロムプロペン-2-イル)ホスフェイト標準品</u></p> <p><u>ビス(2, 3-ジブロムプロピル)ホスフェイト 1 g を 1 mol/L 水酸化ナトリウム溶液 50 mL 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 50 mL 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 20 g 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 30 mL 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°C 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)中に入れ一晩放置したものを</u>用いる。</p> <p>ト <u>ビス(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</u></p> <p><u>ビス(2-ブロムプロペン-2-イル)ホスフェイト標準品 30.0 mg を正確に量り採り、酢酸エチルで正確に 100 mL とする。その 1 mL を正確に採り、(1) 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-ブロムプロペン-2-イル)ホスフェイト</u></p>
--	--

	<p><u>のメチルエステル標準液とする。用時調製する。</u></p>
<p>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(別名ディルドリン)</p> <p>1. 対象家庭用品 (略)</p> <p>2. 試験法 (1) (略)</p> <p>(2) 試験 (略)</p> <p>操作条件 (略)</p> <p>カラム (略)</p> <p>カラム温度 (略)</p> <p>注入口温度 (略)</p> <p>注入方法 (略)</p> <p>キャリアーガス <u>高純度ヘリウム、高純度窒素又は高純度水素</u> を用いる。ディルドリンが16~18分(高純度水素使用時は14 ~16分)で流出する流速に調整する。</p> <p>モニターイオン (略)</p>	<p>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(別名ディルドリン)</p> <p>1. 対象家庭用品 (略)</p> <p>2. 試験法 (1) (略)</p> <p>(2) 試験 (略)</p> <p>操作条件 (略)</p> <p>カラム (略)</p> <p>カラム温度 (略)</p> <p>注入口温度 (略)</p> <p>注入方法 (略)</p> <p>キャリアーガス 高純度ヘリウムを用いる。ディルドリンが約 16~18分で流出する流速に調整する。</p> <p>モニターイオン (略)</p>

<p>(3) 試薬、標準液等</p> <p>ア～カ (略)</p> <p>キ <u>酢酸エチル・メタノール混液</u> 酢酸エチルとメタノールを<u>体積比 1:1</u>で混合したもの。</p> <p>ク <u>ディルドリン標準液</u> ディルドリンを 10 mg 正確に量り採り、酢酸エチルを加えて正確に 10 mL とする。ここから 1 mL を採り、酢酸エチルを加えて正確に 10 mL とする。ここから 1 mL を採り、<u>酢酸エチル・メタノール混液</u>を加えて正確に 10 mL とする。ここから 1 mL を採り、<u>酢酸エチル・メタノール混液</u>を加えて正確に 10 mL とする。ここから 1.5 mL を採り、正確に<u>酢酸エチル・メタノール混液</u>を加えて 10 mL としたものをディルドリン標準液とする。</p> <p>ケ～サ (略)</p> <p>シ <u>高純度窒素</u> <u>純度 99.9995%以上のものを用いる。</u></p> <p>ス <u>高純度水素</u> <u>純度 99.9995%以上のものを用いる。</u></p>	<p>(3) 試薬、標準液等</p> <p>ア～カ (略)</p> <p>キ <u>酢酸エチル・メタノール溶液</u> 酢酸エチルとメタノールを<u>等量</u>混合したもの。</p> <p>ク <u>ディルドリン標準液</u> ディルドリンを 10 mg 正確に量り採り、酢酸エチルを加えて正確に 10 mL とする。ここから 1 mL を採り、酢酸エチルを加えて正確に 10 mL とする。ここから 1 mL を採り、酢酸エチルを加えて正確に 10 mL とする。ここから 1 mL を採り、酢酸エチルを加えて正確に 10 mL とする。ここから 1.5 mL を採り、正確に酢酸エチルを加えて 10 mL としたものをディルドリン標準液とする。</p> <p>ケ～サ (略) <u>内部標準液</u> (新設)</p> <p>(新設)</p>
<p style="text-align: center;">ベンゾ [a] アントラセン (1)</p> <p>1. 対象家庭用品 (略)</p>	<p style="text-align: center;">ベンゾ [a] アントラセン (1)</p> <p>1. 対象家庭用品 (略)</p>

<p>2. 試験法</p> <p>ジベンゾ [a, h] アントラセンの試験法(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。)に従う。ただし、「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、「15～16分」とあるのは「11～12分」と読み替えるものとする。</p>	<p>2. 試験法</p> <p>ジベンゾ [a, h] アントラセンの試験法(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。)に従う。ただし、「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、「<u>約</u>15～16分」とあるのは「<u>約</u>11～12分」と読み替えるものとする。</p>
<p style="text-align: center;">ベンゾ [a] アントラセン (2)</p> <p>1. 対象家庭用品 (略)</p> <p>2. 試験法</p> <p>ジベンゾ [a, h] アントラセンの試験法(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に係るものに限る。)に従う。ただし、「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、「15～16分」とあるのは「11～12分」と読み替えるものとする。</p>	<p style="text-align: center;">ベンゾ [a] アントラセン (2)</p> <p>1. 対象家庭用品 (略)</p> <p>2. 試験法</p> <p>ジベンゾ [a, h] アントラセンの試験法(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に係るものに限る。)に従う。ただし、「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、「<u>約</u>15～16分」とあるのは「<u>約</u>11～12分」と読み替えるものとする。</p>
<p style="text-align: center;">ベンゾ [a] ピレン (1)</p> <p>1. 対象家庭用品 (略)</p>	<p style="text-align: center;">ベンゾ [a] ピレン (1)</p> <p>1. 対象家庭用品 (略)</p>

<p>2. 試験法</p> <p>ジベンゾ [a, h] アントラセンの試験法(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。)に従う。ただし、「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「15～16分」とあるのは「13～14分」と読み替えるものとする。</p>	<p>2. 試験法</p> <p>ジベンゾ [a, h] アントラセンの試験法(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。)に従う。ただし、「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「<u>約</u>15～16分」とあるのは「<u>約</u>13～14分」と読み替えるものとする。</p>
<p style="text-align: center;">ベンゾ [a] ピレン (2)</p> <p>1. 対象家庭用品 (略)</p> <p>2. 試験法</p> <p>ジベンゾ [a, h] アントラセン試験法(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に係るものに限る。)に従う。ただし、「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、「15～16分」とあるのは「13～14分」と読み替えるものとする。</p>	<p style="text-align: center;">ベンゾ [a] ピレン (2)</p> <p>1. 対象家庭用品 (略)</p> <p>2. 試験法</p> <p>ジベンゾ [a, h] アントラセン試験法(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に係るものに限る。)に従う。ただし、「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、「<u>約</u>15～16分」とあるのは「<u>約</u>13～14分」と読み替えるものとする。</p>
<p style="text-align: center;">メタノール</p> <p>1. 対象家庭用品</p>	<p style="text-align: center;">メタノール</p> <p>1. 対象家庭用品</p>

<p>(略)</p> <p>2. 試験法</p> <p>(1) (略)</p> <p>(2) 試験 (略)</p> <p>操作条件 (略)</p> <p>カラム (略)</p> <p>カラム温度 (略)</p> <p>注入口温度 (略)</p> <p>注入方法 (略)</p> <p>キャリアーガス <u>高純度ヘリウム、高純度窒素又は高純度水素</u> を用いる。メタノールが 4~6 分 <u>(高純度水素使用時は 3~5</u> <u>分)</u> で流出する流速に調整する。</p> <p>モニターイオン (略)</p> <p>(3) 試薬、標準液等</p> <p>ア~エ (略)</p> <p>オ <u>高純度窒素</u> <u>純度 99.9995%以上のものを用いる。</u></p> <p>カ <u>高純度水素</u></p>	<p>(略)</p> <p>2. 試験法</p> <p>(1) (略)</p> <p>(2) 試験 (略)</p> <p>操作条件 (略)</p> <p>カラム (略)</p> <p>カラム温度 (略)</p> <p>注入口温度 (略)</p> <p>注入方法 (略)</p> <p>キャリアーガス 高純度ヘリウムを用いる。メタノールが約 4~ 6 分で流出する流速に調整する。</p> <p>モニターイオン (略)</p> <p>(3) 試薬、標準液等</p> <p>ア~エ (略)</p> <p>(新設)</p> <p>(新設)</p>
---	--

純度 99.9995%以上のものを用いる。