

○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

(昭和四十九年九月二十六日)

(厚生省令第三十四号)

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

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

(家庭用品の基準)

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

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

(法第七条第一項の厚生労働省令で定める職員)

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

一 食品衛生監視員(食品衛生法施行令(昭和二十八年政令第二百二十九号)第九条第一項第二号又は第三号に該当する者に限る。)

二 薬事監視員(薬事法施行令(昭和三十六年政令第十一号)第六十八条第一号又は第二号に該当する者に限る。)

三 次のいずれかに該当する職員

イ 医師、歯科医師、薬剤師又は獣医師

ロ 学校教育法(昭和二十二年法律第二十六号)に基づく大学若しくは高等専門学校、旧大学令(大正七年勅令第三百八十八号)に基づく大学又は旧専門学校令(明治三十六年勅令第六十一号)に基づく専門学校において、医学、歯学、薬学、獣医学、農学、水産学、理学、工学、保健学、衛生学又は家政学の課程を修めて卒業した者

(昭六〇厚令三一・追加、平一ニ厚令一ニ七・平一六厚令一ニ・平一六厚令一ニ・平一六厚令一ニ・平一六厚令一ニ・一部改正)

(収去証)

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

(昭六〇厚令三一・旧第三条線下)

(身分を示す証明書)

第五条 法第七条第三項に規定する証明書は、様式第二によるものとする。

(昭六〇厚令三一・旧第四条線下・一部改正)

附 則 抄

(施行期日)

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

附 則 (昭和五二年九月二四日厚生省令第四〇号)

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

附 則 (昭和五三年九月二七日厚生省令第六四号)

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

附 則 (昭和五四年一二月一八日厚生省令第四六号)

この省令は、昭和五十五年四月一日から施行する。

附 則 (昭和五六年七月二七日厚生省令第五四号)

この省令は、昭和五十六年九月一日から施行する。ただし、別表第一の改正規定中四・六―ジクロル―七―(二・四・五―トリクロルフェノキシ)―ニ―トリフルオルメチルペンズイミダゾール及びメタノールに係る部分は、昭和五十七年四月一日から施行する。

附 則 (昭和五八年五月二七日厚生省令第二八号)

この省令は、昭和五十八年十月一日から施行する。

附 則 (昭和六〇年七月一二日厚生省令第三一號) 抄

1 この省令は、公布の日から施行する。

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

附 則 (平成元年三月二四日厚生省令第一〇号) 抄

1 この省令は、公布の日から施行する。

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

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

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

附 則 (平成九年九月三〇日厚生省令第七五号)

この省令は、公布の日から施行する。

附 則 (平成一一年一〇月一日厚生省令第八七号)

この省令は、公布の日から施行する。

附 則 (平成一二年一〇月二〇日厚生省令第一二七号) 抄

(施行期日)

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

(様式に関する経過措置)

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

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

附 則 (平成一六年二月六日厚生労働省令第一二号) 抄

(施行期日)

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

附 則 (平成一六年六月一五日厚生労働省令第一〇四号)

この省令は、平成十六年六月十五日から施行する。

附 則 (平成一六年七月九日厚生労働省令第一一二号) 抄

(施行期日)

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

(経過措置)

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

附 則 (平成二一年三月二六日厚生労働省令第四六号)

この省令は、公布の日から施行する。

様式第1(第4条関係)

(平元厚令10・平12厚令127・一部改正)

甲	収去証	記号	
		番号	
1 収去の相手方の住所又は事業所所在地			
2 収去の相手方の氏名又は法人名			
3 収去品名			
4 収去数量			
5 収去日時 平成 年 月 日			
6 収去場所			
有害物質を含有する家庭用品の規制に関する法律第7条第1項の規定に基づき、上記のとおり収去する。			
平成 年 月 日		所属 庁印	
所属庁			
収去者 家庭用品衛生監視員 氏名			印
備考			

備考 1 この用紙の大きさは、日本工業規格A6とする。

2 この用紙は、甲片及び乙片の二片式とし、乙片は所属庁印及び(印)を省略するとともに、「収去証」を「収去証控」と、「甲」を「乙」とする。

様式第2(第5条関係)
(昭60厚令31・平元厚令10・平12厚令127・一部改正)

(表面)

第 号							8 cm
氏名	年 月 日生			写真ちよう付			
家庭用品衛生監視員証明書							
平成 年 月 日発行							
(1年間有効)							
所属庁	所属庁	印		所属庁印			

12cm

(裏面)

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

有害物質を含有する家庭用品の規制に関する法律抜すい
(立入検査等)

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

2 前項の規定により指定された者は、家庭用品衛生監視員と称する。

3 第1項の規定により家庭用品衛生監視員が立入検査、質問又は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。

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。

別表第1(第1条関係)

(昭52厚令40・昭53厚令64・昭54厚令46・昭56厚令54・昭58厚令28・平9厚令75・平11厚令87・平16厚令104・平21厚令46・一部改正)

有害物質	家庭用品	基準
塩化水素又は硫酸	住宅用の洗剤で液体状のもの(塩化水素又は硫酸を含有する製剤たる劇物を除く。)	左に掲げる家庭用品は、次の試験に適合しなければならない。 試料1ml中の塩化水素又は硫酸を中和するのに要する0.1mol/l水酸化ナトリウム溶液の消費量が、家庭用品に含まれる劇物の定量方法及び容器又は被包の試験方法を定める省令(昭和47年厚生省令第27号)別表第1に定める方法により定量した場合において30ml以下でなければならない。
塩化ビニル	家庭用エアゾル製品	左に掲げる家庭用品は、次の試験に適合しなければならない。 噴射口を次の図に示すガス捕集装置の吸入口Aにシリコンゴム管で連結し、活せんB及びCを開き、約5秒間試料を噴出させたのち、直ちに活せんB及びCを閉じ、ガス分を分液漏斗Dに捕集する。このガス分を約13.3kPaに減圧した赤外吸収スペクトル測定用ガスセル(層長10cmのもの)に導入し、赤外吸収スペクトルを測定するとき、 $1,620\text{cm}^{-1}$ 、 $1,600\text{cm}^{-1}$ 、 730cm^{-1} 及び 710cm^{-1} のすべてに塩化ビニルに特有の吸収が認められることがあつてはならない。 画像1 (6KB)
4, 6-ジクロルー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	繊維製品のうち、おしめカ - パー、下着、寝衣、手袋、 - くつした、中衣、外衣、帽 - 子、寝具及び床敷物 - 家庭用毛糸	左に掲げる家庭用品は、次の試験法による試験に適合しなければならない。 1 試験溶液の調製 (1) 抽出 身体と接触する繊維の部分を細かく切つたものを試料とし、その約0.5gを精密に量り採り、50mlの共せん付き遠沈管に入れ、10%水酸化ナトリウム溶液10mlを加え、3時間放置して溶解する。次に、この液にエチルエーテル10mlを加えて5分間激しく振り混ぜた後、1分間4,000回転で10分間遠心分離を行い、エチルエーテル層を分取する。この操作を更に3回繰り返して、全エチルエーテル層を合わせる。これに硫酸ナトリウム(無水)約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り、ロータリーエバポレーターを用いて50℃でエチルエーテルを除去する。 (2) N-メチル化 (1)の残留物に1mol/l水酸化ナトリウム溶液10ml及びジメチル硫酸1mlを加え、10分間放置する。次に、この液を50ml共せん付き遠沈管に移し、ヘキサン10mlを加えて5分間激しく振り混ぜた後、1分間4,000回転で2分間遠心分離を行い、ヘキサン層を分取する。この操作を更に3回繰り返して、全ヘキサン層を合わせる。これに硫酸ナトリウム(無水)約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り、ロータリーエバポレーターを用いて50℃でヘキサンを除去する。残留物にアセトン10mlを正確に加えて溶かし、これを試験溶液とする。 2 試験 電子捕獲型検出器付きガスクロマトグラフを用いる。 試験溶液及び4, 6-ジクロルー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(以下「DTTB」という。)のN-メチル化 - 体標準液を正確にそれぞれ1μl採り、次の操作条件1及び2で試験を行い、得られたクロマトグラムのピークを比較する。DTTBのN-メチル化体標準液の保持時間と一致する保持時間を持つピークが、いずれの操作条件においても存在する場合は、そのピークについていずれか適切な条件のもとに得られたクロマトグラム上で試験溶液のピーク面積P及びDTTBのN-メチル化体標準液のピーク面積Psを測定する。このとき、次式により計算する試料1gについてのDTTB含有量は30μg以下でなければならない。 試料1gについてのDTTB含有量(μg) = $K \times (P/P_s) \times 10 \times (1/\text{試料採取量}(g))$ ただし、K: DTTBのN-メチル化体標準液のDTTBとしての濃度(μg/ml) 操作条件1 カラム担体 ケイソウ土(標準網フルイ149~177μm)を6mol/l塩酸で2時間還流して洗い、次いで精製水で流出液が中性となるまで洗った後、アルコール性塩基で洗い、更に精製水で流出液が中性となるまで洗った後、乾燥し、メチルシリル化処理を施す。 カラム充てん剤 カラム担体に対してガスクロマトグラフ用ジメチルシリコンゴムを2%含ませる。 カラム管 内径3mm、長さ1,500mmのガラス管を用いる。 カラム温度 200℃ 試験溶液注入口及び検出器温度 250℃ キャリアーガス 高純度窒素を用いる。DTTBのN-メチル化体が約11.7分及び12.4分で流出する流速に調整する。 操作条件2 次に示す操作条件以外は、操作条件1に示すところによる。

		<p>カラム充てん剤 カラム担体に対してガスクロマトグラフ用50%フェニルシリコンを1.5%、ガスクロマトグラフ用50%トリフルオルプロピルシリコンを2%含ませる。 カラム温度 225℃ キャリヤーガス 高純度窒素を用いる。DTTBのN-メチル化体が約15.9分及び19.3分で流出する流速に調整する。</p> <p>3 試薬、標準液等</p> <p>(1) 10%水酸化ナトリウム溶液 水酸化ナトリウム(日本工業規格試薬特級)100gを精製水に溶かし、1,000mlとしたものを用いる。</p> <p>(2) エチルエーテル 次の試験に適合するエチルエーテルを用いる。 エチルエーテル300mlをロータリーエバポレーターを用いて5mlに減圧濃縮し、その5μlを採り、2 試験に準じて試験を行うとき、クロマトグラム上のエチルエーテル以外のピークの高さは、2×10^{-11}gのγ-BHCが示すピークの高さ以下でなければならない。</p> <p>(3) 硫酸ナトリウム(無水) 次の試験に適合する硫酸ナトリウム(無水)を用いる。 硫酸ナトリウム(無水)を20g採り、ヘキサン100mlに懸濁する。1分間振り混ぜた後10分間静置する操作を6回繰り返した後、ヘキサンを分取する。更にその硫酸ナトリウム(無水)をヘキサン少量で洗い、洗液をこれに合わせる。このヘキサンの全量をロータリーエバポレーターを用いて5mlに減圧濃縮し、その5μlを採り、2 試験に準じて試験を行うとき、クロマトグラム上のヘキサン以外のピークの高さは、2×10^{-11}gのγ-BHCが示す高さ以下でなければならない。</p> <p>(4) 1mol/l水酸化ナトリウム溶液 水酸化ナトリウム(日本工業規格試薬特級)40gを精製水に溶かし、1,000mlとしたものを用いる。</p> <p>(5) ジメチル硫酸 日本工業規格試薬1級を用いる。</p> <p>(6) ヘキサン 次の試験に適合するヘキサンを用いる。 ヘキサン300mlをロータリーエバポレーターを用いて5mlに減圧濃縮し、その5μlを採り、2 試験に準じて試験を行うとき、クロマトグラム上のヘキサン以外のピークの高さは、2×10^{-11}gのγ-BHCが示すピークの高さ以下でなければならない。</p> <p>(7) アセトン 次の試験に適合するアセトンを用いる。 アセトン300mlをロータリーエバポレーターを用いて5mlに減圧濃縮し、その5μlを採り、2 試験に準じて試験を行うとき、クロマトグラム上のアセトン以外のピークの高さは、2×10^{-11}gのγ-BHCが示すピークの高さ以下でなければならない。</p> <p>(8) DTTB標準品 無色粒状結晶。融点は156~158℃である。</p> <p>(9) DTTBのN-メチル化体標準液 DTTB標準品10mgを正確に量り採り、アセトンに溶かし正確に500mlとする。その液1mlを正確に採り、溶媒を除去し、1 試験溶液の調製(2) N-メチル化の場合と同様に操作して得られたアセトン溶液をDTTBのN-メチル化体標準液とする。用時調製する。</p> <p>(10) ケイソウ土 ケイソウ土をガスクロマトグラフ用に精製したものを用いる。</p> <p>(11) 6mol/l塩酸 塩酸(日本工業規格試薬特級)を精製水で約2倍に薄めたものを用いる。</p> <p>(12) 精製水 日本薬局方精製水を用いる。</p> <p>(13) 高純度窒素 日本工業規格の高純度窒素2級を用いる。</p>
ジベンゾ [a, h] アントラセン	クレオソート油を含有する家庭用の木材防腐剤及び木材防虫剤	<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 試料約0.5gを正確に量り採り、これをシリカゲルを充てんしたミニカートリッジカラムに流し込み、50mlのナス型フラスコに採る。さらに、そのミニカートリッジカラムにジクロルメタン10mlを流し込み、前述のナス型フラスコに加える。その液について、ロータリーエバポレーターを用いて50℃で約2mlになるまでジクロルメタンを除去し、これをメスフラスコに移し、ジクロルメタンを加えて全量を正確に5mlとしたものを試験溶液とする。</p> <p>2 試験 ガスクロマトグラフ質量分析計を用いる。試験溶液及びジベンゾ [a, h] アントラセン標準液2mlをそれぞれ正確に試験管に採り、内部標準液0.5mlを加え、それぞれの試験管から1μlを採り、次の操作条件で試験を行う。試験溶液を測定し、得られたクロマトグラム上で、標準液のジベンゾ [a, h] アントラセンのモニターイオンのピークと保持時間が一致するピークが存在する場合は、ジベンゾ [a, h] アントラセンに相当するピーク面積の内部標準物質のピーク面積に対する比(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ジベンゾ [a, h] アントラセンのピーク面積の内部標準物質のピーク面積に対する比(Rs)を求める。このとき、次式により計算する試料1gについてのジベンゾ [a, h] アントラセンの量は、$10 \mu\text{g}$以下でなければならない。試料1gについてのジベンゾ [a, h] アントラセンの含有量(μg) = $K \times (\text{Rt} / \text{Rs}) \times 5 \times (1 / \text{試料採取量 (g)})$ ただし、K: ジベンゾ [a, h] アントラセン標準液の濃度($\mu\text{g} / \text{ml}$)</p> <p>操作条件 カラム管 内径0.25mm、長さ30m、膜厚0.25μm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25℃で昇温し、300℃に到達後</p>

		<p>6分間保持する。 試験溶液注入口温度 280°C 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。 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「ジベンゾ [a, h] アントラセン278」を選択すべきであるが、使用する装置、カラム等により、対象とする物質に特異性が高く、かつ、イオン強度が高いフラグメントイオンを適切に選択することが望ましい。</p> <p>3 試薬、標準液等</p> <p>(1) ジクロルメタン 日本工業規格試薬特級を用いる。</p> <p>(2) ジベンゾ [a, h] アントラセン標準液 ジベンゾ [a, h] アントラセン0.010gを正確に量り採り、ジクロルメタンを加えて溶かし、正確に100mlとする。その1mlを採り、ジクロルメタンを加えて正確に100mlとしたものをジベンゾ [a, h] アントラセン標準液とする。</p> <p>(3) 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多環芳香族炭化水素等のフラグメントイオンとクロマトグラム上で重複しないようなものを選択する。アセナフテン-d10、フェナントレン-d10、クリセ-nd12等を用いることができる。その内部標準物質0.010gを正確に量り採り、ジクロルメタンを加えて溶かし、正確に100mlとする。その5~20mlを採り、ジクロルメタンを加えて正確に100mlとしたものを内部標準液とする。</p> <p>(4) 高純度ヘリウム 純度99.999%以上のものを用いる。</p>
<p>クレオソート油及びその混合物で処理された家庭用の防腐木材及び防虫木材</p>	<p>1 試験溶液の調製 試料の表面部分を削り取り細かく刻んだもの約1.0gをガラス管に採り、ジクロルメタン20mlを加えて、37°Cで24時間静置して抽出する。抽出液はろ紙でろ過し、100mlのナス型フラスコに採る。抽出後の試料はジクロルメタン10~20mlで洗い、この洗液を前述のろ液に合わせる。その液について、ロータリーエバポレーターを用いて50°Cで約2mlになるまでジクロルメタンを除去し、これをシリカゲルを充てんしたミニカートリッジカラムに流し込み、50mlのナス型フラスコに採る。さらに、そのミニカートリッジカラムにジクロルメタン10mlを流し込み、前述のナス型フラスコに加える。その液について、ロータリーエバポレーターを用いて50°Cで約2mlになるまでジクロルメタンを除去し、これをメスフラスコに移し(試料中に対象物質が高濃度で含まれると認められる場合は、この除去操作を行わず、一定量の溶出液を直接メスフラスコに採る。)、ジクロルメタンを加えて全量を正確に5mlとしたものを試験溶液とする(検量線の範囲に収まるように、適宜ジクロルメタンで希釈する。)</p> <p>2 試験 ガスクロマトグラフ質量分析計を用いる。試験溶液及びジベンゾ [a, h] アントラセン標準液2mlをそれぞれ正確に試験管に採り、内部標準液0.5mlを加え、それぞれの試験管から1μlを採り、次の操作条件で試験を行う。試験溶液を測定し、得られたクロマトグラム上で、標準液のジベンゾ [a, h] アントラセンのモニターイオンのピークと保持時間が一致するピークが存在する場合は、ジベンゾ [a, h] アントラセンに相当するピーク面積の内部標準物質のピーク面積に対する比(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ジベンゾ [a, h] アントラセンのピーク面積の内部標準物質のピーク面積に対する比(Rs)を求める。このとき、次式により計算する試料1gについてのジベンゾ [a, h] アントラセンの量は、3μg以下でなければならない。試料1gについてのジベンゾ [a, h] アントラセンの含有量(μg) = $K \times (R_t / R_s) \times 5 \times (1 / \text{試料採取量 (g)})$ ただし、K: ジベンゾ [a, h] アントラセン標準液の濃度(μg/ml)</p> <p>操作条件 カラム管 内径0.25mm、長さ30m、膜厚0.25μm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°Cで2分間保持し、その後毎分25°Cで昇温し、300°Cに到達後6分間保持する。 試験溶液注入口温度 280°C 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。 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「ジベンゾ [a, h] アントラセン278」を選択すべきであるが、使用する装置、カラム等により、対象とする物質に特異性が高く、かつ、イオン強度が高いフラグメントイオンを適切に選択することが望ましい。</p> <p>3 試薬、標準液等</p> <p>(1) ガラス管 内容量30~50mlで密せんのできるもの。</p> <p>(2) ジクロルメタン 日本工業規格試薬特級を用いる。</p> <p>(3) ジベンゾ [a, h] アントラセン標準液 ジベンゾ [a, h] アントラセン0.010gを正確に量り採り、ジクロルメタンを加えて溶かし、正確に100mlとする。その1mlを採り、ジクロルメタンを加えて正確に100mlとしたものをジベンゾ [a, h] アントラセン標準液とする。</p> <p>(4) 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多環芳香族炭化水素等のフラグメントイオンとクロマトグラム上で重複しないようなものを選択する。アセナフテン-d10、フェナントレン-d10、クリセ-nd12等を用いることができる。その内部標準物質0.010gを正確に量り採</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>り、ジクロロメタンを加えて溶かし、正確に100mlとする。その5~20mlを採り、ジクロロメタンを加えて正確に100mlとしたものを内部標準液とする。</p> <p>(5) 高純度ヘリウム 純度99.999%以上のものを用いる。</p> <p>(6) ろ紙 日本工業規格に規定される化学分析用のものを用いる。</p>
<p>水酸化カリウム又は水酸化ナトリウム</p>	<p>家庭用の洗剤で液体状のもの(水酸化カリウム又は水酸化ナトリウムを含有する製剤たる劇物を除く。)</p>	<p>左に掲げる家庭用品は、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 試料約5gを精密に量り採り、50mlのメスフラスコに入れ、精製水を加えて正確に50mlとする。その10mlを正確に採り、かき混ぜながら3%過酸化水素水10mlを滴下した後、直火で2分間煮沸し、これを試験溶液とする。</p> <p>2 試験 試験溶液を、メチルオレンジ試薬2滴を指示薬として0.1mol/l塩酸で滴定する。このとき、滴定に要した0.1mol/l塩酸の消費量をV(ml)とする。別に3%過酸化水素水10mlを採り、直火で2分間煮沸した後、同様に操作したとき滴定に要した0.1mol/l塩酸の消費量をVo(ml)とする。このとき、次式により計算する試料1g中の水酸化カリウム又は水酸化ナトリウムを中和するのに要する0.1mol/l塩酸消費量は13ml以下でなければならない。 試料1g中の水酸化カリウム又は水酸化ナトリウムを中和するのに要する0.1mol/l塩酸消費量(ml) = (V-Vo)F × 5 × (1/試料採取量(g)) ただし、F : 0.1mol/l塩酸の力価</p> <p>3 試薬、標準液等</p> <p>(1) 精製水 薬事法(昭和35年法律第145号)に規定する日本薬局方(以下「日本薬局方」という。)精製水を用いる。</p> <p>(2) 3%過酸化水素水 過酸化水素水(工業標準化法(昭和24年法律第185号)に基づく日本工業規格(以下「日本工業規格」という。)試薬特級)を精製水で10倍に薄めたものを用いる。用時調製する。</p> <p>(3) メチルオレンジ試薬 メチルオレンジ(日本工業規格試薬特級)0.1gに精製水を加えて溶かし、100mlとしたものを用いる。用時調製する。</p> <p>(4) 0.1mol/l塩酸 日本薬局方容量分析用標準液を用いる。</p>
<p>テトラクロロエチレン</p>	<p>家庭用エアゾル製品 家庭用の洗剤</p>	<p>左に掲げる家庭用品は、次の試験方法による試験に適合しなければならない。</p> <p>1 試験 電子捕獲型検出器付きガスクロマトグラフを用いる。 ゴムせん付き細口円筒形のガラスびん2個に、それぞれエタノール20mlを入れた後、一方のガラスびんに試料(家庭用エアゾル製品にあつては、200mlのフラスコを氷冷し、ドラフト内で内容液をフラスコ内に噴出させたもの)1.00gを正確に量り採り、他方のガラスびんにテトラクロロエチレン標準液1.0mlを正確に加える。それぞれに、1, 1, 1, 2-テトラクロロエタン内部標準液1.0mlを正確に加えた後、ゴムせんをアルミキャップで巻き締めて密せんし、30℃の水浴中にガラスびんの首まで入れ、液がゴムせんに着しないように穏やかに振り混ぜながら30分間加温する。 試料又はテトラクロロエチレン標準液を入れたガラスびんから、ヘッドスペースガスをそれぞれ正確に3μl採り、次の操作条件で試験を行い、得られたクロマトグラムのピークを比較する。試料のクロマトグラム上にテトラクロロエチレンの保持時間と一致する保持時間を持つピークが存在する場合は、試料のクロマトグラム上でのテトラクロロエチレンに相当するピークの高さH_Tと1, 1, 1, 2-テトラクロロエタンのピークの高さH_{T1}を測定し、その比R_T=H_T/H_{T1}を求める。同時に、テトラクロロエチレン標準液のクロマトグラム上でのテトラクロロエチレンのピークの高さH_Sと1, 1, 1, 2-テトラクロロエタンのピークの高さH_{S1}を測定し、その比R_S=H_S/H_{S1}を求める。測定は同一のガラスびんについて3回繰り返し行い、平均値R_T及びR_Sを求める。このとき、次式により計算する試料中のテトラクロロエチレンの含有量は0.1W/W%以下でなければならない。 テトラクロロエチレン含有量(W/W%) = K × (R_T - R_S) × (1/試料採取量(g)) ただし、K : テトラクロロエチレン標準液の濃度(W/V%)</p> <p>操作条件 カラム担体 ケイソウ土(標準網フルイ177~250μm)を用いる。 カラム管 内径3mm、長さ3,000mmのガラス管を用いる。 カラム充てん剤 カラム担体に対してガスクロマトグラフ用ジメチルシリコンを10%含ませる。 カラム温度 70℃ 注入口及び検出器温度 180℃ キャリアーガス 高純度窒素を用いる。1, 1, 1, 2-テトラクロロエタンが約12~13分間で流出する流速に調整する。</p> <p>2 試薬、標準液等</p> <p>(1) ゴムせん付き細口付き円筒形のガラスびん 内容量100mlのものを用いる。</p> <p>(2) エタノール 日本工業規格試薬特級を用いる。</p> <p>(3) テトラクロロエチレン標準液 あらかじめ少量のヘキサン(日本工業規格試薬特級、以下この項において同じ。)を入れておいた100mlのメスフラスコにテトラクロロエチレン(純度99%以上のもの)1.00gを正確に量り採り、ヘキサンを加えて正確に100mlとする。この液10mlを採り、ヘキサンを加えて正確に100mlとしたものをテトラクロロエチレン標準液とする。</p> <p>(4) 1, 1, 1, 2-テトラクロロエタン内部標準液 あらかじめ少量のヘキサンを入れておいた100mlのメスフラスコに1, 1, 1, 2-テトラクロロエタン(純度99%以上のもの)1.2gを正確に量り採り、ヘ</p>

		<p>キサンを加えて正確に100mlとする。この液10mlを採り、ヘキサンを加えて正確に100mlとしたものを1, 1, 1, 2-テトラクロロエタン内部標準液とする。</p> <p>(5) ケイソウ土</p>
		<p>ケイソウ土をガスクロマトグラフ用に精製したものを用いる。</p> <p>(6) 高純度窒素 日本工業規格の高純度窒素2級を用いる。</p>
トリクロロエチレン	家庭用エアゾル製品 家庭用の洗浄剤	<p>左に掲げる家庭用品は、テトラクロロエチレンの項基準の欄の試験法による試験に適合しなければならない。</p> <p>この場合において、「テトラクロロエチレン」とあるのは、「トリクロロエチレン」と読み替えるものとする。</p>
トリス(1-アジリジニル)ホスフィンオキシド	繊維製品のうち、寝衣、寝具、カーテン及び床敷物	<p>左に掲げる家庭用品は、次の試験法による試験に適合しなければならない。</p> <p>1 試験溶液の調製</p> <p>(1) 抽出 身体と接触する繊維の部分を細かく切つたものを試料とし、その1.0gを100mlのナス型フラスコ(Ⅰ)に正確に量り採り、メタノール50mlを加えた後、還流冷却器を付け、70℃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)を用いて温時ろ過し、ろ液を100mlのナス型フラスコ(Ⅱ)に採り、ロータリーエバポレーターを用いてメタノールを除去する。</p> <p>(2) 精製 内径10mm、長さ300mmの吸着管に、カラムクロマトグラフ用酸化アルミニウム(中性)5gをジクロロメタンに懸濁して入れ、次いでその上に硫酸ナトリウム(無水)約1gを入れ、カラムの上端に少量のジクロロメタンが残る程度までジクロロメタンを流出させる。 (1)のメタノールを除去したナス型フラスコ(Ⅱ)にジクロロメタン10mlを加えてよく振り混ぜ、この液をカラムに流し込んだ後、ジクロロメタン100mlをカラムに流し込み、最初の流出液約100mlを200mlのナス型フラスコに採り、ロータリーエバポレーターを用いてジクロロメタンを除去する。残留物をメタノール2mlに溶かし、これを試験溶液とする。</p> <p>2 試験 炎光光度型検出器(リン用干渉フィルター、波長526nm)付きガスクロマトグラフを用いる。 試験溶液を5μl採り、次の操作条件により試験を行うとき、トリス(1-アジリジニル)ホスフィンオキシド標準品の保持時間と一致する保持時間の位置にピークを示してはならない。</p> <p>操作条件 カラム担体 ケイソウ土(標準網フルイ149~177μm)を6mol/l塩酸で2時間還流して洗い、次いで精製水で流出液が中性となるまで洗った後、乾燥し、メチルシラザン処理(ヘキサメチルジシラザン(日本工業規格試薬特級)、トリメチルクロロシラン(日本工業規格試薬特級)及びピリジン(日本工業規格試薬特級)の混液(3:1:5)に浸し、10分間水洗して乾燥させる処理をいう。以下同じ。)を施す。 カラム充てん剤 カラム担体に対してガスクロマトグラフ用ポリエチレングリコール(分子量20,000のもの)を1%含ませる。 カラム管 内径3mm、長さ1,000mmのガラス管を用いる。 カラム温度 150~220℃、昇温速度毎分10℃ 試験溶液注入口温度 170℃ 検出器 200℃で操作する。 キャリアーガス 高純度窒素を用いる。トリス(1-アジリジニル)ホスフィンオキシドが約1.5分で流出する流速に調整するとともに、水素及び空気の流量を至適条件に調整する。</p> <p>3 試薬、標準液等</p> <p>(1) メタノール 日本工業規格試薬特級を用いる。</p> <p>(2) カラムクロマトグラフ用酸化アルミニウム(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)10gを精製水90mlに懸濁したとき、そのpHは6.0~8.0である。</p> <p>(3) ジクロロメタン 日本工業規格試薬特級を用いる。</p> <p>(4) 硫酸ナトリウム(無水) 日本工業規格試薬特級を用いる。</p> <p>(5) トリス(1-アジリジニル)ホスフィンオキシド標準品 トリス(1-アジリジニル)ホスフィンオキシドを95%以上含む。 39.9Paのとき、沸点は90~91℃である。</p> <p>(6) ケイソウ土 ケイソウ土をガスクロマトグラフ用に精製したものを用いる。</p> <p>(7) 6mol/l塩酸 塩酸(日本工業規格試薬特級)を精製水で約2倍に薄めたものを用いる。</p> <p>(8) 精製水 日本薬局方精製水を用いる。</p> <p>(9) 高純度窒素 日本工業規格の高純度窒素2級を用いる。</p> <p>(10) 水素 日本工業規格の水素3級を用いる。</p>
トリス(2,3-ジブロムプロピル)ホスフェイト	繊維製品のうち、寝衣、寝具、カーテン及び床敷物	<p>左に掲げる家庭用品は、次の試験法による試験に適合しなければならない。</p> <p>1 試験溶液の調製</p> <p>(1) 抽出 身体と接触する繊維の部分を細かく切つたものを試料とし、その1.0gを100mlのナス型フラスコ(Ⅰ)に正確に量り採り、メタノール50mlを加えた後、還流冷却器を付け、70℃の水浴中で30分間抽出する。次に、この液をガ</p>

		<p>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、ろ液を100mlのナス型フラスコ(Ⅱ)に採り、ロータリーエバポレーターを用いてメタノールを除去する。</p> <p>(2) 精製 内径10mm、長さ300mmの吸着管に、カラムクロマトグラフ用酸化アルミニウム(塩基性)5gをベンゼンに懸濁して入れ、次いでその上に硫酸ナトリウム(無水)約1gを入れ、カラムの上端に少量のベンゼンが残る程度までベンゼンを流出させる。 (1)のメタノールを除去したナス型フラスコ(Ⅱ)にベンゼン10mlを加えてよく振り混ぜ、この液をカラムに流し込んだ後、ベンゼン100mlをカラムに流し込み、最初の流出液約100mlを200mlのナス型フラスコに採り、ロータリーエバポレーターを用いてベンゼンを除去する。残留物をアセトン1mlに溶かし、これを試験溶液とする。</p> <p>2 試験 炎光光度型検出器(リン用干渉フィルター、波長526nm)付きガスクロマトグラフを用いる。 試験溶液を1μl採り、次の操作条件1又は2のいずれか適切な条件の下に試験を行うとき、トリス(2, 3-ジブロムプロピル)ホスフェイト標準品の保持時間と一致する保持時間の位置にピークを示してはならない。</p> <p>操作条件1 カラム担体 ケイソウ土(標準網フルイ125~149μm)を6mol/l塩酸で2時間還流して洗い、次いで精製水で流出液が中性となるまで洗った後、アルコール性塩基で洗い、更に精製水で流出液が中性となるまで洗った後、乾燥し、メチルシリル化処理を施す。 カラム充てん剤 カラム担体に対しガスクロマトグラフ用ジメチルシリコンゴムを15%含ませた後、標準網フルイ125~149μmに整える。 カラム管 内径0.8mm、長さ500mmのガラス管を用いる。 カラム温度 225$^{\circ}$C 試験溶液注入口及び検出器温度 260$^{\circ}$C キャリヤーガス 高純度窒素を用いる。トリス(2, 3-ジブロムプロピル)ホスフェイトが約6分で流出する流速に調整するとともに、水素及び空気の流量を至適条件に調整する。</p> <p>操作条件2 次に示す条件以外は、操作条件1に示すところによる。 カラム担体 ケイソウ土(標準網フルイ149~177μm)を6mol/l塩酸で2時間還流して洗い、次いで精製水で流出液が中性となるまで洗った後、アルコール性塩基で洗い、更に精製水で流出液が中性となるまで洗った後、乾燥し、メチルシリル化処理を施す。 カラム充てん剤 カラム担体に対してガスクロマトグラフ用ジメチルシリコンゴムを10%含ませる。 カラム管 内径3mm、長さ500mmのガラス管を用いる。</p> <p>3 試薬、標準液等 (1) メタノール 日本工業規格試薬特級を用いる。 (2) カラムクロマトグラフ用酸化アルミニウム(塩基性)水分含量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)10gを精製水90mlに懸濁したとき、そのpHは7.5~9.0である。 (3) ベンゼン 日本工業規格試薬特級を用いる。 (4) 硫酸ナトリウム(無水) 日本工業規格試薬特級を用いる。 (5) アセトン 日本工業規格試薬特級を用いる。 (6) 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$^{\circ}$Cである。 (7) ケイソウ土 ケイソウ土をガスクロマトグラフ用に精製したものをを用いる。 (8) 6mol/l塩酸 塩酸(日本工業規格試薬特級)を精製水で約2倍に薄めたものをを用いる。 (9) 精製水 日本薬局方精製水を用いる。 (10) 高純度窒素 日本工業規格の高純度窒素2級を用いる。 (11) 水素 日本工業規格の水素3級を用いる。</p>
<p>トリフェニル錫^{すず}化合物</p>	<p>繊維製品のうち、おしめ、おしめカバー、よだれ掛け、下着、衛生バンド、衛生パンツ、手袋及びくつつした 家庭用接着剤 家庭用塗料 家庭用ワックス くつつ墨及びくつつクリーム</p>	<p>左に掲げる家庭用品は、次の試験法による試験に適合しなければならない。</p> <p>1 試験溶液の調製 (1) 抽出 ア 繊維製品の場合 身体と接触する繊維の部分を細かく切つたものを試料とし、その1.0gを正確に量り採り、200mlのナス型フラスコに入れ、塩酸・メタノール溶液75mlを加えた後、還流冷却器を付け、70$^{\circ}$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(日本工業規格のガラスろ過器(細孔</p>
		<p>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100mlを加え、更にジクロルメタン30mlを加えて5分間激しく振り混ぜた後、ジクロルメタン層を分取する。更にジクロルメタン30mlを加えて5分間激しく振り混ぜた後、ジクロルメタン層を分取する。必要があれば遠心分離を行う。ジクロルメタン抽出液に硫酸ナトリウム(無水)5g</p>

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1.0g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1.0g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をジクロル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ルメタンが残る程度までジクロル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、更にジクロルメタン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、ジクロルメタン10mlをカラムに流し込み、ジクロル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 μ l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^{すず}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

バーニングガス 高純度窒素を用いる。毎分30mlの流速に調整する。

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。

(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^{すず}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^{すず}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ルメタンを展開溶媒とした展開槽^{そう}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^{すず}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^{すず}標準液をそれぞれスポ

		<p>ツトする。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^{そう}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^{すず}標準液及びトリフェニル錫^{すず}標準液と比較して同定する。トリブチル錫^{すず}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^{すず}化合物は、黄だいたい色のはん点を示す。</p> <p>4 試薬、標準液等</p> <p>(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。</p> <p>(2) メタノール 日本工業規格試薬特級を用いる。</p> <p>(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)1.43g、クエン酸(日本薬局方クエン酸)17.3g及び塩化ナトリウム(日本工業規格試薬特級)5.0gを精製水800mlに溶かし、1mol/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。</p> <p>(4) 精製水 日本薬局方精製水を用いる。</p> <p>(5) ジクロロメタン 日本工業規格試薬特級を用いる。</p> <p>(6) 硫酸ナトリウム(無水) 日本工業規格試薬特級を用いる。</p> <p>(7) 塩酸 日本工業規格試薬特級を用いる。</p> <p>(8) ヘキサン 日本工業規格試薬特級を用いる。</p> <p>(9) 酢酸 日本工業規格試薬特級を用いる。</p> <p>(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)42.3g、クエン酸(日本薬局方クエン酸)7.7g及びエチレンジアミン四酢酸二ナトリウム(日本工業規格試薬特級)2.0g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)40g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。</p>
		<p>(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)10gを精製水90mlに懸濁したとき、そのpHは6.0~8.0である。</p> <p>(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。</p> <p>(13) 硝酸 次の試験に適合する硝酸を用いる。 硝酸2ml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20μlを採り、2 試験に準じて試験を行うとき、吸収を認めない。</p> <p>(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。</p> <p>(15) 高純度窒素 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) トリブチル錫^{すず}標準液 トリブチル錫^{すず}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用いる。</p> <p>(18) トリフェニル錫^{すず}標準液 トリフェニル錫^{すず}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を溶かしたものを用いる。</p>
<p>トリブチル錫^{すず}化合物</p>	<p>繊維製品のうち、おしめ、おしめカバー、よだれ掛け、下着、衛生バンド、衛生パンツ、手袋及びくつした 家庭用接着剤 家庭用塗料 家庭用ワックス くつ墨及びくつクリーム</p>	<p>左に掲げる家庭用品は、トリフェニル錫^{すず}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。 この場合において、2 試験(フレイムレス原子吸光法)中「トリフェニル錫^{すず}化合物」とあるのは「トリブチル錫^{すず}化合物」と読み替えるものとする。</p>
<p>ビス(2,3-ジブロムプロピル)ホスフェイト化合物</p>	<p>繊維製品のうち、寝衣、寝具、カーテン及び床敷物</p>	<p>左に掲げる家庭用品は、次の試験法による試験に適合しなければならない。</p> <p>1 試験溶液の調製</p> <p>(1) 抽出</p>

身体と接触する繊維の部分を細かく切つたものを試料とし、その1.0gを200mlのナス型フラスコ(I)に正確に量り採り、メタノール50mlと塩酸1mlを加えた後、還流冷却器を付け、70℃の水浴中で30分間抽出する。次に、この液をガラスろ過器(日本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、ろ液を200mlのナス型フラスコ(II)に採る。還流冷却器、ナス型フラスコ(I)及びガラスろ過器をメタノール20mlで洗い、洗液はろ液に合わせ、ロータリーエバポレーターを用いて50℃でメタノールを除去した後、エタノール10mlを加え、ロータリーエバポレーターを用いて50℃でエタノールを除去する。残留物を1mol/l炭酸水素ナトリウム溶液20mlに溶かして50ml共せん付き遠沈管(I)に移す。ナス型フラスコ(II)を10mlの1mol/l炭酸水素ナトリウム溶液で洗い洗液は遠沈管(I)に合わせる。遠沈管(I)にベンゼン10mlを加えて5分間激しく振り混ぜ静置した後、ベンゼン層を遠沈管(II)に採る。この操作を更に2回繰り返す。遠沈管(II)に1mol/l炭酸水素ナトリウム溶液10mlを加えて5分間激しく振り混ぜ静置した後、水層は遠沈管(I)に合わせる。次に、この水層を200mlの分液ロートに移し、塩酸10mlをかき混ぜながら少量ずつ加える。これに酢酸エチル50mlを加えて5分間激しく振り混ぜ静置した後、酢酸エチル層を分取する。この操作を更に5回繰り返す。全酢酸エチル層を合わせる。これに硫酸ナトリウム(無水)約30gを加えてよく振り混ぜた後、2時間放置し、ガラスろ過器(日本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、ろ液をナス型フラスコに採る。硫酸ナトリウムを酢酸エチル50mlで洗い、洗液はろ液に合わせ、ロータリーエバポレーターを用いて50℃で約5mlまで濃縮し、水冷する。

(2) メチルエステル化

(1)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℃で溶媒を除去する。残留物をアセトン1mlに溶かし、これを試験溶液とする。

2 試験

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

試験溶液を1μl採り、次の操作条件1又は2のいずれか適切な条件の下に試験を行うとき、ビス(2, 3-ジブロムプロピル)ホスフェイトのメチルエステル標準液の保持時間と一致する保持時間の位置にピークを示してはならない。ただし、ピークが認められたときは、3 確認試験法により、このピークがビス(2, 3-ジブロムプロピル)ホスフェイトによるものであることを確認しなければならない。

操作条件1

カラム担体 ケイソウ土(標準網フルイ125~149μm)を6mol/l塩酸で2時間還流して洗い、次いで精製水で流出液が中性となるまで洗った後、アルコール性塩基で洗い、更に精製水で流出液が中性となるまで洗った後、乾燥し、メチルシリル化処理を施す。

カラム充てん剤 カラム担体に対してガスクロマトグラフ用ジメチルシリコンゴムを15%含ませた後、標準網フルイ125~149μmに整える。

カラム管 内径0.8mm、長さ500mmのガラス管を用いる。

カラム温度 120~235℃、毎分10℃昇温

試験溶液注入口及び検出器温度 250℃

キャリヤーガス 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。

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

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

カラム管 内径3mm、長さ500mmのガラス管を用いる。

3 確認試験

(1) 試験溶液の調製

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

(2) 試験

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

試験溶液を1μl採り、2 試験の場合と同様に試験を行い、得られたクロマトグラム上のピークと2 試験によつて得られたクロマトグラム上のピークを比較する。このとき、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

		<p>(1) メタノール 日本工業規格試薬特級を用いる。</p> <p>(2) 塩酸 日本工業規格試薬特級を用いる。</p> <p>(3) エタノール 日本工業規格試薬特級を用いる。</p> <p>(4) 1M炭酸水素ナトリウム溶液 炭酸水素ナトリウム(日本工業規格試薬特級)84gを精製水に溶かし、1,000mlとしたものを用いる。</p> <p>(5) ベンゼン 日本工業規格試薬特級を用いる。</p> <p>(6) 酢酸エチル 酢酸エチル(日本工業規格試薬特級)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。</p> <p>(7) 硫酸ナトリウム(無水) 日本工業規格試薬特級を用いる。</p> <p>(8) ジアゾメタン・エーテル溶液 ナス型フラスコに水酸化カリウム(日本工業規格試薬特級)1gを採り、精製水1.6ml及びエタノール5mlを加えて溶かした後、N—メチル—N—ニトロソ—パラトルエンホルホンアミド4.3gをエチルエーテル(日本工業規格試薬特級)26mlに溶かした溶液を注意深く加える。これを65°Cの水浴中で蒸留し、留液20mlをエチルエーテル(日本工業規格試薬特級)5ml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にして冷蔵庫に保存し、1~2週間以内に用いる。</p> <p>(9) アセトン 日本工業規格試薬特級を用いる。</p> <p>(10) 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。</p> <p>(11) 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 ビス(2, 3—ジブロムプロピル)ホスフェイト標準品50.0mgを正確に量り採り、酢酸エチルで正確に100mlとする。その1mlを正確に採り、1 試験溶液の調製(2) メチルエステル化の場合と同様に操作して得られたアセトン溶液をビス(2, 3—ジブロムプロピル)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。</p> <p>(12) ケイソウ土 ケイソウ土をガスクロマトグラフ用に精製したものを用いる。</p> <p>(13) 6mol/l塩酸 塩酸(日本工業規格試薬特級)を精製水で約2倍に薄めたものを用いる。</p> <p>(14) 精製水 日本薬局方精製水を用いる。</p> <p>(15) 高純度窒素 日本工業規格の高純度窒素2級を用いる。</p> <p>(16) 水素 日本工業規格の水素3級を用いる。</p> <p>(17) 1mol/l水酸化ナトリウム溶液 水酸化ナトリウム(日本工業規格試薬特級)40.0gを精製水に溶かし1,000mlとしたものを用いる。</p> <p>(18) ビス(2—ブロムプロペン—2—イル)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1gを1mol/l水酸化ナトリウム溶液50mlに溶かし、2日間かき混ぜた後、塩酸を加えて酸性としベンゼン50mlで3回抽出する。ベンゼン抽出液に硫酸ナトリウム(無水)約20gを加えてよく振り混ぜた後、2時間放置し、ガラスろ過器(日本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、ろ液をナス型フラスコに採る。硫酸ナトリウムをベンゼン30mlで洗い、洗液はろ液に合わせ、ロータリーエバポレーターを用いて50°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用いる。</p> <p>(19) 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 ビス(2—ブロムプロペン—2—イル)ホスフェイト標準品30.0mgを正確に量り採り、酢酸エチルで正確に100mlとする。その1mlを正確に採り、1 試験溶液の調製(2) メチルエステル化の場合と同様に操作して得られたアセトン溶液をビス(2—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とする。用時調製する。</p>
<p>ヘキサクロロエポキシオクタヒドロエノドエキソジメタノナフタリン(別名デイルドリン)</p>	<p>繊維製品のうち、おしめカバー、下着、寝衣、手袋、くつした、中衣、外衣、帽子、寝具及び床敷物 家庭用毛糸</p>	<p>左に掲げる家庭用品は、次の試験法による試験に適合しなければならない。</p> <p>1 試験溶液の調製</p> <p>(1) 抽出 身体と接触する繊維の部分を細かく切つたものを試料とし、その約1gを精密に量り採り、500mlのナス型フラスコ(I)に入れ、メタノール250mlを加えた後、還流冷却器を付け、70°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、ろ液を500mlのナス型フラスコ(II)に採る。還流冷却器、ナス型フラスコ(I)及びガラスろ過器をメタノール100mlで洗い、洗液はろ液に合わせ、ロータリーエバポレーターを用いて50°Cでメタノールを除去する。</p> <p>(2) 精製 内径15mm、長さ300mmの吸着管に、カラムクロマトグラフ用合成ケイ酸マグネシウム10gを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5g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)のメタノールを除去したナス型フラスコ(II)に15%エチルエーテル・ヘキサン溶液10mlを加えてよく振り混ぜ、この液をカラムに流し込み、更に15%エチルエーテル・ヘキサン溶液20mlでナス型フラスコ(II)を洗う操作を</p>

2回繰り返し、両洗液をカラムに流し込んだ後、15%エチルエーテル・ヘキサン溶液250mlをカラムに流し込み、最初の流出液約290mlを採り、ヘキサンを加えて全量を正確に300mlとする。その10mlを正確に採り、ヘキサンを加えて正確に100mlとしたものを試験溶液とする。

2 試験

電子捕獲型検出器付きガスクロマトグラフを用いる。

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

試料1gについてのデイルドリンの含有量(μg) = $K \times (P/P_s) \times 3,000 \times (1/\text{試料採取量}(g))$

ただし、K：デイルドリン標準液の濃度(μg/ml)

操作条件1

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

カラム充てん剤 カラム担体に対してガスクロマトグラフ用シリコンを5%含ませる。

カラム管 内径3mm、長さ1,500~2,000mmのガラス管を用いる。

カラム温度 200°C

試験溶液注入口温度 250°C

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

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

操作条件2

次に示す操作条件以外は、操作条件1に示すところによる。

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

カラム充てん剤 カラム担体に対してガスクロマトグラフ用ジエチレングリコールサクシネートを2%、リン酸を0.5%含ませる。

カラム温度 175°C

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

3 試薬、標準液等

(1) メタノール

次の試験に適合するメタノールを用いる。

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

(2) カラムクロマトグラフ用合成ケイ酸マグネシウム

カラムクロマトグラフ用合成ケイ酸マグネシウム(標準網フルイ177~250μm)を450°Cで一夜加熱した後、デシケーター中で放冷したものであつて、次の試験に適合するものを用いる。

デイルドリン標準液10mlを試料とし、1 試験溶液の調製(2) 精製及び2 試験に準じて試験を行うとき、デイルドリンがほとんど完全に回収されなければならない。

(3) ヘキサン

次の試験に適合するヘキサンを用いる。

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

(4) 硫酸ナトリウム(無水)

次の試験に適合する硫酸ナトリウム(無水)を用いる。

硫酸ナトリウム(無水)を20g採り、(3)のヘキサン100mlに懸濁する。1分間振り混ぜた後10分間静置する操作を6回繰り返した後、ヘキサンを分取する。更にその硫酸ナトリウム(無水)を(3)のヘキサン少量で洗い、洗液をこれに合わせる。このヘキサンの全量をロータリーエバポレーターを用いて5mlに減圧濃縮し、その5μlを採り、2 試験に準じて試験を行うとき、クロマトグラム上のヘキサン以外のピークの高さは、 $2 \times 10^{-11}g$ のγ-BHCが示すピークの高さ以下でなくてはならない。

(5) エチルエーテル

次の試験に適合するエチルエーテルを用いる。

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

(6) 15%エチルエーテル・ヘキサン溶液

(5)のエチルエーテル15mlに(3)のヘキサンを加えて全量を100mlとする。

(7) デイルドリン標準品

デイルドリンを98%以上含む。融点は177~179°Cである。

(8) デイルドリン標準液

デイルドリン標準品1.0mgを正確に採り、(3)のヘキサンに溶かし、正確に100mlとする。その1mlを正確に採り、(3)のヘキサンを加えて100mlとし、更にその10mlを正確に採り、(3)のヘキサンを加えて100mlとしたものをデイルドリン標準液とする。

デイルドリン標準液1ml = 0.01μgデイルドリン

		(9) ケイソウ土 ケイソウ土をガスクロマトグラフ用に精製したものを用いる。
		(10) 6mol/l塩酸 塩酸(日本工業規格試薬特級)を精製水で約2倍に薄めたものを用いる。 (11) 精製水 日本薬局方精製水を用いる。 (12) 高純度窒素 日本工業規格の高純度窒素2級を用いる。 (13) リン酸 日本工業規格試薬特級を用いる。
ベンゾ [a] アントラセン	クレオソート油を含有する家庭用の木材防腐剤及び木材防虫剤	左に掲げる家庭用品は、ジベンゾ [a, h] アントラセンの項基準の欄に掲げる試験(クレオソート油を含有する家庭用の木材防腐剤及び木材防虫剤に係るものに限る。)に適合しなければならない。 この場合において、同欄中「ジベンゾ [a, h] アントラセン」とあるのは「ベンゾ [a] アントラセン」と、「278」とあるのは「228」と、「約15~16分」とあるのは「約11~12分」と読み替えるものとする。
	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	左に掲げる家庭用品は、ジベンゾ [a, h] アントラセンの項基準の欄に掲げる試験(クレオソート油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。)に適合しなければならない。 この場合において、同欄中「ジベンゾ [a, h] アントラセン」とあるのは「ベンゾ [a] アントラセン」と、「278」とあるのは「228」と、「約15~16分」とあるのは「約11~12分」と読み替えるものとする。
ベンゾ [a] ピレン	クレオソート油を含有する家庭用の木材防腐剤及び木材防虫剤	左に掲げる家庭用品は、ジベンゾ [a, h] アントラセンの項基準の欄に掲げる試験(クレオソート油を含有する家庭用の木材防腐剤及び木材防虫剤に係るものに限る。)に適合しなければならない。 この場合において、同欄中「ジベンゾ [a, h] アントラセン」とあるのは「ベンゾ [a] ピレン」と、「278」とあるのは「252」と「約15~16分」とあるのは「約13~14分」と読み替えるものとする。
	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	左に掲げる家庭用品は、ジベンゾ [a, h] アントラセンの項基準の欄に掲げる試験(クレオソート油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。)に適合しなければならない。 この場合において、同欄中「ジベンゾ [a, h] アントラセン」とあるのは「ベンゾ [a] ピレン」と、「278」とあるのは「252」と、「約15~16分」とあるのは「約13~14分」と読み替えるものとする。
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月以内の乳幼児用のもの	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2.50gを200mlの共せんフラスコに正確に量り採り、精製水100mlを正確に加えた後、密せんし、40℃の水浴中で時々振り混ぜながら1時間抽出する。次に、この液をガラスろ過器(日本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。 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×((A-Ao)/As)×100×(1/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-Aoの値が0.05を超えたとき又はホルムアルデヒドの溶出量が16μg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℃の水浴中で10分間加温し、更にアセチルアセトン試液5.0mlを加えて振り混ぜ、40℃の水浴中で30分間加温し、30分間放置した後、試験溶液の代わりに精製水5.0mlを用いて同様に操作したものを対照として吸収スペクトルを測定するとき、波長412~415nm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。 (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10μl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5μmのオクタデシルシリル化シリカゲルを用いる。 カラム温度 35℃ 検出器 紫外可視検出器 検出波長 412~415nm 移動相 アセトニトリル:精製水(15:85~20:80)

		<p>流速 毎分1.0ml</p> <p>4 試薬、標準液等</p> <p>(1) 精製水 日本薬局方精製水を用いる。</p> <p>(2) 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。 $C(\%) = 1.5013 \times ((V_0 - V)F / 1,000) \times (100 / 10) \times (1 / W) \times 100$ ただし、 V₀: 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)</p> <p>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/Cg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1ml=0.4 μgHCHO</p> <p>(3) 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)150gに適量の精製水を加えて溶かし、水酢酸(日本工業規格試薬特級)3ml及びアセチルアセトン(日本工業規格試薬特級)2ml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)1g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、つけひげ又はくつしたために使用される接着剤</p>		<p>左に掲げる家庭用品は、次の試験法による試験に適合しなければならない。</p> <p>1 試験溶液の調製</p> <p>(1) 繊維製品の場合 身体と接触する繊維の部分を細かく切つたものを試料とし、その約1g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G2)に適合するもの)を用いて温時ろ過し、試験溶液とする。</p> <p>(2) 接着剤の場合 試料約2g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3ml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。</p> <p>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A₀を測定する。このとき、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は75 μg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) = $K \times ((A - A_0) / A_s) \times E \times (1 / \text{試料採取量}(g))$ ただし、 K: ホルムアルデヒド標準液の濃度(μg/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 μg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℃の水浴中で10分間加温し、更にアセチルアセトン試液5.0mlを加えて振り混ぜ、40℃の水浴中で30分間加温し、30分間放置した後、試験溶液の代わりに精製水5.0mlを用いて同様に操作したものを対照として吸収スペクトルを測定するとき、波長412~415nmにおいて、吸光度A及びA_sを測定した場合と同様の吸収スペクトルを示してはならない。</p> <p>3 試薬、標準液等</p> <p>(1) 精製水 日本薬局方精製水を用いる。</p> <p>(2) リン酸溶液 リン酸(日本工業規格試薬特級)5gを採り、精製水を加えて25mlとしたものを用いる。</p> <p>(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</p>

		<p>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。</p> <p>ホルマリン中のホルムアルデヒド含有量C(%)は次式により求める。 $C(\%) = 1.5013 \times (V_0 - V)F / 1,000 \times (100/10) \times (1/W) \times 100$ ただし、 V₀: 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)</p> <p>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/Cg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1ml=4μgHCHO</p> <p>(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)150g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)3ml及びアセチルアセトン(日本工業規格試薬特級)2ml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>(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)1g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>
メタノール	家庭用エアゾル製品	<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 試験溶液の調製 200mlのフラスコを氷冷し、ドラフト内で内容液をフラスコ内に噴出させ試料とする。試料10.0gを100mlのフラスコに正確に量り採り、精製水20ml、塩化ナトリウム2g、エタノール10ml及び流動パラフィン2滴を加えた後、直火で蒸留し、留液を目盛り試験管に25ml採る。次に、留液を100mlの分液漏斗に移した後、試験管を25mlの精製水で洗い、洗液は留液に合わせる。分液漏斗にヘキサン10mlを加えて2分間激しく振り混ぜた後、水層を100mlのメスフラスコに分取する。更に分液漏斗に精製水20mlを加えて2分間激しく振り混ぜた後、水層を分取しメスフラスコに合わせる。メスフラスコに精製水を加えて全量を正確に100mlとする。その1.0mlを10mlのメスフラスコに正確に採り、エタノールを加えて正確に10mlとしたものを試験溶液とする。</p> <p>2 試験 水素炎型検出器付きガスクロマトグラフを用いる。 試験溶液及びメタノール標準液を正確にそれぞれ1μl採り、次の操作条件1及び2で試験を行い、得られたクロマトグラムのピークを比較する。メタノール標準液の保持時間と一致する保持時間を持つピークが、いずれの操作条件においても存在する場合は、そのピークについていずれか適切な条件のもとに得られたクロマトグラム上で試験溶液のピーク高さH及びメタノール標準液の高さH_sを測定する。このとき、次式により計算する試料中のメタノールの含有量は5W/W%以下でなければならない。 メタノール含有量(W/W%) = $K \times (H/H_s) \times (1/\text{試料採取量}(g)) \times 1,000$ ただし、K:メタノール標準液の濃度(W/V%)</p> <p>操作条件1 カラム担体 エチルビニルベンゼンとジビニルベンゼンのコポリマー(標準網フルイ149~177μm)の吸着型担体を用いる。 カラム管 内径3mm、長さ2,000mmのガラス管を用いる。 カラム温度 130℃ 試験溶液注入口及び検出器温度 160℃ キャリアーガス 高純度窒素を用いる。メタノールが約5~6分で流出する流速に調整するとともに、水素及び空気の流量を至適条件に調整する。</p> <p>操作条件2 カラム担体 テレフタル酸(標準網フルイ177~250μm) カラム充てん剤 カラム担体に対しガスクロマトグラフ用ポリエチレングリコール1500を10%含ませる。 カラム管 内径3mm、長さ1,500mmのガラス管を用いる。 カラム温度 50℃ 試験溶液注入口及び検出器温度 150℃ キャリアーガス 高純度窒素を用いる。メタノールが約7~8分で流出する流速に調整するとともに、水素及び空気の流量を至適条件に調整する。</p> <p>3 試薬、標準液等 (1) 精製水 日本薬局方精製水を用いる。 (2) 塩化ナトリウム 日本薬局方塩化ナトリウムを用いる。 (3) エタノール 次の試験に適合するエタノールを用いる。 エタノール1μlを採り、2 試験に準じて試験を行うとき、クロマトグラム上にメタノールのピークを認めてはならない。 (4) 流動パラフィン 日本工業規格試薬特級を用いる。 (5) ヘキサン 日本工業規格試薬特級を用いる。 (6) メタノール標準液</p>
		<p>メタノール(日本工業規格試薬特級)10.0gを正確に量り採り、エタノールを加えて正確に100mlとし、この液をエタノールを用いて正確に200倍に希釈したものをメタノール標準液とする。</p> <p>(7) 高純度窒素</p>

		<p>日本工業規格の高純度窒素2級を用いる。</p> <p>(8) 水素 日本工業規格の水素3級を用いる。</p> <p>(9) テレフタル酸 ガスクロマトグラフ用に精製したものをを用いる。</p>
有機水銀化合物	<p>繊維製品のうち、おしめ、おしめカバー、よだれ掛け、下着、衛生バンド、衛生パンツ、手袋及びくつした</p> <p>家庭用接着剤 家庭用塗料 家庭用ワックス くつ墨及びくつクリーム</p>	<p>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 試料(繊維製品にあつては、身体と接触する繊維の部分を細かく切つたもの)1.0gを分液漏斗(I)に正確に量り採り、精製水1ml及び0.5mol/l塩酸50mlを加え、30分間放置し、更に四塩化炭素10mlを加えて5分間激しく振り混ぜたのち、四塩化炭素層を分液漏斗(II)に分取する。更に分液漏斗(I)に四塩化炭素10mlを加えて5分間激しく振り混ぜたのち、四塩化炭素層を分液漏斗(II)に分取する。分液漏斗(II)にシステイン・アセテート溶液10mlを正確に加えて振り混ぜたのち、静置し、更に必要があれば遠心分離を行ったのち、システイン・アセテート溶液層を分取し、これを試験溶液とする。</p> <p>2 試験(フレイムレス原子吸光法) 次の(1)又は(2)のいずれかの試験による。</p> <p>(1) 加熱気化一金アマルガム法 試験溶液0.2mlを正確に採り、石英ポートに入れ、液面が隠れるように粉末状の水酸化カルシウムを加え、波長253.7nmにおける吸光度Aを測定する。 別に、水銀標準液1.0mlを正確に採り、0.5mol/l塩酸50mlを加え、30分間放置し、以下1 試験溶液の調製の場合と同様に操作して得られた溶液0.2mlを正確に採り、試験溶液の場合と同様に操作して吸光度Asを測定するとき、AはAsより小さくなければならない。</p> <p>(2) 還元気化法 試験溶液2.0mlを正確に採り、日本工業規格K0102の44.1.2のB法に準じて操作し、波長253.7nmにおける吸光度Aを測定する。 別に、水銀標準液1.0mlを正確に採り、0.5mol/l塩酸50mlを加え、30分間放置し、以下1 試験溶液の調製の場合と同様に操作して得られた溶液2.0mlを正確に採り、試験溶液の場合と同様に操作して吸光度Asを測定するとき、AはAsより小さくなければならない。</p> <p>3 試薬、標準液等</p> <p>(1) 精製水 日本薬局方精製水を用いる。</p> <p>(2) 0.5mol/l塩酸 0.5mol/l塩酸試液(日本薬局方試液)を四塩化炭素で4回洗つたものをを用いる。</p> <p>(3) 四塩化炭素 日本工業規格試薬特級を用いる。</p> <p>(4) システイン・アセテート溶液 L-システイン塩酸塩(一水塩)(日本工業規格試薬特級)1g、酢酸ナトリウム(日本工業規格試薬特級)0.8g及び硫酸ナトリウム(無水)(日本工業規格試薬特級)12.5gを精製水に溶かし、100mlとし、必要があればろ過したものをを用いる。</p> <p>(5) 水酸化カルシウム 水酸化カルシウム(日本工業規格試薬一級)を約800°Cで5時間加熱したものをを用いる。</p> <p>(6) 水銀標準液 酢酸フェニル水銀(純度98%以上のもの)167.9mgを正確に採り、精製水に溶かし、正確に1,000mlとする。その10mlを正確に採り、精製水を加えて100mlとし、更にその10mlを正確に採り、精製水を加えて100mlとしたものを水銀標準液とする。 水銀標準液1ml=1μgHg</p>