

○毒物又は劇物を含有する物の定量方法を定める省令

(昭和四十一年一月八日)

(厚生省令第一号)

毒物及び劇物取締法施行令(昭和三十年政令第二百六十一号)第三十八条第二項の規定に基づき、無機シアン化合物たる毒物を含有する液体状の物のシアン含有量の定量方法を定める省令を次のように定める。

毒物又は劇物を含有する物の定量方法を定める省令

(昭四六厚令四六・改称)

(定量方法)

第一条 毒物及び劇物取締法施行令(昭和三十年政令第二百六十一号。以下「令」という。)第三十八条第一項第一号に規定する無機シアン化合物たる毒物を含有する液体状の物のシアン含有量は、次の式により算定する。

$$\text{シアン含有量 (ppm)} = 0.2 \times (A/A_0) \times 250 \times (1/25) \times n$$

2 前項の式中の次の各号に掲げる記号は、それぞれ当該各号に定める数値とする。

一 A 検体に係る吸光度

二 A₀ シアンイオン標準溶液に係る吸光度

三 n 別表第一に定めるところにより試料について希釈を行なった場合における希釈倍数

(希釈を行なわなかつた場合は、一とする。)

(昭四六厚令四六・一部改正)

第二条 令第三十八条第一項第二号に規定する塩化水素、硝酸若しくは硫酸又は水酸化カリウム若しくは水酸化ナトリウムを含有する液体状の物の水素イオン濃度は、次の方法により定量する。

試料液百ミリリットルをとり蒸留水を加えて千ミリリットルとし混和する。この混和液について工業標準化法(昭和二十四年法律第百八十五号)に基づく日本工業規格K〇一〇二の八に該当する方法により測定する。

(昭四六厚令四六・追加)

(吸光度の測定方法等)

第三条 第一条第二項第一号に掲げる検体に係る吸光度及び同条同項第二号に掲げるシアンイオン標準溶液に係る吸光度の測定方法並びにその測定に使用する対照溶液の作成方法は、別表第一に定めるところによる。

(昭四六厚令四六・旧第二条繰下・一部改正)

(試薬等)

第四条 吸光度の測定及び対照溶液の作成に用いる試薬及び試液は、別表第二に定めるところによる。

(昭四六厚令四六・旧第三条繰下)

附 則

この省令は、昭和四十一年七月一日から施行する。

附 則 (昭和四六年一月二七日厚生省令第四六号)

この省令は、昭和四十七年三月一日から施行する。

別表第一

検体に係る吸光度の測定

検体に係る吸光度の測定に用いる装置は、通気管及び吸収管を別図1に示すようにビニール管で連結したものをを用いる。通気管及び吸収管の形状は、別図2に定めるところによる。吸収管には、あらかじめ水酸化ナトリウム試液(1N)30mlを入れておく。試料には、検体採取後ただちに水酸化ナトリウムを加えてpHを12以上としたものをを用いる。試料25mlを通気管にとり、ブロムクレゾールパープル溶液3滴ないし4滴を加え、液が黄色になるまで酒石酸溶液を滴加したのち酢酸・酢酸ナトリウム緩衝液1mlを加え、ただちに装置を別図1のように連結し、通気管を38℃ないし42℃の恒温水そうにその首部まで浸す。次に、水酸化ナトリウム20W/V%溶液に通して洗じようした空気約48lを毎分約1.2lの割合で約40分間通気する。この場合において泡だちがはげしくて通気速度を毎分約1.2lにできないときは、通気時間を延長する。通気のうち、吸収管内の液及び通気管と吸収管を連結するビニール管内の水滴を精製水約100mlを用いて250mlのメスフラスコに洗い込む。これにフェノールフタレイン試液2滴ないし3滴を加え、希酢酸で徐々に中和したのち精製水を加えて正確に250mlとする。この液10mlを共栓試験管にとり、リン酸塩緩衝液5ml及びクロラミン試液1mlを加えてただちに密栓し、静かに混和したのち2分間ないし3分間放置し、ピリジン・ピラゾロン溶液5mlを加えてよく混和したのち20℃ないし30℃で50分間以上放

置する。こうして得た液について層長約10mmで波長620m μ 付近の極大波長における吸光度を測定する。
この数値をシアンイオン標準溶液に係る吸光度の数値で除した値が1.5より大きいときは、その値が1.5以下となるように希釈溶液で希釈した試料について同様の操作を行なつて吸光度を測定する。
以上の操作により測定した吸光度の数値を、対照溶液について測定した吸光度の数値によつて補正する。

シアンイオン標準溶液に係る吸光度の測定

シアン化カリウム2.5gに精製水を加えて溶かし、1000mlとする。この液についてその1ml中のシアンイオンの量を測定し、シアンイオンとして10mgに相当する量を正確にはかり、水酸化ナトリウム試液(1N)100mlを加え、精製水を加えて正確に1000mlとし、これをシアンイオン標準溶液とする。

この溶液は、用時製するものとする。

1ml中のシアンイオンの量(mg)の測定は、測定に係る液100mlを正確にはかり、P—ジメチルアミノベンジリデンロダニン0.02gにアセトンを加えて溶かし100mlとした溶液0.5mlを加え、硝酸銀試液(0.1N)で、液が赤色に変わるまで滴定し、滴定に要した硝酸銀試液(0.1N)の量(ml)から次の式により算出する。

シアンイオンの量(mg) = 滴定に要した硝酸銀試液(0.1N)の量 \times 0.05204

シアンイオン標準溶液5mlを250mlのメスフラスコに正確にとり、水酸化ナトリウム試液(1N)30ml、精製水約100ml及びフェノールフタレイン試液2滴ないし3滴を加えて、希酢酸で徐々に中和したのち、精製水を加えて正確に250mlとする。この液10mlを共栓試験管にとり、リン酸塩緩衝液5ml及びクロラミン試液1mlを加えてただちに密栓し、静かに混和したのち2分間ないし3分間放置し、ピリジン・ピラゾロン溶液5mlを加えてよく混和したのち20 $^{\circ}$ Cないし30 $^{\circ}$ Cで50分間以上放置する。こうして得た液について層長約10mmで波長620m μ 付近の極大波長における吸光度を測定する。

以上の操作により測定した吸光度の数値を、対照溶液について測定した吸光度の数値によつて補正する。

対照溶液の作成

精製水10mlを共栓試験管にとり、リン酸塩緩衝液5ml及びクロラミン試液1mlを加えてただちに密栓し、静かに混和したのち2分間ないし3分間放置し、ピリジン・ピラゾロン溶液5mlを加えてよく混和したのち20 $^{\circ}$ Cないし30 $^{\circ}$ Cで50分間以上放置する。

別表第二

(昭46厚令46・一部改正)

- | | | |
|---|----------------|---|
| 1 | 水酸化ナトリウム試液(1N) | 薬事法(昭和35年法律第145号)に規定する日本薬局方一般試験法の部試薬・試液の項(以下単に「日本薬局方試薬・試液の項」という。)に掲げるものとする。 |
| 2 | 水酸化ナトリウム | 粒状のものとし、日本薬局方試薬・試液の項に掲げるものとする。 |
| 3 | ブロムクレゾールパープル溶液 | ブロムクレゾールパープル0.05gにエタノール20mlを加えて溶かし、さらに精製水を加えて100mlとしたものとする。必要があればろ過する。ブロムクレゾールパープル及びエタノールは、日本薬局方試薬・試液の項に掲げるものとする。 |
| 4 | 酒石酸溶液 | 酒石酸15gに精製水を加えて溶かし100mlとしたものとする。酒石酸は、日本薬局方試薬・試液の項に掲げるものとする。 |
| 5 | 酢酸・酢酸ナトリウム緩衝液 | 氷酢酸24gを精製水に溶かして100mlとした液と酢酸ナトリウム54.4gを精製水に溶かして100mlとした液を1対3の割合で混和したものとする。氷酢酸及び酢酸ナトリウムは、日本薬局方試薬・試液の項に掲げるものとする。 |
| 6 | フェノールフタレイン試液 | 日本薬局方試薬・試液の項に掲げるものとする。 |
| 7 | 希酢酸 | 日本薬局方試薬・試液の項に掲げるものとする。 |
| 8 | リン酸塩緩衝液 | リン酸二水素カリウム3.40gと無水リン酸一水素ナトリウム3.55gを精製水に溶かして全量を1000mlとする。リン酸二水素カリウム及び無水リン |

酸一水素ナトリウムは、日本薬局方試薬・試液の項に掲げるものとする。

- 9 クロラミン試液 クロラミン0.2gに精製水を加えて溶かし、100mlとしたものとする。クロラミンは、日本薬局方試薬・試液の項に掲げるものとする。この試液は、用時製するものとする。
- 10 ピリジン・ピラゾロン溶液 1-フェニル-3-メチル-5-ピラゾロン(純度90%以上)0.1gに精製水100mlを加え、65℃ないし70℃に加熱し、よく振り混ぜて溶かしたのちに30℃以下に冷却する。これにビス-1-フェニル-3-メチル-5-ピラゾロン(純度90%以上)0.02gをピリジン20mlに溶かした液を加え混和して製する。ピリジンは、日本薬局方試薬・試液の項に掲げるものとする。この溶液は、用時製するものとする。
- 11 希釈溶液 この表の1に定める水酸化ナトリウム試液(1N)120mlに精製水約400ml及びこの表の6に定めるフェノールフタレイン試液2滴ないし3滴を加え、この表の7に定める希酢酸で中和したのち、精製水を加えて1000mlとしたものとする。
- 12 シアン化カリウム 日本薬局方試薬・試液の項に掲げるものとする。
- 13 アセトン 日本薬局方試薬・試液の項に掲げるものとする。
- 14 硝酸銀試液(0.1N) 日本薬局方試薬・試液の項に掲げるものとする。
- 15 P-ジメチルアミノベンジリデンロダニン 工業標準化法に基づく日本工業規格K8495号特級に適合するものとする。